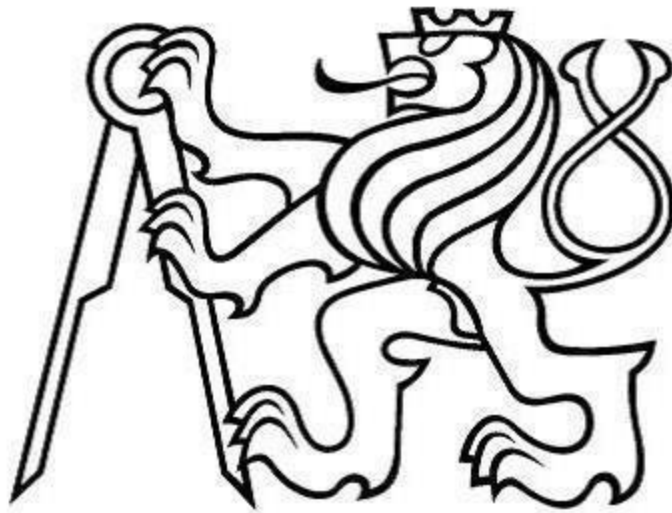


**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**

**FAKULTA STROJNÍ**

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



Bakalářská práce

Hodnocení mikrostruktury 3D tištěné slitiny  
TiNbTaSn po tepelném zpracování

Praha 2022

Autor: Petr Beran

Vedoucí: doc. Ing. Ladislav Cvrček, Ph.D.

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Beran** Jméno: **Petr** Osobní číslo: **483264**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**  
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**  
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

## II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

**Hodnocení mikrostruktury 3D tištěné slitiny TiNbTaSn po tepelném zpracování**

Název bakalářské práce anglicky:

**Evaluation of microstructure of 3D printed TiNbTaSn alloy after heat treatment**

Pokyny pro vypracování:

1. Seznámení se s problematikou 3D tisku titanových slitin
2. Rešerše zaměřená na tepelné zpracování titanových slitin a hodnocení jejich mikrostruktury
3. Příprava testovacích vzorků a jejich tepelné zpracování
4. Hodnocení mikrostruktury vzorků před a po tepelném zpracování
5. Diskuze výsledků a závěr

Seznam doporučené literatury:

- [1] ZHANG, Tianlong a Chain-Tsuan LIU. Design of titanium alloys by additive manufacturing: A critical review. *Advanced Powder Materials*. 2021. ISSN 2772834X. doi:10.1016/j.apmate.2021.11.001
- [2] MOTYKA, Maciej. Martensite Formation and Decomposition during Traditional and AM Processing of Two-Phase Titanium Alloys—An Overview. *Metals*. 2021, 11(3). ISSN 2075-4701. doi:10.3390/met11030481
- [3] YU, Guisheng, Zhibin LI, Youlu HUA, Hui LIU, Xueyang ZHAO, Wei LI a Xiaojian WANG. The Effects of Post Heat Treatment on the Microstructural and Mechanical Properties of an Additive-Manufactured Porous Titanium Alloy. *Materials* [online]. 2020, 13(3). ISSN 1996-1944. 10.3390/ma13030593

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

**doc. Ing. Ladislav Cvrček, Ph.D. ústav materiálového inženýrství FS**


Jméno a pracoviště druhého(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

**Ing. Jan Krčil, Ph.D. ústav materiálového inženýrství FS**


Datum zadání bakalářské práce: **31.03.2022**

Termín odevzdání bakalářské práce: **31.07.2022**

Platnost zadání bakalářské práce: \_\_\_\_\_

  
doc. Ing. Ladislav Cvrček, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

  
prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.  
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

  
prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.  
podpis děkana(ky)

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

20.4. 2022

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne: ..... 29.7. 2022 .....

.....

Podpis

## **Poděkování**

Rád bych poděkoval vedoucímu práce doc. Ing. Ladislavu Cvrčkovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady a analýzy pomocí elektronové mikroskopie. Dále bych rád poděkoval panu Ing. Janu Krčilovi, Ph.D. za pomoc při metalografické analýze a paní Ing. Eleně Čižmárové, Ph.D. za měření nanoindentace.

# Anotace

Práce se zabývá vyhodnocením mikrostruktury 3D tištěné slitiny Ti<sub>24</sub>Nb<sub>4</sub>Ta<sub>8</sub>Sn před a po tepelném zpracování. Teoretická část je věnována titanu, titanovým slitinám, 3D tisku a tepelnému zpracování. V experimentální části jsou popsány zkoušky tvrdosti a nanoindentace, ze které byl určen redukovaný modul pružnosti. Dále je zde popsána analýza chemického složení zaměřeného na lokalizaci cínu ve slitině, protože se jedná o potenciální materiál pro lékařské implantáty. V závěru je posouzena vhodnost slitiny pro výrobu kostních implantátů.

## Klíčová slova

Titan,  $\beta$  titanová slitina, 3D tisk, prášek, implantáty, tepelné zpracování, porézní struktury

## Annotation

The thesis deals with the evaluation of the microstructure of the 3D printed alloy Ti<sub>24</sub>Nb<sub>4</sub>Ta<sub>8</sub>Sn before and after heat treatment. The theoretical part is dedicated to titanium, titanium alloys, 3D printing and heat treatment. The experimental part describes the hardness and nanoindentation tests, from which the reduced modulus of elasticity was determined. Furthermore, an analysis of the chemical composition focused on the localization of tin in the alloy is described here, as it is a potential material for medical implants. In the end, the suitability of the alloy for the production of bone implants is assessed.

## Keywords

Titanium,  $\beta$  titanium alloy, 3D printing, powder, implants, heat treatment, porous structures

# Obsah

1	Úvod .....	9
2	Teoretická část .....	10
2.1	Titan a jeho slitiny .....	10
2.1.1	Krystalická struktura .....	10
2.1.2	Titan .....	11
2.1.3	Slitiny titanu .....	12
2.2	Aditivní výroba titanu .....	14
2.2.1	Vývoj 3D tisku .....	14
2.2.2	Metody 3D tisku titanu .....	14
2.2.3	3D tiskárny .....	18
2.2.4	Prášek .....	22
2.2.5	Výroba .....	23
2.2.6	Recyklace .....	24
2.2.7	Porézní struktury v 3D tisku .....	25
2.3	Beta titanové slitiny .....	27
2.3.1	Mikrostruktura .....	28
2.3.2	Tepelné zpracování .....	30
2.3.3	Žihání ve vakuu .....	31
3	Experimentální část .....	33
3.1	3D tištěné vzorky .....	33
3.2	Příprava vzorků .....	33
3.3	Světelná mikroskopie .....	35
3.4	Elektronová mikroskopie .....	37
3.5	Chemická analýza .....	39
3.6	Tvrдость .....	41
4	Závěr .....	45

## Seznam použitých zkratk a symbolů

HCP	Hexagonální těsně uspořádaná mřížka
BCC	Kubická prostorově středěná mřížka
CP Ti	Commercially Pure Titanium
Ms	Martensit start
LENS	Laser-Engineered Net Shaping
DMD	Direct Metal Deposition
EBM	Electron Beam Melting
SLM	Selective Laser Melting
DMLS	Direct Metal Laser Sintering
CAD	Computer-Aided Design
PBF	Powder Bed Fusion
PREP	Plasma Rotation Electrode Process
GA	Gas Atomization
EIGA	Electrode Induction melting Gas Atomization
PA	Plasma Atomization
IPS	Induction Plasma Spheroidization
ELI	Extra Low Interstitials
TMPS	Triply Periodic Minimal Surfaces
GB	Grain Boundary
STA	Solution Treated and Aged

<b>Symbol</b>	<b>Jednotka</b>	<b>Název</b>
E	[GPa]	modul pružnosti v tahu
R <sub>e</sub>	[MPa]	mez kluzu
R <sub>m</sub>	[MPa]	mez pevnosti
A	[%]	tažnost
α	-	alotropická fáze do 882 °C
β	-	alotropická fáze nad 882 °C
α'	-	martenzitická fáze



# 1 Úvod

Pro výrobu lékařských implantátů se dlouhodobě využívá slitina Ti6Al4V ELI. Její nevýhodou je chemické složení obsahující toxické prvky Al, V a poměrně vysoký modul pružnosti (E). Probíhá tak rozsáhlý vývoj nových materiálů, se zaměřením na  $\beta$  titanové slitiny. V případě této bakalářské práce je to pak Ti24Nb4Ta8Sn. Potenciálně se jedná o materiál, který by mohl být využíván pro kostní implantáty. Důvodem hledání nového materiálu pro kostní implantáty je snaha nahradit slitinu Ti6Al4V ELI obsahující hliník, který je z dlouhodobého hlediska neurotoxický. Dalším důvodem je, že  $\beta$  titanové slitiny obecně vykazují lepší mechanické vlastnosti než zmíněná  $\alpha+\beta$  slitina Ti6Al4V ELI, konkrétně si pak vývoj v tomto směru slibuje a zároveň klade za cíl snížení modulu pružnosti v tahu. Současně užívaná slitina pro implantáty Ti6Al4V ELI vykazuje E kolem 110 GPa, přičemž kortikální kost má E od 5 do 23 GPa. Při použití  $\beta$  titanových slitin se může E značně snížit a pohybovat se kolem 60 GPa, čímž by se materiál pro implantáty přiblížil zmíněné kortikální kosti.

Abychom podali ucelený pohled tohoto tématu, je teoretická část věnována titanu a jeho slitinám, aditivní výrobě titanu a tepelným úpravám. V první části se práce věnuje samotnému titanu, jeho krystalové struktuře, vlivu legujících prvků na slitiny a titanovým slitinám. Druhá část rešerše je zaměřena na jednotlivé technologie aditivní výroby, výrobce 3D tiskáren, výrobu a recyklaci prášku pro 3D tisk titanu. Neméně důležitou částí pro seznámení je třetí kapitola, která se věnuje mikrostruktuře titanových slitin a žíhání ve vakuu.

Hlavním cílem bakalářské práce je vyhodnocení mikrostruktury 3D tištěné slitiny Ti24Nb4Ta8Sn před a po tepelném zpracování. Při vyhodnocování bude kladen důraz na výskyt cínu, který se po 3D tisku segreguje na hranicích zrn, protože tuhne rychleji než ostatní prvky slitiny. Dalším cílem je vyhodnocení mechanických vlastností pomocí zkoušky makrotvrdomosti, mikrotvrdomosti a nanotvrdomosti, ze které bude stanoven redukovaný modul pružnosti. Posouzena bude také možnost využití částečné recyklace prášku a vliv na mechanické vlastnosti slitiny.

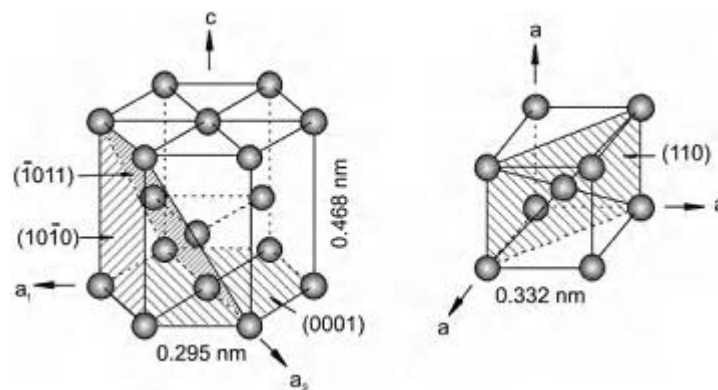
## 2 Teoretická část

### 2.1 Titan a jeho slitiny

Titan [1] nabízí výborné vlastnosti zahrnující vysokou pevnost, tuhost, odolnost proti korozi, vysoké teploty tání, nízkou hustotu, dobrou svařitelnost či biokompatibilitu. Titan a jeho slitiny se využívají v nejrůznějších odvětvích od leteckých motorů přes tepelné výměníky až po biomedicínské implantáty či skladování jaderného odpadu [1], [2], [3].

#### 2.1.1 Krystalická struktura

Titan je prvkem alotropním, existuje tedy ve více než jedné krystalografické formě. K jeho přeměnám dochází z důvodu termodynamické výhodnosti. Při pokojové teplotě má titan hexagonální uzavřenou krystalovou strukturu (HCP), nazývanou jako fáze  $\alpha$ . Tato hexagonální struktura se při teplotě 882 °C přeměňuje na kubickou krystalickou strukturu (BCC), která se nazývá  $\beta$  fáze viz obrázek 1 [4].

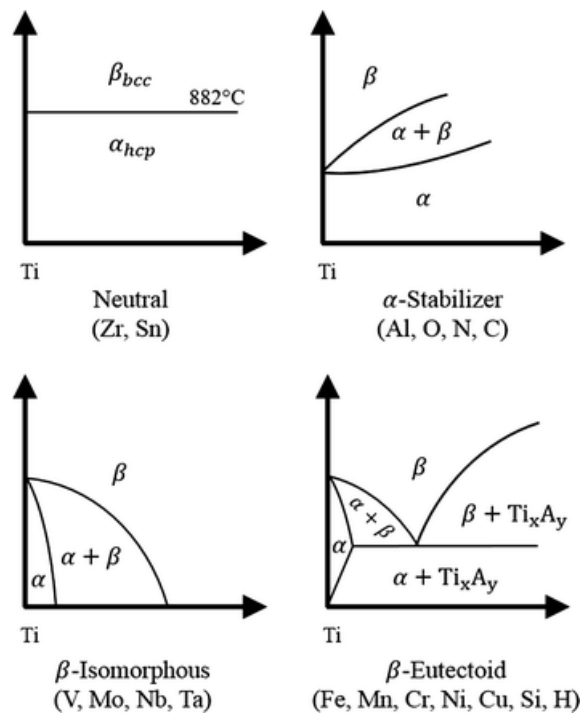


Obrázek 1 Krystalová struktura Titanu HCP  $\alpha$  fáze (vlevo) a BCC  $\beta$  fáze [5]

Rozdíl mezi fázemi  $\alpha$  (HCP) a  $\beta$  (BCC) není pouze v jejich krystalografické struktuře, ale také v jejich vlastnostech. Fáze  $\beta$  má vyšší pevnost, nižší houževnatost, špatnou svařitelnost na rozdíl od  $\alpha$  fáze, která se dá výborně svařovat, ale není tepelně zpracovatelná, přičemž fáze  $\beta$  ano. Zásadní vliv na konečnou fázi má obsah legujících a intersticiálních prvků [6].

Legující prvky se klasifikují jako  $\alpha$  nebo  $\beta$  stabilizátory podle toho, jak ovlivňují teplotu  $\beta$  přechodu. Obecně se legující prvky rozdělují na 4 skupiny. První skupina jsou neutrální prvky, kam spadá Sn a Zn. Mezi  $\alpha$  stabilizátory se

řadí prvky hliník, kyslík a dusík, přičemž tyto prvky zvyšují teplotu, při které je fáze  $\alpha$  stabilní. Další dvě skupiny jsou  $\beta$  stabilizátory, které se dále dělí na izomorfní a eutektické, přičemž na rozdíl od  $\alpha$  stabilizátorů snižují teplotu  $\beta$  transformace. Mezi izomorfní  $\beta$  stabilizátory patří Nb, Ta, Mo a V, mezi eutektické  $\beta$  stabilizátory se pak řadí prvky Fe, Mn a Cr. Následující vlivy výborně demonstruje obrázek 2 [4].



