ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE FAKULTA STROJNÍ ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

VLIV TEPLOTY NA TRIOLOGICKÉ VLASTNOSTI 3D TIŠTĚNÉ SLITINY AISi10Mg

THE EFFECT OF TEMPERATURE ON THE TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF THE 3D PRINTED AISi10Mg ALLOY

AUTOR: Bc. Jakub Včelák STUDIJNÍ PROGRAM: Výrobní inženýrství

VEDOUCÍ PRÁCE: doc. Ing. Jana Sobotová, Ph. D

PRAHA 2023



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:	Včelák	Jméno: Jakub	Osobní číslo: 487188	
Fakulta/ústav:	Fakulta	strojní		
Zadávající kated	dra/ústav:	Ústav materiálového inženýrství		
Studijní progran	: Výrobni	inženýrství		
Specializace:	Bez spe	cializace		
	Příjmení: Fakulta/ústav: Zadávající kateo Studijní progran Specializace:	Příjmení: Včelák Fakulta/ústav: Fakulta s Zadávající katedra/ústav: Studijní program: Výrobní Specializace: Bez speci	Příjmení: Včelák Jméno: Jakub Fakulta/ústav: Fakulta strojní Zadávající katedra/ústav: Ústav materiálového inženýrství Studijní program: Výrobní inženýrství Specializace: Bez specializace	Příjmení: Včelák Jméno: Jakub Osobní číslo: 487188 Fakulta/ústav: Fakulta strojní Zadávající katedra/ústav: Ústav materiálového inženýrství Studíjní program: Výrobní inženýrství Specializace: Bez specializace

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

	osti 3D tištěné slitiny AlSi10Mg	
Vázev diplomové práce anglicky:		
Effect of temperature on tribologi	cal properties of 3D printed AISi10	Mg alloy
okyny pro vypracování:		
Teoretická část Experimentální část A. Provedení zkoušky Pin on disk Měření tvrdosti C. Výhodnocení tribologických vlastnosti Výsledky a jejich diskuse Závěry		
Seznam doporučené literatury:		
(a) Construction of the second sec	KEL a N. FRAGE. High-temperature mecha ng selective laser melting technologies (Al z: doi:10.1016/j.addma.2018.09.033 IACEK. Fyzikální metalurgie. Praha: Česk omové práce:	nical properties of AISi10Mg specimens M-SLM). Additive Manufacturing. 2018, tá technika-nakladatelství ČVUT, 2008
		54
doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D.	ústav materiálového inženýrství F	S
doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D. Iméno a pracoviště druhé(ho) vedou	ústav materiálového inženýrství F cí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové	S é práce:
doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D. Iméno a pracoviště druhé(ho) vedou Datum zadání diplomové práce: 31 Platnost zadání diplomové práce:	ústav materiálového inženýrství F cí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové .03.2023 Termín odevzdání	S é práce: diplomové práce: 31.07.2023
doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D. Iméno a pracoviště druhé(ho) vedou Datum zadání diplomové práce: 31 Platnost zadání diplomové práce: doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D. podpis vedoucího) práce	ústav materiálového inženýrství F cí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové 1.03.2023 Termín odevzdání doc. Ing. Ladislav Cvrček, Ph.D. podpis vedouci(ho) ústavukatedny	Ś é práce: diplomové práce: 31.07.2023 doc. Ing. Miroslav Španiel, CSc. podpis děkane(ky)

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

CVUT-CZ-ZDP-2015.1

© ČVUT v Praze, Design: ČVUT v Praze, VIC

Prohlášení

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

V Praze dne:

Podpis

Anotace

Předložená diplomová práce hodnotí vliv různých stavů 3D tištěné slitiny AlSi10Mg na tribologické vlastnosti a strukturu za vyšších teplot v rozmezí 100-300 °C.

U vzorků vyrobených metodou SLM byl porovnán stav As built se dvěma stavy po tepelném zpracováním při 240 °C, s výdrží 2 a 6 h.

Tribologické charakteristiky byly ve všech sledovaných případech, zkoumány zkouškou Pin on disk a měřením tvrdosti. Pro vyhodnocení zkoušky Pin on disk, byla použita jak světelná mikroskopie, tak pro porovnání i digitální světelná mikroskopie. Struktura sledovaných stavů byla analyzována pomocí řádkovací elektronové mikroskopie.

Klíčová slova

3D tisk, SLM/DMLM, AlSi10Mg, Pin on disk, opotřebení, měření tvrdosti, mikrostruktura

Annotation

The presented diploma thesis evaluates the effect of different states of the 3D printed AlSi10Mg alloy on the tribological properties and structure at higher temperature in the range of 100-300 °C.

For the samples produced by the SLM method the As built state was compared with two states after heat treatment at 240 °C, with a duration of 2 and 6 h.

Tribological characteristics were examined in all monitored cases by the Pin on disk test and hardness measurement. Both light microscopy and digital light microscopy were used to evaluate the Pin on disc test. The structure of the observed states was analyzed usint scanning electron microscopy.

Keywords

3D printing, SLM/DMLM, AlSi10Mg, Pin on disc, wear, hardness measurement, microstructure

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval doc. Ing. Janě Sobotové, Ph. D, vedoucí práce, za její čas, vedení, odborné rady a přívětivý a často obětavý přístup při konzultacích.

Dále bych chtěl poděkovat firmě Škoda auto a.s. za umožnění měření na digitálním a elektronovém mikroskopu.

Ing. Ludmile Růžičkové za poskytnutí vzorků, pomoc při měření na digitálním a elektronovém mikroskopu a za cenné rady ohledně popisu mikrostruktury sledovaného materiálu.

V neposlední řadě bych chtěl poděkovat Ing. Janu Walterovi za pomoc při experimentech v laboratoři UMI.

Obsah

Seznam použitých zkratek a symbolů	7
Úvod	8
1 Teoretická část	10
1.1 Technologie kovového 3D tisku	10
1.1.1 Metoda SLM	10
1.2 Slitina AlSi10Mg a její využití	12
1.3 Metoda Pin on disk	20
1.4 Slitina AlSi10Mg a opotřebení	21
2 Experimentální část	28
2.1 Použité experimentální metody	28
2.1.1 Zkouška Pin on disk	28
2.1.2 Další hodnocení vzorků po zkoušce Pin on disk	33
3 Výsledky a jejich diskuse	36
3.1 Pin on disk	36
3.1.1 Hodnocení velikosti opotřebení	36
3.1.2 Závislost koeficientu tření na dráze	41
3.1.3 Analýza vzorku pomocí digitálního mikroskopu	46
3.1.4 Metalografická analýza SEM	48
3.2 Měření tvrdosti	54
4 Závěry	58
5 Použitá literatura	59
Seznam obrázků	63
Seznam tabulek	65

Seznam použitých zkratek a symbolů

Symbol	Význam/veličina	Jednotka
PBF	Powder bed fusion	
DED	Direct energy deposition	
SLS	Selective laser sintering	
SLM	Selective laser melting	
EBAM	Electron beam additive manufacturing	
LENS	Laser engineered net shaping	
DMD	Direct metal deposition	
LPBF	Laser based powder bed fusion of metal	
DMLM	Direct metal laser melting	
LBM	Laser beam melting	
R _m	Mez pevnosti	MPa
КМ	Konvenční metalurgie	
Rp _{0,2}	Smluvní mez kluzu	MPa
AB	As built	
DP	Diplomová práce	
SM	Světelná mikroskopie	
DSM	Digitální světelná mikroskopie	
SEM	Řádkovací elektronová mikroskopie	
HBW	Tvrdost podle brinella	
HV	Tvrdost podle vickerse	
EDA	Electric Discharge Alloying	
COF	Koeficient tření	

Úvod

Technologie aditivní výroby jsou známy již více než 20 let. V posledních 10 letech dochází k obrovskému zájmu o tyto technologie, a to z celé řady důvodů, mezi které patří možnost rychlého prototypování, svoboda designu, velkého množství druhů tisknutelných materiálů a výroba dílů s libovolnou vnitřní strukturou [1].

Schopnost vytvářet odlehčené díly s vnitřní strukturou je v dnešní době důležitá kromě jiného pro automobilový průmysl, kde je obrovský tlak na snížení průměrné hmotnosti vozidla a tím snížení nežádoucích emisí oxidu uhličitého [2].

Jeden z materiálů, který je hojně využíván v automobilovém průmyslu, je hliníková slitina AlSi10Mg. Tato slitina je používána na součásti, které jsou zatěžované za vyšších teplot než pokojové [2]. Z toho důvodu je nutné znát, jak tento materiál reaguje při vysokoteplotní depozici z hlediska mechanických a tribologických vlastností.

Ačkoliv lze v dostupné literatuře najít celou řadu publikací, které hodnotí vliv parametrů tisku a tepelného zpracování na mechanické vlastnosti slitiny AlSi10Mg [3] [4] [5] [6] [7] [8], článků hodnotících tribologické vlastnosti je mnohem méně. Jsou známy publikace, jako například [9], které sledují vliv jednoho způsobu tepelného zpracování na výsledky zkoušky odolnosti proti opotřebení Pin on disk při pokojové teplotě a jedné vyšší teplotě.

Je známo, že při aplikaci automobilového dílu z 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, je maximální provozní teplota 230°C [2].

Z výše uvedených důvodů je v předložené diplomové práci, u vzorků vyrobených z tohoto materiálu metodou SLM porovnán stav As built (dále AB) se dvěma stavy po tepelném zpracováním při 240 °C, s výdrží 2 a 6 h. Tribologické charakteristiky byly zkoumány při teplotách 100, 200 a 300 °C.

V teoretické části předložené práce je popsána problematika 3D tisku slitiny AlSi10Mg, se zaměřením na technologii SLM [1] [10] [11] [12]. Dále je pozornost věnována problematice mechanických vlastností tohoto materiálu za vyšších teplot [3] [4] [5] [6] [7] [8] .Následně je popsána zkouška Pin on disk [13] [14] a provedena rešerše použití této zkoušky v případě slitiny AlSi10Mg a to při různých teplotách [15] [16] [17] [18] [19].

V experimentální části byla pro hodnocení popsaných stavů použita zkouška Pin on disk, měření tvrdosti a metalografická analýza pomocí světelné, digitální světelné a elektronové mikroskopie.

Cílem předložené diplomové práce je hodnocení vlivu teploty na tribologické vlastnosti a strukturu 3D tištěné slitiny AlSi10Mg.

1 Teoretická část

1.1 Technologie kovového 3D tisku

Technologie kovového 3D tisku se řadí mezi technologie aditivní výroby, jejichž principem je postupná výroba součásti vrstvu po vrstvě na základě 3D CAD model výrobku. Jako polotovar je nejčastěji používán prášek, případně je možné použít i drát. K selektivnímu natavení dochází pomocí zdroje tepla, kterým může být energie laserového či elektronového paprsku. Po ochlazení dochází ke vzniku součásti požadovaného tvaru a velikosti [1].

Metody kovového tisku jsou rozděleny do 2 základních skupin, a to na metody tavení v práškovém loži (PBF) a metody s řízenou energetickou depozicí. (DED). Do skupiny PBF patří technologie Selective laser sintering (SLS) a Selective laser melting (SLM). Do skupiny DED je možné zařadit technologie Elelectron beam additive manufacturing (EBAM), Laser engineered net shaping (LENS) a direct metal deposition (DMD) [10].

Názvy těchto technologií jsou obchodními značkami různých společností. Lze se tedy setkat s jejich různým pojmenováním, například technologie Selective laser melting (SLM) je známá také jako Laser based powder bed fusion of metal (LPBF), Direct metal laser melting (DMLM) nebo Laser beam melting (LBM) [10] [11], tato technologie bude dále nazývána pouze jako Select laser melting (SLM)

Předložená diplomová práce se dále zabývá technologií SLM.

1.1.1 Metoda SLM

Jak již bylo uvedeno, jedná se o technologii kovového 3D tisku na bázi práškového lože (PBF). Kovový prášek je nanášen po tenkých vrstvách na pracovní plochu v pracovní komoře, jejíž velikost je nejčastěji od 50 x 50 mm do 800 x 800 mm [1]. Schéma této metody je znázorněno na Obrázku 1.



