

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vliv parametrů tepelného zpracování na strukturu a vlastnosti nástrojové  
oceli 1.2709 připravené 3D tiskem

Influence of heat treatment parameters on the structure and properties of  
tool steel 1.2709 prepared by 3D printing

AUTOR: Bc. Jan Walter

STUDIJNÍ PROGRAM: Výrobní inženýrství

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

PRAHA 2021

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Walter** Jméno: **Jan** Osobní číslo: **465528**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**  
Studijní program: **Výrobní inženýrství**  
Specializace: **Bez specializace**

## II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

**Vliv parametrů tepelného zpracování na strukturu a vlastnosti nástrojové oceli 1.2709 připravené 3D tiskem**

Název diplomové práce anglicky:

**Influence of heat treatment parameters on the structure and properties of tool steel 1.2709 prepared by 3D printing**

Pokyny pro vypracování:

1. Teoretická část
2. Experimentální část
  - a. Příprava vzorků
  - b. Metalografická analýza
  - c. Mechanické zkoušky
3. Zpracování výsledků a jejich diskuse
4. Závěry

Seznam doporučené literatury:

- MACEK, K., J. JANOVEC, P. JURČÍ a P. ZUNA. *Kovové materiály*. Vyd.1. Praha: Česká technika-nakladatelství ČVUT, 2008. ISBN 80-101-3513-1.
- MACEK, Karel, František HNILICA a Vladimír STARÝ. *Experimentální metody v materiálovém inženýrství*. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2008. ISBN 978-800-1039-342.
- YAP, C. Y., C. K. CHUA, Z. L. DONG, Z. H. LIU, D. Q. ZHANG, L. E. LOH a S. L. SING. Review of selective laser melting: Materials and applications. *Applied Physics Reviews*. 2015, 2(4). ISSN 1931-9401. Dostupné z: doi:10.1063/1.4935926

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

**doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS**

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **04.04.2021** Termín odevzdání diplomové práce: **25.07.2021**

Platnost zadání diplomové práce: \_\_\_\_\_

doc. Ing. Jana Sobotová, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

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

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

# Obsah

1. Úvod .....	9
2. Teoretická část .....	10
2.1 3D tisk kovových materiálů .....	10
2.1.1 Technologie SLM/DMLS .....	10
2.1.2 Materiály pro 3D tisk kovových součástí.....	11
2.2 Oceli typu maraging .....	14
2.2.1 Vliv legujících prvků.....	14
2.2.2 Tepelné zpracování .....	17
2.2.3 Vlastnosti maraging ocelí .....	19
2.3 3D tištěná ocel 1.2709.....	20
2.3.1 Vliv parametrů tisku na mechanické vlastnosti oceli 1.2709 .....	21
2.3.2 Mikrostruktura a vlastnosti oceli 1.2709 ve stavu as-built .....	25
2.3.3 Mikrostruktura oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po tepelném zpracování ....	27
2.3.4 Mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli 1.2709 po tepelném zpracování.....	34
3. Experimentální část.....	47
3.1 Experimentální materiál.....	47
3.2 Provedení tepelného zpracování .....	48
3.3 Použité experimentální metody.....	51
4. Výsledky měření a jejich diskuse.....	52
4.1 Analýza porozity.....	52
4.2 Pozorování pomocí světelné mikroskopie .....	54
4.3 Pozorování pomocí SEM a EDS analýza.....	58
4.4 Měření tvrdosti .....	65
4.5 Analýza XRD.....	68
4.6 Shrnutí výsledků.....	70
5. Závěry.....	73
Použitá literatura.....	74
Seznam obrázků .....	78
Seznam tabulek.....	81
Příloha 1 – LM snímky mikrostruktury 3D tištěné oceli 1.2709 .....	82
Příloha 2 – SEM snímky mikrostruktury 3D tištěné oceli 1.2709 .....	85

## 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

Diplomová práce hodnotí vliv postupu a prostředí tepelného zpracování na mechanické vlastnosti a strukturu 3D tištěné nástrojové oceli 1.2709. V rámci práce zkoumané vzorky byly připravené pomocí technologie selective laser melting. Prvním zkoumaným režimem tepelného zpracování bylo rozpouštěcí žíhání při teplotě 825 °C po dobu 1 hodiny s následným stárnutím při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin a druhým bylo přímé stárnutí při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin bez rozpouštěcího žíhání. Obě tepelná zpracování byla provedena ve třech atmosférách, konkrétně ve vzduchu, argonu a ve vakuu. Pro všechny vzorky byla provedena měření tvrdosti podle Vickerse. Pro příčné řezy a podélné řezy všech sledovaných stavů byla provedena metalografická analýza pomocí světelné a řádkovací elektronové mikroskopie. Prozkoumání fázového složení bylo provedeno pomocí rentgenové difrakční analýzy.

## Klíčová slova

3D tisk, selective laser melting, maraging ocel, 1.2709, buněčná struktura, mechanické vlastnosti, tepelné zpracování, rozpouštěcí žíhání, stárnutí

## Annotation

The diploma thesis evaluates influence of the process and environment of heat treatment on the mechanical properties and structure of 3D printed tool steel 1.2709. The investigated samples were prepared using Selective Laser Melting technology. The first examined heat treatment mode was solution annealing at 825 °C for 1 hour, followed by aging at 480 °C for 6 hours, and the second was direct aging at 480 °C for 6 hours without solution annealing. Both heat treatments were performed in three atmospheres, namely air, argon and vacuum. Hardness measurements were performed for all samples using the Vickers method. Metallographic analysis by light microscopy and scanning electron microscopy was performed for cross-sections and longitudinal sections of all monitored conditions. Examination of the phase composition was performed by X-ray diffraction analysis.

## Keywords

3D printing, selective laser melting, maraging steel, 1.2709, cellular structure, mechanical properties, heat treatment, solution annealing, aging

## Poděkování

Děkuji doc. Ing. Janě Sobotové, Ph.D. za odbornou pomoc, vedení a cenné připomínky při zpracování diplomové práce, za vstřícný a trpělivý přístup při konzultacích.

Dále bych chtěl poděkovat Ing. Janu Krčilovi a Ing. Vladimíru Márovi za odbornou pomoc při práci v laboratoři a Ing. Veronice Mazáčové za odbornou pomoc při práci v laboratořích a za zajištění vzorků pro experimentální část práce.

## Seznam použitých značek a symbolů

Značka	Pojem
A	Tažnost [%]
A <sub>f</sub>	Austenit finish
Al	Hliník
A <sub>s</sub>	Austenit start
α	Alfa fáze (martenzit)
C	Uhlík
CAD	Computer-Aided Design (Počítačem podporované projektování)
Cr	Chrom
D50	Medián distribuce velikosti částic prášku
DMLS	Direct Metal Laser Sintering
γ	Gama fáze (austenit)
EBM	Electron Beam Melting
EBS	Electron BackScatter Diffraction (Difrakce zpětně odražených elektronů)
E <sub>dl</sub>	Lineární hustota energie [J/mm]
EDS	Energy-Dispersive Spectroscopy (Energiově disperzní spektroskopie)
EIGA	Electrode Induction-melting Gas Atomization (Elektrodou indukovaná tavící plynová atomizace)
ε	Poměrné prodloužení [%]
FDM	Fused Deposition Modeling
Fe	Železo
h	Hodina
HRA	Tvrдость podle Rockwella stupnice A
HRC	Tvrдость podle Rockwella stupnice C
HV <sub>x</sub>	Tvrдость podle Vickerse, x odpovídá použité zátěži v kilopondech
K <sub>IC</sub>	Lomová houževnatost [MPa/√m]
LM	Light Microscopy (Světelná mikroskopie)
LMF	Laser Metal Fusion
M <sub>f</sub>	Martenzit finish
Mo	Molybden
M <sub>s</sub>	Martenzit start
Nb	Niob
Ni	Nikl
PH	Precipitation Hardening (Precipitační vytvrzování)
P <sub>I</sub>	Výkon laseru [W]
R	Smluvní napětí [MPa]
R <sub>e</sub>	Mez kluzu [MPa]
R <sub>m</sub>	Mez pevnosti [MPa]
R <sub>p</sub>	Smluvní mez kluzu [MPa]
SA	Solution-Annealing (Rozpouštěcí žíhání)
SAED	Selected Area Diffraction (Elektronová difrakce vybrané oblasti)
SEM	Scanning Electron Microscopy (Řádkovací elektronová mikroskopie)
SLM	Selective Laser Melting
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy (Skenovací transmisní elektronová mikroskopie)
TEM	Transmission Electron Microscopy (Transmisní elektronová mikroskopie)
Ti	Titan

TiC	Karbid titanu
V	Vanad
$v_s$	Skenovací rychlost [mm/s]
W	Wolfram
WAAM	Wire and Arc Additive Manufacturing
XRD	X-Ray Diffraction analysis (Rentgenová difrakční analýza)
Z	Kontrakce [%]



# 1. Úvod

3D tisk kovů představuje relativně nové odvětví technologie aditivní výroby. Technologie 3D tisku kovů jsou výhodné z pohledu rychlosti výroby prototypů a výroby konstrukcí obtížně vyrobitelných jinými technologiemi. Při jejich použití odpadá potřeba specifických nástrojů a lze jimi vyrábět součásti s minimálním odpadem. Díky těmto vlastnostem 3D tisk nachází uplatnění například při výrobě na míru dělaných implantátů, nástrojů s vnitřním chlazením či funkčních prvků s komplexními geometriemi jako jsou mikroprutové konstrukce. Ačkoliv jsou přínosy 3D tisku známy, byla při uplatnění těchto technologií odhalena také jejich omezení jako například přesnost tisku, kvalita povrchu, potřeba postprocessingu, smrštění součásti a další [1] [2] [3].

Uvedené skutečnosti jsou důvodem k tomu, že se v oblasti 3D tisku stále hledají možnosti, jak zajistit požadované výsledné vlastnosti pro konkrétní materiál a jeho využití v praxi [2] [3]. Jednou ze studovaných oblastí je vliv následného tepelného zpracování na vlastnosti tištěných kovových materiálů. Ukazuje se, že známé postupy pro tepelné zpracování kovů vyrobených konvenčními technologiemi nemusí být vždy aplikovatelné se stejným výsledkem u odpovídající varianty vyrobené 3D tiskem. Důvodem je kromě jiného i fakt, že kovy po procesu 3D tisku vykazují strukturu a vlastnosti odlišné v porovnání s konvenčními technologiemi výroby [3] [4] [5].

Jedním z běžně používaných materiálů pro 3D tisk je ocel 1.2709. Tato ocel patří mezi maraging oceli, které představují zvláštní skupinu vysokopevných ocelí vyznačujících se mimo jiné atraktivní kombinací velmi vysoké tvrdosti a pevnosti spolu s vysokou houževnatostí a tažností. Primárním zpevňujícím mechanismem v těchto ocelích je precipitace. Ocel 1.2709 se využívá k výrobě forem a při aplikacích v leteckém průmyslu, tedy v oborech, kde nachází 3D tisk uplatnění díky možnosti tisku komplexních geometrií [3].

V předložené práci byly sledovány dva režimy tepelného zpracování oceli 1.2709. Prvním bylo rozpouštěcí žíhání při teplotě 825 °C po dobu 1 hodiny s následným stárnutím při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin a druhým bylo přímé stárnutí při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin bez rozpouštěcího žíhání. Použití rozpouštěcího žíhání je nutné u konvenčně vyrobené oceli, ale je známo, že u 3D tištěné oceli je možné stárnutí provést bez předcházejícího rozpouštěcího žíhání. Při tepelném zpracování oceli 1.2709 bývají použita rozdílná prostředí [3] [5], přičemž jejich vliv nebyl v dostupné literatuře prozkoumán. Proto byla tepelná zpracování studovaná v této práci provedena v atmosférách vzduchu, argonu a ve vakuu

Cílem této práce je studium vlivu parametrů tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem pomocí technologie Selective Laser Melting.

## 2. Teoretická část

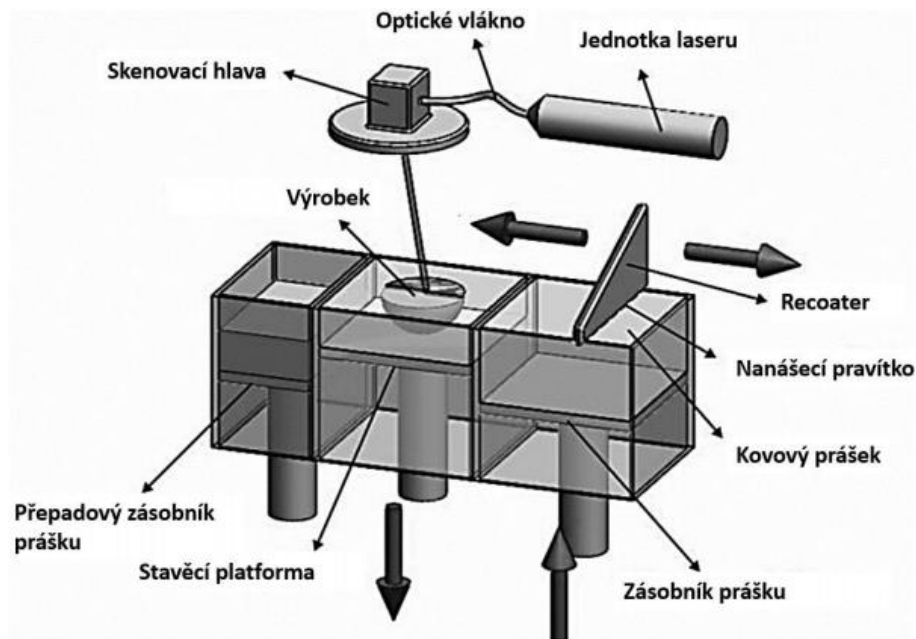
### 2.1 3D tisk kovových materiálů

3D tisk kovů patří v současnosti k široce rozvíjenému oboru aditivních technologií. Nabízí unikátní možnost výroby komplexních dílů pro koncové využití či pro výrobu prototypů s minimálními náklady na výrobu prvního kusu (dáno absencí nákladů na nástroje). Další výhodou 3D tisku je možnost široké individualizace jednotlivých výrobků bez výrazného nárůstu výrobních nákladů. Na druhou stranu omezujícím faktorem uplatnění 3D tisku v sériové výrobě je jeho vysoká časová a ekonomická náročnost na výrobu jednotlivých dílů v porovnání s konvenčními technologiemi pro hromadnou výrobu (například kování).

Existuje celá řada možností 3D tisku kovových součástí, lišících se dle zdroje tepla (laser, elektronový paprsek či elektrický oblouk) či podle stavu, ve kterém zpracováváný kov do procesu vstupuje (prášek či drát). Nejběžnějšími používanými technologiemi jsou metody SLM (Selective Laser Melting) a DMLS (Direct Metal Laser Sintering). Jedná se o obdobné technologie a v literatuře bývají tato označení používána zaměnitelně [5]. Technologií, využívající elektronového paprsku (svazku), je EBM (Electron Beam Melting). Technologií, využívající elektrického oblouku k natavení vstupního materiálu v podobě drátu, je WAAM (Wire and Arc Additive Manufacturing). Tato technologie se vyznačuje vysokou produktivitou, ale nižší přesností tisku a nižší složitostí tištěných částí [6]. Specifickou kategorií 3D tisku kovů představují variace technologií FDM (Fused Deposition Modeling). V tomto případě je v tiskárně nataveno pouze pojivo kovového prášku a ke spojení kovových částic dochází až při následném slinování v peci. Vzhledem k tomu, že v experimentální části budou zkoumané vzorky vyrobené právě technologií SLM, bude se následující text zabývat pouze touto technologií.

#### 2.1.1 Technologie SLM/DMLS

Princip těchto technologií je založen na nanášení tenké vrstvy kovového prášku ze zásobníku na stavěcí platformu. Na této platformě je prášek v požadovaných místech nataven laserovým paprskem, čímž dochází k přeměně prášku na pevný materiál. Oblasti prášku, které jsou laserem spečeny, jsou stanoveny na základě CAD modelu požadované součásti, zbylý prášek zůstává nespečen.



Obrázek 1 Schéma technologie SLM/DMLS [7]

Po dokončení jedné vrstvy pracovní platforma sjíždí dolů o výšku odpovídající právě jedné vrstvě a zásobník prášku vyjíždí nahoru. Poté je nanášena další vrstva prášku pomocí nanašeče (Recoateru). Tento proces se opakuje až do vystavění a spečení celého výrobku. Nespečený prášek, který obklopuje celou vyrobenou součást, je odstraněn a recyklován (přesát) pro budoucí použití. Po odstranění zbytkového prášku může být vyrobená součást tepelně zpracována. Na Obrázku 1 je uvedeno schéma výroby pomocí těchto technologií [7] [1].

#### Parametry zařízení pro 3D tisk metodami SLM/DMLS jsou [8]

- Rozměry stavebního prostoru (obvykle desítky až stovky mm)
- Tloušťka zpracované vrstvy (obvykle 20 až 100  $\mu\text{m}$  [7])
- Typ laseru (v současnosti nejčastěji vláknové lasery dopované prvkem Ytterbia)
- Výkon laseru (desítky W až 2 kW)
- Rychlost pohybu laserového svazku, také označována jako rychlosti skenování (až m/s)
- Průměr ohniska (desítky až stovky  $\mu\text{m}$ )
- Příkon (kW)

Tyto parametry mají významný vliv nejenom na průběh samotného tisku, ale i na výsledné vlastnosti tištěného materiálu. Dodavatelé 3D technologií obvykle doporučují tyto parametry, případně rozsahy parametrů pro konkrétní tiskárnu v kombinaci s konkrétním práškem. Dalším parametrem, který je potřeba znát, je spotřeba ochranného inertního plynu, který je při tisku nutné použít [1] [8].

#### 2.1.2 Materiály pro 3D tisk kovových součástí

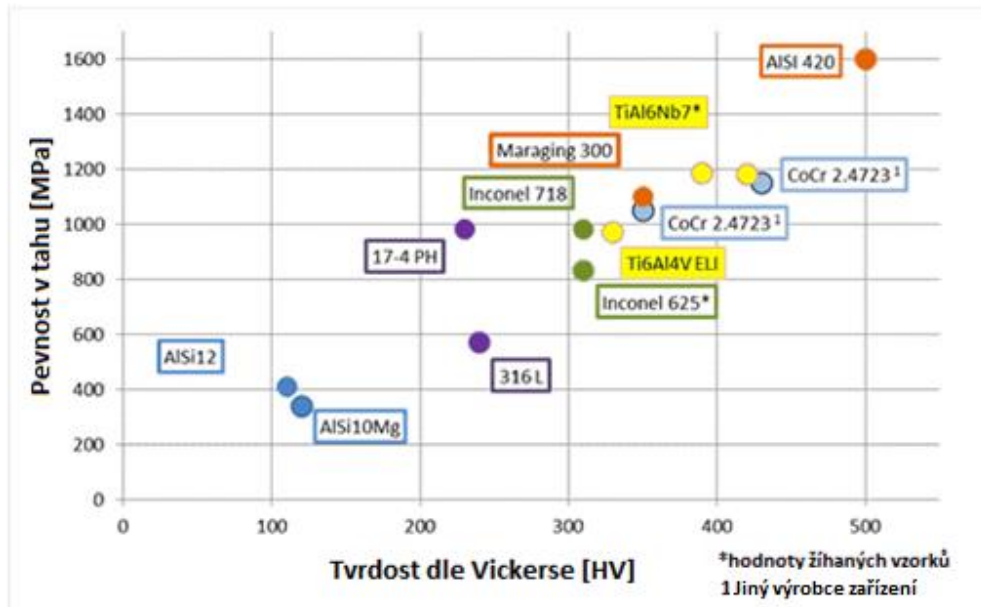
Kovový materiál pro 3D tisk výše uvedenými technologiemi je v podobě prášku s velikostí zrna v řádech desítek mikrometrů (nejčastěji 15 - 45  $\mu\text{m}$  [9]). Dostupnost prášků konkrétních materiálů závisí z velké části na dodavateli tiskového zařízení. Většina výrobců doporučuje použití vlastního prášku, dodávaného pod vlastním komerčním označením. Někteří dodavatelé dokonce v případě použití jiného prášku na jejich strojích anulují záruku. V Tabulce 1 je uveden

přehled materiálů dodávaných firmou Misan. Tento přehled reprezentuje běžně dostupné kategorie (skupiny) materiálů, nabízené i jinými dodavateli či výrobcí prášků. Kategorii materiálů, která není v tabulce prezentována, jsou drahé kovy určené na výrobu šperků (používá se např. žluté zlato, slitiny zlata, slitiny stříbra). Vzhledem k tomu, že 3D tisk je relativně nová technologie, nabídka dostupných materiálů se stále rozšiřuje [7] [8] [10].

Tabulka 1 Přehled materiálů dodávaných pro 3D tisk firmou Misan [10]

Materiál	Popis	Použití
1.4404 X2CrNiMo17 13 2	Korozivzdorná ocel	Práškový materiál pro výrobu součástí odolných korozi a kyselinám a pro části předprodukčních forem.
17-4 PH X5CrNiCuNb 16-4	Precipitačně vyztužitelná korozivzdorná ocel	Práškový materiál pro výrobu funkčních dílů a lékařských nástrojů.
1.2709 X3NiCoMoTi18-9-5	Martenzitická nástrojová ocel pro práci za tepla	Práškový materiál pro výrobu hotových součástí, vstřikovacích forem pro plasty a tlakové lití lehkých kovových slitin.
Corrax	Korozivzdorná nástrojová ocel pro práci za tepla	Práškový materiál pro výrobu součástí a vstřikovacích forem pro plasty; certifikace pro balicí a lékařské produkty.
AlSi10Mg	Al slitina	Práškový materiál použitelný pro vysoce mechanicky a dynamicky namáhané díly z hliníkových slitin.
AlSi7Mg	Al slitina	Tepelně zpracovatelná hliníková slitina (F357) může být použita pro tvorbu lehkých dílů v automobilovém a leteckém odvětví.
TiAl6V4 ELI	Ti slitina	Práškový materiál pro výrobu lehkých technických součástí a lékařských implantátů.
ASTM F67	Komerčně čistý titan tř. 2	Práškový materiál pro výrobu lehkých technických součástí a lékařských implantátů.
Inconel 718	Ni superslitina	Slitina na bázi niklu pro výrobu žárupevných součástí v energetickém a leteckém průmyslu.
Inconel 625	Ni superslitina	Slitina na bázi niklu pro výrobu dílů pro aplikace za vysokých teplot.

Na Obrázku 2 je uvedeno porovnání mechanických vlastností (konkrétně meze pevnosti a tvrdosti) pro 3D tištěné kovové materiály. K tomuto porovnání je třeba uvést, že pro většinu uvedených materiálů zde není popsán způsob tepelného zpracování a jedná se tedy o hodnoty pro stav as-built, čili přímo po samotném procesu tisku [11]. Výjimku představují materiály Inconel 625 a TiAl6Nb7.



Obrázek 2 Porovnání mechanických vlastností běžně používaných materiálů pro 3D tisk [11] (přeloženo pro účely diplomové práce)

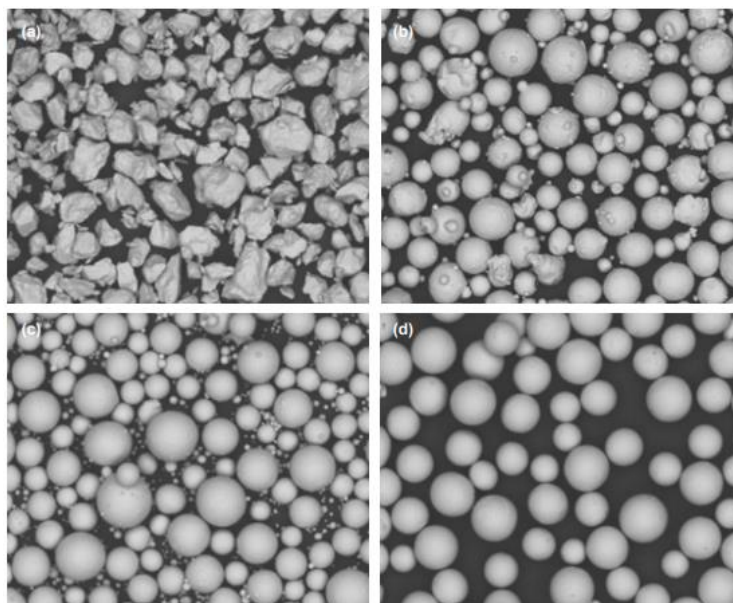
Ocel 1.2709, studovaná v rámci této práce, je na Obrázku 2 uvedena pod označením Maraging 300 a představuje zástupce martenzitických nástrojových ocelí (viz Tabulka 1). 3D tisk představuje výhodnou technologii pro výrobu nástrojů díky možné flexibilitě a možnosti výroby komplexních nástrojů, jako například formy s vnitřními chladicími kanály [3] [12]. Nejběžnějšími 3D tištěnými nástrojovými ocelmi jsou martenzitické oceli 1.2709 a 17-4 PH.

Jak již bylo uvedeno, materiály do procesu vstupují v podobě prášku, jehož vlastnosti mají vliv na finální vlastnosti produktu. Hlavním požadavkem kladeným na prášek, je schopnost vytvoření homogenní vrstvy v pracovní komoře, protože jakákoliv nehomogenita vede ke vzniku pórovitosti. Jak již bylo uvedeno, pro použití v technologiích SLM/DMLS se nejčastěji používají prášky s velikostí zrna 15 - 45  $\mu\text{m}$  [9].

Technologie výroby prášku se odvíjí od materiálu prášku a požadované kvality. Běžně používané metody atomizace jsou uvedeny v Tabulce 2. Nejčastěji se využívá atomizace plynem. Při této metodě je proud roztaveného kovu rozprašován na malé kapičky působením proudu plynu (nejčastěji inertní plyny dusík, argon nebo helium). Tyto malé kapičky po ztuhnutí tvoří částice prášku. Způsob atomizace má významný vliv také na tvar částic prášku, jak je viditelné ze snímků uvedených na Obrázku 3. Všeobecně prášky s částicemi kulového tvaru se vyznačují lepší homogenitou nanášených vrstev [9]. Kromě použité metody může mít na tvar prášku vliv například i plyn, použitý při rozprašování (atomizaci), či parametry procesu jako například rychlost ochlazování [7] [9]. Z výše uvedeného je patrné, že vstupní prášek je důležitá veličina procesu 3D tisku.

Tabulka 2 Nejběžněji používané metody výroby prášků [9]

Metoda výroby	Velikost částic [ $\mu\text{m}$ ]	Běžné použití
Vodní atomizace	0 - 500	Nereaktivní kovy
Plynová atomizace včetně EIGA (elektrodou indukovaná tavící plynová atomizace)	0 - 500	Ni, Co, Fe, Ti (EIGA), Al
Plazmová atomizace	0 - 200	Ti
Metoda hydride-dehydride	45 - 500	Ti6/4
Atomizace rotační elektrodou	0 - 100	Ti a exotické kovy



Obrázek 3 SEM snímky typické morfologie částic pro výrobní metody a) HDH proces, b) plynová atomizace, c) plazmová atomizace a d) atomizace rotující elektrodou [9]

## 2.2 Oceli typu maraging

V rámci této práce zkoumaná ocel 1.2709 (X3NiCoMoTi18-9-5) je nástrojová martenzitická vytvrditelná ocel, která se svým složením řadí do kategorie ocelí maraging, proto je této kategorii ocelí věnována samostatná kapitola.