Obrázek 2 Vliv legujících prvků na fázové složení slitin Titanu. Překlad: Neutral - neutrální,  $\alpha$ -Stabilizer -  $\alpha$ -stabilizátor,  $\beta$ -Isomorphous -  $\beta$ -izomorfní,  $\beta$ -eutectoid -  $\beta$ -eutektoidní. [7]

## 2.1.2 Titan

Komerčně čisté titanové materiály (CP Ti) obsahují 99 % a více titanu, přičemž se klasifikují do 4 stupňů dle jejich obsahu kyslíku, železa, uhlíku, dusíku a vodíku (viz tabulka 1). Obsahy těchto prvků dále určují pevnost, tažnost a odolnost proti korozi [8].

Tabulka 1 Stupně komerčně čistého Titanu a jejich chemické složení [9]

ASTM CP Ti	Fe max [%]	C max [%]	O max [%]	N max [%]	H max [%]	Ti [%]
Grade 1	0,2	0,1	0,18	0,03	0,015	Zbytek
Grade 2	0,3	0,1	0,25	0,03	0,015	Zbytek
Grade 3	0,3	0,1	0,35	0,05	0,015	Zbytek
Grade 4	0,5	0,1	0,4	0,05	0,015	Zbytek

Grade 1 má nejlepší tvarovatelnost a vynikající odolnost proti korozi, běžně je tato třída dostupná v podobě desek či hadic. Grade 2 je nejrozšířenější z těchto čtyřech tříd. Nabízí vynikající rovnováhu mezi tažností a pevností. Nachází uplatnění ve zdravotnictví, námořním či automobilovém průmyslu. Grade 3 je naopak nejméně využívaná třída CP Ti, používá se v aplikacích, kde je třeba velká korozní odolnost. Má však vyšší mechanické vlastnosti než její předchůdci. Grade 4 vykazuje nejlepší mechanické vlastnosti a též výbornou korozní odolnost. Srovnání mechanických vlastností jednotlivých CP Ti tříd prezentuje tabulka 2 v následující kapitole [8].

### 2.1.3 Slitiny titanu

Slitiny titanu se rozdělují do těchto základních skupin dle jejich legujících prvků:

1.  $\alpha$  slitiny
2. pseudo  $\alpha$  slitiny
3.  $\alpha+\beta$  slitiny
4.  $\beta$  slitiny
5. pseudo  $\beta$  slitiny

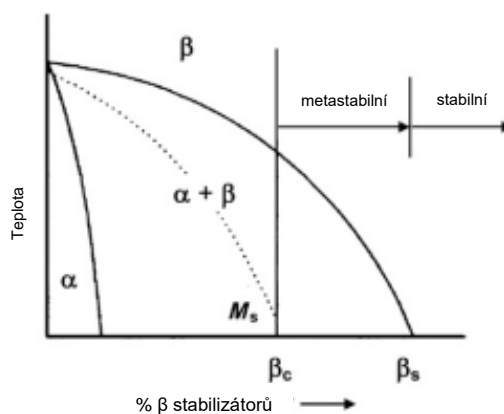
$\alpha$  slitiny mají dosti podobné vlastnosti jako čistý titan. Obecně vykazují vynikající svařitelnost, nízkou až střední pevnost v tahu společně s přiměřeně vysokou tažností a vrubovou houževnatostí, přičemž tato vlastnost je důležitá pro součásti s otvory, závity a ostrými hranami. Tyto slitiny se hojně využívají pro kryogenní nádoby a komponenty.  $\alpha$  slitiny však nejsou tepelně zpracovatelné.

Slitiny s vyšším obsahem přísad ovšem nabízejí značnou odolnost proti tečení (creepu) [8].

Další skupinou jsou  $\alpha$ - $\beta$  slitiny. Většinu slitin lze svařovat, avšak jsou i vytvrditelné. V porovnání s  $\alpha$  slitinami mají také větší pevnost nebo lepší tvárnost. Koncem 40. let bylo zjištěno, že binární slitiny Ti-Al obsahující <2,5 % Al měly nedostatečnou pevnost, zatímco ty obsahující více než 7,5 % hliníku měly nedostatečnou tažnost. To vedlo k hledání nových slitin titanu, kdy se povedlo vynaleznout dodnes hojně užívanou slitinu Ti-6Al-4V. V dnešní době tato slitina představuje více než polovinu celosvětové produkce materiálů na bázi titanu. [8].

Slitiny  $\beta$  titanu jsou definovány jako slitiny obsahující dostatek  $\beta$  stabilizačních prvků, které umožňují udržení  $\beta$  fáze i po ochlazení na pokojovou teplotu. Znamená to tedy, že  $\beta$  stabilizátorů je dostatečné množství na to, aby se při kalení zabránilo průchodu přes teplotu  $M_s$  a je možné získat stabilní i metastabilní tuhý roztok (viz obrázek 3). To, o jaký tuhý roztok se bude jednat, rozhodují především obsahy přídatných látek.  $\beta$  slitiny zaručují velkou pevnost i odolnosti proti creepu i za vysokých teplot [8].

Pro pseudo slitiny platí, že mají do 5 % hmotnosti opačné fáze, než je jejich název [8].



Obrázek 3  $\beta$  izomorfní fázový diagram znázorňující minimální obsahy  $\beta$  stabilizátorů a oblasti metastabilních a stabilních tuhých roztoků.

Pro porovnání mechanických vlastností komerčně čistého titanu a jeho slitin slouží tabulka 2, ve které lze názorně vidět číselně uvedené charakteristiky daných typů titanových slitin.

Tabulka 2 Mechanické vlastnosti komerčně čistého titanu a jeho slitin. [10]

Materiál	E [GPa]	Rm [Mpa]	Re [Mpa]	Tažnost [%]	Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	Typ slitiny
CP Ti grade 1	102	240	170	24	4,5	α
CP Ti grade 2	102	345	275	20	4,5	α
CP Ti grade 3	102	450	380	18	4,5	α
CP Ti grade 4	104	550	483	15	4,5	α
Ti6Al4V – ELI	113	860	795	10	4,4	α+β
Ti6Al4V	113	930	860	10	4,4	α+β
Ti6Al7Nb	114	900-1050	880-950	8-15	4,4	α+β
Ti5Al2,5Fe	112	1020	895	15	4,4	α+β
Ti15Zr4Nb2Ta0,2Pd	94-99	715-919	693-806	18-28	4,4	α+β
Ti29Nb13Ta4,6Zr	80	911	864	13,2	4,4	β

## 2.2 Aditivní výroba titanu

### 2.2.1 Vývoj 3D tisku

Myšlenka vytvořit trojrozměrný objekt vrstvu po vrstvě vznikla dávno před rozvojem myšlenek kolem aditivní výroby. První patentovaný koncept lze přiřadit do roku 1902 Greggovi Peacockovi za jeho laminátové podkovy. O půl století v roce 1952 se zjistily výhody výroby vrstva po vrstvě. V období od 60. do 80. let bylo zaznamenáno množství dalších patentů, což jen prohloubilo myšlenku pro výrobu trojrozměrného objektu vrstvu po vrstvě. Následně v roce 1986 Charles Hull založil 3D Systems a v roce 1987 uvedl vůbec první 3D tiskárnu – SLA-1, čímž se zrodil 3D tisk. Do roku 1998 můžeme mapovat komercializaci firmy Optomec, která uvedla do výroby systém, jež laserem tavil kovový prášek (LENS) [11], [12].

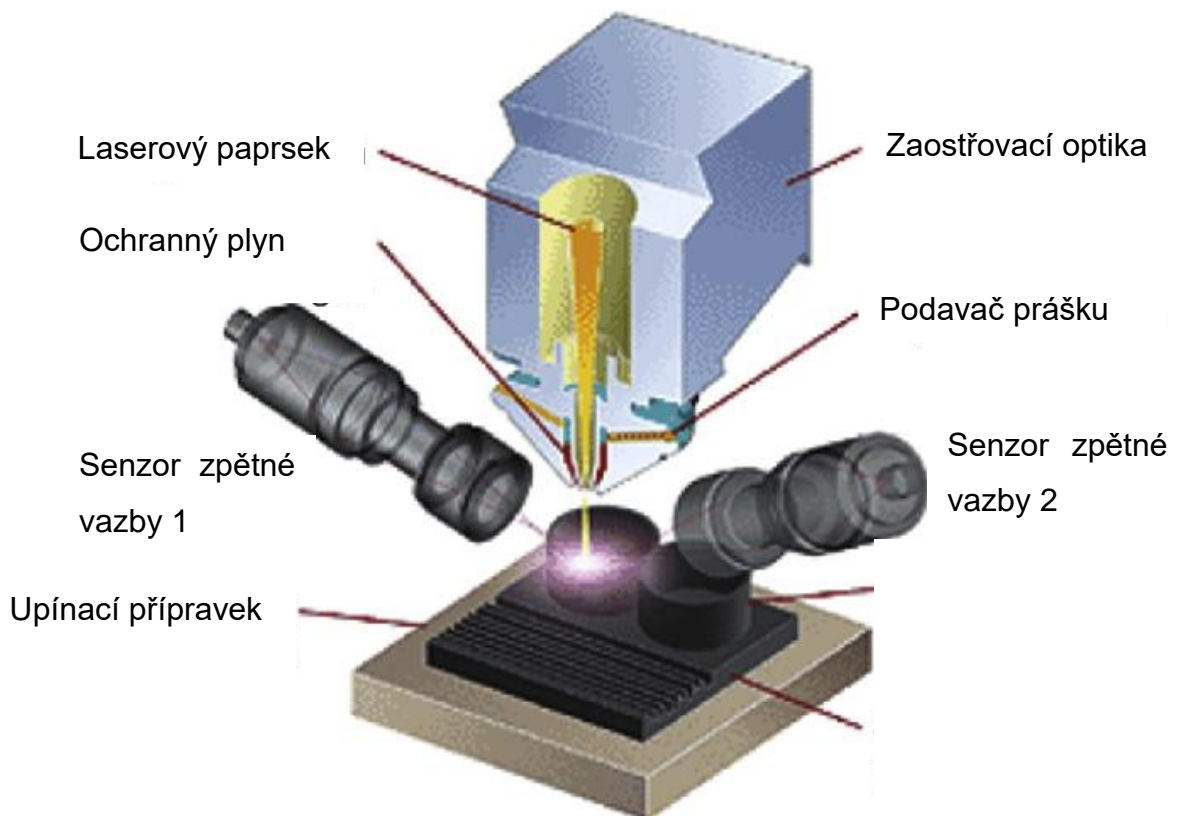
### 2.2.2 Metody 3D tisku titanu

Technologie aditivní výroby zahrnují výrobní metody, které jsou dnes běžně označovány jako 3D tisk. Tento proces vytvořil silné propojení mezi digitální a fyzickou formou výrobku. Z tohoto důvodu dochází ke stále vyšší implementaci této výrobní technologie do praxe, jelikož nabízí nové přizpůsobení

výrobních modelů a optimalizovat jejich výrobní strategie za pomoci zmíněných výrobních technologií [13].

#### *DMD – Direct Metal Deposition*

Metoda Direct Metal Deposition (obrázek 4) na rozdíl od všech následujících technologií přivádí prášek přímo na místo určení pomocí trysky. Nevyužitý objem prášku se nedá znovu využít, jelikož ztuhne. Metoda se používá také pro povlakování či opravu povrchu [14].

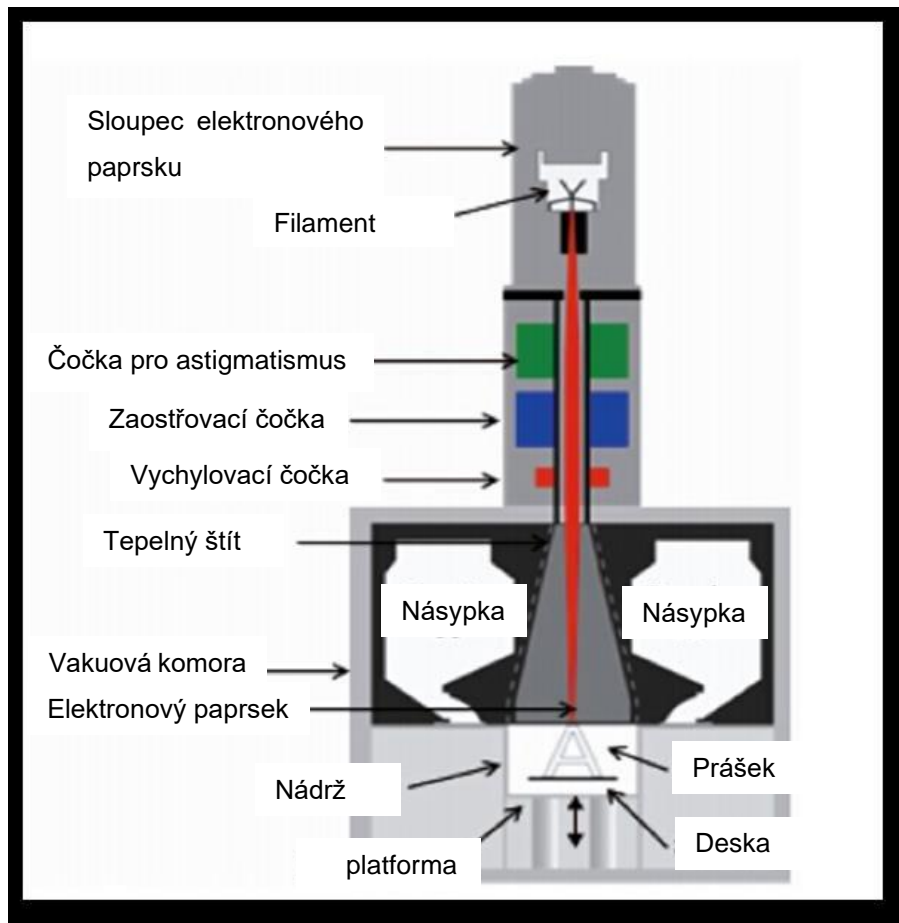


Obrázek 4 DMD schéma, [15]

#### *EBM – Electron Beam Melting*

Electron Beam Melting (obrázek 5) je výrobní proces, při němž je kovový prášek taven pomocí vysokoenergetického elektronového paprsku v předehřáté vakuové komoře, kde se vytváří menší zbytkové napětí vlivem pomalejšího chladnutí. Elektronové dělo má žhavené wolframové vlákno emitující proud elektronů, který je usměrněn magnetickým polem, kde zrychlí zhruba na polovinu rychlosti světla. Taví prášek vrstvu po vrstvě, čímž vytváří 3D objekt odpovídající specifikacím určeným dle CAD modelu. Celý proces výroby probíhá ve vakuu,

aby nedocházelo k oxidaci, která může ohrožovat vysoce reaktivní materiály. Spotřebovává méně energie a jedná se o nejrychlejší metodu, zároveň je však nejdražší [14].