Obrázek 1 Schéma metody SLM [1], přeloženo pro potřeby diplomové práce

Prášek je nejdříve pomocí násypky přiveden do pracovní komory v tiskárně. Následně dochází k nanášení tenké vrstvy, jejíž tloušťka se pohybuje od 20 do 100 μm, pomocí nivelačních systémů, na stavební platformu. K tisku je dále nutný ochranný inertní plyn, argon nebo dusík, který je neustále přiváděn do pracovní komory tak, aby obsah kyslíku byl vždy menší než 0,1 % [1] [12].

Dále dochází pomocí bodového laserového paprsku o průměru 50 až 180 µm a výkonu od 200 W do 1 000 W k lokálnímu ohřátí prášku nad teplotu tavení materiálu a postupné tvorbě součásti – výrobku. Při literární rešerši našel autor předložené práce v článku [12] rozsah výkonu laseru používaného v rámci této technologie 20-1000 W. Autor práce si je vědom skutečnosti, že výkon laseru 20 W by pro 3D tisk kovů nebyl dostatečný, v práci [12] se jedná o překlep a správná hodnota je 200 W. Rychlost pohybu laseru přes nanesený prášek je až 15 m/s, ochlazování natavených oblastí je samovolné. Dále pracovní deska sjede dolů a následuje další nanesení vrstvy prášku a jeho další selektivní natavení, čímž dochází k překrývání a spojení nově vzniklé vrstvy a ztuhlé vrstvy. Tyto kroky se opakují až vzniká hotová součást [1][12]. Jak již bylo uvedeno, vyrobený díl je postupně natavován na stavební platformu. Tato deska může být předehřívána, aby nedocházelo k výraznému teplotnímu gradientu, které by mohl způsobit tepelná pnutí. Díl je obvykle tisknut s tzv. nosnými konstrukcemi, které jsou využívány k odvodu tepla, fixaci dílu, případně k podepření ploch. Po dokončení součásti je nutné nejdříve odstranit volný prášek, který nebyl natavený, a nosné konstrukce. Volný prášek může být po přesátí znovu použit [1] [12].

Dostupná literatura [20] uvádí jako hlavní výhody této technologie možnost vytvářet součásti složitých tvarů s vysokým rozlišení a výbornými vlastnostmi v porovnání se součástmi vyrobenými odléváním. Naopak mezi nevýhody patří minimální rozměr prvku, který je omezen velikostí bodového laseru. Dále je třeba zmínit vnitřní vady a zbytková pnutí vznikající při technologii 3D tisku, která mohou obecně způsobit deformaci součásti. Další nevýhodou je nutnost konstrukce součásti tak, aby bylo možné odstranit zbylý prášek.

Předložená práce se dále zabývá 3D tiskem slitiny AlSi10Mg.

1.2 Slitina AlSi10Mg a její využití

Jedná se o hliníkovou slitinu, která je tradičně používaná pro odlitky složitých tvarů s tenkou tloušťkou stěny a v posledních letech jako progresivní materiál kovového 3D tisku. Tento materiál má dobrou odolnost proti korozi, nízký koeficient tepelné roztažnosti, dobré mechanické vlastnosti v širokém rozsahu teplot a nízkou hmotnost, proto se používá na díly vystavené velkému zatížení za vyšších teplot. Hlavními výhodami materiálu je dobrá recyklovatelnost a nízká cena [21] [22].

Chemické složení je uvedeno v Tabulce 1.

Značka prvku	Zastoupení [%]
Si	9-11
Fe	0,55
Cu	0,05
Mn	0,45
Mg	0,2-0,45
Ni	0,05
Zn	0,1
Pb	0,05
Sn	0,05
Ti	0,15
AI	zbytek

Tabulka 1 Chemické složení slitiny AlSi10Mg dle [21]

V Tabulce 2 jsou uvedeny mechanické vlastnosti slitiny AlSi10Mg po 3D tisku, v rovině XY, po tepelném zpracování – žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300°C/2h).

Charakteristika	Hodnota
Mez pevnosti	345 ± 10 MPa
Mez kluzu (Rp _{0,2})	230 ± 15 MPa
Modul pružnosti	77 ± 10 GPa
Tažnost	$(12 \pm 02)\%$

Tabulka 2 Mechanické vlastnosti slitiny AlSi10Mg dle [21]

Dostupná literatura [21] uvádí jako typické tepelné zpracování konvenčně vyráběné slitiny AlSi10Mg rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí (T6). A u slitiny vyrobené technologií SLM, pak doporučuje žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300 °C/2 h). Nicméně v předchozích pracích byl analyzován vliv i dalších parametrů tepelného zpracování (240 °C/2 nebo 6 h) [24].

Hlavní oblastí použití tohoto materiálu je automobilový průmysl, kde je v dnešní době cílem snížení průměrné hmotnosti vozidla a tím snížení spotřeby paliva a následně i emisí. Zdroj [2] jako příklad aplikace tohoto materiálu uvádí hlavy válců motorů, písty, tepelné štíty, bloky motorů a další mechanicky a tepelně namáhané součásti. Ukázka vytištěného pístu motoru je na Obrázku 2.



Obrázek 2 3D tištěný píst motoru [23]

Předložená diplomová práce je zaměřená na hodnocení odolnosti proti opotřebení 3D tištěné slitiny AlSi10Mg z hlediska teplotní depozice. Z toho důvodu byla provedena literární rešerše publikací, které se věnují zkoušení této slitiny při teplotách vyšších, než je pokojová teplota. Jsou uvedeny výsledky, jak po slitinu vyrobenou konvenční metalurgií, tak 3D tiskem. Dostupná literatura [2] uvádí maximální doporučenou teplotu pro většinu aplikací slitiny Al-Si-Mg jako 230 °C, pro některé aplikace může teplota převyšovat výše uvedenou hodnotu. Při překročení této teploty však dochází ke strukturním změnám (hrubnutí zrna, případně rozpouštění zpevňujících precipitátů (Al₂Cu, Mg₂Si a Al₂CuMg), které vedou k poklesu pevnosti a tím omezení dalšího použití.

Ačkoliv je AlSi10Mg obecně známou slitinou a bylo na ní provedeno velké množství experimentů, na základě literární rešerše lze konstatovat, že za vyšších teplot bylo těchto experimentů provedeno méně.

Dostupná literatura [3] [4] [5] [6] [7] [8] neuvádí pracovní teploty materiálu ve výše uvedených aplikacích. Nicméně, autoři uvedených publikací prováděli experimenty od pokojové teploty až do 450 °C. Tyto teploty a druhy zkoušek, prováděné na slitině AlSi10Mg (konvenční metalurgie – KM, 3D tištěná), jsou uvedeny v Tabulce 3.

Druh zkoušky	Teplota zkoušení	3D tisk/ KM	zdroj
Únavová zkouška	100 a 250 °C	КМ	[3]
Tahová zkouška	25-400 °C	3D tisk	[4]
Creepová zkouška	225-300 °C	3D tisk	[5]
Tahová zkouška	25-400 °C	3D tisk	[6]
Tahová zkouška	Pokojová-450 °C	3D tisk	[7]
Únavová zkouška	Pokojová-300 °C	КМ	[8]
Únavová zkouška	100-400 °C	3D tisk	[9]

Tabulka 3 AlSi10Mg – Mechanické zkoušky při vyšších teplotách

Výsledky uvedených zkoušek byly v pracích [4] [5] [6] [8] doplněny metalografickou nebo fraktografickou analýzou.

Tahové vlastnosti 3D tištěné slitiny AlSi10Mg při teplotách vyšších, než je pokojová, sledovaly práce [6 a 7]. Dále autoři [15] prováděli zkoušky tahem za teplot 25-400 °C, na vzorcích vytištěných pomocí technologie SLM a to ve stavu as built – AB (Obrázku 3). Autoři [4] (Obrázek 4) pro zkoušky tahem použili vzorky po žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300 °C/2 h), technologie tisku a rozmezí teplot zkoušení odpovídá výše uvedeným experimentům.

Porovnání výsledků článků [4] a [5] je problematické, protože se liší parametry tisku. Autoři [4] využili stroj s výkonem laseru 400 W, s průměrem paprsku 100-150 μ m a rychlostí skenování 1000 mm/s. Teplota předehřevu platformy byla 35 °C. Naproti tomu autoři [5] použili stroj s výkonem laseru 340 W, s průměrem paprsku 140 μ m a rychlostí skenování 1600 mm/s. Teplota předehřevu platformy byla 150 °C.

V důsledku toho se liší pevnosti i tvárné charakteristiky ve stavu AB i po žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300 °C/2 h) a tedy následně i výsledky zkoušky tahem při vyšších teplotách, kde navíc autoři článku [4] použili mírně kratší tepelnou depozici před vlastní tahovou zkouškou.

Dále jsou bez vzájemného srovnání absolutních hodnot postupně shrnuty výsledky obou článků.





Na Obrázku 3 jsou znázorněny smluvní tahové diagramy pro materiál AlSi10Mg, vytisknutý pomocí technologie SLM, ve stavu AB. Jak je z Obrázku 3 patrné, podle očekávání [24], s rostoucí teplotou dochází k poklesu pevnosti materiálu a k růstu tažnosti materiálu. Dále je patrné, že do teploty zkoušení 200 °C, nedochází k výraznému poklesu pevnosti. Nad touto teplotou se materiál chová plasticky a dochází k výraznému růstu jeho tažnosti a poklesu pevnosti. Je zajímavé, že hodnoty tažností pro teploty zkoušení 200 a 300 °C jsou stejné. Autoři [5] toto nezdůvodnili.



Obrázek 4 Smluvní tahové diagramu materiálu AlSi10Mg (3D tisk +žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300 °C/2 h)) při různých teplotách dle [4], upraveno pro potřeby DP.

Na Obrázku 4 jsou smluvní tahové diagramy pro materiál AlSi10Mg, vytištěný pomocí metody SLM s orientací ve směru osy Z, po žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300 °C/2 h). Jak je z Obrázku 4 patrné, opět dle očekávání [24] dochází s rostoucí teplotou k poklesu pevnosti a růstu tažnosti materiálu. Dále je patrné, že do teploty 200 °C, nedochází k výraznému poklesu pevnosti materiálu. Nad touto teplotou se materiál chová téměř plasticky, což je v souladu s [5].

Výše uvedené výsledky jsou v souladu s maximální doporučenou teplotou použití materiálu 230 °C [2].

Je třeba upozornit na skutečnost, že při porovnání křivek pro 150 a 200 °C, ta s nižší teplotou má, oproti očekávání, vyšší tažnost, což však autoři v práci [4] nezdůvodnili.

Je otázkou, jak uvedené změny v deformačním chování 3D tištěné slitiny AlSi10Mg při vyšších teplotách ovlivní další užitné vlastnosti. V souladu s teoretickými předpoklady lze předpokládat, že změna chování 3D tištěné slitiny AlSi10Mg s narůstající teplotou souvisí se změnou struktury. Nicméně autoři [4] zkoumali strukturu pouze za pokojové teploty.

Zdroj [5] zkoumal i změnu struktury s rostoucí teplotou. Porovnával strukturu po vytištění (AB) a po tepelném zatěžování (HT), po hranicích jednotlivých natavovaných vrstev (boundry) a uvnitř natavované vrstvy (inner). Tepelné zatěžování trvalo 30 minut a struktura byla zkoumaná při teplotách 100, 200 a 300 °C. Struktury jsou na Obrázku 5.



Obrázek 5 Struktura slitiny AlSi10Mg po vystavení vysokým teplotám [5]

Autoři [5] dále uvádí malou změnu struktury při vystavování vzorku slitiny AlSi10Mg teplotám 100 a 200 °C, nad touto teplotou konstatují hrubnutí částic Si ve srovnání s původním stavem a precipitaci sekundárních částic Si v α-Al zrnech.