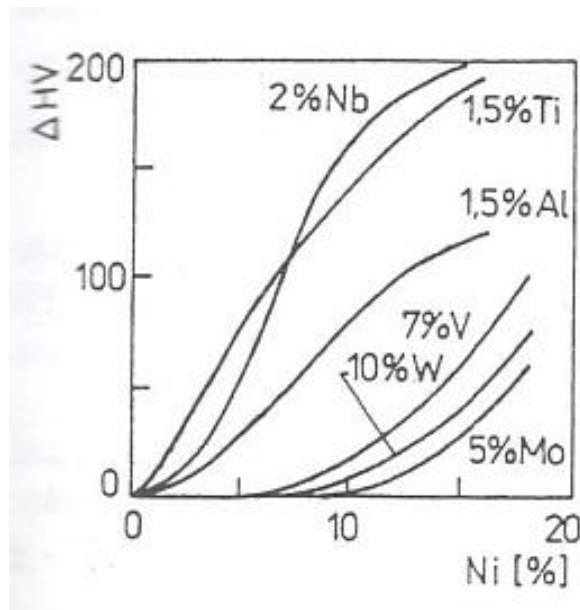
Maraging oceli představují kategorii martenzitických ocelí, u kterých je potlačen zpevňující účinek transformace ve prospěch zpevnění precipitačního [13]. Maraging oceli nabízejí velmi výhodnou kombinaci vysoké meze pevnosti a meze kluzu ( $R_e=2000 \text{ N/mm}^2$ ,  $R_m=2300 \text{ N/mm}^2$  [14]) a vysoké lomové houževnatosti [15] [14]. Maraging oceli obvykle nejsou korozivzdorné, pro zajištění jejich korozní odolnosti musejí být dále legovány Cr, což vede ke snížení mechanických vlastností [13].

### 2.2.1 Vliv legujících prvků

Chemické složení těchto ocelí musí být voleno tak, aby vznikala martenzitická fáze schopná precipitačního zpevnění. Základem těchto ocelí je slitina Fe s 18 % Ni, která je dále dolegována Co, Mo, Ti a Al. Obsah uhlíku se v těchto ocelích udržuje minimální (max. 0,03 % C [15]), čímž je zabráněno zpevnění vlivem martenzitické transformace a dále také vzniku TiC, který má negativní vliv na tažnost, houževnatost a nárazovou energii. Zároveň je snaha o dodržení vyváženého obsahu austenitotvorných a feritotvorných prvků [13].

### Nikl

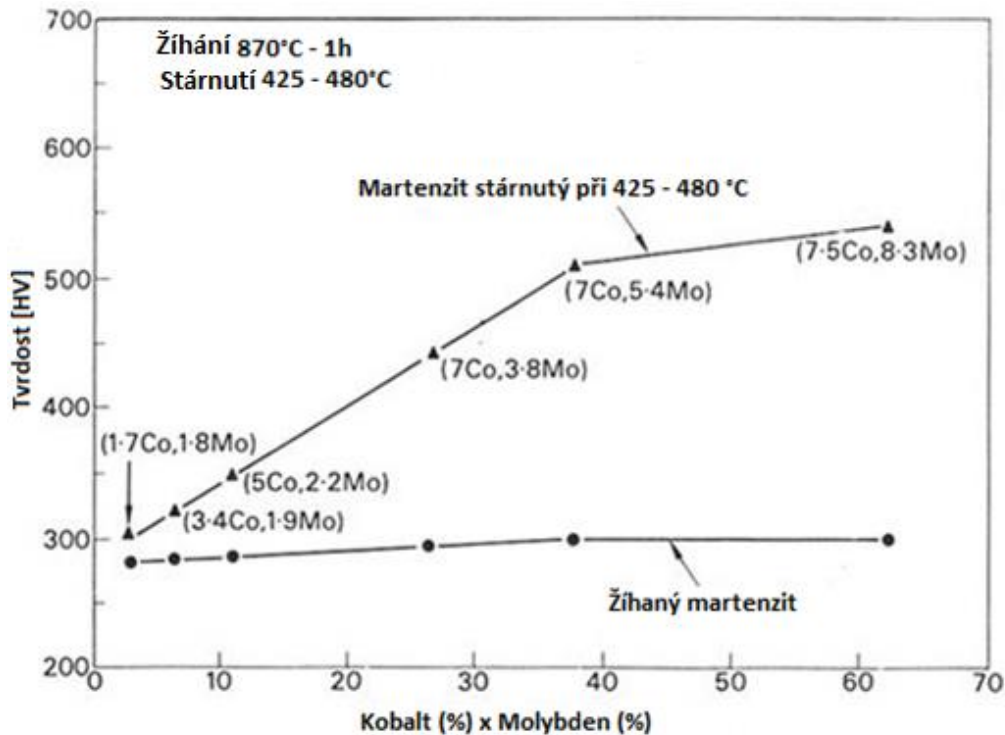
Nikl je hlavním legujícím prvkem maraging ocelí, jehož obsah se pohybuje do 25 hm. %. Patří mezi austenitotvorné prvky a zabezpečuje vznik měkkého substitučního martenzitu. Dále vytváří intermetalické fáze, které precipitačně zpevňují martenzitickou matici. Se stoupajícím obsahem niklu stoupá houževnatost oceli [13]. Na Obrázku 4 je znázorněn vliv niklu v kombinaci s dalšími legujícími prvky na zvýšení tvrdosti stárnutím u maraging ocelí. Je viditelné, že se stoupajícím obsahem niklu narůstá zvýšení tvrdosti oceli, což je způsobeno tím, že s rostoucím obsahem niklu klesá rozpustnost vytvrzujících prvků v martenzitu [13].



Obrázek 4 Vliv obsahu niklu a dalších prvků na zvýšení tvrdosti stárnutím ocelí Fe-Ni-X [13]

### Kobalt

Dalším austenitotvorným prvkem je kobalt, který v maraging ocelích zvyšuje pevnost vlivem podpory tvorby vrstevné chyby. Nesnižuje teplotu začátku martenzitické transformace ( $M_s$ ), ale zvyšuje teploty stárnutí, při kterých se dosahuje maximálního zpevnění, a to až nad 550 °C. Obsah kobaltu se pohybuje do 14 hm. % [13] [14].



Obrázek 5 Závislost tvrdosti maraging oceli na obsahu Co, Mo [16] (přeloženo pro účely diplomové práce)

#### Molybden

Molybden je feritotvorný prvek, který i při malém obsahu zvyšuje houževnatost a plasticitu maraging ocelí. Vytváří samostatné intermetalické fáze, které přispívají k nárůstu pevnosti. Zároveň potlačuje vylučování karbonitridů na hranicích austenitických zrn při chladnutí. V kombinaci s kobaltem je vytvrzení oceli spojeno s vysokou houževnatostí. Na Obrázku 5 je zobrazena závislost tvrdosti maraging oceli na obsahu kobaltu a molybdenu. Dle očekávání s narůstajícím obsahem Co a Mo tvrdost oceli po vytvrzení narůstá, přičemž při obsahu Co nad 7 % a Mo nad 5,4 % je tento nárůst méně výrazný [13] [16].

#### Titan

Titan je karbidotvorný prvek, který s uhlíkem a dusíkem tvoří karbidy a nitridy. S niklem vytváří intermetalické fáze, jejichž precipitace během procesu stárnutí vede ke zpevnění maraging ocelí. V korozivzdorných ocelích slouží jako stabilizační prvek, který brání mezikrystalové korozi [13].

#### Hliník

Hliník je feritotvorný prvek, který slouží jako vytvrzující prvek tvořící intermetalické fáze. Na rozdíl od titanu nevytváří stabilní karbidy. Přidání hliníku nezvyšuje obsah zbytkového austenitu ve finální struktuře [13] [17].



## Chrom

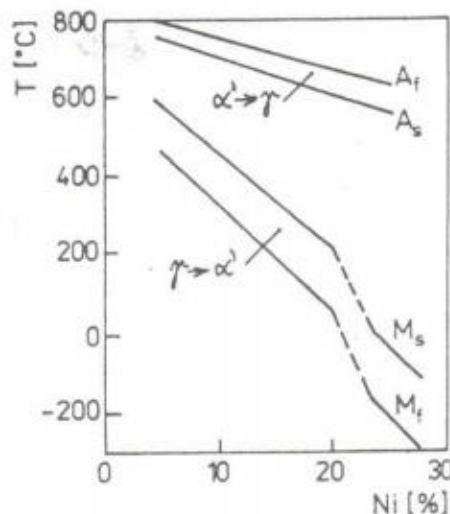
Chrom představuje feritotvorný prvek, který v maraging ocelích slouží k zajištění korozní odolnosti. K tomu je zapotřebí obsahu 10 až 13 % Cr. Nevytváří samostatné intermetalické fáze, které by přispívaly k vytvrzení oceli a jeho přítomnost zvyšuje podíl zbytkového austenitu v matici [13].

### 2.2.2 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování maraging ocelí je několikafázový proces, při kterém postupně dochází k martenzitické transformaci a následnému precipitačnímu vytvrzení martenzitické matrice.

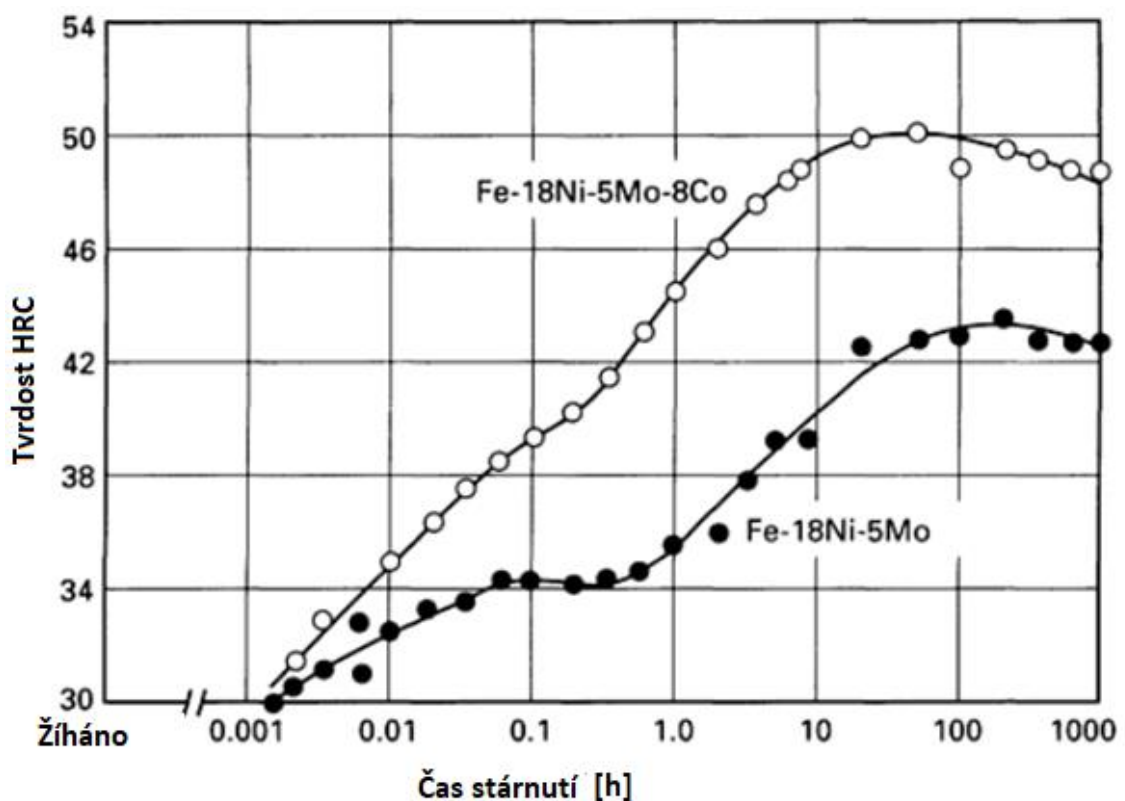
Cílem první fáze tepelného zpracování je vznik martenzitické struktury v oceli. Toho je dosaženo austenitizací při teplotě nad 820 °C, po které následuje ochlazení, při kterém vzniká právě martenzitická struktura. Průběh této přeměny je značně nezávislý na rychlosti ochlazování, je ovšem nutné zajistit, aby došlo k úplné transformaci předtím, než se materiál ochladí na pokojovou teplotu. Jak již bylo uvedeno, některé prvky v maraging ocelích snižují teplotu martenzitické transformace (Ni, Mo, Mn, Cr) [18]. Vliv obsahu niklu na teploty fázových přeměn je viditelný z Obrázku 6. U maraging ocelí se obvykle teplota  $M_s$  pohybuje okolo 200 až 300 °C [18]. V literatuře je možné se setkat s rozdílnými označeními této fáze tepelného zpracování (například kalení [19]), v rámci předložené diplomové práce bude dále označována jako rozpouštěcí žíhání [7].

Při martenzitické transformaci mohou vznikat dva rozdílné typy martenzitu. Do obsahu niklu přibližně 25 % vzniká laťkový martenzit s vysokým obsahem dislokací, ale bez výskytu dvojčat. Naopak při vyšším obsahu niklu dochází ke změně charakteru transformace (skoková změna na Obrázku 6) a vzniká diskový, dvojčatový martenzit. Obecně je laťkový martenzit preferován, protože je u něj možné dosáhnout vyššího precipitačního zpevnění. Vzniklý martenzit je nízkouhlíkový a jeho vznik nevede ke zvýšení pevnosti a tvrdosti, zároveň není spojen se vznikem pnutí. Díky tomu se maraging oceli vyznačují vysokou rozměrovou stabilitou [13] [14] [18].



Obrázek 6 Vliv obsahu niklu na teplotu fázových přeměn pro slitinu Fe-Ni, 7 % Co, 5 % Mo, 0,4 % Ti [13]

Při ohřevu martenzitu může dojít ke dvěma jevům v závislosti na teplotě ohřevu. V případě ohřevu nad teplotu  $A_s$  dochází ke zpětné transformaci na austenit, ale při ohřevu na teplotu nižší se začne ocel nejdříve precipitačně zpevňovat a následně pak dojde k dekompozici na stabilní ferito-austenitické složení [18]. V případě ohřevu do oblasti nižších teplot (například 455 až 510 °C [18]) je proces dekompozice dostatečně pomalý, aby umožnil efektivní vytvrzování. Další fází používaného tepelného zpracování je tedy právě vytvrzování (obvykle označované jako stárnutí). Pro běžné maraging oceli se používá teplota okolo 480 °C s dobou výdrže 3 až 8 hodin. Pro specifické aplikace, jako je například výroba forem pro odlévání kovů, se mohou používat teploty vyšší (například 530 °C), které sice vedou k nižší tvrdosti, ale dosahuje se s nimi vyšší termální stability [18]. Při stárnutí dochází ke značnému nárůstu tvrdosti a pevnosti (literatura [16] uvádí až dvojnásobný nárůst) vlivem precipitace jemných částic intermetalických sloučenin (v závislosti na složení to mohou být  $Ni_3Mo$ ,  $Ni_3Ti$ ,  $Fe_3Ti$ ,  $Fe_2Mo$ ).



Obrázek 7 Tvrdost uvedených maraging ocelí v závislosti na čase stárnutí při teplotě 455 °C [18] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Závislost tvrdosti na čase stárnutí pro dvě různé maraging oceli je uvedena na Obrázku 7. Z obrázku je viditelné, že oba uvedené materiály dosáhnou nejvyšších hodnot tvrdosti až po čase několika desítek či stovek hodin, což je dáno použitím relativně nízké teploty stárnutí a vedlo by k nepřijatelnému poklesu houževnatosti. Proto se v praxi používají teploty obvykle vyšší [13] [18]. V souladu s informacemi uvedenými v Kapitole 2.2.1 se ocel obsahující kobalt vyznačuje vyšší tvrdostí.

Jevem, se kterým je nutné při vytvrzování počítat, je reustenitizace, ke které může dojít v důsledku lokálního obohacení niklem vlivem rozpadu určitých fází ( $Ni_3Mo$ ). Tomuto jevu nelze

úplně zabránit, ale lze ho vhodně snížit vlivem dalších přídavných prvků, konkrétně kobaltu a titanu [18].

### 2.2.3 Vlastnosti maraging ocelí

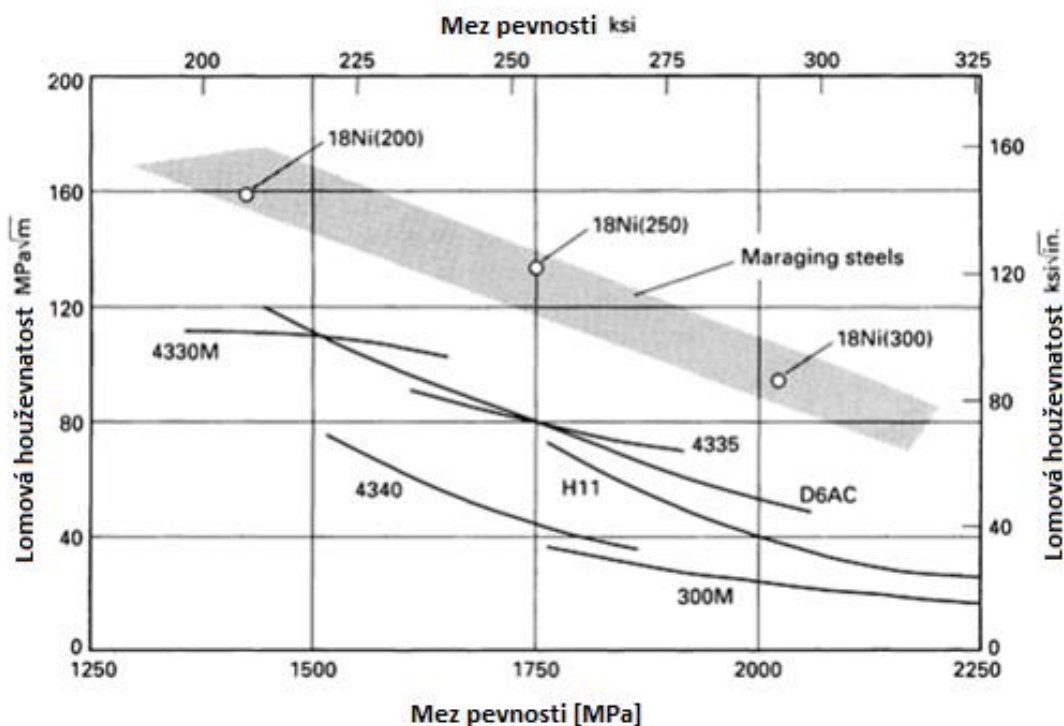
Martenzitické vytvrditelné oceli mají řadu vynikajících technologických vlastností. Jsou dobře tvařitelné za tepla v širokém pásmu teplot a díky malému obsahu uhlíku jsou jen málo citlivé na oxidaci a oduhličení. Mohou být ochlazeny libovolnou rychlostí bez nebezpečí vzniku trhlin a vnitřního pnutí. V martenzitickém stavu před stárnutím jsou dobře obrobitelné. Díky nízkému obsahu uhlíku, síry a fosforu jsou tyto oceli navíc dobře svařitelné. Nevýhodou z pohledu technologického zpracování je poměrně vysoká pevnost v nevytvrzeném stavu ( $R_m = 900$  až  $1200$  MPa).

Běžně dostupné maraging oceli na bázi Fe-18Ni-Co-Mo jsou odstupňovány podle meze kluzu ve vytvrzeném stavu od  $1400$  do  $2400$  MPa [13] [18]. Nárůstu pevnosti je ve spodní polovině daného rozmezí dosaženo zvyšováním obsahu Mo a Ti, v horní polovině pak zvyšováním obsahu Co a Ti. V Tabulce 3 je uveden přehled mechanických vlastností pro tuto řadu ocelí. Z uvedených hodnot je viditelné, že v souladu s teoretickým předpokladem dochází s nárůstem pevnosti k poklesu tažnosti, kontrakce a lomové houževnatosti. Označení ocelí uvedené v tabulce odpovídá značení dle AISI, kde 18Ni uvádí obsah niklu v procentech a hodnoty uvedené v závorce udávají mez kluzu v KSI. V této práci studovaná ocel 1.2709 je ekvivalentem oceli 18Ni(300).

*Tabulka 3 Mechanické vlastnosti vybraných maraging ocelí [13] (upraveno pro účely diplomové práce)*

Ocel	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	A [%]	Z [%]	$K_{IC}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	Tepelné zpracování
18Ni(200)	1400	1500	10	60	160	820 °C, 1 h/ voda a 480 °C, 3 h/vzduch
18Ni(250)	1700	1800	8	55	120	
18Ni(300)	2000	2050	7	40	80	
18Ni(350)	2400	2450	6	25	40	820 °C, 1 h/ voda a 480 °C, 12 h/vzduch

Na Obrázku 8 je uvedeno porovnání meze pevnosti a lomové houževnatosti  $K_{Ic}$  nejčastěji používaných ocelí typu maraging s konvenčními vysokopevnými oceli. Z porovnání je viditelné, že hodnoty lomové houževnatosti jsou u maraging ocelí se srovnatelnou mezí pevnosti přibližně dvakrát vyšší než pro oceli konvenční [18].



Obrázek 8 Porovnání meze pevnosti a lomové houževnatosti maraging ocelí a konvenčních vysokopevných ocelí [18] (přeloženo pro účely diplomové práce)

### 2.3 3D tištěná ocel 1.2709

Jak již bylo uvedeno, ocel 1.2709 (DIN X3NiCoMoTi18-9-5, 18 % Ni Maraging 300) představuje jednu z nejběžnějších ocelí vyráběných technologií SLM/DMLS. Tuto ocel, určenou pro 3D tisk, nabízí celá řada dodavatelů pod různými obchodními názvy, jako například MS 1 či CL 50WS. V Tabulce 4 je uvedeno složení této oceli od několika dodavatelů 3D tiskových prášků (označené zeleně) v porovnání s konvenčně vyráběnou ocelí (označena modře). Z tabulky je patrné, že oceli dodávané pro 3D tisk jsou z pohledu chemického složení shodné se složením udávaném výrobcem pro konvenční ocel.

Tabulka 4 Chemické složení oceli 1.2709 od různých dodavatelů

Označení	Příprava	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	Cr [%]	Mo [%]	Ni [%]	Co [%]	Ti [%]
1.2709 [20]	Konvenční	<0,03	<0,1	≤0,15	≤0,01	≤0,25	4,5-5,2	17-19	8,5-10	0,8-1,2
Vaco 180 [21]	Konvenční	<0,03	-	-	-	-	5	18,5	9	0,75
CL 50WS [22]	3D tisk	0,03	<0,1	<0,15	<0,01	<0,25	4,5-5,2	17-19	8,5-10	0,8-1,2
MS1 [23]	3D tisk	≤0,03	<0,1	<0,1	<0,01	<0,5	4,5-5,2	17-19	8,5-9,5	0,6-0,8
1.2709 [24]	3D tisk	≤0,03	≤0,1	≤0,15	≤0,01	≤0,25	4,5-5,2	17-19	8,5-10	0,8-1,2

Ve shodě s informacemi uvedenými v Kapitole 2.2.3 vykazuje tato ocel extrémně vysokou pevnost a dobrou obrobiteľnosť v nevytvrzeném stavu (platí i pro 3D tištěný stav, tzv. as-built [23]). Díky svým vlastnostem nachází uplatnění v celé řadě aplikací, jako jsou například formy pro vstřikování plastů, protlačovací nástroje či formy pro tlakové lití hliníkových a zinkových slitin. Vlastnosti této oceli lze ve značném rozsahu ovlivnit tepelným zpracováním.

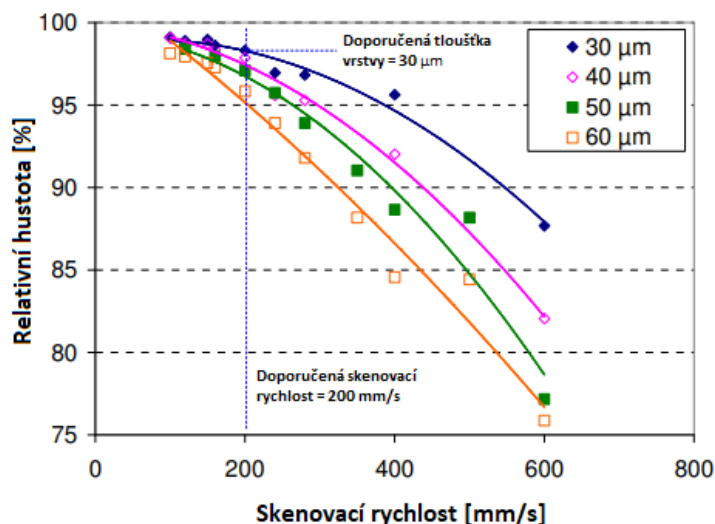
V Tabulce 5 jsou dodavateli prášků doporučované postupy tepelného zpracování a udávané hodnoty pevnosti po tomto zpracování. Z uvedených postupů je viditelné, že 3D tištěnou ocel je možné vytvrzovat přímo po tisku, bez předcházejícího rozpouštěcího žíhání (vysvětleno v Kapitole 2.3.3). Většina dodavatelů udává mechanické vlastnosti 3D tištěných materiálů mírně vyšší než hodnoty udávané pro konvenční materiál. Jediným 3D tištěným materiálem, pro který je udávaná pevnost nižší oproti konvenčně vyráběné oceli, je CL 50WS. Z tohoto porovnání je viditelná variabilita doporučovaných tepelných zpracování z pohledu teplot, časů výdrže a i použití ochranných atmosfér. Vlivem tepelného zpracování a jeho parametrů na vlastnosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem se zabývá současná literatura, jejíž poznatky jsou uvedeny dále v této kapitole. Tento vliv je také tématem experimentální části této práce.

*Tabulka 5 Tepelné zpracování oceli 1.2709 doporučené dodavateli materiálu*

Materiál	Dodavatel	Postup tepelného zpracování	Směr tisku	Pevnost [MPa]
CL 50WS [22]	Concept Laser	Ohřev rychlostí 100 °C/1 h na 540 °C, výdrž na teplotě po dobu 6 až 10 h, ochlazení v peci rychlostí 100 °C/ h	Neuvedeno	1650
1.2709 [25]	EOS	Žíhání při teplotě 940 °C/2 h v ochranné atmosféře (inertní plyn, vakuum), ochlazení na vzduchu, stárnutí při teplotě 510 °C po dobu 3 až 6 h, ochlazení na vzduchu	Vertikální	2260
			Horizontální	2250
1.2709 [24]	Trumpf	Žíhání při teplotě 825 °C/1 h, ochlazení na vzduchu, precipitační vytvrzení při teplotě 490 °C po dobu 6 h, ochlazení na 300 °C během 2,5 h	Průměr obou hodnot	2140 ± 80
Vaco 180 [21]	Bolzano	Žíhání při teplotě 820 °C, ochlazení na vzduchu, vytvrzení při teplotě 490 °C/6 h, ochlazení na vzduchu	Konvenční ocel	1960

### 2.3.1 Vliv parametrů tisku na mechanické vlastnosti oceli 1.2709

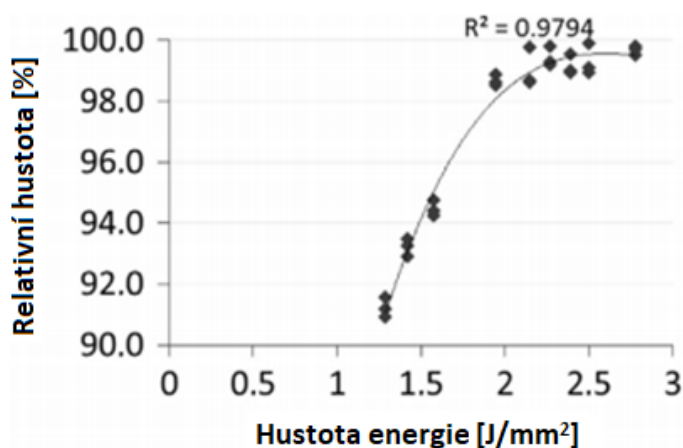
Jak již bylo uvedeno, významný vliv na vlastnosti výsledného produktu 3D tisku mají, kromě chemického složení materiálu, také výrobní parametry 3D tisku. Mezi nejvýznamnější parametry 3D tisku patří výkon laseru, skenovací rychlost, strategie tisku, tloušťka vrstvy, rozteč šrafování a překrytí sousedních drah laseru. Tyto parametry mají značný vliv na kvalitu tištěné součásti a také na rychlost procesu tisku. Například práce [26] uvádí, že parametry nejběžněji upravované při optimalizaci procesu 3D tisku, jsou výkon laseru, skenovací rychlost, tloušťka vrstvy a rozteč šrafování.