Obrázek 5 EBM schéma [16]

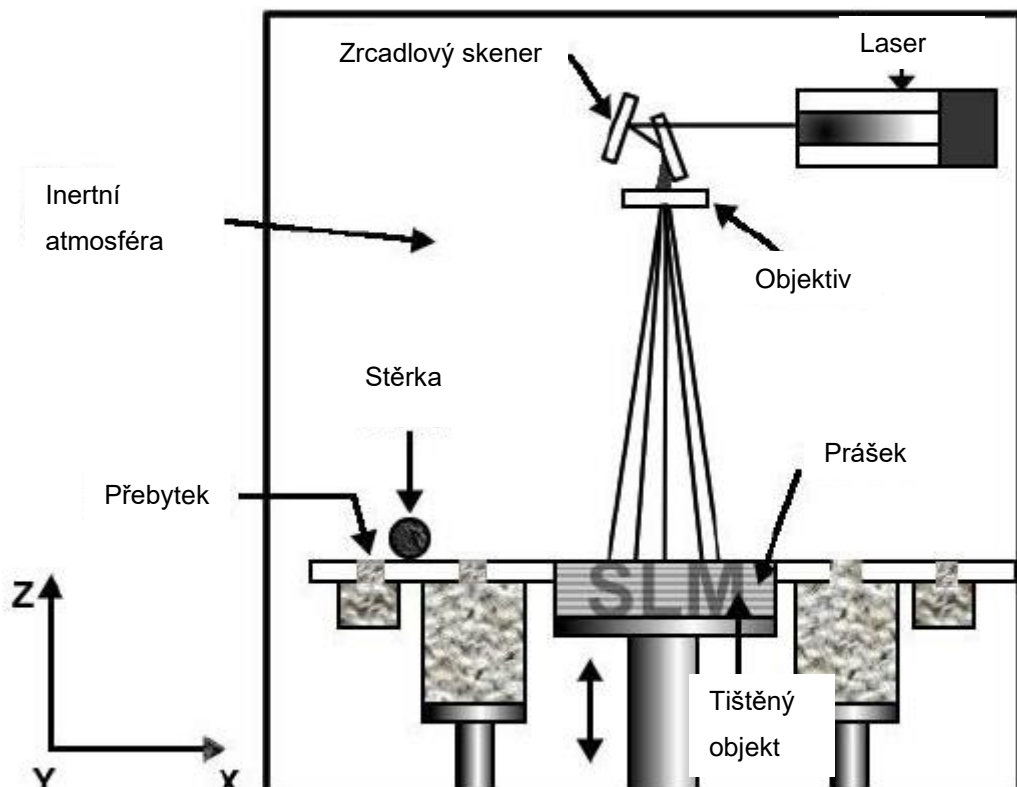
Technologie EBM vyrábí díly s vysokou pevností, které maximálně využívají vlastnosti kovů v prášku. Díky vysokým teplotám, kolem 2000 °C, se při výrobě lze zbavit nejrůznějších nečistot, které se mohou hromadit při odlévání kovů či dalších způsobech výroby. EBM se používá k výrobě součástí pro lékařské aplikace, automobilový průmysl či letectví. Jedna z nevýhod této technologie je patrně fakt, že SLM a DMLS metodou lze dosáhnout hladšího povrchu a přesněji vytvořeného objektu [14].

### *SLM – Selective Laser Melting*

Selective Laser Melting (obrázek 6) se užívá nejvíce k výrobě kovových dílů. SLM metoda spadá do největší skupiny aditivní výroby kovů, a sice do LPBF,



kteřá jako celek zastupuje 80 % celé aditivní výroby kovů. SLM dosahuje úplného roztavení prášku pomocí laseru, jak vyplývá již z názvu. Proces je řízený počítačem za pomoci digitálního modelu. Ten je rozdělen na tenké vrstvy, které tvoří 2D řezy. Pomocí stěrky se nanáší prášek vrstva po vrstvě, přičemž každá jednotlivá je tavena zmíněným laserem. Po spečení každé jedné vrstvy se pracovní deska posouvá dolů a je nanášena další vrstva prášku. Tento proces se opakuje, dokud není objekt zcela hotov. Některé tiskárny disponují dvěma nanášecími prášku nebo více lasery z důvodu urychlení výroby. V důsledku vysokých teplotních gradientů mezi roztavenými částicemi a okolním práškem může vznikat napětí a následně i deformace. Proto jsou potřeba i podpurné konstrukce, aby bylo možné odvádět teplo z kritických oblastí. Obecně se dá říci, že převisy a duté konstrukce pod úhlem  $0^\circ - 45^\circ$  je vhodné podepřít.



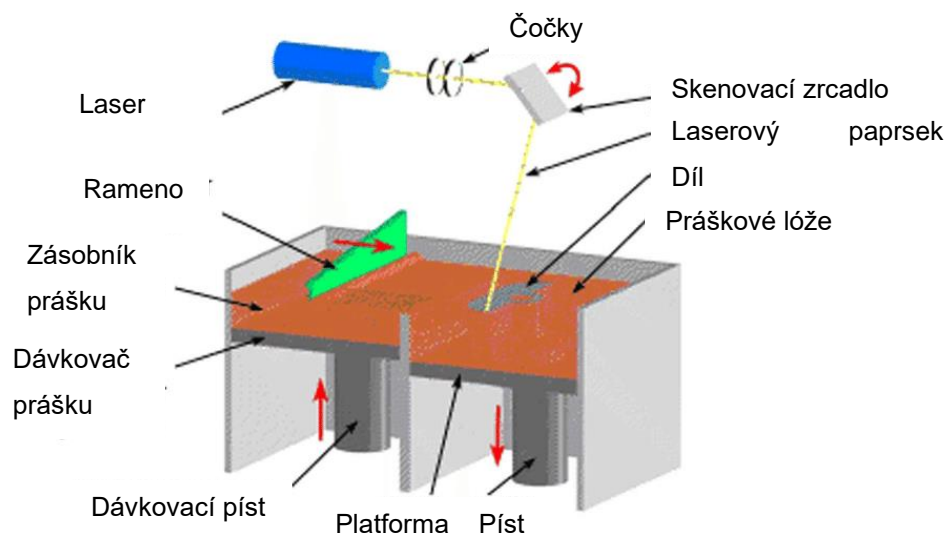
Po dokončení procesu je však třeba tepelné zpracování dílu [14], [16].

Obrázek 6 Schéma SLM [17]

### *DMLS – Direct Metal Laser sintering*

Metoda Direct Metal Laser Sintering (obrázek 7) se od metody SLM liší pouze v jedné věci, a sice v pracovní teplotě, která je nižší (nedosahuje se zde

úplného roztavení prášku). Váleček zajistí rozprostření tenké vrstvy prášku a pracovní prostor předejde daný materiál, který je následně dle CAD návrhu spékán laserem lehce pod bodem tání daného materiálu vrstvu pro vrstvě, dokud není objekt hotový. Po dokončení výrobního procesu je nutné vyčkat, než díl vychladne, poté je možné vyjmout objekt z práškové lože a případně odstranit podpurné sktruktury. DMLS lze tedy použít i na slitiny, v případě titanu se jako ochranná atmosféra používá argon. Výhodou této metody je, že nedochází k tání materiálu, díky čemuž je možné tisknout z materiálů s různými teplotami tání. Může se dokonce kombinovat kovový i plastový materiál, příkladem je Alumid, tedy směs nylonového a hliníkového prášku [14], [16].



Obrázek 7 DMLS schéma [18]

### 2.2.3 3D tiskárny

Během posledních let došlo k zásadnímu nárůstu nabídky i poptávky po 3D tiskárnách kovů. Výrobci uvádějí na trh stroje na aditivní výrobu kovů, které zvládají pracovat rychleji, jsou snáze ovladatelné, výkonnější s rostoucím počtem kompatibilních kovů a jejich slitin. Přestože ceny tiskáren pro aditivní výrobu kovů pomalu klesají, stále se jedná o poměrně drahá zařízení, jejichž cena se pohybuje od 80 000 \$ do téměř 1 000 000 \$ [19].

Mezi přední výrobce patří firma TRUMPF, která byla založena roku 1923 v Německu jako mechanická dílna. Od té doby se značně rozrostla a dnes mimo 3D tiskárny vyrábí obráběcí stroje, lasery či elektroniku pro průmyslové aplikace.

Jedním z modelů, které firma TRUMPF nabízí je TruPrint 1000 (obrázek 8). Jedná se o tiskárnu disponující PBF technologií, což znamená, že je tiskárna schopna DMLS i SLM tisku. Její pracovní prostor je 100 x 100 x 100 mm. Na trh byla uvedena v roce 2015 a její cena se aktuálně pohybuje kolem 170 000 \$ [19].



*Obrázek 8 TRUMPF TruPrint 1000 [19]*

Zvýšenému zájmu budiž příkladem firma Xact Metal, která byla založena v roce 2017 na State College v USA. Této firmě se podařilo vyvinout a patentovat technologii (Xact Core™ and Recoater), díky které zkonstruovala vysoce výkonnou a cenově dostupnou tiskárnu XM200C, viz obrázek 9. Tiskárna je vhodná pro univerzity, malé a střední podniky, její cena se pak pohybuje kolem 65 000 \$. Tiskárna byla uvedena na trh v roce 2021 a má pracovní prostor 127 x

127 x 127 mm. Její technologie patří do PBF rodiny. Mezi zajímavé výhody patří rychlost tisku, ta může být až 500 mm/s [19].



*Obrázek 9 Xact Metal XM200C [19]*

Dalším příkladem lukrativnosti tohoto oboru je založení firmy GE Additive v roce 2016 nadřazenou společností General Electric. Mezi nabízené modely touto firmou patří Arcam EBM Spectra L, viz obrázek 10. Již z názvu lze vyčíst, že se nejedná o PBF technologii, ale o EBM. Pracovní prostor je 350 x 350 x 430

mm, na trh byla tiskárna uvedena v roce 2019. Její cena přesahuje 250 000 \$, přičemž dokáže tisknout titan a měď [19].



*Obrázek 10 GE Additive Arcam EBM Spectra L [19]*

Jedním z mnoha dalších výrobců 3D tiskáren je firma SISMA založena roku 1961 v Itálii. V prvopočátku své existence se věnovala výrobě šperků, díky čemuž si vydobyla renomé. Postupně se začala věnovat také produkci laserů, než se v roce 2014 dostala k výrobě 3D tiskáren pro aditivní výrobu kovů. Mezi nabízené modely této firmy patří EVEMET 200 (obrázek 11) uvedený na trh v roce 2019. Zajímavostí této tiskárny je, že její pracovní prostor má rotační tvar – průměr 200 mm a stejný rozměr má i výška pracovního prostoru. Zařízení využívá PBF technologii a dokáže tisknout z jakéhokoliv kovového prášku. Její cena však začíná na 350 000 \$ [19].



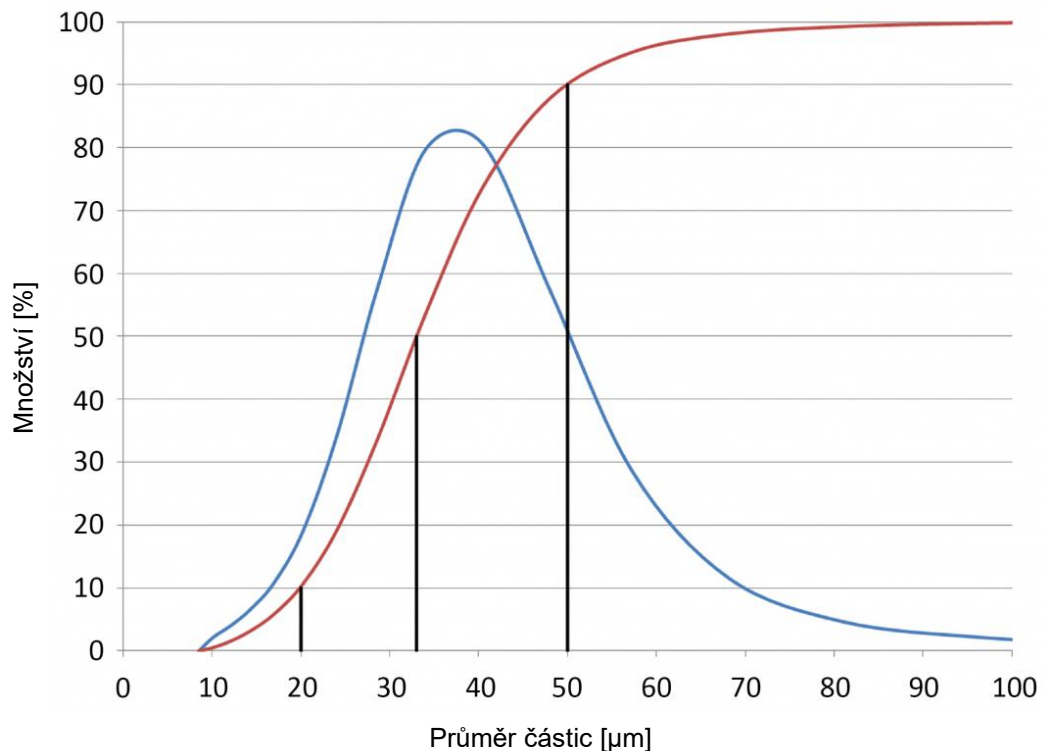
Obrázek 11 Sisma EVEMET 200 [19]

Značný pokrok byl zaznamenán i v oblasti 3D tisku živých tkání, které mají využití v regenerativní medicíně, farmaceutickém testování či dalších odvětvích. Výroba těchto tkáňových struktur umožňuje i tisk celých orgánů, ty však mohou být užívány pouze pro výzkumné účely. V budoucnosti by však mohly být transplantovány lidským pacientům. Mezi přední výrobce tiskáren pro tyto účely patří: ROKIT, REGEMAT3D, Brinter, GeSim a mnoho dalších [20].

## 2.2.4 Prášek

Prášky se používají v široké škále průmyslových aplikací již více než 100 let. Aditivní výroba pomocí práškové metalurgie se naopak řadí k novějším odvětvím a využívá technologický pokrok za zmíněný časový úsek. Prášky se obvykle popisují na základě údajů jako jsou chemické složení, distribuce velikosti částic nebo zdánlivá hustota. Ještě před hodnocením těchto údajů se objevuje otázka kulovitosti prášku. Obecně platí, že nekulovité prášky nejsou vhodné pro aditivní výrobu. Kulovitý tvar při výrobě zlepšuje průtok i relativní hustotu. Protože však prozatím neexistují uznávané metody, které by určovaly tvar či morfologii prášku, používají se k analýze prášku SEM snímky či jiné fotografické metody [21].

Zásadní charakteristikou prášku je rozdělení velikosti částic (PSD). Obvykle bývá rozdělení dle percentilů, a sice D10, D50 a D90. D10 znamená, že 10 % hmotnosti je jemnější než tato mikronová velikost. Velikost D90 udává, že 10 % hmotnosti prášku je hrubší než velikost mikronů. D50 pak představuje střed distribuce. Obrázek 12 ukazuje 15-45  $\mu\text{m}$  PSD na základě objemu částic prášku, následně se převádí na hmotnost [21].



Obrázek 12 PSD graf: červená – kumulativní objem, modrá – procenta intervalu, černá – D10, D50 a D90 [21]

## 2.2.5 Výroba

Titanový prášek se dá vyrobit více způsoby. Mezi základní patří konvenční metody výroby, kterými jsou myšleny dobře zavedené procesy, jako je proces plazmové rotační elektrody (PREP), atomizace plynem (GA), indukční tavení elektrodou – plynová atomizace (EIGA), plazma atomizace (PA) a indukční sferoidizace plazmatu (IPS) [21].