Zdroj [5] se domnívá, že výše zmíněná precipitace částic Si v α -Al matrici vede k poklesu pevnosti nad 200 °C.

Autoři [5] hodnotili změnu struktury pouze po době tepelného zatěžování 30 minut. Zatímco zdroj [24] zkoumal slitinu ALSi10Mg, vytištěnou

pomocí technologie SLM, po tepelném zpracování 240 °C/ 2 a 6 h a 300 °C/2 h. U vzorků zpracovaných při vyšší teplotě byl dále zkoumán vliv následného ochlazování (pomalé v peci a prudké do vody). Autorka [24] konstatuje, že po uvedeném tepelném zatěžování, dochází k rozpadu křemíkového síťoví, což vede k poklesu pevnosti. A dále, že délka výdrže na teplotě 2 h a 6 h nemá na pevnost vliv. K nejvyššímu poklesu pevnostních charakteristik došlo po tepelném zpracování 300 °C/2 h, což je v souladu s výsledky [4] a [5].

Odolnost proti únavě při vyšších teplotách byla předmětem zkoumání prací [7] a [8]. Autoři [7] zkoumali cyklické chování AlSi10Mg na vzorcích, vyříznutých z neporušené hlavy válců motoru, vyrobeného pomocí konvenční metalurgie. Tato součást byla po tepelném zpracování – umělé stárnutí (T6). Experiment byl prováděn při pěti různých teplotách – teplota okolí, 180, 250 a 300 °C, přičemž byly vzorky před samotným zkoušením 15 minut homogenizovány při zvolené teplotě.

Jako výsledek [7] uvádí cyklické zpevňování materiálu při pokojové teplotě a 100 °C, zatímco k cyklickému měknutí dochází při teplotách 250 a 300 °C. Cyklické chování materiálu je tedy, dle očekávání, výrazně závislé na teplotě. Wöhlerova křivka je znázorněna na Obrázku 6. Popisy S1 – S9 znamenají značení vzorků.

Autoři [7] nevysvětlují, proč dochází při pokojové teplotě a 100 °C k cyklickému zpevňování a při 250 a 300 °C k cyklickému měknutí, pouze to konstatují.



Obrázek 6 AlSi10Mg – Wöhlerova křivka (KM) [7]

Uvedené závěry jsou pro slitinu vyrobenou KM. Je známo, že struktura slitiny po KM a 3D tisku se výrazně liší, lze tedy důvodně předpokládat i rozdíl v odezvě pro zkoušku únavy.

Této problematice se věnuje článek [8]. Sleduje únavové chování 3D tištěné slitiny AlSi10Mg při teplotách 100–400 °C, která byla vytištěna pomocí technologie LPBF (jiný obchodní název pro SLM, viz výše) a poté tepelně zpracována – žíhání ke snížení vnitřního pnutí (300 °C/2h). Následně byla zatěžována kolmo ke směru tisku (osa z). Autoři uvádí, dle očekávání, pokles amplitudy napětí s rostoucí teplotou a počtem cyklů.

Další důležitou vlastností materiálů používaných v automobilovém průmyslu je odolnost proti opotřebení. Existuje celá řada tribologických zkoušek.

Předložená práce se dále zabývá metodou Pin on disk.

1.3 Metoda Pin on disk

Jedná se o relativně jednoduchou zkoušku, jejíž podstatou je přitlačování pinu, libovolného tvaru (nejčastěji koule nebo čočky), k rotujícímu disku (kotouči). Schéma zkoušky je znázorněno na Obrázku 7 [13].



Obrázek 7 Schéma zkoušky Pin on disk [13] přeloženo pro potřeby diplomové práce

V průběhu testu dochází k záznamu závislosti koeficientu tření na čase, příklad této souvislosti je na Obrázku 8 [13].



Obrázek 8 Ukázka záznamu ze zkoušky Pin on disk [13]

Jak je patrné, v počáteční fázi je hodnota koeficientu tření (COF) vysoká a postupně klesá a následně se stabilizuje na určité rovnovážné hodnotě [13]. V průběhu zkoušky dochází k opotřebení pinu i disku, v případě disku vzniká stopa ve tvaru drážky. Po určitém čase (určité dráze) dochází k ukončení zkoušky a následně jsou naměřené hodnoty zpracovány [13].

Velikost opotřebení při zkoušce Pin on disk závisí na množství různých faktorů, jako je materiál pinu a disku, zatížení, rychlost a vzdálenost posuvu, prostředí, ve kterém je zkouška prováděna (s mazadlem, bez mazadla, druh atmosféry) a teplota při měření. Velikost opotřebení je obvykle uváděna jako ztráta objemu v milimetrech krychlových u pinu a disku zvlášť [14].

Jednou z metod, jak opotřebení určit, je metoda výpočtová. Tato metoda se používá v případě, kdy se pouze jeden ze dvou členů výrazně opotřebovává. V takovém případě existují výpočtové vztahy, pomocí kterých je možné vypočítat objem opotřebení [14].

Druhá metoda se používá v případě, kdy dochází k výraznému opotřebení pinu i disku zároveň. V případě disku lze pomocí profilování určit přesný tvar drážky. K tomu se používá optický profilometr, případně mikroskopie atomárních sil. Získaný tvar drážky se následně integruje, aby se vypočítala plocha průřezu drážky. Hodnota je dále vynásobena její délkou a tím se získá objem opotřebení v milimetrech krychlových, který může být dále převeden na objem opotřebení v gramech [13] [14].

Zkoušku lze provádět za sucha, případně s použitím různých mazadel. Dále je možné ji podle teploty rozdělit na zkoušky za pokojové teploty a za vyšších teplot [18].

Předložená práce se dále zabývá opotřebením slitiny AlSi10Mg.

1.4 Slitina AlSi10Mg a opotřebení

Dále byla provedena rešerše hodnocení opotřebení slitiny AlSi10Mg. Autoři [15] [16] [17] [18] a [9] se zabývali měřením tvrdosti a zkouškou Pin on disk, případně modifikací této zkoušky (Ball on disk). Druhy zkoušek a jejich podmínky jsou uvedeny v Tabulce 5.

Na základě literární rešerše autor předložené práce zjistil, že výsledky Pin on disk pro 3D slitinu AlSi10Mg byly dosud publikovány pouze omezeně. Vzájemné porovnání výsledků jednotlivých prací je pak komplikováno skutečností, že autoři používají široké spektrum parametrů zkoušky Pin on disk.

Druh zkoušky	Pin/metoda měření tvrdosti	3D tisk/ KM	Zatížení	Teplota	Mazivo	Druh maziva	Dráha /počet cyklů/čas zatěžování	Zdroj
Pin on disk	100Cr6	3D a KM	5 N	Pokojová	-	-	500 m	[15]
Tvrdost	Brinell	3D a KM	neuvedeno	-	-	-	-	[15]
Ball on disk	AI_2O_3	3D	5 N	Pokojová	-	-	250 m	[16]
Tvrdost	Vickers	3D	10 N/10 s	-	-	-	-	[17]
Ball on disk	SiC a AISI 440C	3D	10 N	Pokojová	-	-	100 m	[17]
Tvrdost	Vickers	3D	0,25 N/10 s		-	-	-	[18]
Pin on disk	Si_3N_4	3D	4 N	Pokojová	-	-	600 s	[18]
Tvrdost	Vickers	3D a KM	1 N/15 s	-	-	-	-	[9]
Pin on disk	Ocel EN31	3D a KM	20 N	Pokojová a 200°C	-	-	2000 m	[9]
Ball on disk	Al ₂ O ₃	3D	10 N	Pokojová	+	Palmový, sójový a strojní olej	10 600 cyklů (1000 m)	[19]
Tvrdost	Vickers	3D	3 N/15 s	-	-	-	-	[19]

Tabulka 4 Podrobnosti měření opotřebení slitiny AlSi10Mg

Jak bylo zmíněno výše, průběh opotřebení ovlivňuje celá řada parametrů. Jedním z nich je použití maziva. Autoři [17] a [19] zkoumali opotřebení pomocí zkoušky Ball on disk při pokojové teplotě, se zatížením 10 N, kdy v práci [17] se jedná o zkoušku za sucha a v práci [19] s použitím sójového, palmového a strojního oleje. Materiálem disku byla v obou případech slitina AlSi10Mg, vyrobená pomocí 3D tisku metodami LBPF [17] a DMLS [19]. Jak bylo zmíněno, jedná se o stejnou technologii, která má různé názvy. V případě pinu je materiálem SiC [17] a Al₂O₃[19]. Vzorky byly po žíhání ke snížení vnitřního pnutí (210 °C/1 h) [17] a ve stavu AB [19]. Na Obrázcích 9 a 10 jsou znázorněny závislosti koeficientu tření na vzdálenosti, případně počtech cyklů. Přepočtená vzdálenost 100 m [17] na počet cyklů, je znázorněná černou přímkou na Obrázku 10 [19].

Popisky v Obrázku 10 znamenají strojní olej pro Al1, sójový olej pro Al2 a palmový olej pro Al3, dále PO pro leštěný, SBO pro brokovaný a MO pro otryskaný povrch.

Jak je z Obrázku 9 [17] patrné, přibližně po 20 metrech dochází k pravidelnému kolísání hodnoty koeficientu tření mezi hodnotami 0,4 a 1,2. V případě [24] je zřejmý vliv maziva, kdy se koeficient tření pohyboval, v závislosti na stavu povrchu (otryskaný, brokovaný a leštěný), mezi 0,05 a 0,15, což je výrazně méně, než v případě [17].

Velikost opotřebení dále souvisí s drsností povrchu. V Tabulce 6 je uvedená drsnost pro různé stav povrchu dle [19]. Zdroj [17] drsnost vzorku neuvádí, pouze konstatuje, že vzorky byly elektrolyticky a iontově leštěny.

Stav povrchu	Ra [µm]
otryskaný	18,7
brokovaný	5,4
leštěný	1,4

Tabulka 5 Závislost drsnosti na stavu povrchu dle [19]

Autoři [24] konstatují, že nejnižších hodnot koeficientu tření, drsnosti a opotřebení bylo dosaženo na leštěném povrchu, zatímco nejvyšší byly na otryskaném povrchu. Jako mazivo nejvíce snižující koeficient tření autoři [19] označují palmový olej a jako nejméně strojní olej.



Obrázek 9 Závislost koeficientu tření na vzdálenosti u metody Ball on disk za sucha, materiálu AlSi10Mg (3D tisk + ve stavu po žíhání 210 °C/1 h) při pokojové teplotě [17]



Obrázek 10 Závislost koeficientu tření na počtu cyklů u metody Ball on disk, materiálu AlSi10Mg (3D tisk + ve stavu AB), při použití sójového, palmového a strojního oleje, při pokojové teplotě [19]

Další z parametrů je teplota zkoušení. Autoři [9] zkoumali opotřebení pomocí zkoušky Pin on disk u slitiny AlSi10Mg, která byla materiálem disku, vyrobená technologiemi SLM a KM. Používané vzorky byly dále broušeny a leštěny – s výjimkou těch, které byly upraveny pomocí technologie EDA (viz dále). Materiálem pinu byla ocel EN31, zkoušení probíhalo při pokojové a zvýšené teplotě 200 °C, se zatížením 20 N a za sucha. Autoři [9] nejprve zkoumali drsnost vzorků před samotnou zkouškou pin on disk. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v Tabulce 7. Jak je z ní patrné, u všech vzorků, kromě těch upravených pomocí technologie EDA, se hodnota drsnosti pohybovala okolo stejné hodnoty (0,15). V případě vzorků upravených pomocí technologie EDA, byla drsnost výrazně vyšší (3,91), což bylo způsobeno chybějícím broušením a leštěním (viz výše).