Obrázek 9 Závislost relativní hustoty na skenovací rychlosti a tloušťce vrstvy pro 3D tištěnou ocel 1.2709 [27] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Konkrétně se vlivem parametrů tisku na vlastnosti oceli 1.2709 zabývala práce [27]. Závislosti jsou vyneseny na Obrázku 9. Jsou na něm uvedené i parametry doporučené výrobcem (Concept Laser) pro tento materiál, tedy rychlost skenování 200 mm/s a tloušťka vrstvy 30 μm. Bylo shledáno, že relativní hustota výrobku klesá s rostoucí rychlostí skenování a s rostoucí tloušťkou vrstvy.

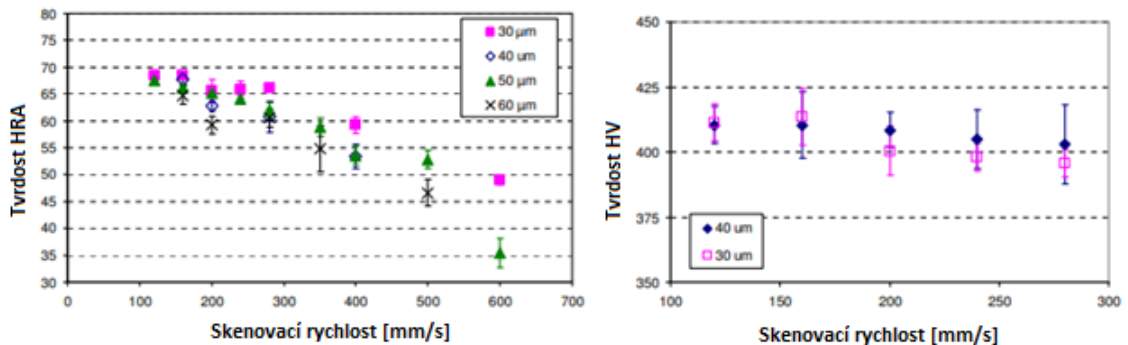
Tento závěr je logický, neboť se zvyšováním skenovací rychlosti dochází ke snižování hustoty vnesené energie. Obdobných závěrů bylo dosaženo v článku [28], ve kterém byla stanovena závislost relativní hustoty na hustotě vnesené energie jedné stopy pro 3D tištěnou ocel 1.2709. Tato závislost je uvedena na Obrázku 10.



Obrázek 10 Závislost relativní hustoty na hustotě vnesené energie pro 3D tištěnou ocel 1.2709 [28] (přeloženo pro účely diplomové práce)

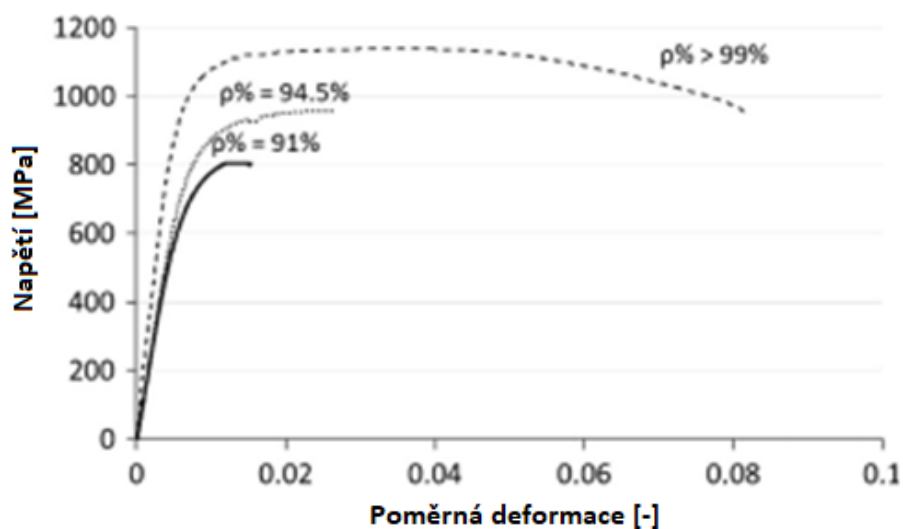
V práci [27] byla dále studována mikrotvrдость a makrotvrдость 3D tištěné oceli 1.2709 v závislosti na rychlosti skenování. Mikrotvrдость byla měřena pomocí metody dle Vickerse se zátěží 0,5 kg. Bylo stanoveno, že rychlost skenování nemá výrazný vliv na hodnotu mikrotvrdsti. Je zde ale třeba uvést, že byl zkoumán jen menší rozsah skenovacích rychlostí, protože pro vzorky

s nižší hustotou (respektive vyšší porozitou) nebylo tato měření možno adekvátně provést. Hodnota makrotvrlosti byla měřena metodou dle Rockwella A. Byl zaznamenán výrazný pokles makrotvrlosti s rostoucí rychlostí skenování. Z rozdílu průběhu makrotvrlosti a mikrotvrlosti lze vyvodit, že tyto hodnoty jsou primárně ovlivněny porozitou a samotná skenovací rychlost přímo tvrdost neovlivňuje. Tyto závislosti jsou uvedeny na Obrázku 11.

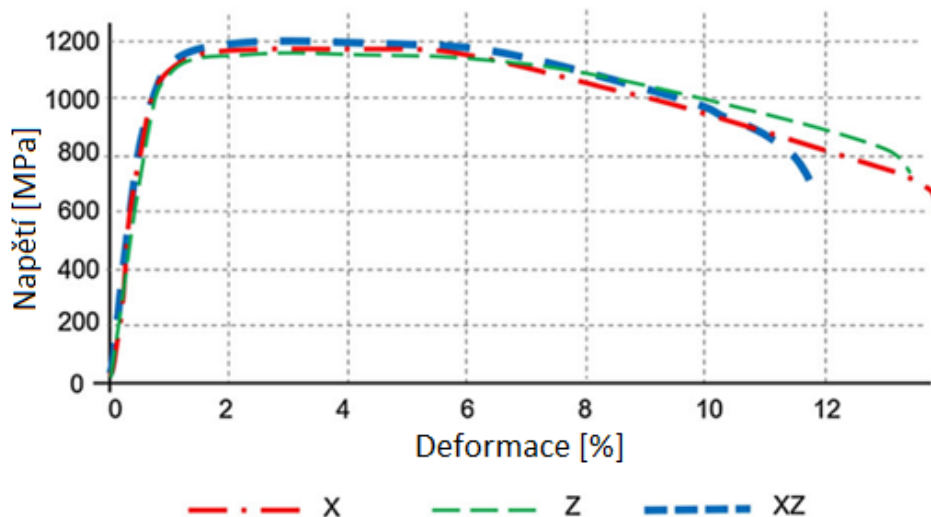


Obrázek 11 Závislost makro a mikrotvrlosti na skenovací rychlosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem [27] (přeloženo pro účely diplomové práce)

V článku [28] byla studována mez pevnosti, mez kluzu a tažnost v závislosti na porozitě materiálu. S rostoucí relativní hustotou se zvyšují všechny sledované parametry s tím, že nejvýznamnější je nárůst tažnosti, jak je viditelné z Obrázku 12. Na zkoumaných vzorcích byla pozorována změna charakteru lomové plochy, přičemž s klesající hustotou převládá křehký lom nad lomem tvárným. Tato skutečnost je způsobena vlivem velké nehomogenní porozity nesférického tvaru, která vzniká při vnesení malé hustoty energie do materiálu. Jednou z možností snížení porozity součástí je použití opakovaného natavení jednotlivých vrstev. Tato metoda byla studována v literatuře [27], [29]. Bylo prokázáno, že pomocí opakovaného natavení je možné dosáhnout hustoty vyšší než 99 %. Dále byl prokázán pozitivní vliv opakovaného natavení na houževnatost vzorků [29]. Nevýhodou tohoto procesu je podstatně delší čas stavby, což má za následek výrazný nárůst nákladů spojených s výrobou.



Obrázek 12 Záznam tahové zkoušky oceli 1.2709 připravené 3D tiskem pro různé hustoty vzorků [28] (přeloženo pro účely diplomové práce)



Obrázek 13 Záznam tahových zkoušek vzorků 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built pro různé orientace tisku [30] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Analýza vlivu orientace součásti při tisku na mechanické vlastnosti byla provedena v odborném článku [30]. Z výsledků měření bylo shledáno, že orientace má jen malý vliv na pevnost daného materiálu a vzorky tištěné ve směrech X, Y, Z vykazují relativně izotropické pevnostní vlastnosti. Vybrané záznamy napětí – deformace jsou uvedeny na Obrázku 13. Tomuto poznatku neodpovídají výsledky měření, provedených ve člácích [5] a [31], ve kterých byly zaznamenány výrazně anizotropické mechanické vlastnosti ve stavu as-built. Tyto anizotropické vlastnosti byly zaznamenány i po provedení stárnutí [5], ale po provedení rozpouštěcího žihání se vlastnosti stávají výrazně izotropickými [31]. Důvody vedoucí k tomuto rozporu není možné na základě informací ve výše uvedené literatuře přesně určit. Lze předpokládat, že na anizotropii mají vliv parametry tisku a dále také způsob provedení zkoušek mechanických vlastností. Například zdroj [32] uvádí, že anizotropie 3D tištěné oceli je rozdílná v případech použití plochých vzorků v porovnání se vzorky válcovými.

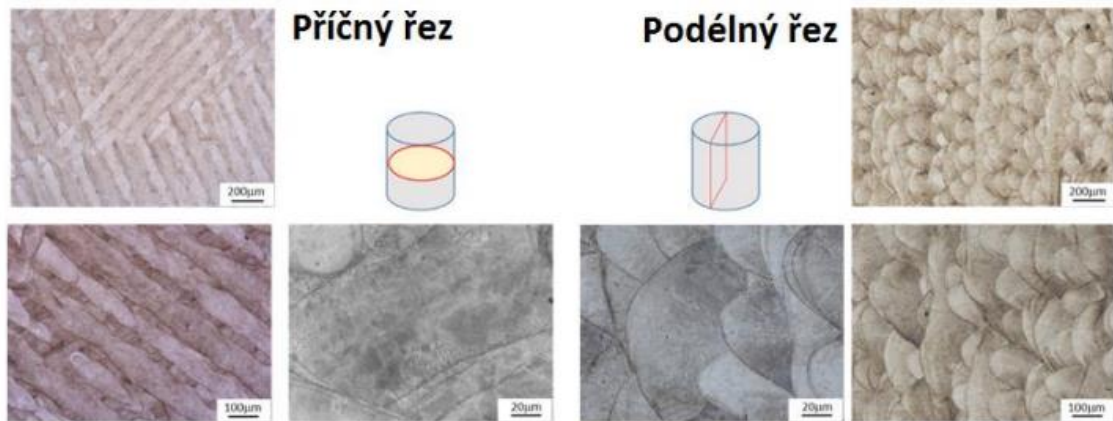
Vliv orientace na únavové vlastnosti ve stavu as-built nebyl v dostupné literatuře prozkoumán. Vliv orientace tištěné součásti na únavové vlastnosti po tepelném zpracování (stárnutí bez rozpouštěcího žihání) byl studován v rámci článků [33] a [34]. Ve článku [34] byla zaznamenána výrazná anizotropie vlastností s tím, že vzorky tištěné ve vertikálním směru vykazovaly lepší únavové vlastnosti. V rámci článku [33] nebyla anizotropie únavových vlastností zaznamenána, ale tento fakt je možné přisuzovat tomu, že zkoumané vzorky byly v rámci postprocessingu kuličkovány.

Z výše uvedených poznatků je viditelný výrazný vliv parametrů tisku na vlastnosti oceli 1.2709 připravované 3D tiskem. Je patrné, že existuje konflikt mezi dosaženými vlastnostmi (především pórovitostí výrobku) a náklady spojenými s tiskem (čas výroby). Vzhledem k tomu, k jakým účelům jsou technologie 3D tisku kovů využívány, je vhodné volit parametry tisku s důrazem na kvalitu výsledné součásti. Z tohoto pohledu se jako zajímavá jeví metoda opakovaného natavení, ale v současnosti dostupné literatuře nebyly detailně prozkoumány mechanické vlastnosti takto připravených součástí.



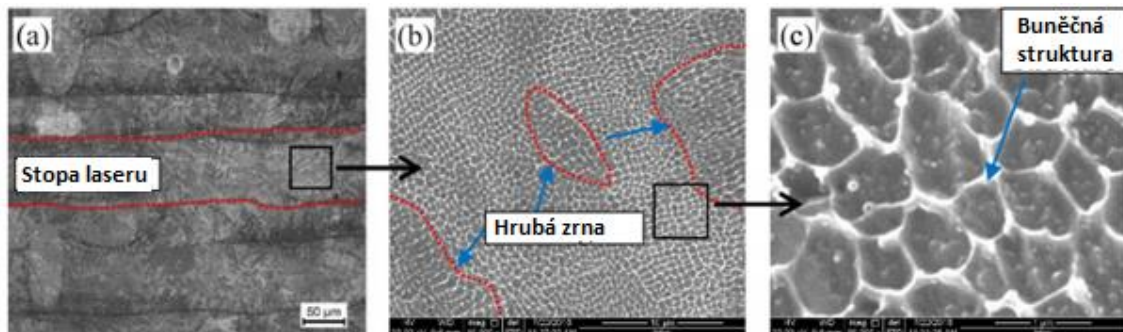
### 2.3.2 Mikrostruktura a vlastnosti oceli 1.2709 ve stavu as-built

Je známo, že po procesu 3D tisku vzniká podstatně jiná struktura, než v případě konvenčně vyráběné oceli. Dochází k tomu mimo jiné důsledkem vysoké rychlosti ohřevu a následné vysoké rychlosti ochlazení při samotném tisku. Zároveň při spékání kovu vzniká velmi rozdílná struktura v příčném a podélném řezu. Na příčném řezu jsou viditelné stopy po laseru, zatímco na podélném řezu jsou viditelné plochy odpovídající jedné spečené vrstvě. Na Obrázku 14 je tato struktura viditelná na snímcích pořízených pomocí světelného mikroskopu.



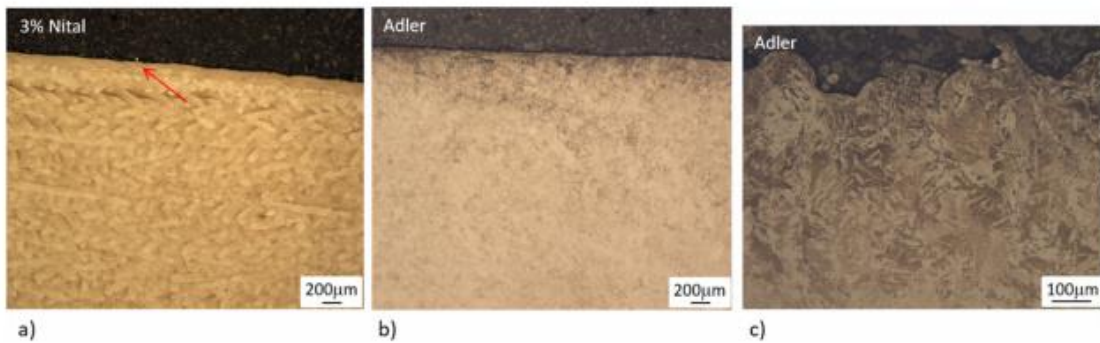
Obrázek 14 Mikrostruktura tištěné martenzitické oceli 1.2709 v příčném a podélném řezu [7]

V článku [35] byla mikrostruktura oceli 1.2709 zkoumána pomocí elektronového mikroskopu. Bylo zjištěno, že mikrostruktura se primárně skládá z velkého množství jemných buněčných krystalů (cellular crystals) a malého množství hrubých zrn, vzniklých vlivem komplexních tepelných pochodů při výrobě. Důvodem vzniku této buněčné mikrostruktury (cellular mikrostructure) je velmi vysoká ochlazovací rychlost (okolo  $10^6$  K/s), díky které není dostatečný čas na vznik sekundárních dendritických paží, což vede k mikrosegregaci rozpuštěných látek, jejímž výsledkem je právě vznik této buněčné struktury. Dále bylo prokázáno, že vyšší rychlost ochlazování vede k jemnější buněčné struktuře. Vznik této struktury byl pozorován i v jiných materiálech vyrobených metodou SLM (AlSi10Mg, Inconel 718 [35], 316L a AL-12Si [36]). Snímky buněčné struktury oceli 1.2709 pořízené pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM) jsou uvedené na Obrázku 15.



Obrázek 15 SEM snímky buněčné struktury tištěné oceli 1.2709 v příčném řezu [35] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Mikrostruktura byla také rozsáhle studována v rámci článku [37]. Bylo zjištěno, že na výsledek pozorování pomocí světelné mikroskopie (LM) má výrazný vliv použité leptadlo. Při použití leptadla Nital 3 % byly pozorovatelné stopy laseru (viz Obrázek 16 a) a buněčná struktura, zatímco s použitím leptadla Adler byla pozorována martenzitická struktura obdobná s konvenčně vyrobenou ocelí (viz Obrázek 16 b, c). Při pozorování mikrostruktury pomocí elektronového mikroskopu ale byla pro obě použítá leptadla zaznamenána buněčná struktura. Je tedy zřejmé, že použité leptadlo ovlivňuje zejména pozorování pomocí světelné mikroskopie



Obrázek 16 LM snímky struktury as-built oceli 1.2709 připravené 3D tiskem leptané a) leptadlem Nital 3 % b, c) leptadlem Adler [37]

V rámci článků [37] a [38] byly provedeny analýzy difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD). Bylo zjištěno, že buněčná struktura je tvořena převážně dvěma fázemi, základní martenzitickou maticí a okraji buněk se zvýšeným obsahem legujících prvků (konkrétně v článku [37] s Ni 21 %, Mo 5 % a lokálně Ti). Zvýšený obsah legujících prvků na hranicích je připisován mikrosegregaci při tuhnutí. Dále byla zaznamenána přítomnost malého množství zbytkového austenitu (4 % [37] a 3 % [38]), vyskytujícího se podél hranic buněk. Zbytkový austenit se v konvenčně připravených ocelích nevyskytuje v detekovatelném množství, ale v ocelích vyrobených metodou SLM je běžný [37]. Kromě výše uvedených fází byla pozorována přítomnost hrubých částic, vyskytujících se primárně na hranicích buněk, a jemných částic, rozptýlených v matici uvnitř buněk. Chemickou analýzou těchto částic bylo zjištěno, že obsahují velké množství Ti. Tyto nanočástice byly také pozorovány ve článku [3]. Předpokládá se, že se jedná o precipitované částice, vzniklé vlivem opakovaných teplotních pulzů při stavbě materiálu v průběhu tisku. Přesné složení částic nebylo v uvedených článcích prozkoumáno, ale předpokládá se, že se jedná o  $Ni_3Ti$ , který je u oceli 1.2709 převládajícím precipitátem při stárnutí [3] [38].

Porovnání mechanických vlastností tištěné oceli ve stavu as-built s konvenčně tepelně nezpracovanou ocelí bylo provedeno v odborném článku [37]. Při použití parametrů tisku výkon laseru 258 W, rychlost skenování 960 m/s a tloušťka vrstvy 40  $\mu m$  vykazovaly vzorky připravené 3D tiskem vyšší hodnoty pevnosti a tvrdosti, než vzorky konvenční oceli, přičemž konvenční materiál vykazoval mírně vyšší tažnost. Naměřené hodnoty včetně směrodatných odchylek jsou uvedeny v Tabulce 6. Obdobné výsledky byly zaznamenány v článcích [30], [31] a [3]. Tento efekt na mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli 1.2709 bývá připisován vlivu jemné buněčné struktury, výše zmíněných částic (precipitátů) a zbytkového napětí po 3D tisku [3] [4].

Tabulka 6 Porovnání mechanických vlastností 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built s konvenční ocelí 1.2709 bez tepelného zpracování [37] (upraveno pro účely diplomové práce)

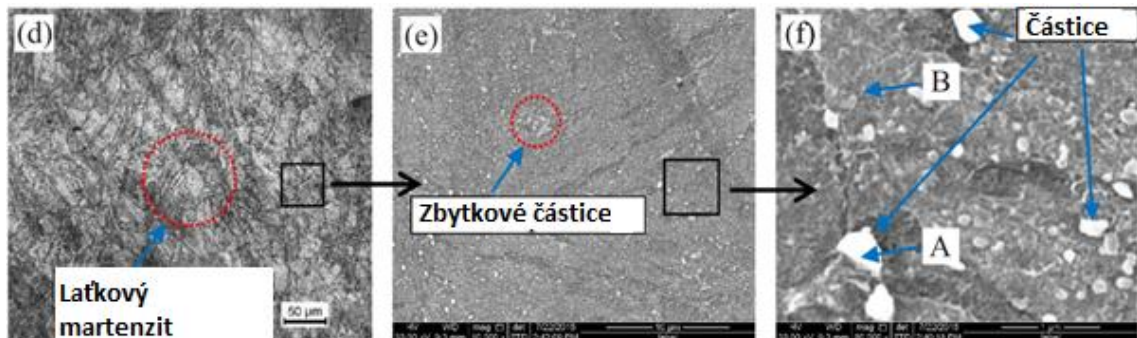
Materiál	$\epsilon$ [%]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	HV 0,1
3D tisk	$8 \pm 1,2$	$903 \pm 98$	$1050 \pm 45$	$371 \pm 5$
Konvenční	$10 \pm 1,6$	$798 \pm 60$	$981 \pm 49$	$323 \pm 4$

### 2.3.3 Mikrostruktura oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po tepelném zpracování

Vzhledem ke značně rozdílnému stavu před provedením tepelného zpracování nelze předpokládat strukturální změny shodné se změnami probíhajícími v konvenční oceli. V současné době v dostupné literatuře byly prozkoumány stavy oceli po rozpouštěcím žíhání, po rozpouštěcím žíhání s následným stárnutím a po stárnutí provedeném po tisku bez předcházejícího rozpouštěcího žíhání.

#### Stav po rozpouštěcím žíhání

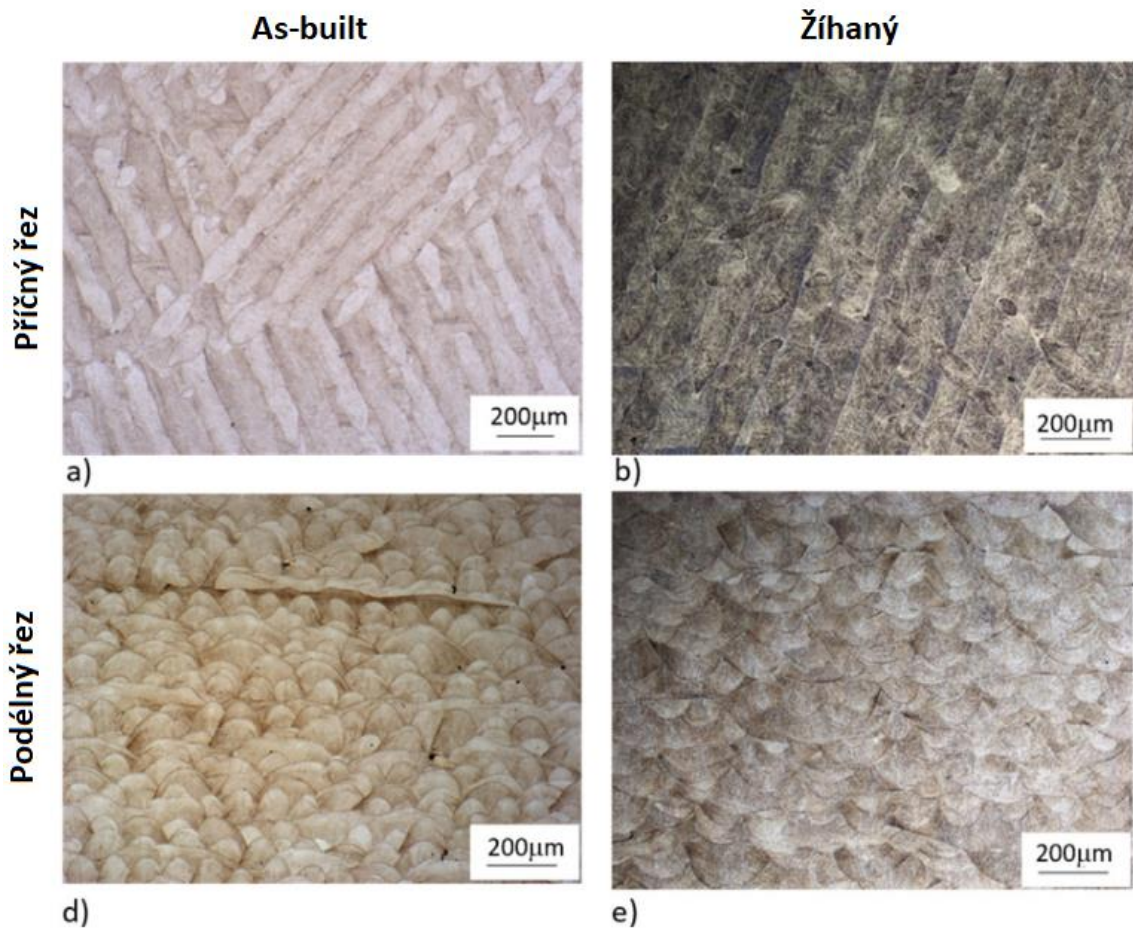
Mikrostruktura oceli po rozpouštěcím žíhání při teplotě 840 °C po dobu 1 hodiny byla zkoumána v rámci článku [35]. SEM snímky, pořízené v rámci tohoto článku, jsou uvedené na Obrázku 17. Stopy po průchodu laseru, viditelné ve stavu as-built (viz Obrázek 15), kompletně zmizely a byly nahrazeny strukturou tvořenou lačkovým martenzitem. Příčina této změny není v článku [35] podrobně vysvětlena s tím, že je přisuzována transformaci zbytkového austenitu, vzniklého při tisku, na martenzit v průběhu procesu rozpouštěcího žíhání. Také dříve pozorovaná buněčná struktura se při žíhání úplně rozpadla, na místo ní bylo ve struktuře pozorováno pouze velké množství částic (označené v Obrázku 17), vzniklých vlivem rozpadu hranic buněk na základní prvky (Ni, Mo a Ti) a jejich přechodu do matrice. Tyto zbylé částice ve struktuře pravděpodobně zůstávají z důvodu nedostatečného času a teploty žíhání k jejich úplnému rozpadu.



