VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV KONSTRUOVÁNÍ
INSTITUTE OF MACHINE AND INDUSTRIAL DESIGN

ANALÝZA VLIVU RECYKLACE PRÁŠKOVÉ OCELI NA POROZITU DÍLŮ VYRÁBĚNÝCH TECHNOLOGIÍ SELECTIVE LASER MELTING

THE IMPACT OF METAL POWDER RECYCLING ON THE POROSITY OF PARTS PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE — Bc. Jan Sůkal
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE — doc. Ing. David Paloušek, Ph.D.
SUPERVISOR

BRNO 2017

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav konstruování
Student:	**Bc. Jan Sůkal**
Studijní program:	Strojní inženýrství
Studijní obor:	Konstrukční inženýrství
Vedoucí práce:	**doc. Ing. David Paloušek, Ph.D.**
Akademický rok:	2016/17

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:

Analýza vlivu recyklace práškové oceli na porozitu dílů vyráběných technologií Selective Laser Melting

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Kvalita práškového materiálu vstupujícího do procesu výroby SLM zásadně ovlivňuje výslednou homogenitu vyráběných dílů a má vliv na mechanické vlastnosti. Recyklace prášků je základním atributem aditivní výroby a probíhá buď automaticky nebo pomocí obsluhy stroje. Po každé stavbě dojde ke kontaminaci prášku spalinami, což je řešeno přesíváním materiálu. Tím se ovšem může měnit distribuce velikosti částic, což v důsledku ovlivní kvalitu nanášené vrstvy a porozitu. Tento proces je nutné analyzovat a stanovit jeho význam a vliv na hustotu materiálu.

Typ práce: výzkumná
Projekt: MPO

Cíle diplomové práce:

Hlavním cílem je analyzovat vliv recyklace práškové oceli 1.2709 na relativní hustotu a identifikovat charakter porozity po výrobě technologií selective laser melting.
Dílčí cíle diplomové práce:
– definovat problémovou situaci,
– návrh experimentů,
– realizace experimentů,
– analýza získaných výstupů a jejich porovnání.

Požadované výstupy: publikace, průvodní zpráva, fotografická dokumentace, laboratorní protokol, digitální data.
Rozsah práce: cca 72 000 znaků (40 – 50 stran textu bez obrázků).
Struktura práce a šablona průvodní zprávy jsou závazné:
http://dokumenty.uk.fme.vutbr.cz/BP_DP/Zasady_VSKP_2017.pdf

Seznam doporučené literatury:

YADROITSEV, Igor. Selective laser melting: direct manufacturing of 3D-objects by selective laser melting of metal powders. Saarbrücken: LAP Lambert, 2009, iv, 266 s. : obr., čb. fot. tabulky, grafy. ISBN 978-3-8383-1794-6.

ZAEH, Michael F.; BRANNER, Gregor. Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting. Production Engineering, 2010, 4.1: 35-45.

BREMEN, Sebastian; MEINERS, Wilhelm; DIATLOV, Andrei. Selective laser melting. Laser Technik Journal, 2012, 9.2: 33-38.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

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 vlivem recyklace práškové oceli 1.2709 na porozitu dílů zpracovaných technologií SLM. Teoretická část práce uvádí náhled do problematiky vlivu vybraných procesních parametrů této aditivní technologie na tvorbu porozity ve vyráběných dílech. Přítomnost pórů v materiálu je hlavní příčinou horších mechanických vlastností ve srovnání s konvenčně vyráběnými materiály. Protože výhodou této technologie je možnost až bezodpadové produkce, je jednou z možných příčin tvorby pórů i degradace vlastností práškového materiálu vlivem standardně používané recyklace pomocí přesívání k odstranění kontaminantů vzniklých při stavbě. Tato práce srovnává charakter porozity dílů vyráběných pomocí dvou odlišných zařízení, analyzuje možné důsledky přesívání na vlastnosti prášku, stanovuje doporučení pro nastavení recyklačního procesu a porovnává míru vlivu vstupních parametrů na tvorbu porozity.

KLÍČOVÁ SLOVA

SLM, selective laser melting, recyklace, porozita, 1.2709, 18Ni 300, martenzitická ocel

ABSTRACT

Diploma thesis deals with the influence of recycling of powder steel 1.2709 on porosity of parts processed by SLM technology. Theoretical part of this thesis gives an overview of the influence of selected process parameters of this additive technology on the porosity of manufactured parts. The presence of pores in the material is the main cause of worse mechanical properties compared to conventionally manufactured materials. Since the advantage of this technology is the possibility of wasteless production, one of the possible causes of pore formation and degradation of properties of the powder material is due to standard recycling by means of sieving to remove the contaminants generated during the construction. This paper compares the porosity of parts produced by two different machines, analyzes the possible consequences of sieving on powder properties, establishes recommendations for setting the recycling process, and compares the degree of influence of process parameters on porosity.

KEY WORDS

SLM, selective laser melting, recyclation, porosity, 1.2709, 18Ni 300, maraging steel

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

SŮKAL, J. *Analýza vlivu recyklace práškové oceli na porozitu dílů vyráběných technologií Selective Laser Melting*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 154 s. Vedoucí diplomové práce doc.Ing. David Paloušek, Ph.D.

PODĚKOVÁNÍ

Tímto bych chtěl poděkovat především panu doc. Ing. Davidu Palouškovi, Ph.D. za cenné rady a připomínky při zpracování práce. Dále panu doc. Ing. Danielu Koutnému, Ph.D., doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D. a Ing. Radkovi Vránovi za odbornou konzultaci a pomoc, rodině a přítelkyni za trpělivost a podporu.

ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že tuto diplomovou práci *Analýza vlivu recyklace práškové oceli na porozitu dílů vyráběných technologií Selective Laser Melting* jsem vypracoval samostatně, pod vedením vedoucího diplomové práce doc. Ing. Davida Palouška, Ph.D.. Současně prohlašuji, že jsem v seznamu uvedl všechny použité literární zdroje.

V Brně dne 19. května 2017 …….

Bc. Jan Sůkal

OBSAH

1 ÚVOD 13
2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ 14
2.1 Technologie Selective Laser Melting (SLM) 14
2.1.1 Procesní parametry 15
2.1.2 Relativní hustota a charakter porozity 16
2.1.3 Vliv porozity na mechanické vlastnosti 17
2.1.4 Vliv dodané energie 21
2.1.5 Skenovací strategie a re-melting 22
2.2 Recyklace kovového prášku 24
2.2.1 Distribuce velikosti částic 24
2.2.2 Vliv recyklace na vlastnosti prášku 26
2.2.3 Vliv recyklace na vlastnosti součásti 27
3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE 29
4 MATERIÁL A METODY 31
4.1 Nástrojová ocel 1.2709 31
4.2 Výrobní zařízení 33
4.2.1 Concept Laser M1 Cusing 33
4.2.2 SLM 280HL 35
4.3 Experimenty 37
4.3.1 Recyklační test na Concept Laser M1 Cusing 37
4.3.2 Test porozity na SLM 280HL 41
4.3.3 Přesívací test na PSM 100 44
4.3.4 Recyklace kontaminovaného prášku 45
4.3.5 Metody vyhodnocení vlastností prášku 47
4.3.6 Metody vyhodnocení vlastností dílů 47
5 VÝSLEDKY 50
5.1 Recyklační test na Concept Laser M1 Cusing 50
5.1.1 Distribuce velikosti částic prášku 50
5.1.2 µCT analýza 53
5.1.3 Měření drsnosti povrchu 57
5.1.4 Metalografické výbrusy 60
5.1.5 Shrnutí výsledků 63
5.2 Test porozity na SLM 280HL 64
5.2.1 Metalografické výbrusy 65
5.2.2 µCT analýza 67
5.2.3 Shrnutí výsledků 70
5.3 Přesívací test na PSM 100 70
5.3.1 Distribuce velikosti částic oceli 1.2709 SLM Solutions 70
5.3.2 Analýzy síta 72
5.3.3 Výsledky přesívacího testu a úprava síta 72
5.3.4 Shrnutí výsledků 74
5.4 Recyklace kontaminovaného prášku 75
5.4.1 Přesívání prášku 76
5.4.2 Měření velikosti částic 77
5.4.3 Metalografické výbrusy 79
5.4.4 Shrnutí výsledků 80

6 DISKUZE 81
7 ZÁVĚR 84
8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ 86
9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN 90
10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ 91
11 SEZNAM TABULEK 94
12 SEZNAM PŘÍLOH 95
13 PŘÍLOHY 96

1 ÚVOD

Téměř dvě desítky let vývoje procesu spojování kovového prášku *selective laser melting* (SLM) učinily tuto technologii jednou z nejrychleji se rozvíjejících metod *rapid manufacturing* (RM) v oblasti kovů. Tato aditivní technologie využívá jako zdroj informací 3D CAD data a pomocí vysoce výkonného laseru taví jemný kovový prášek v celém jeho objemu na rozdíl od *selective laser sintering* (SLS). Vytváří se tak součásti velmi komplexních geometrií bez nutnosti jiného post-processingu než dokončení povrchu. Tvarová volnost a přizpůsobivost jsou jedny z nejvýznamnějších výhod v porovnání s konvenčními technologiemi, jako je soustružení, frézování nebo odlévání. Technologie je proto využívána pro výrobu geometricky komplexních a lehkých struktur v leteckém a automobilovém průmyslu, nástrojů pro tlakové lití nebo individualizovaných implantátů v medicíně. Materiálová flexibilita této technologie dovoluje zpracovat jak nerezové a nástrojové oceli, tak slitiny neželezných kovů, jako jsou hliník, titan, měď a další.

K neopomenutelným přínosům především pro prototypovou a malosériovou výrobu patří zkrácení doby od návrhu k produktu a s tím i snížení nákladů. K ekonomice procesu přispívá i fakt, že SLM je téměř bezodpadová výrobní technologie, protože nevyužitý prášek je možné recyklovat. Samotný proces recyklace ale může mít vliv na kvalitu prášku. K využití tohoto potenciálu je proto nutné zkoumat vliv stavby na nevyužitý kovový prášek, vyvinout metodiku recyklace prášku a porozumět efektu procesu recyklace s ohledem na důsledky pro stavěné díly. Tato práce se zabývá procesem recyklace prášku vysokopevnostní nástrojové oceli 1.2709 používané k výrobě nástrojů pro lití pod tlakem, protlačování, vystřihování nebo pro značně namáhané součásti v leteckém a automobilovém odvětví.

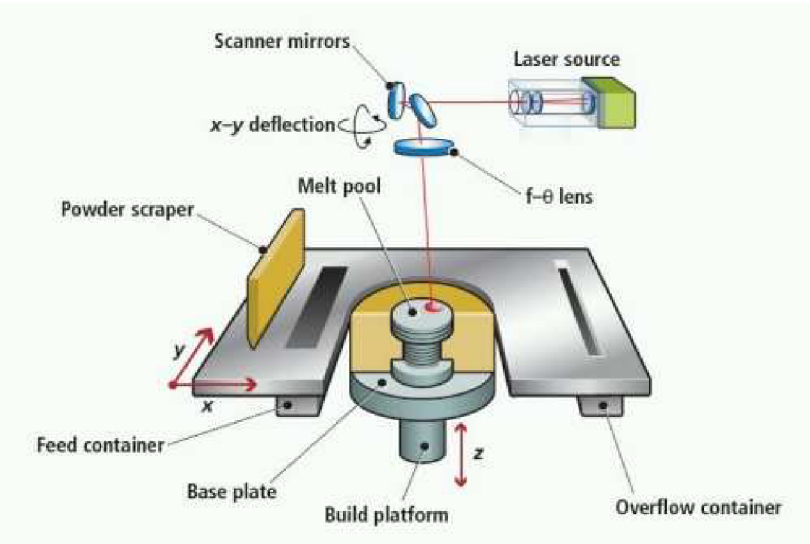
Obr. 1-1 Příklady topologicky optimalizovaných dílů vyrobených technologií SLM [1]

2 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

2.1 Technologie Selective Laser Melting (SLM)

Selective laser melting je aditivní technologie vyrábějící součásti vrstvu po vrstvě tavením kovového prášku vysoce výkonným laserem. Jako zdroj informací přitom využívá přímo 3D CAD data ve formátu .stl. Proces začíná nařezáním 3D modelu do vrstev zpravidla o tloušťce 20 až 100 µm a vytváří tak 2D obraz každé vrstvy. Tyto data jsou nahrána do softwaru, který přiřazuje hodnoty procesních parametrů, skenovací strategii, podpůrné struktury a připravuje tak data k výrobě pomocí různých typů zařízení.

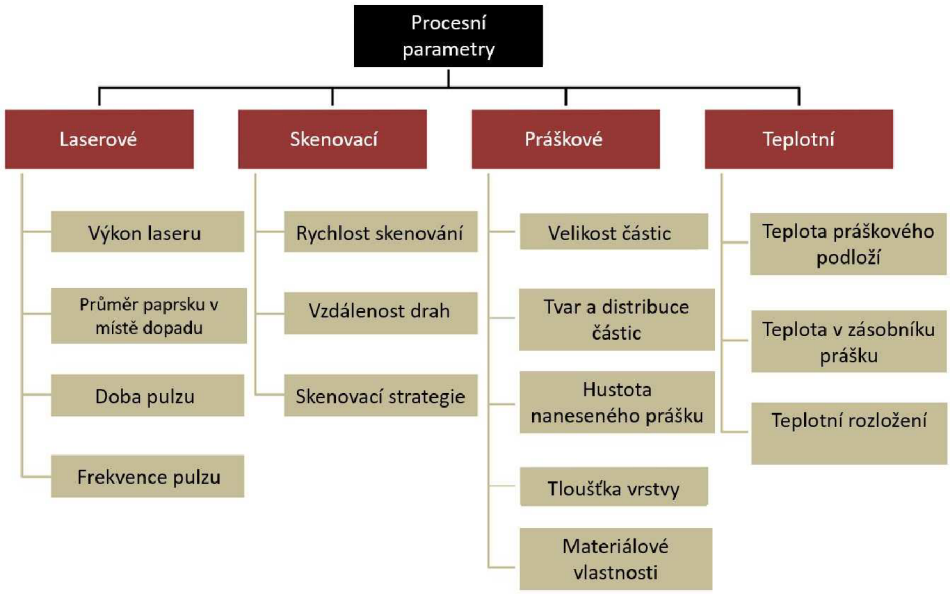
Stavba probíhá v pracovní komoře zařízení (Obr. 2-1) vyplněné inertním plynem, nejčastěji dusíkem nebo argonem, ve které je důkladně sledován obsah kyslíku. Jeho maximální objemové množství se pohybuje zpravidla do 0,8 % O_2. Nejprve je přesným nanášecím zařízením rovnoměrně nanesena vrstva kovového prášku požadované tloušťky na stavební plochu. Následně je dle 2D dat skenována vysoce výkonným, nejčastěji ytterbiovým vláknovým laserem o výkonu v řádu stovek W s vlnovou délkou nejčastěji 1064 nm. Výkon laseru je dostatečný pro úplné roztavení kovového prášku. Směr paprsku laseru je v osách X a Y řízen pohybem dvou vysokofrekvenčních skenovacích zrcadel. Poté co je vrstva dokončena, poklesne stavební plocha ve směru Z o tloušťku postavené vrstvy a nanášecí zařízení nanese vrstvu novou. Proces se následně opakuje, dokud není postavena celá součást.



Obr. 2-1 Schématické znázornění zařízení SLM [2]

2.1.1 Procesní parametry

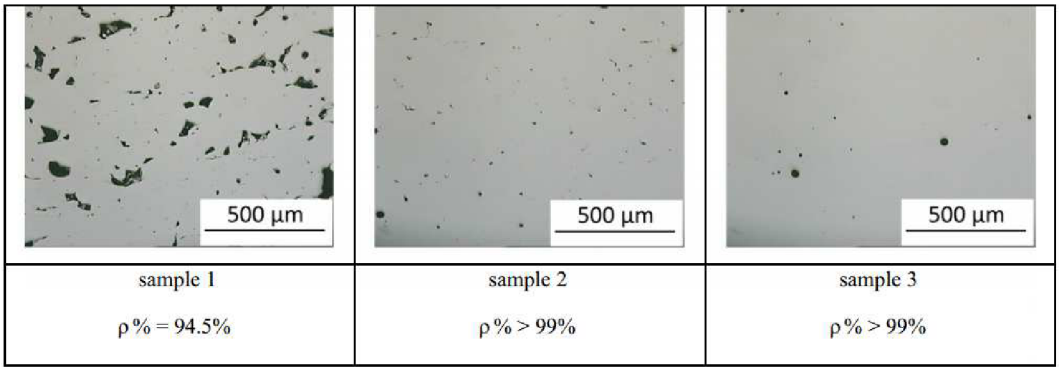
Vedle zmíněných výhod, které technologie SLM nabízí, je tu také řada nevýhod a úskalí doprovázející tento proces ať už z důvodu podstaty tohoto specifického procesu, nedostatečných znalostí nebo technologických limitů. Mezi řešené problémy patří například zbylá porozita po výrobě, výrazné teplotní gradienty během procesu, které mohou zapříčinit vznik vnitřního pnutí a tvarovou deformaci, nedostatečná přesnost rozměrů a kvalita povrchu, schodový efekt, špatná kvalita povrchů natočených směrem dolů nebo nízká produktivita. Tyto efekty mohou také nepříznivě ovlivnit mechanické vlastnosti. Tím, jak eliminovat tyto obtíže u různých druhů kovových materiálů, se zabývá mnoho studií a výzkumů z posledních let. Často je cílem těchto studií získat sadu procesních parametrů optimalizovaných pro daný materiál při daných podmínkách k vytvoření součástí s optimální kvalitou. Proces SLM je totiž ovlivňován řadou parametrů, které mají zásadní vliv zejména na relativní hustotu, drsnost povrchu, mechanické vlastnosti a mikrostrukturu (Obr. 2-2). Mezi nejdůležitější patří parametry určující množství dodané energie, jako je výkon laseru, skenovací rychlost, *hatch* distance a tloušťka vrstvy. Dále pak skenovací strategie a vlastnosti kovového prášku.



Obr. 2-2 Procesní parametry SLM [3]

2.1.2 Relativní hustota a charakter porozity

Dosáhnutí vysoké hustoty a kvality povrchu má u SLM klíčový význam. Hustota materiálu má přímou návaznost na mechanické vlastnosti, které určují výkon součásti. V článku G. Casalino et al. [4] autoři využívají ocel 1.2709 a dosahují v závislosti na nastavení výkonu laseru a skenovací rychlosti relativních hustot v rozmezí 90,9 % až 99,9 %. Z metalografických výbrusů (Obr. 2-3) lze vidět, jak se mění charakter porozity při růstu relativní hustoty. Póry vzorku 1 s nižší relativní hustotou jsou velké a nepravidelného tvaru. Tyto póry vznikají ve vyšších skenovacích rychlostech, kdy dodané teplo není dostačující k dokonalému protavení do spodní vrstvy a v materiálu mohou zůstat i neroztavené částice. Z hlediska vlivu na hodnotu relativní hustoty má nedostatek energie nejvíce negativní účinek a tento druh porozity nejvýznamněji snižuje mechanické a únavové vlastnosti.



Obr. 2-3 Charakter porozity v závislosti na množství dodané energie [4]

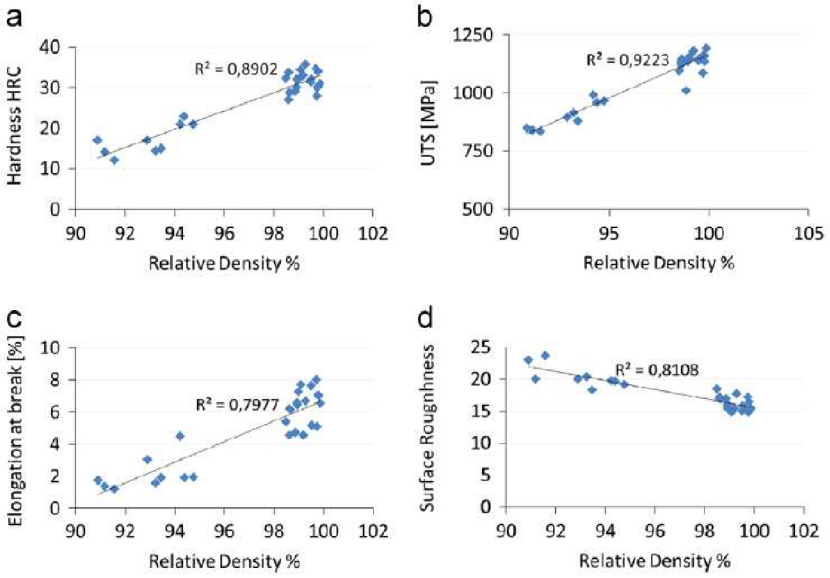
Naopak u vzorků s relativní hustotou nad 99 % vznikly menší póry s pravidelným tvarem. Tato vodíková porozita vzniká uvězněním bublinek plynu při tuhnutí tavné lázně v nižších rychlostech laseru, kdy je množství dodané energie vyšší. Ačkoli je vodíková porozita díky menší velikosti a vhodnějšímu tvaru z hlediska vlivu na mechanické vlastnosti méně nebezpečná než póry vzniklé nedostatečným roztavením prášku, při dalším růstu dodané energie nad optimální úroveň (např. snižováním rychlosti laseru) dochází k růstu průměru pórů, jak je vidět na vzorku 3. Se zvětšující se velikostí pak mechanické vlastnosti opět klesají. Tento vztah mezi množstvím dodané energie a morfologií pórů potvrzuje i práce H. Gong et al. [5], kde autoři využívají slitinu Ti6Al4V.

2.1.3 Vliv porozity na mechanické vlastnosti

Protože mnoho prací ukazuje, že existuje korelace mezi relativní hustotou a dosažitelnými mechanickými vlastnostmi dílů vyrobených technologií SLM [4] - [9], je nutné vědět, jaký vliv mají různé aspekty porozity jako je velikost pórů, jejich množství a rozmístění. Vliv těchto parametrů se totiž u statického zatěžování a únavové životnosti projevuje rozdílně.

Vliv parametrů porozity na mez kluzu a pevnosti

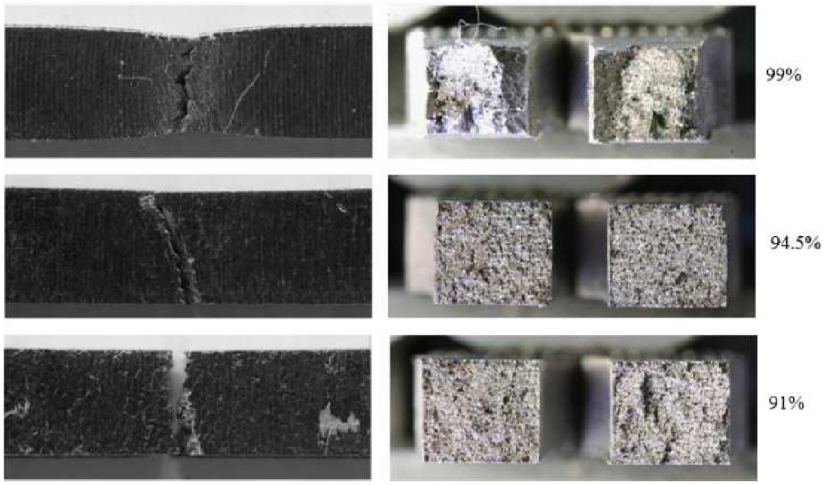
Korelaci mezi mírou porozity a mechanickými vlastnostmi ukazuje i několik prací využívající ocel 1.2709 [4], [6] - [7]. V článku G. Casalino et al. [4] autoři dosahují v závislosti na nastavení výkonu laseru a skenovací rychlosti relativních hustot v rozmezí 90,9 % až 99,9 %. Na Obr. 2-4jsou vidět výsledky testů mechanických vlastností a drsnosti povrchu v závislosti na relativní hustotě.



Obr. 2-4 Korelace mezi mechanickými vlastnostmi, drsností povrchu a relativní hustotou (UTS – mez pevnosti v tahu) [4]

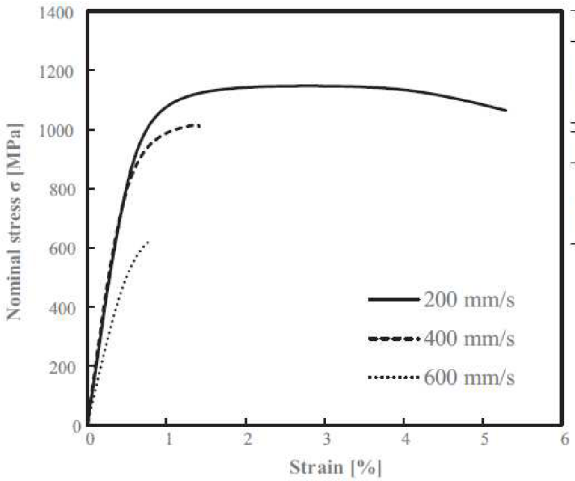
Ze studie lomových ploch při tahové zkoušce je zřejmé, jak se charakter lomu mění z křehkého na tvárný při nárůstu relativní hustoty z 91 % na 99%. Autoři to připisují postupnému růstu a shlukování mikro-kavit vyúsťující v houževnaté chování materiálu při vysoké relativní hustotě. Při nízké hustotě dodané energie a tedy nižší relativní hustotě jsou póry výrazně větší a působí jako koncentrátory napětí, tedy způsobují křehký lom (Obr. 2-5).

.



Obr. 2-5 Charakter lomového chování v závislosti na relativní hustotě [4]

V případě statického zatěžování v podobě tahové zkoušky se ukazuje, že ačkoli mají hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ tendenci růst s relativní hustotou, u vyšších hodnot (99 – 99,5 %) se vliv porozity zmenšuje. Například v článku L. Santos et al. [8] bylo u oceli 1.2709 při velmi vysoké porozitě 7,37 % a relativně nízké 0,74 % dosaženo srovnatelných hodnot, jak ukazuje graf a tabulka na Obr. 2-6.



Scan speed, mm/s	Porosity, %	Density, g/cm³	Hardness HV1
200	0.74 ± 0.09	7.42	354 ± 5
400	7.37 ± 0.99	7.29	348 ± 6
600	10.38 ± 2.88	7.14	341 ± 8

Scan speed, mm/s	Young's modulus, GPa	Tensile strength, MPa
200	168 ± 29	1147 ± 13
400	155 ± 30	1032 ± 27
600	104 ± 38	612 ± 22

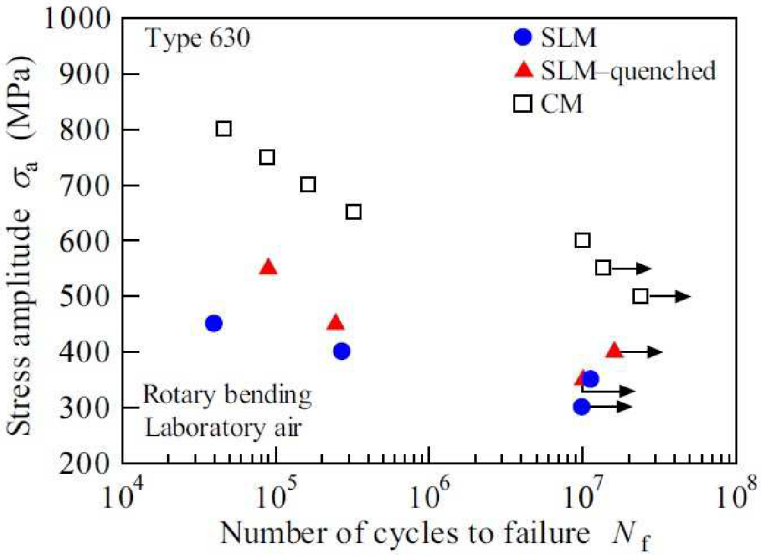
Obr. 2-6 Vliv hodnoty porozity oceli 1.2709 na výsledky tahové zkoušky [8]

Menší citlivost tahové pevnosti na relativní hustotu ukazuje i práce H. Gu et al. [10] při zpracování slitiny Ti6Al4V, kde u vzorků s relativně vyšší porozitou byly naměřeny srovnatelné hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ jako u téměř plného materiálu. Také článek M. Benedetti et al. [11] zpracovávající stejný materiál neodhalil zvýšení mechanických vlastností další redukcí nízké porozity izostatickým lisováním za tepla (HIP). Další práce [9], [12] - [13] pak ukazují, že dostatečnou redukcí porozity (< 0,5 %) lze u ocelí 1.2709 a 316L dosáhnout technologií SLM srovnatelných nebo lepších hodnot R_m a $R_{p0,2}$ než u konvenčně vyráběných.

Vliv parametrů porozity na únavovou životnost

Dosažení vysoké únavové životnosti dílů vyrobených technologií SLM je jedním z hlavních cílů při vývoji procesních parametrů u každého materiálu. A zároveň také tím nejobtížnějším. Mnohé práce ukazují, že i když se podaří dosáhnout srovnatelných výsledků statických zatěžovacích zkoušek jako u konvenčně vyráběného materiálu, mez únavy bývá obvykle nižší [12], [14]. To je způsobeno charakteristickou porozitou doprovázející proces SLM. Ačkoli se ukazuje, že pro dosažení vysokých hodnot meze kluzu a pevnosti vliv porozity v malém objemu klesá, pro zvyšování meze únavy je nutné dosahovat relativních hustot blížících se plnému materiálu. Na degradaci únavové životnosti má nejzásadnější vliv přítomnost podpovrchové porozity [8], [15], [16].

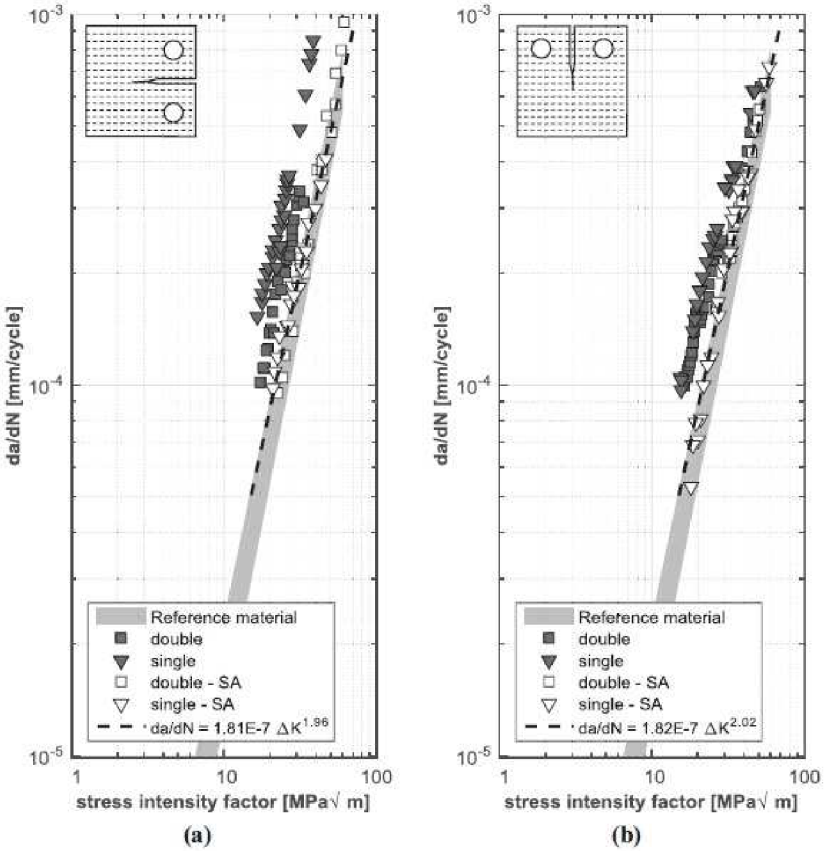
Studiem vlivu velikosti pórů na snižování odolnosti materiálu vůči iniciaci trhliny se zabývá například N. Vanderesse et. al. [16]. Autoři využívají litou hliníkovou slitinu A380. Únavové zkoušky byly doplněny numerickým výpočtem. Data získané počítačovou tomografií sloužily jako vstup pro vytvoření modelu pro výpočet metodou konečných prvků. Podle očekávání se ukázalo, že největší póry způsobují největší koncentraci napětí a bývají tak místem iniciace trhliny vedoucí k lomu. Taktéž se projevilo, že k iniciaci trhliny docházelo v lokálních maximech hustoty pórů v rovinách kolmých na směr zatěžování s nejvyšší porozitou a tedy nejvyšším napětím. Průměr většiny pórů byl 50 – 100 μm, nicméně k iniciaci trhlin docházelo u těch o průměru okolo 400 μm. Tato velikost je typičtější právě pro technologii lití. Velikostí pórů vytvořených tlakovým litím a jejich schopností iniciovat únavové trhliny se zabývá i článek autorů H. Mayer et. al [17] studující několik hořčíkových slitin. I zde se ukázalo, že trhlina vedoucí k defektu se iniciovala na pórech v 98,5 % případů a jako kritická byla stanovena velikost 180 μm. Další autoři K. Kim et. al. [18] pak ve své práci sledovali u pod tlakem lité hořčíkové slitiny AM60B významný nárůst vysokocyklové meze únavy z 32 MPa na 82 MPa při redukci porozity z 4,06 % na 0,07 % a zmenšení maximální velikosti pórů z 450 μm na 70 μm.



Obr. 2-7 S-N diagram 3 stavů oceli typu 630 (SLM – bez tep. zpracování, SLM-quenched – po tep. zpracování, CM – konvenčně vyrobený) [19]

Vysokocyklovou únavu nerezové oceli SAE typ 630 vyrobenou technologií SLM zkoumali autoři M. Akita et. al. [19]. Mez únavy ve stavu po stavbě i tepelně zpracovaného vzorku byla srovnána s konvenčně vyrobeným Obr. 2-7. Největší množství pórů mělo velikost do 50 μm. Iniciace trhlin vedoucích k lomu proběhla na těch podpovrchových o velikosti 70 – 100 μm. Ačkoli kvůli pórům docházelo k brzké iniciaci, rychlost šíření trhliny byla nižší ve srovnání s konvenčně vyrobeným materiálem. To autoři přisuzovali větvení a vybočování rostoucí trhliny vlivem nehomogenity mikrostruktury vzniklé při SLM. Dále v práci autora U. Steeger [20] se při zpracování AlSi12 díky výhřevu stavební platformy eliminovaly velké metalurgické póry, jejichž velikost tak klesla z max. 100 μm na cca 20 μm a v důsledku se zvedla vysokocyklová mez únavy z 60 MPa na 89 Mpa.

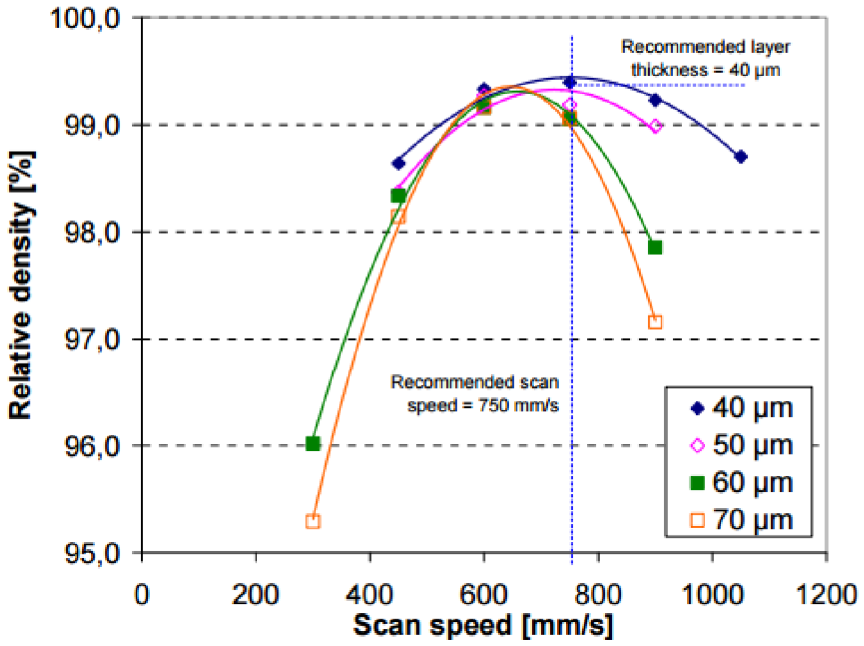
Únavou materiálu nástrojové oceli 1.2709 vyráběné SLM se zabývali autoři T. Becker et. al. [9], kteří dosáhli vysoké relativní hustoty 99,75 % měřenou počítačovou tomografií, která zároveň poukázala na malou velikost pórů – v drtivé většině < 20 μm. Při srovnání odolnosti materiálu vůči propagaci trhliny mezi vzorky tepelně zpracovanými rozpouštěcím žíháním a materiálem vyrobeným kováním se neukázaly významné rozdíly (Obr. 2-8). Pouze ve stavu bez tepelného zpracování byla tato odolnost zjevně nižší a data vykazovala i větší rozptyl. To autoři vysvětlili vyšším naměřeným reziduálním napětím v tomto stavu. Přítomnost vysokého napětí i vliv mikrostruktury tak ještě umenšily vliv nízké porozity.