	AB	SLM po T6	EDA	KM
Ra [µm]	0,14	0,15	3,91	0,15

Tabulka 6 Naměřené hodnoty drsnosti povrchu dle [9]

EDA (Electric Discharge Alloying) je proces, kdy v průběhu úpravy povrchu, dochází k elektrickému výboji v místě mezi elektrodami (nástroj a výrobek) a tvorbě plazmatu vysoké teploty. Plazma způsobí tavení a odpařování materiálu elektrod a vznik tavné lázně takového složení, které je směsí materiálů nástroje, vzorku a prvků, které obsahuje dielektrikum [25] V případě [9] byl nástroj vyroben z mědi a jako dielektrikum byl použit olej. Tloušťka vrstvy měla 2 mm.

Na Obrázku 11 je závislost koeficientu tření na vzdálenosti při pokojové teplotě, zatímco na Obrázku 12 je stejná závislost při teplotě 200 °C. Jak je z Obrázků 11 a 12 patrné, při pokojové teplotě dochází po zhruba 100 m k ustálení hodnoty koeficientu tření a pravidelnému kolísání kolem této hodnoty: Koeficient tření se pohyboval okolo 0,5, v případě odlitého vzorku a 0,45, v případě vzorku vyrobeného metodou SLM bez tepelného zpracování (viz znázornění na Obrázku 11).

Závislost koeficientu tření na vzdálenosti pro zkoušku pin on disk při teplotě 200 °C (Obrázek 12) vykazují odlišný průběh ve srovnání se zkouškou při pokojové teplotě (Obrázek 11).

V případě zkoušky při 200 °C, dochází k postupnému nárůstu hodnoty koeficientu tření a nedochází k jejímu ustálení. Průměrné hodnoty koeficientu tření autoři [9] uvádějí jako 0,6 v případě vzorků vyrobených metodou SLM ve stavu AB a 0,7 v případě KM (viz znázornění na Obrázku 12).



Obrázek 11 Závislost koeficientu tření na vzdálenosti při pokojové teplotě, materiálu AlSi10Mg (3D tisk) [9], upraveno pro potřeby diplomové práce



Obrázek 12 Závislost koeficientu tření na vzdálenosti při teplotě 200 °C [9], materiálu AlSi10Mg (3D tisk), upraveno pro potřeby diplomové práce

Autoři [9] dále prováděli měření tvrdosti podle Vickerse se zatížením 1 N, po dobu 15 s. Výsledkem byla změřená tvrdost 135±15 HV u vzorku vyrobeného pomocí metody SLM, bez tepelného zpracování a 76±7 HV pro vzorky vyrobené KM. Hodnota 135 je v toleranci hodnoty, kterou udává dostupná literatura [26] 124±7 HV. Tvrdost pro stav KM není možné v dostupné literatuře ověřit, protože [27] udává tvrdost HBW 70, což není možné převést na stupnici podle Vickerse.

Zdroj [9] dále konstatuje, že existuje vztah mezi hodnotou tvrdosti a odolností proti opotřebení. Tedy, že s rostoucí tvrdostí vzrůstá odolnost vůči opotřebení. Závislost velikosti opotřebení na tvrdosti je ukázána v Tabulce 8.

Stav	Opotřebení [x10-4mm3/Nm]		Tvrdost [HV]
	200 °C	Pokojová	Pokojová teplota
		teplota	
SLM (AB)	0,35	1,17	135
Т6	0,39	1,23	90
EDA	0,31	1,05	190
КМ	0,45	1,34	76

Tabulka 7 Závislost velikosti opotřebení na tvrdosti dle [9]

Jak je z Tabulky 8 patrné, velikost opotřebení je při zvýšené teplotě zhruba třikrát menší než při pokojové teplotě, což autoři [24] zdůvodnili nadměrnou tvorbou oxidových filmů na kontaktním povrchu a tím snížení přímého kontaktu kov na kov.

Na základě literární rešerše používá předložená práce pro hodnocení tribologických charakteristik 3D tištěné slitiny AlSi10Mg zkoušku Pin on disk za sucha při teplotách 100, 200 a 300 °C a výsledky doplňuje měřením tvrdosti a metalografickou analýzou.

2 Experimentální část

V experimentální části byla použita hliníková slitina AlSi10Mg (kapitola 1.2), vyrobena pomocí technologie SLM na tiskárně Concept Laser M2. Podmínky tisku jsou uvedeny v Tabulce 8.

	Výkon laseru [w]	Skenovací rychlost [mm/s]	Tloušťka vrstvy [µm]	Spot size [µm]
Povrch	200	800	25	140
Objem	370	1400	50	190
Podpory	200	1600	50	50

Tabulka 8 Podmínky tisku vzorků se slitiny AlSi10Mg

Diplomová práce je součástí rozsáhlého projektu, v rámci kterého bylo z uvedeného materiálu vytištěno kromě jiného i větší množství válečků, ze kterých byly dále vyrobeny zkušební vzorky pro zkoušku Pin on disk. Autor předložené práce obdržel připravené vzorky (tepelně zpracované, broušené a leštěné) v počtu 9 kusů. Značení vzorků a podmínky zpracování jsou uvedeny v Tabulce 9.

Tabulka 9 Podmínky tepelného zpracování a značení vzorků

Tepelné zpracování	Značení vzorků	Počet vzorků
AB	AB	3
240 °C/2 h	Z	3
240 °C/6 h	Т	3

Autor DP dále provedl hodnocení tribologických vlastností pomocí metody Pin on disk, světelné i řádkovací elektronové mikroskopie a měření tvrdosti.

2.1 Použité experimentální metody

2.1.1 Zkouška Pin on disk

Pro měření opotřebení byla použita metoda Pin on disk (kapitola 1.3) na vzorcích ze 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, jak již bylo uvedeno. Obrázek13a dokumentuje příklad připraveného vzorku.

Jako pin byla použita keramická kulička o průměru 6 mm, vyrobená z Al₂O₃ (Obrázek 13b). Tento materiál kuličky byl zvolen s ohledem na vysokoteplotní provedení zkoušky. Předchozí práce [28] pro zkoušku při pokojové teplotě, používala kuličku z oceli 100Cr6.



a) vzorek (disk) b) kulička (pin)

Obrázek 13 a) Vzorek (AlSi10Mg) a kulička (Al $_2O_3$) použité při zkoušce Pin on disk

Podmínky zkoušky jsou uvedeny v Tabulce 10.

Tabulka 10 Podmínky zkoušky Pin on disk

Parametr	Hodnota
Zatížení	1 N
Dráha	5 000 m
Poloměr stopy	5 mm
Rychlost pohybu	10 cm/s
Poloměr kuličky	6 mm
Teploty zkoušení	100, 200 a 300 °C

Zkouška byla provedena na stroji CSM High temperature tribometer (Obrázek 14), při teplotách zkoušení 100, 200 a 300 °C, pro každý stav. Tyto teploty dosud nebyly v rámci projektu pro hodnocení opotřebení slitiny AlSi10Mg použity a byly zvoleny na základě práce [9]. V rámci této práce autoři zkoumali opotřebení 3D tištěné a KM slitiny AlSi10Mg v různých stavech, při pokojové teplotě a teplotě 200 °C, bez použití maziva. Autor DP ve snaze o zjištění teplotní závislosti velikosti opotřebení použil kromě teploty 200 °C ještě zkoušku při 100 a 300 °C.



Obrázek 14 CSM High temperature tribometer

Pro všechny použité teploty zkoušky byly při prvním ohřevu vzorku na zvolenou teplotu, stanoveny časové závislosti, které jsou uvedeny na Obrázku 15. Z hlediska porovnání výsledků pak tyto "náběhové křivky", byly dodrženy pro všechny další zkoušky.

Z dostupné literatury [5] [19] je známo, že při teplotách nad 200 °C, dochází u 3D tištěné slitiny AlSi10Mg k výrazným změnám struktury, které následně ovlivňují výsledné mechanické vlastnosti. Proto byla dále věnována pozornost také době chladnutí vzorků po Pin on disk při teplotě 300 °C. Bylo zjištěno, že vzorek při teplotě zkoušky 300 °C je namáhán teplotou nad 200 °C celkově přibližně 105 minut. Lze předpokládat, že tato teplotní depozice bude ovlivňovat strukturu a následně i velikost opotřebení.



Obrázek 15 Průběh ohřevu vzorků 3D tištěné slitiny AlSi10Mg vyrobené metodou SLM, všechny teploty a stavy

V průběhu samotného měření byly zaznamenávány závislosti koeficientu tření (COF) na dráze pro všechny teploty a stavy. Tyto průběhy byly dále filtrovány a zpracovány do grafů. Z naměřených hodnot COF byla pro všechny stavy a teploty vypočítána průměrná hodnota, která v tomto případě odpovídá střední hodnotě odečtené z uvedených grafů.

Po zkouškách byla provedena dokumentace opotřebení kuličky a vzorku pomocí světelné mikroskopie (Olympus DSX1000 (Obrázek 16)). Kulička byla vyfocena po zkoušce i po očištění acetonem. Dále byly na každém vzorku pořízeny 4 snímky stopy opotřebení (viz vyznačení Obrázek 17). Z každého snímku byly dále odečteny 3 hodnoty šířky drážky. Takto získané hodnoty byly zprůměrovány a byla vypočítána směrodatná odchylka. Norma [14] vyhodnocuje velikost opotřebení na základě výpočtu velikosti úbytku materiálu disku po zkoušce. Tento výpočet však předpokládá pravidelný tvar příčného průřezu stopy. Z důvodu nepravidelnosti tvaru stop po zkoušce Pin on disk při vysokých teplotách, je dále v předložené práci hodnocena velikost opotřebení 3D tištěné slitiny AlSi10Mg pouze pomocí šířky drážky.

Z takto naměřených hodnot byla stanovená závislost šířky drážky na teplotě zkoušky.



Obrázek 16 Mikroskop Olympus DSX1000



Obrázek 17 Vyznačené oblasti, kde byly snímány stopy po zkoušce Pin on disk

Autor práce dále použil popsané vzorky po zkoušce Pin on disk pro hodnocení tribologických vlastností, struktury a tvrdostí sledovaných stavů.

2.1.2 Další hodnocení vzorků po zkoušce Pin on disk

• Analýza povrchu vzorku pomocí digitálního mikroskopu

Nejdříve byla provedena analýza povrchu všech experimentálních vzorků na digitálním mikroskopu Keyence VHX-7000, ve firmě Škoda auto a.s. v Mladé Boleslavi.

Analýza byla využita k dokumentaci tvaru stop u jednotlivých vzorků po zkoušce Pin on disk.

Profily povrchů všech vzorků byly nejdříve nasnímány pomocí optického systému. Z takto získaných dat byly sestaveny 3D modely povrchů jednotlivých vzorků spolu s barevným měřítkem pro odečítání odchylky výšky. Na získaných modelech byl dále pomocí barevného rozlišení a měřítka pozorován nepravidelný tvar stopy po zkoušce Pin on disk.

Dále byly pro porovnání výsledků získaných světelnou mikroskopií (viz kapitola 2.1.1), na každém ze vzorků změřeny šířky stop a průměry vnitřních a vnějších drážek po zkoušce pin on disk. Obrázek 18 uvádí příklad rozložení měření šířky drážky po obvodu získané pomocí digitální světelné mikroskopie (DSM).



Obrázek 18 Příklad měření šířky stop po zkoušce Pin on disk, 3D tištěná slitina AlSi10Mg metodou SLM, DSM

• Metalografická analýza SEM

Metalografická analýza SEM byla provedena na elektronovém řádkovacím mikroskopu Zeiss GeminiSEM 500, ve firmě Škoda auto a.s. v Mladé Boleslavi.

Před samotným měřením na elektronovém mikroskopu, byly vzorky naleptány v roztoku 0,3% kyseliny fluorovodíkové. Poté byly opláchnuty vodou a vysušeny. Dále následovalo samotná analýza.

Nejdříve byla pracovní komora napuštěna vzduchem a otevřena. Do pracovní komory byly pomocí gumových rukavic, aby nedošlo ke znečištění vzorků organickými látkami, vloženy vždy čtyři naleptané vzorky, které byly upevněné v držáku. Po uzavření byla komora napuštěna dusíkem a po vytvoření ochranné atmosféry následovalo samotné měření pomocí dopadajících elektronů elektronového svazku, s urychlovacím napětím 10 - 20kV.