Obrázek 17 SEM snímky mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem vzniklé po rozpouštěcím žíhání při 840 °C/1 h [35] (přeloženo pro účely diplomové práce)

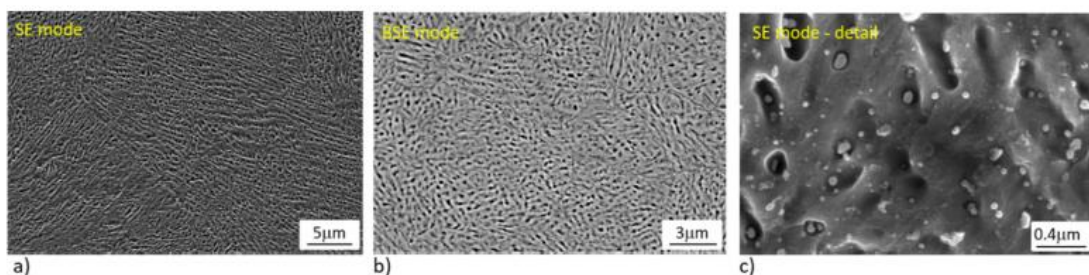
Poněkud odlišných výsledků bylo dosaženo v článku [37], ve které byla zkoumána struktura po rozpouštěcím žíhání při 820 °C po dobu 20 minut v atmosféře argonu. Na rozdíl od výše uvedených informací byly i v žíhaném stavu stále pozorovatelné stopy po laseru (viz Obrázek 18). V článku je tento výsledek přisuzován vlivu leptadel. Také je možné tento jev přisuzovat podstatně kratší době žíhání, respektive setrvání na žíhací teplotě. I v tomto článku byl pozorován rozpad buněčné struktury a vznik nových, převážně globulárních, částic bohatých na Ti, Mo a Co. SEM snímky této struktury jsou uvedeny na Obrázku 19. Jako leptadlo v případě

těchto snímků byl použit Nital 3 %, který preferenčně odleptal matrici v okolí větších částic, což vedlo ke vzniku pozorovatelné struktury s hlubokými důlky [37].



Obrázek 18 LM snímky příčného a podélného řezu struktury 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built (a, d) a po rozpouštěcím žíhání při 820 °C/20 min (b, e) [37] (přeloženo pro účely diplomové práce)

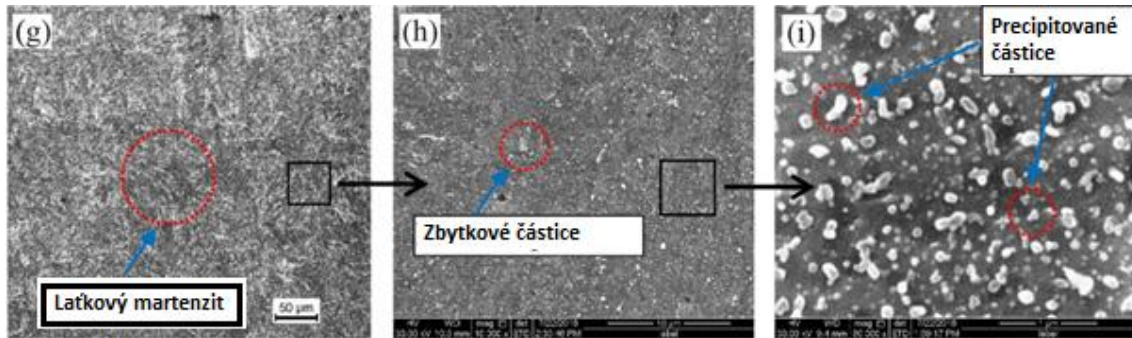
Obsah zbytkového austenitu v oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po rozpouštěcím žíhání byl v rámci článku [37] zkoumán pomocí rentgenové difrakce a EBSD analýzy. Oběma uvedenými metodami byl zaznamenán minimální obsah zbytkového austenitu (množství nižší než je možné detekovat uvedenými metodami). Tento výsledek je ve shodě s výsledky z článků [3] a [35].



Obrázek 19 SEM snímky 3D tištěné oceli 1.2709 po rozpouštěcím žíhání při 820 °C/20 min [37]

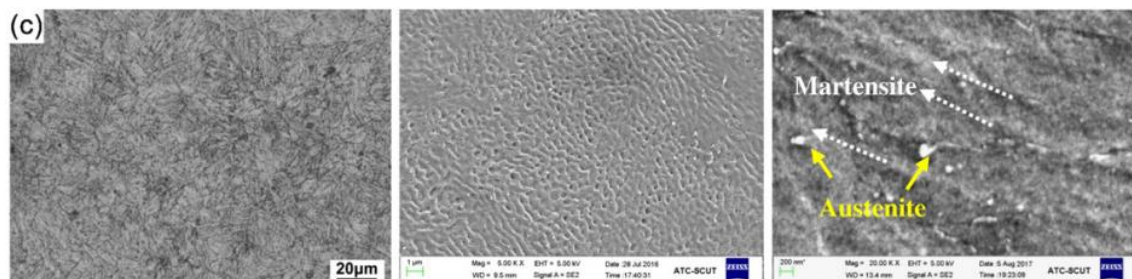
## Rozpouštěcí žíhání a následné stárnutí

Mikrostruktura oceli po rozpouštěcím žíhání při 820 °C po dobu 1 hodiny a stárnutí při 480 °C po dobu 6 hodin byla pozorována v článku [35]. Na snímcích, uvedených na Obrázku 20, je viditelné vysoké množství bílých částic precipitátu. Ten je tvořen fázemi  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ ,  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  a  $\text{Ni}_3\text{Mo}$ , vyskytujícími se na hranicích a uvnitř zrn lathkového martenzitu. Částice zbylé po žíhání (pozůstatek buněčné struktury viz výše) zůstávají ve struktuře a lze tedy uvést, že stárnutí nemělo na jejich rozložení a množství vliv.



Obrázek 20 SEM snímky mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po rozpouštěcím žíhání při 820 °C/1 h a následném stárnutí při 480 °C/6 h [35] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Struktura shodně zpracované oceli byla zkoumána také v článku [3]. Na pořízených snímcích, uvedených na Obrázku 21, není precipitát tak dobře patrný, jako na snímcích uvedených na Obrázku 20 a je výrazněji patrná již rozpadlá buněčná struktura materiálu. Přesto i v tomto případě ke vzniku precipitátu v materiálu došlo, jak bylo v daném článku ověřeno pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM) s využitím analýzy elektronové difrakce vybrané oblasti (SAED). Dále byl také pozorován obsah zbytkového austenitu, který v porovnání se stavem čistě žíhaným mírně narostl (až na 6,5 %). Tento nárůst je způsoben reaustenitizací, ke které dochází při stárnutí materiálu (viz Kapitola 2.2.2), přesto je obsah zbytkového austenitu nižší, než byl obsah změřený ve stavu as-built (11 %).



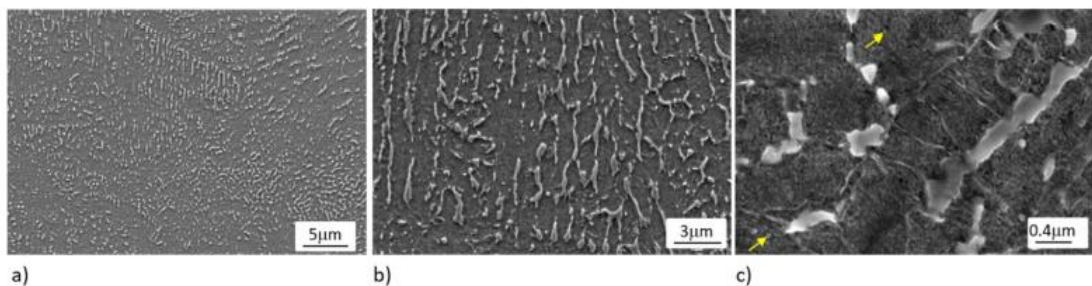
Obrázek 21 Mikrostruktura oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po rozpouštěcím žíhání při 840 °C/1 h a stárnutí při 490 °C/6 h [3]

## Struktura po stárnutí

Na rozdíl od konvenčně vyrobených ocelí je u 3D tištěné oceli 1.2709 možno vynechat operaci rozpouštěcího žíhání a použít pouze stárnutí, vedoucí ke zvýšení pevnosti a tvrdosti. Tento postup někteří dodavatelé technologií pro 3D tisk přímo doporučují (viz Tabulka 5). Jak již

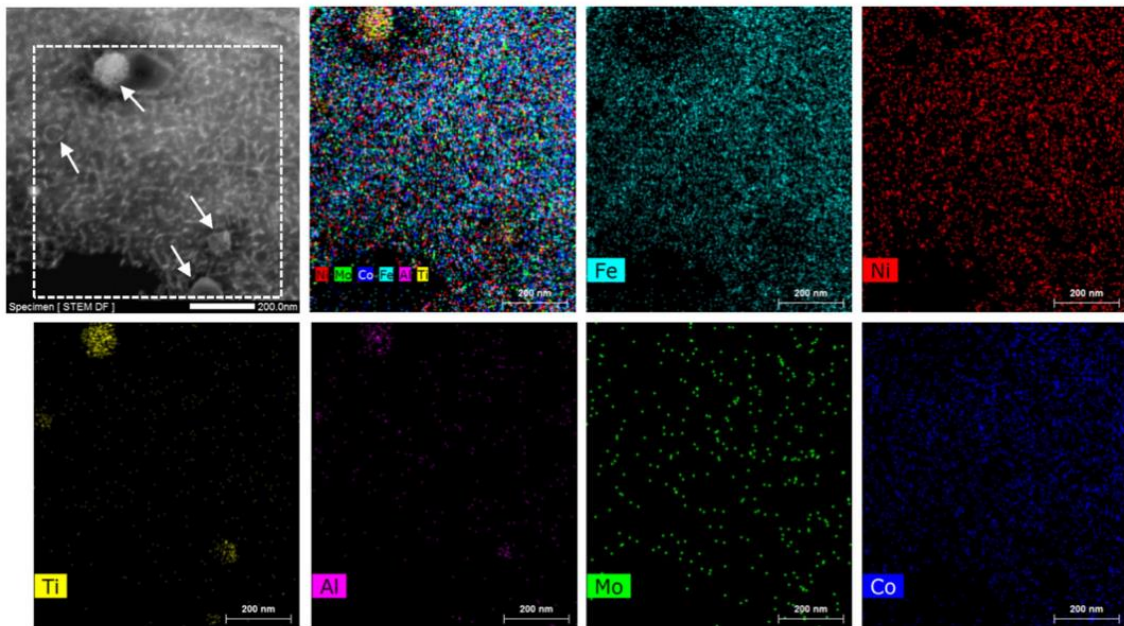
bylo uvedeno, cílem procesu stárnutí je precipitace jemných intermetalických částic, vedoucí ke zpevnění materiálu. Tyto částice se vyskytují již ve struktuře stavu as-built (viz Kapitola 2.3.2), ale jejich množství není dostatečné, proto je prováděno umělé stárnutí [3].

Struktura takto zpracované oceli (stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 6 hodin v ochranné atmosféře argonu) byla studována v článku [37]. Buněčná mikrostruktura, která byla pozorována ve stavu as-built, se z větší části rozpadla, ale na hranicích bývalých buněk zůstávají ostrůvky bílé zbarvené fáze, viditelné na Obrázku 22. Také stopy po průchodu laserových paprsků zůstávají viditelné. Ve struktuře se po stárnutí nacházejí částice precipitátu  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  a  $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$ . Zároveň byly pozorovány extrémně jemné nanočástice, rozmístěné v matici. Na rozdíl od stavu as-built a stavu po rozpouštěcím žíhání nebylo u vzorku po stárnutí bez rozpouštěcího žíhání pozorováno nerovnoměrné leptání při použití leptadla Nital 3 % [37].



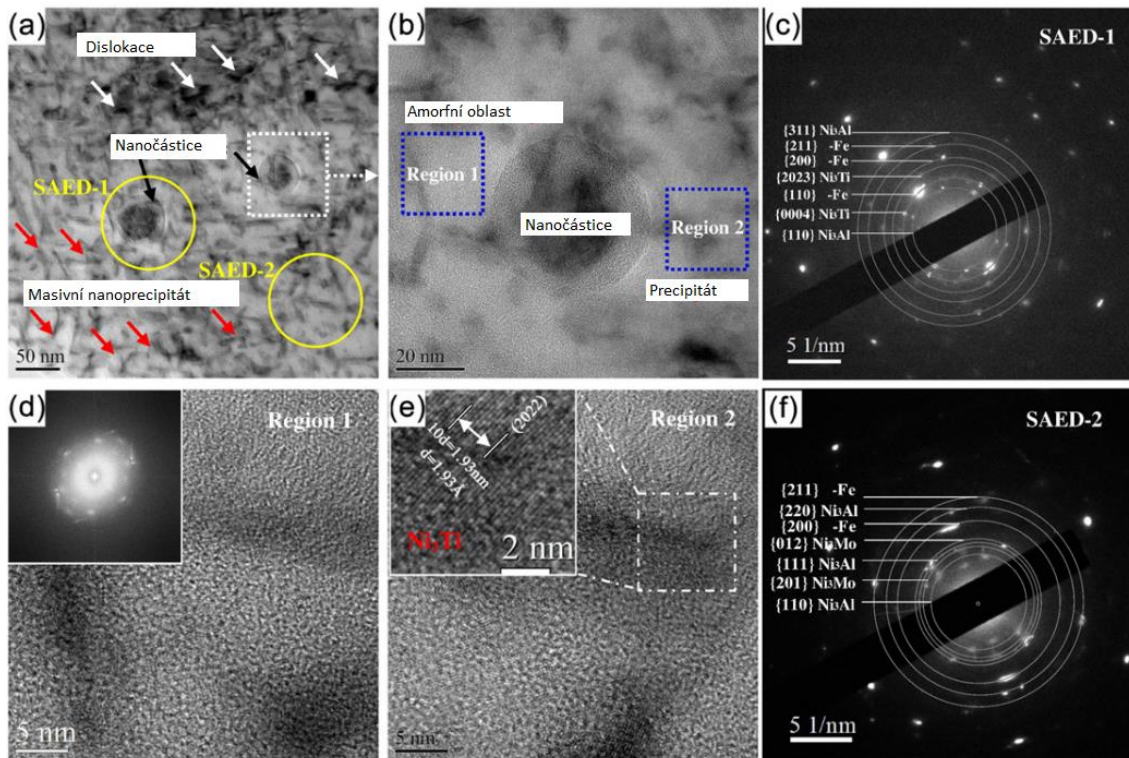
Obrázek 22 Mikrostruktura oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po stárnutí při 490 °C/6 h [37]

Struktura oceli po stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 6 hodin, provedeném v atmosféře argonu, byla pozorována také v rámci odborného článku [3]. Zde byly pořízeny snímky pomocí skenovacího transmisního elektronového mikroskopu (STEM) a bylo provedeno mapování pomocí energiově disperzní spektroskopie (EDS). Výsledky těchto měření jsou uvedeny na Obrázku 23. Na snímcích STEM byly pozorovány početné acikulární precipitáty a disperzně rozložené kulové nanoprecipitáty (na snímku označené šipkou). EDS mapování ukazuje, že nanoprecipitáty jsou bohaté na Ti a Al, což ukazuje na to, že tyto částice jsou tvořené Ti/Al intermetalickými fázemi.



Obrázek 23 STEM snímky a EDS mapování 3D tištěné oceli 1.2709 po stárnutí při 490 °C/6 h [3]

TEM snímky, pořízené ve světlém poli, a korespondující SAED vzory byly pořízeny rovněž v rámci článku [3], za účelem prozkoumání precipitátů. Na TEM snímcích, uvedených na Obrázku 24, jsou viditelné masivní nanoprecipitáty a nanočástice, uložené v martenzitické matici. V porovnání s precipitáty, vzniklými ve struktuře as-built, je po stárnutí vyšší jak množství precipitátu, tak velikost jednotlivých částic. Dále byla pozorována vysoká hustota dislokací. Na základě SAED vzorů uvedených vzorků je zjevné, že se precipitát skládá z hexagonálního  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ , kubického  $\text{Ni}_3\text{Al}$  a kosočtverečného  $\text{Ni}_3\text{Mo}$ . Interakce mezi Ni a Ti probíhá při stárnutí nejrychleji a při ní vzniklé částice  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  mohou sloužit jako nukleační zárodky částic  $\text{Ni}_3\text{Al}$  a  $\text{Ni}_3\text{Mo}$ .



Obrázek 24 TEM snímky struktury 3D tištěné oceli 1.2709 po stárnutí při 490 °C/6 h a příslušné SAED vzory [3]

V obou článcích [3] a [37] byl také studován podíl zbytkového austenitu ve struktuře. V článku [37] byl tento obsah stanoven pomocí rentgenové difrakce na 8 % a pomocí EBSD analýzy na 1,5 až 6 %. Dle této analýzy je zbytkový austenit jemný a často protáhlý ve směru kolmém na hranice oblastí s rozdílnou krystalografickou orientací. Oběma použitými metodami byl po stárnutí zaznamenán podstatně větší podíl zbytkového austenitu než ve struktuře as-built či struktuře po rozpouštěcím žihání. V článku [3] je uvedené porovnání obsahu zbytkového austenitu mezi stavem as-built, stavem po stárnutí, stavem po rozpouštěcím žihání a po rozpouštěcím žihání s následným stárnutím. Výsledky tohoto porovnání jsou uvedeny v Tabulce 7. Je patrné, že podíl zbytkového austenitu po stárnutí mírně narůstá v porovnání se stavem as-built. Jak již bylo uvedeno, nejnižší obsah zbytkového austenitu byl zaznamenán po rozpouštěcím žihání. V případě použití stárnutí po operaci rozpouštěcího žihání podíl zbytkového austenitu narůstá vlivem reaustenitizace, ale nikdy nedosáhne takového množství, jako v případě použití pouze stárnutí.

Tabulka 7 Obsah zbytkového austenitu v různých stavech 3D tištěné oceli 1.2709 [3] (upraveno pro účely diplomové práce)

Vzorek	Obsah martenzitu [%]	Obsah austenitu [%]
As-built	89,7	10,3
Stárnutí 490 °C/6 h	89,0	11,0
Žihání 840 °C/1 h	100	0
Žihání a stárnutí 840 °C/1 h + 490 °C/6 h	93,5	6,5

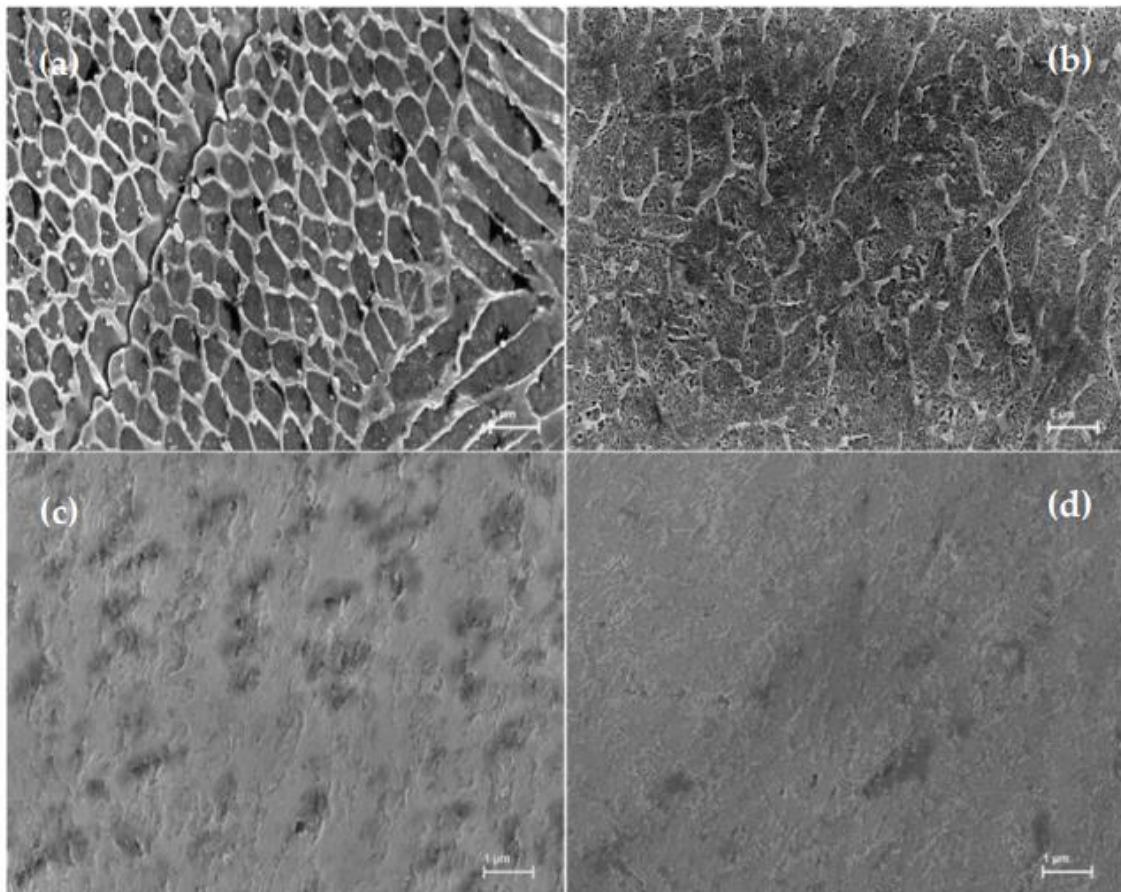
V rámci článku [4] byl studován vliv podmínek tepelného zpracování na obsah zbytkového austenitu. Bylo zjištěno, že u vzorků, u kterých je provedeno stárnutí bez předcházejícího rozpouštěcího žihání, dochází k výraznému nárůstu obsahu zbytkového austenitu s teplotou



a časem stárnutí. V případě provedení rozpouštěcího žíhání před stárnutím nebyl zaznamenán žádný detekovatelný nárůst podílu zbytkového austenitu.

V rámci článku [39] byla studována struktura oceli po specifických tepelných zpracováních, a to po stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 6 hodin, po tepelném zpracování při 600 °C po dobu 6 hodin a po rozpouštěcím žíhání při 900 °C po dobu 45 minut. Všechna tato tepelná zpracování byla provedena v ochranné atmosféře argonu. Na struktuře, uvedené na Obrázku 25, je pozorovatelný rozpad buněčné struktury, vyskytující se ve stavu as-built (Obrázek 25 a). Je viditelné, že s rostoucí teplotou tepelného zpracování je tento rozpad výraznější. Na snímku struktury po stárnutí při 490 °C po dobu 6 hodin (Obrázek 25 b) jsou viditelné pozůstatky této buněčné struktury, což je ve shodě se strukturou pozorovanou v rámci článku [37] (viz Obrázek 22).

Na vzorcích, zpracovaných při vyšších teplotách, jsou stopy buněčné struktury méně viditelné, jak je patrné z Obrázku 25 c, d, přičemž po zpracování při teplotě 900 °C (proces tohoto tepelného zpracování je obdobný jako rozpouštěcí žíhání) struktura mizí úplně.



Obrázek 25 Snímky struktury oceli 1.2709 pro stavy a) as-built b) 490 °C/6 h (stárnutí) c) 600 °C/6 h (stárnutí) d) 900 °C/45 min (rozpouštěcí žíhání) [39]

Z výše uvedeného je viditelné, že ocel 1.2709 připravená 3D tiskem vykazuje specifickou mikrostrukturu, rozdílnou od konvenčně připravené oceli 1.2709. Vliv parametrů tisku a tepelného zpracování na mikrostrukturu je v současné době stále předmětem rozsáhlého výzkumu. I přes tyto rozdíly v mikrostruktuře vykazuje 3D tištěná ocel 1.2709 po tepelném

zpracování vynikají mechanické vlastností [3]. Vlivem provedeného tepelného zpracování na mechanické vlastnosti se zabývá následující kapitola.

#### 2.3.4 Mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli 1.2709 po tepelném zpracování

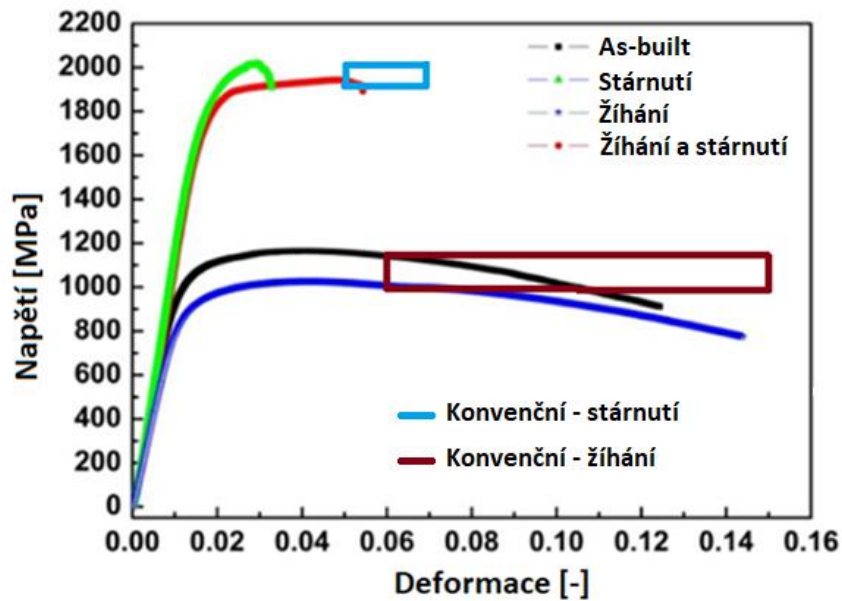
Použití tepelného zpracování je nutné pro dosažení požadovaných mechanických vlastností 3D tištěné oceli 1.2709. Z důvodu výše uvedené odlišnosti mikrostruktury nelze považovat postupy známé pro konvenčně vyrobenou ocel za vhodné [4]. Proto je v současné době rozsáhle studován vliv jednotlivých operací a parametrů tepelného zpracování na mechanické vlastnosti.

V článku [3] byla zkoumána tvrdost a pevnostní charakteristiky stanovené zkouškou tahem pro ocel ve čtyřech stavech, a sice ve stavu as-built, stavu po rozpouštěcím žíhání při teplotě 840 °C po dobu jedné hodiny, stavu po rozpouštěcím žíhání při teplotě 840 °C po dobu jedné hodiny a po stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 6 hodin a stavu po stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 6 hodin, přičemž všechna tepelná zpracování byla provedena v ochranné atmosféře argonu. Zároveň byly prozkoumány vlastnosti konvenčně vyrobené oceli ve stavu před a po stárnutí. Výsledky těchto zkoušek jsou uvedené v Tabulce 8. Z porovnání je patrný výrazný nárůst tvrdosti po stárnutí, provedeném jak na vzorcích ve stavu as-built, tak na vzorcích po rozpouštěcím žíhání. Hodnoty tvrdostí jsou porovnatelné s konvenčně vyrobeným materiálem.