Obr. 2-8 Závislost rychlosti šíření trhliny na faktoru intenzity napětí a) v rovině stavby, b) kolmo na tuto rovinu – srovnání s kovaným materiálem (double/single – různé skenovací strategie; SA – po rozpouštěcím žíhání) [9]

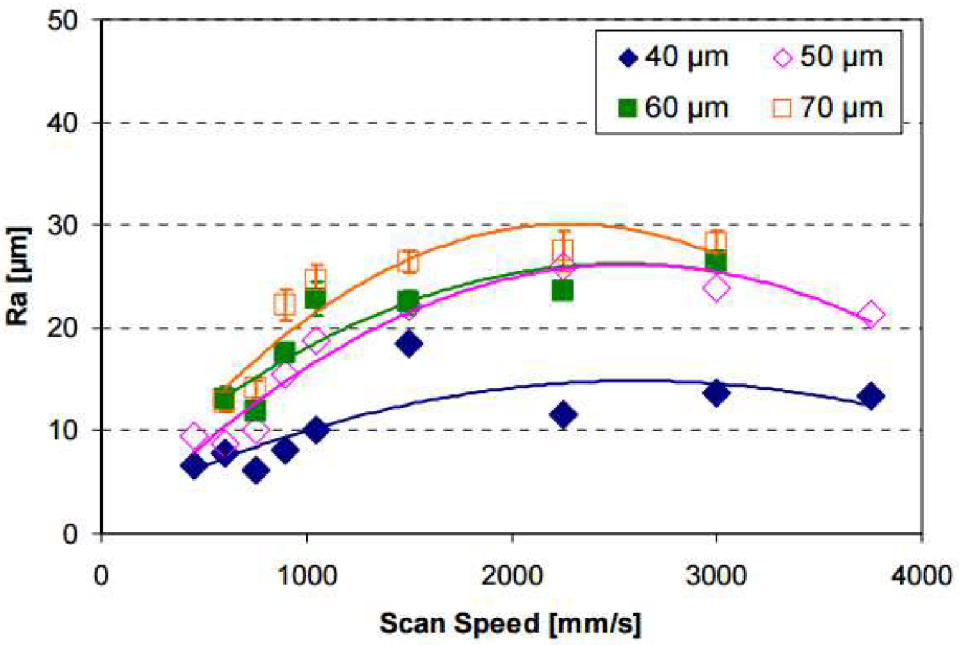
2.1.4 Vliv dodané energie

Protože relativní hustota se ukazuje jako klíčový předpoklad pro dobré mechanické vlastnosti, řada autorů studuje vliv některých parametrů při snaze dosáhnout co nejvyšších hodnot [2], [4], [6], [7], [21] - [23]. V článku autorů M. Badrossamay et al. [6] je ke zpracování oceli 1.2709 využit 200 W laser. Kombinací různých skenovacích rychlostí a vrstev prášku bylo dosaženo maximální hustoty 99,5 % při rychlosti 750 mm/s a 40 µm vrstvě, jak znázorňuje graf na Obr. 2-9. Přebytek energie v nižších rychlostech způsobuje vyšší drsnost povrchu a následně nehomogenní tloušťku další nanesené vrstvy. Při vysokých rychlostech je energie naopak nedostatek, což nestačí k opětovnému natavení předešlé vrstvy. Parametr vzdálenosti jednotlivých skenů se na druhou stranu ukazuje jako méně důležitý v otázce dosažení vysokých relativních hustot, pokud je množství energie dostatečné k natavení předešlé vrstvy. Jako dostačující je zvoleno 30% překrytí jednotlivých návarů.



Obr. 2-9 Graf vlivu tloušťky vrstvy a skenovací rychlosti na relativní hustotu oceli 1.2709 [6]

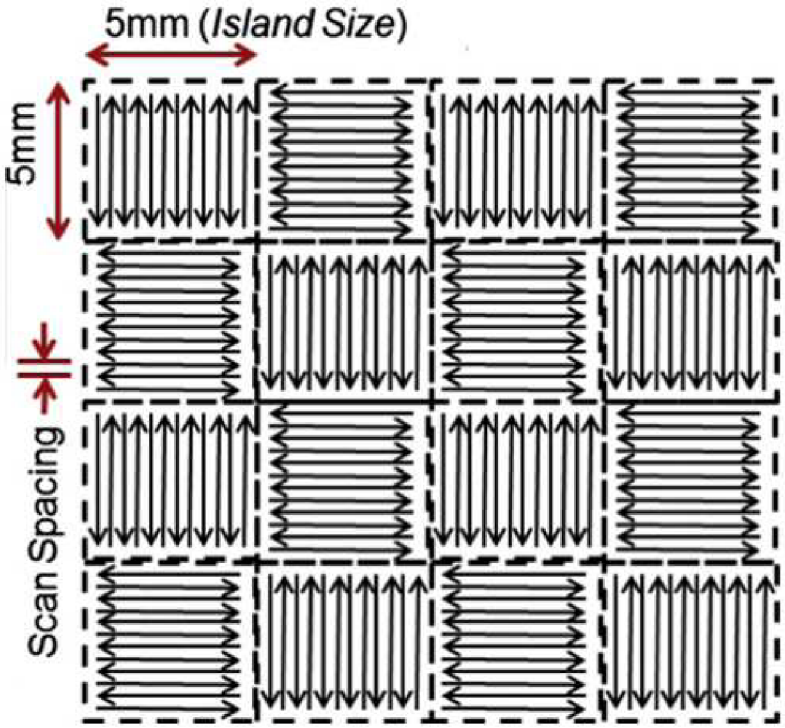
V otázce drsnosti povrchu bylo zjištěno, že její průměrné hodnoty stoupají s tloušťkou vrstvy Obr. 2-10. To je připisováno zvětšující se velikosti tavné lázně. Nejlepší výsledky v rozmezí Ra = 6 µm až Ra = 8 µm byly dosaženy při nejtenčí vrstvě 40 µm. Význam skenovací rychlosti je menší pokud je v intervalu hodnot dosahující vysokých relativních hustot (500 mm/s – 1000 mm/s). Při nižších rychlostech dochází k výraznému *balling* efektu a naopak při vyšších k nepřetavení předešlé vrstvy. Oba tyto efekty mají negativní vliv na drsnost povrchu.



Obr. 2-10 Graf závislosti drsnosti povrchu na skenovací rychlosti a tloušťce vrstvy oceli 1.2709 [6]

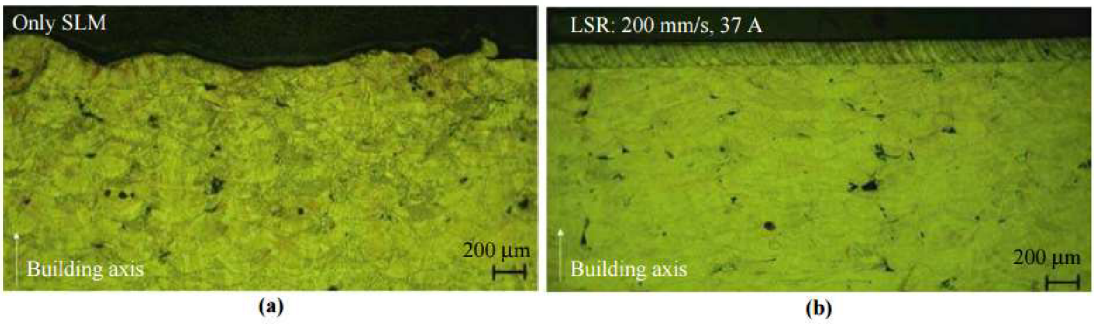
2.1.5 Skenovací strategie a re-melting

Dalším jevem, který výrazně ovlivňuje především mechanické vlastnosti a rozměrovou přesnost součástí stavěných technologií SLM, je tvorba zbytkových napětí. Ty vznikají nerovnoměrným tuhnutím materiálu způsobeným velkým teplotním gradientem v okolí působení laseru. Několik studií ukazuje, že efekt lze minimalizovat vhodnou skenovací strategií, tedy dráhou, kterou laser v rovině opisuje [4], [6], [21], [22]. Jako nejvhodnější se jeví strategie patentovaná firmou Concept Laser – tzv. *island scanning* neboli *chessboard* (Obr. 2-11) [21]. Spočívá v rozdělení roviny na sektory o velikosti nejčastěji 5x5 mm. Pořadí skenovaní těchto čtverců je náhodné, přičemž směr skenu paprsku v rámci jednoho sektoru je kolmý vzhledem k sousedícím sektorům. Při tvorbě následující vrstvy je celý vzor posunut o 1 mm ve směru osy X i Y a pootočen v rozmezí 45° až 90°. Tím se eliminuje možnost kumulace nerovností a pórů při pravidelně se opakujícím vzoru a snižuje šance na interferenci mezi těmito nerovnostmi a břitem nanášecího zařízení. Celý proces také přispívá k izotropii mechanických vlastností. Vhodnost této strategie potvrzují i práce G. Casalino et al. [4] a M. Badrossamay et al. [6] při zpracování oceli 1.2709.



Obr. 2-11 Schéma strategie Island scanning firmy Concept Laser [21]

Dalším způsobem, jak skenovací strategií výrazně ovlivnit parametry stavěné součásti, je technika *re-melting*. Ta spočívá v opakovaném skenování vrstvy před nanesením vrstvy nové. Práce E. Yasa et al. [23] se zabývá variací procesních parametrů re-meltingu a jejich vlivem na relativní hustotu, mikrostrukturu, mechanické vlastnosti a drsnost povrchu součástí z materiálů Ti6Al4V a nerezové oceli 316L. Bylo zjištěno, že touto technikou jde dosáhnout relativních hustot i 99,95 % při re-meltingu každé vrstvy za cenu delšího stavebního času nebo drsností Ra = 2,9 µm při opakovaném skenování pouze povrchových vrstev, kdy je prodloužení stavebního času zanedbatelné (Obr. 2-12). Tyto závěry byly potvrzeny studií autorů K. Kempen et al. [7], kteří s nástrojovou ocelí 1.2709 dosáhli re-meltingem každé vrstvy relativní hustoty 99,4 %.



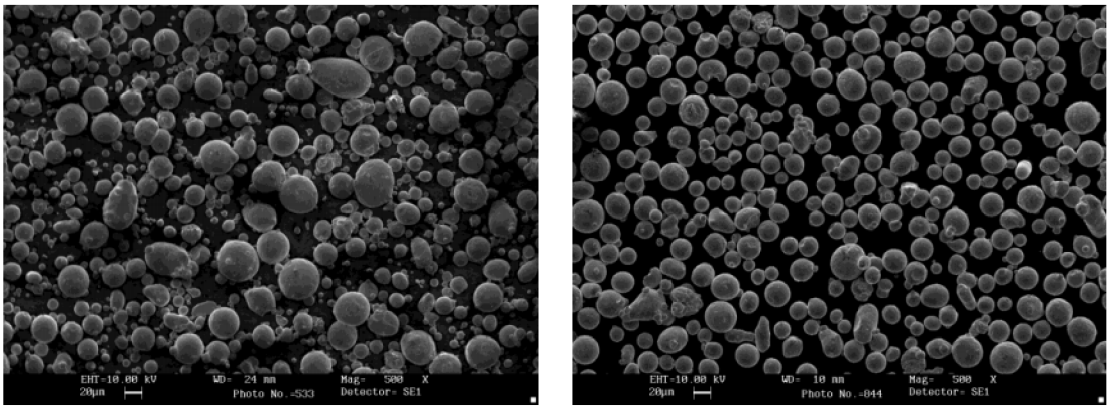
Obr. 2-12 Srovnání povrchu součásti bez využití re-meltingu (a) a povrchu při re-meltingu povrchových vrstev (b) [23]

2.2 Recyklace kovového prášku

Jedna z nejvýznamnějších výhod technologie SLM spočívá ve velmi efektivním využití materiálu, teoreticky až 100 %, díky možnosti recyklovat a znovu použít neroztavený kovový prášek. Nicméně je zde předpoklad, že opakovaným recyklováním dochází ke změnám vlastností prášku, které mají v důsledku vliv na mechanické vlastnosti stavěných dílů. Kontrola kvality prášku je proto velmi důležitá.

2.2.1 Distribuce velikosti částic

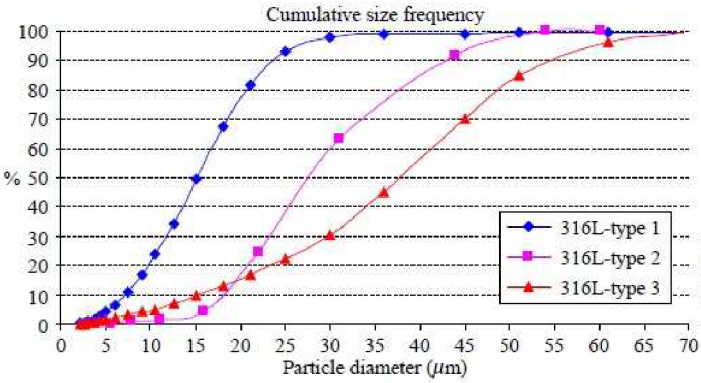
Její důležitost potvrzují i práce [10], [24] - [26] zabývající se vlivem parametrů prášku, jako je velikost částic a její distribuce, na hustotu nanesené vrstvy, relativní hustotu součásti, mechanické vlastnosti a kvalitu povrchu. Autoři B. Liu et al [24] při použití oceli 316L zjistili, že hustota nanesené vrstvy prášku musí být co nejvyšší, neboť přímo ovlivňuje míru porozity vytvořené součásti. Její vyšší hodnoty mají také příznivý vliv na drsnost povrchu. Dalším poznatkem je, že širší rozsah distribuce velikosti prášku má pozitivní efekt na hustotu nanesené vrstvy, protože větší množství malých částic dokáže vyplnit mezery mezi částicemi většími (Obr. 2-13).



Obr. 2-13 SEM – srovnání prášků různých distribucí (zvětšení 500x) [24]. Prášek vlevo – střední velikost částice 27,5 µm, širší rozsah distribuce velikosti a vyšší obsah malých částic pod 10 µm. Prášek vpravo - střední velikost částice 29,3 µm.

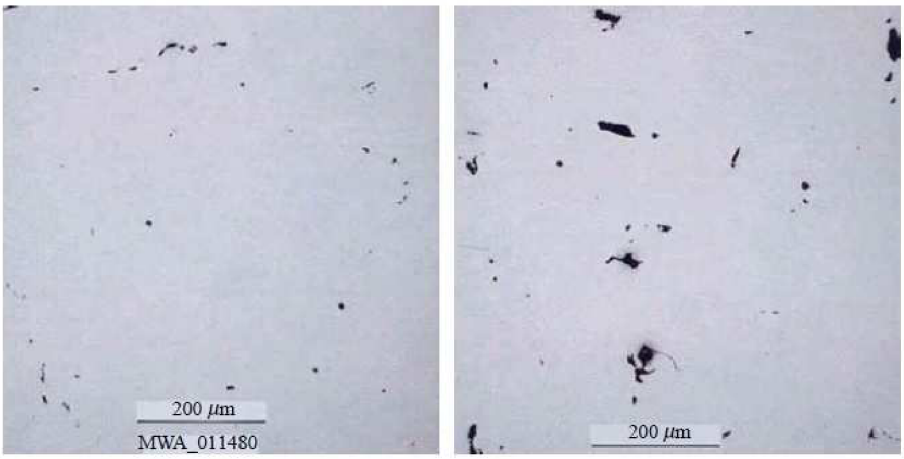
Autoři A. Spierings et al. [25] tyto závěry potvrzují a přidávají poznatek, že toto množství malých částic má i svoji horní hranici, kdy začne působit negativně. Celkově větší povrch malých částic totiž způsobuje vyšší tření a v důsledku vyšší koagulaci částic, která negativně ovlivňuje tekutost práškového materiálu. Tím se jednak eliminuje pozitivní efekt vyplňování volného prostoru mezi velkými částicemi a jednak zhoršují podmínky pro nanesení ideální rovnoměrné homogenní vrstvy prášku s vysokou hustotou. Byly proto stanoveny předpoklady, kdy hodnota distribuční funkce velikosti prášku D_{10} by měla být vyšší než 6 µm a Hausnerův poměr (hustota po setřesení ku sypné hustotě) popisující tekutost prášku nižší než 1,25. Taktéž bylo potvrzeno, že ideální tvar částic, vykazující nejmenší tření a tedy nejvyšší mobilitu částic, je sférický.

V navazující práci A. Spierings et. al. [26]se autoři mimo jiné zabývají vlivem výrazně rozdílných distribucí velikosti částic u oceli 316L (Obr. 2-14) na relativní hustotu a velikost pórů. I přes optimalizaci skenovací rychlosti laseru pro danou tloušťku vrstvy a typ prášku se v případě typu 3 s největšími částicemi podařilo dosáhnout relativní hustoty pouze cca 99 %. U typu 1 a 2 to pak bylo > 99,5 %. I velikost pórů byla větší – okolo 70 µm oproti 20 – 30 µm u prvních dvou (Obr. 2-15). Autoři to připsali právě přítomnosti množství příliš velkých částic ve vztahu k tloušťce vrstvy a v důsledku k jejímu nedokonalému nanesení.



	316L – type M Type 1	316L – type 16-45 Type 2	1.4404 – CL20 Type 3
D_{10} (µm)	7.12	19.84	15.26
D_{50} (µm)	15.12	28.26	37.70
D_{90} (µm)	24.17	41.13	55.54

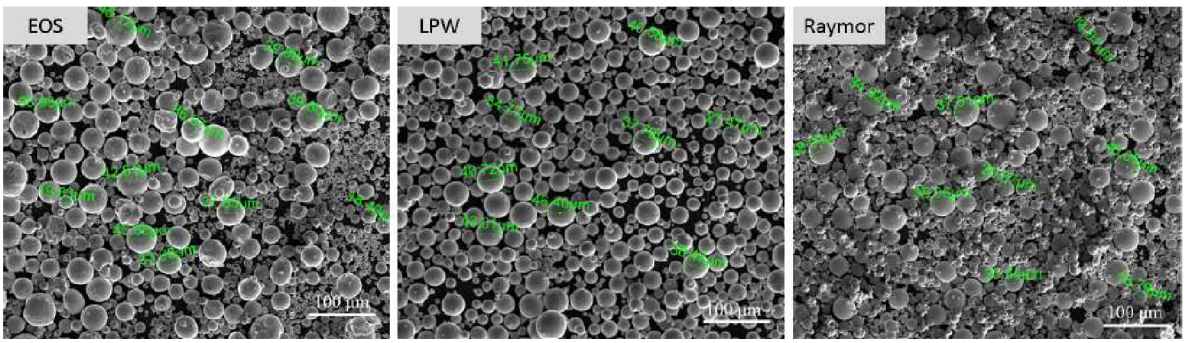
Obr. 2-14 Různé distribuce velikosti částic oceli 316L [26]



Obr. 2-15 Velikost pórů ve vzorcích 316L z prášku typu 1 (vlevo) a typu 3 (vpravo) [26]

V článku H. Gu et al. [10] autoři porovnávají vliv 3 různých distribucí velikosti částic prášku různých výrobců slitiny Ti6Al4V na porozitu a mechanické vlastnosti. Prášky se mírně liší střední velikostí částic (EOS – 38 µm, LPW – 33,2 µm, Raymor – 30 µm), přičemž prášek firmy Raymor se odlišuje bimodální distribucí, protože navíc obsahuje částice od 4 µm do 10 µm (Obr. 2-16). Jak autoři potvrzují, projevuje se to nejnižší tekutostí prášku, která ale ještě neměla negativní efekt na hustotu nanesené vrstvy. Dalším zjištěním potvrzeným experimentem i výpočtem bylo, že prášek s přítomností malých částic má výrazně vyšší tepelnou vodivost – přibližně 60 % vodivosti plného materiálu oproti 20 % u ostatních dvou prášků. Tyto rozdílné vlastnosti se projevily vyšší porozitou vzorků u prvních dvou prášků při použití stejných procesních parametrů. K dosažení téměř plného materiálu jako u prášku firmy Raymor bylo třeba zvýšit dodávanou energii změnou vzdálenosti jednotlivých skenů

(*hatch*). Toto zjištění potvrzuje i předpoklad, že větší částice hůře absorbují energii a vyžadují jí více k dokonalému roztavení.

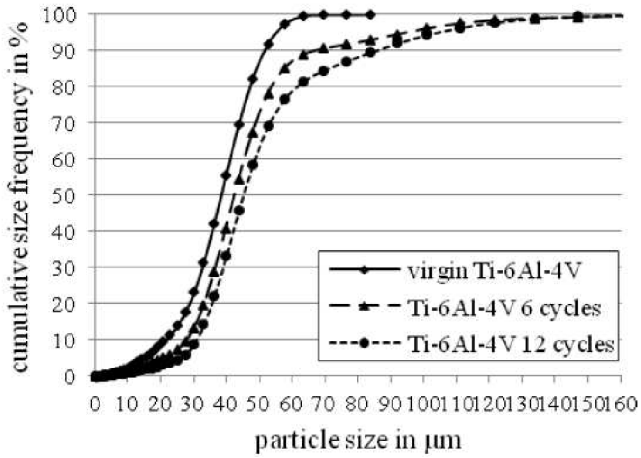


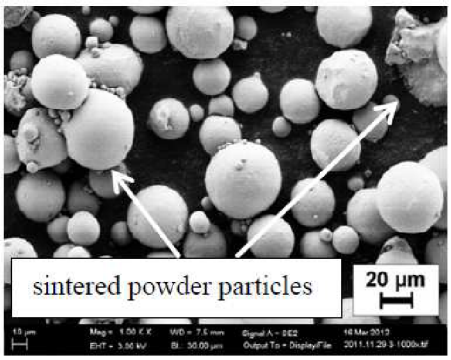
Obr. 2-16 Fotografie SEM prášků Ti6Al4V lišících se distribucí velikosti [10]

2.2.2 Vliv recyklace na vlastnosti prášku

Autoři V. Seyda et al. [27] provedli studii chování materiálu Ti6Al4V při opakovaném použití prášku v rámci 12 recyklačních cyklů. Byl použit 200W ytterbiový vláknový laser a 30 µm vrstva nanášeného prášku, jehož průměrná velikost částice před první stavbou byla 37,4 µm. Po každé stavbě byl zbylý prášek přesíván na sítě s velikostí oka 80 µm za pokojových podmínek. Před každým výrobním procesem byly provedeny analýzy distribuce velikosti částic metodou laserové difrakce a tvaru částic pomocí elektronového mikroskopu (SEM). Také byla změřena sypná hustota (*apparent density*) a vizuálně vyhodnocena tekutost prášku.

Graf na Obr. 2-17 znázorňuje, že distribuce částic se vlivem recyklace nezanedbatelně měnila. Průměrná velikost částice po 12 cyklech vzrostla na 51,18 µm, ubylo částic menších než 20 µm, objevily se částice větší než 100 µm a rozsah distribuce velikosti se obecně rozšířil. Větší velikosti částic jsou způsobeny spékáním teplem vedeným z tavné lázně do okolních částic. Úbytek malých částic zapříčiňuje přesívací proces, kdy jsou lehké částice rozptýleny do atmosféry v přesívací komoře a nejsou tak zapojeny do dalšího výrobního cyklu.





Obr. 2-17 Změna distribuce velikosti částic Ti6Al4V v průběhu 12 recyklačních cyklů [27]

Ovlivnění sypné hustoty a tekutosti prášku recyklačním procesem je znázorněno na Obr. 2-18. U nového prášku byla naměřena sypná hustota 2,27 g/cm³ a poměrně nízká tekutost. To je patrně způsobeno velkým obsahem malých částic a jejich aglomerací. Tekutost i sypná hustota rostou, jak prášek stárne opakovanou recyklací. Po 12 cyklech se hustota zvýšila na 2,47 g/cm³. To je připisováno zhrubnutí prášku a redukci adhezních a třecích sil mezi jednotlivými částicemi.

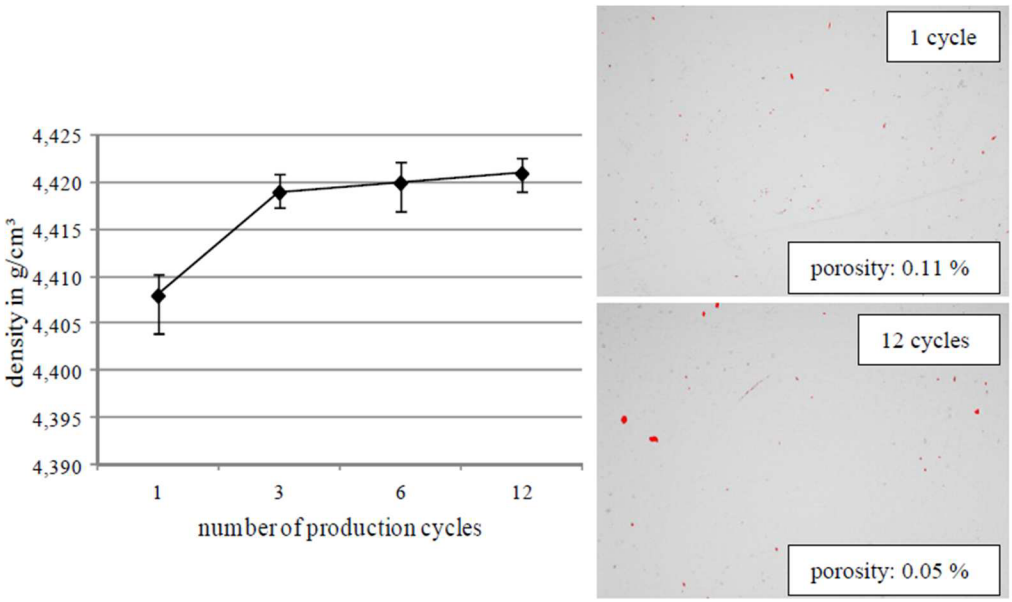
Obr. 2-18 Tekutost nového prášku Ti6Al4V (vlevo) a použitého po 12 cyklech recyklace (vpravo) [27]

Zjištěné trendy byly potvrzeny prací L. Ardila et al. [28] studující vliv recyklace na niklovou superslitinu IN718, ačkoli změny distribuce velikosti prášku byly méně výrazné. To by mohlo být vysvětleno použitím prášku s nižším množstvím malých částic a jemnějším sítem s velikostí oka 63 μm. V této práci byla navíc provedena analýza změny chemického složení, která i po 14 recyklačních cyklech ukázala téměř stejné hodnoty a i přes opakované vystavení možným vlivům atmosféry při přesívání k oxidaci práškového materiálu nedošlo.

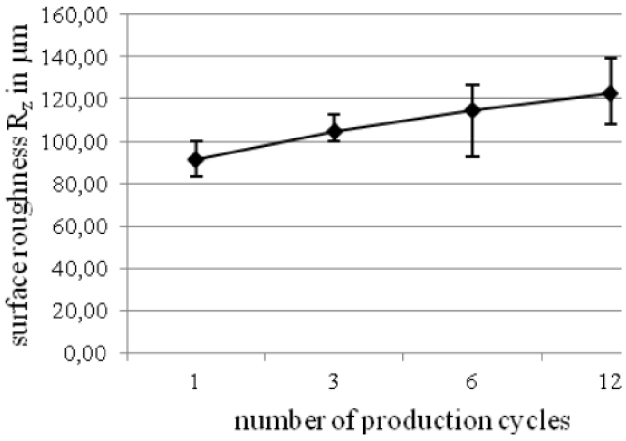
2.2.3 Vliv recyklace na vlastnosti součásti

V článku V. Seyda et al. [27] byl dále studován vliv zjištěných kvalitativních změn v prášku Ti6Al4V způsobených recyklací na vlastnosti vyrobených vzorků. V rozsahu 12 recyklačních cyklů byl sledován nárůst hustoty vzorků z 4,408 g/cm³ u nového prášku na 4,428 g/cm³ po posledním cyklu. To bylo způsobeno rozšířením intervalu v distribuci velikosti částic a tím zlepšené pěchovací schopnosti prášku.

Došlo i ke změnám charakteru porozity. Stárnutím prášku byla porozita snížena o 54 % z 0,11 % na 0,05 %. Došlo k úbytku počtu pórů a zároveň zvětšování jejich velikosti (Obr. 2-19). To zapříčinilo zhrubnutí prášku, kdy je sice nanášení prášku plynulejší, ale zároveň vznikají mezery mezi většími částicemi, které nemohou být vyplněny menšími. Obsah množství relativně větších částic zapříčinil i 33% nárůst drsnosti povrchu z Rz = 91,58 μm na 122,71 μm (Obr. 2-20). Došlo také k nárůstu tvrdosti měřenou Vickersovou metodou z 361 HV1 na 374 HV1 po 12 cyklech. To je připisováno průběžnému vystavování práškového materiálu okolní atmosféře při vyjímání vyrobených vzorků a během přesívání prášku, kdy mohlo dojít k částečné oxidaci a následnému uvěznění oxidů v materiálu při zkapalnění při výrobním procesu.



Obr. 2-19 Změna relativní hustoty vzorků a charakteru porozity v závislosti na počtu recyklací [27]



Obr. 2-20 Změna drsnosti povrchu s počtem recyklací [27]

V průběhu byly také vyráběny vzorky pro tahovou zkoušku. Mez pevnosti nejdříve rostla z počáteční hodnoty 1030 MPa na 1101 MPa spolu se stoupající relativní hustotou vzorků. Dále pak hodnoty klesaly až k ustálení na hodnotě 1072 MPa. To způsobila narůstající velikost pórů, které především blízko povrchu působily jako koncentrátory napětí.

V práci L. Ardila et al. [28] nebyly žádné výrazné změny v mechanických vlastnostech v průběhu recyklování materiálu pozorovány. To odpovídá i malým pozorovaným změnám ve vlastnostech prášku. Průměrná hodnota porozity v rámci 14 cyklů byla 0,1 %.

3 ANALÝZA PROBLÉMU A CÍL PRÁCE

Analýza problému

Vývoj SLM v posledních letech ukazuje vysoký potenciál této technologie při výrobě geometricky složitých dílů především v malosériové výrobě. Pro využití materiálové flexibility této technologie je nutné porozumět vlivům velkého množství parametrů vstupujícím do procesu a přesně popsat jejich vliv na vlastnosti stavěných dílů.

Optimalizací výrobních parametrů nástrojové oceli 1.2709 se zabývá několik prací [4], [6], [7]. Zkoumají vliv zásadních parametrů jako je výkon laseru, skenovací rychlosti, tloušťky vrstvy a skenovací strategie na hodnoty relativní hustoty, parametry porozity, kvality povrchu a mechanické vlastnosti. Dosažené hodnoty relativní hustoty nad 99,5 % a mechanické vlastnosti obdobné nebo lepší ve srovnání s konvenčními technologiemi ukazují, že ocel 1.2709 je technologií SLM dobře zpracovatelná. Optimálními strategiemi pro dosažení nejlepších vlastností jak po stránce porozity, tak kvality povrchu jsou *island scanning* a *re-melting*.

Ukazuje se, že eliminace porozity je zásadním předpokladem pro dosažení dobrých mechanických vlastností a nízké drsnosti povrchu. Charakter a míra porozity se při statickém zatěžování projevuje rozdílně než u únavové životnosti. Ačkoli se u mnoha materiálů daří zvyšováním relativní hustoty dosáhnout srovnatelných hodnot R_m a $R_{p0,2}$ jako u konvenčně vyráběných materiálů, vysokocyklová únava je na přítomnost pórů citlivější a to především těch podpovrchových, které jsou nejčastějším iniciátorem trhlin. Ukazuje se, že ke zvýšení odolnosti materiálu proti iniciaci trhliny má význam snižování průměru pórů pod 50 μm. Nutná je potom eliminace pórů, způsobených nedokonale roztaveným práškem, které svým nesférickým tvarem působí jako nejvýznamnější koncentrátory napětí.

K využití potenciálu SLM v možnosti téměř bezodpadové produkce a zvýšení ekonomičnosti výroby je nutno zkoumat proces recyklace kovového prášku nevyužitého při stavbě. Ze studií [10], [24], [25], [26] vyplývá, že vlastnosti práškového materiálu jako je distribuce velikosti částic a jejich tvar mají spolu s parametrem tloušťky vrstvy zásadní vliv na dosažení vysoké relativní hustoty. Ukázalo se, že přítomnost malých částic může mít pozitivní vliv na hustotu nanášené vrstvy a její vyšší tepelnou vodivost. Velké částice vzhledem k tloušťce vrstvy potom ztěžují její dokonalé nanášení a jsou obtížněji roztavitelné laserem. Při jejich vysoké koncentraci v distribuci velikosti částic mohou zvyšovat porozitu součásti a zapříčinit tvorbu pórů nepravidelného tvaru, které mají na mechanické vlastnosti více negativní vliv než póry sférické.

Právě distribuce velikosti částic a jejich tvar jsou procesem přesívání nejvíce ovlivňovány. Z článků [27],[28] zkoumající jiné materiály vyplývá, že proces recyklace může zvětšovat průměrnou velikost částice, rozšiřovat rozsah velikostí částic a snižovat objem nejmenších částic v použitém prášku. To může mít jednak pozitivní vliv na tekutost prášku a jednak negativní vliv při zvětšování velikosti pórů. Vlivem větší velikosti částic dochází při opakované recyklaci také k nárůstu drsnosti povrchu. Autoři také poukazují na riziko oxidace prášku zvýšením vlhkosti v důsledku

kontaktu s atmosférou při přesívání. Závěrem článků je, že zkoumané materiály jsou recyklovatelné a je možné dosahovat relativních hustot nad 99,8 % i při opakované recyklaci. Tyto poznatky byly využity při studiu vlivu recyklace v případě materiálu nástrojové oceli 1.2709.

Na základě rešerše byly také použity vhodné metody analýz vzorků. Pro vyhodnocení změny distribuce velikosti částic vzorků prášku v průběhu recyklačních cyklů byla použita laserová difrakce. Chemické složení povrchu částic bylo ověřeno energiově disperzní spektroskopií (EDS). Pro ověření tvaru částic a zjištění přítomnosti spečených částic byla použita elektronová mikroskopie (SEM). Mikroskopie byla též využita při analýze povrchové a podpovrchové porozity, jejího množství a distribuce na metalografických výbrusech objemových vzorků. Hodnota množství porozity byla vyhodnocena rentgenovou počítačovou mikrotomografií.

Cíl práce

Hlavním cílem je analyzovat vliv recyklace práškové oceli 1.2709 na relativní hustotu a identifikovat charakter porozity po výrobě technologií selective laser melting.

Dílčí cíle diplomové práce:
– definovat problémovou situaci,
– návrh experimentů,
– realizace experimentů,
– analýza získaných výstupů a jejich porovnání

Diplomová práce se zabývá studiem vlivu recyklace prášku na jeho charakteristiky a vlastnosti dílů vyrobených technologií SLM ve spolupráci s firmou Robert Bosch, spol. s.r.o. se sídlem v Českých Budějovicích. Hlavním cílem je analyzovat vliv recyklace prášku na relativní hustotu a charakter porozity materiálu při výrobě standardním postupem na firemním zařízení Concept Laser M1 Cusing a stanovit počet přípustných recyklačních cyklů. Vedlejším cílem je analýza zavedeného postupu recyklace pomocí přešívací stanice PSM 100 po stavbě na zařízení SLM 280HL a jeho důsledkům na přesívaný prášek. Druhým vedlejším cílem je srovnání dosažitelných vlastností dílů stavěných na rozdílných typech zařízení.

4 MATERIÁL A METODY

4.1 Nástrojová ocel 1.2709

V práci byl použit materiál nástrojové oceli 1.2709 taktéž označované jako X3NiCoMoTi18-9-5 (DIN) nebo 18Ni Maraging 300 (AISI – American Iron and Steel Institute). Prášek vyrobený atomizací v inertním plynu byl zakoupen od firmy Concept Laser pod označením CL50WS v množství 20 kg pro úvodní fázi experimentů na stroji M1 Cusing a dalších 20 kg od firmy SLM Solutions pro druhou fázi na stroji SLM 280HL. Výrobci udávané hodnoty distribuce velikosti částic a chemické složení jsou uvedeny Tab. 4-1 resp. Tab. 4-2. Certifikáty s výsledky analýz prášku dodaných výrobci jsou v přílohách 10 a 11 na str. 130 – 135.

Tab. 4-1 Výrobci udávaná distribuce velikosti částic prášku 1.2709

	Concept Laser	SLM Solutions
D_{10}[µm]	16,1	20,2
D_{50}[µm]	29,0	32,8
D_{90}[µm]	47,4	55,1

Tab. 4-2 Udávané rozmezí chemického složení prášku 1.2709 firmy Concept Laser a chemické složení prášku od SLM Solutions

Prvek	Množství [%]	
	Concept Laser	SLM Solutions
Fe	Bal.	Bal.
Ni	17 - 19	18,35
Co	8,5 - 10	9,19
Mo	4,5 - 5,2	4,76
Ti	0,8 - 1,2	0,66
Cr	≤ 0,25	-
Mn	≤ 0,15	0,02
Si	≤ 0,1	0,05
C	≤ 0,03	0,00
P	≤ 0,01	0,00
S	≤ 0,01	0,00

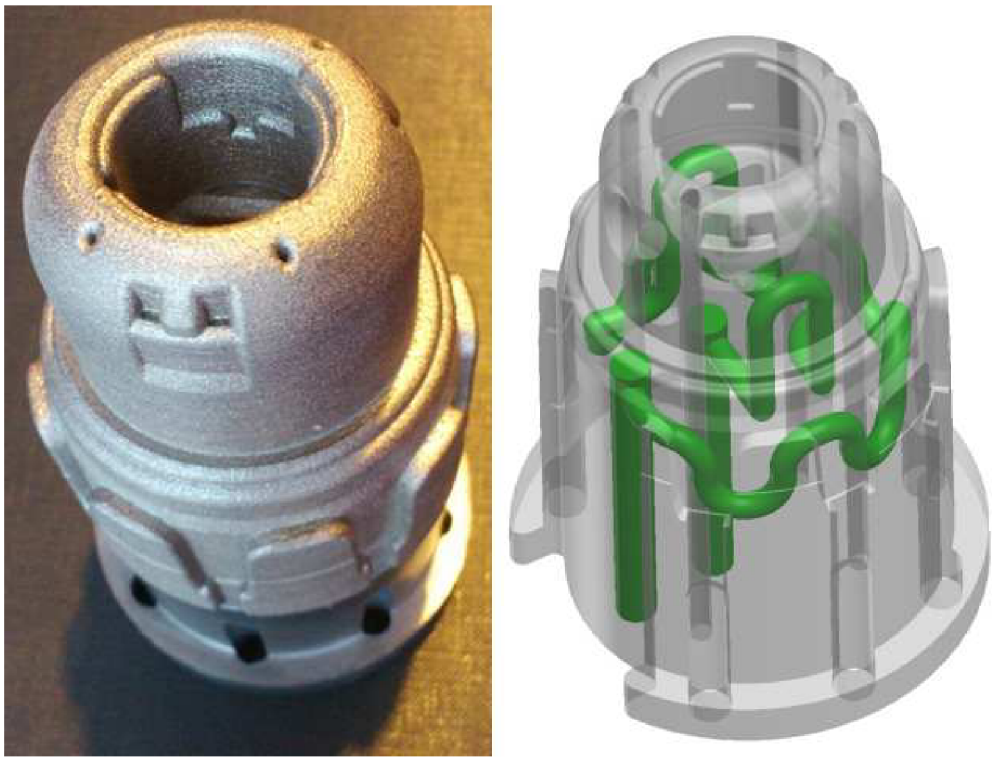
Martenzitické vytvrditelné oceli se od běžných vysokopevnostních ocelí liší mechanismem vytvrzování. Proces nevyužívá uhlík, ale je dosažen metalurgickou reakcí, kdy je BCC martenzit vytvořený při ochlazování zpevněn precipitací intermetalických sloučenin Co, Mo a Ti při teplotách okolo 480 °C. Před vytvrzováním stárnutím ale bývá jak u konvenčně vyráběných, tak dílů vyrobených technologií SLM běžné rozpouštěcí žíhání. To slouží k přípravě mikrostruktury pro vytvrzování a také k odstranění vnitřního pnutí. [30] Srovnání mechanických vlastností 1.2709 dosažitelných prostřednictvím různých způsobů výroby a tepelných zpracování je v Tab. 4-3.