Při měření byly pořízeny snímky struktury v místě stopy po zkoušce Pin on disk a v neporušeném místě. Pro přehledové snímky bylo použito zvětšení 5000 x a dále byly pořízeny detailní snímky s větším zvětšením (až 75 000 x).

Tímto způsobem byly postupně analyzovány všechny vzorky po zkoušce pin on disk.

Dále následovalo měření tvrdosti.

• Měření tvrdosti

Pro toto měření byla použita metoda dle Vickerse. Zkouška je založená na vtlačování pravidelného čtyřbokého jehlanu, vyrobeného z diamantu, do povrchu vzorku se zkušebním zatížením F. Po odlehčení jsou změřeny poloměry úhlopříček a vypočítá se jejich aritmetický průměr. Tvrdost se dále určí jako poměr zátěžné síly a plochy vtisku [29].

Zkouška byla provedena na stroji Struers Duramin-40 (Obrázek 19) se zatížením 1 kg. Doba výdrže na zátěžné síle byla 10 s. Použit byl objektiv s desetinásobným zvětšením. Naměřené tvrdosti použitý přístroj vyhodnocuje pomocí softwaru.



Obrázek 19 Stroj Struers Duramin-40

Na každém ze vzorků bylo provedeno 10 měření, umístěných uprostřed disku podle zvoleného patternu (vzoru) (Obrázek 20).



Obrázek 20 Příklad rozložení měření tvrdosti HV1

Takto získané hodnoty byly zprůměrovány a byla vypočtena směrodatná odchylka. Zpracované hodnoty byly dále vyneseny do grafu.

3 Výsledky a jejich diskuse

3.1 Pin on disk

3.1.1 Hodnocení velikosti opotřebení

V Tabulce 11 jsou uvedeny naměřené hodnoty šířek stop pomocí světelné mikroskopie (dále SM), pro sledované stavy slitiny AlSi10Mg.

Tabulka 11 Naměřené hodnoty šířek stop po zkoušce Pin on disk (SM), pro různé stavy a teploty zkoušky, 3D tištěná slitina AlSi10Mg (SLM)

Značení vzorku	Zpracování	Šířka stopy [µm]
AB100		1139±79
AB200	AB	1212±74
AB300		1565±348
Z100	240 °C/2 h	1260±75
Z200		1537±141
Z300		1546±195
T100		1131±84
T200	240 °C/6 h	1894±138
T300		1879±166

Z hlediska průběhu teplotní závislosti šířky stopy, byly dále v předložené práci uvedeny také výsledky pro zkoušku Pin on disk při pokojové teplotě a měření tvrdosti, které byly získány v rámci předmětu Projekt I (autor DP se také účastnil).

Zde je třeba upozornit na skutečnost, že při zkoušce Pin on disk při pokojové teplotě byla použita kulička z jiného materiálu, než při zkoušce za vyšších teplot viz kapitola 2.1.1. Lze však předpokládat, že na velikost opotřebení by to nemělo mít zásadní vliv. Nicméně, v dalších experimentech autor práce doporučuje dodělat zkoušku Pin on disk při pokojové teplotě s kuličkou z korundu.

Na Obrázku 21 je znázorněna závislost šířky drážky na teplotě zkoušky Pin on disk, zjištěná pomocí SM.



Obrázek 21 Závislost šířky drážky (zjištěné SM) po Pin on disk na teplotě zkoušky (3D tištěná slitina AlSi10Mg, SLM, různé stavy)

Jak je z Obrázku 21 patrné, šířky stop při teplotě zkoušky 20 °C, se pro stavy Z a T v rámci směrodatných odchylek shodují. U stavu AB je při této teplotě šířka stop menší. Lze předpokládat, že tento rozdíl je dán tím, že v rámci režimů Z a T byly vzorky před zkouškou tepelně zpracovány. (viz Tabulka 11). Vliv použitých parametrů tepelného zpracování na teplotní závislost velikosti opotřebení experimentálního materiálu, bude dále postupně diskutován.

Při teplotě zkoušky 100 °C dochází, dle předpokladu, k mírnému nárůstu opotřebení (šířek stopy) u všech sledovaných stavů ve srovnání s 20 °C. Hodnoty šířek stop jsou v rámci směrodatné odchylky přibližně stejné pro všechny sledované stavy. Zdá se, že pro 3D tištěnou slitinu AlSi10Mg na výsledky zkoušky Pin on disk, provedené při 100 °C, nebyl shledán výrazný vliv použitého tepelného zpracování režimu Z a T ve srovnání se stavem AB.

Při teplotě 200 °C, dochází, ve srovnání s teplotou 100 °C, k výraznému nárůstu šířky stop, v případě vzorků Z a T. Výrazněji roste šířka drážky ve stavu T, tedy po 3x delší výdrží při teplotě 240 °C. Lze předpokládat, že tato skutečnost je dána vlivem teplotní depozice při 200 °C. Nicméně, tento výsledek je v rozporu s prací [9], která uvádí, že při nárůstu teploty zkoušky dochází k poklesu velikosti opotřebení ve srovnání s pokojovou teplotou. V rozporu s prací [9], však práce [4] uvádí, že nad teplotou 200 °C, dochází k poklesu pevnosti 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, která by v důsledku mohla vést ke zvýšení opotřebení. Na základě uvedených skutečností je možno konstatovat, že k hodnocení odolnosti vůči opotřebení 3D tištěné slitiny AlSi10Mg by bylo vhodné přistupovat z hlediska výsledků i dalších zkoušek

mechanických vlastností. Také by bylo vhodné v dalších experimentech ověřit výsledky měření na větším počtu vzorků.

Oproti očekávání při 300 °C, nedochází k dalšímu nárůstu šířek stop u všech stavů, ve srovnání s teplotou 200 °C. Dle očekávání narostla pouze šířka drážky u stavu AB. U dalších dvou stavů jsou hodnoty v rámci směrodatných odchylek v podstatě stejné. Je však třeba upozornit na skutečnost, že pro všechny sledované stavy je šířka stopy drážky v rámci směrodatné odchylky stejná. Je otázkou, jak tento výsledek bude ve shodě s výsledky dalších analýz. Další otázkou je, zda se v případě zkoušky 300 °C, neprojevil vliv, který uvádí práce [9], tedy že menší opotřebení souvisí s tvorbou oxidické vrstvy vznikající při vysokoteplotní zkoušce Pin on disk.

Na Obrázku 22 jsou přehledové snímky (SM) stop po zkoušce Pin on disk, v rozsahu teplot 20-300 $^\circ\mathrm{C}$



Obrázek 22 Přehledové snímky stop 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, vyrobené pomocí SLM, SM, různé stavy a teploty

39

Autor DP se při dokumentaci šířky stop dopustil chyby, kdy skládal přehledové snímky z různého počtu snímků (2x2, 1x4). Z toho důvodu jsou šířky stop na Obrázku 22 v rozporu se závislostí na Obrázku 20 a jsou tedy pouze ilustrativní. Z časového důvodu, bohužel nebylo možné snímky znova pořídit tak, aby byly vzájemně porovnatelné.

Na Obrázku 23 je příklad snímků kuliček z AI_2O_3 , po zkoušce Pin on disk, při teplotě 100 a 300 °C (3D tištěná slitina AlSi10Mg, SLM, 240 °C/6 h). Zde je třeba upozornit na skutečnost, že ačkoliv norma [14] uvádí, že by vždy mělo být dokumentováno opotřebení použité kuličky, v prostudované literatuře tomu tak není.

Z Obrázku 23 je patrné, že s rostoucí teplotou zkoušky dochází, dle předpokladu, k nárůstu adheze částic vzniklých při opotřebení disku (vzorku) na povrch pinu (kuličky). Zdá se, že pro analýzu kuličky po vysokoteplotní zkoušce Pin on disk, bylo vhodné snímat kuličku po zkoušce, a ne ji čistit acetonem. Pro podrobnější analýzu opotřebení kuličky by bylo vhodné provést analýzu chemického složení adhezivní vrstvy na povrchu kuličky. Tato analýza je však nad rámec předložené diplomové práce.





c) 300 °C neočištěno

d) 300 °C očištěno acetonem

Obrázek 23 Snímky kuliček po zkoušce pin on disk, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg metodou SLM, stav T, teploty a) 100 °C, b) 300 °C, SM

3.1.2 Závislost koeficientu tření na dráze

Na Obrázcích 24-26 jsou závislosti koeficientu tření (COF) pro jednotlivé stavy, při teplotách zkoušky 100-300 °C. Z porovnání obrázků je patrné, že s narůstající teplotou zkoušky je COF vyšší.

Ve všech případech COF s narůstající drahou klesá, ale liší se sklon této závislosti. Toto zjištění je v souladu s dostupnou literaturou [13] [19] a v rozporu s prací [9], která při teplotě zkoušky konstatuje postupný nárůst hodnoty COF. Při zkoušce při pokojové teplotě, ve všech případech, dochází po určité době k ustálení COF. K tomuto ustálení dochází po nejkratší dráze ve stavu AB, nejdelší ve stavu T.



Obrázek 24 Závislost koeficientu tření na dráze při zkoušce pin on disk 3D tištěná slitina AlSi10Mg, vyrobená technologií SLM, stav AB



Obrázek 25 Závislost koeficientu tření na dráze při zkoušce pin on disk 3D tištěná slitina AlSi10Mg, vyrobená technologií SLM, stav Z



Obrázek 26 Závislost koeficientu tření na dráze při zkoušce pin on disk 3D tištěná slitina AlSi10Mg, vyrobená technologií SLM, stav T

Z porovnání Obrázků 27-29 je patrný vliv tepelného zpracování na vysokoteplotní zkoušky Pin on disk. Diskuse těchto výsledků je komplikovaná skutečností, že kromě vlivu použitého tepelného zpracování lze očekávat paralelně probíhající změny struktury dané teplotní depozicí materiálu při zkoušce jako takové. Nicméně z porovnání Obrázků je možné konstatovat, že rozdíly sledovaných závislostí jsou závislé na teplotě zkoušky.

Po zkoušce při 100 °C (Obrázek 27) se sledované závislosti liší v závislosti na tepelném zpracování, od dráhy 2000 m a dále se přibližně shodují.

Po zkoušce při 200 °C (Obrázek 28) jsou závislosti přibližně stejné do dráhy přibližně 1000 m a dále se liší s tím, že pro režim Z se hodnoty zdají být téměř v celém rozsahu mírně vyšší než pro režim T.

Po zkoušce při 300 °C (obrázek 29) se závislosti liší v celém rozsahu měření s tím, že hodnoty Z se zdají být, v celém rozsahu, nejvyšší, zatímco hodnoty T se zdají být nejnižší.

K výše uvedeným výsledkům je třeba uvést, že v dostupné literatuře nebyla nalezena studie, se kterou by se daly všechny dosažené výsledky pro sledované tepelné zpracování a parametry zkoušky Pin on disk porovnat.



Obrázek 27 Závislost koeficientu tření na dráze, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, při zkoušce pin on disk pro teplotu 100 °C, různé stavy



Obrázek 28 Závislost koeficientu tření na dráze, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, při zkoušce pin on disk pro teplotu 200 °C, různé stavy



Obrázek 29 Závislost koeficientu tření na dráze, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, při zkoušce pin on disk pro teplotu 300 °C, různé stavy

Pro porovnání výsledků dosažených v DP, byla nalezena pouze pro práce [9], která uvádí hodnoty průměrného COF pro zkoušku Pin on disk při pokojové teplotě a teplotě 200 °C. Z toho důvodu byly spočteny a porovnány i průměrné hodnoty COF zjištěné v rámci předložené práce (Tabulka 12). Tyto hodnoty byly vyneseny do grafu (Obrázek 30).