*Tabulka 8 Porovnání mechanických vlastností 3D tištěné (SLM) a konvenčně vyrobené oceli 1.2709 pro různá tepelná zpracování [3] (upraveno pro účely diplomové práce)*

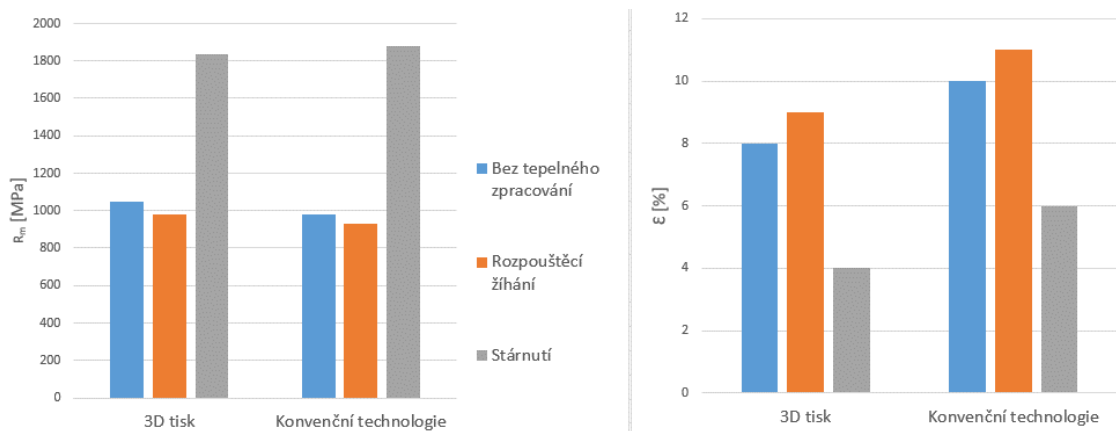
Vzorek	R <sub>m</sub> [MPa]	R <sub>e</sub> [MPa]	Tažnost [%]	HRC
SLM-as-built	1165 ± 7	915 ± 7	12,4 ± 0,14	35-36
SLM-stárnutí	2014 ± 9	1967 ± 11	3,3 ± 0,05	53-55
SLM-žíhání	1025 ± 5	962 ± 6	14,4 ± 0,35	28-29
SLM-žíhání a stárnutí	1943 ± 8	1882 ± 14	5,6 ± 0,08	52-54
Konvenční	1000 - 1170	760 - 895	6 - 15	35
Konvenční-stárnutí	1930 - 2050	1862 - 2000	5 - 7	52

Závislosti napětí - deformace z tahových zkoušek jsou uvedené na Obrázku 26. Použitím stárnutí bez předcházejícího rozpouštěcího žíhání bylo dosaženo výrazného nárůstu meze kluzu a meze pevnosti (viz Tabulka 8). Tento nárůst byl ale doprovázen zřetelným poklesem prodloužení (respektive tažnosti) z 12,4 na 3,3 %. V porovnání se vzorky po stárnutí v kombinaci s rozpouštěcím žíháním je patrné, že zařazením žíhání mírně klesla výsledná pevnost, ale zároveň došlo k nárůstu tažnosti materiálu. Tento mírný nárůst tažnosti a mírný pokles pevnosti je v porovnání se stavem as-built patrný i pro vzorky po rozpouštěcím žíhání bez následného stárnutí. Hodnoty pevnosti a tažnosti dosažené po provedení žíhání a následném stárnutí jsou srovnatelné s vlastnostmi konvenčně vyrobené, precipitačně vytvrzené oceli 1.2709.



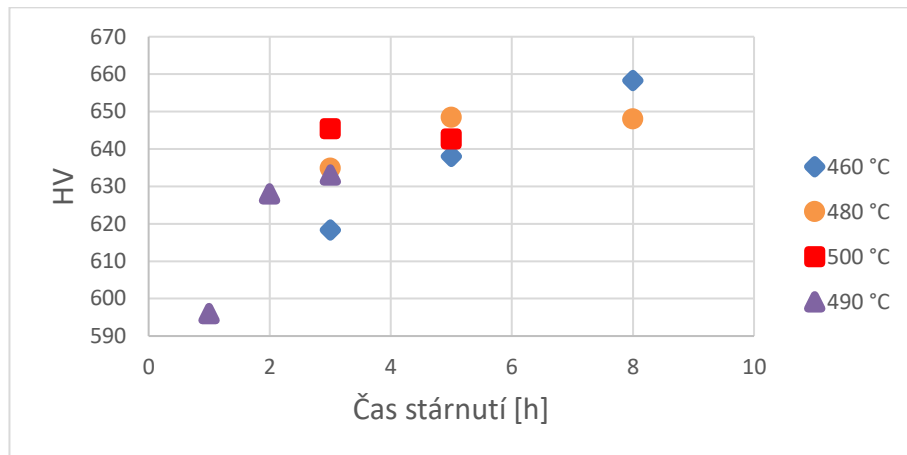
Obrázek 26 Závislost napětí na deformaci 3D tištěných vzorků oceli 1.2709 pro různá tepelná zpracování [3] (upraveno pro účely diplomové práce)

Obdobné porovnání bylo provedeno v rámci článku [37]. Byl porovnáván stav po rozpouštěcím žihání při teplotě 820 °C po dobu 20 minut a stav po stárnutí při 490 °C po dobu 6 hodin. Výsledky provedených zkoušek jsou uvedeny na Obrázku 27. Jako porovnávaný konvenční materiál byla použita ocel Vaco 180. Z porovnání je viditelné, že 3D tištěná ocel po stárnutí dosahuje parametrů srovnatelných s ocelí konvenčně vyrobenou. Ze zkoušek, provedených v rámci tohoto článku a také z článku [30] vyplývá, že 3D tištěná ocel dosahuje ve stavu as-built mírně vyšších pevnostních charakteristik než tepelně nezpracovaná, konvenčně vyrobená ocel. Tento výsledek je přisuzován jemné buněčné struktuře oceli vzniklé po 3D tisku (viz Kapitola 2.3.2). Tím je také vysvětlován pokles pevnosti a tvrdosti, následující po rozpouštěcím žihání (při kterém se tato struktura rozpadá viz Kapitola 2.3.3) oceli, připravené 3D tiskem.



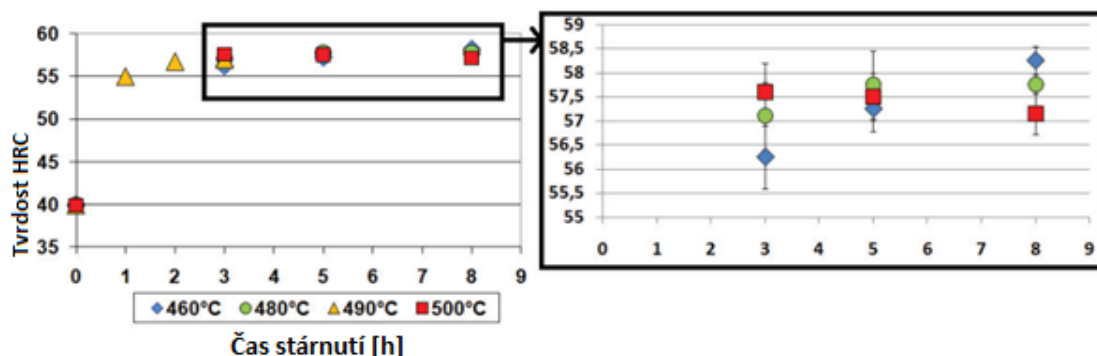
Obrázek 27 Porovnání mechanických vlastností oceli 1.2709 připravené 3D tiskem a vyrobené konvenční technologií pro různá tepelná zpracování [37] (vytvořeno pro účely diplomové práce)

Vlivem parametrů stárnutí na mechanické vlastnosti 3D tištěné oceli 1.2709 se zabývaly zdroje [27] a [40]. Přehled dosažených hodnot tvrdosti pro různé parametry stárnutí, studované v práci [27], je uveden na Obrázku 28. Všechna tepelná zpracování byla provedena v ochranné atmosféře argonu. U teploty stárnutí 460 °C se společně se zvyšujícím časem stárnutí zvyšuje také tvrdost. Tato závislost neplatí pro vyšší teploty stárnutí, u kterých dochází k mírnému poklesu tvrdosti, pravděpodobně způsobenému přestárnutím oceli. Jako nejvýhodnější postup stárnutí byl vyhodnocen proces při teplotě 480 °C po dobu 5 hodin, při kterém se dosahuje vysoké tvrdosti při relativně krátké době zpracování [27].



Obrázek 28 Porovnání tvrdostí dosažených pro různé parametry stárnutí 3D tištěné oceli 1.2709 [27] (vytvořeno pro účely diplomové práce)

V publikovaném článku od stejného týmu [40] bylo provedeno obdobné testování pro teploty 460 až 500 °C a časy 1 až 8 hodin, výsledky těchto měření jsou uvedeny na Obrázku 29. Dosažené výsledky měření jsou obdobné jako v práci [27] s tím, že za nejvhodnější bylo opět vyhodnoceno stárnutí při 480 °C po dobu 5 hodin. Je nutné uvést, že v rámci těchto testů nebyly prozkoumány vzorky po stárnutí při teplotě 490 °C po dobu delší než 3 hodiny a nelze tedy na jejich základě tvrdit, že teplota 480 °C je v daném intervalu teplot nejvýhodnější.



Obrázek 29 Tvrdost 3D tiskem připravené oceli 1.2709 po různých procesech stárnutí [40] (přeloženo pro účely diplomové práce)

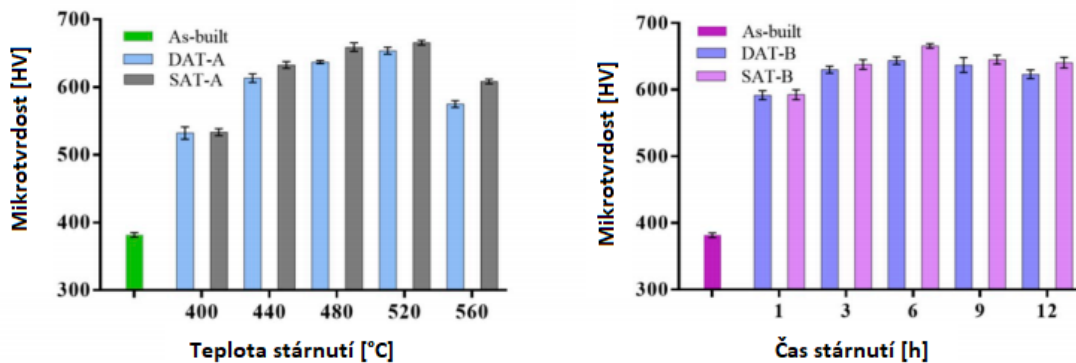
Porovnání mikrotvrdosti pro různá tepelná zpracování bylo provedeno v článku [4]. Porovnávaná tepelná zpracování jsou uvedena v Tabulce 9. Označení vzorků je následující, a sice ST pro rozpouštěcí žíhání, DAT pro přímé stárnutí po tisku a SAT pro rozpouštěcí žíhání a stárnutí. Tepelná zpracování byla prováděna v ochranné atmosféře argonu.

*Tabulka 9 Přehled porovnávaných tepelných zpracování 3D tištěné oceli 1.2709 (upraveno pro účely diplomové práce) [4]*

Vzorky	DAT-A	SAT-A
1	400 °C/6 h	900 °C/1 h + 400 °C/6 h
2	440 °C/6 h	900 °C/1 h + 440 °C/6 h
3	480 °C/6 h	900 °C/1 h + 480 °C/6 h
4	520 °C/6 h	900 °C/1 h + 520 °C/6 h
5	560 °C/6 h	900 °C/1 h + 560 °C/6 h
Vzorky	DAT-B	SAT-B
1	520 °C/1 h	900 °C/1 h + 520 °C/1 h
2	520 °C/3 h	900 °C/1 h + 520 °C/3 h
3	520 °C/6 h	900 °C/1 h + 520 °C/6 h
4	520 °C/9 h	900 °C/1 h + 520 °C/9 h
5	520 °C/12 h	900 °C/1 h + 520 °C/12 h

Porovnání mikrotvrdostí vzorků zpracovaných pomocí stárnutí přímo po tisku (DAT) a vzorků zpracovaných pomocí rozpouštěcího žíhání a následného stárnutí (SAT) je uvedeno na Obrázku 30. Maximální tvrdosti bylo dosaženo při stárnutí na teplotě 520 °C po dobu 6 hodin. To platí jak pro vzorky zpracovávané přímo po tisku, tak pro vzorky, které byly nejprve žíhány. Vzorky, u kterých byl zařazen proces rozpouštěcího žíhání (SAT), vykazují mírně vyšší tvrdost oproti vzorkům, stárnutým přímo po tisku (DAT). Tento výsledek může být způsoben vyšším podílem měkkého zbytkového austenitu ve vzorcích po stárnutí bez rozpouštěcího žíhání. Na rozdíl od výše uvedeného článku [40] byl v rámci článku [4] zaznamenán nárůst tvrdosti po stárnutí při teplotách vyšších než 500 °C. Důvody vedoucí k tomuto rozdílu nejsou v uvedených člancích komentovány. Lze předpokládat, že rozdíl je způsoben rozdíly v parametrech 3D tisku, případně vstupního prášku.

Dále bylo v článku [4] provedeno porovnání tvrdostí po stárnutí při teplotě 520 °C pro různé časy stárnutí (uvedené na Obrázku 30). Nejvyšších tvrdostí bylo dosaženo po stárnutí po dobu 6 hodin. Nižší časy stárnutí nejsou dostatečné k využití precipitačního potenciálu oceli. Při vyšších časech stárnutí již nedochází k výraznému nárůstu tvrdosti precipitací a lze předpokládat, že dochází k mírnému poklesu tvrdosti vlivem nárůstu podílu zbytkového austenitu (viz Kapitola 2.3.3).



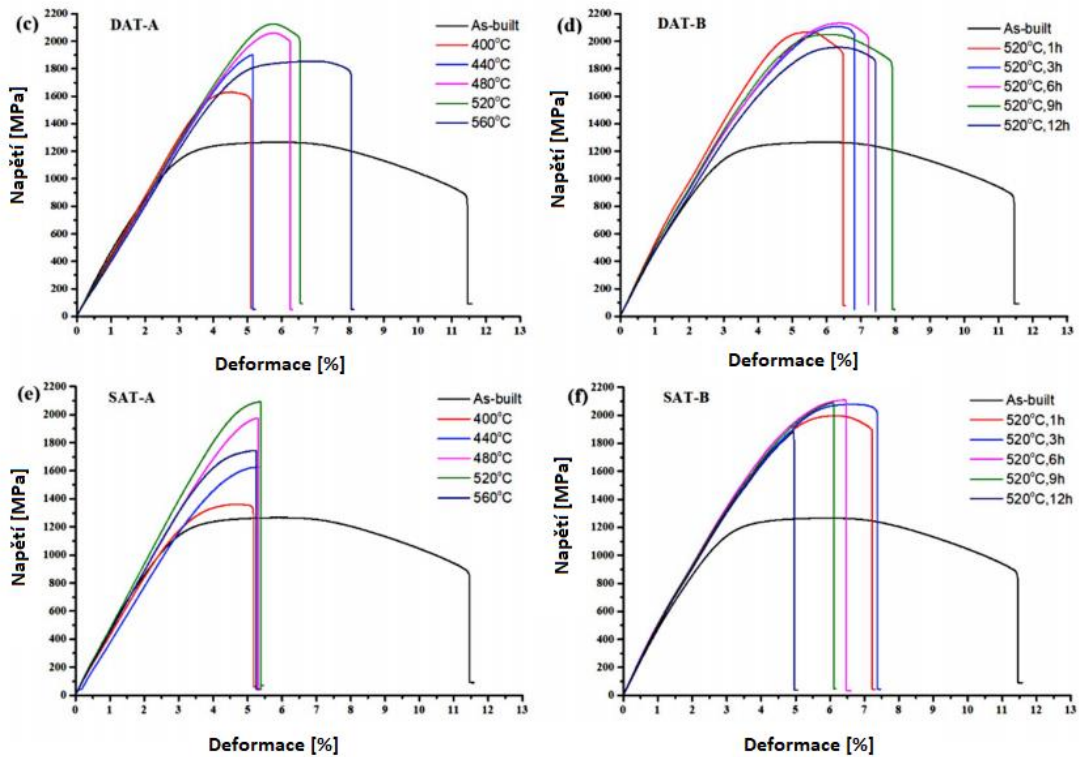
Obrázek 30 Závislost mikrotvrdości na teplotě a čase stárnutí pro vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 bez rozpouštěcího žíhání (DAT) a vzorky stárnuté po rozpouštěcím žíháním při 900 °C/1 h (SAT) [4] (přeloženo pro účely diplomové práce)

V článku [5] bylo provedeno porovnání tvrdostí pro teploty stárnutí 460 °C, 490 °C, 525 °C, 600 °C a časy 2, 4, 6, 8 a 12 hodin. Bylo zjištěno, že nejvyšších tvrdostí je dosaženo po stárnutí při teplotě 460 °C po dobu 12 hodin (610 HV30) a při teplotě 490 °C po dobu 8 hodin (607 HV30). Fakt, že nejvyšších tvrdostí se dosahuje u nižších teplot stárnutí po podstatně delších časech, je ve shodě se zdrojem [40] a se známým chováním konvenčně vyrobených maraging ocelí (viz Kapitola 2.2.2). Tento výsledek je obdobný jako v případě článku [40]. Vzhledem k tomu, že v těchto článcích nebylo provedeno porovnání mezi teplotami stárnutí 480 a 490 °C, není možné ani jednu z nich považovat za jednoznačně lepší. Lze ale předpokládat, že rozdíl mezi vzorky, zpracovanými při těchto teplotách, bude jen velmi malý.

Při teplotách nad 490 °C bylo ve článku [5] pozorováno přestárnutí oceli, spojené s poklesem tvrdosti. Rozdílných výsledků bylo dosaženo ve výše uvedeném článku [4], kde byl zaznamenán nárůst tvrdosti až do teploty stárnutí 520 °C. Na základě výše uvedeného je možné tvrdit, že teplota, při které dochází k přestárnutí, není u 3D tištěné oceli 1.2709 konstantní. Příčiny této skutečnosti nelze na základě informací v literatuře přesně určit. Lze předpokládat, že vliv mají zejména parametry tisku, případně vstupní kovový prášek. Pro podrobnější prozkoumání mechanických vlastností pro různé parametry tepelných zpracování byly v článcích [5] a [4] provedeny tahové zkoušky. Porovnaná tepelná zpracování byla shodná se zpracováními, provedenými u studia tvrdostí materiálů v těchto článcích (viz výše).

Závislosti z tahových zkoušek, publikovaných v článku [4], jsou uvedeny na Obrázku 31. Maximální pevnosti je dosahováno po stárnutí při teplotě 520 °C po dobu 6 hodin, a to jak u vzorků přímo stárnutých (DAT), tak i u vzorků u kterých bylo před stárnutím provedeno rozpouštěcí žíhání (SAT). Lze tedy tvrdit, že vliv teploty a času stárnutí na pevnost je obdobný jako na tvrdost. Na provedení tepelného zpracování závisí kromě pevnosti také tažnost. Po tepelném zpracování dochází k výraznému poklesu tažnosti ve srovnání se stavem as-built. Fakt, že u vzorků přímo stárnutých dochází s rostoucí teplotou stárnutí k nárůstu pevnosti i tažnosti (rozsah teplot 400 až 520 °C), je vysvětlován vlivem nárůstu obsahu zbytkového austenitu a současným vlivem precipitace [4]. S rostoucí teplotou stárnutí narůstá podíl zbytkového austenitu (viz Kapitola 2.3.3), jehož přítomnost zvyšuje tažnost a snižuje pevnost. Zároveň s teplotou stárnutí narůstá zpevňující účinek precipitace, který vede k celkovému nárůstu pevnosti oceli. Při teplotách stárnutí vyšších než 520 °C a časech delších než 6 hodin

dochází k růstu velikosti částic precipitátu, což má negativní účinek na tažnost i pevnost. Na základě těchto výsledků a výše uvedených výsledků měření tvrdosti lze předpokládat, že účinek nárůstu podílu zbytkového austenitu na tvrdost a pevnost je pouze malý.



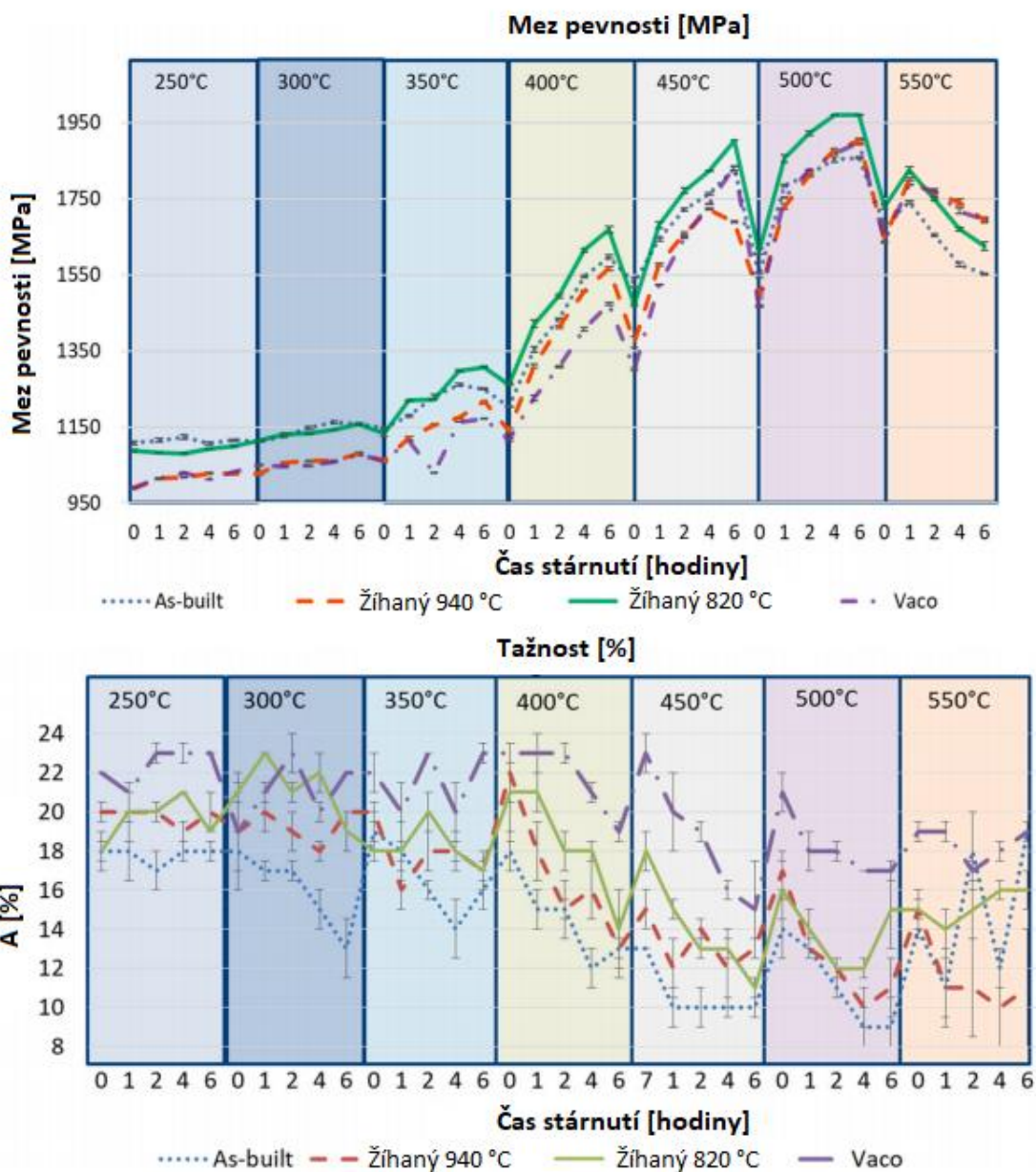
Obrázek 31 Závislosti napětí - deformace pro rozdílné teploty a časy stárnutí pro vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 bez rozpouštěcího žíhání (DAT) a vzorků stárnutých po rozpouštěcím žíháním při 900 °C/1 h (SAT) [4] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Tahová zkouška byla také použita k porovnání mechanických vlastností pro různě provedená tepelná zpracování v rámci článku [41]. Byly porovnány vzorky po stárnutí bez provedení rozpouštěcího žíhání a dvě sady vzorků, u kterých bylo před stárnutím provedeno rozpouštěcí žíhání o teplotě 940 °C po dobu 2 hodin u první sady a 820 °C po dobu 1 hodiny u sady druhé. Dále byly tyto vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 porovnány s konvenčně vyrobenou ekvivalentní ocelí VACO 180, u které bylo stárnutí provedeno v dodaném stavu (válcovaná za tepla a po rozpouštěcím žíhání). U všech těchto ocelí byla provedena stárnutí při teplotách 250 až 550 °C po doby 0 až 6 hodin (0 hodinami myšleno pouze ohřátí na teplotu bez výdrže na ní). Výsledky těchto měření jsou uvedeny na Obrázku 32. Nejvyšší pevnosti ve všech případech bylo dosaženo při teplotě 500 °C po dobu stárnutí 6 hodin. Tento výsledek je obdobný jako v článku [4]. Srovnatelné pevnosti by pravděpodobně mohlo být dosaženo i v případě stárnutí při nižších teplotách, ale bylo by potřebné použít podstatně delší časy stárnutí. Nejvyšší pevnosti byly zaznamenány v případě stárnutí provedeného po rozpouštěcím žíhání při teplotě 820 °C po dobu 1 hodiny. V případě použití rozpouštěcího žíhání při teplotě 940 °C po dobu 2 hodiny vykazuje 3D tištěná ocel 1.2709 velmi obdobné pevnostní vlastnosti jako konvenčně vyrobená ocel. Nejvyšší pozorovanou tažnost vykazují vzorky z konvenčně vyrobené oceli. Rozdíl je především výrazný při vyšších teplotách stárnutí. 3D tištěné vzorky vykazují po rozpouštěcím žíhání mírně nižší tažnosti. Mezi vzorky po rozpouštěcím žíháních při teplotách 820 °C a 940 °C

není výrazný rozdíl. V obou těchto případech je tažnost vyšší než u vzorků bez rozpouštěcího žíhání. Tyto rozdíly nejsou úplně konzistentní, především u vyšších teplot stárnutí měla měření velmi vysoké směrodatné odchylky (viditelné z Obrázku 32).

Navýšení tažnosti v případě použití rozpouštěcího žíhání bylo kromě článku [41] zaznamenáno také v rámci článku [3] (viz výše). Naproti tomu ve výše uvedeném článku [4] nebyl po rozpouštěcím žíhání zaznamenán nárůst tažnosti. Příčiny tohoto rozdílu není možné na základě informací v těchto článcích přesně stanovit. Lze předpokládat, že rozdíly v parametrech tisku a provedení tepelných zpracování mají vliv na obsah zbytkového austenitu, jehož přítomnost tažnost ovlivňuje. Dále byl v článcích [41] a [4] zaznamenán nárůst velikosti laťkového austenitu se zvyšující teplotou rozpouštěcího žíhání. Je tedy možné, že rozpouštěcí žíhání při 900 °C po dobu 1 hodiny provedené v článku [4], vedlo ke zhrubnutí martenzitu a s ním spojeným poklesem tažnosti. Fakt, že v článku [40] byl zaznamenán nárůst tažnosti i v případě použití rozpouštěcího žíhání o teplotě 940 °C po dobu 2 hodin, může být způsoben očekávanou kompletní homogenizací chemického složení a odstraněním zbytkového napětí po tomto zpracování. Vliv tepelných zpracování na zbytkové napětí nebyl v uvedených článcích prozkoumán, proto není možné jeho vliv na tažnost hodnotit.