Proces plynové atomizace byl vyvinut v roce 1988. Roztavená vsázka se vlívá do indukčně vyhřívané trysky a výsledný proud kovu se atomizuje vysoce tlakovaným argonem. Základním materiálem pro tento proces mohou být tyče, ingoty či vratný materiál [21].

PREP je proces odstředivé atomizace pro výrobu titanového předslitnového prášku, vyvinutý společností dnes známou jako TIMET. Tento proces využívá bezhrotou a broušenou rychle rotující tyč. Roztavené kapky se odstřeďují a tuhnou za letu v atmosféře helia. Tavení i atomizace probíhá v komoře z nerezové oceli o průměru 2,4 m udržované při tlaku helia. Zmíněné tyče mají průměr 64mm a rotují rychlostí 15 000 ot./min [21].

Při procesu EIGA je pomalu rotující předlegovaná tyč přiváděna do kónické indukční cívky. Konec tyče je zahříván a roztavený titan padá do atomizační hubice, kde je kapalný titan atomizován vysokotlakým inertním plynem. Průměr tyče se pohybuje v rozmezí 25–70 mm a rychlost posuvu je 40–60 mm/min [21].

Při PA procesu je tyč přiváděna do plazmových hořáků. Plazma roztaví drát a rozbije kapalinu na drobné kapičky, které za letu tuhnou. PA způsob výroby má velice úzký rozsah velikosti prášku, které se pohybuje kolem 40  $\mu\text{m}$  [21].

Proces plazmové sferoidizace vyrábí nepravidelné prášky na kulovitý prášek. Tento způsob vyvinula společnost Tekna Plasma Systems Inc. V tomto ději, je výchozí prášek přiváděn do indukčního plazmatu, kde se roztaví a okamžitě ztuhne na sférické práškové částice [21].

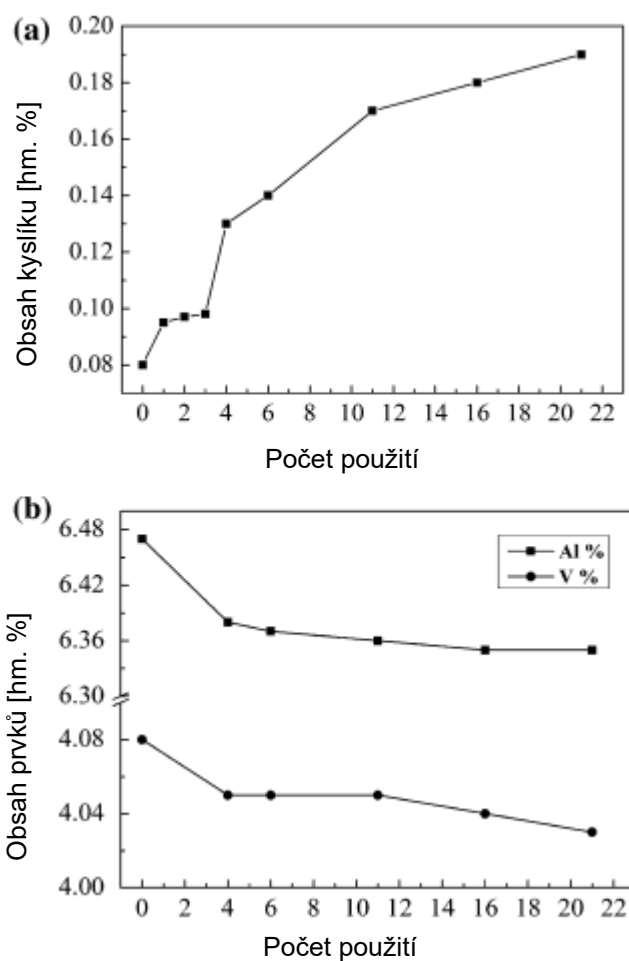
## 2.2.6 Recyklace

Vzhledem k časové i finanční náročnosti výroby prášku se v současnosti obvykle prášek recykluje. Nespečený prášek po dokončení tisku dále obklopuje zhotovenou součást, a právě tento neexponovaný prášek je dále recyklován k opětovnému tisku. Tento proces má však svá úskalí a vliv na následné vlastnosti prášku. Protože aditivní výroba  $\beta$  titanových slitin je stále novinka a probíhá vývoj, nejsou doposud známé publikace zabývající se recyklací prášku právě těchto slitin [22].

Pokud přistoupíme k recyklaci a opětovné aditivní výrobě nejrozsáhleji užívané slitiny titanu, tedy Ti6Al4V, bylo zjištěno, že se při opětovném použití prášku zvyšuje obsah kyslíku, k čemuž dochází v době, kdy je prášek vystaven působení vzduchu. Obsah kyslíku závisí na době expozice a vlhkosti prostředí. Dále dochází naopak k mírnému poklesu hliníku i vanadu způsobený pomalým



odpařováním při tisku. Při výrobě z prášku Ti6Al4V ELI musí chemické složení vyhovovat pro hliník 5,5-6,5 hm. %, pro vanad 3,5-4,5 hm. % a pro kyslík do 0,13 hm. %. Pro standardní Ti6Al4V může prášek obsahovat až 0,2 hm. % kyslíku. Z obrázku 13 lze tedy vyčíst, že prášek Ti6Al4V ELI by neměl být použit více než čtyřikrát, zatímco standardní Ti6Al4V lze použít více než dvacet jedna krát. Tento problém se však dá řešit mícháním recyklovaného a nového prášku [22].



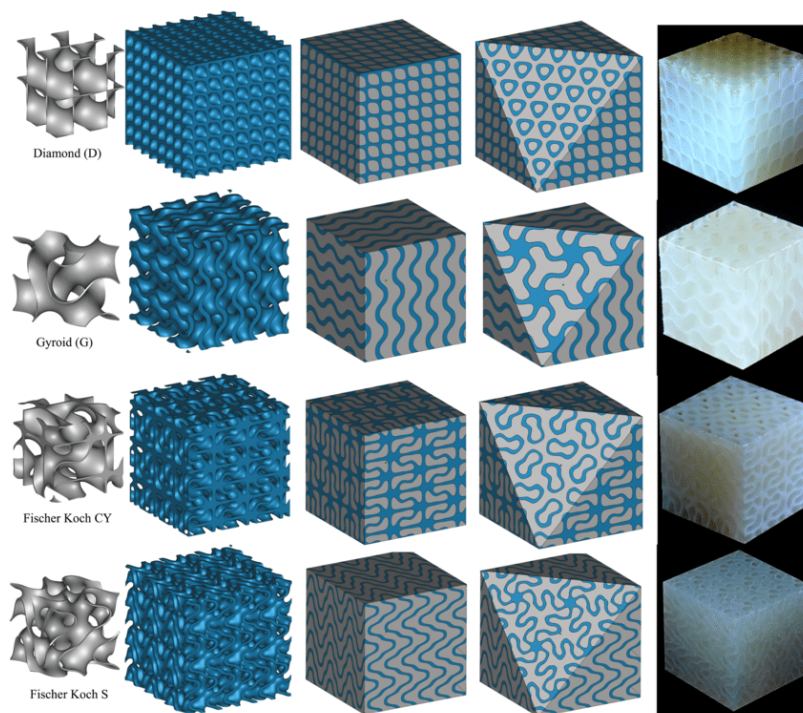
Obrázek 13 a) závislost obsahu kyslíku na počtu použití b) závislost obsahu Al a V na počtu použití [22]

Obsah kyslíku má také vliv na mechanické vlastnosti, kdy s narůstajícím obsahem kyslíku dochází k nárůstu  $R_e$  i  $R_m$ , avšak klesá  $A$ . Pokles tažnosti však není výrazný, teprve za kritickým obsahem kyslíku (0,33 hm. %) dochází k výraznému poklesu tažnosti [22].

## 2.2.7 Porézní struktury v 3D tisku

V současnosti je kladen důraz na snižování hmotnosti a co možná nejefektivnějšího využití materiálu, čehož následkem je i snížení nákladů

na finální výrobek. Byly vyvinuty struktury, které vycházejí právě z těchto požadavků. Mezi atraktivní a též užívané varianty se zařadily tzv. Triply periodic minimal surfaces (TPMS). Základním stavebním kamenem těchto struktur je elementární buňka, která se periodicky opakuje. Tyto otevřené struktury prokazatelně optimalizují například migraci i kostních buněk u implantátů. Příklady těchto TPMS struktur jsou Diamond, Gyroid, Fischer Koch CY a S. Ukázka jejich geometrie je na obrázku 14 [23], [24].



Obrázek 14 TPMS [24]

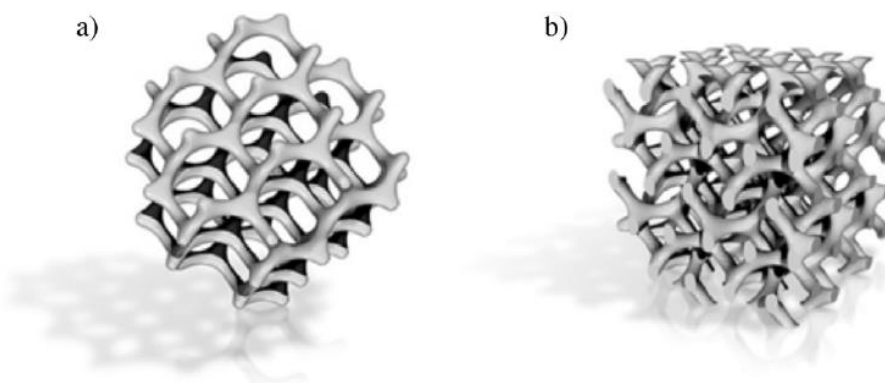
První zmínku o TPMS učinil v 19. století německý matematik Schwarz, který představil diamantové plochy. Obecně jsou nejznámější ty, které mají kubickou symetrii, protože na ně lze pohlížet jako na stavební kámen jakýchkoliv geometrických struktur [24].

Při hledání optimálních struktur se však velice slibně ukázala gyroidní struktura a stala se tak předmětem rozsáhlých výzkumů. Gyroidní struktura byla poprvé objevena v roce 1967 Luzzatim jako kubická váze lipidových systémů vody. V roce 1970 byl tento minimální povrch identifikován vědcem Schoenem, který poskytnul matematický popis, který lze vidět v rovnici 1 definující gyroid [25].

$$\sin x \cos y + \sin y \cos z + \sin z \cos x = t \quad (1)$$

V rovnici je  $x$ ,  $y$ ,  $z$  definováno jako  $2\pi X/a$ ,  $2\pi Y/a$ ,  $2\pi Z/a$ , kde  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$  jsou souřadnice specifických bodů v krychlové jednotkové buňce. Proměnné  $a$  a  $t$  pak určují kubickou velikost jednotkové buňky a podíl plnění gyroidních sítí [25].

Gyroidní struktura se obecně vyznačuje vysokou pevností, která je schopna zachovat mechanické vlastnosti objemové části. Struktura může být specificky navržena tak, aby měla buď anizotropní nebo osově symetrickou tuhost, která nabízí potenciál právě pro konstrukční aplikace, kde je směr odporu kritický. Další výzkum ukázal zlepšené mechanické vlastnosti tzv. dvojitého gyroidu. Porovnání standardního a dvojitého gyroidu lze vidět na obrázku 15 [26].



Obrázek 15 a) standardní gyroid, b) dvojitý gyroid [27]

## 2.3 $\beta$ titanové slitiny

Metastabilní slitiny  $\beta$  jsou velice slibnými kandidáty pro konstrukční aplikace díky zlepšeným kombinacím houževnatosti a odolnosti proti únavě ve srovnání se slitinami  $\alpha$  a  $\alpha - \beta$ . Ani tyto vlastnosti však nezaručují plné přijetí metastabilních slitin  $\beta$  kvůli jejich vyšší ceně, respektive kvůli ceně jejich legujících prvků. Právě aditivní výroba slibuje překonání těchto omezení, protože zaručuje vyšší materiálovou efektivitu, čímž snižuje čisté materiálové náklady a zároveň metastabilní slitiny  $\beta$  jsou vhodné pro aditivní metody výroby [28].

$\beta$  slitiny titanu jsou obecně citlivé na tepelné podmínky, jako je rychlost ochlazování, teplota stárnutí či doba setrvání, což představuje zásadní problém a výzvu pro řízení mikrostruktury a fázového složení během aditivního způsobu výroby. I přesto je možné v takovéto  $\beta$  slitině dosáhnout jediného  $\beta$  fázového stavu prostřednictvím vhodného výběru slitiny a znalosti tepelných podmínek během zpracování. Pokud se podaří dosáhnout jediný fázový stav, tedy  $\beta$  fázový stav, poskytuje větší příležitost pro zpracování po depozici díky vyšší

deformovatelnosti a umožňuje řízené přizpůsobení mikrostruktury pomocí přímého tepelného zpracování stárnutím [28].

Při vývoji nových slitin pro biomedicínské aplikace dochází k zásadnímu poklesu modulu pružnosti viz tabulka 3. Tato redukce následně zlepšuje osseointegraci a zabraňuje kostní atrofii tím, že zabraňuje stresovému stínění a kostní resorpci. Právě  $\beta$  slitiny nabízejí v tomto ohledu nejslibnější vlastnosti, dále nabízejí také zlepšenou pevnost a korozní odolnost. Velká pozornost při vývoji je věnována slitinám na bázi Ti-Nb díky jeho dobré biokompatibilitě. Další přídatné prvky slouží k doladění výsledných vlastností dané slitiny, řadí se mezi ně Ta, Zr nebo Sn. Mezi tyto materiály patří například Ti-35Nb-10Ta nebo Ti-35Nb-7Zr-6Ta [29].

Tabulka 3 Referenční materiál Ti64 v porovnání s některými  $\beta$  slitinami [30], [31]

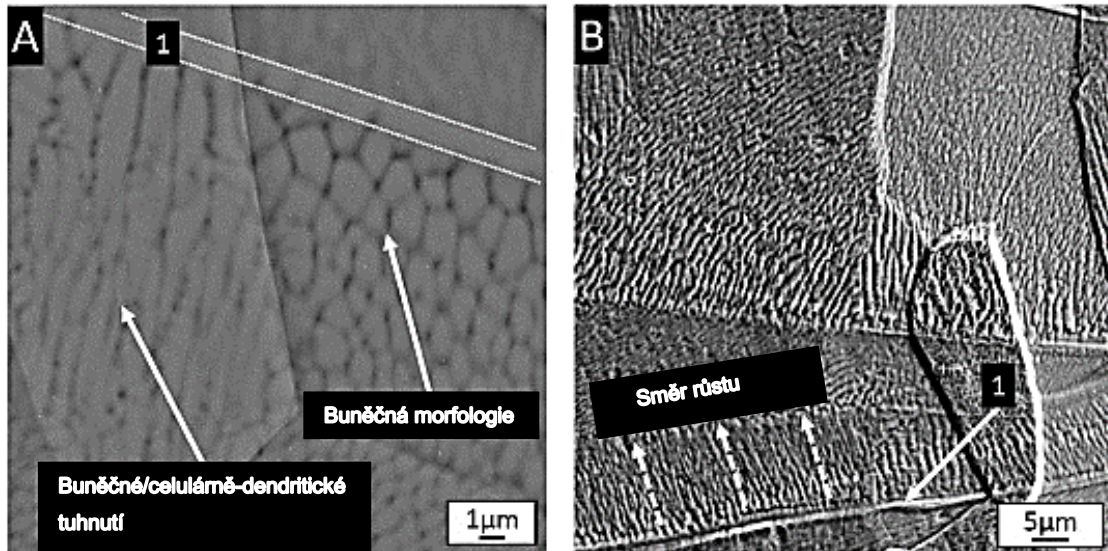
Materiál	Mikrotvrdost dle Vickerse	E [GPa]	Tepelné zpracování
Ti-6Al-4V	300	110	Žihání
Ti-15Mo	470	73	Žihání
Ti-13Mo-7Zr-3Fe	345	89	Žihání
Ti-5Fe-25Nb	789	102	Nitridace
Ti-40Nb	417	71	Nitridace

### 2.3.1 Mikrostruktura

Porézní kovové materiály mají v porovnání s plně objemovými materiály mnoho vynikajících vlastností, jako je nižší hustota, velký povrch či výbornou propustnost, proto jsou hojně užívány nejen v lékařském, ale i v automobilovém či leteckém průmyslu [32].