Díky vysokému obsahu niklu je slitina nejen snadno vytvrditelná, ale také odolná proti opotřebení, a tedy vhodná pro výrobu tvářecích nástrojů a forem pro vstřikování plastů. Zpracování technologií SLM pak umožňuje výrobu forem s konformním chlazením (Obr. 4-1). Při SLM procesu pomáhá i nízký obsah uhlíku, kdy materiál není náchylný

ke vzniku trhlin tepelným pnutím. Výhodou této oceli je také nízký koeficient tepelné roztažnosti a tedy výborná rozměrová stabilita.

Tab. 4-3 Srovnání mechanických vlastností 1.2709 při různé technologii a post-procesingu (95% interval spolehlivosti)[9], [29],[30]

	E [GPa]	$R_{p0,2}$ [Mpa]	Rm [Mpa]	Prodloužení [%]	HRC
SLM po stavbě [9]	181	1080	1205	12	43
SLM + tvrzení stárnutím (5h při 480 °C) [29]	189 ± 2,8	-	2217 ± 71,9	1,6 ± 0,26	58
SLM + rozpouštěcí žíhání (1h při 830 °C) [9]	164	800	950	11,8	35
SLM + rozpouštěcí žíhání (1h při 830 °C) + tvrzení stárnutím (6h při 490 °C)[9]	219	1750	1850	5,1	56
Kování [29][30]	180	760-895	1000 - 1170	6 - 15	35
Kování + rozpouštěcí žíhání (1h při 815 °C) + tvrzení stárnutím (3h při 480 °C) [30]	190	1670	2050	7	52



Obr. 4-1 Využití materiálu pro díly s konformním chlazením [31]

4.2 Výrobní zařízení

4.2.1 Concept Laser M1 Cusing

Výrobcem toho zařízení je firma Concept Laser GmbH sídlící ve městě Lichtenfels v Německu založená v roce 2000. Technické parametry stroje jsou shrnuty v Tab. 4-4.

Tab. 4-4 Parametry zařízení M1 Cusing [32]

Rozměry výrobního prostoru	**250 x 250 x 250 mm**
Tloušťka vrstvy	20 – 100 µm
Typ laseru	Yb: pevný laser YAG
Výkon laseru	200 W
Vlnová délka	1075 nm
Průměr ohniska svazku	50 µm
Max. rychlost skenu	7 ms^{-1}
Max. produktivita	15 cm^3h^{-1}
Inertní plyn	N_2/Ar cca 20 – 50 $lmin^{-1}$
Příkon	7,4 kw
Hmotnost	cca 1500 kg
Rozměry stroje [mm]	(Š x H x V) 2323 x 1507 x 2308 mm

Toto zařízení je využíváno i ve firmě Robert Bosch, spol. s.r.o. v Českých Budějovicích, kde byla provedena část této práce. Zařízení M1 Cusing (Obr. 4-2) je zde doplněno externím zdrojem laserového paprsku Starfiber 200 firmy Rofin o výkonu 200 W emitující vlnovou délku 1075 nm. Laserový paprsek je k procesní stanici přiváděn optickým vláknem.

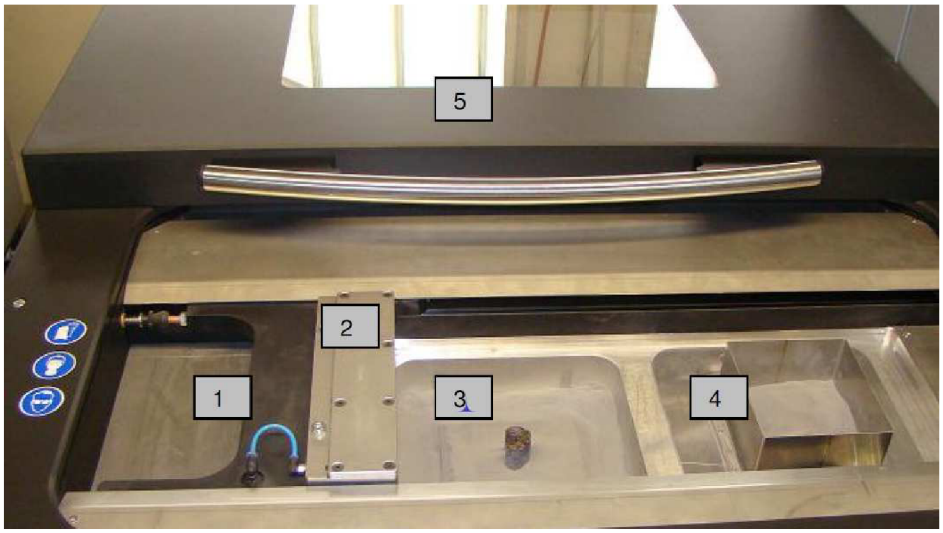
Další součástí je odsávací a filtrační zařízení zajišťující oběh inertního plynu uvnitř stroje vybavené patronovým filtrem a filtrem s aktivním uhlím. Dále je využito externí přesívací zařízení QM Powder Module se sítem s velikostí oka 63 µm umožňující recyklaci použitého prášku odstraněním velkých částic v uzavřeném inertním prostředí.

Obr. 4-2 Popis zařízení M1 Cusing: (1) manipulační stanice, (2) procesní stanice, (3) ovládací panel, (4) obrazovka, (5) tlač. nouzového vyp., (6) tlačítka, (7) průzor, (8) víko manipulační stanice, (9) přední dveře stroje [32]

U stroje M1 Cusing začíná stavební proces v manipulační stanici, kde je přístupný výrobní modul, který je zde přichystán popř. odstrojen a rovněž zde probíhá doplňování kovového prášku na dávkovací platformu. Výhoda snadné manipulace a čištění výrobního modulu je vykoupena nemožností udržet kovový materiál v inertní atmosféře po celou dobu výrobního procesu. Zařízení proto není určené ke zpracování reaktivních materiálů, jako je hliník nebo titan.

Po přípravě se s výrobním modulem najede z manipulační stanice do procesní stanice. Výrobní modul může popojíždět, pouze pokud je víko manipulační stanice zavřené. V procesní stanici se zhotovuje konstrukční díl. Protože proces probíhá pod ochranou inertní atmosférou (N_2 nebo Ar), zavírá výrobní modul zespodu téměř plynotěsně pracovní prostor i díky automaticky nafukovanému těsnění.

Ve výrobním modulu (Obr. 4-3) je pomocí výškového přísuvu dávkovací platformy (4) dodáván při každém nanášecím cyklu práškový materiál. Při každém pojezdu nanášecího zařízení doleva (2) je dopravován ocelovým nebo pryžovým břitem kovový prášek na konstrukční díl. Přebytečný prášek je při pojezdu setřen do levého odpadního přepadu prášku (1). Kovový materiál je na výrobní platformu (3) nanášen díky jejímu mikroposuvu ve vrstvách definované tloušťky a v souladu s nastavenými procesními parametry dílu přetavován laserovým paprskem. Nedostatkem výrobní platformy je absence vyhřívání. Tloušťky vrstev se mohou pohybovat mezi 20 μm a 100 μm. V pracovní komoře je také umístěna kamera, pomocí které se monitoruje optimální nanesení vrstvy.



Obr. 4-3 Výrobní modul stroje M1 Cusing: (1) přepad odpadního prášku, (2) nanášecí zařízení, (3) výrobní platforma, (4) dávkovací platforma se sítem, (5) víko manipulační stanice [32]

Pohyb výrobního modulu a stejně tak i pohyb výrobní a dávkovací platformy je zajištěn elektromotory s převodovkou a vřetenem. K zamezení oxidace povrchu konstrukčního dílu je během výrobního procesu komora zaplněna inertním plynem proudícím nad výrobním modulem ve směru posuvu nanášecího zařízení. K zajištění co nejnižší spotřeby je inertní plyn v uzavřeném recirkulačním oběhu. Během výrobního procesu je online měřen podíl zbytkového O_2 a dle zadaných hodnot v softwaru příslušně přizpůsobována inertizace.

4.2.2 SLM 280HL

Zařízení SLM 280HL (Obr. 4-4) je dodáváno firmou SLM Solutions GmbH sídlící v Německém Lübecku. Parametry stroje jsou shrnuty v Tab. 4-5.

Tab. 4-5 Parametry zařízení SLM 280^{HL} [33]

Rozměry výrobního prostoru	**(X,Y,Z) 280 x 280 x 350 mm**
Tloušťka vrstvy	20 – 75 µm
Typ laseru	YLR-Faser-Laser
Výkon laseru	400 W
Průměr ohniska svazku	82 µm
Max. rychlost skenu	15 ms^{-1}
Max. produktivita	20 cm^3h^{-1}
Spotřeba inertního plynu	N_2/Ar cca 2,5 $lmin^{-1}$
Příkon	5,5 kw
Hmotnost	cca 1500 kg
Rozměry stroje [mm]	(D x V x Š) 1800 x 1900 x 1000 mm

Zařízení je využíváno na Ústavu konstruování FSI VUT spolu s přesívací stanicí PSM 100. Ta umožňuje recyklaci nevyužitého prášku odstraněním frakce částic s velkým průměrem přesíváním přes síta s velikostí oka 63 nebo 100 µm. Proces probíhá v inertní atmosféře. Zařízení SLM 280^{HL} dokáže vyrábět díly ze širokého spektra materiálů včetně těch reaktivních jako je hliník nebo titan, neboť celý proces probíhá v uzavřeném prostředí s inertní atmosférou (N_2 nebo Ar) a kovový prášek se tak během procesu vůbec nedostává do kontaktu s okolním prostředím.

Obr. 4-4 Stroj SLM 280^{HL} firmy SLM Solutions [32]

Doplňování prášku do zařízení probíhá plnícím otvorem shora. Prášek padá do nanášecího zařízení ve stavební komoře, kde probíhá SLM proces. Zařízení zajišťuje nanesení vrstvy prášku na výrobní platformu, který dávkuje pomocí drážkovaných hřídelů a rozprostírá jej pryžovým břitem. Nevyužitý prášek padá přepadovým otvorem do prostoru pro přebytečný prášek pod stavební komorou. Ve stropu stavební komory je přes okno přiveden laser skenující konstrukční díl dle nastavených parametrů. Po dokončení vrstvy klesne výrobní platforma o tloušťku vrstvy a celý proces se opakuje. Pro stavbu dílů menších rozměrů je možné využít redukční rámeček s menší platformou o velikosti 98x98 mm a výrazně tak snížit spotřebu kovového prášku.

Ve stavební komoře je také umístěna kamera monitorující optimální nanesení vrstvy. Množství prášku v nanášecím zařízení je sledováno senzory, které v případě nutnosti ovládají dosypaní prášku z hlavního zásobníku. Ochranná atmosféra (N_2 nebo Ar) proudí těsně nad výrobní platformou ve směru kolmo na pohyb nanášecího zařízení. Z platformy jsou tak odváděny spaliny a nečistoty, které by mohli negativně ovlivnit stavební proces.

4.3 Experimenty

4.3

Hlavním cílem je analyzovat vliv recyklace práškové oceli 1.2709 na relativní hustotu a identifikovat charakter porozity při výrobě technologií selective laser melting. Tato práce je zpracovávána ve spolupráci s firmou Robert Bosch, spol. s.r.o., kde také proběhla první fáze experimentu, při němž byl předmětem zkoumání vliv opakované recyklace prášku na jeho parametry a relativní hustotu a charakter porozity ve stavěných dílech. Cílem bylo identifikovat a popsat tyto změny a stanovit, do jaké míry recyklace prášku může ovlivnit kvalitu stavěných dílů.

V druhé fázi práce pokračovala na Ústavu konstruování FSI VUT. Zde naplánované experimenty vycházely z poznatků z prvního testu. Nejdříve proběhly stavby kostek z nového prášku s cílem zjistit dosažitelné hodnoty relativní hustoty při použití jiného výrobního zařízení a prášku jiného výrobce. Porovnáno bylo též rozmístění pórů v materiálu. Na ověření funkce přesívací stanice byly zaměřeny dva recyklační testy. V prvním byl nový prášek několikanásobně přesíván bez využití ve stavbě. Cílem testu bylo ověřit funkci přesívací stanice, vhodnost zvoleného síta, zda nedochází ke ztrátě určité frakce prášku, popřípadě jestli prášek neobsahuje již z výroby nadměrně velké částice. V druhém recyklačním testu bylo cílem stavbou většího objemu zanést do prášku větší množství spalin a ověřit jejich množství, velikost částic, a zda se při přesívání daří jejich odstranění a nedostávají se tak do recyklovaného prášku. Podrobnější popis postupu a použité metody vyhodnocení jsou popsány v této kapitole.

4.3.1 Recyklační test na Concept Laser M1 Cusing

4.3.1

První část práce proběhla v podmínkách firmy Robert Bosch, spol. s.r.o., kde je využíváno zařízení M1 Cusing firmy Concept Laser. Ve firmě se využívá opakované recyklace prášku s občasným doplněním nového bez pevně stanovené metodiky a bez znalosti, do jaké míry proces přesívání ovlivňuje práškový materiál a jaké důsledky má na míru porozity a její charakter. Cílem tedy bylo pomocí opakované recyklace prášku sledovat jeho kvalitativní změny a analyzovat, jak se s přibývajícím počtem recyklačních cyklů mění hodnoty relativní hustoty stavěného dílu a morfologie pórů. Pro testy byl použit ve firme standardně nakupovaný prášek nástrojové oceli 1.2709 s označením CL50WS od firmy Concept Laser. Pro účely testů bylo nakoupeno 20 kg nového prášku. Přibližné hodnoty distribuce velikosti částic udávané výrobcem jsou D_{10}=16 µm, D_{50}=29 µm a D_{90}=47,5 µm. Tyto parametry byly ověřeny.

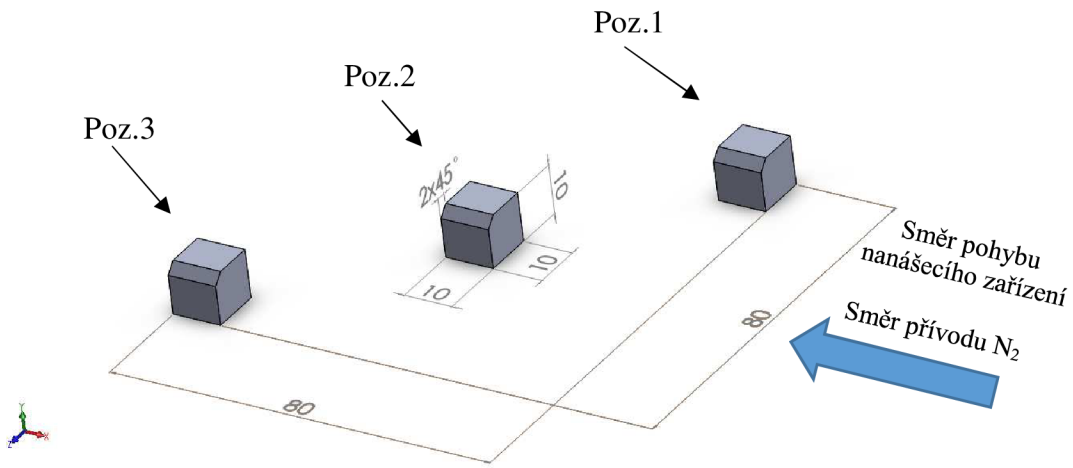
Postup testu

Nejdříve byly vyrobeny 2 sady referenčních vzorků o třech kostkách velikosti 10x10x10 mm. Jedna sada byla postavena při použití ocelového břitu nanášecího zařízení, v druhém případě byl použit břit pryžový. Kvalita prášku odpovídala běžné kvalitě, tedy částečně použitý přesetý prášek, u kterého není přesně znám počet prodělaných recyklací, částečně doplněný práškem novým. Vyhodnocením porozity takto postavených kostek vznikl referenční stav, se kterým byly srovnávány výsledky z dalších staveb. Taktéž tím bylo zjištěno, zda má použití různých břitů nanášecího zařízení vliv na kvalitu nanesení vrstvy, která by se projevila rozdílnou porozitou dílů. Následný recyklační test se skládal z 11 staveb s přesíváním, pro který bylo použito 20 kg nového prášku CL50WS. Ocelový prášek tedy prošel 10 recyklacemi. Vyšší

počet recyklací nebyl možný z důvodu vytížení zařízení. Z časových důvodů se prášek nevyhříval v peci a ani se nekontrolovala vlhkost prášku, byl ale uložen v suchém uzavřeném prostředí. Před každou stavbou byl odebrán vzorek prášku k analýze. Po stavbě a vyjmutí vyrobených vzorků, byl prášek ze stroje odstraněn, v celém objemu přesetý na přesívacím zařízení QM Powder Module od firmy Concept Laser s velikostí oka síta 63 µm a následně použit pro další cyklus. Kostky byly ze stavebních platforem odřezány elektroerozivním obráběním a analyzovány spolu s odebranými vzorky prášku. Z důvodu velkého objemu použitého prášku a relativně malého objemu stavěných dílů byl předpoklad, že kvalitativní změna prášku bude nejvýznamněji ovlivněna samotným přesíváním a nikoli výrobním procesem v podobě tepelného vlivu a velkého množství spalin.

Konfigurace stavby

Zařízení M1 Cusing nemá redukční rámeček s menší výrobní platformou. Na standardní výrobní platformu o rozměrech 250x250 mm proto byla připevněna menší o stavebním prostoru přibližně 90x90 mm. Při každé stavbě byly vyrobeny 3 kostky s rozmístěním dle Obr. 4-5. Kostka na pozici 2 byla umístěna přímo uprostřed standardní výrobní platformy. Toto rozmístění umožnilo zhodnotit vliv umístění konstrukčního dílu na jeho vlastnosti – tedy zda dochází na běžně využívané stavební ploše ke změnám porozity způsobené ovlivněním fokusu laseru. Kostky o rozměrech 10x10x10 mm byly opatřeny sraženou hranou pod úhlem 45° pro vyhodnocení drsnosti ploch pod tímto úhlem. Na obrázku je také znázorněn směr pohybu nanášecího zařízení a přívodu inertního plynu.



Obr. 4-5 Rozmístění kostek při testu

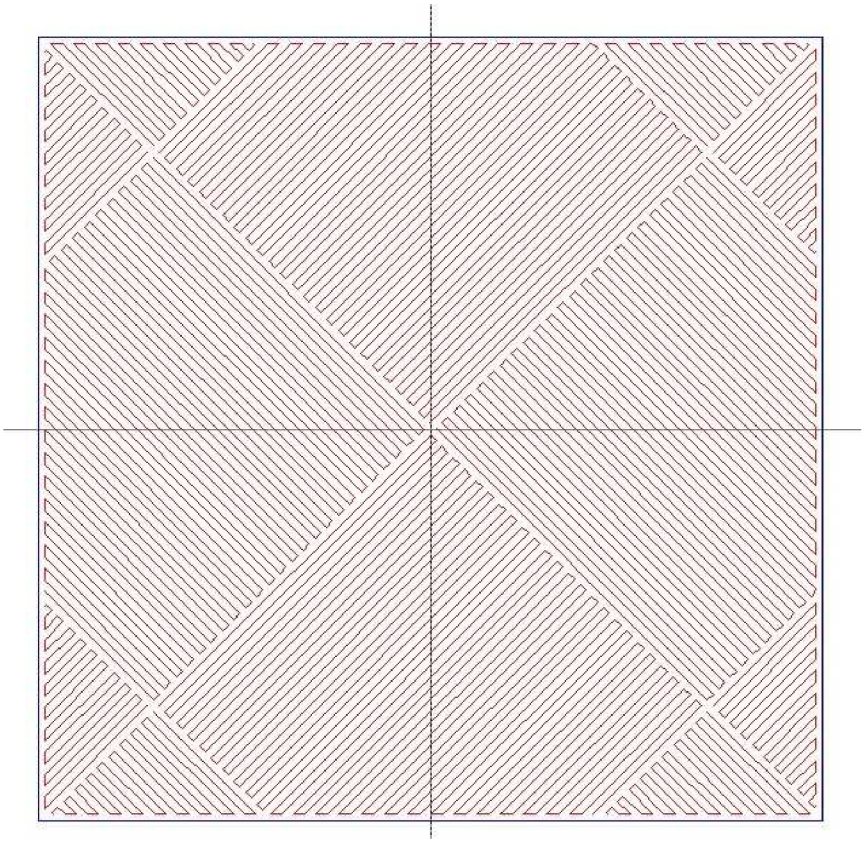
Procesní parametry
Nastavení procesních parametrů odpovídalo firemnímu standardu, který vychází z doporučení výrobce zařízení. Základní parametry jsou shrnuty v Tab. 4-6.

Tab. 4-6 Shrnutí procesních parametrů oceli 1.2709 na zařízení M1 Cusing

Výkon laseru	**180 W**
Skenovací rychlost	600 mm/s
Tloušťka vrstvy	30 µm
Hatch distance	105 µm
Šířka návaru	150 µm
Strategie	Chessboard 5x5 mm
Vyhřívání desky	bez výhřevu
Rychlost nanášení přášku	100 mm/s
Inertní plyn	N_2
Množství O_2	< 0,8 %

Vytvoření výrobního úkolu a přiřazení procesních parametrů probíhá v prostředí programu Magics firmy Materialize odkud je soubor odesílán do stroje. Stavba začíná po přivedení inertní atmosféry do pracovní komory. Pro začátek stavby je nutné, aby hodnota O_2 klesla pod 0,8 %. Po několika minutách stavby obvykle klesne množství O_2 do neměřitelných hodnot k 0 %. Měření podílu kyslíku probíhá nepřetržitě.

Nanášení prvních 2-3 vrstev probíhá v menších tloušťkách než zbytek stavby a tyto vrstvy jsou skenované opakovaně. Důvodem je dosažení co nejlepšího spojení se substrátem. Pro skenování ploch je využita strategie *chessboard*, zobrazená na Obr. 4-6. Po každé vrstvě je šachovnice posunuta o 1 mm ve směru x i y a rotována o 90°. Jednotlivá políčka šachovnice se překrývají o 22,5 µm. Nejdříve dochází ke skenování plochy touto strategií a následně je skenována kontura dílu. Návar kontury přesahuje 120 µm do návarů šrafování. Hodnoty výkonu laseru a rychlosti skenování jsou v obou případech stejné. U každé vrstvy je kamerou automaticky kontrolováno její optimální nanesení. Výrobní platforma není vyhřívána, protože to zařízení neumožňuje.



Obr. 4-6 Řez stavěnou kostkou zobrazující strategii stavby chessboard

Použité metody vyhodnocení

U recyklačního testu na zařízení M1 Cusing byly vyhodnoceny vzorky odebraného prášku (celkem 12 vzorků) a vyrobené kostky (celkem 39 ks). U vzorků prášku byla analyzována distribuce velikosti částic laserovou difrakcí. Zároveň tím byly ověřeny její hodnoty udávané výrobcem. Pomocí mikroskopie byl ověřen předpokládaný sférický tvar částic prášku vyrobeného plynnou atomizací.

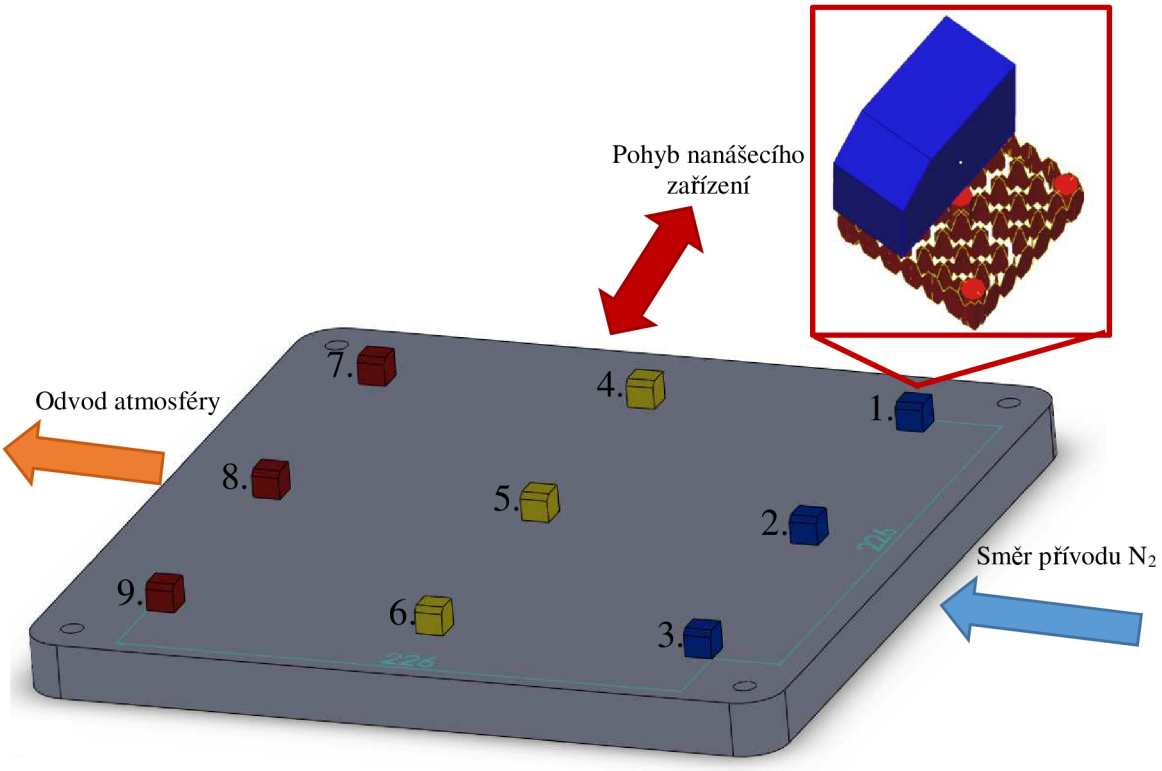
Postavené kostky byly nejdříve vyhodnoceny z hlediska kvality povrchu. Pomocí optického profilometru byla sledována drsnost na všech kostkách a její změny v závislosti na počtu recyklačních cyklů, které prodělal ocelový prášek. Následně byly kostky elektroerozivním obráběním rozřezány a metalografickými výbrusy sledováno, zda dochází ke změnám charakteru porozity a relativní hustoty. Část kostek prošla také analýzou na µCT, která odhalila jak velikost porozity v objemu, tak její rozmístění. Z finančních důvodů byly vybrány pouze vzorky stavěné na pozici 2 (Obr. 4-5) uprostřed výrobní platformy z 1., 6. a 11. stavby.

4.3.2 Test porozity na SLM 280HL

Práce pokračovala na Ústavu konstruování na zařízení SLM 280HL od firmy SLM Solutions. K výrobě bylo zakoupeno 20 kg prášku oceli 1.2709 od stejného výrobce. Byl naplánován test k ověření jakých relativních hustot je možno dosáhnout při použití procesních parametrů doporučených pro dané zařízení výrobcem. Cílem bylo ověřit, zda dochází k tvorbě podpovrchové porozity stejně jako na konkurenčním zařízení a jak se liší celková míra porozity v materiálu. Tento test bude přínosem také proto, že s nástrojovou ocelí se na zařízení doposud nepracovalo – umožní tedy výrobu z nového materiálu.

Konfigurace stavby

V rámci testu bylo postaveno 9 kostek o rozměrech 10x10x10 mm rozmístěných na velké platformě o rozměrech 280x280 mm. Velká stavební platforma byla zvolena s cílem popsat dosažitelnou relativní hustotu na všech místech výrobního prostoru. Byl totiž předpoklad, že výsledky se mohou v závislosti na pozici lišit. A to především z důvodu rozdílného rychlostního profilu proudění atmosféry nad různými místy na platformě a tím odlišnému chlazení vyráběných dílů. Stavba 9 kostek byla také rozdělena na 3 separátní stavby, při kterých se stavěly vzorky po řadách znázorněných na Obr. 4-7 odlišnými barvami. Cílem bylo omezit nafoukávání spalin z jedné kostky na druhou a zabránit tak znepřesnění vyhodnocované porozity jejich negativním vlivem. Dále byly kostky stavěny na podporách, pro jejich snadnější odřezání z nerezové platformy. Blokové struktury byly doplněny 5 piny pro zabránění možnému odtrhnutí kostky vlivem deformace způsobené vnitřním napětím.



Obr. 4-7 Konfigurace staveb při testu porozity na SLM 280HL

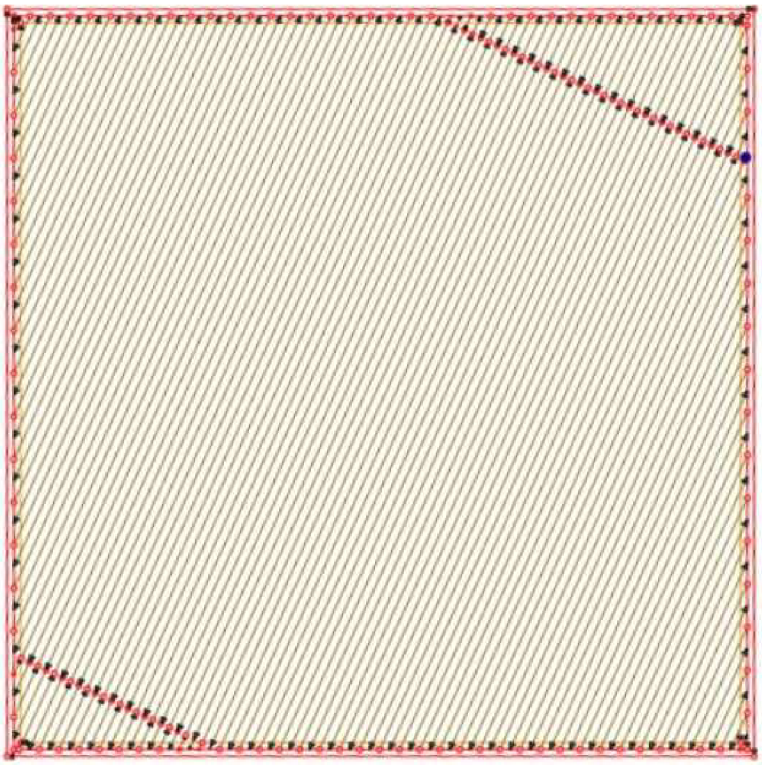
Procesní parametry
Procesní parametry byly doporučené výrobcem jak prášku tak zařízení pro konkrétní použitý stroj. Základní parametry jsou shrnuty v Tab. 4-7.

Tab. 4-7 Shrnutí procesních parametrů oceli 1.2709 na zařízení SLM 280HL

Výkon laseru - objem	**200 W**
Skenovací rychlost - objem	800 mm/s
Výkon laseru - kontura	100 W
Skenovací rychlost - kontura	400 mm/s
Tloušťka vrstvy	30 µm
Hatch distance	120 µm
Šířka návaru	µm
Strategie	Stripes 10 mm
Vyhřívání desky	120 °C
Rychlost nanášení prášku	100 mm/s
Inertní plyn	N_2
Množství O_2	< 0,2 %

Vytvoření výrobního úkolu a přiřazení procesních parametrů proběhlo v prostředí programu Magics firmy Materialize odkud byl soubor odesílán do stroje. Stavba začala po přivedení inertní atmosféry do pracovní komory. Pro začátek stavby bylo nutné, aby hodnota O_2 klesla pod 0,2 %. Po několika minutách stavby obvykle kleslo množství O_2 do neměřitelných hodnot k 0 %. Měření podílu kyslíku probíhalo nepřetržitě.

Nanášení první vrstvy probíhalo ručně v menší tloušťce než zbytek stavby. První vrstvy byly také skenované dvakrát pro zaručení dokonalého průvaru a spojení s platformou. Podpory byly stavěny každou druhou vrstvu. Jak lze vidět z Obr. 4-8, kontury byly skenovány 3x s odsazením 90 µm. Následovalo skenování plochy doporučenou strategií *stripes* se vzdáleností návarů 120 µm. Jednotlivé pruhy šířky 10 mm se překrývaly o šířku návaru a byly v každé vrstvě rotovány. Přesah skenování plochy s konturou měl šířku dvou návarů. Kontury byly skenovány jinou rychlostí a výkonem než plocha objemu dle Tab. 4-7. U každé vrstvy bylo kamerou automaticky kontrolováno její optimální nanesení. Výrobní platforma byla vyhřívána na 120 °C k docílení částečného snížení gradientu teplot.



Obr. 4-8 Dráha laseru skenovací strategie stripes

Použité metody vyhodnocení

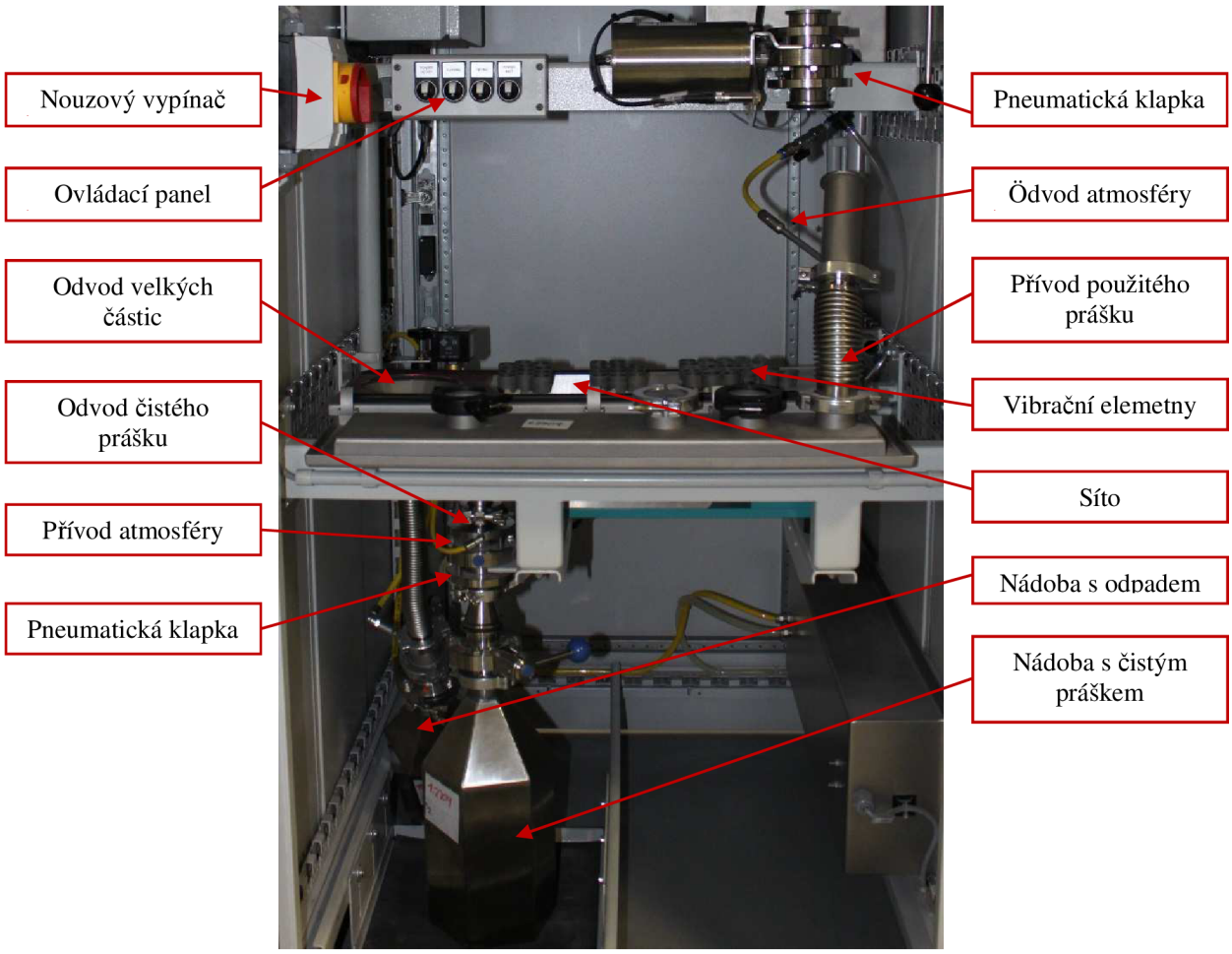
U testu porozity na zařízení SLM 280HL byly vyhodnoceno všech 9 postavených kostek. Po odřezání z platformy byly jednotlivé kostky rozděleny elektroerozivním obráběním. Na metalografických výbrusech všech kostek byla sledována míra a rozmístění porozity. Analýzou na počítačové tomografii prošli vzorky 3,5 a 9 dle Obr. 4-7. Zde bylo cílem získat přesnější informace o rozmístění porozity a ověřit míru celkové relativní hustoty.

4.3.3

4.3.3 Přesívací test na PSM 100

Zařízení PSM 100 je přesívací stanice používaná k recyklaci práškového materiálu po stavbách na stroji SLM 280HL. Na Obr. 4-9 je popis zařízení s odejmutou vrchní částí. Tento test byl proveden k ověření funkce přesívací stanice, jak je standardně používána. Při provedeném testu bylo 5x po sobě přesíváno 5 kg nového prášku oceli 1.2709 aniž by mezi jednotlivými cykly prošel stavebním procesem. Hmotnost prášku byla zvolena k simulaci přesívání o běžném objemu s ohledem na čas přesívaní a jeho dostupné množství. Ze dvou dostupných velikostí oka síta 100 µm a 63 µm bylo s ohledem na udávanou distribuci velikosti částic zvoleno menší z nich.

Cílem testu bylo zjistit, zda nedochází k zachytávání určité frakce částic při použití síta o velikosti oka 63 µm. To by mohly být například větší částice, než udává výrobce přítomné v prášku už z výroby. Dále by mohlo docházet k vyprašování nejmenších a nejlehčích částic při přesívání a manipulaci s práškem do okolní atmosféry, proto byly sledovány případně změny v distribuci velikosti částic. Také bylo sledováno, zda nedochází k odlučování částic optimální velikosti do odpadu způsobené například nevhodnou intenzitou vibrací a tak nedostatečným časem pro propadnutí částic sítem. Test též posloužil k posouzení vhodnosti velikosti oka síta pro danou distribuci částic prášku. A to především z hlediska, zda není velikost oka příliš malá a nedochází tak



Obr. 4-9 Popis přesívací stanice PSM 100 s odejmutým vrchním dílem

k zachytávání neúměrného množství částic. Tento test je také určitým ověřením výsledků získaných na zařízení od výrobce Concept Laser popsaným v kapitole 4.3.1.