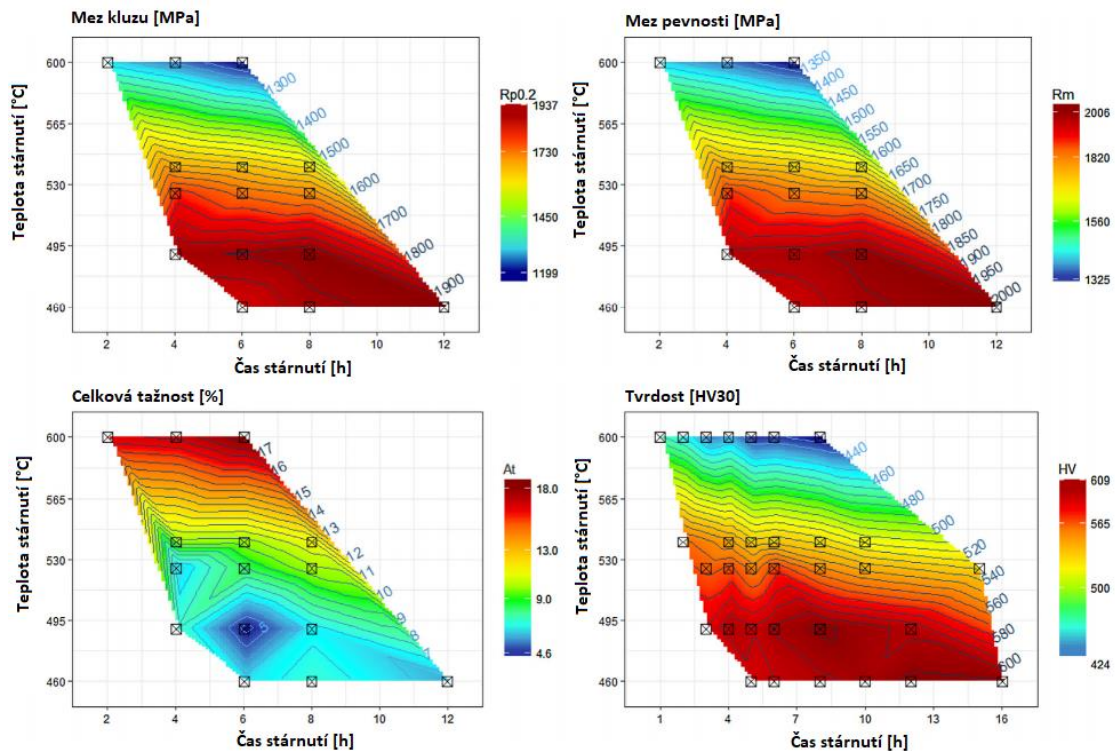




Obrázek 32 Mez pevnosti a tažnost pro různé časy a teploty stárnutí pro vzorky z oceli 1.2709, připravené 3D tiskem ve stavu as-built, připravené 3D tiskem s následným rozpouštěcím žíháním při 940 °C/2 h, připravené 3D tiskem s následným rozpouštěcím žíháním při 820 °C/1 h a konvenčně vyrobenou ekvivalentní ocel Vaco 180 (přeloženo pro účely diplomové práce) [41]

Závislosti meze pevnosti, meze kluzu, celkové tažnosti a tvrdosti na teplotách a časech stárnutí, provedených bez rozpouštěcího žíhání, sestavené na základě měření provedených v rámci článku [5], jsou uvedené na Obrázku 33. Bylo zjištěno, že nejvyšších hodnot pevnosti je dosaženo po stárnutí při teplotě 460 °C po čase 12 hodin a při teplotě 490 °C a čase 8 hodin. Obdobně jako v případě [4] také v článku [5] neexistuje závislost mezi růstem pevnosti při stárnutí a poklesem tažnosti, nejnižší tažnost byla zaznamenána v případě stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 6 hodin. Lze předpokládat, že důvod této skutečnosti je stejný jako v článku [4].

V jednotlivých člancích [5] a [4] byly nejvyšší hodnoty pevnosti a tvrdosti zaznamenány u shodně zpracovaných vzorků. Z toho lze usuzovat, že pro 3D tištěnou oceli 1.2709 platí očekávaná přímá závislost mezi pevností a tvrdostí. Jak již bylo uvedeno, tažnost je ovlivněna velikostí precipitovaných částic a obsahem zbytkového austenitu. Tyto faktory není možné posoudit na základě zkoušky tvrdosti.



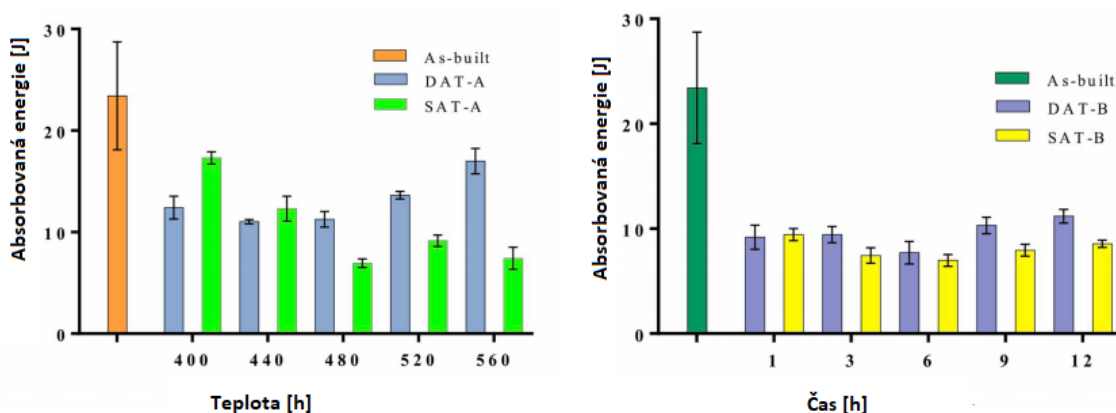
Obrázek 33 Závislosti meze kluzu, meze pevnosti, celkové tažnosti a tvrdosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem na teplotě a čase stárnutí [5] (přeloženo pro účely diplomové práce)

V rámci práce [27] byla provedena zkouška rázem v ohybu vzorků z oceli 1.2709, připravených 3D tiskem. Pro porovnání nárazové energie, potřebné pro přeražení zkušebních tělísek, byly vybrány vzorky ve dvou stavech, a sice ve stavu as-built a ve stavu po stárnutí při teplotě 490 °C po dobu 5 hodin. Z provedených měření vyplývá, že nárazová energie pro vzorek po stárnutí je značně menší a ve vzorku dochází prakticky k čistě křehkému porušení, zatímco ve stavu as-built byl zaznamenán výrazný podíl tvárného lomu. Absorbovaná energie pro vzorky, připravené 3D tiskem s následným stárnutím, je výrazně nižší než pro vzorky, vyrobené konvenční technologií, u kterých bylo provedeno rozpouštěcí žíhání a stárnutí [27].

V rámci článku [4] byl studován vliv parametrů tepelného zpracování na absorbovanou energii 3D tištěné oceli 1.2709. Výsledky měření jsou uvedeny na Obrázku 34. Závislost absorbované energie na teplotě byla zkoumána pro stárnutí o čase 6 hodin a závislost na čase pro teplotu stárnutí 520 °C. Závislost absorbované energie na teplotě má značně rozdílný průběh pro vzorky, které byly před stárnutím žíhané, a pro vzorky, které nebyly. U vzorků pouze stárnutých (DAT) absorbovaná energie roste s teplotou stárnutí, zatímco u vzorků žíhaných a následně stárnutých (SAT) klesá. Pro obě provedení vzorků neexistuje jednoznačná závislost mezi absorbovanou energií a časem stárnutí, u vzorků SAT vychází nejvyšší absorbovaná energie pro stárnutí po dobu 1 hodiny a u vzorků DAT po době 12 hodin. Rozdíly nejsou tak výrazné jako

při závislostech na teplotě. Pro všechny vzorky po stárnutí jsou absorbované energie značně nižší, než u vzorků ve stavu as-built či po rozpouštěcím žíhání bez stárnutí [4]. Vzorky ve stavu as-built vykazují podstatně vyšší směrodatnou odchylku než vzorky po tepelném zpracování, toto je pravděpodobně způsobeno výraznější nehomogenitou struktury a zbytkovým napětím ve stavu as-built.

Změny nárazové energie u tepelně zpracovaných vzorků nekorespondují se změnami pevnosti či tažnosti, zaznamenanými v rámci tohoto článku (viz výše). Je možné, že nárůst nárazové energie pro vyšší teploty stárnutí v případě tepelného zpracování bez rozpouštěcího žíhání (DAT) je způsoben nárůstem podílu zbytkového austenitu (viz výše). Je nutné uvést, že v současné době dostupná literatura, zabývající se závislostí nárazové energie na lomovém chování pro různé stavy 3D tištěné oceli 1.2709, není tak rozsáhlá, jako literatura zabývající se ostatními mechanickými vlastnostmi.



Obrázek 34 Závislost absorbované energie na teplotě a čase stárnutí pro vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 bez rozpouštěcího žíhání (DAT) a vzorky stárnuté po rozpouštěcím žíhání při 900 °C/1 h (SAT) [4] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Únavové vlastnosti oceli 1.2709, připravené 3D tiskem, byly studovány v rámci článku [42]. Přehled v tomto článku studovaných vzorků a jejich označení je uveden v Tabulce 10. Testované vzorky byly připraveny ve vertikální orientaci bez použití podpor a před obrobením či stárnutím byly všechny vzorky kuličkovány. Stárnutí vzorků bylo provedeno při teplotě 490 °C po dobu 5 hodin. Zkouška byla provedena dle normy ISO 1143 (Kovové materiály – Zkoušení únavy ohybem za rotace).

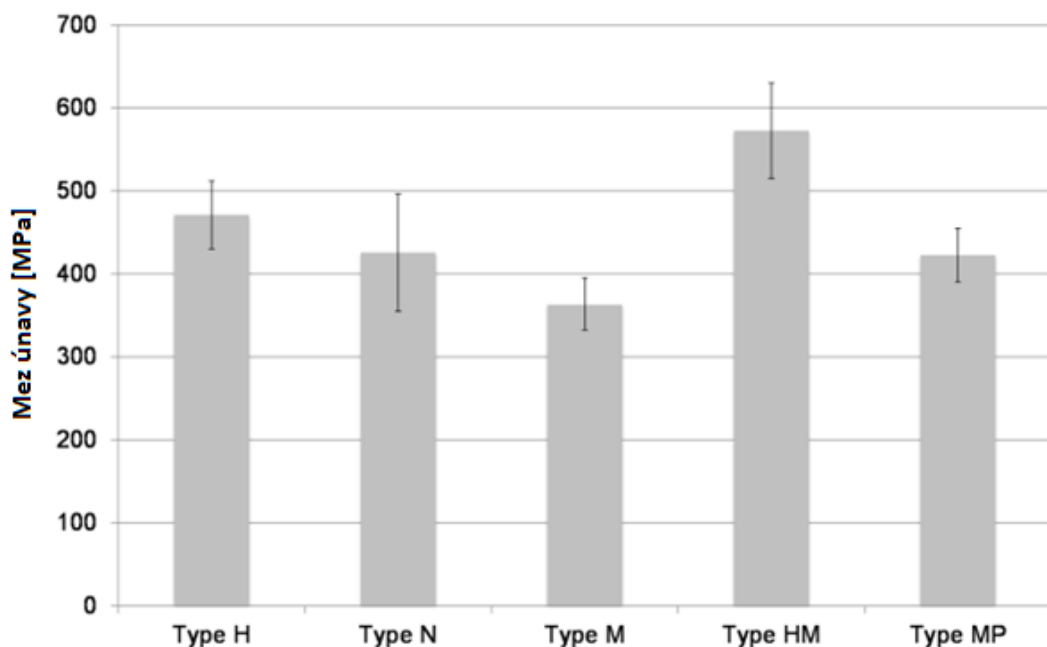
Tabulka 10 Přehled stavů vzorků z oceli 1.2709 připravených 3D tiskem, pro které byla vyhodnocena mez únavy a S - N křivka [42] (upraveno pro účely diplomové práce)

Vzorky		Obrobené		
		Ne	Ano	Ano, s kuličkováním po obrobení
Stárnutí	Ne	Sada N	Sada M	Sada MP
	Ano	Sada H	Sada HM	

Z analýzy výsledků změřených S - N křivek vyplývá, že mezi vzorky tepelně nezpracovanými a neobrobenými (sada N), stárnutými a neobrobenými (sada H) a tepelně nezpracovanými a obrobenými (sada M) není statisticky významný rozdíl. Je zde dobré poznamenat, že při výrobě oceli 1.2079 vzniká v oceli pouze malé tahové napětí vlivem nízkého součinitele teplotní

roztlačnosti [42]. Z tohoto důvodu bylo kuličkování (provedené na všech zkoumaných vzorcích) dostatečné k odstranění tohoto zbytkového napětí. Pravděpodobným důvodem nedosažení zvýšení únavových charakteristik po obrábění je odstranění tlakového napětí, vneseného do povrchu právě při kuličkování. Nevýrazné zvýšení únavových vlastností v případě pouze stárnutých vzorků (sada H) je pravděpodobně možné vysvětlit zvýšenou citlivostí tepelně zpracovaných vzorků na vruby, proto je tepelné zpracování vhodné pouze v kombinaci s obráběním. Tyto předpoklady podporuje dosažení vyšších hodnot meze únavy u vzorků, u kterých bylo provedeno obrábění i stárnutí (sada HM), z čehož lze vyhodnotit, že tato kombinace je výhodná z pohledu únavových vlastností.

Meze únavy pro různá zpracování 3D tištěné oceli 1.2709 jsou na Obrázku 35. K výše testovaným sadám vzorků byla také doplněna sada tepelně nezpracovaných vzorků, u které bylo kuličkování provedeno až po obrobení (sada MP). U vzorků tepelně zpracovaných bez obrobení (sada H) dosahuje mez únavy hodnot 23 % hodnoty meze pevnosti. U vzorků tepelně zpracovaných a obrobených je tento poměr 28 %. Poměr meze únavy k mezi pevnosti v případě obrobených vzorků bez tepelného zpracování (sada M) dosahuje mírně vyšší hodnoty 33 %. Je viditelné, že mezi vzorky tepelně nezpracovanými a neobrobenými (sada N) a tepelně nezpracovanými vzorky, u kterých bylo po obrábění provedeno kuličkování (sada MP), je z pohledu meze únavy jen minimální rozdíl. V obou těchto případech dosahuje mez únavy 38 % hodnoty meze pevnosti, ačkoliv časové meze únavy vycházejí značně vyšší v případě kuličkování po obrobení (sady MP). U všech studovaných vzorků byly dosažené meze únavy podstatně nižší, než jsou meze únavy dosahované u konvenčně vyrobené oceli 1.2709, u které bývá poměr mezi mezí únavy a mezí pevnosti okolo 50 %. Nižší mez únavy u 3D tištěné oceli lze vysvětlit vlivem vrstvené struktury materiálu, která vzniká při tisku [42].



Obrázek 35 Meze únavy pro sady vzorků 3D tištěné oceli 1.2709, po stárnutí bez obrobení (sada H), tepelně nezpracované a neobrobené (sada N), tepelně nezpracované a obrobené (sada M), po stárnutí a obrobení (sada HM) a tepelně nezpracované, kuličkované po obrábění (sada MP) [42] (přeloženo pro účely diplomové práce)

Z informací, uvedených v předcházejících kapitolách, je patrná velká rozmanitost proměnných ovlivňujících výsledné vlastnosti 3D tištěné součásti. U vstupního materiálu je důležité jak chemické složení, tak tvar a rozložení velikosti jednotlivých částic. Další významný vliv má provedení samotného 3D tisku, zde vstupuje celá řada parametrů tisku, jako například výkon laseru nebo tloušťka vrstvy prášku, tak i orientace tisku a vlastní provedení součásti. Poslední operací, mající výrazný vliv na vlastnosti oceli, je tepelné zpracování. U tepelného zpracování má významný vliv, zda je provedeno rozpouštěcí žíhání, či jestli je provedeno stárnutí přímo po tisku, dále mají také výrazný vliv parametry tepelného zpracování. Z výše prostudované literatury je možné vyvodit, že u 3D tištěné oceli 1.2709 lze dosáhnout po tepelném zpracování pevnosti a tažnosti porovnatelných s konvenčně vyrobenou ocelí. Těchto vlastností je možno dosáhnout i po stárnutí bez provedení rozpouštěcího žíhání. Z pohledu únavových vlastností se zdá, že 3D tištěná ocel za konvenční ocelí zaostává (zdroj [42] udává přibližně 24 % rozdíl). Je ale nutné poznamenat, že je v současné době dostupná literatura, zabývající se únavovými vlastnostmi 3D tištěné oceli 1.2709, značně omezená.

Na základě výsledků, publikovaných v rámci výše prostudované literatury, byla sestavena porovnávací Tabulka 11 výsledných mechanických vlastností oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po provedení různých variant tepelného zpracování. Pro porovnání vlivu parametrů tisku byla na základě výkonu laseru  $P_l$  a skenovací rychlosti  $v_s$  vypočtena hodnota lineární hustoty energie  $E_{dl}$  dle vztahu:

$$E_{dl} = \frac{P_l}{v_s} \text{ [J/mm]} \text{ [43]}$$

Nejvyšší meze pevnosti z porovnávaných výsledků bylo dosaženo po stárnutí při teplotě 480 °C po dobu 5 hodin, při kterém bylo dosaženo  $R_m = 2217 \pm 72$  MPa. Je důležité uvést, že mechanické vlastnosti jsou značně ovlivněny parametry tisku a toto tepelné zpracování bylo provedeno po tisku s nejvyšší vnesenou lineární energií. Z porovnávaných výsledků je viditelné, že u 3D tištěné oceli 1.2709 není nárůst pevnosti vždy spojen s poklesem tažnosti, jako je obvyklé u konvenčně vyrobené oceli [15]. Jak již bylo uvedeno, tento fakt může být způsoben nárůstem podílu zbytkového austenitu se zvyšující se teplotou a časem stárnutí (zaznamenáno v článku [4]). Porovnání tvrdostí je značně komplikováno rozdílnými metodami měření a provedení zkoušek (rozdílné zatížení vede k mírným rozdílům v tvrdosti). Dle očekávání pro výsledky všeobecně platí, že vyšší hodnoty tvrdosti odpovídají vyšším hodnotám pevnosti.

V uvedených pracích nebylo provedeno porovnání tepelného zpracování provedeného v ochranné atmosféře a tepelného zpracování provedeného bez ochranné atmosféry. Shodné tepelné zpracování s parametry 490 °C/6 h bylo provedeno v ochranné atmosféře argonu v rámci článku [3] a v atmosféře vzduchu ve článku [5]. Z tohoto porovnání se zdá, že při zpracování v ochranné atmosféře je dosaženo mírně vyšších pevnostních vlastností a nižší tažnosti. Tento rozdíl však může být způsoben také odlišnými parametry tisku.

Tabulka 11 Výsledné vlastnosti materiálu 1.2709 připraveného 3D tiskem po tepelném zpracování prozkoumané v současné dostupné literatuře

Zdroj	Parametry tisku					Tepelné zpracování	Vlastnosti materiálu			
	Označení materiálu	Výkon laseru [W]	Tloušťka vrstvy [μm]	Skenovací rychlost [mm/s]	Lineární hustoty energie [J/mm]		Mez pevnosti [MPa]	Mez kluzu [MPa]	Tvrdost	Tažnost [%]
[37]	EOS MS1	258	40	960	0,27	Stárnutí při 490 °C/6 h, v atmosféře argonu	1837 ± 63	1641 ± 104	665 ± 8 HV0,1	4 ± 1,3
[4]	-	160	30	400	0,4	Stárnutí při 520 °C/6 h, v atmosféře argonu	2126	Neuvedeno	654 HV0,2	6,5 <sub>1</sub>
						Žihání při 900 °C/1 h, stárnutí při 520 °C po 6 h, v atmosféře argonu	2120 <sub>1</sub>	Neuvedeno	660 HV0,2 <sub>1</sub>	5,3 <sub>1</sub>
						Stárnutí při 480 °C/6 h, v atmosféře argonu	2070 <sub>1</sub>	Neuvedeno	630 HV0,2 <sub>1</sub>	6,2 <sub>1</sub>
						Žihání při 900 °C/1 h, stárnutí při 480 °C po 6 h, v atmosféře argonu	1980 <sub>1</sub>	Neuvedeno	635 HV0,2 <sub>1</sub>	5,3 <sub>1</sub>
[35]	-	160	30	400	0,4	Žihání při 840 °C/1 h, stárnutí při 480 °C/6 h	2164	Neuvedeno	646 HV0,2	2,5
[27]	CL50WS	105	30	200	0,53	Stárnutí při 480 °C/5 h, atmosféra dusíku	2217 ± 72	Neuvedeno	58 HRC (670 HV)	1,6 ± 0,26
[3]	EOS MS1	285	40	960	0,3	Stárnutí při 490 °C/6 h, v atmosféře argonu	2014 ± 9	1967 ± 11	53–55 HRC (570-610 HV)	3,28 ± 0,05
						Žihání při 840 °C/1 h, stárnutí při 490 °C/6 h v atmosféře argonu	1943 ± 8	1882 ± 14	52–54 HRC (540-590 HV)	5,60 ± 0,08
[5]	EOS MS1	285	40	Neuvedeno	-	Stárnutí při 490 °C/6 h, v atmosféře vzduchu	1958	1901	602 HV30	5,9
						Stárnutí při 490 °C/8 h, v atmosféře vzduchu	2020	1969	608 HV30	8,3
						Stárnutí při 525 °C/6 h, v atmosféře vzduchu	1844	1768	560 HV30	10,4
						Stárnutí při 525 °C/8 h, v atmosféře vzduchu	1811	1729	552 HV30	10,5

1 - hodnoty odečteny ze záznamů tahových zkoušek

Hodnoty tvrdostí uvedené v závorce jsou převedeny z hodnot tvrdosti naměřených jinou metodou pro účely porovnání.

### 3. Experimentální část

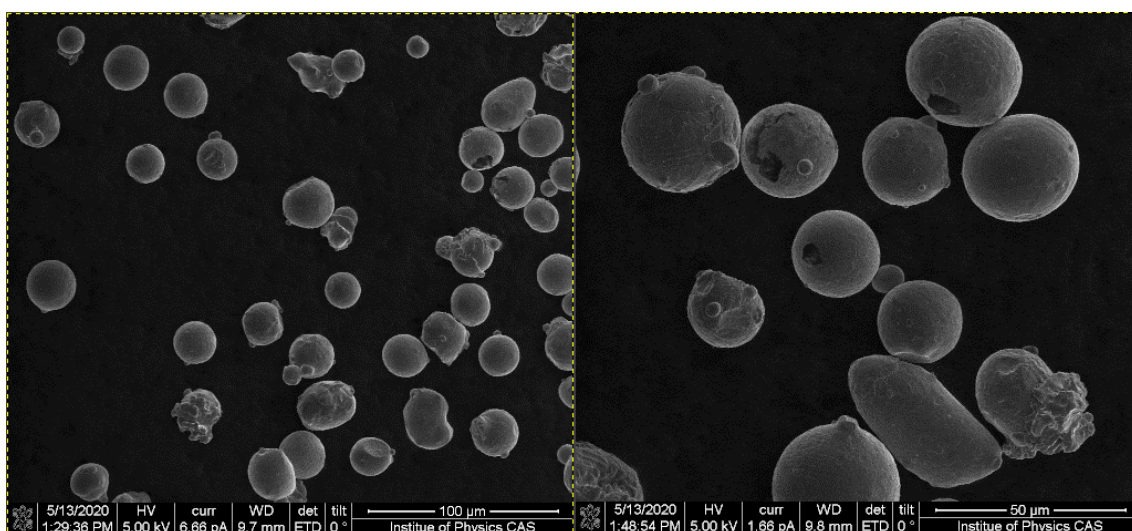
V rámci experimentální části této práce byly zkoumány vzorky oceli 1.2709, připravené 3D tiskem. Jako základ pro přípravu vzorků, zkoumaných v této práci, posloužily hlavy tyčí dřívě použitých pro zkoušky únavy. Vzhledem k tomu, že se jedná o konce tyčí, nebyl materiál vzorků ovlivněn deformací při dřívějších zkouškách. Na vzorcích byly provedeny dva různé režimy tepelného zpracování, přičemž každý z nich byl proveden se třemi rozdílnými ochrannými atmosférami. Takovéto porovnání nebylo v dostupné literatuře provedeno (viz Kapitola 2.3.4).

#### 3.1 Experimentální materiál

Vstupním materiálem použitým v technologii 3D tisku je kovový prášek, jehož vlastnosti jsou zásadní pro kvalitu finálního výrobku (viz Kapitola 2.1.2). Použitý prášek byl dodán firmou TRUMF pod označením 1.2709-A LMF.

V rámci předchozího studia na Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky byla provedena analýza prášku martenziticky vytvrditelné oceli 1.2709. V první fázi analýzy byl hodnocen tvar a velikost jednotlivých částic. Ze snímku, pořízeného pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM), uvedeného na Obrázku 36, je patrné, že většina zrn má kulový tvar. Dále je vidět, že u některých menších částic došlo ke spojení s většími částicemi. Toto je pravděpodobně způsobeno tím, že během výrobního procesu prášku se nestihly před ztuhnutím částice rozdělit [7]. Dále je také pozorováno menší množství částic nedokonalého tvaru. Tato zrna pravděpodobně vznikají poškozením kulových zrn při manipulaci po výrobním procesu [7].

Dále byla provedena analýza distribuce velikostí částic. K posouzení distribuce částic byla použita velikost částice D50, pro kterou je 50 % částic větších a 50 % menších. Bylo stanoveno, že hodnota D50 se rovná 32  $\mu\text{m}$ . Tato hodnota odpovídá intervalu předepsanému dodavatelem prášku D50 = 30 až 38  $\mu\text{m}$  [44].



Obrázek 36 SEM snímek použitého prášku oceli 1.2709-A LMF

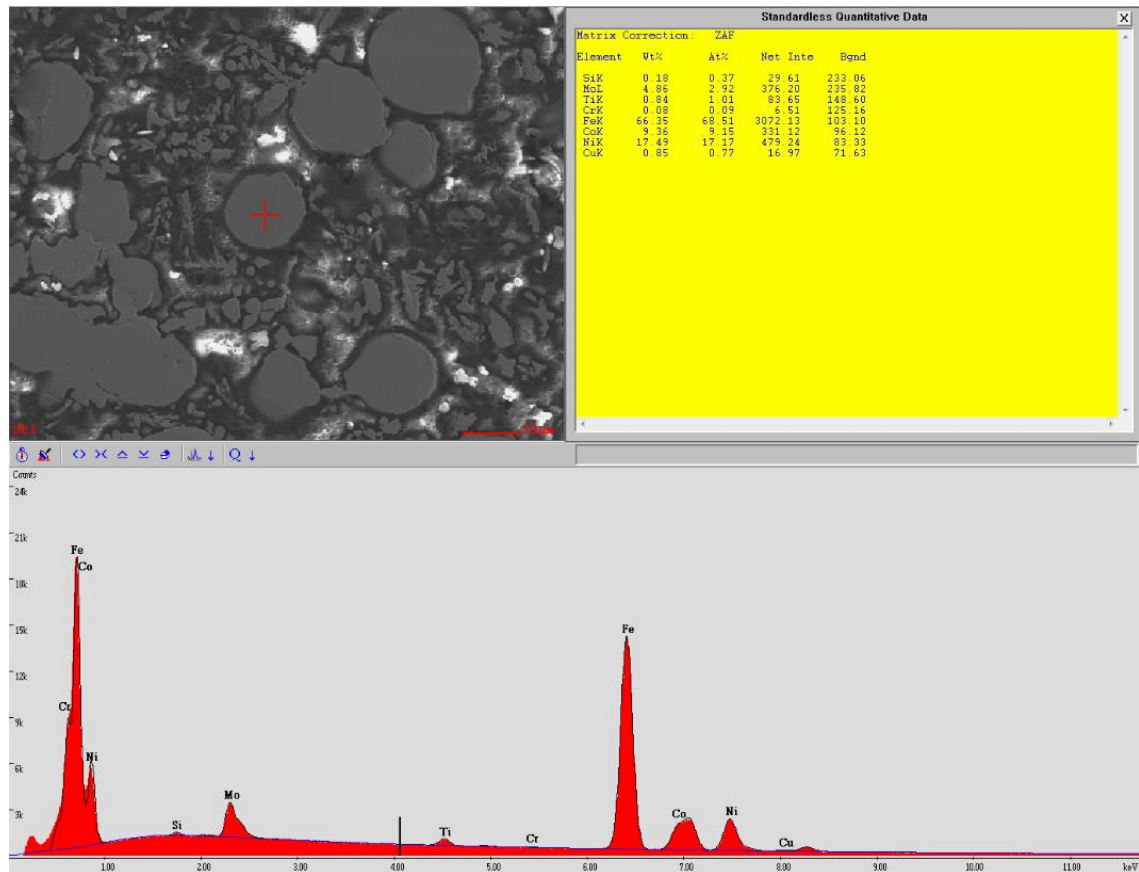
Dalším krokem analýzy prášku byla energiově disperzní spektroskopie (EDS) provedená analýza chemického složení prášku. Toto měření bylo provedeno pro deset různých zrn. Obsahy prvků v hmotnostních procentech v porovnání s údaji, udávanými dodavatelem prášku, jsou uvedeny v Tabulce 12. Obsahy prvků, s výjimkou Si, odpovídají obsahům prvkům v oceli 1.2709.