Stav	20 °C	100 °C		200 °C		300 °C		
	DP	[9]	DP	[9]	DP	[9]	DP	[9]
AB	0,45	0,45	0,57	*	0,75	0,7	1,05	*
Ζ	0,52	*	0,65	*	0,82	*	1,09	*
Т	0,52	*	0,62	*	0,77	*	1,01	*

Tabulka 12 Zprůměrované hodnoty COF pro různé stavy a teploty, slitiny AlSi10Mg, vyrobené technologií SLM

*hodnoty nebylo možné v dostupné literatuře dohledat

Z Tabulky 12 je patrné, že hodnoty průměrného COF pro stav AB, zjištěné v rámci předložené práce, pro zkoušku Pin on disk při pokojové teplotě a teplotě 200 °C, jsou v dobré shodě s výsledky práce [9]. Zdá se tedy, že pro hodnocení COF pro sledované stavy je možné použít jeho průměrnou hodnotu. Ve všech sledovaných stavech s narůstající teplotou zkoušky Pin on disk průměrný COF roste. Z hlediska vysokoteplotních zkoušek Pin on disk je možno konstatovat, že tepelné zpracování při teplotě 240 °C/2 h slitiny AlSi10Mg vede při všech sledovaných teplotách zkoušky Pin on disk, k mírnému nárůstu COF v porovnání se stavem AB. Zdá se, že tepelné zpracování 240 °C/6 h nemá na COF při sledovaných teplotách zkoušky téměř žádný vliv.





Z porovnání Obrázku 30 a Obrázku 21 je možné říci, že při teplotách 20 a 100 °C, mají závislosti obdobný charakter, platí tedy přímá úměra mezi šířkou stopy a COF. Při vysokých teplotách, tedy 200 a 300 °C tato přímá úměra, zdá se, neplatí. Je možné předpokládat, že důvodem jsou zatím podrobněji nespecifikované vlivy jako například integrita povrchu stopy.

3.1.3 Analýza vzorku pomocí digitálního mikroskopu

V Tabulce 13 jsou uvedeny naměřené hodnoty šířek stop pro sledované stavy slitiny AlSi10Mg, zjištěné pomocí digitální světelné mikroskopie (DSM).

Tabulka 13 Naměřené hodnoty šířek stop (DSM) pro různé stavy a teploty 3D tištěné slitiny AlSi10Mg metodou SLM

Značení vzorku	Zpracování	Šířka stopy [µm]
AB100		1211±71
AB200	AB	1344±184
AB300		1850±397
Z100	240 °C/2 h	1274±119
Z200		1756±342
Z300		1412±205
T100		1313±101
T200	240 °C/6 h	1854±188
T300		2207±201

Na Obrázku 31 je závislost šířky drážky na teplotě zkoušky Pin on disk, zjištěná pomocí digitální světelné mikroskopie (DSM).

Pro možnost porovnání vlivu metodiky zjištění šířky stopy, je na Obrázku 32 uvedena část Obrázku 20, tedy závislost šířky drážky po Pin on disk na teplotě zkoušky v rozsahu 100-300 °C, zjištěná pomocí SM.

Jak je z porovnání Obrázků 31 a 32 patrné, průběhy teplotních závislostí šířky stop jsou pro obě metodiky měření podobné pro teploty zkoušky 100 a 200 °C a mírně se liší pro teplotu zkoušky 300 °C. Liší se pouze svými absolutními hodnotami šířky drážky. Zde je třeba upozornit na skutečnost, že Obrázky 31 a 32 nelze z hlediska číselných hodnot porovnávat. Je to dáno primárně skutečností, že šířka drážky po vysokoteplotní zkoušce Pin on disk, byla v rámci tohoto experimentu značně nehomogenní.

Aby bylo možné hodnoty získané pomocí SM a DSM absolutně porovnat, bylo by nutné dodržet stejnou metodiku měření u obou metod, tzn. označit místa měření šířky stopy při SM a na stejných místech provést měření pomocí DSM. Nicméně je možné konstatovat, že pro stanovení šířky drážky po vysokoteplotní zkoušce Pin on disk je možné použít jak SM, tak DSM.



Obrázek 31 Závislost šířky drážky (zjištěné DSM) po Pin on disk na teplotě zkoušky (3D tištěná slitina AlSi10Mg, SLM, různé stavy)



Obrázek 32 Závislost šířky drážky (zjištěné SM) po Pin on disk na teplotě zkoušky (3D tištěná slitina AlSi10Mg, SLM, různé stavy

Na Obrázku 33 je ukázka modelu stopy po zkoušce Pin on disk z DSM.



Obrázek 33 Příklad 3D modelu vzorku s měřítkem po zkoušce Pin on disk, 3D tištěná slitina AlSi10Mg, SLM, stav AB, teplota zkoušení 300 °C, DSM

Obrázek 33 dokumentuje nehomogenitu stopy po vysokoteplotní zkoušce Pin on disk z pohledu šířky stopy i příčného průřezu. Z takto pořízených snímků by se dala, v rámci dalších experimentů, odolnost proti opotřebení vyhodnotit na základě zvolení nějakého parametru, např. maximální zjištěné hloubky příčného profilu. Nicméně, detailní analýza 3D modelů stopy po zkoušce Pin on disk, je nad rámce předložené DP.

3.1.4 Metalografická analýza SEM

Jak již bylo uvedeno v teoretické části (kapitola 1), u struktury sledovaného materiálu dochází s tepelnou depozicí ke změně struktury. Ta je ovlivněná teplotou a časem depozice. Práce [5] a [24] konstatují malou změnu struktury při tepelné depozici do 200 °C. Nad touto teplotou konstatují rozpad křemíkového síťoví.

Lze tedy předpokládat, že struktura sledovaných vzorků po zkoušce Pin on disk při teplotě 100 °C, nebude vykazovat ve srovnání s výchozím stavem výrazné změny.

Dále je možné předpokládat, že Pin on disk při teplotě 200 °C, nepatrně ovlivní výchozí strukturu a struktura po zkoušce při teplotě 300 °C, bude ovlivněna výdrží na teplotě nad 200 °C, která byla, jak již bylo uvedeno v experimentální části, 105 minut.

Pro porovnání vlivu teploty zkoušky Pin on disk na strukturu sledovaného materiálu jsou dále (Obrázek 34), uvedeny struktury stavů AB, Z a T bez další teplotní depozice [24]. Citovaná práce byla součástí stejného rozsáhlého projektu (viz výše), podmínky tisku vzorků analyzovaných v předložené práci a práce [24] jsou shodné. Struktury ze SEM jsou doplněny hodnotami meze pevnosti (R_m) a tvrdosti.







b) Z

c) T



Autorka [24] konstatuje souvislé křemíkové síťoví pro stav AB a téměř spojitou křemíkovou síť u vzorků Z a T. U stavu Z je křemíková síť v porovnání se stavem Z kompaktnější. Nicméně, míra kompaktnosti křemíkového síťoví nemá dle [24] vliv na hodnoty R_m a tvrdosti. Toto zjištění je v práci [24] odůvodněno precipitací nanočástic Si, která by mohla podporovat zpevňování a působit reciproce proti rozpadu křemíkového síťoví.

Na Obrázcích 35-37 jsou přehledové snímky stop a struktury v neporušeném místě po zkoušce Pin on disk, získané pomocí elektronové mikroskopie (SEM).



Obrázek 35 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg (SLM), stav AB, doplněny hodnoty šířky stopy po Pin on disk (100-300 °C)

Na Obrázku 35 je struktura sledovaného materiálu ve stavu AB po zkoušce Pin on disk při různých teplotách, snímky jsou doplněny naměřenou šířkou stopy.

Jak je z Obrázků 35 a) patrné, v souladu s teoretickými předpoklady vykazuje struktura po zkoušce Pin on disk při 100 °C kompaktní křemíkové síťoví, při 200 °C, je již patrný jeho částečný rozpad. Tato skutečnost se projevila mírným nárůstem velikosti opotřebení, ve srovnání se strukturu po zkoušce při 100 °C. Zkouška Pin on disk při 300 °C způsobila, dle předpokladu, výrazný rozpad křemíkového síťoví a v souladu s tím bylo také zjištěno větší opotřebení.

Z Obrázků 35 b) je patrný adhezivní a abrazivní charakter opotřebení v rámci stopy po zkoušce Pin on disk. Míra a způsob opotřebení se v závislosti na teplotě zkoušky, v souladu s dosud diskutovanými výsledky, liší. Zdá se, že nejvýraznější reliéf, v důsledku opotřebení, vykazuje vzorek po zkoušce při 200 °C. Nicméně, v důsledku nehomogenity rozměrů stopy po zkoušce, by bylo v rámci dalších měření, vhodné stanovit z přehledového snímku celé stopy extrémní místa a na nich provést snímání struktury drážky.

Na Obrázku 36 je struktura sledovaného materiálu ve stavu Z po zkoušce Pin on disk při různých teplotách.

Autor práce jsi je vědom skutečnosti, že snímek struktury ve stavu Z, po Pin on disk při 300 °C, není v potřebné kvalitě k porovnání s ostatními stavy. Z časových důvodů nebylo možné jej opakovat.

Jak je z Obrázků 36 a) patrné, v souladu s teoretickými předpoklady, struktura po zkoušce Pin on disk při 100 °C, vykazuje částečně rozpadlé křemíkové síťoví v důsledku předchozího tepelného zpracování (240 °C/2 h). Po zkoušce při 200 °C je patrný jeho další rozpad. Tato skutečnost se také projevila vzrůstem opotřebení při 200 °C, ve srovnání se stavem při teplotě zkoušky 100 °C. Při teplotě zkoušky Pin on disk 300 °C, struktura vykazuje téměř úplný rozpad křemíkového síťoví. Nicméně je zajímavé, že se tato skutečnost neprojevila na dalším růstu velikosti opotřebení. Lze předpokládat, že tato skutečnost je dána již dříve zmíněnou precipitací křemíkových částic. Jejich existence by se dala v příštích experimentech dokázat podrobnější metalografickou analýzou při větším rozlišení.

Z Obrázku 36 b) je opět patrný adhezivní a abrazivní charakter opotřebení. Míra a velikost opotřebení se v závislosti na teplotě opět mění. Zdá se, že nejvýraznější reliéf, v důsledku opotřebení opět vykazuje vzorek po zkoušce Pin on disk, při teplotě 200 °C. Pro potvrzení této skutečnosti by

a) neporušené místo b) stopa drážky Teplota [°C] 100 1260 µm EHT = 10.00 kV WD = 7.6 mm EHT = 10.00 kV Signal A = InLens WD = 7.6 mm Mag = 5.00 K X 2 µm High Vacuum Aperture Bize = 20.00 200 1537 µm EHT = 10.00 kV Signal A = InLens WD = 8.0 mm Mag = 5.00 K X 2 µm EHT = 10.00 kV THE R. 2 µm High Vacuum Apenuro Sizo = 30.00 Signal A = InLens Mag = 5.00 K X 300 1546 µm EHT = 10.00 kV WD = 7.6 mm Signal A = InLens Mag = 5.00 K X EHT = 10.00 kV WD = 7.7 mm -Kgr Vicuum 20 Jun 2023 Apert./12 Size = 30 20 µm Signal A = InLen: Mag = 5.00 K X

byla v dalším experimentu vhodná podrobnější analýza reliéfu drážky na více místech.

Obrázek 36 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg (SLM), stav Z, doplněny hodnoty šířky stopy po Pin on disk (100-300 °C)



Obrázek 37 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg (SLM), stav T, doplněny hodnoty šířky stopy po Pin on disk (100-300 °C)

Na Obrázku 37 je struktura sledovaného materiálu ve stavu T po zkoušce Pin on disk při různých teplotách.