Nejčastěji studovanou  $\beta$  slitinou s ohledem na aditivní výrobu je Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. V tuhnutí značnou měrou dominuje epitaxní růst, který je typický pro SLM. Tato slitina podobně jako Ti6Al4V tvoří po výrobě protáhlá zrna, která rostou přes hranice tavné lázně. Zrna rostou do nepravidelných tvarů se slabou texturou povrchu. Prvky Mo a Cr ve slitině jsou náchylné k segregaci

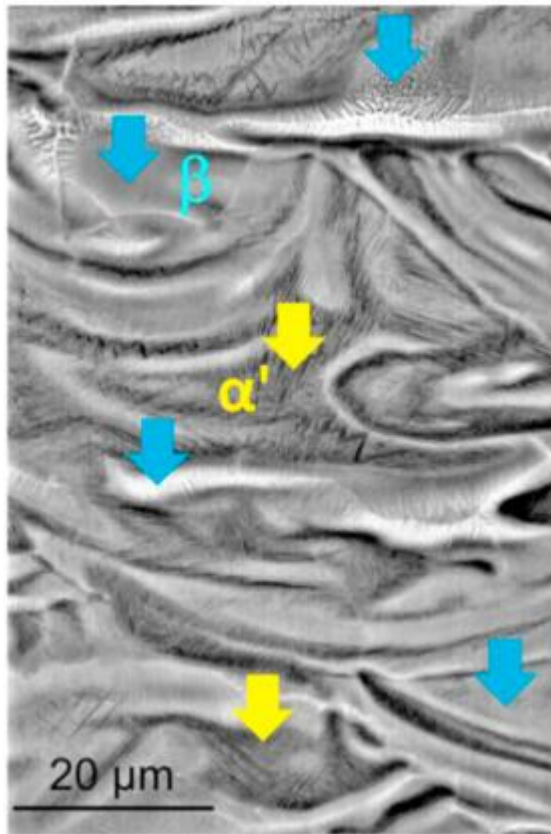
na hranicích zrn ještě před tuhnutím ostatních prvků ve slitině, což vede ke vzniku buněčně-dendritické struktury viz obrázek 16. Dále bylo zjištěno, že velikost a frakce sloupcovitých zrn se postupně zmenšuje [33], [34].



Obrázek 16 A) Buněčně/celulárně-dendritické tuhnutí taveniny, B) planární tuhnutí se mění na celulární tuhnutí [34]

Obecně platí, že tvorba  $\alpha$  precipitátů souvisí s teplotním gradientem a rychlostí ochlazování. Opakované zahřívání laserovým paprskem způsobuje tvorbu  $\alpha$  precipitátů především ve spodních vrstvách vytvářeného objektu, protože maximální teplotní gradient je vždy přítomen rovnoběžně se směrem stavby v počátečních vrstvách kvůli odvodu tepla směrem dolů k podložce tisku. Ve vyšších vrstvách teplotní gradient klesá, jelikož je teplo odváděno nejen k podložce, ale i do okolního inertního plynu. Kromě toho je rychlost ochlazování v horních vrstvách relativně vyšší, protože v horní oblasti probíhá méně tepelných cyklů. Proto jsou v horních vrstvách  $\alpha$  precipitáty vidět jen zřídka [35], [36].

Vzhledem k rychlému ochlazování doprovází aditivní výrobu proces, který podporuje tvorbu martenzitických struktur v titanových slitinách viz obrázek 17. Protože je tepelná vodivost v průběhu výroby anizotropní, zrna se protahují, což způsobuje anizotropní vlastnosti konečného výrobku. Pro dosažení konečných provozních vlastností se užívá právě následné tepelné zpracování [35], [36].

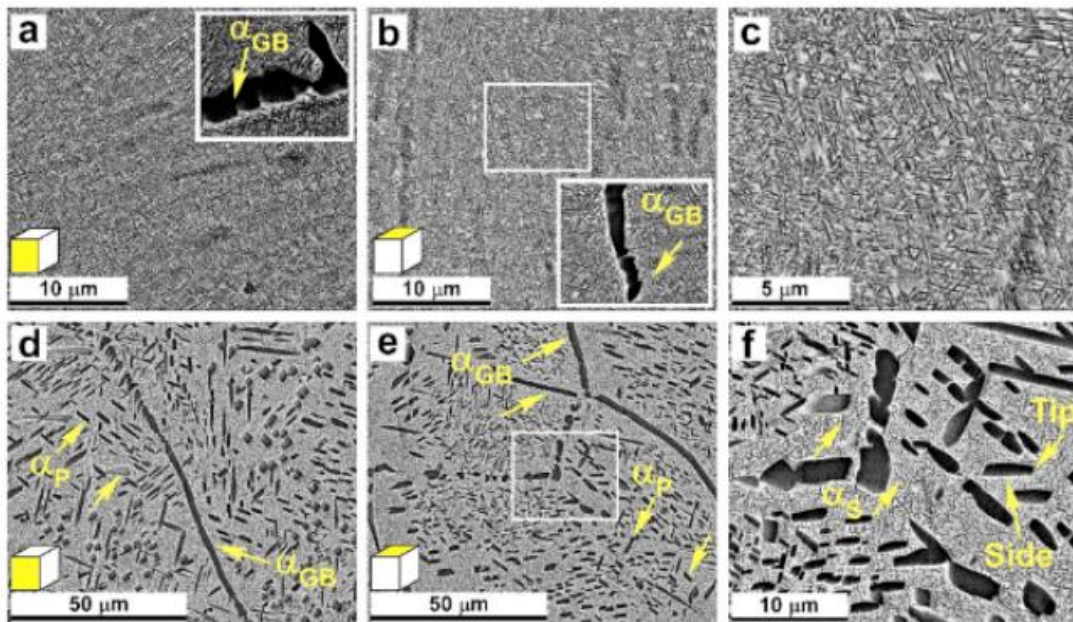


Obrázek 17 Heterogenní mikrostruktura s jehlicovitou martenzitickou  $\alpha'$  fází (žluté šipky) a  $\beta$  fází s buněčnou strukturou (modré šipky) [35]

### 2.3.2 Tepelné zpracování

Důležitou charakteristikou  $\beta$  titanových slitin je jejich vysoká variabilita mikrostruktury s ohledem na různé tepelné úpravy, což vede k široké škále jejich mechanických vlastností [33].

Pro pochopení vlivu tepelného zpracování slouží obrázek 18, kde lze pozorovat, že jak v horizontální, tak ve vertikální rovině převládá transformovaná  $\beta$  fáze, která obsahuje primární  $\alpha$  fázi ( $\alpha_P$ ) i jehličkovitou sekundární  $\alpha$  fázi ( $\alpha_S$ ). Dále lze pozorovat menší množství hranic zrn  $\alpha$  fáze ( $\alpha_{GB}$ ) [35].



Obrázek 18 SEM snímky prezentující mikrostrukturu:  $\beta$ -STA a) vertikální pohled, b) a c) horizontální pohled;  $\alpha/\beta$ -STA d) vertikální pohled, e) a f) horizontální pohled [35]

Z obrázku 18 je zřejmé, že nehomogenita struktury byla úspěšně vyřešena tepelným zpracováním. Okolní teplota nad  $T_{\beta}$  vede k fázové transformaci, která by přiměla  $\alpha$  fázi k úplné přeměně na  $\beta$  fázi. Za podmínek  $\beta$ -STA je žihání následované stárnutím při 600 °C, při kterém dochází k vysrážení  $\alpha_S$  v dříve vzniklých  $\beta$  zrnech. Malé množství  $\alpha_{GB}$  fáze pozorované u  $\beta$ -STA může souviset s vysokou teplotou stárnutí a dostatečně dlouhou dobou trvání tohoto procesu. Obecně je přítomnost bimodální struktury ve stavu  $\alpha/\beta$ -STA výsledkem stárnutí. Když teplota klesne z oblasti  $\beta$  fáze do oblasti  $\alpha+\beta$  fáze, fáze  $\alpha$  nukleuje a roste přednostně podél hranice zrn předchozí  $\beta$  fáze, přičemž je následně považována za fázi  $\alpha_{GB}$ . Dále roste  $\alpha_P$  fáze uvnitř již vzniklých  $\beta$  fázových zrnech [35].

### 2.3.3 Žihání ve vakuu

Vzhledem k okolnostem výroby, tedy opakovanému tavení a tuhnutí, při kterém je prášek taven laserovým paprskem, dochází k zásadnímu

epitaxnímu růstu, který způsobuje sloupcovitá zrna. Mimo to též dochází k vysoké rychlosti tuhnutí, která způsobuje vznik nerovnovážných struktur [37].

Žíhání se využívá ke zvýšení tažnosti a ke snížení tvrdosti. Tato změna je výsledkem snížení dislokací v krystalové struktuře materiálu. Obvykle se provádí, aby ochránilo materiál před křehkým porušením nebo pro lepší následnou tvarovatelnost. Celý proces spočívá v zahřátí nad teplotu rekrytalizace a dá se rozdělit na 3 části [38]:

1. Zotavení – v této fázi se materiál ohřívá v peci na teplotu, která je potřebná k uvolnění vnitřního pnutí [38].
2. Rekrytalizace – materiál je dále ohříván na teplotu rekrytalizace, ale pod bod tání, což způsobí tvorbu nových zrn bez zbytkového napětí [38].
3. Růst zrna – ochlazováním materiálu specifickou rychlostí dochází k růstu nových zrn [38].

Protože titan není výjimka od ostatních kovů, užívá se mnoho způsobů žíhání. Dle použité teploty při žíhání, se mění vlastnosti slitiny. Stejně jako pro ostatní kovy platí, že se nedají určit jednoznačné parametry žíhání, musí se tedy uvažovat obsah jednotlivých prvků slitiny [39].



## 3 Experimentální část

### 3.1 3D tištěné vzorky

Pro vyhodnocení mikrostruktury  $\beta$  titanové slitiny Ti24Nb4Ta8Sn před a po tepelném zpracování byly připraveny čtyři sady vzorků s následující geometrickou strukturou (obrázek 19).

- A. Hrubá trabekulární
- B. Gyroidní
- C. Jemná trabekulární
- D. Objemová



Obrázek 19 Vzorky A-D – vlevo, prášek slitiny – vpravo

Vzorky byly vytištěny metodou SLM na tiskárně Trumpf TruPrint 1000 s procesními parametry:

- Rychlost tisku – 300 mm/s
- Tloušťka vrstvy – 0,05 mm
- Velikost prášku – 40-90  $\mu\text{m}$
- Energie laseru – 167 J/mm<sup>3</sup>

### 3.2 Příprava vzorků

Prášek pro tisk vzorků Ti24Nb4Ta8Sn byl dodán z UJP Praha. Tisk probíhal na Fyzikálním ústavu AV ČR. Válečkovité vzorky byly nejprve rozřezány pilou Struers Secotom – 60 na poloviny a následně na čtvrtiny dle obrázku 20. Poté byly vzorky zalisovány pomocí lisovačky Leco – MX400 za použití prášku

Conductorherm – 3000. Vzorky byly položeny do lisovačky vždy dva zároveň, a sice vrchní stranou tisku dolů (porézní strukturou) a bokem (výškou) válečku. Dvě čtvrtiny každého vzorečku byly zalisovány před TZ a další dvě čtvrtiny byly tepelně upraveny pomocí žíhání ve vakuu za 1100 °C a zalisovány následně. Dále probíhalo broušení na leštičce GPX – 300. Byly použity brusné papíry o zrnitosti dle ASTM v pořadí 240, 400, 600, 800, 1200. Pro vyleštění byla použita diamantová suspenze – monokrystalická 3 μm. Na závěr přípravy byly vzorky naleptány pomocí Krollova leptadla.

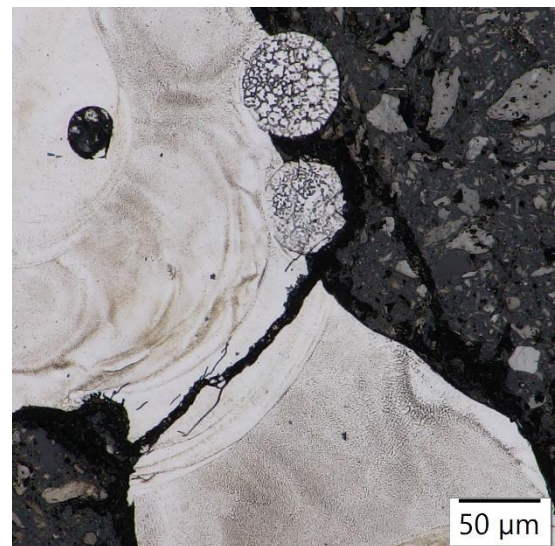
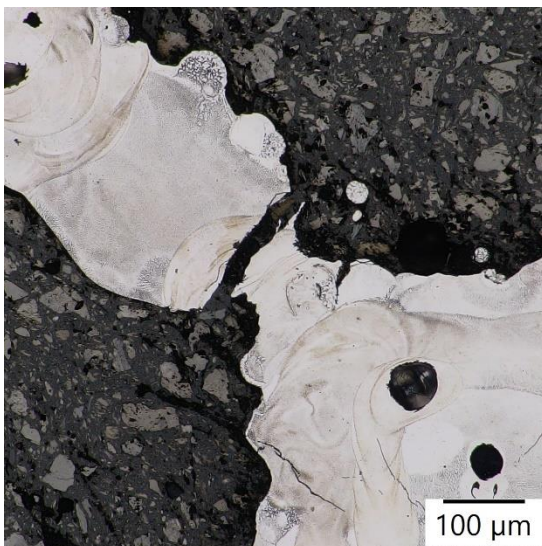
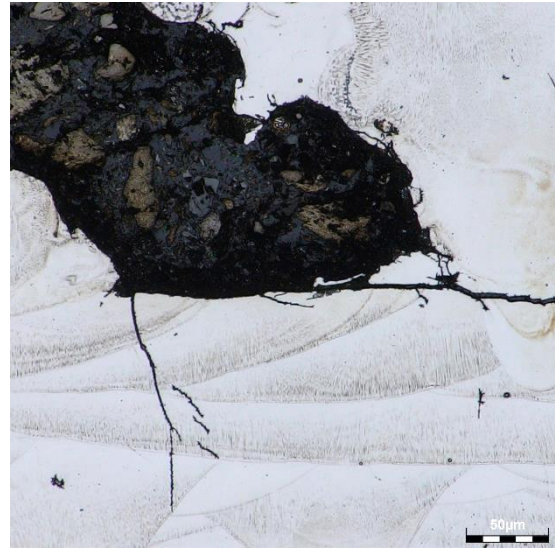