V případě Si byl zaznamenán mírně vyšší obsah než předepsaný (< 0,1 %). Tato skutečnost je dána limity použité experimentální metody. Dále byl zaznamenán podíl mědi, jejíž obsah není normou specifikován. Změřený obsah mědi pochází ze zalévací hmoty, do které byl prášek zalit pro účely měření. Z tohoto důvodu není obsah mědi v Tabulce 12 uveden. Spektrograf a naměřené obsahy pro jedno z provedených měření jsou uvedeny na Obrázku 37.

Tabulka 12 Chemické složení měřeného prášku oceli 1.2079-A LMF

Označení	C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	Cr [%]	Mo [%]	Ni [%]	Co [%]	Ti [%]	Fe [%]
1.2709 [24]	≤0,03	≤0,10	≤0,15	≤0,01	≤0,25	4,5-5,2	17-19	8,5 - 10	0,8-1,2	zbytek
Změřeno	-	0,213	-	-	0,091	5,036	18,03	9,718	0,875	zbytek

Jak bylo uvedeno v Kapitle 2.3.1, na mechanické vlastnosti výrobku mají významný vliv také parametry tisku. Použité parametry není v této práci možné uvést, protože se jedná o informace chráněné non-disclosure agreement. Byly použity v praxi ověřené parametry, které vedou ke vzniku struktury s minimální pórovitostí (jak bylo dále ověřeno měřením).



Obrázek 37 EDS Spektrograf analyzovaného prášku oceli 1.2709-A LMF

### 3.2 Provedení tepelného zpracování

Tepelné zpracování bylo provedeno na Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky. Před tepelným zpracováním byly všechny vzorky ultrazvukově očištěny v čističce PSO 3000 A, uvedené na Obrázku 38.





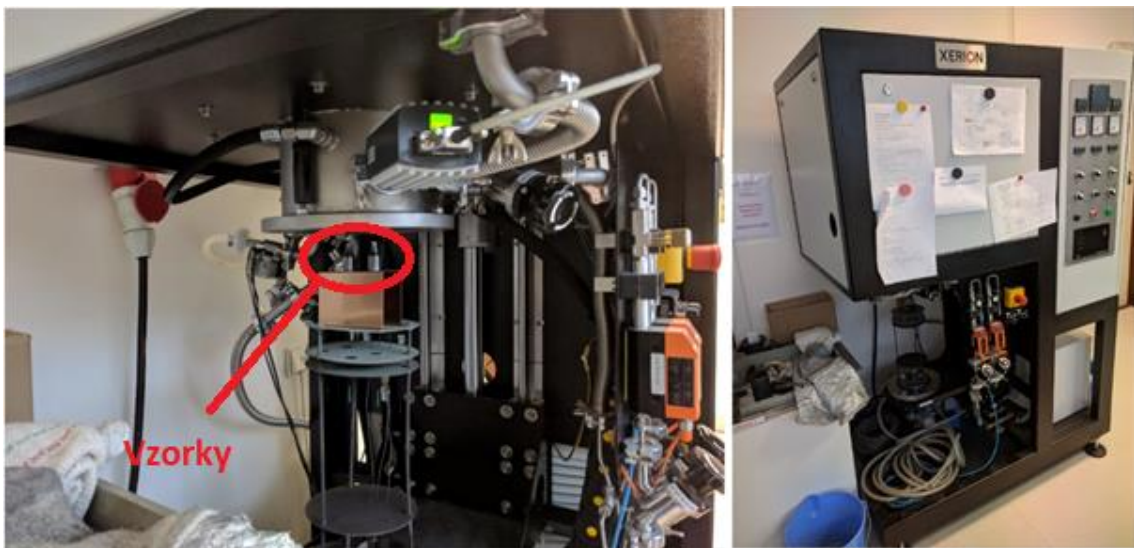
Obrázek 38 Ultrazvukový čistič PSO 3000 A

Značení vzorků a parametry jejich tepelného zpracování uvádí Tabulka 13. Jako první režim tepelného zpracování bylo voleno rozpouštěcí žíhání při teplotě 825 °C po dobu 1 hodiny s následným vysokoteplotním stárnutím při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin (označení solution annealing + precipitation hardening, SA+PH). Toto zpracování je shodné s doporučením dodavatele [24]. Druhým režimem tepelného zpracování je provedení vysokoteplotního stárnutí přímo po tisku (označení precipitation hardening, PH). Tato tepelná zpracování jsou porovnatelná se zpracováními uváděnými v odborné literatuře (viz Kapitola 2.3.4). Teploty a časy tepelného zpracování byly voleny shodně s údaji výrobce také z důvodu možnosti porovnání s měřeními dříve provedenými na tomto materiálu.

Tabulka 13 Přehled vzorků a jejich tepelného zpracování

Vzorek	Rozpouštěcí žíhání	Stárnutí	Použitá ochranná atmosféra
AS-B	Stav as-built		
AS-C			
PH-VZ-B		480 °C/6 h	Vzduch
PH-VZ-C			
SA-PH-VZ-B	825 °C/1 h	480 °C/6 h	Vzduch
SA-PH-VZ-C			
PH-AR-B		480 °C/6 h	Argon
PH-AR-C			
SA-PH-AR-B	825 °C/1 h	480 °C/6 h	Argon
SA-PH-AR-C			
PH-VA-B		480 °C/6 h	Vakuum
PH-VA-C			
SA-PH-VA-B	825 °C/1 h	480 °C/6 h	Vakuum
SA-PH-VA-C			

Tepelné zpracování ve vakuové peci Xerion (viz Obrázek 39) bylo provedeno ve vakuu o  $10^{-5}$  mBar. Způsob umísťování vzorků je viditelný na Obrázku 39. Omezením této pece je nemožnost provedení rychlého ochlazení vzorků na konci tepelného režimu. Při zpracování byl do pece umístěn nejdříve pár vzorků určených k rozpouštěcímu žíhání, po skončení doby výdrže byly tyto vzorky pomalu ochlazeny v peci. Po ochlazení k nim byly přidány vzorky určené pouze ke stárnutí, poté byly všechny vzorky stárnuty a opět pomalu ochlazeny. Při takto provedeném tepelném zpracování je ochlazování vzorků pozvolnější, než je běžně doporučované pro zpracování této oceli (viz například [24] [25]). Pro maraging oceli literatura obecně uvádí, že rychlost ochlazování nemá na vlastnosti oceli vliv (platí pro ochlazení po žíhání) [18] [13].



Obrázek 39 Vakuová pec Xerion

Zpracování vzorků v atmosféře argonu bylo provedeno v trubkové žíhací peci. Způsob umísťování vzorků do této pece je viditelný na Obrázku 40. Postup provedení tepelného zpracování byl obdobný jako u vzorků zpracovaných ve vakuu. Rozdílem je, že vzorky nebyly chlazeny v peci, ale po tepelném zpracování byly vzorky ochlazeny na vzduchu. Tepelné zpracování v atmosféře vzduchu bylo provedeno shodně se zpracováním v argonu.



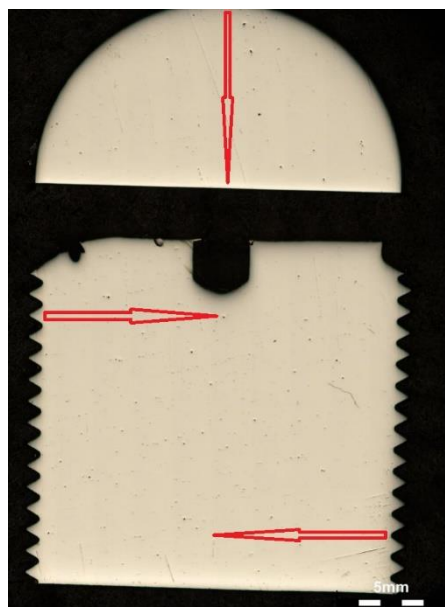
Obrázek 40 Trubková žíhací pec

### 3.3 Použité experimentální metody

Vzorky pro metalografickou analýzu byly připraveny pro příčné a podélné řezy všech studovaných stavů. K provedení řezů byly použity pily Leco PR-X4 a Struers Secotom. Vzorky byly následně zalisovány do fixační hmoty pomocí metalografického lisu Leco mx400. Vzorky označené B (viz Tabulka 13), zalisované v elektricky nevodivém bakelitu, byly určeny pro pozorování pomocí světelné mikroskopie (LM) a k měření průběhů tvrdosti. Vzorky s označením C byly zalisovány do elektricky vodivého materiálu Conducto a byly určeny pro pozorování pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM). Dále byly vzorky broušeny a leštěny na přístroji Leco – GPX 300. Leptání vzorků bylo provedeno pomocí leptadla Nital (3 % roztok  $\text{HNO}_3$  v ethanolu).

Pro pozorování pomocí světelné mikroskopie (LM) byly použity světelné mikroskopy Olympus dsx1000 a Neophot 32. Na mikroskopu Olympus byly pořízeny přehledové snímky určené k analýze porozity. Analýza byla provedena pomocí funkce Phase Analysis programu Olympus Stream. Mikroskop Neophot 32 byl použit pro pořízení snímků detailů struktury.

Měření tvrdosti bylo provedeno na laboratorním stroji Struers DURAMIN-40 metodou Vickers. Pro prozkoumání průběhu mikrotvrdosti od povrchu do jádra vzorku byla použita měření se zátěží 4,903 N (HV0,5) s tím, že měření bylo provedeno od vzdálenosti 0,1 mm od povrchu po krocích 0,35 mm směrem do středu (do jádra) vzorku. Pro každý vzorek byly měřeny 3 průběhy, každý s 25 vpichy. Jeden průběh byl měřen na příčném řezu a dva průběhy byly měřeny na podélném řezu (viz Obrázek 41). Pro vyhodnocení makrotvrdosti bylo dále provedeno měření tvrdosti se zátěží 294,18 N (HV30).



Obrázek 41 Umístění měření průběhů tvrdosti ve vzorcích

Pro detailnější strukturní analýzu vzorků byla použita řádkovací elektronová mikroskopie (SEM). Pro pozorování byl použit mikroskop JEOL JSM-7600F. Kromě pořízení samotných snímků struktury byla také použita energiově disperzní spektroskopie (EDS) k vytvoření map rozložení prvků v struktuře.


Pro vyhodnocení podílu zbytkového austenitu ve struktuře bylo provedeno měření pomocí rentgenové difrakční analýzy XRD. Tato měření byla provedena na Fyzikálním ústavu Akademie věd České republiky.

## 4. Výsledky měření a jejich diskuse

### 4.1 Analýza porozity

Jak již bylo uvedeno, porozita vzorků byla stanovena pomocí obrazové analýzy snímků ze světelné mikroskopie. Vyhodnocení bylo provedeno pro snímky podélných a příčných řezů v leštěném stavu. Průměrná hodnota porozity vzorků je 0,09 %. Příklad záznamu analýzy je uveden na Obrázku 42. Jedná se o velmi nízkou hodnotu, která se pohybuje v obdobných mezích jako u nejnižších výsledných porozit v prostudované literatuře (viz Kapitola 2.3.1).

Reference	D4B			
Group				
Sample				
Comment				
Date	07.05.2021 18:23			
1				
0.07 %				
Image Number	Phase	Fraction [%]	Image Name	Image Comment
1	1	0,07	D4B 100X.jpg	
	ROI1	0,0757		
Image:	ROI2	0,0692		

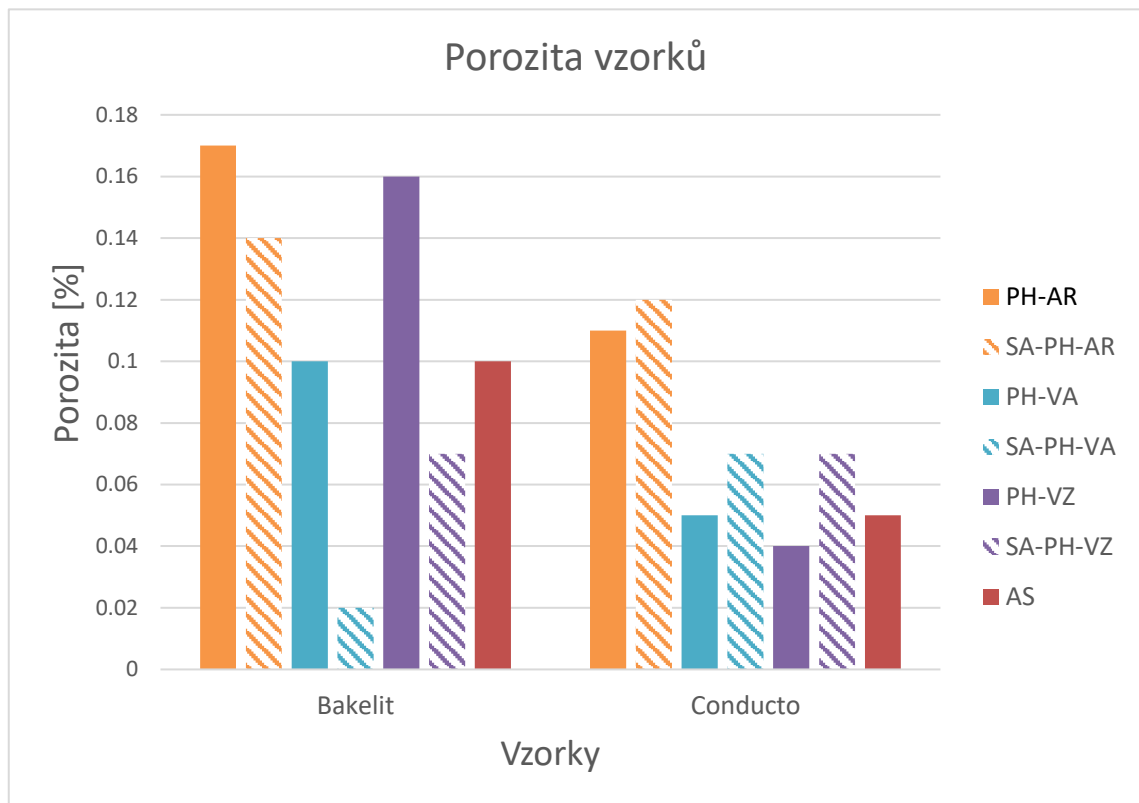
  


D4B 100X.tif

Obrázek 42 Výsledek obrazové analýzy z programu Olympus Stream pro vzorek z 3D tištěné oceli 1.2709 žíhaný a po stárnutí na vzduchu (vzorek SA-PH-VA-B)

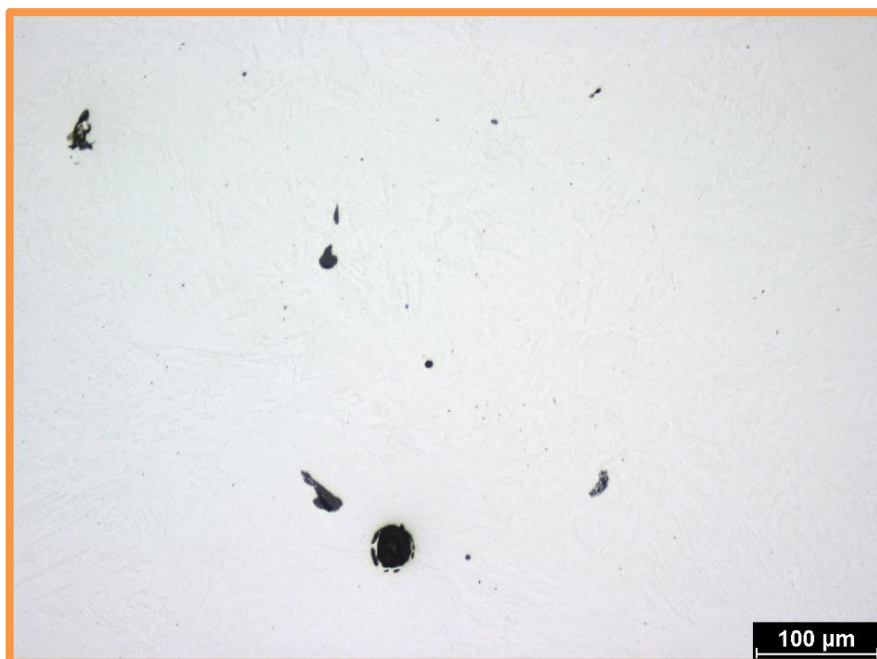
Obecně byla pozorována mírně vyšší porozita u vzorků zalisovaných v bakelitu než u zalisovaných v Conductu (viditelné z Obrázku 43). Toto je pravděpodobně způsobeno vyšším

podílem „vytrhaných částic“, které vznikaly výrazněji při leštění vzorků fixovaných v bakelitu. Lze předpokládat, že důvodem je rozdílná interakce na rozhraní ocel-fixační materiál. I přes tento fakt byla i u vzorků zafixovaných v bakelitu zaznamenána velmi nízká porozita. Při měření nebyl zaznamenán výrazný rozdíl mezi porozitou podélných a příčných řezů, lze tedy předpokládat, že porozita je relativně konstantní v celém zkoumaném tělese. Pro přesnější prozkoumání porozity uvnitř objemu vzorků by bylo nutné provést měření pomocí počítačové tomografie, které by bylo vhodné provést v následujících pracích, zabývajících se tímto materiálem.

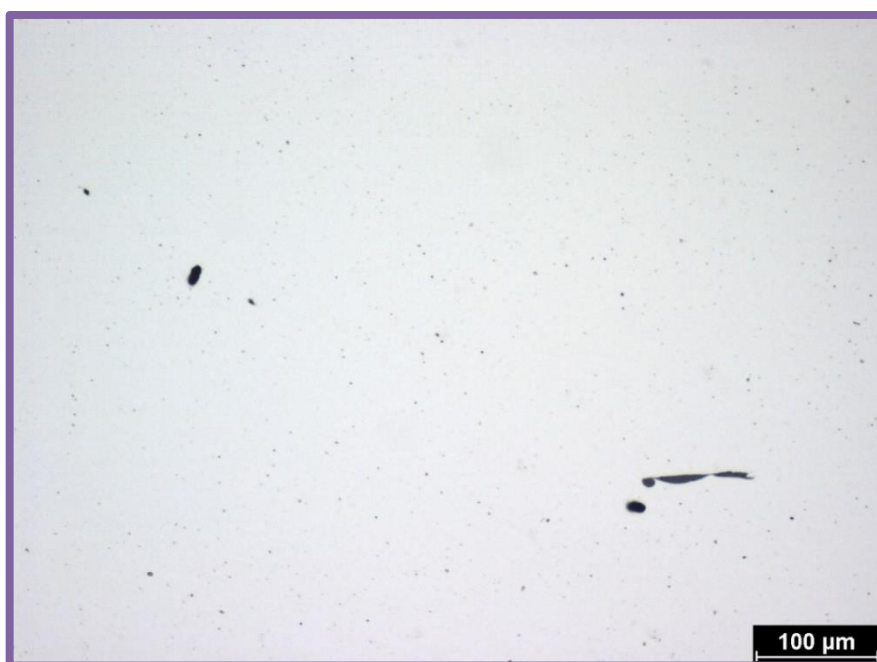


Obrázek 43 Porozita jednotlivých zkoumaných vzorků z oceli 1.2709 připravené 3D tiskem

Dle očekávání byly ve vzorcích pozorovány jak sférické póry indukované plyny (Obrázek 44), tak n esférické póry, způsobené nedokonalým spojením materiálu při procesu 3D tisku (Obrázek 45). Kromě těchto výrazných pórů byla také ve všech vzorcích pozorována mikroporozita.



Obrázek 44 LM snímek porozity indukované plyny 3D tištěné oceli 1.2709 (vzorek SA-PH-AR)



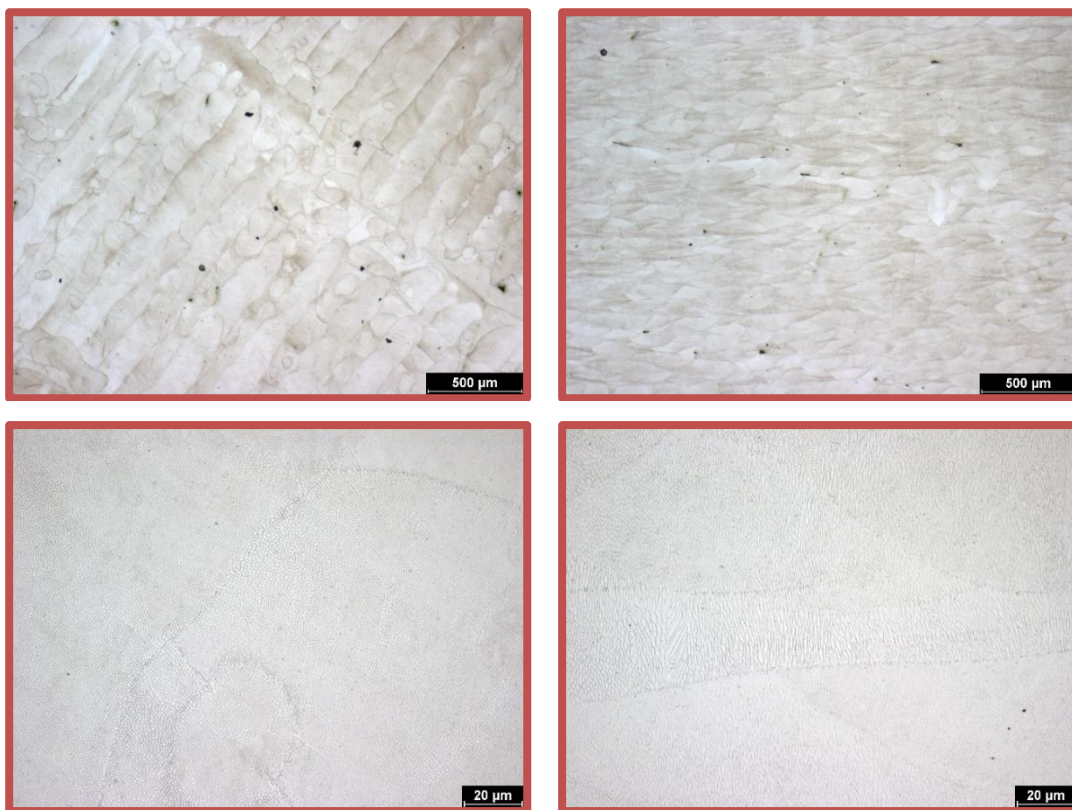
Obrázek 45 LM snímek porozity 3D tištěné oceli 1.2709 způsobené nedokonalým spojením materiálu (vzorek PH-VZ)

#### 4.2 Pozorování pomocí světelné mikroskopie

Jak již bylo uvedeno, makrostruktura a mikrostruktura byla nejdříve pozorována pomocí světelné mikroskopie. Na snímcích na Obrázku 46 jsou struktury oceli ve stavu as-built. Dle očekávání vzniká rozdílná struktura v příčném a podélném řezu. V příčném řezu jsou viditelné stopy po průchodu laseru. Průřezy těchto stop laseru jsou viditelné na příčném řezu vzorku. Tato struktura je pro 3D tištěné kovy (tištěné pomocí technologie SLM/DMLS) typická a byla zaznamenána i v dříve provedených pracích, zabývajících se 3D tištěnou ocelí 1.2709

(viz Obrázek 18 [37]). Po tepelném zpracování nedochází k úplnému rozpadu této struktury, tak jak bylo zaznamenáno v článku [35]. Z toho lze vyvodit, že teplota rozpouštěcího žíhání nebyla dostatečně vysoká pro odstranění této struktury, obdobné výsledky byly zaznamenány v člancích [37] a [41].

Na snímcích as-built struktury pořízených při větším zvětšení je dle očekávání viditelná jemná buněčná struktura (viz Obrázek 46), obvyklá u oceli 1.2709 připravené 3D tiskem. Pozorovatelnost této struktury po naleptání pomocí leptadla Nital 3 % je v souladu s informacemi z článku [37], který se zabýval touto ocelí. Tato struktura je přítomná v příčném i v podélném řezu.



*Příčný řez*

*Podélný řez*

*Obrázek 46 Příčný a podélný řez as-built stavu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vzorek AS)*

Snímky mikrostruktury oceli po tepelném zpracování v různých atmosférách jsou uvedeny na Obrázku 47. Buněčná struktura oceli je pozorovatelná i po tepelném zpracování bez ohledu na prostředí zpracování. Dostupná literatura, zabývající se vlivem tepelného zpracování na strukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem uvádí, že buněčná struktura se po provedení tepelného zpracování rozpadá [35] [37] [39] [41]. Lze předpokládat, že k částečnému či úplnému rozpadu této struktury dochází i v případě vzorků studovaných v rámci této práce. Tento předpoklad byl ověřen pomocí SEM, kde byl částečný rozpad této struktury po tepelném zpracování viditelný.