Jak je z Obrázku 37 a) patrné, struktura po teplotě zkoušky 100 °C, vykazuje nepatrně větší rozpad křemíkového síťoví, oproti stavu Z (Obrázek 36 a), což je v souladu s teoretickým předpoklady a je způsobeno delší výdrží na teplotě při tepelném zpracování T. Při teplotě zkoušky Pin on disk 200 °C, dochází k dalšímu rozpadu křemíkového síťoví, což je v souladu s nárůstem velikosti opotřebení. Při 300 °C dochází k výraznému rozpadu křemíkového síťoví a ke vzniku více jemnozrnné struktury. Je opět zajímavé, že se tato skutečnost neprojevila na velikosti opotřebení, stejně jako v případě stavu Z. Lze předpokládat, že tato skutečnost je dána již dříve zmíněnou precipitací křemíkových částic. Jejich existence by se dala v příštích experimentech dokázat podrobnější metalografickou analýzou při větším rozlišení.

Z Obrázku 37 b) je opět patrný adhezivní a abrazivní charakter opotřebení. Míra a velikost opotřebení se opět v závislosti na teplotě mění. Zdá se, že nejvýraznější reliéf, v důsledku opotřebení vykazuje vzorek po zkoušce Pin on disk, při teplotě 300 °C. stejně jako v případě stavu Z by pro potvrzení této skutečnosti byla v dalším experimentu vhodná podrobnější analýza reliéfu drážky na více místech.

3.2 Měření tvrdosti

V Tabulce 14 jsou uvedeny výsledky měření tvrdosti podle Vickerse

	/	
Značení vzorku	Zpracování	HV1
AB100	АВ	130±1,1
AB200		138±2,9
AB300		104±1,8
Z100	240 °C/2 h	114±2,4
Z200		115±1,9
Z300		100±1
T100	240 °C/6 h	115±1,4
T200		116±2,4
T300		103±4,7

Tabulka 14 Naměřené hodnoty tvrdostí podle Vickerse po zkoušce Pin on disk, pro různé stavy a teploty zkoušky, 3D tištěná slitina AlSi10Mg (SLM)

Na Obrázku 38 je znázorněna závislost tvrdosti na teplotě zkoušky Pin on disk pro sledované stavy a teploty zkoušky.



Obrázek 38 Závislost tvrdosti po Pin on disk na teplotě zkoušky (3D tištěná slitina AlSi10Mg, SLM, různé stavy

Jak je z Obrázku 38 patrné, že zkouška Pin on disk při 100 °C nezpůsobuje výrazné změny v hodnotách tvrdosti pro všechny sledované stavy ve srovnání se zkouškou při pokojové teplotě. Tato skutečnost je v dobrém souladu s teoretickými předpoklady.

Zkouška Pin on disk při teplotě 200 °C způsobila mírný nárůst tvrdosti stavu AB ve srovnání s teplotami 20 a 100 °C. Toto zjištění je v souladu s prací [30], kdy autoři zkoumali vliv parametrů žíhání na mechanické vlastnosti a strukturu u 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, vyrobené metodou SLM. Práce [30] konstatuje, že po tepelném zpracování 200 °C/1 h, dochází u 3D slitiny AlSi10Mg k nárůstu tvrdosti a pevnosti, oproti stavu AB. Tento jev autoři [30] zdůvodňují vznikem precipitátu nanočástic Si, který brání pohybu dislokací a způsobuje zpevnění. Lze tedy předpokládat, že stejný důvod má i mírný nárůst tvrdosti stavu AB zjištěný v této práci po zkoušce Pin on disk při teplotě 200 °C. U stavů Z a T při teplotě zkoušky Pin on disk 200 °C nedošlo k změně tvrdosti ve srovnání se stavy po zkoušce při teplotě 20 a 100 °C, což je v dobrém souladu s předpokladem autora, protože tyto vzorky byly tepelně zpracovány při teplotě 240 °C, tedy při vyšší teplotě, než je teplota zkoušky.

Při teplotě zkoušky 300 °C, dochází k poklesu hodnot tvrdostí při všech stavech ve srovnání s teplotou zkoušky 200 °C a hodnoty tvrdosti se pro všechny sledované stavy v rámci směrodatné odchylky shodují. U stavu AB je jedná o výrazný pokles tvrdosti, který je způsoben teplotní depozicí nad 200 °C po dobu 105 minut a vede v souladu s teoretickými předpoklady k výraznému rozpadu křemíkového síťoví. U stavů Z a T se jedná přibližně

o desetiprocentní pokles tvrdosti, ve srovnání se zkouškou při 200 °C, který je způsoben vyšší teplotní depozicí (300 °C), než byla teplota tepelného zpracování (240 °C). Pokles je opět způsoben rozpadem křemíkového síťoví (kapitola 3.1.4).

Výsledky takto nastavených a provedených experimentů v oblasti vysokoteplotní tribologie pro sledované stavy 3D tištěné slitiny AlSi10Mg nebyly v prostudované literatuře nalezeny. Proto jsou dobrým podkladem pro predikci chování tohoto materiálu z hlediska opotřebení při vysokoteplotních aplikacích.

Měření tvrdosti je v dobrém souladu s teoretickými předpoklady a výsledky metalografické analýzy.

Při porovnání Obrázků 38 a 21 se zdá, že nebyla v celém rozsahu prokázána přímá souvislost mezi hodnotami tvrdosti a šířkou stopy (velikostí opotřebení). Zdá se, že měření tvrdosti je v tomto případě méně citlivé na hodnocení odolnosti vůči opotřebení. Pro další analýzy by tedy bylo vhodné použít pro zkoušku Pin on disk větší množství vzorků a podrobnější analýzu vzniklých stop na více místech po obvodě.

Sumarizace všech výsledků předložené práce je přehledně uvedena na Obrázku 39.

Výsledky takto nastavených a provedených experimentů v oblasti vysokoteplotní tribologie pro sledované stavy 3D tištěné slitiny AlSi10Mg nebyly v prostudované literatuře nalezeny. Proto jsou dobrým podkladem pro predikci chování tohoto materiálu z hlediska opotřebení při vysokoteplotních aplikacích.



Obrázek 39 Sumarizace výsledků DP (3D tištěná slitina AlSi10Mg metodou SLM): a) Pin on disk stopa drážky, SM, b) Pin on disk stopa drážky, SEM, c) Struktura SEM s vyznačenou šířkou stopy a tvrdostí, d) Teplotní závislost šířky stopy po zkoušce Pin on disk, e) Teplotní závislost COF, f) Teplotní závislost tvrdostí

4 Závěry

Bylo provedeno hodnocení vlivu teploty na tribologické vlastnosti a strukturu 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, vyrobené technologií SLM v rozmezí teplot 100-300 °C. Z výsledků je možné konstatovat, že:

- 1. Pro As built platí:
 - Velikost opotřebení je srovnatelná pro teploty zkoušky 100 a 200 °C, při teplotě zkoušky 300 °C je mírně vyšší.
 - Koeficient tření s teplotou zkoušky roste.
 - Tvrdost je nejvyšší po teplotě zkoušky 200 °C.
- 2. Pro stav po žíhání 240/2 h platí:
 - Velikost opotřebení roste mezi teplotou 100 a 200 °C, při teplotě 300 °C je srovnatelná s výsledkem při 200 °C.
 - Koeficient tření s teplotou zkoušky roste.
 - Tvrdosti po zkoušce při 100 a 200 °C jsou srovnatelné, při teplotě 300 °C tvrdost klesá.
- 3. Pro stav po žíhání 240 °C/6 h platí:
 - Velikost opotřebení je srovnatelná pro teploty zkoušky 100 a 200 °C, při teplotě zkoušky 300 °C je mírně vyšší.
 - Velikost opotřebení je po zkoušce při 200 a 300 °C větší než v případě po žíhání 240 °C/ 2h.
 - Koeficient tření s teplotou roste a je mírně nižší než v případě žíhání 240 °C /2 h
 - Tvrdost po zkoušce při 100 a 200 °C jsou srovnatelné, při 300 °C tvrdost klesá.
- 4. Obecně lze konstatovat, že:
 - Koeficient tření s teplotou zkoušky v rozmezí 100-300 °C Pin on disk pro sledované stavy roste.
 - Měření tvrdosti je v dobrém souladu s teoretickými předpoklady a výsledky metalografické analýzy.
 - Byl prokázán vliv doby zkoušky Pin on disk při teplotě 300 °C na rozpad křemíkového síťoví u všech sledovaných stavů.
 - Tvrdost po zkoušce v rozsahu 100-300 °C se výrazně neliší v závislosti na výdrži (2 nebo 6 h) při žíhání 240 °C.
- 5. Cíle diplomové práce byly splněny.

5 Použitá literatura

[1] HERZOG, Dirk, Vanessa SEYDA, Eric WYCISK a Claus EMMELMANN. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia* [online]. 2016, 117, 371-392 [cit. 2022-10-19]. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2016.07.019

[2] ZAMANI, Mohammadreza, Lorenzo MORINI, Lorella CESCHINI a Salem SEIFEDDINE. The role of transition metal additions on the ambient and elevated temperature properties of AI-Si alloys. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2017, 693, 42-50 [cit. 2022-11-08]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2017.03.084

[3] CAI, Cheng, Huifang GENG, Qinghu CUI, Shifu WANG a Zheng ZHANG. Low cycle fatigue behavior of AlSi10Mg (Cu) alloy at high temperature. *Materials Characterization* [online]. 2018, 145, 594-605 [cit. 2022-11-09]. ISSN 10445803. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchar.2018.09.023

[4] UZAN, Naor Elad, Roni SHNECK, Ori YEHESKEL a Nachum FRAGE. Hightemperature mechanical properties of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting technologies (AM-SLM). *Additive Manufacturing* [online]. 2018, 24, 257-263 [cit. 2022-12-08]. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2018.09.033

[5] CAO, Y., X. LIN, Q.Z. WANG, S.Q. SHI, L. MA, N. KANG a W.D. HUANG. Microstructure evolution and mechanical properties at high temperature of selective laser melted AlSi10Mg. *Journal of Materials Science* & *Technology* [online]. 2021, 62, 162-172 [cit. 2022-11-09]. ISSN 10050302. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmst.2020.04.066

[6] LEHMHUS, Dirk, Thomas RAHN, Adrian STRUSS, Phillip GROMZIG, Tim WISCHEROPP a Holger BECKER. High-Temperature Mechanical Properties of Stress-Relieved AlSi10Mg Produced via Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing. *Materials* [online]. 2022, 15(20) [cit. 2022-11-09]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15207386

[7] CAI, Cheng, Huifang GENG a Zheng ZHANG. Temperature-dependent cyclic response and microstructure of AlSi10Mg (Cu) alloy. *Materials Characterization* [online]. 2018, 141, 148-155 [cit. 2022-11-09]. ISSN 10445803. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchar.2018.04.042

[8] BAO, Jianguang, Zhengkai WU, Shengchuan WU, Philip J. WITHERS, Fei LI, Saad AHMED, Adil BENAARBIA a Wei SUN. Hot dwell-fatigue behaviour of additively manufactured AlSi10Mg alloy: Relaxation, cyclic softening and fracture mechanisms. *International Journal of Fatigue* [online]. 2021, 151 [cit. 2022-11-09]. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2021.106408

[9] THASLEEM, P., Basil KURIACHEN, Deepak KUMAR, Afzaal AHMED a M. L. JOY. Effect of Heat Treatment and Electric Discharge Alloying on the Tribological Performance of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Journal of Tribology* [online]. 2021, 143(5) [cit. 2023-02-12]. ISSN 0742-4787. Dostupné z: doi:10.1115/1.4050897

[10] NGO, Tuan D., Alireza KASHANI, Gabriele IMBALZANO, Kate T.Q. NGUYEN a David HUI. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges. *Composites Part B: Engineering* [online]. 2018, 143, 172-196 [cit. 2022-10-19]. ISSN 13598368. Dostupné z: doi:10.1016/j.compositesb.2018.02.012

[11] TONOLINI, Pietro, Lorenzo MONTESANO, Marialaura TOCCI, Annalisa POLA a Marcello GELFI. Wear Behavior of AlSi10Mg Alloy Produced by Laser-Based Powder Bed Fusion and Gravity Casting. *Advanced Engineering Materials* [online]. 2021, 23(10) [cit. 2022-10-19]. ISSN 1438-1656. Dostupné z: doi:10.1002/adem.202100147

[12] Direct Metal Laser Sintering (DMLS) – Simply Explained. *All3dp.com* [online]. 2021 [cit. 2022-10-20]. Dostupné z: <u>https://all3dp.com</u>

[13] Pin on Disk Test. *Tribonet* [online]. tribonet, 2019 [cit. 2022-11-08]. Dostupné z: <u>https://www.tribonet.org/wiki/pin-on-disk-test</u>

[14] Standard test method for wear testing with a pin-on-disk apparatus. West Conshohocken: ASTM international, 2010.