Použité metody vyhodnocení

K vyhodnocení kvalitativních změn prášku byla využita laserová difrakce pro měření distribuce velikosti částic. Touto metodou byly nejdříve ověřeny údaje o prášku dodávané výrobcem. Následně pak byly vyhodnoceny velikosti částic 5x přesátého prášku a částic odvedených do odpadní nádoby. Hmotnostní úbytky byly měřeny váhou s přesností 0,2 g. Mikroskopem pak byl sledován tvar částic a jeho případné změny. Stejným způsobem byla i ověřena velikost ok síta a zda odpovídají hodnotám udávaných výrobcem.

4.3.4 Recyklace kontaminovaného prášku

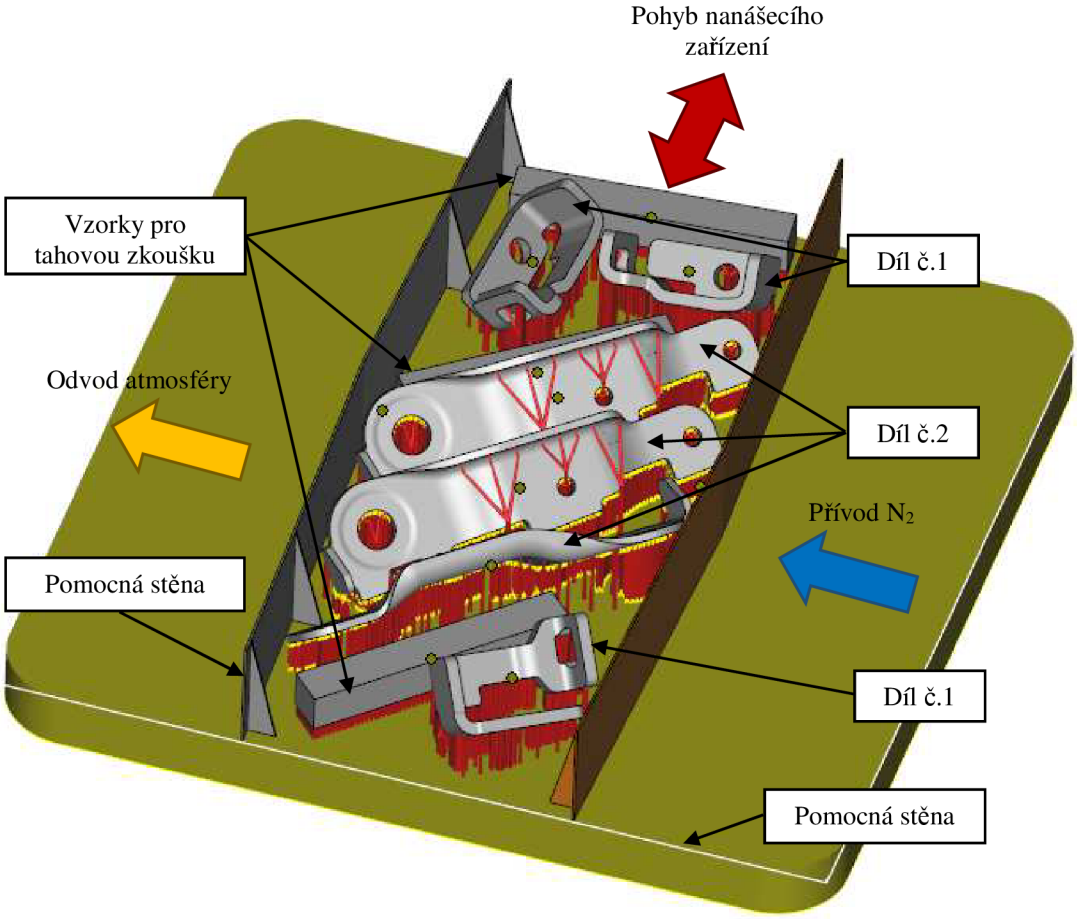
K ověření, jakými změnami prochází prášek při stavbě dílů, bylo nutné provést stavbu větších rozměrů. Tím dojde k výraznější kontaminaci spalinami, které je nutné oddělit od prášku pro jeho další použití. Hlavním cílem pak bylo ověřit, jak úspěšně síto odděluje vzniklé nadměrně částice a jestli se nedostávají do recyklovaného prášku. Z poznatků z rešerše [10],[25] vyplynula nutnost popsat vlastnosti spalin jako je jejich velikost a tvar k posouzení jejich možného vlivu na efektivní nanášení homogenní vrstvy prášku a schopnost absorbovat energii laseru, což má zásadní vliv na tvorbu pórů. Bylo také změřeno množství vyprodukovaných spalin a porovnáno s hmotností stavěných dílů a množstvím použitého prášku. K ověření míry porozity byly vyhodnoceny metalografické výbrusy. Zde bylo cílem ověřit hypotézu, že vyšší naměřené hodnoty porozit ve výbrusech v předešlém testu byly způsobeny nedostatečným odvodem tepla.

Konfigurace stavby

Ke snížení nákladů na stavbu většího objemu byly využity díly v rámci zakázky pro automobilový průmysl určené pro výrobu z oceli 1.2709. Rozmístění dílů na platformě je zobrazeno na Obr. 4-10. Díly byly orientovány s ohledem na co nejnižší výšku stavby, aby se maximálně redukovala doba stavby a množství použitého prášku. Zároveň byl kladen důraz na co nejmenší množství nutných podpor ke snadnějšímu post-processingu. Z typů podpůrných struktur byly použity piny, blokové a stromové struktury. Ty byly rozmístěny jak s ohledem na vznikající vnitřní napětí v materiálu v důsledku rozložení hmoty, tak s důrazem na rovnoměrný odvod tepla.

Kvůli relativně malému množství dostupného prášku pro stavbu (20 kg) a nutnosti stavby na velké platformě byly nestandardně využity vymezovací bloky v nanášecím zařízení. Ty umožnily nanášení prášku v šířce pouze 130 mm a redukovat množství spotřebovaného prášku a tak dosáhnout potřebné výšky stavby 40 mm. Protože prášek by se s přibývajícími centimetry sesypával a nedovolil by udržet rovnoměrně nanášenou vrstvu v šířce alespoň 120 mm, byly pro jeho udržení do stavby přidány dvě pomocné stěny. Do prostoru byly přidány 3 vzorky k následnému obrobení a vyhodnocení tahovou zkouškou. Celkový objem stavěných dílů spolu s podporami byl cca 160 cm^3. To činí 11 % z celkového předpokládaného objemu prášku 1456 cm^3

ve stavební komoře. Nicméně objem spotřebovaného prášku bude výrazně vyšší kvůli přebytkům odvedených do přepadů ve stavební komoře při nanášení vrstev.



Obr. 4-10 Rozmístění dílů na platformě 280x280 mm při stavbě většího objemu

Procesní parametry

Použité procesní parametry jsou popsány v kap.4.3.2.

Použité metody vyhodnocení

K vyhodnocení kvalitativních změn prášku byla využita laserová difrakce pro měření distribuce velikosti částic. Tou byly vyhodnoceny vzorky kontaminovaného prášku odebraného po stavbě ze stavební komory, vzorky odpadního prášku po přesívaní a také recyklovaného prášku. Ten byl porovnán s práškem, který vstoupil do stavby, k zjištění případných změn. Mikroskopem pak byl ověřen tvar a velikost sítem oddělených spalin a vyfotografován stav síta po přesívání. Odpadní a nový prášek též podstoupil analýzu SEM. Metodou EDS pak bylo změřeno chemické složení na povrchu částic odpadního prášku k posouzení míry oxidace. Na vzorku určeném pro tahové zkoušky byly též provedeny metalografické výbrusy k ověření míry a rozmístění porozity při odlišných podmínkách po stránce odvodu tepla, než u stavby kostek.

4.3.5 Metody vyhodnocení vlastností prášku

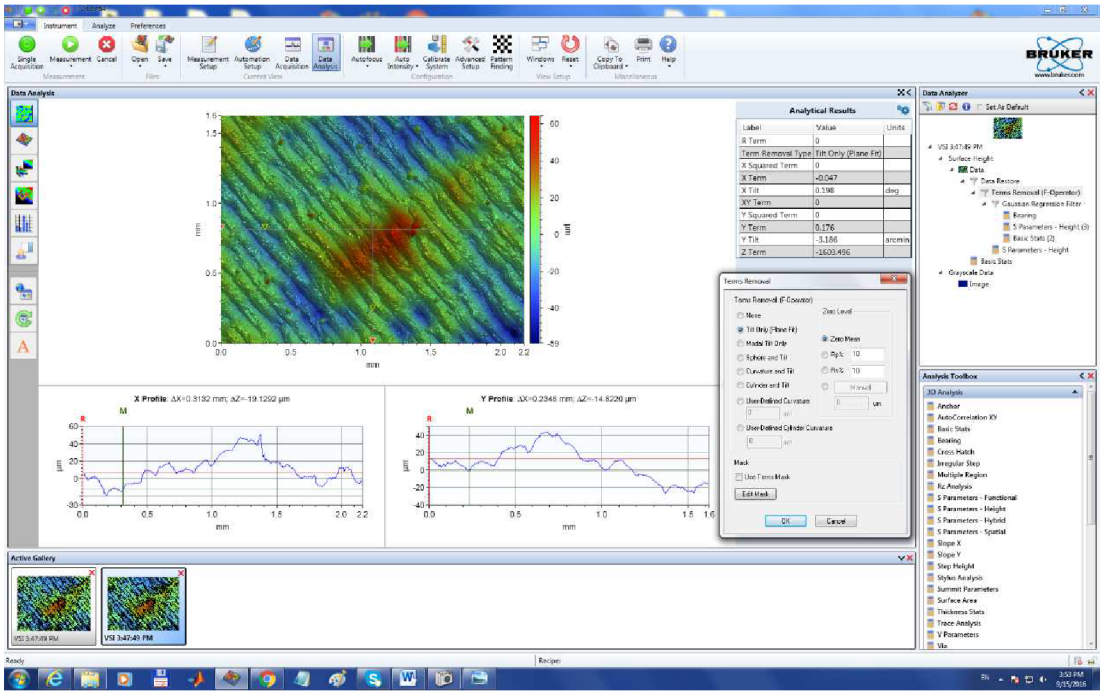
Elektronový rastrovací mikroskop (SEM a EDS) – Zeiss Ultra Plus
Zařízení na Ústavu materiálových věd a inženýrství ÚMVI bylo použito pro analýzu morfologie částic prášku, tedy k ověření jejich sférického tvaru. Emitor zařízení vyzařuje fokusovaný pohyblivý svazek elektronů na zkoumaný materiál, jehož povrch je zobrazován detekcí měnícího se odraženého signálu tvořeného sekundárními elektrony. Rozlišovací schopnost toho zařízení je při napětí 15kV až 0,8 nm. Zařízení je také vybaveno analyzátorem pro energiově disperzní spektrometrii (EDS). [34]

Laserový analyzátor velikosti částic Horiba LA 950
Zařízení bylo použito k analýze distribuce velikosti částic prášku k identifikování změn způsobených recyklací. Zařízení funguje na principu laserové difrakce. Emitovaný laserový paprsek je rozptýlen interakcí s částicemi prášku. Na základě úhlu rozptylu a intenzity odraženého paprsku od povrchu částic je určena jejich velikost. Difrakční data jsou zpracována do podoby distribuční a kumulativní křivky. Přesnost zařízení Horiba LA 950 je ± 0,6 % u částic s velikostí od 10 nm do 3 mm. [35]

4.3.6 Metody vyhodnocení vlastností dílů

Měření drsnosti povrchu – 3D optický profilometr BrukerContour GT X8
Pro vyhodnocení drsnosti povrchu kostek bylo využito zařízení BrukerContour GT X8 pracující na principu interferometrie. Monochromatický svazek světla procházející soustavou čoček a clon se rozděluje, jedna část se odráží k referenčnímu povrchu a druhá k měřenému. Odražené paprsky interferují v interferenčním objektivu. Rozdíl optických drah kopíruje měřený povrch. Informace o něm jsou přeměněny do podoby intenzity.

Vyhodnocení proběhlo v programu Vision64 (Obr. 4-11). Pro měření byl použit objektiv s 5x zvětšením a předsádkou 0,55x. Výsledné zvětšení je tedy 2,75x. Pro vyhodnocení byla použita funkce *Data restore* pro dopočítání chybějících dat, *Plane fit* pro odstranění vlivu geometrie a funkce *Gaussian regresion filter* pro odstranění vlivu vlnitosti s větší vlnovou délkou než 2,5 mm. Měřena byla oblast o rozměrech 2,17x1,63 mm s laterálním rozlišením 3,39 µm. Sledované parametry drsnosti povrchu byly *Sa* a *Sz*. Nastavení vyhodnocení je zobrazeno v příloze 1 na straně 96.



Obr. 4-11 Prostředí programu Vision64 pro vyhodnocení drsnosti

Metalografický výbrus a analýza ImageJ

Pro analýzu porozity byl u všech vzorků proveden metalografický výbrus. Nižší finanční náročnost této metody je kompenzována méně přesnými výsledky způsobenými mimo jiné citlivostí metody na výběr zkoumané oblasti. Nicméně dle článku autorů A. Spierings et. al. [37] je při vysokých relativních hustotách dostatečně přesná. Výsledky této metody jsou spíše komparačního charakteru. Absolutní hodnota porozity bude získána počítačovou tomografií.

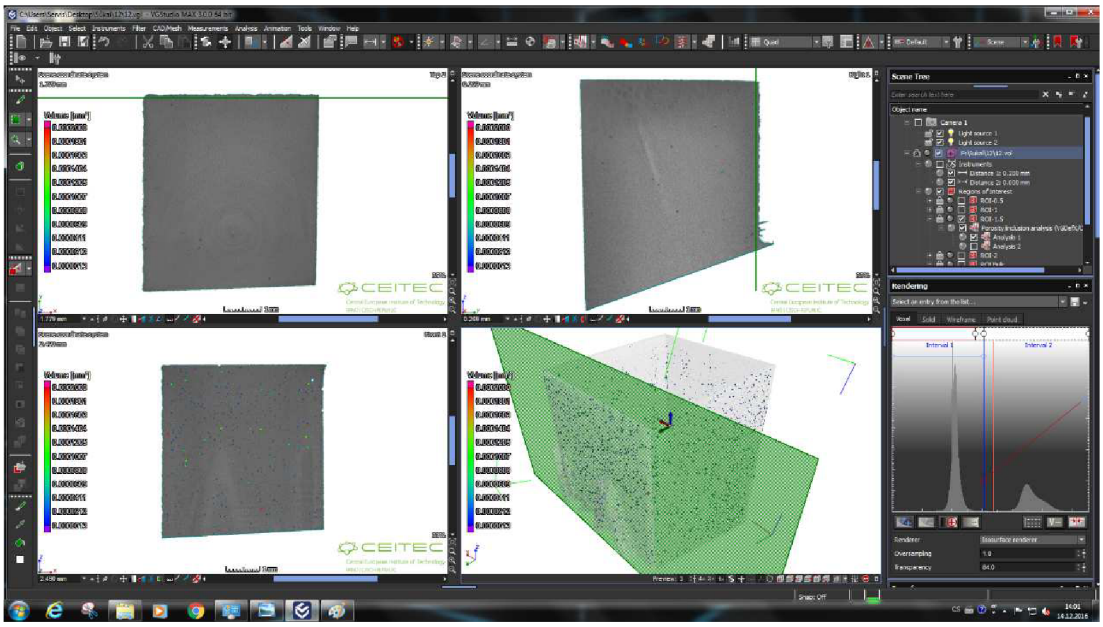
Pozorovaná plocha vznikla řezem uprostřed kostky ve vertikálním směru. Příprava pro pozorování proběhla za použití mokrého broušení brusným papírem a leštění 1 µm diamantovou suspenzí. Ke snímání výbrusů postavených na zařízení CL M1 Cusing byl použit optodigitální světelný mikroskop Olympus DSX510. Zvětšení bylo 150x s rozlišením 1,544 µm/px. Pro sledování větších ploch bylo využito automatické skládání fotografií. Focení výbrusů vzorků vyrobených na zařízení SLM 280HL bylo provedeno na mikroskopu Olympus QX51 se zvětšením 50x a rozlišením 2,48 µm/px. Jednotlivé fotografie byly skládány ručně. K odfiltrování oblastí plného materiálu s různou mírou světlosti, které by snižovaly přesnost vyhodnocení, byl použit program Gimp.

Následně byly fotografie vyhodnoceny v programu ImageJ pomocí vytvořeného makra. Program analyzuje 8 bitovou fotografii. Z důvodu rozdílné světlosti fotografií byla pro stanovení prahové hodnoty stupně šedi použita automatická metoda intermodes. Tato metoda nejlépe korespondovala s vizuální kontrolou vyhodnocované porozity a umožnila eliminovat chybu vnášenou uživatelem při manuálním nastavení prahové hodnoty u každé fotografie. Pro zachycení vlivu podpovrchové porozity byla u každé fotografie zkoumána jak plocha celého řezu, tak oblast hlouběji pod povrchem.

Počítačová mikrotomografie – GE Phoenix v|tome|x L240

Pro získání přesných hodnot porozity byla využita mikrotomografická stanice s vysokým rozlišením na Ústavu fyziky materiálů. Tato nedestruktivní metoda spočívá ve využití rentgenového svazku procházejícího vyhodnocovaným dílem, kdy je z řezů pod různými úhly počítačem sestaven 3D model. Byla vyhodnocena jak velikost porozity, tak rozmístění pórů. Test byl z finančních důvodů proveden jen u vybraných vzorků. Rozměry skenovaných vzorků byly přibližně 5x5x5 mm.

Po naskenování vzorků a rekonstrukci do podoby 3D dat bylo provedeno vyhodnocení porozity v programu VGStudio Max 3.0 (Obr. 4-12). Z naskenovaných dat byl nejdříve pomocí funkce *Surface determination* určen povrch měřeného vzorku. Tento povrch byl dále kvůli analýze odsazen přibližně o 15 µm směrem do materiálu k vytvoření kontrolního objemu bez zkreslení volnými voxely v okolí. V tomto objemu pak byla provedena analýza porozity funkcí *Prosity/inclusion analysis.* Tím se zachytila porozita jak podpovrchová, tak uvnitř ve šrafovaném materiálu. Druhý kontrolní objemem pak byl vytvořen v minimální vzdálenosti 300 µm od povrchu k vyhodnocení porozity pouze ve šrafovaném materiálu. Výsledkem tak jsou informace o absolutní hodnotě porozity, rozmístění pórů v materiálu, distribuci jejich velikostí a také míry sféricity. Rozlišení voxelu bylo 5,5 µm, přičemž minimální velikost póru zachytitelného v analýze byla 8 voxelů, což odpovídá pórům o průměru cca 11 µm. Za zmínku stojí parametr prahové hodnoty v *Prosity/inclusion analysis*, který má významný vliv nato, jaký odstín šedi po hranici póru je vyhodnocen už jako plný materiál. Byla ponechána defaultní hodnota 0,5, která vyhovovala vizuální kontrole a vykazovala zachycení nízkého počtu falešných pórů na povrchu vzorku. Nastavení vyhodnocení v programu VGStudio je dostupné v příloze 2 na straně 97.



Obr. 4-12 Prostředí programu VGStudio Max pro vyhodnocení µCT kostek

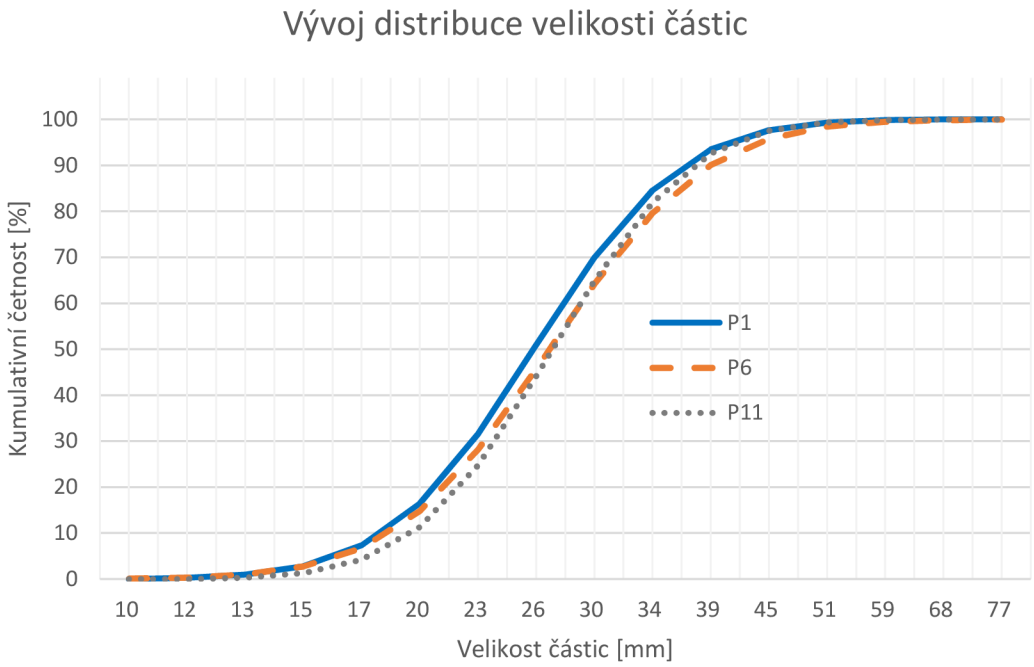
5 VÝSLEDKY

5.1 Recyklační test na Concept Laser M1 Cusing

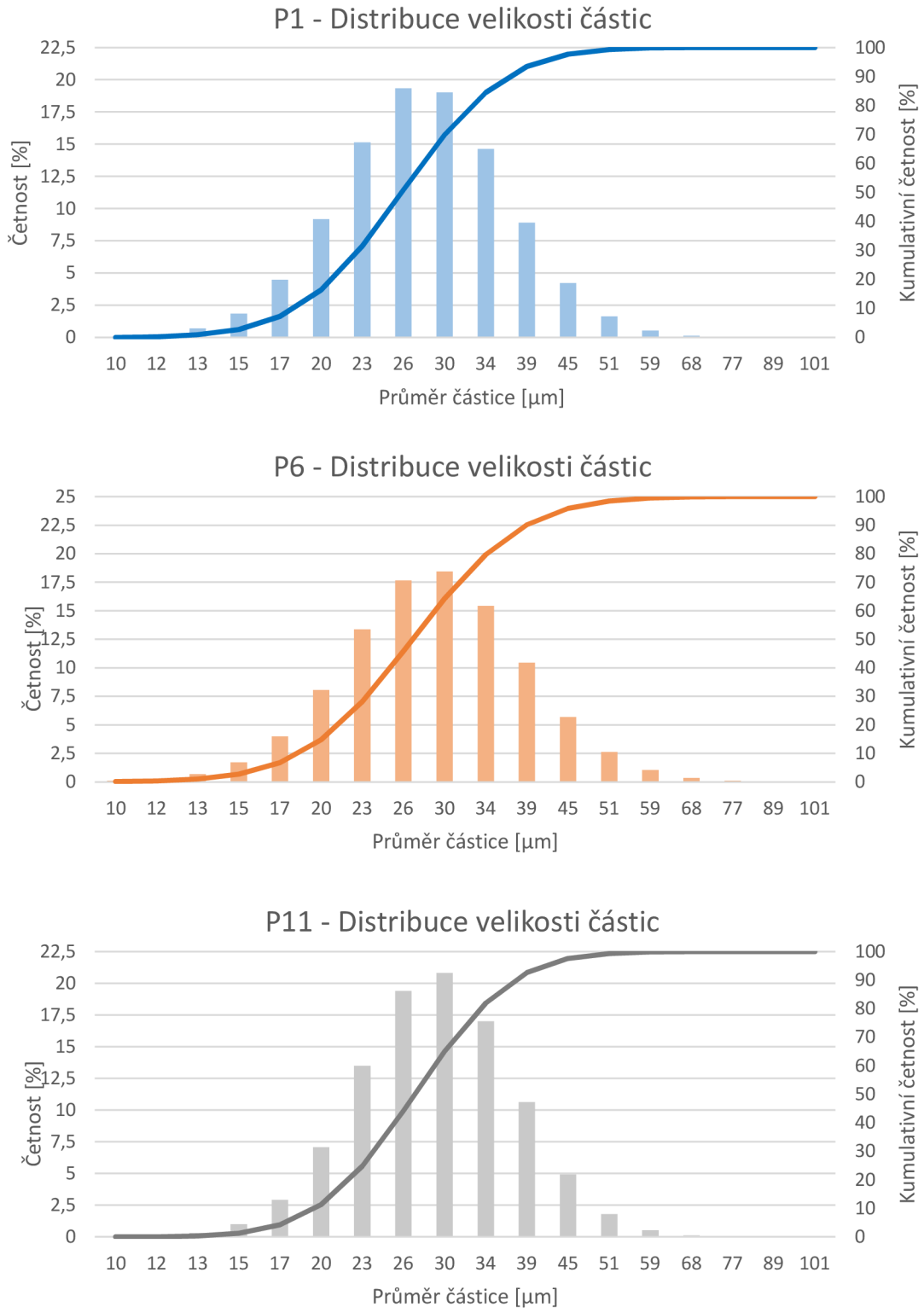
První recyklační test proběhl ve firmě Robert Bosch, spol. s.r.o. Test je blíže popsán v kapitole 4.3.1. Bylo využito výrobní zařízení M1 Cusing firmy Concept Laser spolu s přesívací stanicí. Pro testy byl použit ve firme standardně nakupovaný prášek nástrojové oceli 1.2709 s označením CL50WS od firmy Concept Laser. Pro účely testů bylo nakoupeno 20 kg nového prášku. Z něj bylo postaveno 11 staveb po 3 kostkách. Prášek byl po každé stavbě v celém objemu přesíván. Odebrané vzorky prášku před každou stavbou a postavené kostky byly následně podrobeny analýzám, jejichž výsledky jsou popsány dále.

5.1.1 Distribuce velikosti částic prášku

Měření změn velikosti částic bylo provedeno metodou laserové difrakce na zařízení Horiba LA 950. Z naměřených dat je vytvořena distribuční a kumulativní křivka četnosti velikosti částic. Bylo změřeno 11 vzorků prášku, který byl použit pro jednotlivé stavby v recyklačním testu. Vzorek P1 odpovídá novému prášku a vzorek P11 10x recyklovanému. Navíc byl změřen prášek s označením P0, jehož kvalita odpovídá ve firmě standardně používanému, částečně použitému prášku. Na grafu Obr. 5-1 je zobrazen vývoj distribuce u tří vybraných vzorků. Na Obr. 5-2 jsou doplněny jejich četnosti rozměrů. V Tab. 5-1 jsou pak zaznamenány základní údaje všech měřených vzorků. Protokoly všech měření jsou v příloze 3 na straně 99. Na Obr. 5-3 je fotografie nového prášku P1 se zvětšením 56x.



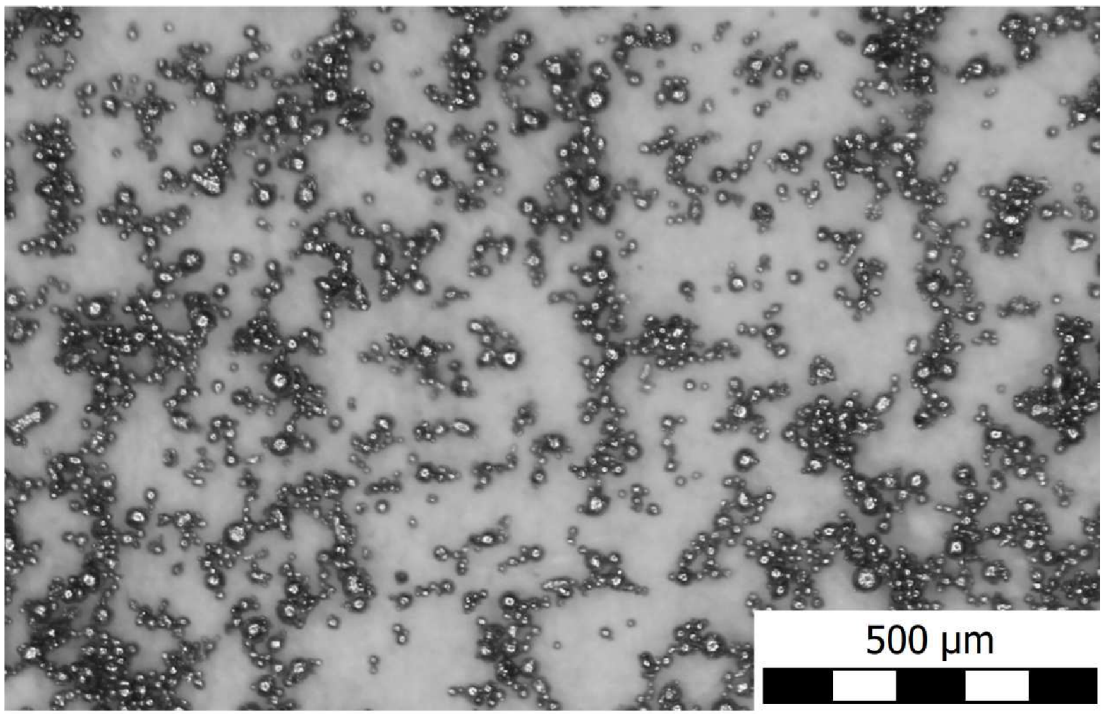
Obr. 5-1 Vývoj distribuce velikosti částic u vybraných vzorků odpovídajícím novému (P1), 5x recyklovanému (P6) a 10x recyklovanému prášku (P11)



Obr. 5-2 Četnost a kumulativní četnost vybraných vzorků prášku

Tab. 5-1 Shrnutí základních charakteristik všech vzorků prášku

Ozn.	Recyklováno	D10 [µm]	D50 [µm]	D90 [µm]	Odchylka [µm]
P0	neznámo	18,61	26,72	38,18	7.83
P1	0x	18,09	25,94	37,22	7,62
P2	1x	18,46	27,45	44,65	19,35
P3	2x	19,47	26,68	36,65	6,73
P4	3x	18,92	26,26	36,38	6,83
P5	4x	18,94	26,38	36,62	6,91
P6	5x	18,35	26,92	39,15	8,56
P7	6x	18,39	26,08	36,89	7,26
P8	7x	18,54	26,42	37,51	7,53
P9	8x	18,79	26,30	36,75	7,03
P10	9x	19,09	26,32	36,33	6,74
P11	10x	19,4	27,12	37,93	7,38



Obr. 5-3 Fotografie nového prášku P1 se zvětšením 56x

Analýzou prášku P1 bylo ověřeno, zda kvalita odpovídá výrobcem udávaným hodnotám velikostí částic 10 – 43 µm. Do tohoto intervalu spadá 96 % naměřených částic, jen 4 % jsou rozměrů větších a prášek skutečně neobsahuje částice menší než 10 µm. Udávané rozměry tedy přibližně odpovídají. Fotografie potom potvrzuje sférický tvar částic.

Naměřené základní rozměrové charakteristiky všech vzorků ukazují, že recyklace neměla na distribuci velikosti významný vliv. Střední hodnota velikosti D_{50} se pohybuje v rozmezí 1,5 µm, což odpovídá přesnosti měřícího zařízení. Protože poměr hmotnosti používaného prášku a objemu stavby je velmi vysoký, nebyl významněji kontaminován spalinami. Tomu odpovídají i množství úbytků hmotnosti před a po procesu přesívání, které se pohybovaly v rozmezí 100 až 150 g. Významnější efekt na jeho kvalitu tak mohla mít pouze manipulace a vliv samotného přesívání. Ani ten se ale evidentněji neprojevil. To je s největší pravděpodobností důsledek parametrů používaného prášku, který neobsahuje nejmenší částice s rozměry pod 10 nebo 5 µm, které se obvykle nejrychleji ztrácejí v okolní atmosféře jak při stavbě, tak při manipulaci. Velikost oka síta 63 µm, která je na hranici velikosti největších částic vyskytujících se v prášku, pak stačí na odstranění spečených částic a spalin. Tyto závěry tedy odpovídají poznatkům z rešerše a potvrzují optimální nastavení parametrů recyklačního procesu ve vztahu k distribuci velikosti částic používaného práškového materiálu.

5.1.2 µCT analýza

Vybrané kostky prošly analýzou porozity počítačovou mikrotomografií. Cílem bylo stanovit míru porozity, její rozmístění v materiálu, tvar pórů a jak se tyto vlastnosti mění s přibývajícími recyklačními cykly, kterými použitý prášek prošel. K zjištění, zda je přítomný nějaký trend změn, byly vybrány 3 vzorky kostek z recyklačního testu. Všechny byly stavěny uprostřed stavební platformy. První z kostek byla vyrobena z nového prášku (ozn. kostky V12), druhá z prášku 5x přesívaného (V62) a třetí z prášku přesívaného 10x (V112). Z těchto kostek byly elektroerozivním obráběním oddělené části o rozměrech 5x5x5 mm, které prošli analýzou na µCT. Metoda vyhodnocení je blíže popsána v kapitole 4.3.5. Výsledky všech měření na µCT jsou v přílohách 4 až 6 na str. 111 – 122.

Pro analýzu bylo zvoleno rozlišení voxelu 5,5 µm, při daném nastavení analýzy to odpovídá nejmenšímu průměru póru 11 µm nebo objemu 0,0000013 mm^3. Porozita byla vyhodnocena nejdříve v kontrolním objemu těsně (asi 15 µm) pod vypočteným povrchem, kvůli eliminaci zachycení falešných pórů v okolí povrchu zkoumaného vzorku. Shrnutí vypočtených hodnot včetně hodnot porozit je v Tab. 5-2. Druhým kontrolním objem byl vytvořen nejméně 300 µm pod povrchem k zachycení porozity šrafovaného materiálu, tedy bez vlivu podpovrchové porozity. Vyhodnocení tohoto objemu je v Tab. 5-3.

Tab. 5-2 Vývoj porozity v celém objemu vzorků

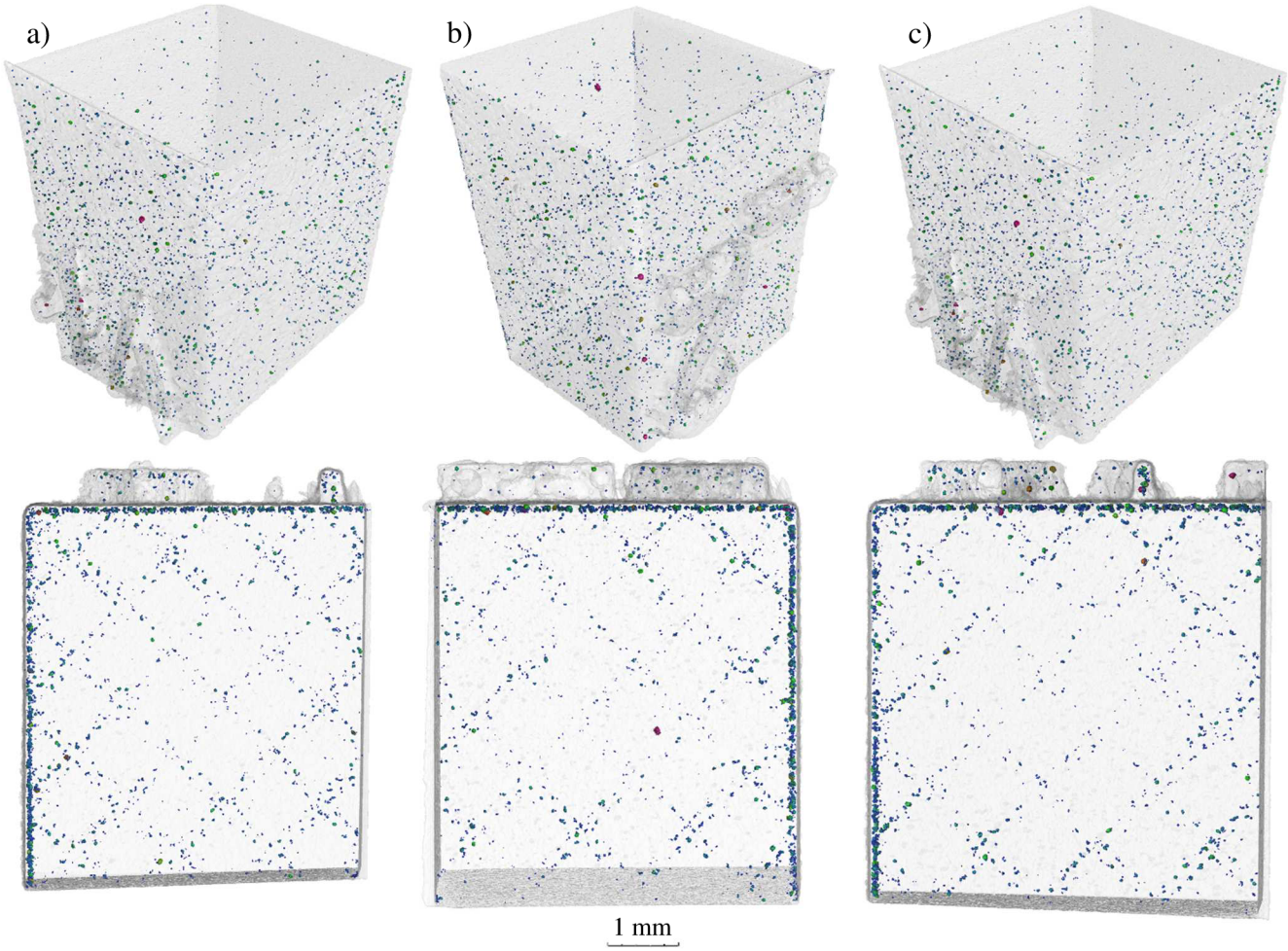
Ozn. vzorku	Recyklováno	Kontrolovaný objem [mm^3]	Objem voidů [mm^3]	Porozita [%]
V12	0x	148,5189	0,0500	0,0337
V62	5x	151,3956	0,0495	0,0327
V112	10x	142,7489	0,0441	0,0309

Tab. 5-3 Vývoj porozity vzorků pouze ve šrafovaném objemu

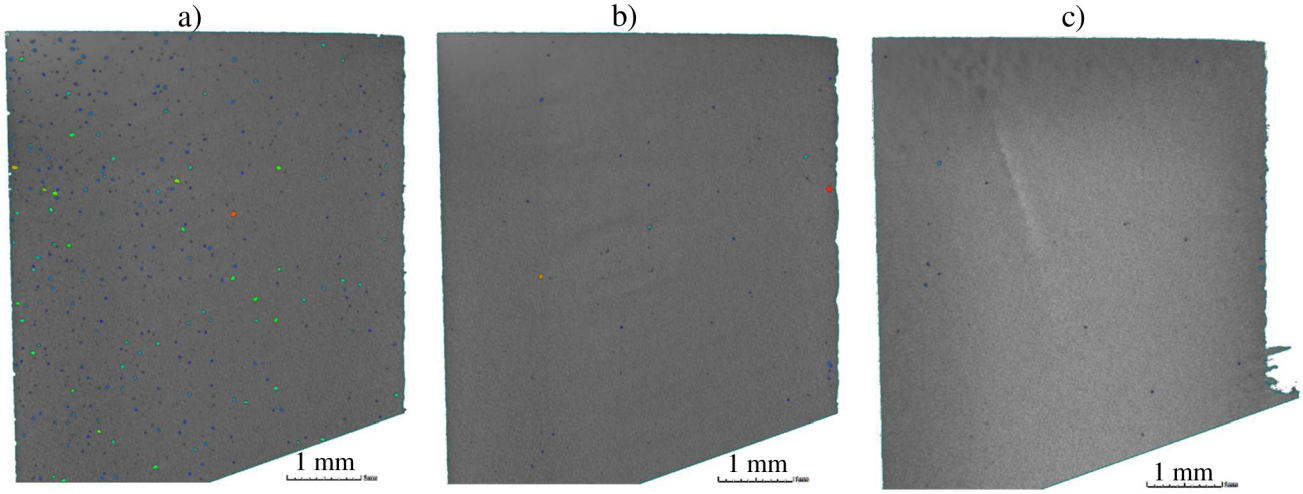
Ozn. vzorku	Recyklováno	Kontrolovaný objem [mm^3]	Objem voidů [mm^3]	Porozita [%]
V12	0x	94,96325	0,00996	0,0105
V62	5x	65,05808	0,00513	0,0079
V112	10x	65,19884	0,00464	0,0071

Na Obr. 5-4 je vizualizace skutečného rozmístění detekované porozity ve vzorcích. Dvojice svislých povrchových ploch z prostorového pohledu na obrázku jsou skutečné povrchy stavěných vzorků, zbylé jsou vytvořeny elektroerozivním obráběním. Z pohledu shora je pak zřejmé, že póry jsou dominantně lokalizovány pod konturou stavěného dílu. Pravidelně rozmístěná porozita v objemu poukazuje na tvorbu pórů na přechodu mezi jednotlivými políčky skenovací strategie chessboard. Tento fakt naznačuje, že nastavené překrytí 22,5 µm návarů jednotlivých políček nemusí být dostatečné.