Obrázek 20 Postup rozřezávání vzorků

### 3.3 Světelná mikroskopie

*Vytištěný vzorek před tepelnou úpravou*

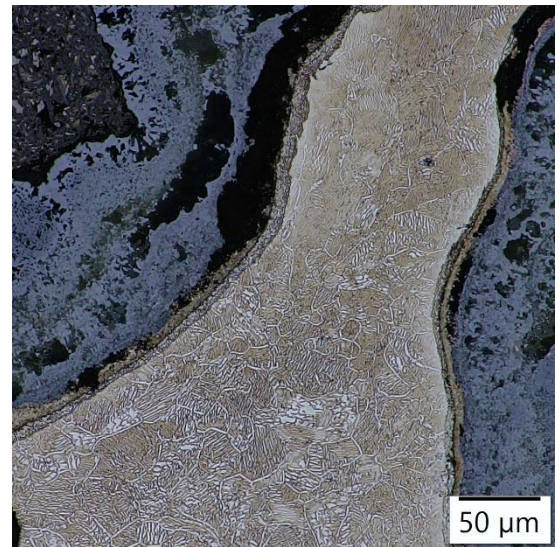
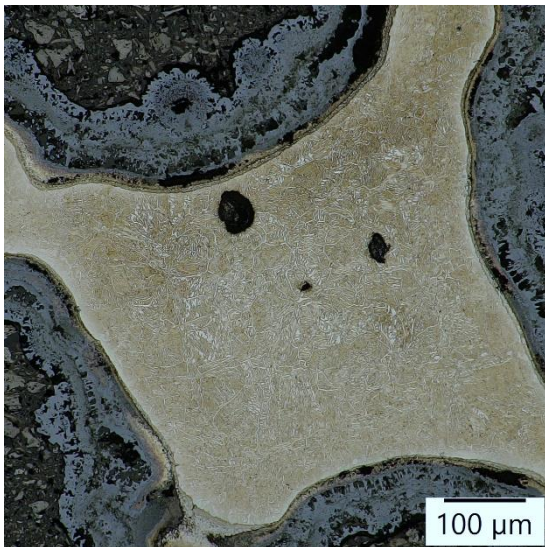
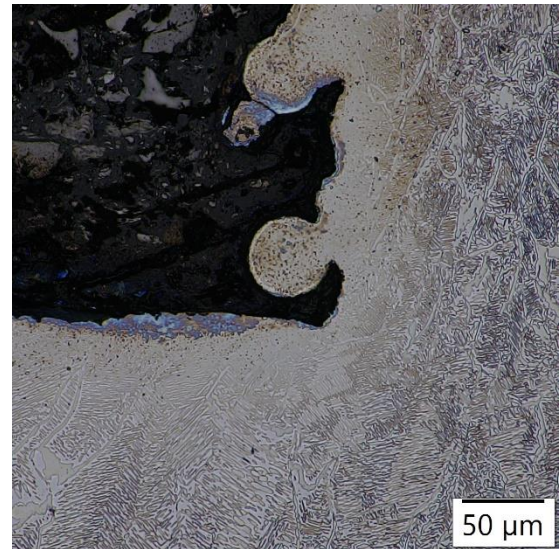
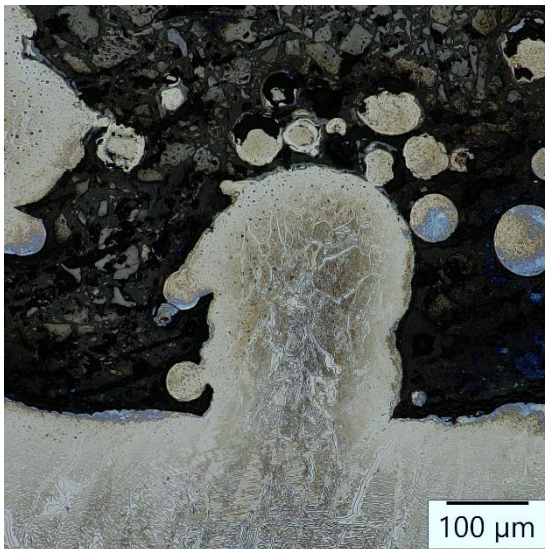
Ve vertikálním pohledu obrázku 21 lze pozorovat jednotlivé tzv. bazény taveniny, které ukazují nanášení jednotlivých vrstev při aditivní výrobě. V obou případech (pohledech) jsou také zřetelně vidět nenatavené částice prášku, které však laser připekl ke struktuře. Dále lze pozorovat menší i větší póry, které vznikly patrně při ochlazování vzorku po tisku. Dobře viditelné praskliny byly zapříčiněny lisováním vzorků.



Obrázek 21 Vzorek C ve vertikálním (nahore) a horizontálním (dole) pohledu – jemná trabekulární struktura

### Vytištěný a tepelně upravený vzorek

Po žíhání lze pozorovat výrazně homogennější strukturu viz obrázek 22. Vzorky se též staly houževnatějšími, jelikož již nedocházelo k praskání struktury při lisování. Stejně jako před tepelným zpracováním však lze pozorovat póry či nenatavené částice prášku.



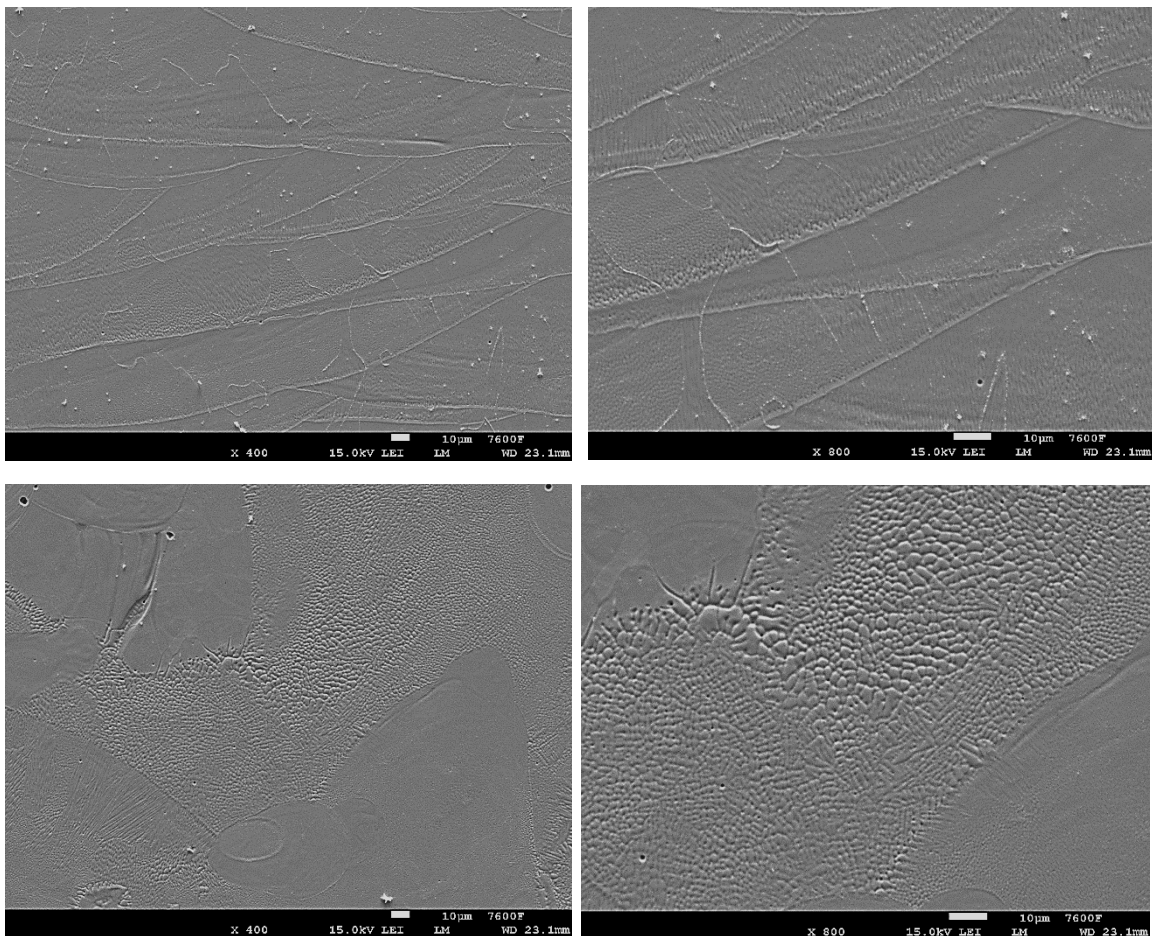
Obrázek 22 Vzorek C ve vertikálním (nahore) a horizontálním (dole) pohledu - jemná trabekulární struktura

### 3.4 Elektronová mikroskopie

Pro detailnější pozorování mikrostruktury a chemického složení byl použit elektronový mikroskop JEOL JSM 7600F.

*Vytištěný vzorek před tepelnou úpravou*

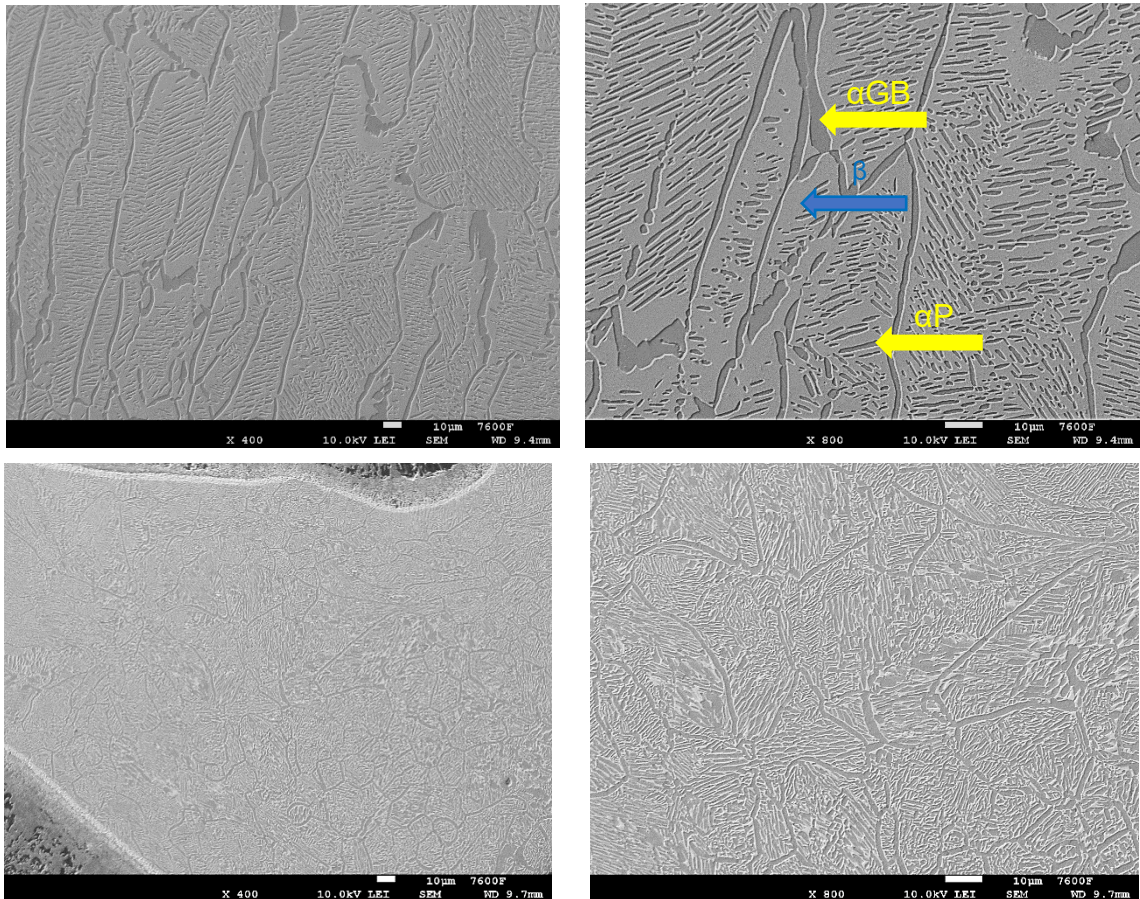
Na obrázku 23 lze pozorovat typickou mikrostrukturu po tisku, a sice celulárně dendritickou strukturu. Dle studie [40], ve které probíhal experiment na podobném materiálu, by se mělo jednat o čistou  $\beta$  fázi.



Obrázek 23 Vzorek C ve vertikálním (nahore) a horizontálním (dole) pohledu

### Vytištěný a tepelně upravený vzorek

Oproti stavu před žiháním, lze na obrázku 24 pozorovat homogennější strukturu, která vykazuje převládající  $\beta$  fázi, dále hranice zrn  $\alpha$  fáze ( $\alpha$ GB) a také primární  $\alpha$  fázi ( $\alpha$ P). Protože použitý prášek byl již recyklovaný a obsahoval zvýšené množství kyslíku, vzniklo pravděpodobně větší množství  $\alpha$  fáze, než by tomu bylo u nově vyrobeného prášku, jelikož kyslík stabilizuje právě  $\alpha$  fázi.



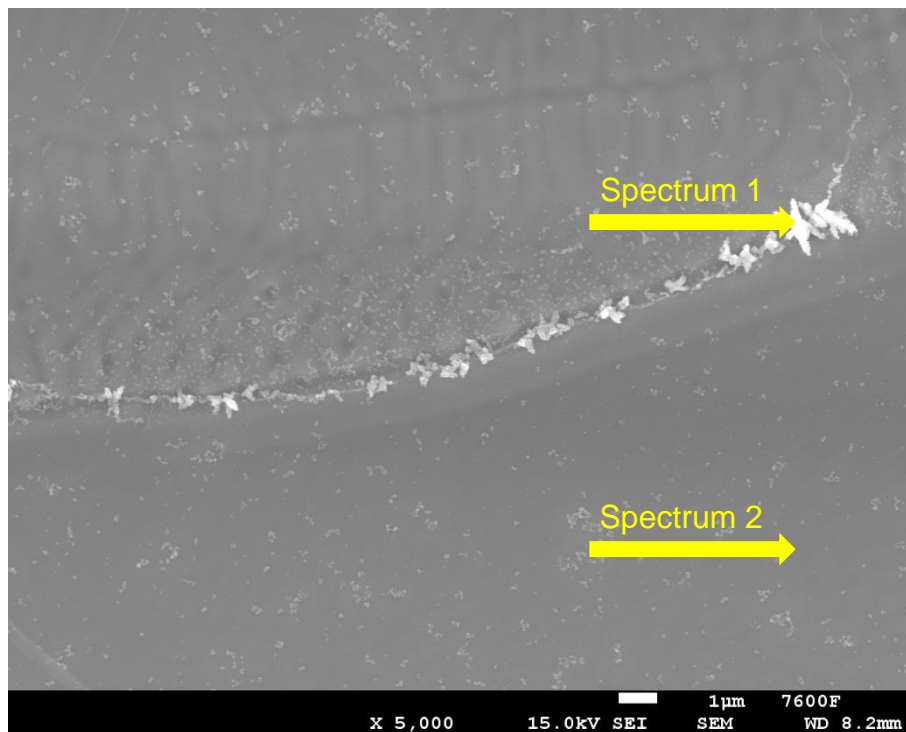
Obrázek 24 Vzorek C ve vertikálním (nahore) a horizontálním (dole) pohledu

### 3.5 Chemická analýza

Analýza chemického složení byla provedena na elektronovém mikroskopu JEOL JSM 7600F s analyzátozem EDS (Energy-dispersive x-ray spectroscopy).