[15] TONOLINI, Pietro, Lorenzo MONTESANO, Marialaura TOCCI, Annalisa POLA a Marcello GELFI. Wear Behavior of AlSi10Mg Alloy Produced by Laser-Based Powder Bed Fusion and Gravity Casting. *Advanced Engineering Materials* [online]. 2021, 23(10) [cit. 2023-02-12]. ISSN 1438-1656. Dostupné z: doi:10.1002/adem.202100147

[16] DI EGIDIO, G., C. MARTINI, J. BÖRJESSON, E. GHASSEMALI, L. CESCHINI a A. MORRI. Dry sliding behavior of AlSi10Mg alloy produced by Laser-based Powder Bed Fusion: influence of heat treatment and microstructure. *Wear* [online]. 2023, 516-517 [cit. 2023-02-12]. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2022.204602 [17] KAN, Wen Hao, Siyu HUANG, Ziyan MAN, et al. Effect of T6 treatment on additively-manufactured AlSi10Mg sliding against ceramic and steel. *Wear* [online]. 2021, 482-483 [cit. 2023-02-12]. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2021.203961

[18] WEI, Pei, Zhen CHEN, Shuzhe ZHANG, Xuewei FANG, Bingheng LU, Lijuan ZHANG a Zhengying WEI. Effect of T6 heat treatment on the surface tribological and corrosion properties of AlSi10Mg samples produced by selective laser melting. *Materials Characterization* [online]. 2021, 171 [cit. 2023-02-12]. ISSN 10445803. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchar.2020.110769

[19] Sagbas, B. Post-Processing Effects on Surface Properties of Direct Metal Laser Sintered AlSi10Mg Parts. *Met. Mater. Int.* 26, 143–153 (2020). <u>https://doi.org/10.1007/s12540-019-00375-3</u>

[20] MACONACHIE, Tobias, Martin LEARY, Bill LOZANOVSKI, Xuezhe ZHANG, Ma QIAN, Omar FARUQUE a Milan BRANDT. SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges. *Materials* & *Design* [online]. 2019, 183 [cit. 2022-10-20]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2019.10813

[21] EOS Aluminium AlSi10Mg. *Fathommfg.com* [online]. 2014, 05.2014 [cit. 2023-02-20]. Dostupné z: https://fathommfg.com/wpcontent/uploads/2020/11/EOS_Aluminium_AlSi10Mg_en.pdf

[22] RAJARAM, G., S. KUMARAN a T. Srinivasa RAO. High temperature tensile and wear behaviour of aluminum silicon alloy. *Materials Science and Engineering:* A [online]. 2010, 528(1), 247-253 [cit. 2022-11-08]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2010.09.020

[23] Metal 3D Printing Piston In The Engine. *China-3dprinting.com* [online]. [cit. 2022-11-08]. Dostupné z: http://cz.china-3dprinting.com/metal-3d-printing/metal-3d-printing-piston-in-theengine.html

[24] HODNOCENÍ STRUKTURY A MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ 3D TIŠTĚNÉ SLITINY AISi10Mg V ZÁVILOSTI NA PARAMETRECH TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ. PRAHA, 2022. Diplomová práce. ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE.

[25] DEVARANI, Ngangkham a Shrikrishna N. JOSHI. Electric discharge alloying of titanium and aluminium on AISI P20 mold steel. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, 405 [cit. 2023-03-15]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2020.126515 [26] Al-Alloy AlSi10Mg[. *Slm-solutions* [online]. Lubeck: slm-solutions [cit. 2023-03-10]. Dostupné z: <u>https://www.slm-solutions.com/fileadmin/Content/Powder/MDS/MDS_Al-</u> <u>Alloy_AlSi10Mg_0520_EN.pdf</u>

[27] Aluminium alloy EN AC-43400. *Alteams.com* [online]. 2018 [cit. 2023-03-10]. Dostupné z: <u>https://www.alteams.com/content/uploads/2018/10/EN-AC43400-</u> <u>datasheet.pdf</u>

[28] Opotřebení 3D tištěné slitiny AlSi10Mg. Praha, 2022. Projekt 1. ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE.

[29] ČIŽMÁROVÁ, Elena a Jana SOBOTOVÁ. *Nauka o materiálu I. a II.: cvičení*. V Praze: České vysoké učení technické, 2014. ISBN 978-80-01-05550-2.

[30] <u>Xiao, H., Zhang, C. and Zhu, H.</u> (2023), "Effect of direct aging and annealing on the microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg fabricated by selective laser melting", *Rapid Prototyping Journal*, Vol. 29 No. 1, pp. 118-127. <u>https://doi-org.ezproxy.techlib.cz/10.1108/RPJ-03-2022-</u>0085

Seznam obrázků

Obrázek 1 Schéma metody SLM [1], přeloženo pro potřeby diplomové	práce 11
Obrázek 2 3D tištěný píst motoru [23]	
Obrázek 3 Smluvní tahové diagramu materiálu AlSi10Mg (3D tisk, stav různých teplotách dle [5], upraveno pro potřeby DP	AB) při 15
Obrázek 4 Smluvní tahové diagramu materiálu AlSi10Mg (3D tisk +žíh	nání ke
snížení vnitřního pnutí (300 $^{\circ}C/2$ h)) při různých teplotách dle [4], upi	raveno
pro potřeby DP.	
Obrázek 5 Struktura slitiny AlSi10Mg po vystavení vysokým teplotám [5]17
Obrázek 6 AlSi10Mg – Wöhlerova křivka (KM) [7]	
Obrázek 7 Schéma zkoušky Pin on disk [13] přeloženo pro potřeby diplo	omové
práce	20
Obrázek 8 Ukázka záznamu ze zkoušky Pin on disk [13]	20
Obrázek 9 Závislost koeficientu tření na vzdálenosti u metody Ball on o	disk za
sucha, materiálu AlSi10Mg (3D tisk + ve stavu po žíhání 210 °C/1	h) při
pokojové teplotě [17]	
Obrázek 10 Závislost koeficientu tření na počtu cyklů u metody Ball o	n disk,
materiálu AlSi10Mg (3D tisk + ve stavu AB), při použití sójového, palm	iového
a strojního oleje, při pokojové teplotě [19]	24
Obrázek 11 Závislost koeficientu tření na vzdálenosti při pokojové te	eplotě,
materiálu AlSi10Mg (3D tisk) [9], upraveno pro potřeby diplomové prád	ce 26
Obrázek 12 Závislost koeficientu tření na vzdálenosti při teplotě 200	°C [9],
materiálu AlSi10Mg (3D tisk), upraveno pro potřeby diplomové práce	26
Obrázek 13 a) Vzorek (AlSi10Mg) a kulička (Al ₂ O ₃) použité při zkoušce	pin on
disk	
Obrázek 14 CSM High temperature tribometer	
Obrázek 15 Průběh ohřevu vzorků 3D tištěné slitiny AlSi10Mg vyr	obené
metodou SLM, všechny teploty a stavy	
Obrázek 16 Mikroskop Olympus DSX1000	
Obrázek 17 Vyznačené oblastí, kde byly snímány stopy po zkoušce	Pin on
Obrázek 18 Příklad měření šířky stop po zkoušce Pin on disk, 3D tištěná	slitina
AISTIOMg metodou SLM, DSM	
Obrazek 19 Stroj Struers Duramin-40	
Obrazek 20 Priklad rozlozeni mereni tvrdosti HVI	
UDrazek 21 Zavislost sirky drazky (zjistene SM) po Pin on disk na t	eploté
ZKOUSKY (3D TISTENA SIITINA AISI I UMIG, SLM, ruzne stavy)	
UDIAZEK ZZ Preniedove snimky stop 3D tistene slitiny AISI IUMg, vyr	enedo
pomoci SLM, SM, ruzne stavy a tepioty	

Obrázek 23 Snímky kuliček po zkoušce pin on disk, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg metodou SLM, stav T, teploty a) 100°C, b) 300°C, SM...... 41 Obrázek 24 Závislost koeficientu tření na dráze při zkoušce pin on disk 3D tištěná slitina AlSi10Mg, vyrobená technologií SLM, stav AB 42 Obrázek 25 Závislost koeficientu tření na dráze při zkoušce pin on disk 3D Obrázek 26 Závislost koeficientu tření na dráze při zkoušce pin on disk 3D Obrázek 27 Závislost koeficientu tření na dráze, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, Obrázek 28 Závislost koeficientu tření na dráze, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, Obrázek 29 Závislost koeficientu tření na dráze, 3D tištěné slitiny AlSi10Mg, při zkoušce pin on disk pro teplotu 300 °C, různé stavy...... 44 Obrázek 30 Závislost COF při Pin on disk na teplotě zkoušky (3D tištěná slitina Obrázek 31 Závislost šířky drážky (zjištěné DSM) po Pin on disk na teplotě Obrázek 32 Závislost šířky drážky (zjištěné SM) po Pin on disk na teplotě Obrázek 33 Příklad 3D modelu vzorku s měřítkem po zkoušce Pin on disk, 3D Obrázek 34 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg, při pokojové teplotě, ve stavu a) AB, b) Z, c) T, [24] upraveno pro potřeby DP...... 49 Obrázek 35 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg (SLM), stav AB, doplněny hodnoty šířky Obrázek 36 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg (SLM), stav Z, doplněny hodnoty šířky Obrázek 37 Struktura SEM, 3D AlSi10Mg (SLM), stav T, doplněny hodnoty šířky Obrázek 38 Závislost tvrdosti po Pin on disk na teplotě zkoušky (3D tištěná Obrázek 39 Sumarizace výsledků DP (3D tištěná slitina AlSi10Mg metodou SLM): a) Pin on disk stopa drážky, SM, b) Pin on disk stopa drážky, SEM, c) Struktura SEM s vyznačenou šířkou stopy a tvrdostí, d) Teplotní závislost šířky stopy po zkoušce Pin on disk, e) Teplotní závislost COF, f) Teplotní závislost

Seznam tabulek

Tabulka 1 Chemické složení slitiny AlSi10Mg dle [21]	12
Tabulka 2 Mechanické vlastnosti slitiny AlSi10Mg dle [21]	13
Tabulka 3 AlSi10Mg – Mechanické zkoušky při vyšších teplotách	14
Tabulka 4 Podrobnosti měření opotřebení slitiny AlSi10Mg	
Tabulka 5 Závislost drsnosti na stavu povrchu dle [19]	
Tabulka 6 Naměřené hodnoty drsnosti povrchu dle [9]	25
Tabulka 7 Závislost velikosti opotřebení na tvrdosti dle [9]	27
Tabulka 8 Podmínky tisku vzorků se slitiny AlSi10Mg	
Tabulka 9 Podmínky tepelného zpracování a značení vzorků	
Tabulka 10 Podmínky zkoušky Pin on disk	
Tabulka 11 Naměřené hodnoty šířek stop po zkoušce Pin on disk (SM), pro
různé stavy a teploty zkoušky, 3D tištěná slitina AlSi10Mg (SLM)	
Tabulka 12 Zprůměrované hodnoty COF pro různé stavy a teplot	y, slitiny
AlSi10Mg, vyrobené technologií SLM	45
Tabulka 13 Naměřené hodnoty šířek stop (DSM) pro různé stavy a	i teploty
3D tištěné slitiny AlSi10Mg metodou SLM	
Tabulka 14 Naměřené hodnoty tvrdostí podle Vickerse po zkoušc	e Pin on
disk, pro různé stavy a teploty zkoušky, 3D tištěná slitina AlSi10Mg (S	SLM) 54