Hloubka výskytu podpovrchové porozity je také nastíněna na Obr. 5-5, kde jsou zobrazeny řezy vzorku V12 v hloubce zleva 80 µm, 200 µm a 2,5 mm pod povrchem. Zvýšená koncentrace se u všech 3 vzorků pohybuje do hloubky cca 150 µm. V hloubce 200 µm už je srovnatelná s porozitou ve šrafovaném objemu vpravo.

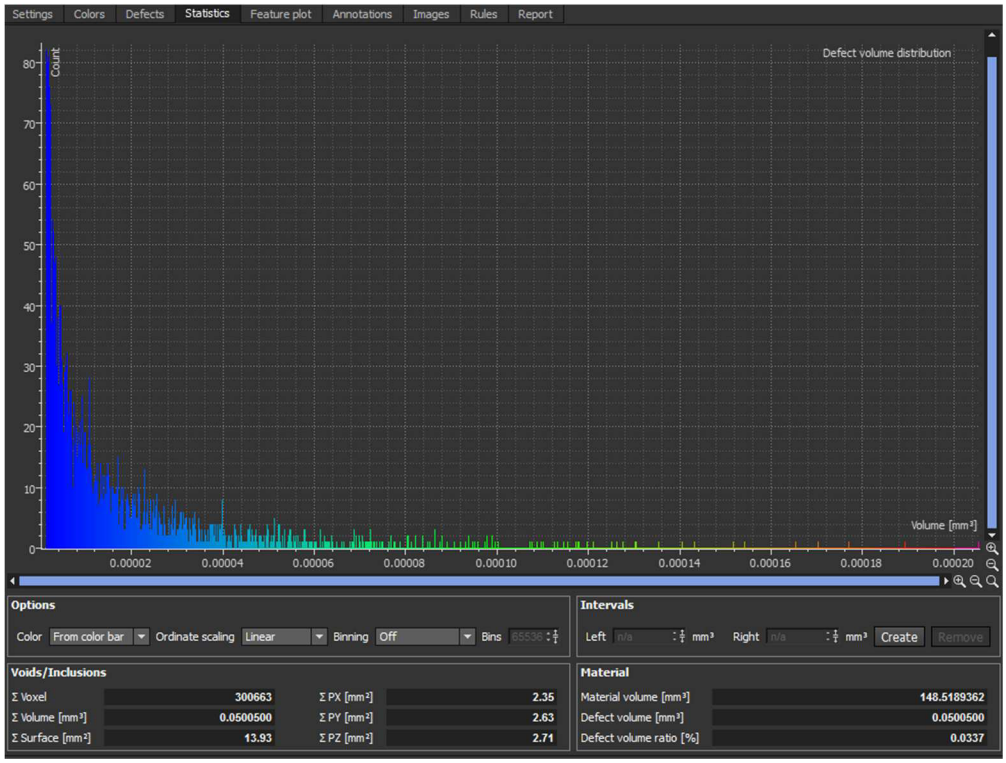


Obr. 5-4 Vizualizace rozmístění pórů v analyzovaných kostkách v prostorovém pohledu a pohledu shora – a) vzorek V12, b) vzorek V62, c) vzorek V112

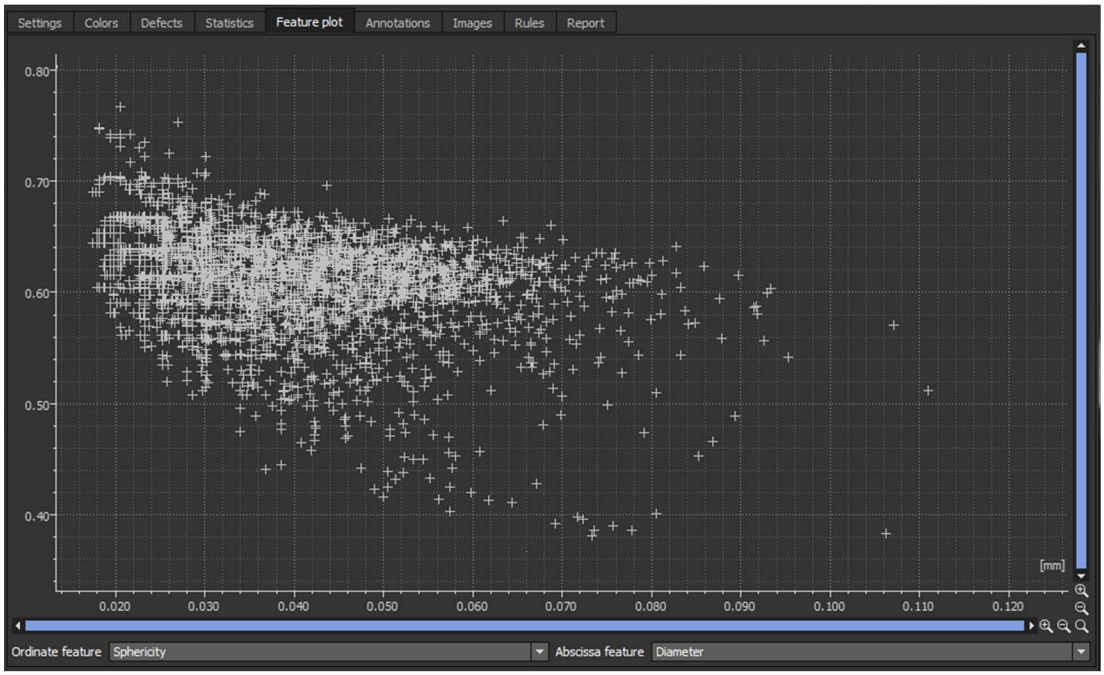


Obr. 5-5 Zobrazení koncentrace porozity v řezech pod povrchem u vzorku V12 v hloubce a) 80 μm, b) 200 μm a c) srovnání se šrafovaným objemem

Na Obr. 5-6 je zobrazen výstup analýzy porozity vzorku V12 postaveného z nového prášku včetně četnosti objemů detekovaných pórů. Více než 90% nalezených pórů má objem menší než 0,00004 mm^3, což odpovídá průměru póru přibližně 58 µm. Tyto výsledky platí pro všechny analyzované kostky. Na Obr. 5-7 je potom zobrazena závislost koeficientu sféricity na průměru detekovaných pórů u tohoto vzorku. Z tohoto grafu lze vyčíst, že tvary pórů se dají považovat za spíše sférické, které



Obr. 5-6 Výstupu analýzy porozity vzorku V12 v programu VGStudio



Obr. 5-7 Závislost koeficientu sféricity na průměru pórů ve vzorku V12 z nového prášku

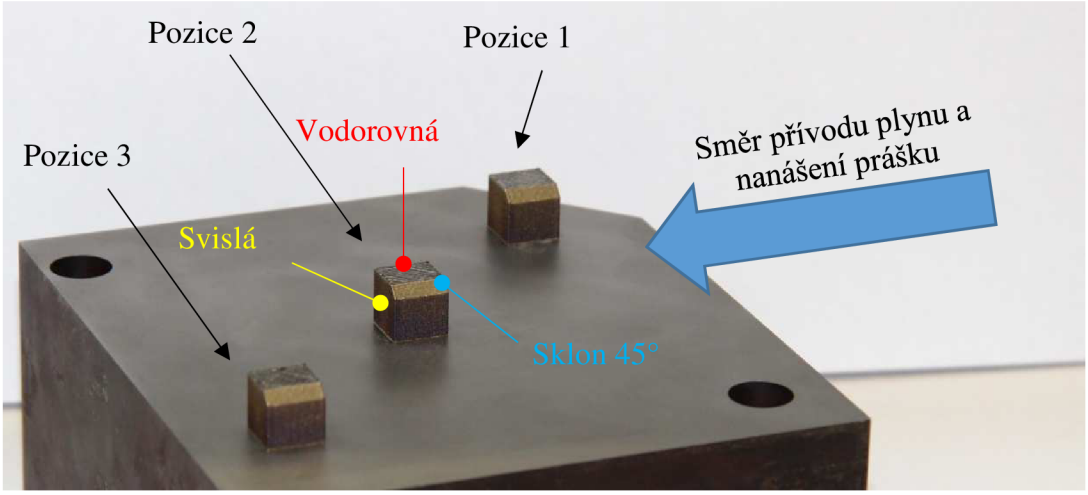
i velikostně odpovídají méně škodlivým metalurgickým pórům. Dále lze sledovat trend, kdy sféricita mírně stoupá se zmenšujícím se průměrem póru. Graf také potvrzuje, že významná většina detekovaných pórů má průměr menší než 50 µm.

Analýza počítačovou mikrotomografií ukázala, že postavené díly se vyznačují velmi vysokou relativní hustotou okolo 99,99 %, která se i s recyklováním ocelového prášku významně nemění. Tento závěr tak odpovídá výsledkům měření distribuce velikosti částic laserovou difrakcí, která neprokázala výraznější změny. Z prášku téměř stejných vlastností se tak vyrábí díly s homogenní kvalitou z hlediska relativní hustoty. Také lze tvrdit, že nastavení procesních parametrů pro výrobu z oceli 1.2709 je optimální pro minimalizaci porozity v objemu, avšak ne pro přechod mezi konturou a výplní.

Z pohledu lokalizace porozity bylo zjištěno, že se nejvýznamnější počet pórů koncentruje pod povrchem materiálu v hloubkách od 100 do 150 µm. Tato porozita je způsobena nedokonalým napojením šrafování plochy strategií *chessboard* s konturou dílu. Hloubka výskytu porozity odpovídá i předpokládané šířce návaru přibližně 150 µm. Protože skenování každé vrstvy probíhá nejdříve šrafováním plochy a následnému jednonásobnému skenu kontury, může eliminování podpovrchové porozity spočívat v opakovaném skenu kontury před i po šrafování plochy, nebo zdvojením kontury o jeden hatch distance směrem do materiálu. Druhou možností eliminace podpovrchové porozity je zavedení přídavku na obrábění 0,25 mm až 0,3 mm.

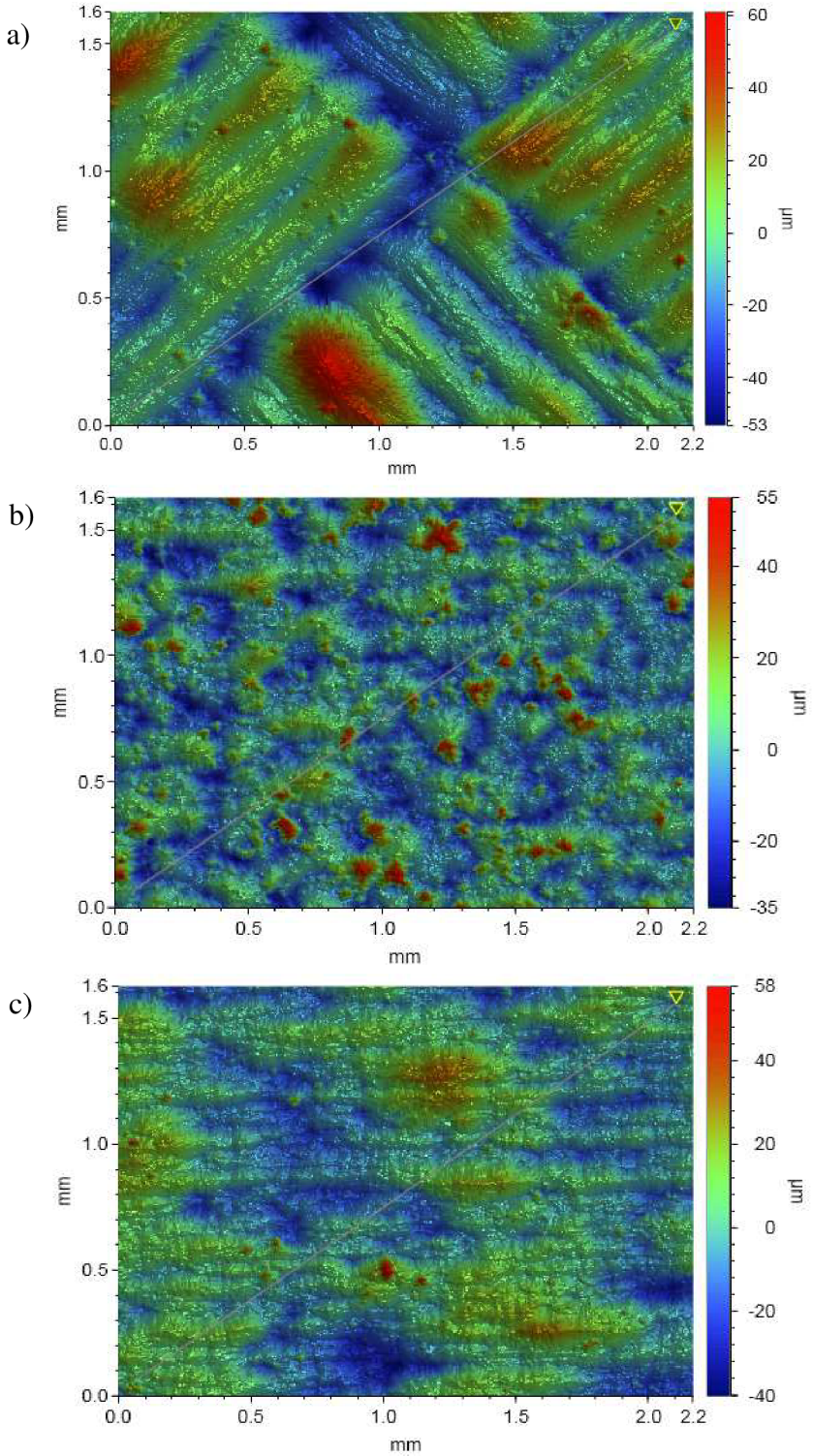
5.1.3 Měření drsnosti povrchu

Vyrobené kostky byly vyhodnoceny z hlediska kvality povrchu pomocí optického profilometru BrukerContour GT, který pracuje na principu interferometrie. Metoda vyhodnocení je blíže popsána v kapitole 4.3.5. Ke zpracování naměřených dat byl použit software Vision64. Jeho nastavení je potom v příloze 1 na straně 96. Drsnost byla vyhodnocována na všech postavených kostkách, aby byly zahrnuty možné odchylky v závislosti na pozici na stavební platformě. Vyhodnocovány byly vodorovné i svislé plochy a též plocha se sklonem 45° pro zachycení schodovitého efektu povrchu. Pozice vyhodnocovaných ploch ve stavebním prostoru jsou znázorněny na Obr. 5-8.



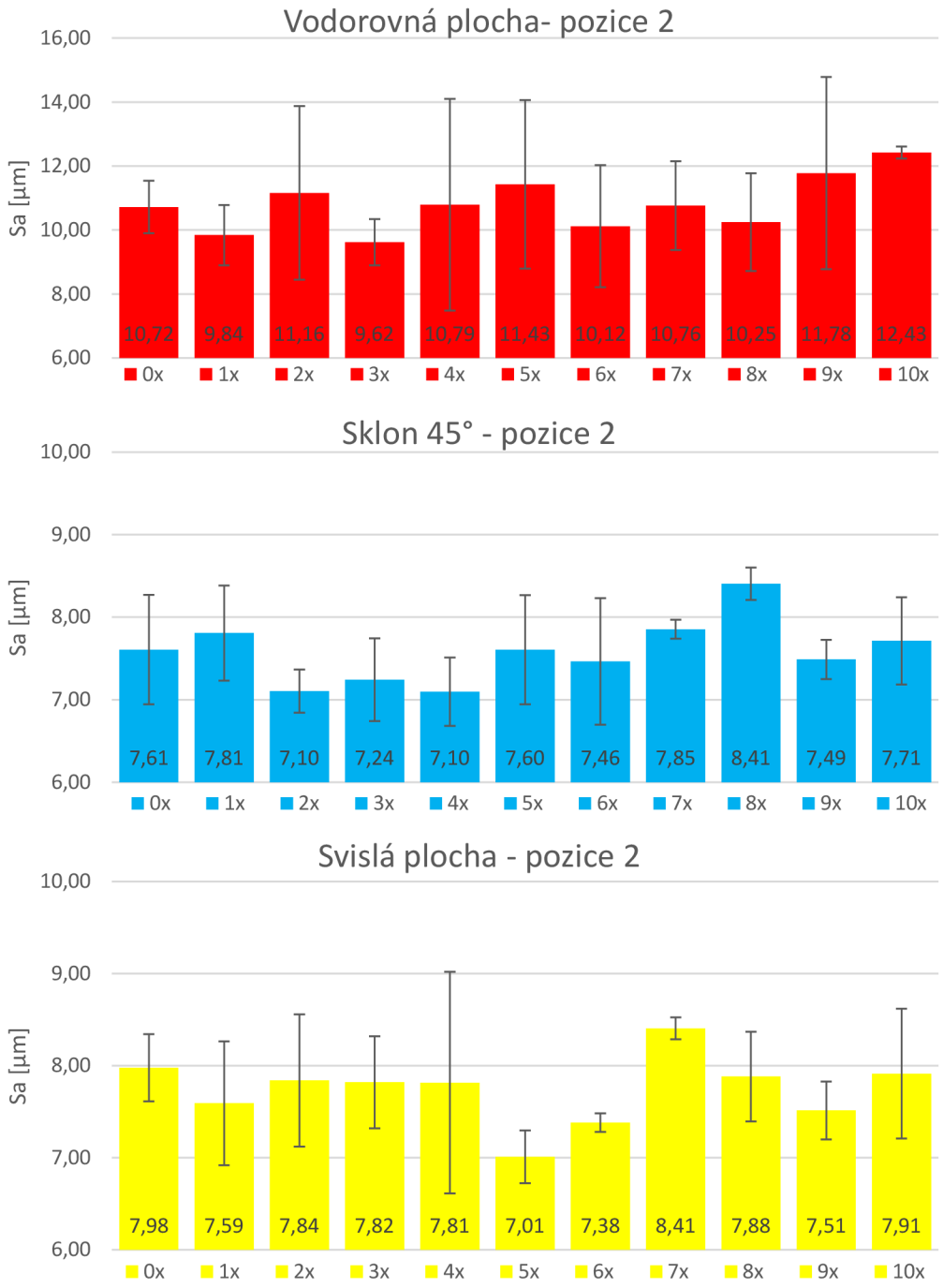
Obr. 5-8 Pozice kostek a ploch pro vyhodnocování drsnosti na stavební platformě

Pro dostatečnou velikost statistického souboru byla každá z ploch skenována 3x v různých místech. Každý ze skenů vyhodnocoval při zvětšení 2,75x oblast o rozměrech 2,17 x 1,63 mm s laterálním rozlišením 3,39 µm. Na Obr. 5-9 jsou vidět struktury povrchu typické pro jednotlivé plochy.



Obr. 5-9 Struktury povrchu typické pro a) vodorovnou plochu, b) svislou plochu, c) plochu se sklonem 45°

Sledovány byly parametry plošné drsnosti *Sa* a *Sz*. Z naměřených hodnot byly vypočítány 95% intervaly spolehlivosti a výsledky zaneseny do grafů závislosti drsnosti povrchu dané plochy a vzorku na počtu recyklačních cyklů. Na Obr. 5-10 je znázorněn průběh parametru *Sa* na pozici 2 uprostřed platformy u všech tří ploch. V příloze 7 a 8 na str. 123 – 129 jsou grafy naměřených parametrů drsností pro všechny pozice a plochy.



Obr. 5-10 Průběh parametru drsnosti Sa u ploch kostek na pozici 2 v závislosti na počtu recyklací

Z průběhů parametrů *Sa* a *Sz* na jednotlivých pozicích vzorků a vyhodnocovaných plochách je zřejmé, že nedošlo k vývoji žádného znatelného trendu s přibývajícími recyklacemi prášku. Výsledek je tedy v souladu s předchozími poznatky. Podle očekávání se největší drsnost a její rozptyl vyskytuje na vodorovné ploše, kde je znatelná struktura strategie tisku – a to v rozmezí parametru *Sa* 10 až 12 µm. Na svislé ploše a ploše pod úhlem 45° se pak hodnota drsnosti pohybuje stabilně mírně pod 8 µm. Na skloněné ploše se projevuje, že nízká hodnota tloušťky vrstvy 30 µm nezpůsobuje vyšší hodnoty drsnosti a schodovitý efekt je potlačen. Byly ale naměřeny abnormálně vysoké hodnoty drsnosti na svislé ploše u pozice 1 a to v celém průběhu recyklačního testu. Protože pozice je nejblíže přívodu plynu N_2 a polohy kostek jsou vhodně zvoleny, nemůže být tento nárůst vysvětlen kontaminací spalinami ze stavby v těchto místech platformy. Efekt by mohl být způsoben nedokonalým nanášením vrstvy prášku v těchto místech popřípadě nedokonalým fokusem laseru.

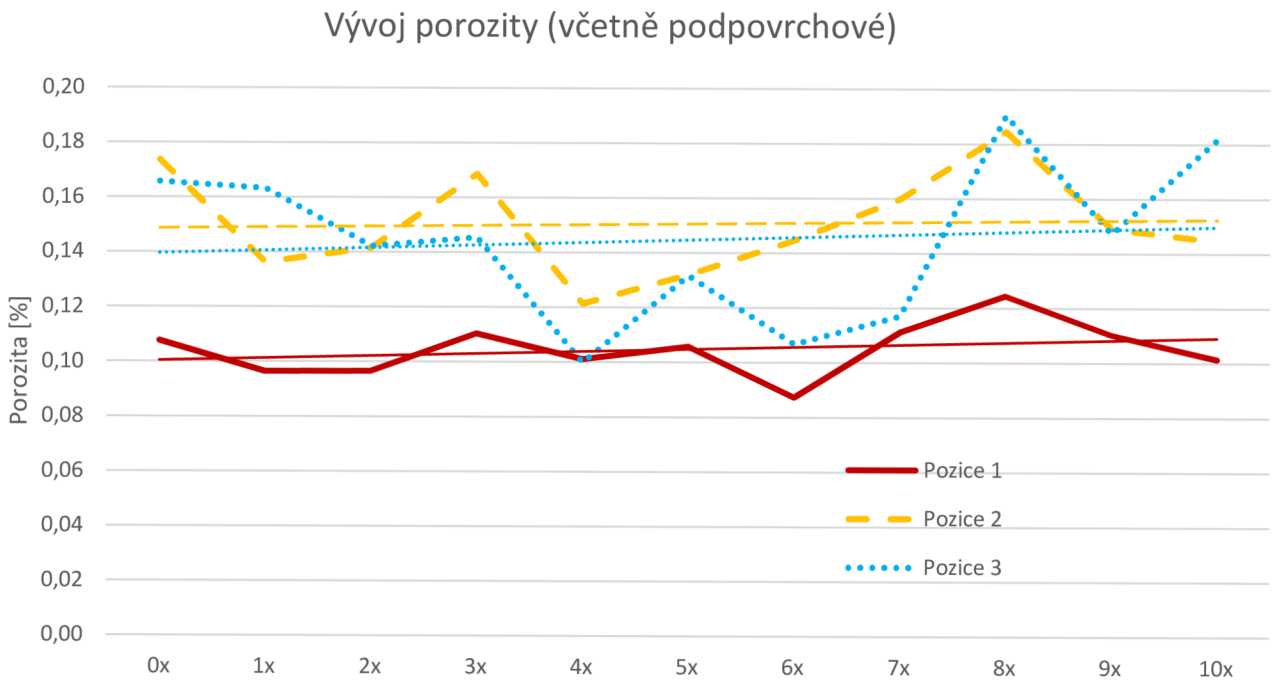
5.1.4 Metalografické výbrusy

Metalografický výbrus byl vytvořen ze všech 39 kostek. Mikroskopem Olympus DSX510 byly pozorované plochy vzniklé řezem uprostřed kostky ve vertikálním směru. Použité zvětšení bylo 150x s rozlišením 1,544 µm/px. Vyhodnocení fotografií proběhlo v programu ImageJ s automaticky zvolenou prahovou hodnotou stupně šedi. Metoda vyhodnocení je blíže popsána v kapitole 4.3.5.

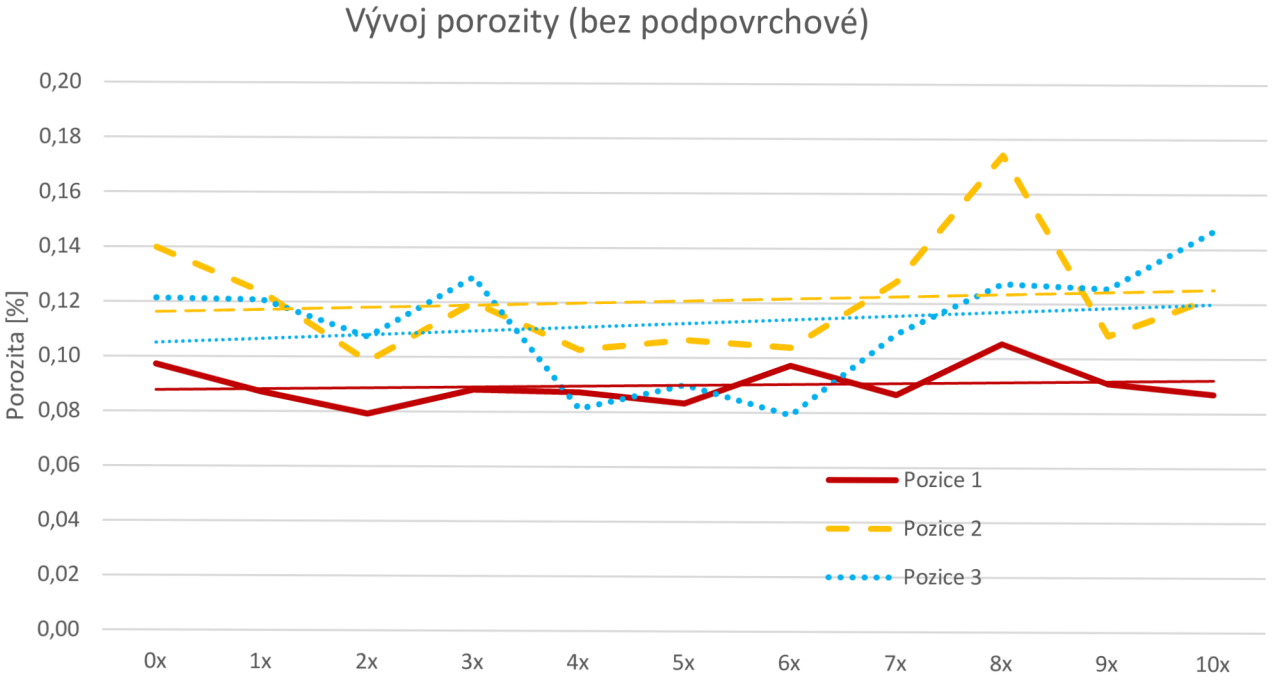
Na každém vzorku byly vyhodnoceny dvě oblasti. V prvním případě šlo o celou plochu výbrusu (cca 10x10 mm), která zahrnovala i oblasti s výskytem podpovrchové porozity. Hodnoty změřené porozity v závislosti na pozici vzorku a cyklu recyklace jsou na Obr. 5-11. Druhá oblast vznikla odsazením o min. 300 µm směrem do materiálu. Tyto výsledky reprezentují porozitu ve šrafovaném materiálu a jsou vyneseny do grafu na Obr. 5-12. Pro ilustraci jsou na Obr. 5-13 zobrazeny fotografie vzorků s největší a nejmenší naměřenou porozitou a na Obr. 5-14 potom vzorek reprezentující průměrnou naměřenou hodnotu porozity 0,13 %. Tabulka všech naměřených hodnot je potom v příloze 9 na str. 129.

Hodnoty porozity neukazují žádný trend změn v průběhu recyklačního testu. Výsledek tedy odpovídá předešlé analýze distribuce velikosti částic. Výskyt podpovrchové porozity do hloubky cca 150 µm byl potvrzen jak vizuální kontrolou fotografií, tak mírným rozdílem hodnot porozit výbrusů na dvou měřených oblastech. Hodnoty změřené porozity u referenčních vzorků stavěných ze standardně používaného částečně recyklovaného prášku nijak nevybočovaly u obou typů břitů nanášecího zařízení.

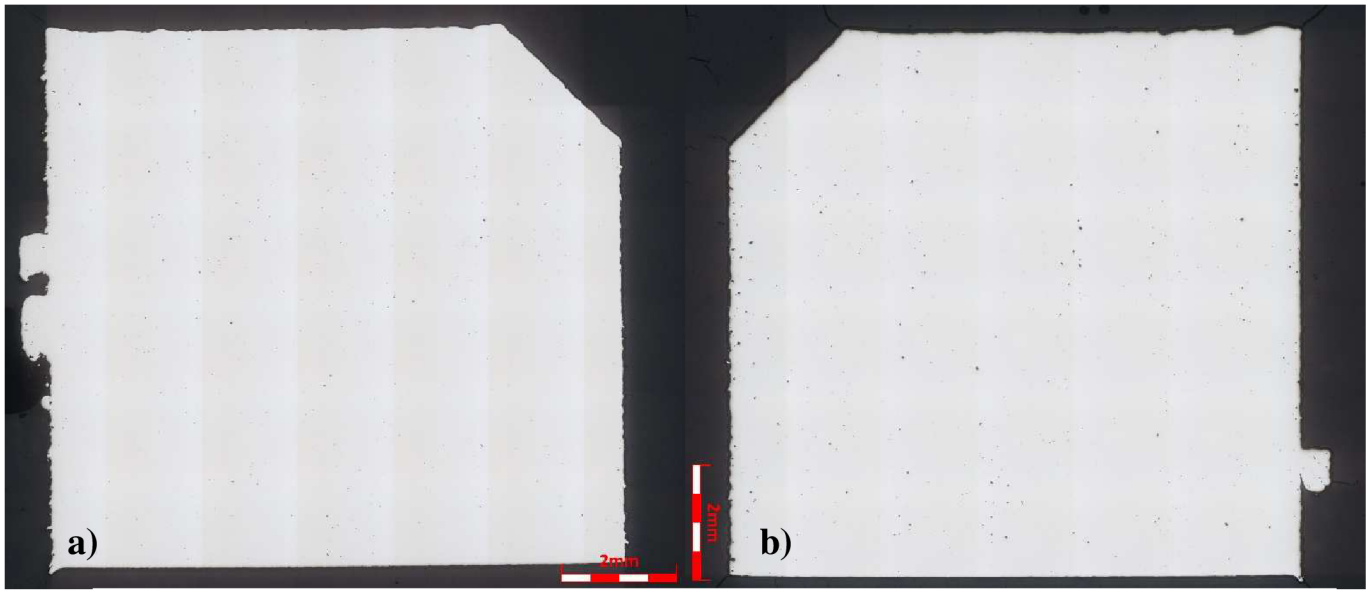
Protože byl z každého vzorku zhotoven pouze jeden výbrus, je větší rozptyl hodnot způsoben citlivostí této metody na výběr zkoumané oblasti. I tak se hodnoty změřených porozit nacházejí v intervalu 0,1 %. Příčinou vyšších hodnot porozit ve srovnání s analýzou µCT je také jiná metoda stanovení prahové hodnoty stupně šedi reprezentující hranici mezi plným materiálem a pórem.



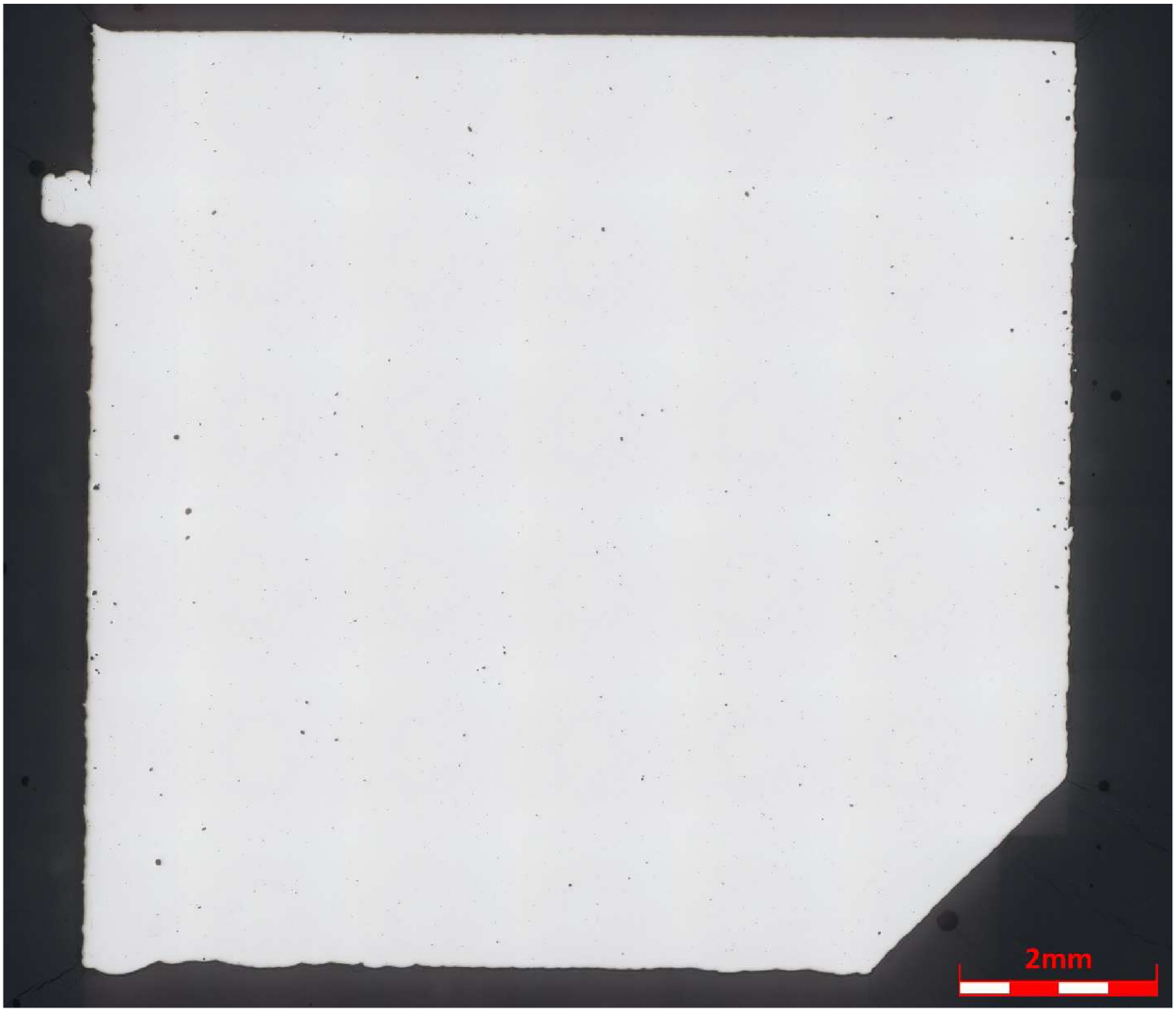
Obr. 5-12 Vývoj porozity metalografických výbrusů – včetně podpovrchové



Obr. 5-11 Vývoj porozity metalografických výbrusů – bez podpovrchové



Obr. 5-13 Metalografické výbrusy - vlevo vzorek V71 s nejmenší změřenou porozitou (0,087 %) a), vpravo V93 s nejvyšší (0,19 %) b)



Obr. 5-14 Metalografický výbrus s průměrným množstvím a rozmístěním porozity (V63, 0,132 %)

5.1.5 Shrnutí výsledků

Byl proveden test recyklace prášku oceli 1.2709 za standardních výrobních podmínek ve firmě Robert Bosch, s.r.o. Postaveno bylo celkem 39 kostek a odebráno 12 vzorků prášku. Nejdříve byly provedeny dvě stavby s práškem obvyklé kvality, který byl do neurčité míry recyklován. Jedna stavba proběhla při nanášení ocelovým břitem, druhá pryžovým. Pro další test bylo nakoupeno 20 kg nového prášku. Proběhlo 11 staveb s recyklací prášku v celém objemu po každé stavbě.