*Před tepelnou úpravou*

Analýza chemického složení byla provedena metodou EDS. Z jejího výsledku je patrné, že se naplnilo očekávání a cín se skutečně vyskytuje na hranicích zrn (obrázek 25), jelikož hmotnostní procento cínu je ve spektru 1 více než 32 %. Oproti tomu spektrum 2, které se nenachází na hranici zrn, má obsah cínu lehce přes 8 % (tabulka 4).



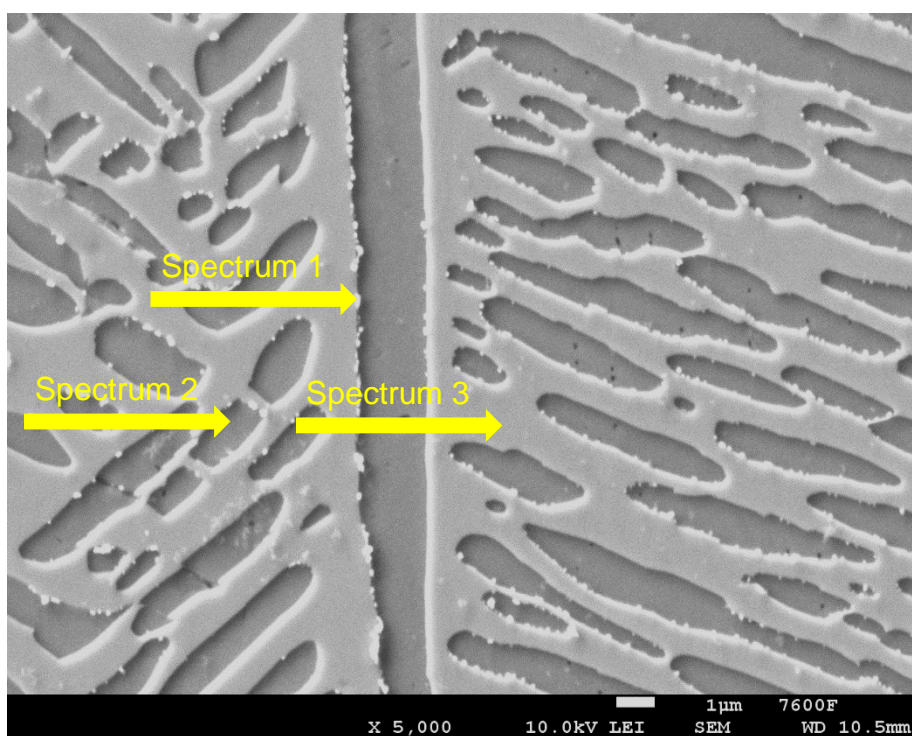
Obrázek 25 Detail vzorku C ve vytištěném stavu pro chemickou analýzu

Tabulka 4 Výsledek chemické analýzy vzorku C před TZ

Prvek	Hmotnostní %	
	Spectrum 1	Spectrum 2
Ti	45,89±0,15	60,09±0,16
Nb	18,53±0,14	27,1±0,15
Sn	32,35±0,15	8,18±0,15
Ta	3,24±0,10	4,62±0,10

## Chemická analýza po tepelné úpravě

Chemická analýza po tepelné úpravě ukazuje, že se povedlo ne úplně, ale alespoň částečně zredukovat výskyt cínu na hranicích zrn. Spektrum 1 na obrázku 26 již vykazuje „pouze“ lehce přes 13 hmotnostních procent cínu. Chemická analýza dále potvrzuje fázové složení, jelikož spektrum 3 má zvýšený obsah  $\beta$  stabilizujících prvků oproti spektru 2, které má naopak výrazně nižší hodnoty těchto prvků (tabulka 5).



Obrázek 26 Detail vzorku C po tepelné úpravě pro chemickou analýzu

Tabulka 5 Výsledek chemické analýzy po TZ

Prvek	Hmotnostní %		
	Spectrum 1	Spectrum 2	Spectrum 3
Ti	41,32±0,15	82,36±0,18	45,53±0,15
Nb	39,18±0,15	8,04±0,12	40,27±0,15
Sn	13,08±0,16	7,92±0,15	7,63±0,14
Ta	6,42±0,10	1,68±0,09	6,58±0,09



## 3.6 Tvrdość

### Zkouška makrotvrdości

Zkouška makrotvrdości probíhala pomocí automatického tvrdoměru Struers Duramin 40AC3. V tomto případě byla určována tvrdost pouze v jádře (objemové části) materiálu. Na každém vzorku bylo provedeno 5 měření, přičemž každé zatížení trvalo 10 sekund (tabulka 6).

Tabulka 6 Výsledek zkoušky makrotvrdości vzorku C

Číslo měření	Před TZ	Po TZ
1	516,88 HV10	407,85 HV10
2	492,39 HV10	397,47 HV10
3	474,88 HV10	404,91 HV10
4	525,39 HV10	411,28 HV10
5	501,48 HV10	412,56 HV10
Výsledek	(502,20 ± 19,98) HV10	(406,81 ± 6,02) HV10

Tepelným zpracováním se tvrdost slitiny snížila téměř o 100 HV. Mezi oběma vzorky lze pozorovat také výraznou redukci rozptylu naměřených hodnot, kterou způsobila homogennější struktura po provedení tepelného zpracování. Výsledky ostatních vzorků vyšly obdobně.

### Zkouška mikrotvrdości

Zkouška mikrotvrdości, na rozdíl od zkoušky makrotvrdości, byla prováděna pouze ve třech opakováních na každém vzorku, a sice první měření bylo prováděno v oblasti porézni struktury, druhé pak v přechodové části mezi objemovou a porézni částí a třetí v jádru vzorečku. Dále byla snížena zatěžující síla.

Tabulka 7 Výsledek zkoušky mikrotvrdości vzorku A a C

	Vzorek A		Vzorek C	
	Před TZ	Po TZ	Před TZ	Po TZ
1	519,45 HV1	551,62 HV1	476,84 HV1	786,93 HV1
2	536,83 HV1	524,9 HV1	457,1 HV1	497,11 HV1
3	541,6 HV1	448,38 HV1	507,34 HV1	436,27 HV1

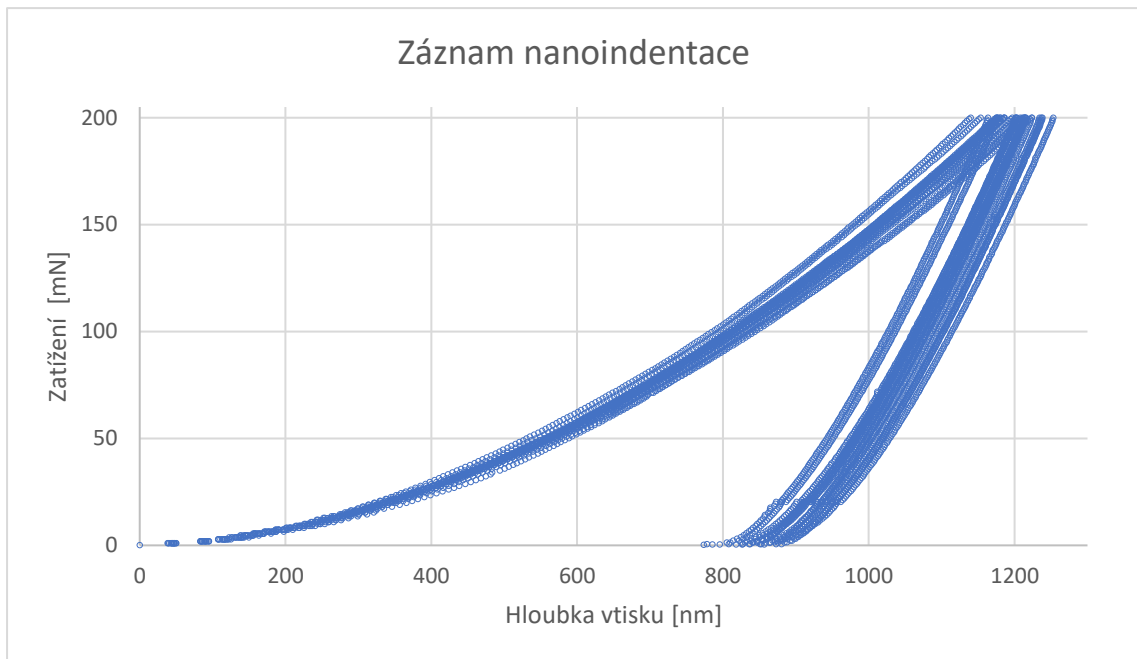
Prosté porovnání naměřených hodnot před a po TZ (tabulka 7) v tomto případě nenabývá významu, jelikož na vyžíhaných vzorcích docházelo k nárůstu tvrdosti při měření 1, tedy v porézniích strukturách. Tento trend se projevil ve všech třech strukturách, přičemž nejmarkantnější nárůst lze pozorovat u vzorečku C. Zásadní rozdíl v tvrdostech porézniích struktur lze přičknout faktu, že při provádění této zkoušky nešlo kontrolovat tloušťku materiálu ve struktuře, do které byl vpich proveden. Na druhou stranu měření 3 (v jádře) potvrzuje pokles tvrdosti téměř o 100 HV.

#### *Zkouška nanotvrdosti – nanoindentace*

Nanoindentace probíhala pomocí zařízení Nano Test za užití indentoru typu Berkovich. Pro zkoušku byla aplikována konstantní rychlost zatížení 0,625 mN/s. Pro zatěžování i odlehčování platila prodleva 10 s při maximálním zatížení 200 mN. Vzdálenost mezi jednotlivými vpichy byla 50  $\mu\text{m}$ . Během každého testu byla hloubka vtisku korigována pro teplotní drift i pro elastickou poddajnost testované konstrukce. Zkouška probíhala za konstantní teploty 20 °C. Kalibrace hrotu byla provedena s použitím taveného křemene jako retenčního materiálu. Hloubka vtisku  $h$  byla použita pro výpočet plochy diamantu  $A=24,5h^2$  s faktorem tvaru geometrie indentoru  $\beta=1,034$ .

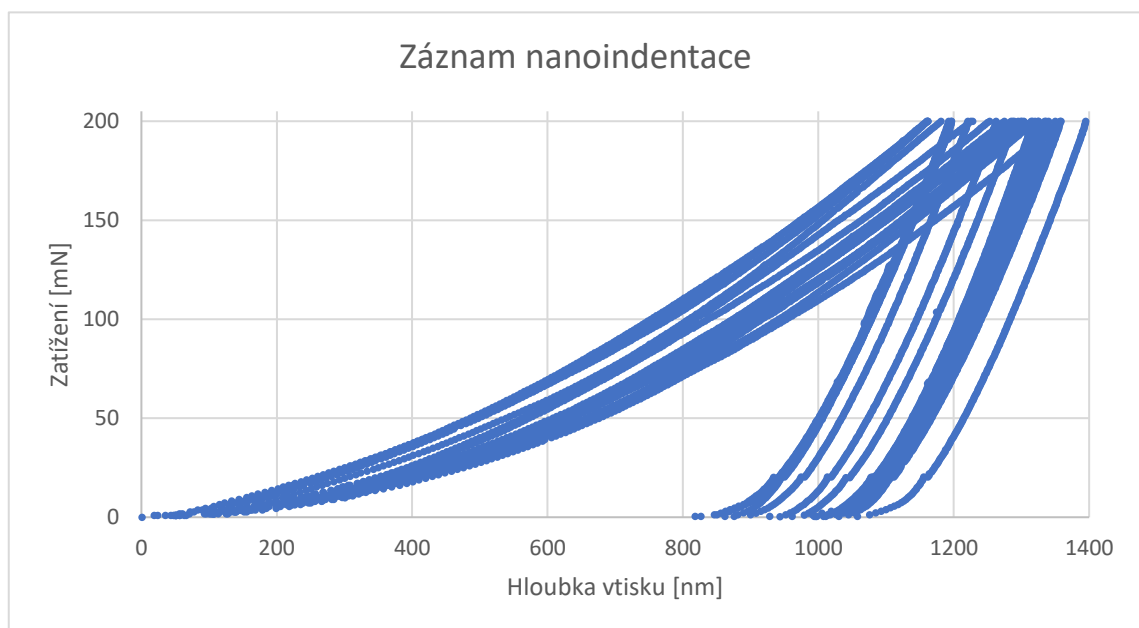
Stejně jako u předešlých dvou zkoušek tvrdosti došlo k poklesu tvrdosti (o 1,3 GPa) po provedení tepelného zpracování. Z obrázku 27 lze vyčíst, že hloubka vtisku před TZ je menší než na obrázku 28 po TZ při stejné zatěžující síle. Rozptyl tvrdostí (obrázek 28) naměřených po tepelném zpracování je však větší (2,29 oproti 1,25 před TZ), což bylo způsobeno pravděpodobně odlišnými fázemi ve vyžíhaném vzorku. Redukovaný modul byl pak stanoven na  $140,33 \pm 6,97$  GPa po TZ. Na rozdíl od tvrdosti se však po TZ zvětšil zhruba o 9 GPa (tabulka 8). To jsou hodnoty srovnatelné s Ti6Al4V ELI, kde byl určen redukovaný modul pružnosti 143,38 GPa [41].