Měření distribuce velikosti částic ukázalo, že recyklace neměla na prášek významný vliv. Střední hodnota velikosti D_{50} se pohybuje v rozmezí 1,5 µm. Protože poměr hmotnosti používaného prášku a objemu stavby je velmi vysoký, nebyl významněji kontaminován spalinami. Tomu odpovídají i množství úbytků hmotnosti před a po přesívání, které se pohybovaly v rozmezí 100 až 150 g. Velikost oka síta 63 µm, která je na hranici velikosti největších částic vyskytujících se v prášku, stačí k odstranění spečených částic a spalin. Nedošlo ani ke ztrátě nejmenších částic, ke které zpravidla dochází jak při stavbě, tak při manipulaci a přesívání. To je s největší pravděpodobností důsledek parametrů používaného prášku, který neobsahuje nejmenší částice s rozměry pod 10 nebo 5 µm.

Dalším krokem bylo měření porozity kostek pomocí metalografických výbrusů a µCT. Tomografická analýza, kterou lze považovat za přesnější metodu, ukázala velmi vysokou relativní hustotu šrafovaného materiálu – cca 99,99 %. Tyto hodnoty se v průběhu testu neměnily, což koresponduje s výsledky laserové difrakce prášku. Hodnoty porozit referenčních vzorků nijak nevybočovaly. Ačkoli byla µCT analýza provedena jen na třech vzorcích v průběhu recyklačního cyklu, výsledky z metalografických výbrusů tyto výsledky potvrzují. Charakter pórů byl potom sférický s průměrem zpravidla do 50 µm, což odpovídá pórům metalurgickým.

Z pohledu lokalizace porozity ale bylo zjištěno, že se nejvýznamnější počet pórů koncentruje pod povrchem materiálu v hloubkách od 100 do 150 µm. To by při obrobení o nevhodnou tloušťku mohlo zapříčinit nižší kvalitu povrchu, pokud by nedošlo k zahlazení této porozity. Tento problém by bylo vhodné ověřit testem. Podpovrchová porozita je způsobena nedokonalým napojením šrafování plochy strategií chessboard s konturou dílu. Hloubka výskytu porozity odpovídá i předpokládané šířce návaru přibližně 150 µm. Protože skenování každé vrstvy probíhá nejdříve šrafováním plochy a následnému jednonásobnému skenu kontury, může eliminování podpovrchové porozity spočívat v opakovaném skenu kontury před i po šrafování plochy, nebo zdvojením kontury o jeden hatch distance směrem do materiálu. Druhou možností eliminace podpovrchové porozity je zavedení přídavku na obrábění 0,25 mm až 0,3 mm.

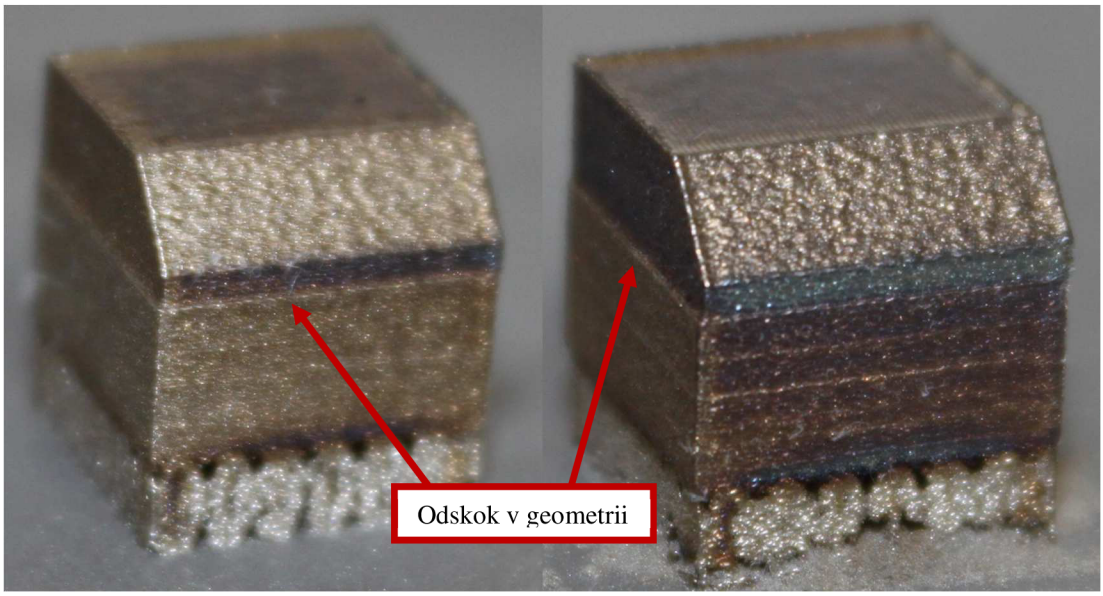
Dalším krokem, vedle výše zmíněných testů obrábění povrchu a optimalizace strategie tisku, by mohl být recyklační test se stavbou větších rozměrů při použití menšího množství prášku. Test by sloužil k ověření, zda bude při přesívání oddělena frakce větších částic v recyklovaném prášku zatíženým větším množstvím spalin.

5.2 Test porozity na SLM 280HL

Analýza tvorby porozity byla provedena na vzorcích postavených na zařízení SLM 280HL od firmy SLM Solutions. Test je blíže popsán v kapitole 4.3.2. K výrobě byl použit prášek oceli 1.2709 od stejného výrobce. Zvolené procesní parametr byly doporučené výrobcem pro daný stroj. Cílem bylo analyzovat rozmístění porozity v materiálu, hodnoty dosažitelné relativní hustoty a nakolik se liší v závislosti na pozici na velké platformě. K tomuto účelu bylo postaveno 9 kostek, které byly následně podrobeny analýzám, jejichž výsledky jsou popsány dále.

Výroba kostek byla rozdělena na 3 stavby, aby nedocházelo k negativnímu ovlivnění porozity nafoukáváním spalin proudící atmosférou z jedné kostky na druhou (Obr. 5-15). Vzhledem k množství použitého prášku na jednotlivé stavby byl prášek doplňován z hlavního zásobníku. K částečnému snížení toho množství byly využity vymezovací bloky v nanášecím zařízení. Jejich použití ale znemožnilo správnou funkci senzorů detekující množství zbývajícího prášku, a proto muselo být doplňování prášku z hlavního zásobníku řízeno manuálně.

Obr. 5-15 Fotografie postavených vzorků k vyhodnocení porozity



Obr. 5-16 Geometrická nepřesnost vzniklá vypnutím přídavného zaplavování stavební komory inertní atmosférou

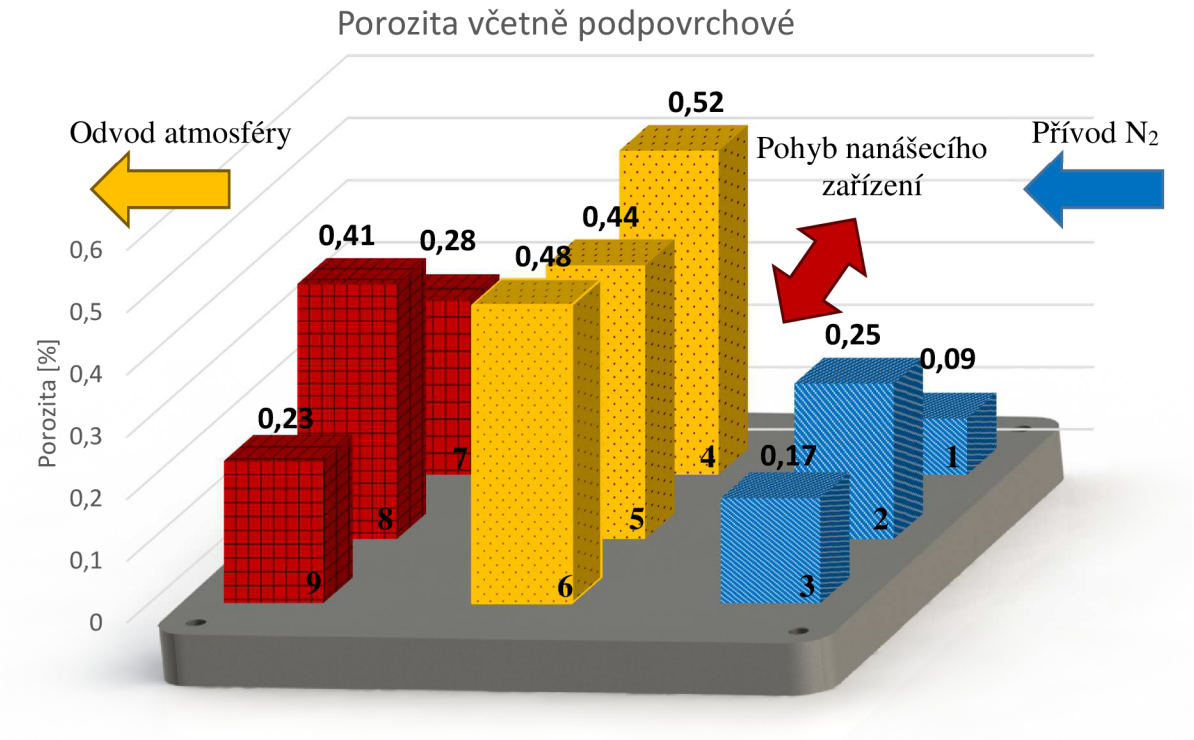
Při stavbě první sady kostek byl v první polovině stavby ponechán zapnutý *flooding* – tedy přivádění inertní atmosféry do stavební komory standardně používaný před stavbou k redukci obsahu O_2. Jeho vypnutí ale vedle snížení přetlaku ze 77 mbar na 12 mbar vedlo k neočekávaným důsledkům na stavěné vzorky, jak zachycuje Obr. 5-16. Vlivem redukce množství přiváděné atmosféry došlo k odlišnému a méně intenzivnímu chlazení vzorků, které se projevilo změnou barvy povrchu a zároveň geometrickou nepřesností v podobě odskoku. Stavba proto byla opakována s vypnutým *floodingem*. Výkon pumpy přivádějící při stavbě do stavební komory inertní plyn byl nastaven na 95 %.

5.2.1 Metalografické výbrusy

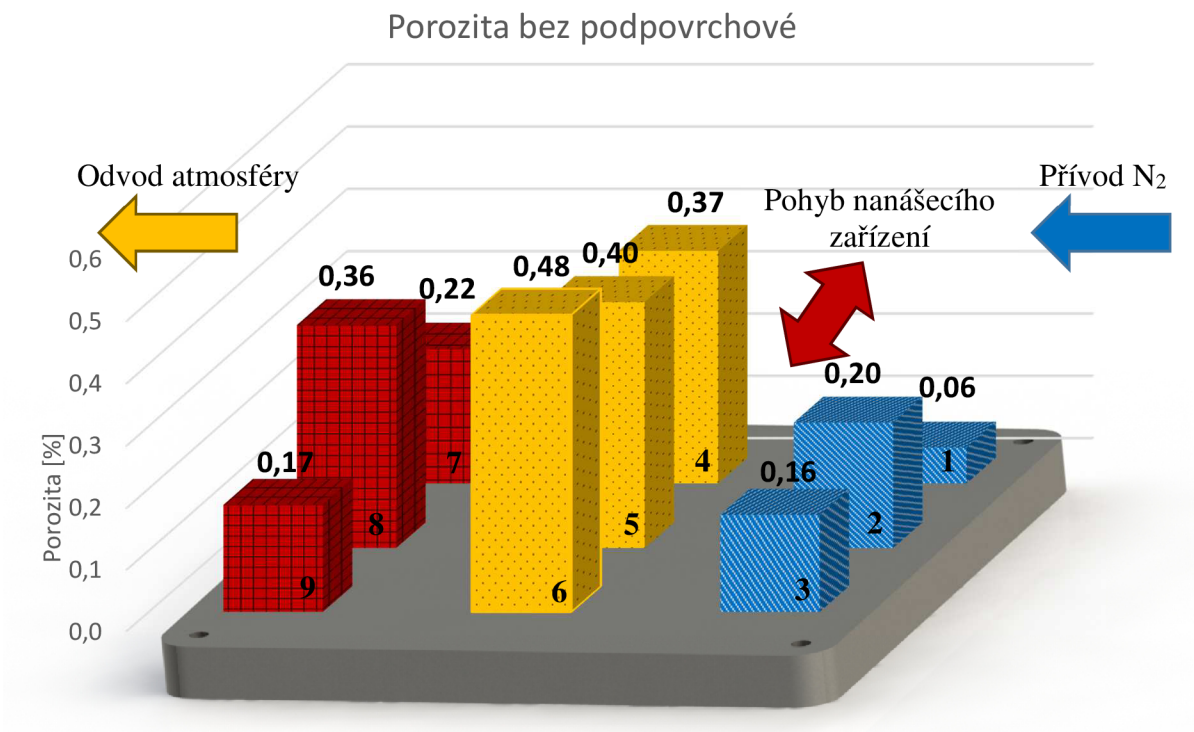
5.2.1

Metalografický výbrus byl vytvořen ze všech 9 kostek. Mikroskopem Olympus QX51 byly pozorované plochy vzniklé řezem uprostřed kostky ve vertikálním směru. Použité zvětšení bylo 50x. Vyhodnocení fotografií proběhlo v programu ImageJ s automaticky zvolenou prahovou hodnotou stupně šedi. Metoda vyhodnocení je blíže popsána v kapitole 4.3.5.

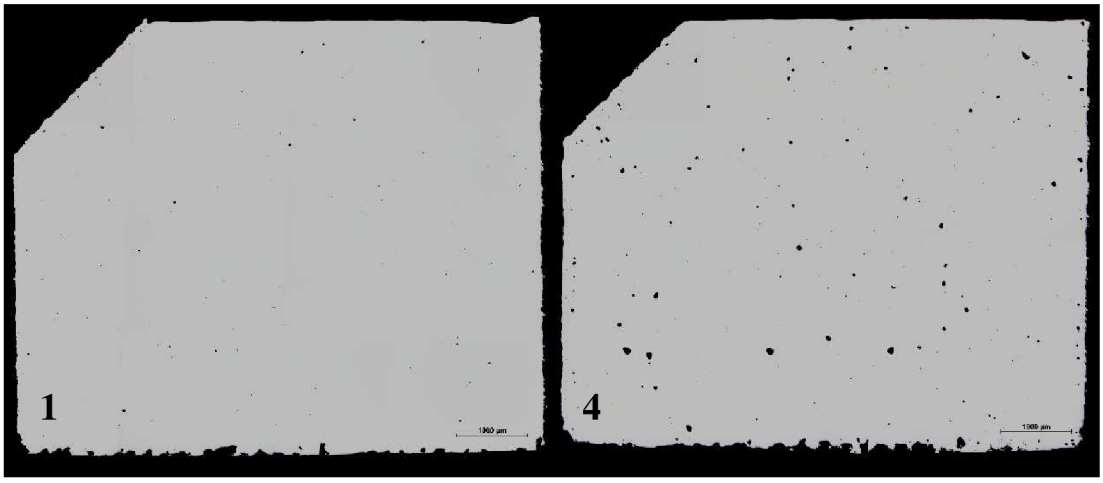
Na každém vzorku byly vyhodnoceny dvě oblasti. V prvním případě šlo o celou plochu výbrusu (cca 8x10 mm), která zahrnovala i oblasti s výskytem podpovrchové porozity. Hodnoty změřené porozity v závislosti na pozici vzorku na platformě jsou na Obr. 5-17. Druhá oblast vznikla odsazením o min. 300 µm směrem do materiálu. Tyto výsledky reprezentují porozitu v objemu materiálu a jsou vyneseny do grafu na Obr. 5-18. Pro ilustraci jsou na Obr. 5-19 zobrazeny fotografie vzorků s největší a nejmenší naměřenou porozitou. Průměrná hodnota porozity v objemu je 0,27 %.



Obr. 5-17 Hodnoty naměřených porozit včetně podpovrchové v závislosti na pozici na platformě zařízení SLM 280HL



Obr. 5-18 Hodnoty naměřených porozit v objemu v závislosti na pozici na platformě zařízení SLM 280HL



Obr. 5-19 Metalografické výbrusy s nejmenší porozitou (vzorek 1) a nejvyšší (vzorek 4)

Mírně vyšší hodnoty porozit o přibližně 0,05 % v případě vyhodnocení celé plochy metalografického výbrusu ukazují, že dochází ke koncentraci pórů pod povrchem. Jejich přítomnost do hloubky cca 200 µm potvrzují i zobrazené výbrusy. Zároveň lze vidět, že nižších hodnot porozit bylo dosaženo u vzorků v blízkosti přívodu inertní atmosféry do stavební komory, kde docházelo k intenzivnějšímu chlazení. Její nárůst ve větší vzdálenosti poukazuje na možnou příčinu jejich relativně vyšších hodnot až 0,5 %. Tím mohl být nedostatečný odvod energie dále omezený podporami, na kterých byly vzorky postaveny. Protože byly vždy stavěny pouze 3 kostky zároveň, materiál neměl kvůli častému skenování čas k dostatečnému odvodu tepla. To v důsledku vedlo k tvorbě množství větších metalurgických pórů o průměru až cca 120 µm.

5.2.2 µCT analýza

Analýzou počítačovou mikrotomografií prošly vybrané vzorky 3,5 a 7 dle obr.28. Cílem bylo stanovit míru porozity, její rozmístění v materiálu a tvar pórů. Z těchto kostek byly elektroerozivním obráběním oddělené části o rozměrech cca 5x5x5 mm, které byly skenovány. Metoda vyhodnocení je blíže popsána v kapitole 4.3.5. Výsledky všech měření na µCT jsou v přílohách 12 až 15 na str. 136 – 144.

Zvoleno bylo rozlišení voxelu 5,5 µm, což při daném nastavení analýzy odpovídá nejmenšímu průměru póru 11 µm nebo objemu 0,0000013 mm^3. Porozita byla vyhodnocena nejdříve v kontrolním objemu těsně (asi 15 µm) pod vypočteným povrchem, kvůli eliminaci zachycení falešných pórů v okolí povrchu zkoumaného vzorku. Shrnutí vypočtených hodnot včetně hodnot porozit je v Tab. 5-4. Druhý kontrolní objem byl vytvořen nejméně 300 µm pod povrchem k zachycení porozity uvnitř materiálu, tedy bez vlivu podpovrchové porozity. Vyhodnocení tohoto objemu je v Tab. 5-5.

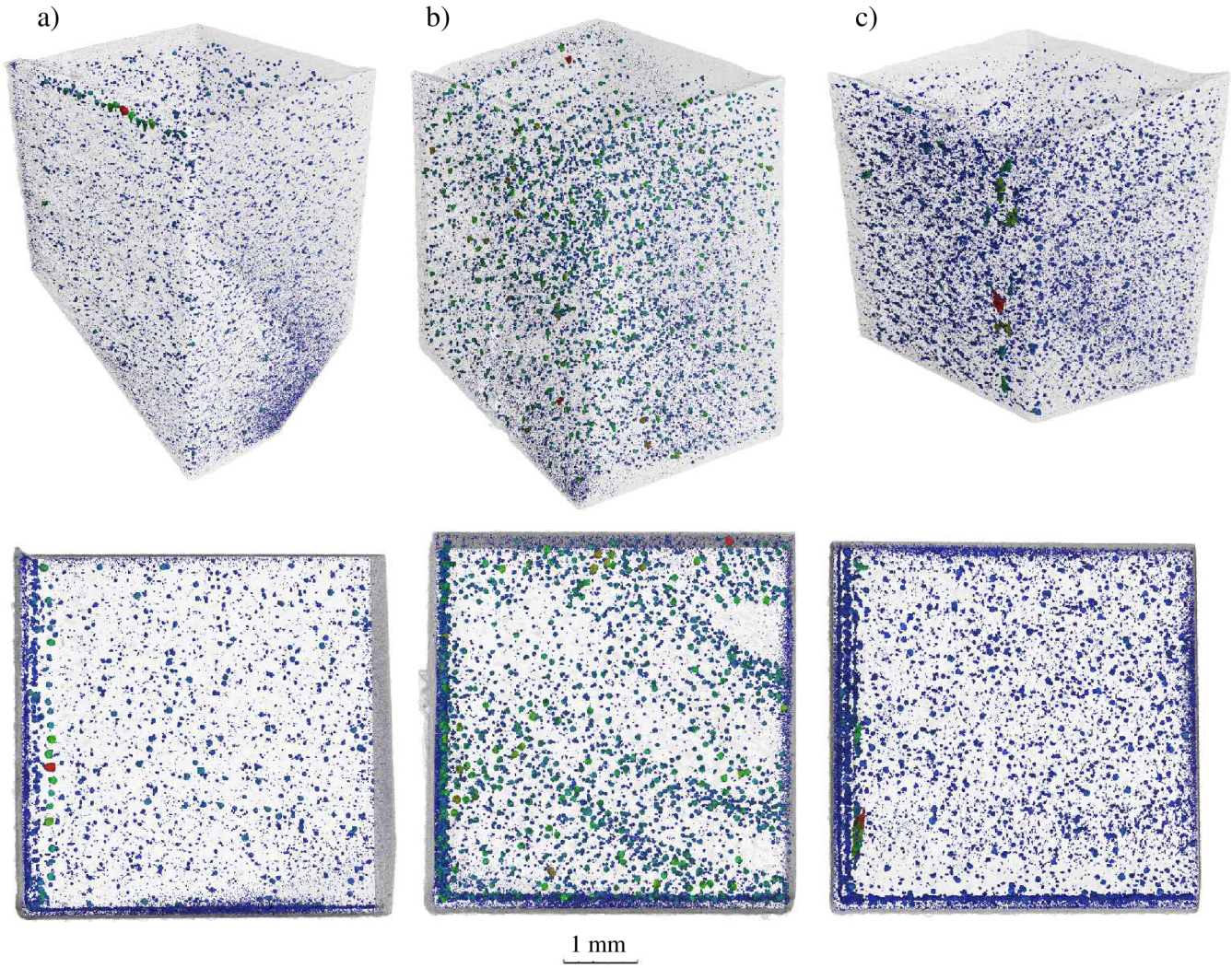
Tab. 5-4 Porozita z µCT naměřená v celé skenované oblasti – včetně podpovrchové

Č. vzorku	Kontrolovaný objem [mm^3]	Objem pórů [mm^3]	Porozita [%]	Porozita z výbrusů [%]
3	127,8700	0,1200	0,0938	0,17
5	127,6866	0,3278	0,2560	0,44
7	127,0147	0,2335	0,1835	0,28

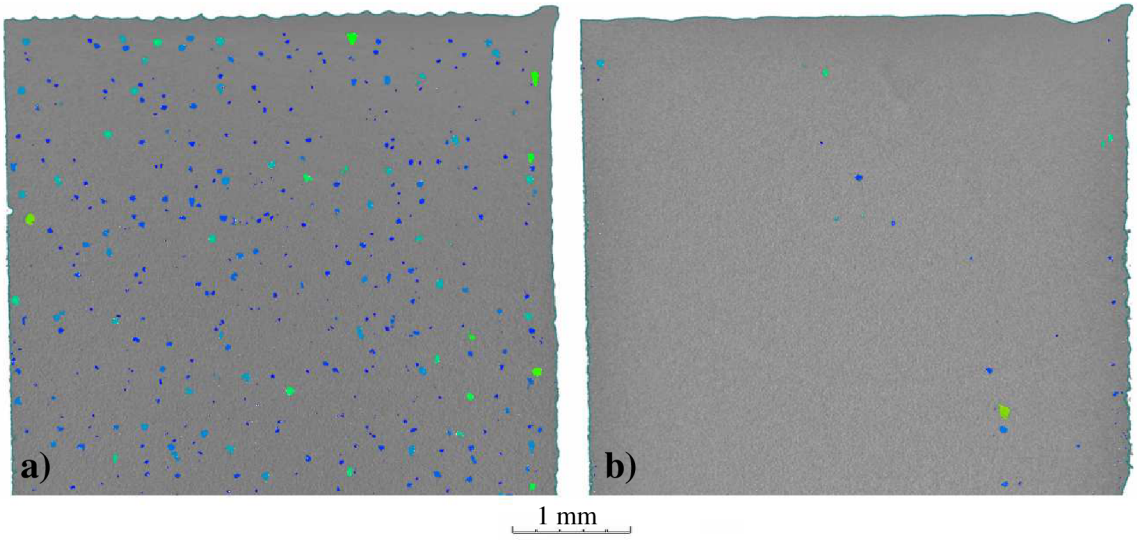
Tab. 5-5 Porozita z µCT naměřená v kontrolním objemu min. 300 µm pod povrchem

Č. vzorku	Kontrolovaný objem [mm^3]	Objem pórů [mm^3]	Porozita [%]	Porozita z výbrusů [%]
3	56,2805	0,0173	0,0307	0,16
5	57,1783	0,0783	0,1367	0,40
7	53,1470	0,0426	0,0801	0,22

Na Obr. 5-20 je vizualizace skutečného rozmístění detekované porozity ve vzorcích. Dvojice svislých povrchových ploch z prostorového pohledu na obrázku jsou skutečné povrchy stavěných vzorků, zbylé jsou vytvořeny elektroerozivním obráběním. Z pohledu shora je pak zřejmá koncentrace pórů do hloubky cca 200 µm. V objemu je pak porozita rozmístěna rovnoměrně. Míra podpovrchové porozity je pak nastíněna na Obr. 5-21, kde lze vidět řez v hloubce 150 µm a srovnání s řezem v 2mm hloubce.

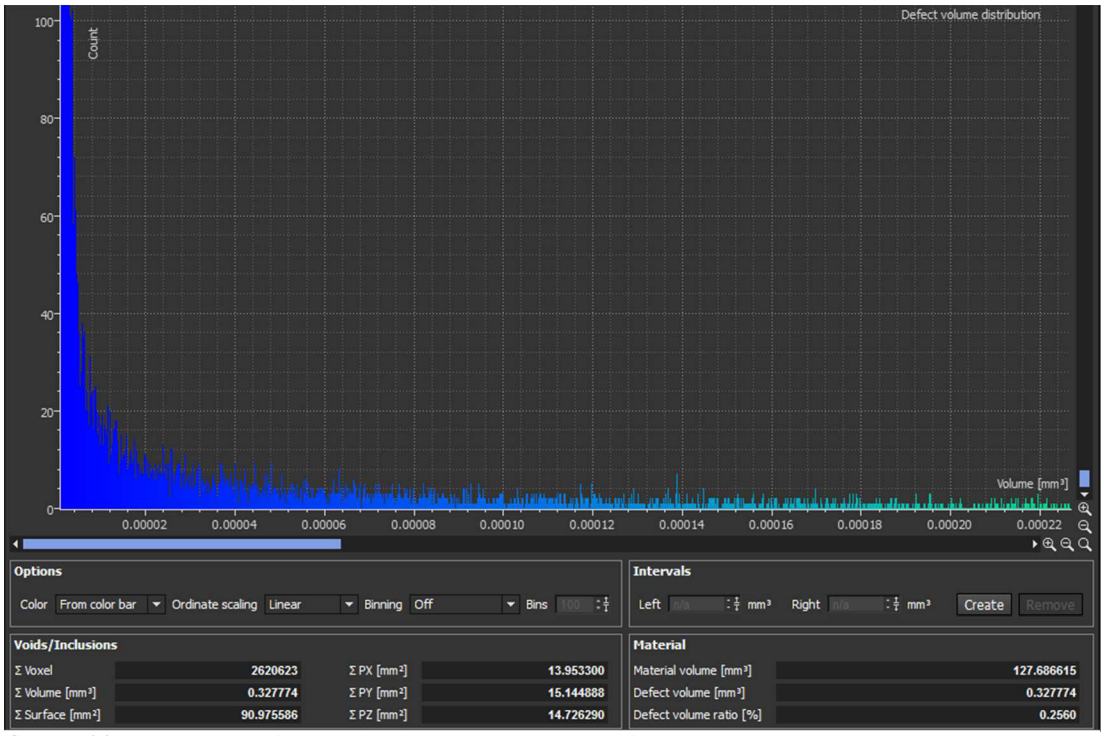


Obr. 5-20 Vizualizace rozmístění pórů v analyzovaných kostkách v prostorovém pohledu a pohledu shora – a) vzorek 3, b) vzorek 5, c) vzorek 7

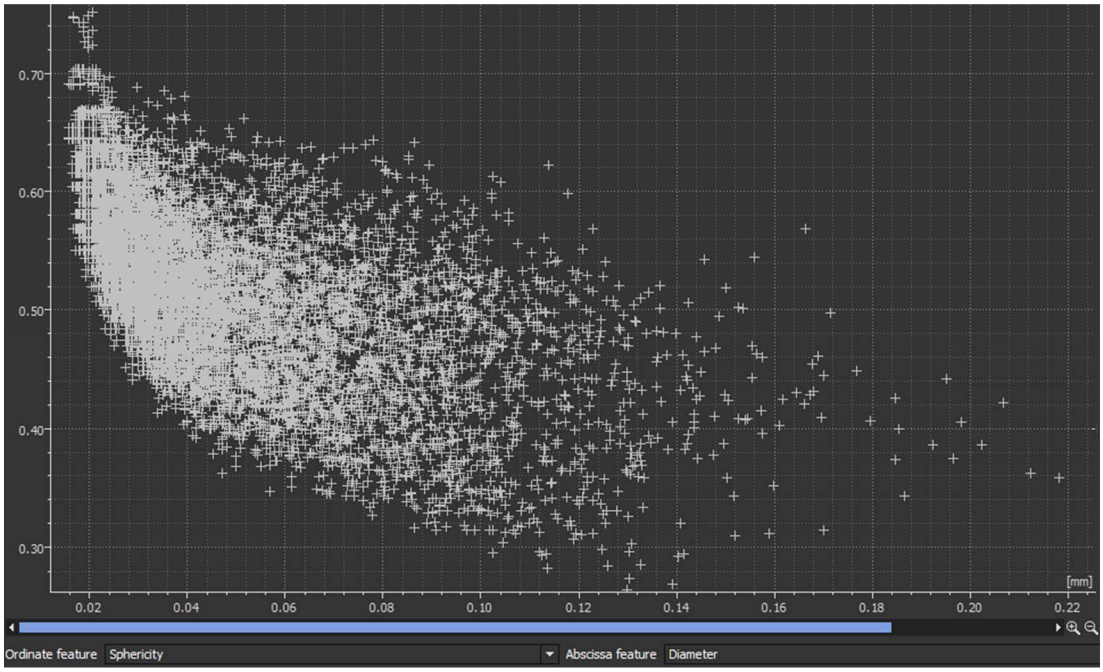


Obr. 5-21 Zobrazení koncentrace porozity v řezech vzorku 5 – 150 µm pod povrchem a) a v hloubce 2 mm b)

Na Obr. 5-23 je zobrazen výstup analýzy porozity vzorku 5 včetně četnosti objemů detekovaných pórů. Více než 90% nalezených pórů má objem menší než 0,00007 mm^3, což odpovídá průměru póru přibližně 77 µm. Na Obr. 5-22 je potom zobrazena závislost koeficientu sféricity na průměru detekovaných pórů u tohoto vzorku. Z tohoto grafu lze vyčíst, že tvary pórů jsou relativně méně sférické a tato vlastnost se zvýrazňuje s růstem velikosti póru. Přesto velikost pórů odpovídá těm metalurgickým. Graf také potvrzuje, že významná většina detekovaných pórů má průměr menší než 80 µm.



Obr. 5-23 Analýza porozity vzorku 5 v programu VGStudio



Obr. 5-22 Závislost koeficientu sféricity na průměru pórů detekovaných ve vzorku 5 (VGStudio)

5.2.3 Shrnutí výsledků

Analýza porozity poukázala na její odlišné hodnoty v závislosti na pozici na platformě. Obě vyhodnocovací metody ukázaly nižší porozitu v případě kostek stavěných blízko přívodu inertní atmosféry. Zde se dle počítačové tomografie pohybují hodnoty relativní hustoty nad 99,9 %. V ostatních místech platformy pak porozita narůstá v řádech desetin procenta. Zjištěna byla i podpovrchová porozita. Ta ve vyhodnocených kostkách tvořila až polovinu porozity celkové. Koncentrovala se do hloubky přibližně 200 μm.

Při porovnání s relativními hustotami dosaženými na zařízení M1 Cusing lze vidět znatelný nárůst porozity v objemu z 0,01 % na 0,03 – 0,14 %. Počet detekovaných pórů byl v přibližně stejném kontrolním objemu 3 – 4x vyšší v případě SLM 280HL. Narostla také velikost pórů, kdy 90 % z nich mělo na prvním stoji velikost menší než 58 μm, kdežto na druhém 77 μm. Problém podpovrchové porozity je pak společný pro obě zařízení. Příčinou vyšší porozity u zařízení SLM 280HL se jeví příliš velká dodaná energie, resp. pomalý odvod tepla umocněný stavbou na podpůrné struktury. K tomu přispělo i časté skenování stejného místa vlivem malého objemu stavby a tak zkrácení času na dostatečné vychladnutí. Akumulace tepla pak vedla k tvorbě většího množství plynů a růstu velikosti i počtu pórů.

5.3 Přesívací test na PSM 100

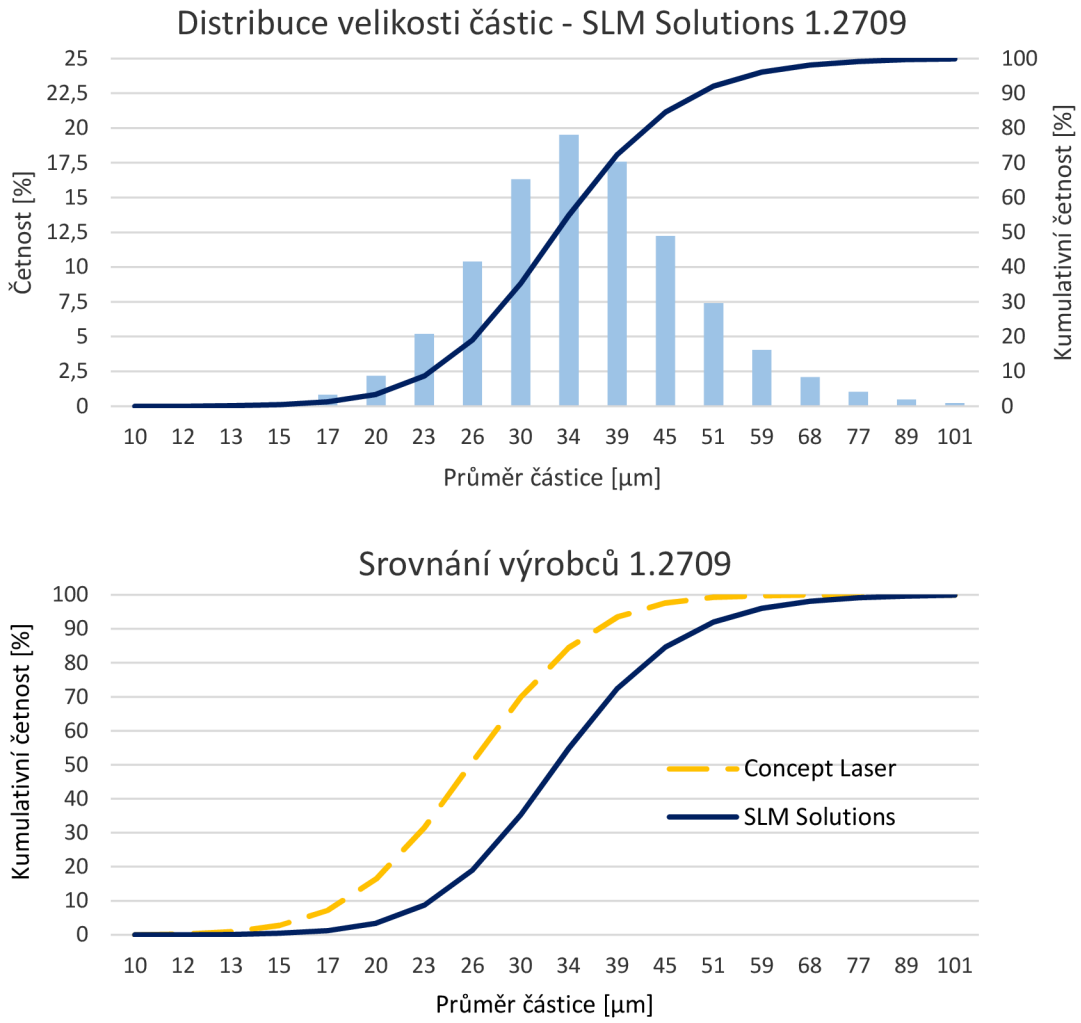
Byla analyzována funkčnost přesívací stanice standardně používané spolu se strojem SLM 280HL. Test je blíže popsán v kap. 4.3.2. Cílem bylo odhalit, zda dochází k odstraňování specifické frakce částic z nového prášku nepoužitého ve stavbě. Tedy ověřit vhodnost zvoleného síta ve vztahu k distribuci velikosti jeho částic a zároveň tyto hodnoty udávané výrobcem ověřit. V rámci testu bylo 5x přesíváno 5 kg prášku oceli 1.2709. Sítem propadlý prášek byl v celém objemu použit v dalším přesívacím cyklu, přičemž prášek odvedený do odpadu byl během 5 cyklů akumulován. Následně byly analyzovány hodnoty distribuce částic jak odpadního, tak přesetého prášku. Vyhodnoceny byly i velikosti částic nového prášku a velikosti oka síta. Tyto hodnoty byly srovnány s těmi uváděnými výrobci, jak je uvedeno níže.

5.3.1 Distribuce velikosti částic oceli 1.2709 SLM Solutions

Pomocí laserové difrakce byla ověřena velikosti částic prášku oceli 1.2709 dodané firmou SLM Solutions. V příloze 11 na str. 134 lze vidět certifikát dodaný výrobcem. V grafech na Obr. 5-24 je zobrazena distribuční křivka z naměřených hodnot analyzátorem Horiba LA 950 a srovnání naměřených distribucí prášku oceli 1.2709 od výrobců SLM Solutions a Concept Laser. V Tab. 5-6 jsou shrnuty základní rozměrové údaje.

Ze srovnání lze vidět, že naměřené distribuce prášků se mírně liší od hodnot udávaných výrobcem. To může být důsledkem použití jiného analyzátoru, citlivostí na výběr vyhodnocovaného vzorku popřípadě možností, že výrobci udávané hodnoty byly měřené na jiné dávce vyrobeného prášku, než který byl dodán. Za zmínku stojí také fakt, že ačkoli výrobce SLM Solutions prodává prášek 1.2709 s označením velikosti 10 – 45 μm, 15 % částic mělo velikost větší. V případě prášku CL50WS firmy Concept Laser je to označení 10 – 43 μm a naměřených větších částic byly pouze 4 %.

Ze změřených hodnot je nicméně evidentní, že prášek firmy Concept Laser obsahuje menší částice, což se nejvíce projevuje na hodnotě D_{90}, která je o 25 % nižší. V otázce vhodnosti distribuce velikosti částic pro použití při vrstvě 30 µm, se prášek CL50WS jeví jako vhodnější. Například autoři A. Spierings et al. [25] totiž uvádějí doporučení $t_{eff}/D_{90} \approx 1{,}5$, kde t_{eff} je efektivní hodnota tloušťky vrstvy. Tato hodnota odpovídá 50 µm při nastavení vrsty 30 µm a změřené sypné hustotě prášku 60 % (4,8 g/cm^3) oproti plnému materiálu (8,1 g/cm^3). Výsledný doporučený poměr pak pro prášek CL50WS odpovídá 1,34 a pro prášek SLM Solutions je rovný 1.



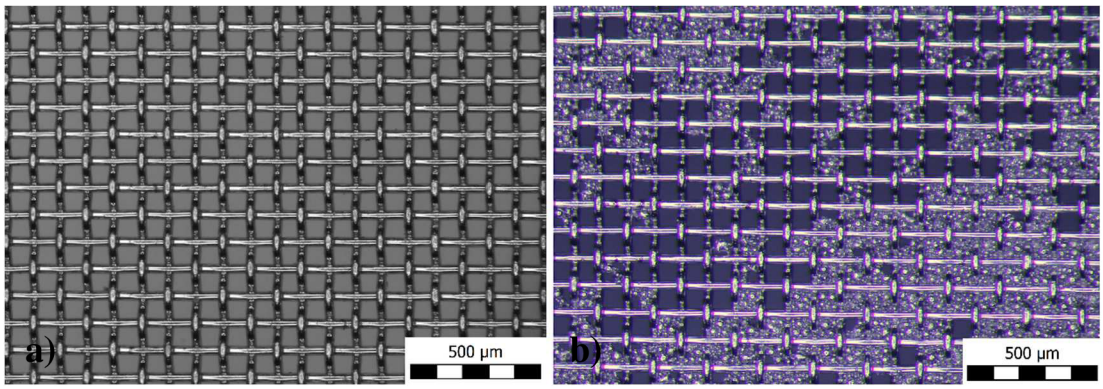
Obr. 5-24 Naměřené hodnoty distribuční křivky prášku 1.2709 firmy SLM Solutions (nahoře) a jejich srovnání s hodnotami prášku CL50WS firmy Concept Laser (dole).

Tab. 5-6 Srovnání rozměrových údajů prášku 1.2709 od různých výrobců

	D_{10}[µm]	D_{50}[µm]	D_{90}[µm]
SLM Solutions - od výrobce	20,2	32,8	55,1
SLM Solutions - naměřeno	23,2	33,1	49,6
Concept Laser - od výrobce	16,1	29,0	47,4
Concept Laser - naměřeno	18,1	25,9	37,2

5.3.2 Analýzy síta

Pomocí mikroskopu byl vyfotografován se zvětšením 56x detail použitého síta s cílem ověřit, zda udávaná velikost oka síta 63 µm odpovídá skutečnosti a zda dochází k zachytávání nadměrných částic. Na Obr. 5-25 a) vlevo je vidět fotografie nového síta. Měření velikostí stran ok ukázaly, že hodnoty se pohybují v rozmezí 59 µm až 77 µm. Průměrná velikost oka pak měla hodnotu 68 – 70 µm. Rozměry jsou tedy mírně větší, než udává výrobce. Naměřené hodnoty odpovídají průměru sférické částice, která může sítem propadnout. Nicméně v případě částic nepravidelných a částic vzniklých například spojením větší a menší sférické částice se může stát, že propadne i objekt o nějakém charakteristickém rozměru až cca 100 µm, což potvrzují i výsledky měření distribuce velikosti částic. Na Obr. 5-25 b) vpravo je pak vidět fotografie síta po 5 přesívacích cyklech, která ukazuje že v exponovaných místech síta docházelo k ucpávání shluky menších částic. To v důsledku i prodlužovalo čas nutný k přesetí 5 kg prášku. Síto ale bylo možné následně vyčistit, bez jeho poškození.



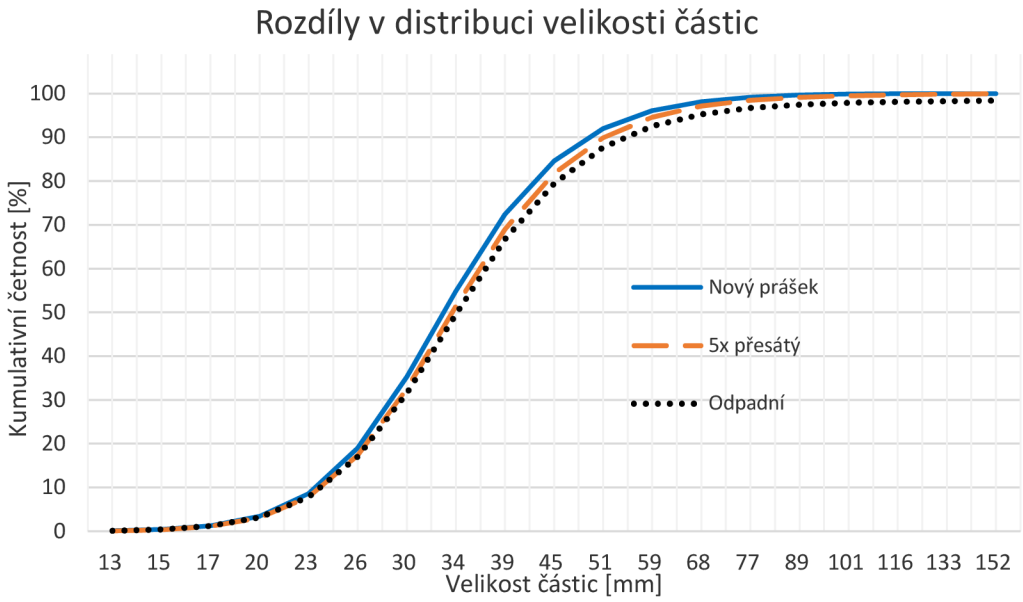
Obr. 5-25 Fotografie nového síta se zvětšením 56x a) a po přesívání b)

5.3.3 Výsledky přesívacího testu a úprava síta

Při opakovaném přesívání nového prášku bylo použito nové síto s udávanou velikostí oka 63 µm. Proces probíhal v atmosféře Ar a byl spuštěn při dosažení 200 ppm obsahu O_2. Při přesívání již atmosféra doplňována nebyla a tak vlivem netěsnosti systému dosáhla při jedno cyklu hodnot až 1,4 % O_2. Intenzita vibrací byla nastavena na hodnotu 2. Doba přesívání v rámci jednoho cyklu narostla z původních 1,5 h na 2 h vlivem částečného ucpávání síta. Mezi jednotlivými cykly byla měřena hmotnost vstupní, výstupní a odpadní nádoby k určení úbytků prášku. Rozdíly hmotností na vstupu a výstupu, které byly způsobeny zachycením určitého množství prášku v systému přesívací stanice mezi jednotlivými cykly, byly dopočítány. Naměřené hodnoty jsou shrnuty v Tab. 5-7.

Z hodnot je zřejmé, že při nastavení recyklace, jak je standardně používána, dochází k výraznému odvodu prášku do odpadu. Množství odděleného prášku rostlo z původních 2,5 % a na 7,9 % hmotnosti přesívaného prášku v daném cyklu tento růst byl způsoben postupným ucpáváním exponovaných částí síta. V rámci 5 cyklů bylo v odpadu akumulováno 23,2 % prášku. V průměru tedy téměř 5 % na jeden cyklus.

Bylo zřejmé, že takové množství nadměrných částic nový prášek neobsahuje, tudíž že bude chyba ve funkci přesívací stanice. Tyto závěry potvrdila i analýza distribuce velikosti částic přesátého prášku a prášku odvedeného do odpadní nádoby. V grafu na Obr. 5-26 jsou tyto distribuce srovnány s práškem novým. Lze vidět, že velikosti částic se příliš neliší.

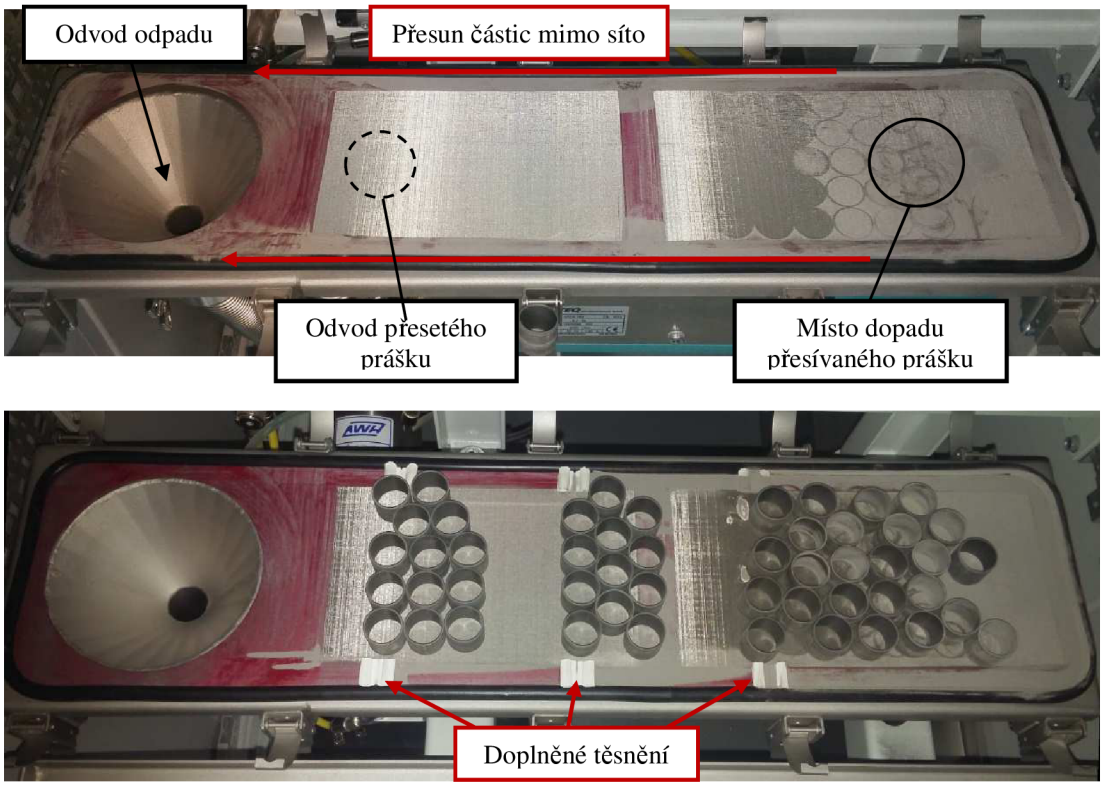


Obr. 5-26 Srovnání naměřených distribučních křivek 5x přesátého, odpadního a nového prášku

Tab. 5-7 Naměřené úbytky prášku při prvním přesívacím testu

	Na vstupu ubylo [g]	Na výstupu přibylo [g]	Přibylo v odpadu [g]	V systému zůstalo [g]
1. cyklus	4994,2	4788,5	**128,9**	76,8
2. cyklus	4785,6	4612,4	**183,3**	-10,1
3. cyklus	4613,6	4384,6	**239,8**	-10,8
4. cyklus	4382,1	4093,0	**286,5**	2,6
5. cyklus	4095,2	3817,8	**321,5**	-44,1
Celkem			**1160**	14,4

Příčinou odvodu nezávadného prášku do odpadu byla objevená konstrukční chyba přesívací stanice. Jak lze vidět na Obr. 5-27 nahoře, na tělese samotného síta totiž docházelo k přesunu částic přesívaného prášku po stranách desky, kde prášek nemohl propadnout. Vlivem tvarování horního krytu těla komory tyto částice nezastavovaly ani plastové elementy určené ke zpomalení postupu prášku. Tento problém byl vyřešen přidáním těsnění na vhodná místa. Kvůli nerelevantnosti předchozího testu byl prášek znovu smíchán a po důkladném promíchání prášku a vyčištění síta opakován. Při druhé testu bylo stejným způsobem přesíváno 4918,6 g a po 5. cyklu přibyly v odpadu pouze 2g prášku, což na analýzu velikosti částic nestačilo. Z Obr. 5-27 dole je zřejmé, že úprava síta zastavila odvod nezávadných částic do odpadu.



Obr. 5-27 Znázornění konstrukční vady síta (nahoře) a provedení úpravy (dole)

5.3.4 Shrnutí výsledků

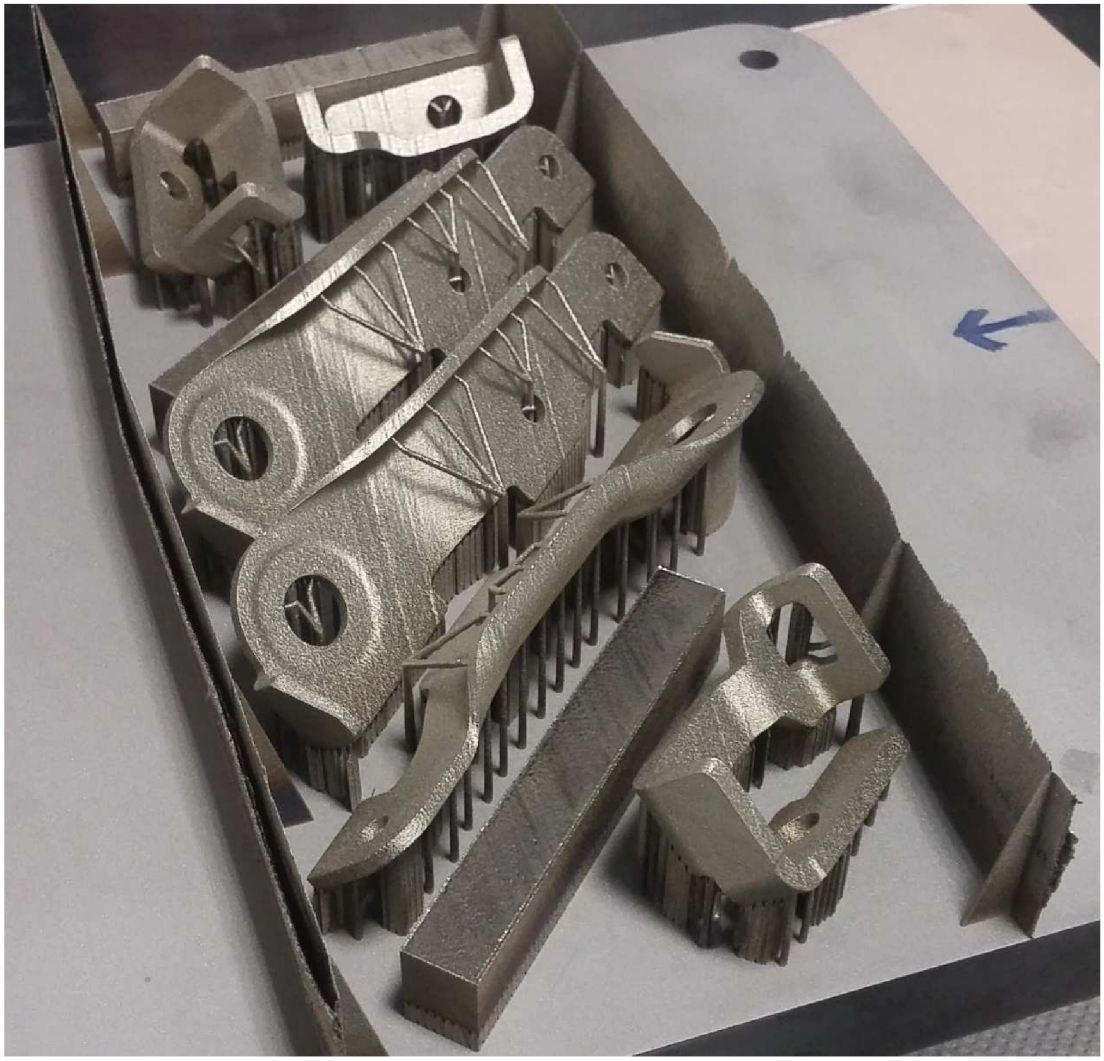
V rámci přesívacího testu byla ověřena distribuce velikosti částic prášku 1.2709 od firmy SLM Solutions. Při srovnání velikostí částic s práškem od výrobce Concept Laser bylo zjištěno, že prvně jmenovaný obsahuje nezanedbatelně větší částice, které mají potenciál negativně ovlivnit homogenitu nanášené vrstvy. Velikost částic D_{90} = 49,6 µm je totiž prakticky rovna skutečné (efektivní) tloušťce nanášené vrstvy, při dané sypné hustotě prášku a nastavení posuvu platformy o 30 µm. Dále byla v rámci testu analyzovaná skutečná velikost ok zvoleného síta s výrobcem udávaným rozměrem 63 µm. Průměrná naměřená hodnota byla o 5 µm vyšší.

Samotný test pak odhalil konstrukční nedokonalost přesívací stanice, která způsobovala odvádění nezávadného prášku do odpadu v množství až 8 % v rámci jednoho cyklu. Úprava tělesa síta pak umožnila zcela eliminovat tento problém. Zavedení této úpravy do standardního postupu pak pomůže eliminovat množství odpadu na nezbytné množství u všech typů materiálu. Největší množství do odpadu odvedených částic totiž vykazují lehké materiály jako slitiny hliníku a titanu, kde se množství odpadu běžně pohybovalo v rozmezí 10 – 20 %. Tento odloučený prášek pak bylo běžné k eliminaci jeho množství přesívat opakovaně, což neúměrně prodlužovalo dobu nutnou k recyklaci. V otázce vhodnosti velikosti oka síta k distribuci velikosti částic prášku oceli 1.2709 firmy SLM Solutions se volba rozměru na úrovni dvojnásobku střední velikosti částice D_{50} jeví z pohledu tohoto testu jako optimální.

5.4 Recyklace kontaminovaného prášku

K posouzení schopnosti síta odstraňovat z použitého prášku spaliny ve formě nadměrně velkých a spečených částic byla provedena stavba většího objemu, která výrazněji kontaminovala použitý prášek. Cílem testu bylo popsat vlastnosti vyprodukovaných spalin jako jejich velikost, tvar a množství. Po recyklaci prášku byla změřena velikost částic a porovnána s novým práškem. Na vzorcích pro tahové zkoušky byly též vyhodnoceny metalografické výbrusy. Test je blíže popsán v kap. 4.3.4.

Pro stavbu byl použit prášek z předchozích testů, který byl přesíván, ačkoli nebyl významně ovlivněn stavebním procesem. Před stavbou byl vyhříván v peci po dobu 5 h při 70 °C k odstranění možné vlhkosti. Při stavbě byl v komoře udržován přetlak 12 mbar a obsah O_2 < 0,2 %, který postupně klesl k 0 %. Výkon pumpy přivádějící N_2 do komory byl nastaven na 90 %. Při stavbě byl prášek z hlavního zásobníku doplňován do nanášecího zařízení manuálně kvůli nefunkčnosti jeho senzorů z důvodu použití vymezovacích bloků. Ovládání množství využitého prášku pro nanesení jedné vrstvy probíhalo pomocí nastavení počtu drážek na hřídeli nanášecího zařízení. Toto množství se pohybovalo v rozmezí 3 – 4.

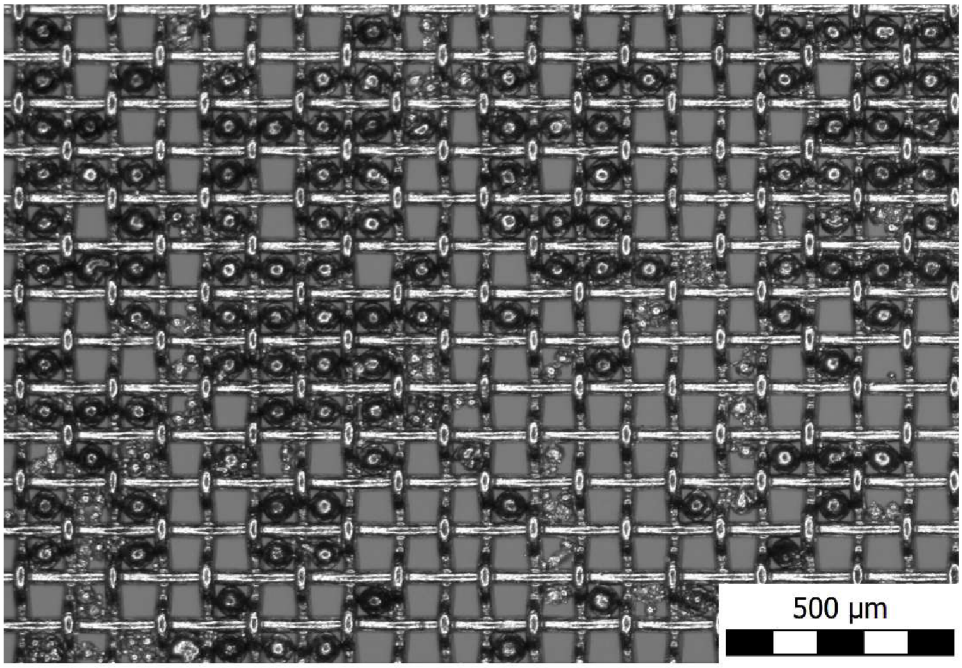


Obr. 5-28 Fotografie postavených dílů

Takové množství je při tloušťce stavěné vrstvy 30 µm relativně velké, což má za následek větší množství spotřebovaného prášku. Protože ale nanášení takto tenké vrstvy bylo obtížnější, k dosažení kvalitně nanesených vrstev to bylo nutné. Stavba trvala 25 h. Na Obr. 5-28 je fotografie platformy po odstranění přebytečného prášku. Díly byly po vizuální stránce postaveny ve špičkové kvalitě, především z hlediska kvality povrchu získané malou tloušťkou vrstvy. K jediné chybě, která byla zjevná už při stavbě, docházelo při nanášení prášku na pomocné stěny, na kterých se prášek především ve výšce od 2 do 4 cm neudržel a laser pak skenoval místa i několik centimetrů pod úrovní stavěné vrstvy. Přesto si stěna uchovala pevnost a udržela prášek na určeném místě.

5.4.1 Přesívání prášku

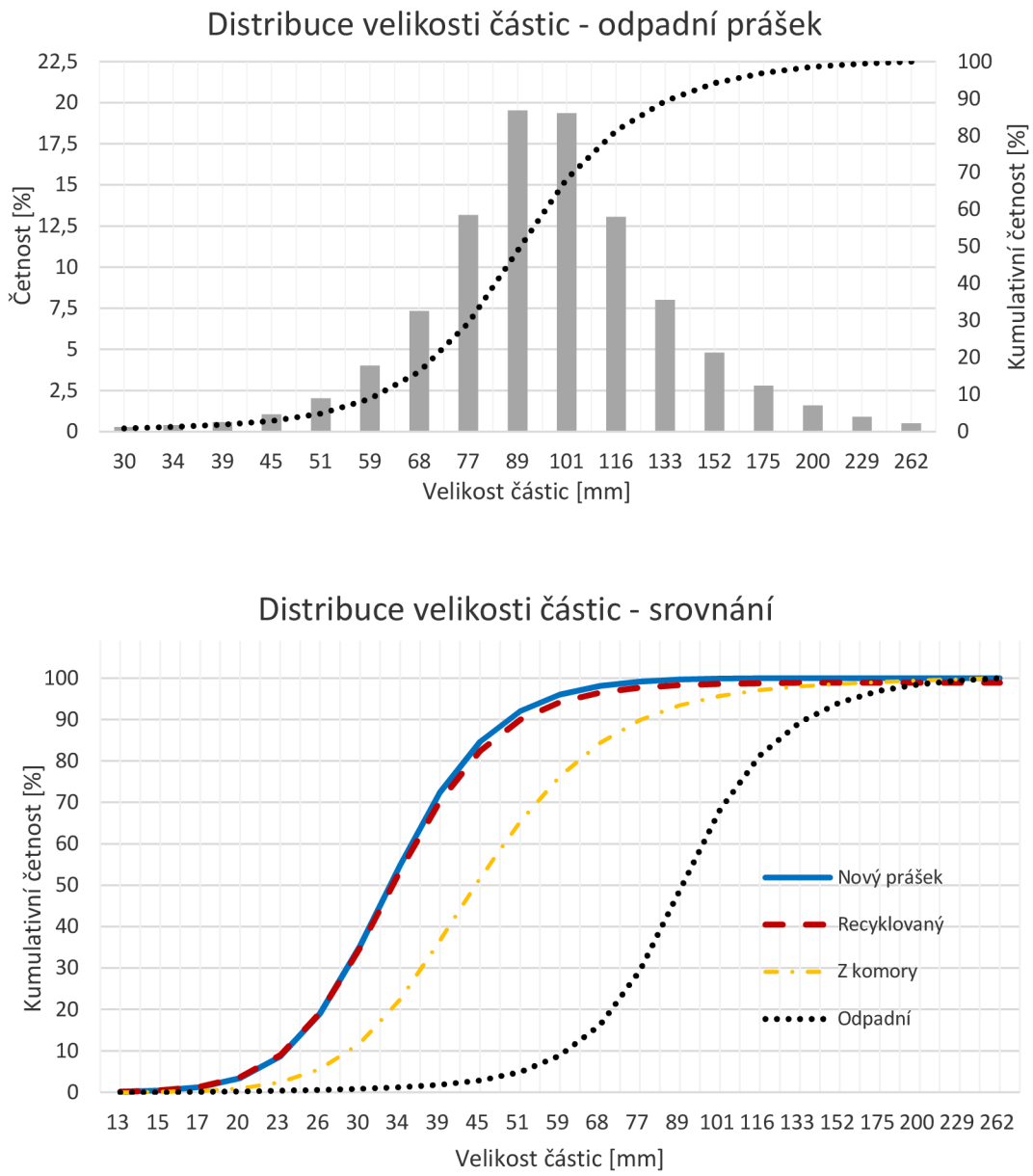
V rámci stavby bylo vyprodukováno 13,37 kg použitého prášku. To je výrazně více než předpokládaná hmotnost objemu prášku 7,0 kg naneseného na stavební platformu. Téměř polovina tedy byla odvedena do přepadů ve stavební komoře, což bylo důsledkem potřeby většího množství prášku k nanesení homogenní 30µm vrstvy. Použitý prášek byl přesíván přes ultrazvukem vyčištěné síto. Prášek byl přesíván dvakrát. Po prvním cyklu vzniklo 188 g odpadu. Druhý cyklus přidal pouze 1,5 g. V systému přesívací stanice se zachytilo a bylo tak ztraceno 19 g. To ukazuje, že k odstranění nadměrných částic není nutné po úpravě síta navrženém v předešlém testu přesívat použitý prášek více než jedenkrát. Z použitého prášku bylo odděleno pouze 1,4 % částic. Hmotnost odstraněných částic pak tvoří přibližně 16 % hmotnosti postavených dílů včetně podpor (1,2 kg). Na Obr. 5-29 je se zvětšením 56x fotografie síta s průměrnou velikostí oka 68 µm po přesívání se zachycenými nadměrnými částicemi. Ty mají sférický tvar anebo jako v případě předešlého přesívacího testu se jedná o více částic, které můžou a nemusí být pevně spojeny k sobě.



Obr. 5-29 Fotografie síta se zachycenými nadměrnými částicemi po přesívání kontaminovaného prášku

5.4.2 Měření velikosti částic

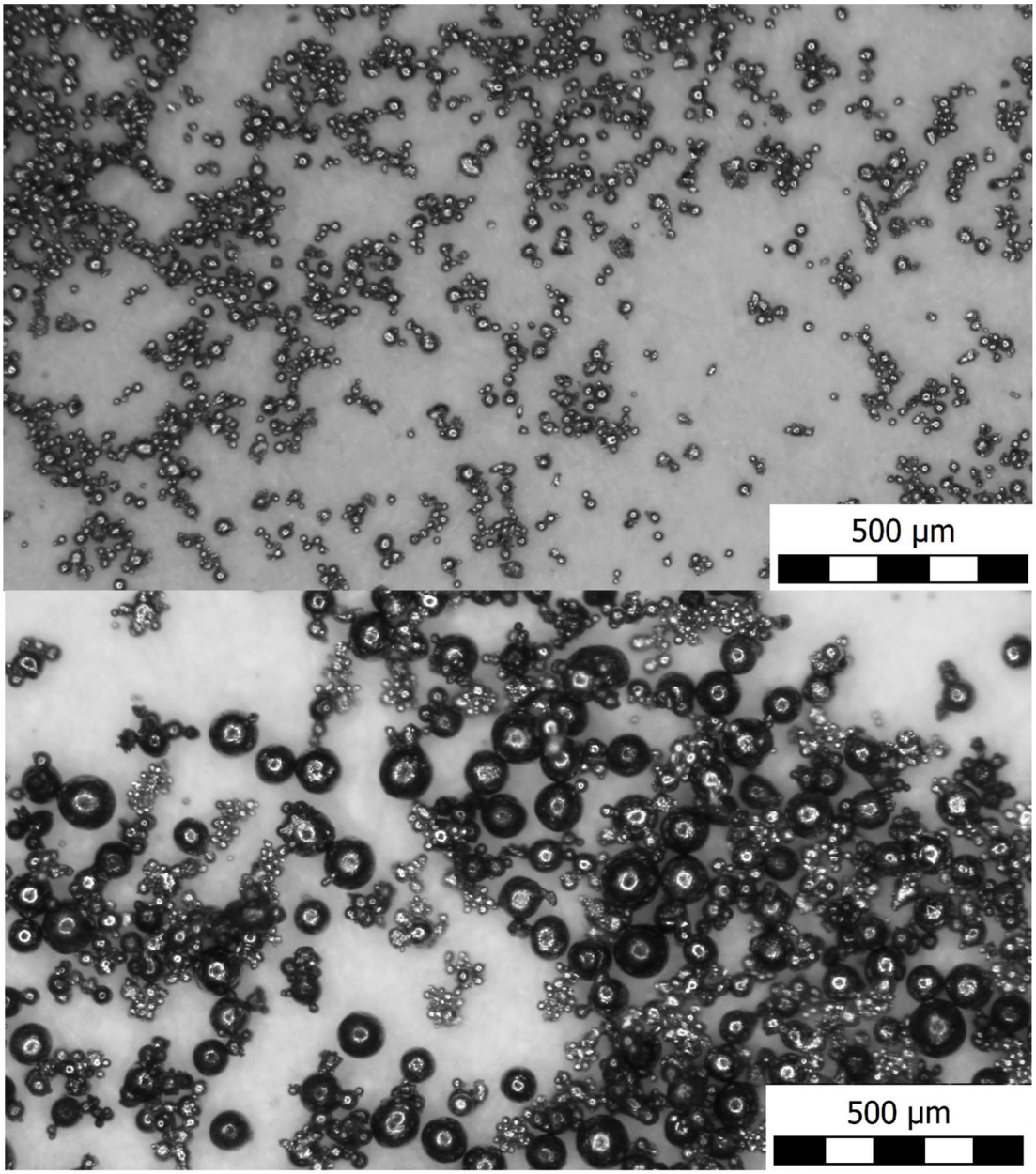
Distribuce velikosti částic v rámci testu byla měřena u 3 odebraných vzorků. Tím byl prášek odebraný po výrobě ze stavební komory silněji kontaminovaný spalinami, recyklovaný prášek po přesetí a sítem oddělený odpadní prášek. Protokoly z laserové difrakce jsou v příloze 15 na str. 145. Cílem bylo identifikovat velikost částic spalin, které síto odstranilo z prášku a ověřit nakolik se liší distribuce částic nového prášku od recyklovaného po proběhlé stavbě a přesívání. Tedy jestli je rozměr oka síta vhodný pro udržení homogenní kvality prášku. V Tab. 5-8 jsou vypsány charakteristické rozměry srovnávaných vzorků. V grafech na Obr. 5-30 je zobrazena naměřená distribuční křivka včetně četností velikosti částic v odpadním prášku (nahoře) a srovnání distribučních křivek všech vzorků.



Obr. 5-30 Distribuce velikosti částic odpadního prášku (nahoře) a srovnání distribučních křivek mezi vzorky

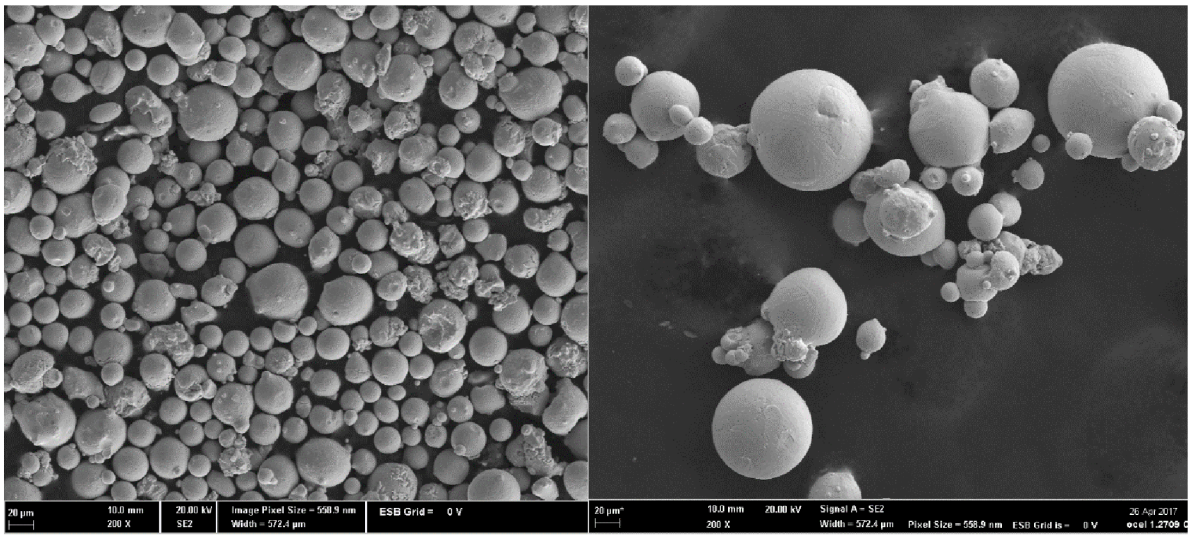
Tab. 5-8 Charakteristické rozměry vzorků prášků v rámci testu přesívání kontaminovaného prášku

Vzorek prášku	D10 [µm]	D50 [µm]	D90 [µm]	Odchylka [µm]
Nový	23,2	33,1	49,6	11,6
Recyklovaný	23,1	33,4	51,5	9,3
Kontaminovaný z komory	28,7	44,2	77,5	26,7
Odpadní	60,1	89,2	135,4	6,73



Obr. 5-31 Srovnání velikosti a tvaru částic nového a odpadního prášku se zvětšením 56x

Na Obr. 5-31 je potom srovnání fotografií nového a odpadního prášku se zvětšením 56x a na Obr. 5-32 srovnání velikostí částic na fotografiích získaných analýzou SEM se zvětšením 200x. Více fotografií je pak v příloze 16 na str. 149. Na stejném zařízení bylo provedeno i měření chemického složení částic odpadu pomocí EDS. Výsledky ze dvou měření jsou v příloze 17 na str. 151. Z měření je zjevné, že částice jsou na povrchu značně zoxidované, což zároveň zkresluje naměřené množství ostatních prvků a jejich hmotnostní zastoupení.

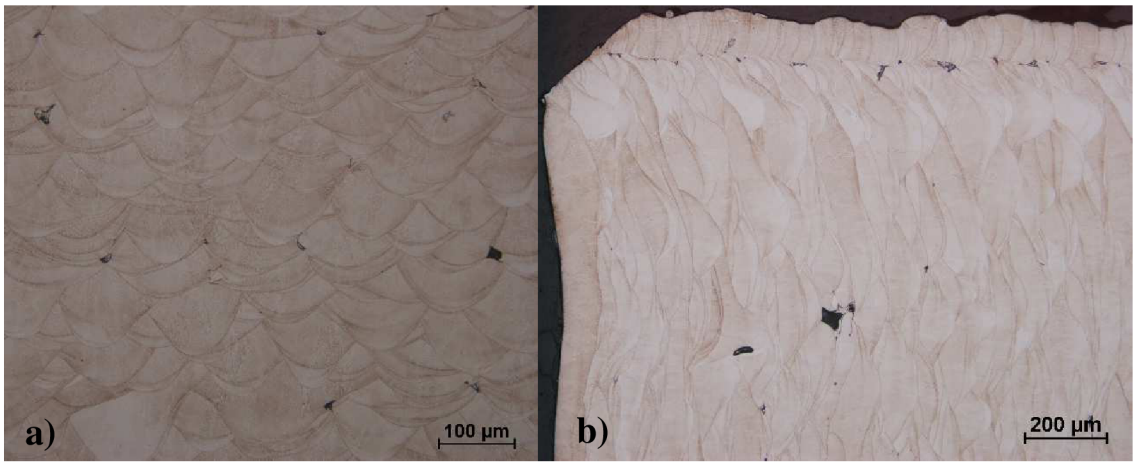


Obr. 5-32 Srovnání SEM fotografií nového a odpadního prášku SLM Solutions se zvětšením 200x

5.4.3 Metalografické výbrusy

5.4.3

Byly vyhodnoceny dva výbrusy na vzorku pro tahovou zkouškou, která byla postavena v místě odpovídající pozici 4 na velké platformě (viz. kap. 4.3.2). Orientace rovin výbrusů byla v obou případech ve vertikálním směru, přičemž u prvního výbrusu v příčném a u druhého v podélném směru kvádru. Po vyfocení pro vyhodnocení porozity byly povrchy leptány pro zobrazení umístění pórů vzhledem k vnitřní struktuře (Obr. 5-33). Lze vidět, že póry se nachází zpravidla na hranici mezi dvěma návary, kde nedošlo k dokonalému roztavení a jejich překrytí. Také lze sledovat



Obr. 5-33 Fotografie leptaných metalografických výbrusů v příčném směru se zvětšením 200x a) a v podélném směru se zvětšením 100x b)

podpovrchovou porozitu na rozhraní mezi šrafováním objemu a skenem kontury, kdy nedošlo k dokonalému protavení skenování objemu jak do předešlé vrstvy, tak do kontury.