**Před TZ**



Obrázek 27 Záznam nanoindentace vzorku D před TZ

**Po TZ**



Obrázek 28 Záznam nanoindentace vzorku D po TZ

Tabulka 8 Výsledky nanoindentace před a po TZ

Číslo měření	Zatížení [mN]	Před TZ		Po TZ	
		Nanotvrdost [Gpa]	Redukovaný modul [GPa]	Nanotvrdost [GPa]	Redukovaný modul [GPa]
1	200,05	7,42	132,11	5,76	142,22
2	200,05	7,66	131,85	5,86	134,81
3	200,05	7,13	128,29	6,19	140,81
4	200,05	7,39	132,92	7,46	147,31
5	200,05	7,69	129,99	5,59	134,59
6	200,05	7,33	129,46	7,34	150,29
7	200,05	7,55	127,35	5,65	137,93
8	200,05	7,48	130,70	6,97	150,56
9	200,05	7,62	133,03	5,74	133,62
10	200,05	7,08	131,08	7,38	148,26
11	200,05	6,97	125,41	5,54	132,03
12	200,05	7,24	126,28	5,82	145,32
13	200,05	8,07	134,20	6,50	143,40
14	200,05	7,62	128,76	5,80	131,32
15	200,05	8,21	137,78	5,17	132,43
Výsledek		7,50±0,34	130,62±3,23	6,18±0,75	140,33±6,97

## 4 Závěr

Byla vyhodnocena mikrostruktura 3D tištěné slitiny Ti<sub>24</sub>Nb<sub>4</sub>Ta<sub>8</sub>Sn před a po provedení tepelného zpracování. Hodnocení probíhalo na čtyřech typech geometrických struktur, které byly zkoumány pomocí světelné a elektronové mikroskopie. Pomocí metody EDS byla provedena chemická analýza pro identifikaci cínu ve slitině. Dále byly provedeny zkoušky makrotvrdosti, mikrotvrdosti a nanoindentace, ze které byl stanoven redukovaný modul pružnosti. Na základě těchto experimentů byly stanoveny následující závěry:

- Tepelné zpracování slitiny umožnilo vytvořit homogenní mikrostrukturu. Na elektronovém mikroskopu lze zřetelně vidět přeměnu nehomogenní celulórně dendritické mikrostruktury na mikrostrukturu homogenní obsahující jak  $\alpha$ , tak  $\beta$  fázi.
- Při chemické analýze bylo zjištěno, že se nepodařilo cín segregující na hranicích zrn zcela rozpustit, i když se po žíhání vzorků vyskytoval ve výrazně menším množství na hranicích zrn.
- Zkoušky tvrdosti ukázaly, že po provedení žíhání následoval pokles tvrdosti téměř o 100 HV.
- Recyklovaný prášek zvyšuje riziko výskytu kyslíku. Kyslík zásadně ovlivňuje tvorbu  $\beta$  fáze a tím i degraduje mechanické vlastnosti. Pro tisk testované slitiny nelze proto použít recyklovaného prášku doporučit.
- Redukovaný modul pružnosti stanovený nanoindentací je poměrně vysoký. U slitiny tištěné z recyklovaného prášku nebylo docíleno očekávaného snížení modulu pružnosti.

Pro další výzkum 3D tištěné slitiny Ti<sub>24</sub>Nb<sub>4</sub>Ta<sub>8</sub>Sn by se měly zvážít parametry tisku, jelikož některé póry vzniklé při tuhnutí materiálu by mohly mít zásadní vliv na konečné mechanické vlastnosti. Dále by se měla zvýšit teplota žíhání, aby došlo k úplnému rozpuštění cínu, který se při výrobě segreguje na hranicích zrn. Prášek pro danou slitinu nelze recyklovat, ale musí se použít nový nebo použitý přetavit a vyrobit prášek znovu.

# Bibliografie

- [1] Titan. *Periodická tabulka* [online]. [cit. 2021-12-06]. Dostupné z: <http://www.prvky.com/22.html>
- [2] FRANCIS, John. Titanium. *Materials Science & Technology* [online]. 2019, , 247 [cit. 2021-12-06]. ISSN 0267-0836. Dostupné z: [doi:10.1080/02670836.2019.1573031](https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1573031)
- [3] Vlastnosti Titanu. *Total Materia* [online]. [cit. 2021-12-06]. Dostupné z: <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=TitaniumProperties&LN=CZ>
- [4] *Titanium : A Technical Guide* [online]. 2. Ohio: A S M International, 2000 [cit. 2021-12-06]. ISBN 9781615030620. Dostupné z: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/cvut/detail.action?docID=3002373>
- [5] The Crystal Structure of Titanium. In: *Metals Piping: Technical* [online]. [cit. 2021-12-06]. Dostupné z: <http://www.metalspiping.com/the-crystal-structure-of-titanium.html>
- [6] RAJADURAI, M. a A. RAJA ANNAMALAI. Effect of various sintering methods on microstructures and mechanical properties of titanium and its alloy (Ti–Al–V–X): A review. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals* [online]. 2017, **58**(4), 434-448 [cit. 2021-12-06]. ISSN 1067-8212. Dostupné z: [doi:10.3103/S1067821217040162](https://doi.org/10.3103/S1067821217040162)
- [7] KISHAWY, Hossam A. a Ali HOSSEINI. Titanium and Titanium Alloys. *Machining Difficult-to-Cut Materials* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2019, , 55-96 [cit. 2021-12-06]. Materials Forming, Machining and Tribology. ISBN 978-3-319-95965-8. Dostupné z: [doi:10.1007/978-3-319-95966-5\\_3](https://doi.org/10.1007/978-3-319-95966-5_3)
- [8] *Light Alloys - Metallurgy of the Light Metals: Titanium Alloys* [online]. 5th edition. Elsevier, 2018 [cit. 2021-12-07]. ISBN 978-0-08-099430-7.

Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpLAMLME01/light-alloys-metallurgy/light-alloys-metallurgy>

- [9] JORGE, Juliana Ribeiro Pala, Valentim Adelino BARÃO, Juliana Aparecida DELBEN, Leonardo Perez FAVERANI, Thallita Pereira QUEIROZ a Wirley Gonçalves ASSUNÇÃO. Titanium in Dentistry: Historical Development, State of the Art and Future Perspectives. *The Journal of Indian Prosthodontic Society* [online]. 2013, **13**(2), 71-77 [cit. 2021-12-07]. ISSN 0972-4052. Dostupné z: doi:10.1007/s13191-012-0190-1
- [10] OSMAN, Reham a Michael SWAIN. A Critical Review of Dental Implant Materials with an Emphasis on Titanium versus Zirconia. *Materials* [online]. 2015, **8**(3), 932-958 [cit. 2021-12-08]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma8030932
- [11] The Complete History of 3D Printing: From 1980 to 2021. *3D sourced* [online]. [cit. 2021-12-10]. Dostupné z: <https://www.3dsourced.com/3d-printers/history-of-3d-printing/#history-of-3d-printing-part-4-2015-present-metal-3d-printing-cusp-of-major-developments-in-3d-bioprinting-and-construction>
- [12] WOHLERS, Terry a Tim GORNET. *History of additive manufacturing* [online]. In: . [cit. 2021-12-10]. Dostupné z: <http://www.wohlersassociates.com/history2016.pdf>
- [13] *3D Printing for Energy Applications* [online]. 1. New Jersey: John Wiley & Sons, 2021 [cit. 2022-02-16]. ISBN 978-1-5231-3720-6. Dostupné z: [https://app.knovel.com/web/view/khtml/show.v/rcid:kpDPEA000C/cid:kt012J0W7E/viewerType:khtml//root\\_slug:title-page/url\\_slug:title-page?b-toc-cid=kpDPEA000C&b-toc-title=3D%20Printing%20for%20Energy%20Applications&b-toc-url-slug=title-page&hierarchy=toggle-content&issue\\_id=kpDPEA000C&page=last&view=collapsed&zoom=1](https://app.knovel.com/web/view/khtml/show.v/rcid:kpDPEA000C/cid:kt012J0W7E/viewerType:khtml//root_slug:title-page/url_slug:title-page?b-toc-cid=kpDPEA000C&b-toc-title=3D%20Printing%20for%20Energy%20Applications&b-toc-url-slug=title-page&hierarchy=toggle-content&issue_id=kpDPEA000C&page=last&view=collapsed&zoom=1)

- [14] *3D Experience Marketplace: 3D Printing Additive* [online]. [cit. 2022-02-17].  
Dostupné z: <https://make.3dexperience.3ds.com/processes/powder-bed-fusion>
- [15] MAZUMDER, J. Laser-aided direct metal deposition of metals and alloys. *Laser Additive Manufacturing* [online]. Elsevier, 2017, , 21-53 [cit. 2022-02-17]. ISBN 9780081004333. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-100433-3.00001-4
- [16] AZAM, Farooq I, Ahmad Majdi ABDUL RANI, Khurram ALTAF, T.V.V.L.N RAO a Haizum Aimi ZAHARIN. An In-Depth Review on Direct Additive Manufacturing of Metals. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [online]. 2018, **328** [cit. 2022-02-17]. ISSN 1757-8981. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/328/1/012005
- [17] SIDAMBE, Alfred. Biocompatibility of Advanced Manufactured Titanium Implants—A Review. *Materials* [online]. 2014, **7**(12), 8168-8188 [cit. 2022-02-17]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma7128168
- [18] SEDLAK, Josef, Oskar ZEMČÍK, Martin SLANÝ, Josef CHLADIL, Karel KOUŘIL, Vít SEKERKA a Luboš ROZKOŠNÝ. PRODUCTION OF PROTOTYPE PARTS USING DIRECT METAL LASER SINTERING TECHNOLOGY. *Acta Polytechnica* [online]. 2015, **55**(4), 260-266 [cit. 2022-02-17]. ISSN 1805-2363. Dostupné z: doi:10.14311/AP.2015.55.0260
- [19] Metal 3D printers in 2022: a comprehensive guide. *Aniwaa* [online]. Toulouse, 2022 [cit. 2022-04-12]. Dostupné z: <https://www.aniwaa.com/buyers-guide/3d-printers/best-metal-3d-printer/d>
- [20] 3D bioprinting: Comprehensive guide and product selection. *Aniwaa* [online]. Toulouse, 2022 [cit. 2022-04-12]. Dostupné z: <https://www.aniwaa.com/buyers-guide/3d-printers/3d-bioprinting-3d-bioprinters/>



- [21] *Titanium Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications*. 1. Oxford: Elsevier Science & Technology, 2015. ISBN 978-0-12-800054-0.
- [22] TANG, H. P., M. QIAN, N. LIU, X. Z. ZHANG, G. Y. YANG a J. WANG. Effect of Powder Reuse Times on Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V by Selective Electron Beam Melting. *JOM* [online]. 2015, **67**(3), 555-563 [cit. 2022-04-12]. ISSN 1047-4838. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-015-1300-4
- [23] KAPFER, Sebastian C., Stephen T. HYDE, Klaus MECKE, Christoph H. ARNS a Gerd E. SCHRÖDER-TURK. Minimal surface scaffold designs for tissue engineering. *Biomaterials* [online]. 2011, **32**(29), 6875-6882 [cit. 2022-04-12]. ISSN 01429612. Dostupné z: doi:10.1016/j.biomaterials.2011.06.012
- [24] AL-KETAN, Oraib, Rashid K. Abu AL-RUB a Reza ROWSHAN. Mechanical Properties of a New Type of Architected Interpenetrating Phase Composite Materials. *Advanced Materials Technologies* [online]. 2017, **2**(2) [cit. 2022-04-12]. ISSN 2365709X. Dostupné z: doi:10.1002/admt.201600235
- [25] WU, Liping, Wang ZHANG a Di ZHANG. Engineering Gyroid-Structured Functional Materials via Templates Discovered in Nature and in the Lab. *Small* [online]. 2015, **11**(38), 5004-5022 [cit. 2022-04-12]. ISSN 16136810. Dostupné z: doi:10.1002/smll.201500812
- [26] YANG, Eric, Martin LEARY, Bill LOZANOVSKI et al. *Effect of geometry on the mechanical properties of Ti-6Al-4V Gyroid structures fabricated via SLM: A numerical study* [online]. 2019, **184** [cit. 2022-04-12]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2019.108165
- [27] VUKOVIC, Ivana, Gerrit ten BRINKE a Katja LOOS. Block copolymer template-directed synthesis of well-ordered metallic nanostructures. *Polymer* [online]. 2013, **54**(11), 2591-2605 [cit. 2022-04-12]. ISSN 00323861. Dostupné z: doi:10.1016/j.polymer.2013.03.013

- [28] FROES, F.H. Powder metallurgy of titanium alloys. *Advances in Powder Metallurgy* [online]. Elsevier, 2013, , 202-240 [cit. 2021-12-10]. ISBN 9780857094209. Dostupné z: doi:10.1533/9780857098900.2.202
- [29] ROSSI, M.C., J.M. AMADO, M.J. TOBAR, A. VICENTE, A. YAÑEZ a V. AMIGÓ. Effect of alloying elements on laser surface modification of powder metallurgy to improve surface mechanical properties of beta titanium alloys for biomedical application. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2021, **14**, 1222-1234 [cit. 2022-06-08]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2021.07.037
- [30] BHARDWAJ, Tarun, Mukul SHUKLA, C.P. PAUL a K.S. BINDRA. Direct Energy Deposition - Laser Additive Manufacturing of Titanium-Molybdenum alloy: Parametric studies, microstructure and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2019, **787**, 1238-1248 [cit. 2022-06-08]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2019.02.121
- [31] CHIRICO, C., A. Vaz ROMERO, E. GORDO a S.A. TSIPAS. Improvement of wear resistance of low-cost powder metallurgy  $\beta$ -titanium alloys for biomedical applications. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2022, **434** [cit. 2022-06-08]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2022.128207
- [32] YU, Guisheng, Zhibin LI, Youlu HUA, Hui LIU, Xueyang ZHAO, Wei LI a Xiaojian WANG. The Effects of Post Heat Treatment on the Microstructural and Mechanical Properties of an Additive-Manufactured Porous Titanium Alloy. *Materials* [online]. 2020, **13**(3) [cit. 2022-05-10]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma13030593
- [33] ZHANG, Tianlong a Chain-Tsuan LIU. Design of titanium alloys by additive manufacturing: A critical review. *Advanced Powder Materials* [online]. 2022, **1**(1) [cit. 2022-05-10]. ISSN 2772834X. Dostupné z: doi:10.1016/j.apmate.2021.11.001

- [34] SCHWAB, H., F. PALM, U. KÜHN a J. ECKERT. *Microstructure and mechanical properties of the near-beta titanium alloy Ti-5553 processed by selective laser melting* [online]. 2016, **105**, 75-80 [cit. 2022-05-10]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2016.04.103
- [35] DENG, Hao, Longqing CHEN, Wenbin QIU et al. Microstructure and mechanical properties of as-deposited and heat treated Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr–1Zr (Ti-55531) alloy fabricated by laser melting deposition. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2019, **810** [cit. 2022-05-10]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2019.151792
- [36] MOTYKA, Maciej. Martensite Formation and Decomposition during Traditional and AM Processing of Two-Phase Titanium Alloys—An Overview. *Metals* [online]. 2021, **11**(3), 2-13 [cit. 2022-07-10]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met11030481
- [37] CARROZZA, Alessandro, Alberta AVERSA, Paolo FINO a Mariangela LOMBARDI. A study on the microstructure and mechanical properties of the Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy produced via Laser Powder Bed Fusion. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2021, **870** [cit. 2022-02-17]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2021.159329
- [38] ROLLETT, Anthony, Georg S. ROHRER a John HUMPHREYS. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* [online]. 3. Oxford: Elsevier, 2017 [cit. 2022-04-12]. ISBN 978-0-08-098235-9. Dostupné z: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/cvut/detail.action?docID=4924517>
- [39] MACEK, Karel. *Kovové materiály*. 1. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2006. ISBN 80-010-3513-1.
- [40] HAO, Y.L., S.J. LI, S.Y. SUN a R. YANG. Effect of Zr and Sn on Young's modulus and superelasticity of Ti–Nb-based alloys. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2006, **441**(1-2), 112-118 [cit. 2022-07-13]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2006.09.051

CVRČEK, Ladislav, František DENK a Zdeněk ČEJKA. Comparison of 3D [41] printed trabecular structure with porous plasma spray: A method based on mapping the local modulus of elasticity. *Materials Research Express* [online]. 2020, 7(7) [cit. 2022-07-28]. ISSN 2053-1591. Dostupné z: doi:10.1088/2053-1591/aba147