Celkové množství porozity měřené v objemu činí 0,06 % v případě příčného řezu a 0,08 % v případě podélného. To jsou významně nižší hodnoty v porovnání s výsledky výbrusů kostek v předešlém testu postavených na stejném místě na platformě, kdy se hodnoty pohybovaly od 0,37 % (v objemu) do 0,52 % při započítání podpovrchové porozity. Tento fakt potvrzuje domněnku, že zvýšená porozita byla způsobena přehříváním kostek a pomalému odvodu tepla. Vzorek pro tahovou zkoušku je totiž jednak objemnější, a proto docházelo k intenzivnějšímu odvodu tepla, a jednak objem stavby byl v druhém případě značně větší, tudíž nedocházelo k tak častému skenování jednoho místa a materiál měl více času na ochlazení. Další fotografie výbrusů jsou v příloze 18 na str. 152.

5.4.4 Shrnutí výsledků

Prášek byl kontaminován spalinami ze stavby dílů pro automobilní průmysl. Postavené díly včetně podpor měli hmotnost cca 1,2kg k čemuž bylo spotřebováno 13,37 kg prášku. Hmotnost sítem odstraněných částic činila 190 g. Množství odpadu tedy tvoří pouze 1,4 % z hmotnosti kontaminovaného prášku. Lze tedy sledovat jednoznačný úbytek odpadního prášku způsobený úpravou síta a zamezení odvodu vyhovujících částic do odpadu. Průměr odstraněných částic začíná na úrovni nejmenších změřených rozměrů ok síta a dosahuje rozměrů až 262 μm. Je zjevné, že takto veliké částice se nesmí dostat do stavebního procesu. Speciálně při nastavení velikosti vrstvy 30 μm, kdy je efektivní tloušťka nanesené vrstvy přibližně 50 μm, by takové částice bránily nanášení homogenní vrstvy prášku a v důsledku zvyšovaly porozitu. Takto velké částice by byly obtížněji roztavitelné laserem, čemuž by přispívala i jejich silná oxidace. Při měření distribuce velikosti částic recyklovaného prášku nebyly zjištěny významné rozdíly v porovnání s novým práškem. Pouze 1 % částic bylo větší než 77 μm, což je maximální změřená velikost ok v sítu. Toto množství je společné pro nový i recyklovaný prášek. Z toho lze usoudit, že velikosti ok síta na hranici velikosti největších částic v novém prášku nebo v tomto případě i na úrovni dvojnásobku rozměru D_{50} lze považovat za vhodné.

Metalografické výbrusy potom potvrdily předpoklad, že v předešlém testu porozity byla vysoká změřená porozita způsobená nedostatečným odvodem tepla a přehříváním vzorků. Relativní hustota nyní stoupla na hodnoty >99,9 % což odpovídá hodnotám změřeným na vzorcích vyrobených na zařízení Concept Laser M1 Cusing v první fázi práce. Byla také potvrzena přítomnost podpovrchové porozity.

Na postavených vzorcích byla také před odřezáním z platformy vyhodnocena tvrdost přenosným tvrdoměrem Impact TH-1100. Naměřená hodnota 39,8 HRC ve stavu po stavbě odpovídá přepočtem pevnosti v tahu 1255 MPa, což je v souladu s poznatky z rešerše. Byla také potvrzena přítomnost významných residuálních napětí v dílech po stavbě. Optickou digitalizací jednoho z dílů zařízením ATOS Triple Scan před a po odřezání vrstvy byly zjištěny odchylky na úrovni 0,1 mm. Ostatní díly proto byly před odřezáním tepelně zpracovány rozpouštěcím žíháním při 830 °C po dobu 1 h.

6 DISKUZE

V první fázi práce proběhl recyklační test na zařízení Concept Laser M1 Cusing a přesívací stanici za standardně používaného zpracování firmy Bosch. Zařízení je zde používáno výhradně k výrobě a opravám forem a nástrojů pro vstřikování plastů z oceli 1.2709.

Pomocí laserové difrakce bylo ověřeno, že používaný prášek neobsahuje větší částice, než je výrobcem udáváno. Recyklačním testem bylo zjištěno, že ani po 10 přesívání prášek nedegradoval a distribuce velikosti částic zůstala zachována. Tím byla vyvrácena hypotéza, že množství nejmenších a nejlehčích částic se může opakovanou recyklací snižovat v důsledku vyprašování do okolní atmosféry při manipulaci a přesívání vzhledem k tomu, že na zařízení není uzavřená manipulace s práškem [27]. Prášek se proti takovým změnám ukázal jako odolný, protože neobsahuje částice menší než 10 µm a hodnota distribuce velikost částic D_{10} = 18,5 µm. To koresponduje s výsledky článku [28], kde byl použit prášek obdobné distribuce bez přítomnosti částic pod 10 µm a podobnou hustotou plného materiálu a tedy i hmotností částic.

Velikost oka síta 63 µm se ukázala jako vhodná, protože neodstraňuje žádnou frakci větších částic přirozeně se vyskytujících v novém prášku, jehož rozměr D_{90} = 37,2 µm. Dalším krokem by mohl být recyklační test se stavbou větších rozměrů při použití menšího množství prášku. **Test by sloužil k ověření, zda z prášku zatíženého větším množstvím spalin budou tyto nadměrné částice dokonale odstraněny**.

Analýzy porozity vzorků neukázaly v průběhu recyklačního testu významné změny v souladu s předchozími výsledky. Celková relativní hustota v objemu získaná počítačovou tomografií ukázala velmi vysoké hodnoty 99,99 %, přičemž velikost pórů byla v 90 % případů menší než 58 µm. Při těchto výsledcích se dají očekávat hodnoty $Rp_{0,2}$ a R_m na úrovni konvenčně vyráběného materiálu. To bylo ověřeno získanou hodnotou tvrdosti 39,8 HRC, což po přepočtu odpovídá mezi pevnosti 1255 MPa. V otázce vysokocyklové únavy se dají též očekávat dobré výsledky, nicméně největší póry by mohly snižovat odolnost proti iniciaci trhliny. **Na únavové vlastnosti by také mohla mít negativní vliv přítomnost zjištěné podpovrchové porozity, která tvořila až 2/3 celkové porozity ve vyhodnocovaných vzorcích**. Ta je způsobena nedokonalým napojením šrafování objemu s konturou dílu. Opakovaným skenováním kontury odsazeným směrem do materiálu, popřípadě variací míry překrytí návarů v těchto místech by mohlo vést k její eliminaci. Dalším řešením by bylo zavedení přídavku na obrábění 0,2 – 0,3 mm. Zde by bylo vhodné ověřit testem, zda by při frézování menší tloušťky došlo k zahlazení této porozity a zkvalitnění povrchu.

Další část diplomové práce probíhala na zařízení SLM 280HL a přesívací stanici PSM 100. Protože z předchozího testu vyplynulo, že nastavení procesních parametrů má na tvorbu porozity významnější vliv než proces přesívání, byla práce rozdělena na dvě paralelní větve. V první z nich byla sledována míra porozity dosažitelná s odlišným strojním vybavením a práškem jiného výrobce. Cílem bylo zjistit, jak se liší charakter a rozmístění porozity způsobený procesními parametry, zda dochází k tvorbě podpovrchové porozity. Také byla ověřena hypotéza, že na hodnotu dosažené relativní hustoty má vliv umístění na platformě. V druhé větvi pak byla analyzována funkčnost standardně využívaného recyklačního procesu, jeho vliv na kvalitativní

vlastnosti prášku, vlastnosti vytvářených spalin a vhodnost síta používaného k jejich odstranění.

Pro vyhodnocení porozity dosažitelné na zařízení SLM 280HL byly využity procesní parametry doporučené výrobcem (SLM Solutions). Byla zjištěna závislost relativní hustoty na pozici na platformě. Nižších hodnot porozit měřených na µCT v objemu (0,03 %) bylo dosaženo v blízkosti vstupu inertní atmosféry do komory, kde docházelo k intenzivnějšímu chlazení. V dalších místech platformy porozita narostla až k 0,14 %. Byla též objevena koncentrace pórů pod povrchem. Došlo též i k nárůstu velikosti pórů, kdy 90 % mělo průměr nižší než 77 µm. Přestože by zjištěná porozita neměla mít významný vliv na statické mechanické vlastnosti, v případě únavy by větší velikost pórů a také jejich menší změřená sféricita vedly k nižším životnostem. Příčinou vyšší míry porozity kostek bylo přehřívání v důsledku častého skenování a stavbě na podpůrné struktury, které omezovaly odvod tepla do platformy. To bylo potvrzeno metalografickými výbrusy provedenými na vzorcích vyrobených při stavbě většího objemu, kdy docházelo k intenzivnějšímu chlazení. Ačkoli výbrusy zpravidla vykazují vyšší naměřenou hodnotu porozity než µCT, hodnoty < 0,1 % jsou plně srovnatelné s výsledky na M1 Cusing, přestože jde o jiné zařízení s odlišnými použitými procesními parametry. Že lze na zařízení SLM 280HL stavět ve stejné kvalitě by mělo být potvrzeno stavbou kostek přímo na platformu.

Bylo provedeno měření částic prášku oceli 1.2709 od firmy SLM Solutions. Podobně jako prášek od Concept Laser obsahuje částice od 10 µm a hodnota D_{10} = 23,2 µm. Hodnota D_{90} = 49,6 µm je ale významně vyšší a prakticky rovna efektivní tloušťce nanášené vrstvy prášku. 10 % částic by proto mohlo omezovat homogenní nanesení vrstvy a v důsledku zvyšovat porozitu. Z tohoto pohledu se prášek od Concept Laser s D_{90} = 37,2 µm jeví pro použití posuvu platformy o 30 µm jako vhodnější pro nanesení homogenní vrstvy, neboť v rámci rešerše bylo nalezeno i doporučení poměru efektivní tloušťky vrstvy k rozměru $D_{90} \geq 1{,}5$ [25].

Měřením rozměru velikosti oka síta, kdy výrobce udává rozměr 63 µm, byla získána průměrná hodnota 68 µm. Při analýze funkčnosti přesívací stanice a vhodnosti síta byla objevena konstrukční chyba způsobující odvod nezávadného prášku do odpadu v množství až 8 % při jednom cyklu přesívání. Úpravou síta bylo toto množství zcela eliminováno. Zavedením úpravy do standardního postupu pak pomůže snížit množství odpadu na nezbytné množství u všech typů materiálů. Největší množství do odpadu odvedených částic totiž vykazují lehké materiály jako slitiny hliníku a titanu, kde se množství odpadu běžně pohybovalo v rozmezí 10 – 20 %. Tento odloučený prášek pak bylo běžné k eliminaci jeho množství přesívat opakovaně, což neúměrně prodlužovalo dobu nutnou k recyklaci.

Stavbou většího objemu a následnou recyklací prášku bylo ověřeno, že síto dokáže odstranit z prášku vzniklé spaliny. Při stavbě dílů o hmotnosti 1,2 kg bylo sítem odfiltrováno 190 g nadměrných částic z celkového množství 13,6 kg kontaminovaného prášku. Velikost těchto částic nebyla menší než velikost ok síta a dosahovaly rozměrů až 262 µm. Tyto silně zoxidované částice je nutno v prášku eliminovat, kvůli jejich negativnímu vlivu na homogenní nanášení vrstvy a obtížné roztavitelnosti laserem. Toho bylo přesíváním docíleno, protože pouze 1 % bylo v recyklovaném prášku větší, než největší velikosti ok síta, přičemž toto množství obsahoval i nový prášek.

Recyklovaný prášek se tak významně nelišil od nového. **Zároveň bylo eliminováno množství odpadu na minimální množství**. Dosažené výsledky tak korespondují s těmi uvedenými v článku autorů L. Ardila et al. [28], kde při recyklaci prášku IN718 podobné distribuce a při použití síta se stejnou velikostí oka nedošlo při opakované stavbě a přesívání k výrazné změně velikostí částic. Výsledek práce autorů V. Seyda et al. [27], kde byly u prášku materiálu Ti6Al4V s podobnou hodnotou D_{90} sledovány změny v podobě zvýšení obsahu nadměrných částic, tak lze vysvětlit nevhodně zvoleným sítem s příliš velkým rozměrem ok 80 µm.

V rámci provedených testů nebyla potvrzena hypotéza, že dochází k degradaci práškového materiálu vlivem recyklace. Byla potvrzena vhodnost síta o velikosti oka na úrovni dvojnásobku rozměru D_{50} nebo odpovídající rozměru D_{95}. Ukázalo se, že nejvýznamnější vliv na tvorbu porozity mají procesní parametry.

7 ZÁVĚR

Hlavním cílem této diplomové práce bylo analyzovat vliv recyklace práškové oceli 1.2709 na relativní hustotu a identifikovat charakter porozity po výrobě technologií selective laser melting. Hlavní i všechny dílčí cíle byly splněny v plném rozsahu.

Analýzou recyklačního procesu na dvou pracovištích byly popsány důsledky přesívání prášku na jeho vlastnosti s důrazem na velikost částic. **Hypotéza, že prášek degraduje vlivem změn v distribuci velikosti částic zvýšením obsahu nadměrných částic a úbytkem nejmenších, což by mělo v důsledku vliv na růst porozity, nebyla potvrzena**. V rámci studované literatury byly nalezeny pouze dva zdroje zabývající se recyklací prášku jiných materiálů.

K dosažení homogenní kvality prášku i po recyklaci se ukázal jako důležitý vztah mezi velikostí oka síta a charakteristickými rozměry částic prášku. **Bylo ověřeno, že pokud velikost oka síta odpovídá dvojnásobku rozměru D_{50} nebo je rovno rozměru D_{95} dochází k úplné filtraci nadměrných částic při zachování ostatních vhodných velikostí a je tak minimalizován vznik odpadu**. Předpokladem pro neměnné složení prášku je také absence lehkých částic s velikostí pod 10 µm, které by se manipulací vyprašovaly do okolní atmosféry.

V rámci analýzy funkčnosti přesívací stanice PSM 100 dodané se strojem SLM 280HL **byly navrhnuty úpravy síta k zamezení odvodu vyhovujících částic do odpadu**. Jeho tvorba tak byla maximálně zredukována a proces přesívání zefektivněn. Pro dlouhodobé udržení kvality prášku i po několikanásobném použití by bylo vhodné prášek průběžně promíchávat s novým, aby nedošlo k přílišnému růstu velikosti částic v rámci hodnot, které propadnou sítem.

Na obou využitých zařízení bylo dosaženo vysokých relativních hustot vzorků (> 99,9 %) potvrzující dobrou zpracovatelnost oceli 1.2709 technologií SLM. **Byl potvrzen vliv umístění na platformě na relativní hustotu**. Nejvyšších hodnot bylo dosaženo blízko přívodu atmosféry do komory, kde dochází k nejintenzivnějšímu chlazení. Výsledky vedou k doporučení stavět stavby malého objemu přímo na platformu popřípadě zapojit časovou prodlevu při skenování k podpoření chlazení dílů a zabránění přehřívání materiálu, které má za následek růst velikosti i počtu pórů v celém objemu. V reakci na poznatek závislosti porozity na umístění na platformě by měla být zjištěna příčina toho jevu analýzou tvaru rychlostního profilu proudění vstupujícího plynu ve vrstvě nad platformou k identifikaci případných nedostatků v podobě vznikajícího víření apod.

Dále byla na obou zařízení identifikována podpovrchová porozita. Další práce s cílem redukovat porozitu by proto mohla být zaměřena na variaci vzdáleností vícenásobného skenu kontury, popřípadě hodnot rychlosti skenu a výkonu laseru ke zdokonalení spojení šrafování objemu s konturou. Přínosem by také bylo ověření mechanických vlastností u používaných tepelných zpracování. U statických mechanických vlastností lze očekávat výsledky srovnatelné s konvenčně vyráběným materiálem. Je ovšem třeba ověřit, jestli i relativně malé množství detekovaných pórů do průměru 50 – 60 µm působí jako silné koncentrátory napětí a snižují odolnost materiálu proti iniciaci trhliny při testu vysokocyklové únavy.

Další výzkum po stránce vlivu recyklace na vlastnosti prášku by mohl spočívat v opakování provedených testů u prášků lehčích materiálů (např. hliníkových slitin) s jemnější distribucí velikostí částic k ověření jejich případné větší citlivosti na opakovanou recyklaci. Přínosem by také bylo ověřit doporučený vztah velikosti částic k oku síta u prášků s většími částicemi při použití např. 100 µm síta.

8 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

[1] NEHUEN, Antu. 3D Printed Mechanics. In: *Sculpteo* [online]. Paris: Sculpteo, 2015 [cit. 2016-05-01]. Dostupné z: http://www.sculpteo.com/blog/2015/11/02/3d-printed-mechanics/

[2] SEGA, Andrea. How does a 3D printer work? In: *3Dprintingtech* [online]. 2015 [cit. 2016-05-01]. Dostupné z: http://www.3dprintingtech.cc/how-does-a-3d-printer-work/

[3] ABOULKHAIR, Nesma T., Nicola M. EVERITT, Ian ASHCROFT a Chris TUCK. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*. 2014, 1-4, s. 77-86. DOI: 10.1016/j.addma.2014.08.001.

[4] CASALINO, G., S.L. CAMPANELLI, N. CONTUZZI a A.D. LUDOVICO. Experimental investigation and statistical optimisation of the selective laser melting process of a maraging steel. In: *Optics*. 2015, **65**, s. 151-158. DOI: 10.1016/j.optlastec.2014.07.021. ISSN 00303992.

[5] GONG, H., K. RAFI, H. GU, G.D. JANAKI RAM, T. STARR a B. STUCKER. Influence of defects on mechanical properties of Ti–6Al–4V components produced by selective laser melting and electron beam melting. In: Materials. 2015, **86**, s. 545-554. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.07.147. ISSN 02641275.

[6] BADROSSAMAY, M., E. YASA, J. VAN VAERENBERGH a J.-P. KRUTH. Improving productivity rate in SLM of commercial steel powders. In: *Rapid 2009 Conference and Exposition*. Schaumburg: Society of Manufacturing Engineers, 2009, s. 1-13.

[7] KEMPEN, K., E. YASA, L. THIJS, J.-P. KRUTH a J. VAN HUMBEECK. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel. In: *Physics Procedia*. 2011, **12**, s. 255-263. DOI: 10.1016/j.phpro.2011.03.033. ISSN 18753892.

[8] SANTOS, L.M.S., J.A.M. FERREIRA, J.S. JESUS, J.M. COSTA a C. CAPELA. Fatigue behaviour of selective laser melting steel components. In: *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 2016, **85**, s. 9-15. DOI: 10.1016/j.tafmec.2016.08.011. ISSN 01678442.

[9] HERMANN BECKER, Thorsten a Dimitri DIMITROV. The achievable mechanical properties of SLM produced Maraging Steel 300 components. In: *Rapid Prototyping Journal*. 2016, **22**(3), s. 487-494. DOI: 10.1108/RPJ-08-2014-0096. ISSN 1355-2546.

[10] GU, H., H. GONG, J. J. S. DILIP, D. PAL, A. HICKS, H. DOAK a B. STUCKER. Effects of Powder Variation on the Microstructure and Tensile Strength of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting. In: *25th annual international solid freeform fabrication symposium*. 2014, s. 470-483.

[11] BENEDETTI, M., M. CAZZOLLI, V. FONTANARI a M. LEONI. Fatigue limit of Ti6Al4V alloy produced by Selective Laser Sintering. In: *Procedia Structural Integrity*. 2016, **2**, s. 3158-3167. DOI: 10.1016/j.prostr.2016.06.394. ISSN 24523216.

[12] SPIERINGS, A.B., T.L. STARR a K. WEGENER. Fatigue performance of additive manufactured metallic parts. In: *Rapid Prototyping Journal*. 2013, **19**(2), s. 88-94. DOI: 10.1108/13552541311302932. ISSN 1355-2546.

[13] RIEMER, A., S. LEUDERS, M. THÖNE, H.A., T. TRÖSTER a T. NIENDORF. On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. In: *Engineering Fracture Mechanics*. 2014, **120**, s. 15-25. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2014.03.008. ISSN 00137944.

[14] ZHANG, M., H. LI, X. ZHANG a D. HARDACRE. Review Of The Fatigue Performance Of Stainless Steel 316L Parts Manufactured By Selective Laser Melting. In: *Proceedings of the 2nd International Conference on Progress in Additive Manufacturing (Pro-AM 2016)*. Singapore: Research Publishing, 2016, 563- 568.

[15] BRANDL, E., U. HECKENBERGER, V. HOLZINGER a D. BUCHBINDER. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. In: *Materials*. 2012, **34**, s. 159-169. DOI: 10.1016/j.matdes.2011.07.067. ISSN 02613069.

[16] VANDERESSE, N., J. BUFFIERE, E. MAIRE a A. CHABOD. Effect of Porosity on the Fatigue Life of a Cast Al Alloy. In: *Optical Measurements, Modeling, and Metrology: Proceedings of the 2011 Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics*. Volume 5. New York: Springer, 2011, s. 55. DOI: 10.1007/978-1-4614-0228-2_8

[17] MAYER, H, M PAPAKYRIACOU, B ZETTL a S.E STANZL-TSCHEGG. Influence of porosity on the fatigue limit of die cast magnesium and aluminium alloys. In: *International Journal of Fatigue*. 2003, **25**(3), s. 245-256. DOI: 10.1016/S0142-1123(02)00054-3. ISSN 01421123.

[18] KIM, K.S., J.C. PARK, C.D. YIM a K.A. LEE. Effect of Porosity on the High Cycle Fatigue Behavior of Casing AM60B Magnesium Alloy. In: *Procedia Engineering*. 2011, **10**, s. 165-170. DOI: 10.1016/j.proeng.2011.04.030. ISSN 18777058.

[19] AKITA, M., Y. UEMATSU, T. KAKIUCHI, M. NAKAJIMA a R. KAWAGUCHI. Defect-dominated fatigue behavior in type 630 stainless steel fabricated by selective laser melting. In: *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **666**, s. 19-26. DOI: 10.1016/j.msea.2016.04.042. ISSN 09215093.

[20] STEEGER, U., Very High Cycle Fatigue (VHCF) Assessment of Laser Additive Manufactured (LAM) AlSi12 Alloy. TECHNICAL REPORT [online]. Dortmund [cit. 2017-5-14]. Dostupné z: www.researchgate.net/publication/283572083

[21] CARTER, Luke N., Christopher MARTIN, Philip J. WITHERS a Moataz M. ATTALLAH. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy. In: *Journal of Alloys and Compounds*. Schaumburg: Society of Manufacturing Engineers, 2014, **615**, s. 338-347. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.06.172. ISSN 09258388.

[22] THIJS, Lore, Frederik VERHAEGHE, Tom CRAEGHS, Jan Van HUMBEECK a Jean-Pierre KRUTH. A study of the microstructural evolution

during selective laser melting of Ti–6Al–4V. In: *Acta Materialia*. 2010, **58**(9), s. 3303-3312. DOI: 10.1016/j.actamat.2010.02.004. ISSN 13596454.

[23] YASA, Evren, Jan DECKERS a Jean-Pierre KRUTH. The investigation of the influence of laser re-melting on density, surface quality and microstructure of selective laser melting parts. In: *Rapid Prototyping Journal*. 2011, **17**(5), s. 312-327. DOI: 10.1108/13552541111156450. ISSN 1355-2546.

[24] LIU, B., R. WILDMAN, C. TUCK, I. ASHCROFT a R HAGUE. Investigation the effect of particle size distribution on processing parameters optimisation in selective laser melting process. In: *Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium* [online]. Austin: University of Texas at Austin, 2011, s. 227-238 [cit. 2016-05-01].

[25] SPIERINGS, A. B. a G. LEVY. Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades. In: *Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin: University of Texas at Austin, 2009, s. 342-353.

[26] SPIERINGS, A.B., N. HERRES a G. LEVY. Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in additive manufactured stainless steel parts. In: *Rapid Prototyping Journal 17/3*. 2011, s. 195-202. ISSN 1355-2546.

[27] SEYDA, V., N. KAUFMANN a C. EMMELMANN. Investigation of Aging Processes of Ti-6Al-4 V Powder Material in Laser Melting. In: *Physics Procedia*. 2012, **39**, s. 425-431. DOI: 10.1016/j.phpro.2012.10.057. ISSN 18753892.

[28] ARDILA, L.C., F. GARCIANDIA, J.B. GONZÁLEZ-DÍAZ, P. ÁLVAREZ, A. ECHEVERRIA, M.M. PETITE, R. DEFFLEY a J. OCHOA. Effect of IN718 Recycled Powder Reuse on Properties of Parts Manufactured by Means of Selective Laser Melting. In: *Physics Procedia*. 2014, **56**, s. 99-107. DOI: 10.1016/j.phpro.2014.08.152. ISSN 18753892.

[29] YASA, Evren, Tom CRAEGHS a Jean-Pierre KRUTH. Selective laser sintering/melting and selective laser erosion with Nd:YAG lasers. *Journal of Optics Research* [online]. Hauppauge: Nova Science Publishers, Inc, 2012, (3), 211-273 [cit. 2016-11-05]. ISSN 1050-3315.

[30] *ASM handbook*. Rev. ed. [ie 10th ed.]. Materials Park, Ohio: American Society for Metals, 1991, s. 528-548. ISBN 0871703793.

[31] Konformní chlazení. *Innomia* [online]. Jaroměř: Innomia, c2012 [cit. 2016-11-05]. Dostupné z: http://www.innomia.cz/

[32] CONCEPT LASER. *M1 Cusing: Návod k obsluze*. Lichtenfels, C2011.

[33] SLM 280HL: Technical specifications. *SLM Solutions* [online]. Lübeck: SLM Solutions Group [cit. 2016-11-06]. Dostupné z: https://slm-solutions.com

[34] NETME Centre. In: *Novinky ve vybavení laboratoří divize AMM* [online]. 2012 [cit. 2016-11-06]. Dostupné z: http://www.netme.cz/

[35] Horiba Scientific. In: *LA-950 Laser Particle Size Analyzer* [online]. 1996 [cit. 2016-11-6]. Dostupné z: http://www.horiba.com/

[36] Laboratoř atomové spektrochemie LAS. *Oddělení analytické chemie Ústavu chemie Masarykovy univerzity Brno* [online]. c2010-2014 [cit. 2016-11-09]. Dostupné z: http://www.sci.muni.cz/~analchem/?q=las

[37] SPIERINGS, A.B., M. SCHNEIDER a R. EGGENBERGER. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. In: *Rapid Prototyping Journal*. 2011, **17**(5), s. 380-386. DOI: 10.1108/13552541111156504. ISSN 1355-2546.

9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN

Zkratka	Význam
2D	Dvoudimenzionální
3D	Třídimenzionální
AISI	American Iron and Steel Institute
CAD	Computer Aided Design
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDS	Energy-dispersive X-ray spectroscopy
HRC	Hardness Rockwell C
HV	Hardness Vickers
RM	Rapid Manufacturing
SAE	Society of Automotive Engineers
SEM	Scanning Electron Microscopy
SLM	Selective Laser Melting
SLS	Selective Laser Sintering
STL	Standard Tessalation Language
PC	Personal Computer
UTS	Ultimate Tensile Strength
µCT	Micro Computed Tomography

Symbol	Jednotka	Popis
E	(MPa)	modul pružnosti v tahu
$R_{p0,2}$	(MPa)	smluvní mez kluzu
R_m	(MPa)	mez pevnosti v tahu
σ_c	(MPa)	mez únavy
A	(%)	tažnost
L_p	(W)	laser power – výkon laseru
t_{eff}	(µm)	efektivní tloušťka vrstvy
Sa	(µm)	střední aritmetická úchylka profilu plochy
Sz	(µm)	výška nerovnosti profilu plochy

10 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ

Obr. 1-1 Příklady topologicky optimalizovaných dílů vyrobených technologií SLM [1] 13
Obr. 2-1 Schématické znázornění zařízení SLM [2] 14
Obr. 2-2 Procesní parametry SLM [3] 15
Obr. 2-3 Charakter porozity v závislosti na množství dodané energie [4] 16
Obr. 2-4 Korelace mezi mechanickými vlastnostmi, drsností povrchu a relativní hustotou (UTS – mez pevnosti v tahu) [4] 17
Obr. 2-5 Charakter lomového chování v závislosti na relativní hustotě [4] 18
Obr. 2-6 Vliv hodnoty porozity oceli 1.2709 na výsledky tahové zkoušky [8] 18
Obr. 2-7 S-N diagram 3 stavů oceli typu 630 (SLM – bez tep. zpracování, SLM-quenched – po tep. zpracování, CM – konvenčně vyrobený) [19] 19
Obr. 2-8 Závislost rychlosti šíření trhliny na faktoru intenzity napětí a) v rovině stavby, b) kolmo na tuto rovinu – srovnání s kovaným materiálem (double/single – různé skenovací strategie; SA – po rozpouštěcím žíhání) [9] 20
Obr. 2-9 Graf vlivu tloušťky vrstvy a skenovací rychlosti na relativní hustotu oceli 1.2709 [6] 21
Obr. 2-10 Graf závislosti drsnosti povrchu na skenovací rychlosti a tloušťce vrstvy oceli 1.2709 [6] 22
Obr. 2-11 Schéma strategie Island scanning firmy Concept Laser [21] 23
Obr. 2-12 Srovnání povrchu součásti bez využití re-meltingu (a) a povrchu při re-meltingu povrchových vrstev (b) [23] 23
Obr. 2-13 SEM – srovnání prášků různých distribucí (zvětšení 500x) [24]. Prášek vlevo – střední velikost částice 27,5 µm, širší rozsah distribuce velikosti a vyšší obsah malých částic pod 10 µm. Prášek vpravo - střední velikost částice 29,3 µm. 24
Obr. 2-14 Různé distribuce velikosti částic oceli 316L [26] 25
Obr. 2-15 Velikost pórů ve vzorcích 316L z prášku typu 1 (vlevo) a typu 3 (vpravo) [26] 25
Obr. 2-16 Fotografie SEM prášků Ti6Al4V lišících se distribucí velikosti [10] 26
Obr. 2-17 Změna distribuce velikosti částic Ti6Al4V v průběhu 12 recyklačních cyklů [27] 26
Obr. 2-18 Tekutost nového prášku Ti6Al4V (vlevo) a použitého po 12 cyklech recyklace (vpravo) [27] 27
Obr. 2-19 Změna relativní hustoty vzorků a charakteru porozity v závislosti na počtu recyklací [27] 28
Obr. 2-20 Změna drsnosti povrchu s počtem recyklací [27] 28
Obr. 4-1 Využití materiálu pro díly s konformním chlazením [31] 32
Obr. 4-2 Popis zařízení M1 Cusing: (1) manipulační stanice, (2) procesní stanice, (3) ovládací panel, (4) obrazovka, (5) tlač. nouzového vyp., (6) tlačítka, (7) průzor, (8) víko manipulační stanice, (9) přední dveře stroje [32] 34
Obr. 4-3 Výrobní modul stroje M1 Cusing: (1) přepad odpadního prášku, (2) nanášecí zařízení, (3) výrobní platforma, (4) dávkovací platforma se sítem, (5) víko manipulační stanice [32]
Obr. 4-4 Stroj SLM 280^{HL} firmy SLM Solutions [32] 36
Obr. 4-5 Rozmístění kostek při testu 38
Obr. 4-6 Řez stavěnou kostkou zobrazující strategii stavby chessboard 40
Obr. 4-7 Konfigurace staveb při testu porozity na SLM 280HL 41
Obr. 4-8 Dráha laseru skenovací strategie stripes 43

Obr. 4-9 Popis přesívací stanice PSM 100 s odejmutým vrchním dílem 44
Obr. 4-10 Rozmístění dílů na platformě 280x280 mm při stavbě většího objemu 46
Obr. 4-11 Prostředí programu Vision64 pro vyhodnocení drsnosti 48
Obr. 4-12 Prostředí programu VGStudio Max pro vyhodnocení µCT kostek 49
Obr. 5-1 Vývoj distribuce velikosti částic u vybraných vzorků odpovídajícím novému (P1), 5x recyklovanému (P6) a 10x recyklovanému prášku (P11)
Obr. 5-2 Četnost a kumulativní četnost vybraných vzorků prášku 51
Obr. 5-3 Fotografie nového prášku P1 se zvětšením 56x 52
Obr. 5-4 Zobrazení koncentrace porozity v řezech pod povrchem u vzorku V12 v hloubce a) 80 µm, b) 200 µm a c) srovnání se šrafovaným objemem 55
Obr. 5-5 Vizualizace rozmístění pórů v analyzovaných kostkách v prostorovém pohledu a pohledu shora – a) vzorek V12, b) vzorek V62, c) vzorek V112
Obr. 5-6 Výstupu analýzy porozity vzorku V12 v programu VGStudio 56
Obr. 5-7 Závislost koeficientu sféricity na průměru pórů ve vzorku V12 z nového prášku 56
Obr. 5-8 Pozice kostek a ploch pro vyhodnocování drsnosti na stavební platformě 57
Obr. 5-9 Struktury povrchu typické pro a) vodorovnou plochu, b) svislou plochu, c) plochu se sklonem 45° 58
Obr. 5-10 Průběh parametru drsnosti Sa u ploch kostek na pozici 2 v závislosti na počtu recyklací 59
Obr. 5-11 Vývoj porozity metalografických výbrusů – bez podpovrchové 61
Obr. 5-12 Vývoj porozity metalografických výbrusů – včetně podpovrchové 61
Obr. 5-13 Metalografické výbrusy - vlevo vzorek V71 s nejmenší změřenou porozitou (0,087 %) a), vpravo V93 s nejvyšší (0,19 %) b) 62
Obr. 5-14 Metalografický výbrus s průměrným množstvím a rozmístěním porozity (V63, 0,132 %) 62
Obr. 5-15 Fotografie postavených vzorků k vyhodnocení porozity 64
Obr. 5-16 Geometrická nepřesnost vzniklá vypnutím přídavného zaplavování stavební komory inertní atmosférou 64
Obr. 5-17 Hodnoty naměřených porozit včetně podpovrchové v závislosti na pozici na platformě zařízení SLM 280HL 65
Obr. 5-18 Hodnoty naměřených porozit v objemu v závislosti na pozici na platformě zařízení SLM 280HL 66
Obr. 5-19 Metalografické výbrusy s nejmenší porozitou (vzorek 1) a nejvyšší (vzorek 4) 66
Obr. 5-20 Zobrazení koncentrace porozity v řezech vzorku 5 – 150 µm pod povrchem a) a v hloubce 2 mm b)
Obr. 5-21 Vizualizace rozmístění pórů v analyzovaných kostkách v prostorovém pohledu a pohledu shora – a) vzorek 3, b) vzorek 5, c) vzorek 7
Obr. 5-22 Závislost koeficientu sféricity na průměru pórů detekovaných ve vzorku 5 (VGStudio)
Obr. 5-23 Analýza porozity vzorku 5 v programu VGStudio
Obr. 5-24 Naměřené hodnoty distribuční křivky prášku 1.2709 firmy SLM Solutions (nahoře) a jejich srovnání s hodnotami prášku CL50WS firmy Concept Laser (dole). 71
Obr. 5-25 Fotografie nového síta se zvětšením 56x a) a po přesívání b) 72
Obr. 5-26 Srovnání naměřených distribučních křivek 5x přesátého, odpadního a nového prášku 73

Obr. 5-27 Znázornění konstrukční vady síta (nahoře) a provedení úpravy (dole) 74
Obr. 5-28 Fotografie postavených dílů 75
Obr. 5-29 Fotografie síta se zachycenými nadměrnými částicemi po přesívání kontaminovaného prášku 76
Obr. 5-30 Distribuce velikosti částic odpadního prášku (nahoře) a srovnání distribučních křivek mezi vzorky 77
Obr. 5-31 Srovnání velikosti a tvaru částic nového a odpadního prášku se zvětšením 56x 78
Obr. 5-32 Srovnání SEM fotografií nového a odpadního prášku SLM Solutions se zvětšením 200x 79
Obr. 5-33 Fotografie leptaných metalografických výbrusů v příčném směru se zvětšením 200x a) a v podélném směru se zvětšením 100x b) 79

11 SEZNAM TABULEK

Tab. 4-1 Výrobci udávaná distribuce velikosti částic prášku 1.2709 31
Tab. 4-2 Udávané rozmezí chemického složení prášku 1.2709 firmy Concept Laser a chemické složení prášku od SLM Solutions 31
Tab. 4-3 Srovnání mechanických vlastností 1.2709 při různé technologii a post procesingu (95% interval spolehlivosti)[9],[29],[30] 32
Tab. 4-4 Parametry zařízení M1 Cusing [32] 33
Tab. 4-5 Parametry zařízení SLM 280^{HL} [33] 35
Tab. 4-6 Shrnutí procesních parametrů oceli 1.2709 na zařízení M1 Cusing 39
Tab. 4-7 Shrnutí procesních parametrů oceli 1.2709 na zařízení SLM 280HL 42
Tab. 5-1 Shrnutí základních charakteristik všech vzorků prášku 52
Tab. 5-2 Vývoj porozity v celém objemu vzorků 54
Tab. 5-3 Vývoj porozity vzorků pouze ve šrafovaném objemu 54
Tab. 5-4 Porozita z µCT naměřená v celé skenované oblasti – včetně podpovrchové 67
Tab. 5-5 Porozita z µCT naměřená v kontrolním objemu min. 300 µm pod povrchem 67
Tab. 5-6 Srovnání rozměrových údajů prášku 1.2709 od různých výrobců 71
Tab. 5-7 Naměřené úbytky prášku při prvním přesívacím testu 73
Tab. 5-8 Charakteristické rozměry vzorků prášků v rámci testu přesívání kontaminovaného prášku 78