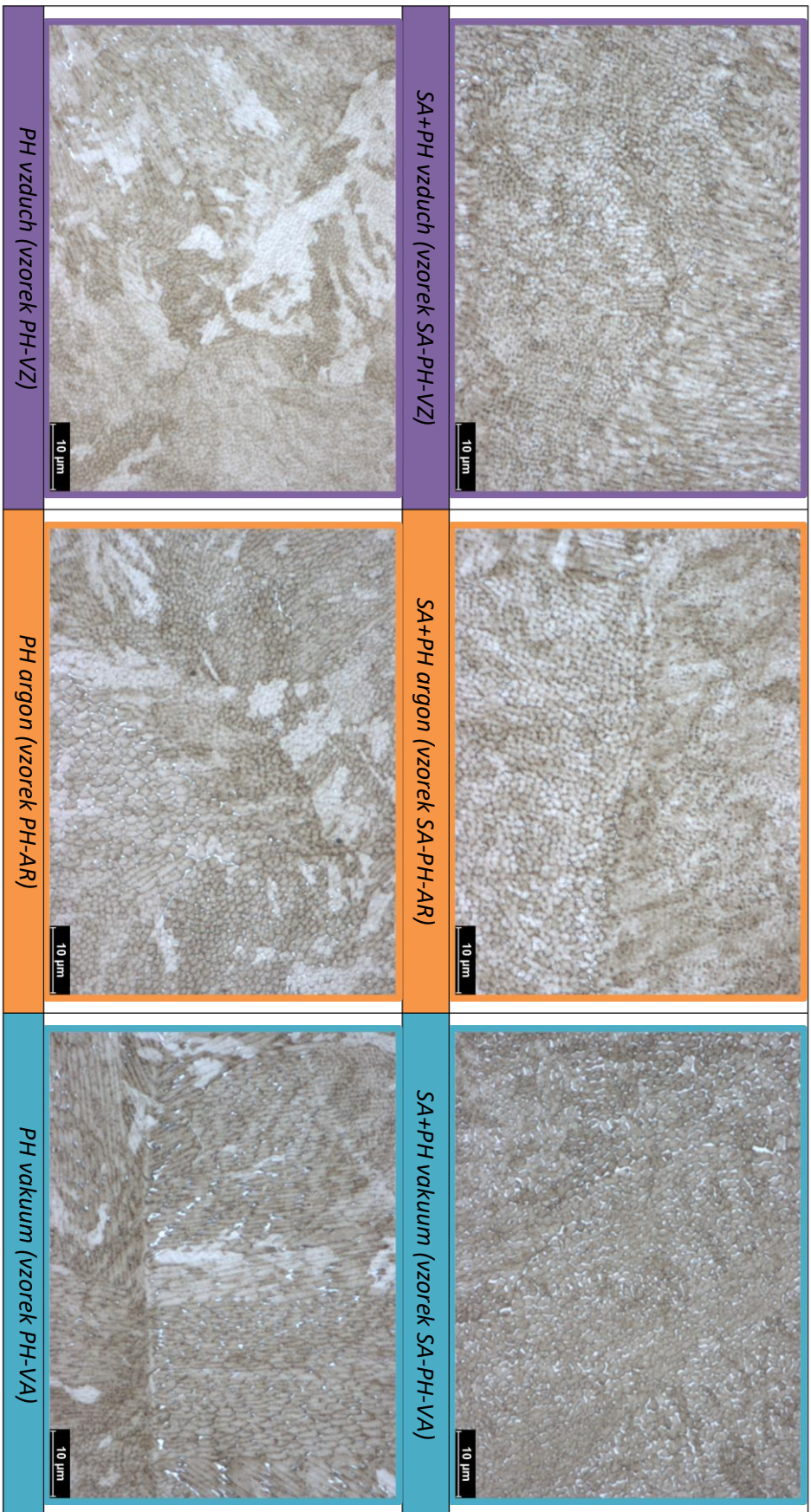
Po tepelném zpracování je možné pozorovat jasně bílé oblasti, vyskytující se na okrajích jednotlivých buněk (respektive jejich pozůstatků) a na hranicích zrn. Na základě poznatků z předchozích článků [37] a [3] je možné předpokládat, že se jedná o zbytkový austenit.

Nejvýraznější je výskyt této fáze po tepelném zpracování provedeném ve vakuu. Naopak nejnižší výskyt byl pozorován na vzorcích zpracovaných v ochranné atmosféře argonu. Nebyl pozorován výrazný rozdíl ve výskytu této fáze mezi vzorky zpracovanými s rozpouštěcím žíhání a bez něj. Na základě pozorování pomocí světelné mikroskopie není možné provést určení těchto fází ani jejich podíl v objemu materiálu. Pro prozkoumání množství zbytkového austenitu ve struktuře bylo provedeno měření pomocí rentgenové difrakční analýzy (XRD).

Dle poznatků uvedených v teoretické části by se měl zbytkový austenit vyskytovat i ve struktuře oceli ve stavu as-built. To, že není pozorovatelný na snímcích uvedených na Obrázku 46, lze vysvětlit nedostatečnou rozlišovací schopností světelné mikroskopie a rozdílem v intenzitě zviditelnění struktury po leptání.

Na snímcích pořízených pomocí světelné mikroskopie není možné pozorovat precipitaci ve vzorcích vzhledem k tomu, že velikost precipitátů je menší než rozlišovací schopnost mikroskopu. Pro podrobnější pozorování struktury byla použita skenovací elektronová mikroskopie.

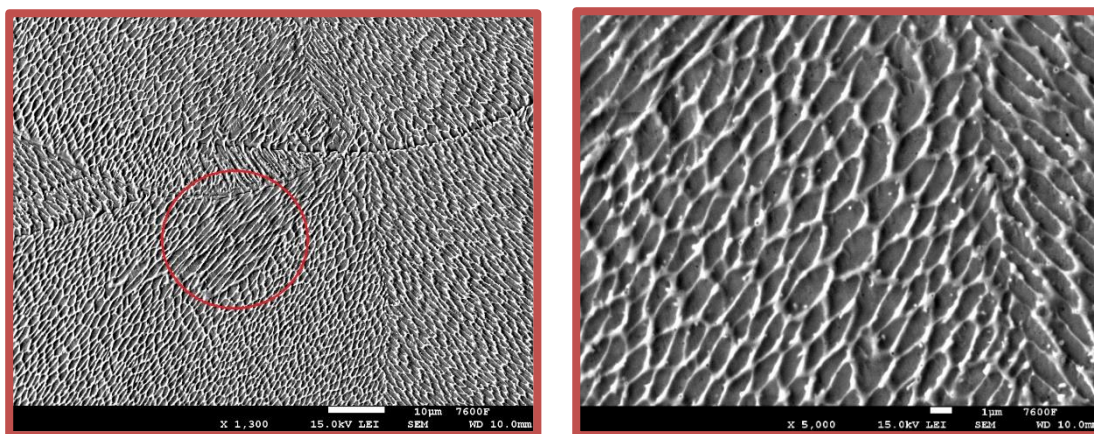




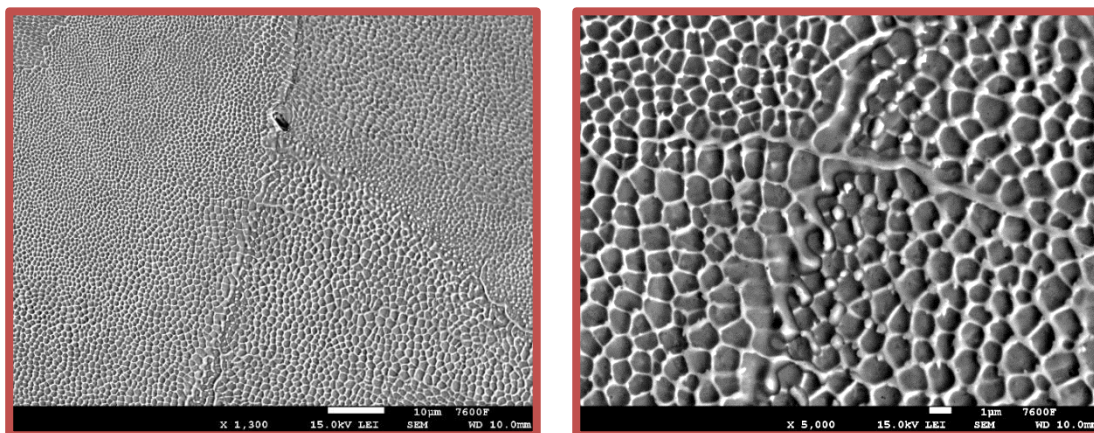
Obrázek 47 LM snímky mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem pro různé tepelné zpracování

### 4.3 Pozorování pomocí SEM a EDS analýza

Elektronová mikroskopie byla použita pro podrobnější prozkoumání mikrostruktury vzorků z oceli 1.2709. Mikrostruktura oceli ve stavu as-built je uvedena na Obrázku 48. Ve stavu as-built je mikrostruktura tvořena v obou řezech buněčnou strukturou, obvyklou pro tuto ocel, jejíž přítomnost byla zaznamenána již pomocí světelné mikroskopie. Buněčná struktura není v celém objemu materiálu homogenní. Kromě velmi jemné struktury, tvořené sférickými buňkami, jsou také pozorovatelné podstatně větší protáhlé buňky (v obrázku označené červeně). Výskyt takových protáhlých buněk byl zaznamenán i v člancích, zabývajících se studiem oceli 1.2709 připravené 3D tiskem [3] a [37]. Přítomnost rozdílných velikostí buněk bývá vysvětlována rozdíly v průběhu chlazení v rámci jednotlivých stop po průchodu laseru [3].



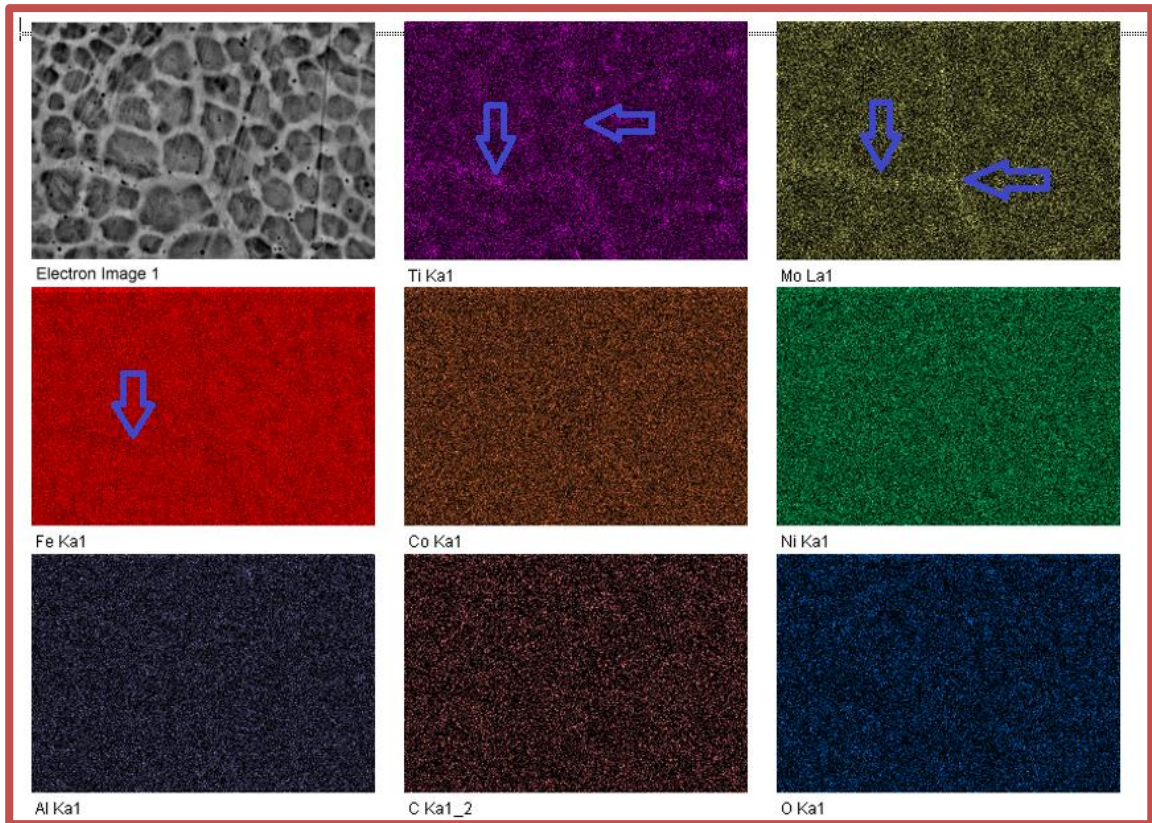
*Podélný řez*



*Příčný řez*

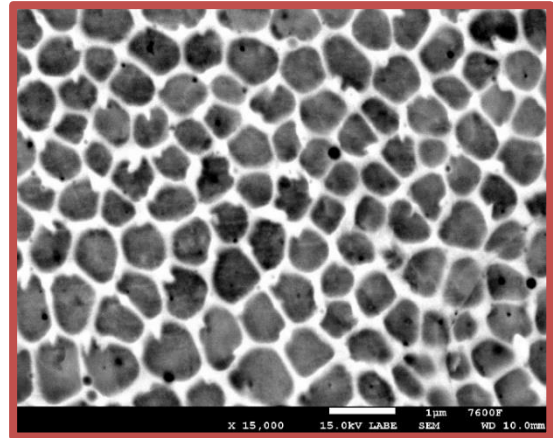
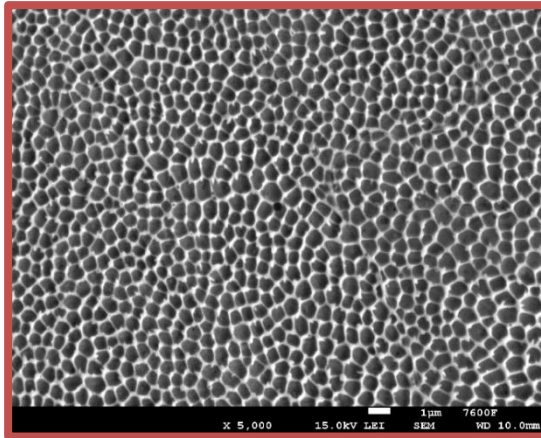
*Obrázek 48 SEM snímky as-built struktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vzorek AS)  
(vlevo zvětšení 1300x, vpravo zvětšení 5000x)*

Pro prozkoumání rozložení prvků ve struktuře vzorku as-built byly pomocí energiově disperzní spektrometrie (EDS) vytvořeny mapy prvků uvedené na Obrázku 49. Na hranicích zrn buněčné struktury byl zaznamenán zvýšený obsah titanu a molybdenu a mírně snížený obsah železa (označeno šipkami v obrázku). Zvýšený obsah legujících prvků na hranicích zrn je ve shodě s výsledky odborného článku [37].

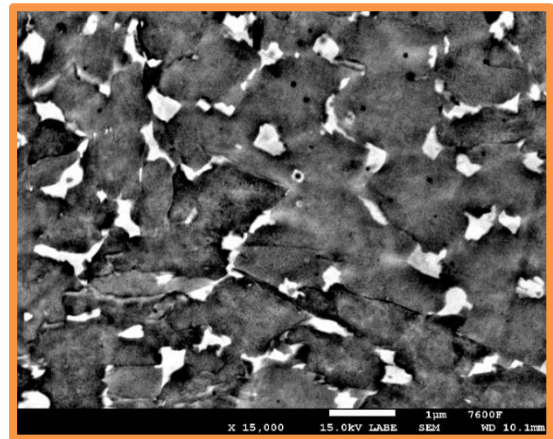
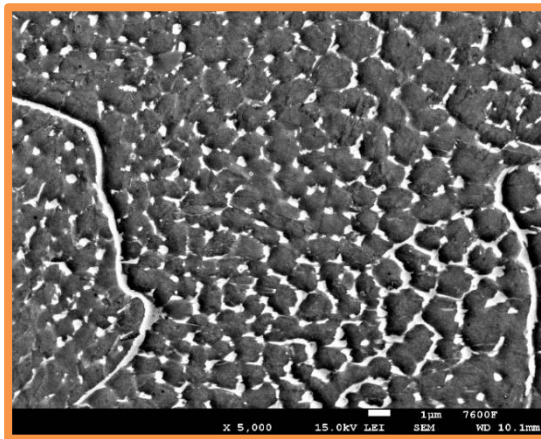


Obrázek 49 EDS mapy as-built struktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vzorek AS)

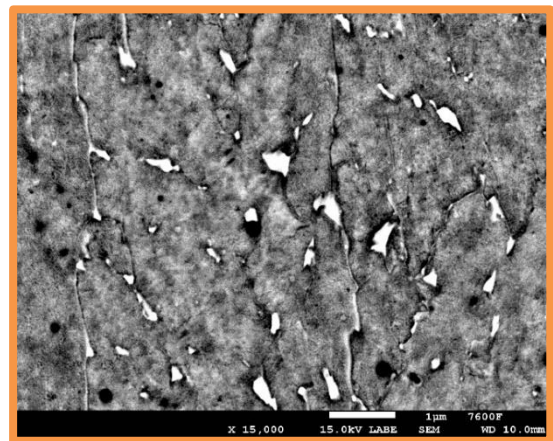
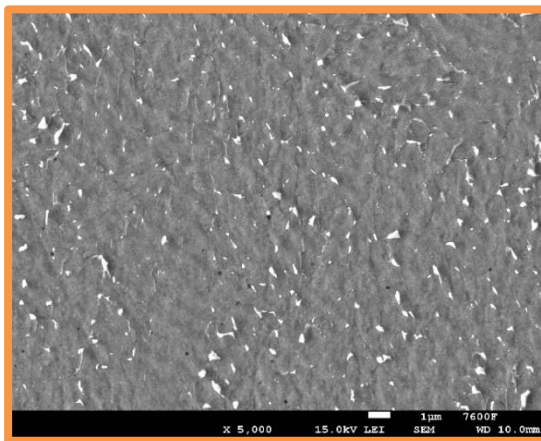
Na Obrázku 50 jsou uvedeny ukázkové SEM snímky mikrostruktury oceli ve stavu as-bulit a mikrostruktury po tepelném zpracování provedeném v argonu. Snímky mikrostruktury po tepelném zpracování v druhých dvou atmosférách jsou uvedené v Příloze 2. Na rozdíl od pozorování pomocí světelné mikroskopie je rozpad buněčné struktury po tepelném zpracování dobře pozorovatelný pomocí SEM. Dle očekávání je rozpad struktury výraznější v případě použití rozpouštěcího žíhání před stárnutím (viz Obrázek 50). Ve vzorcích, u kterých bylo provedeno pouze stárnutí, je pozůstatek struktury dobře viditelný, nicméně i v tomto případě dochází k narušení jednotlivých buněk.



*as-built (vzorek AS)*



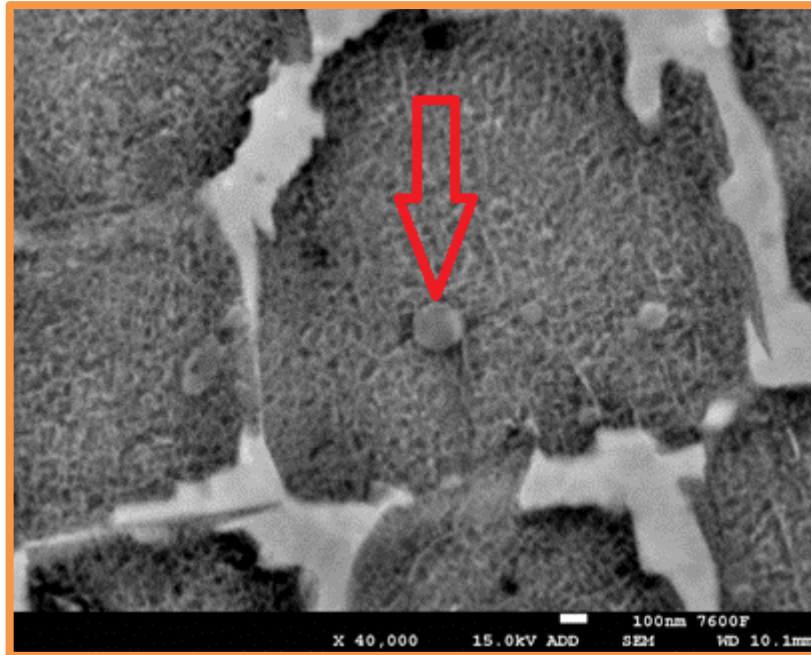
*PH argon (vzorek PH-AR)*



*SA+PH argon (vzorek SA-PH-AR)*

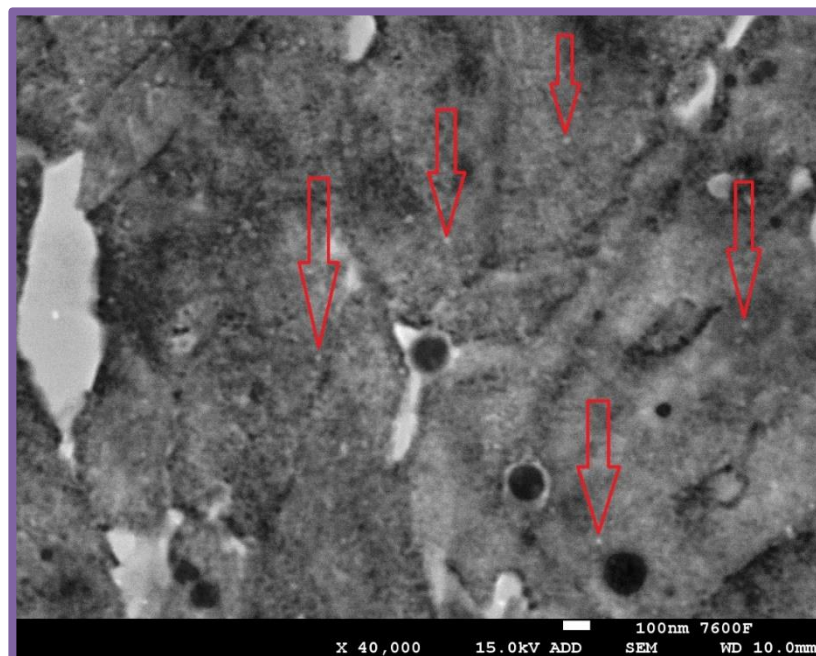
*Obrázek 50 Vliv tepelného zpracování na mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vlevo zvětšení 5000x, vpravo zvětšení 15000x)*

Ve všech pozorovaných vzorcích, včetně vzorků ve stavu as-built, byla zaznamenána přítomnost jemných sférických částic ve struktuře. Rozměry těchto pozorovaných částic se pohybují okolo 100 nm. Při pozorování byla část těchto částic viditelná jako tmavé skvrny a další jako sférické šedé částice. To, že se jedná o shodné částice pouze s rozdílnou intenzitou naleptání, lze usuzovat na základě provedené EDS analýzy, při které se jeví tyto částice shodně. Snímek, na kterém je viditelná uvedená sférická částice, je uveden na Obrázku 51.



Obrázek 51 Sférická částice pozorovaná na SEM snímku 3D tištěné oceli 1.2709 po stárnutí v atmosféře argonu (vzorek PH-AR)

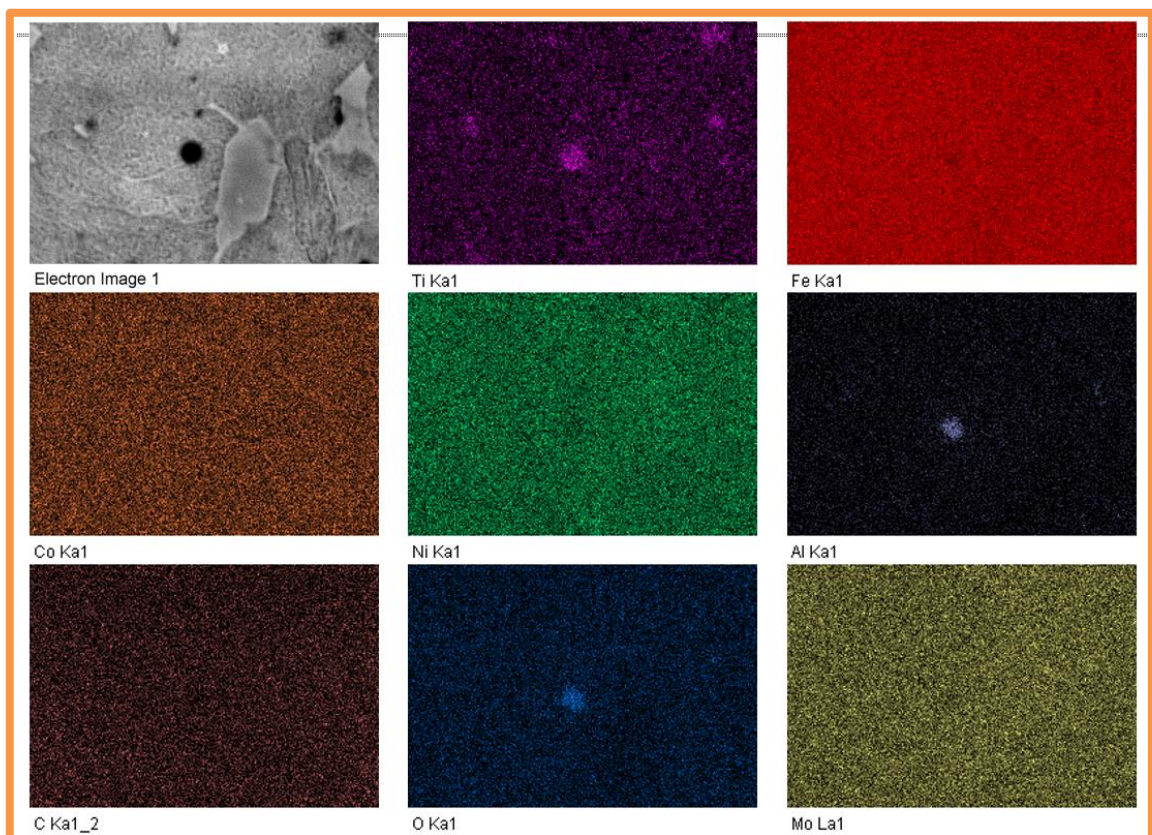
Kromě výše uvedených částic byla ve strukturách zaznamenána přítomnost nanoprecipitátů. Na Obrázku 52 jsou tyto precipitáty označené šipkami. Pozorovatelnost těchto precipitátů je omezená rozlišovací schopností SEM. Přítomnost obdobných nanoprecipitátů byla zaznamenána v předchozích článcích [37] a [41]. Složení těchto precipitátů není možné pomocí SEM prostudovat. Lze předpokládat, že se jedná o precipitáty  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  a  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .



Obrázek 52 SEM snímek 3D tištěné oceli 1.2709 po rozpouštěcím žihání a stárnutí v atmosféře vzduchu (vzorek SA-PH-VZ) se zobrazenými nanoprecipitáty

Mapy EDS analýzy větších sférických částic jsou uvedeny na Obrázku 53. V částicích je zaznamenán zvýšený obsah titanu a kyslíku, v některých částicích je také zvýšený obsah hliníku (viditelné z Obrázku 53). Přítomnost obdobných částic byla zaznamenána již v článkách [3] a [41]. Ve článku [3] nebyla měřena přítomnost kyslíku v částicích. Dále bylo ve článku [3] provedeno zkoumání těchto částic pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM), při němž bylo zjištěno, že částice obsahují hexagonální  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  a kubický  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (viz Kapitola 2.3.3). Lze předpokládat obsah těchto precipitátů i v případě vzorků zkoumaných v této práci. Obsah kyslíku byl zaznamenán ve článku [41], ve kterém ale nebyly provedeny analýzy, potřebné k přesnému prozkoumání složení částic. Přítomnost precipitátů ve stavu as-built byla zaznamenána ve článkách [37] a [3] s tím, že jejich přítomnost je vysvětlována tepelnými pochody při 3D tisku (viz Kapitola 2.3.3). Přítomnost Ti a Al v částicích lze považovat za očekávanou, vzhledem k tomu, že se jedná o hlavní prvky tvořící precipitát v oceli 1.2709. Přítomnost kyslíku může nasvědčovat přítomnosti oxidů těchto prvků v částicích. K přesnému prozkoumání těchto částic a výše uvedených nanoprecipitátů by muselo být provedeno pozorování pomocí TEM, které by bylo vhodné provést v navazujících pracích, zabývajících se ocelí 1.2709 připravené 3D tiskem.

Přesné stanovení množství částic pomocí obrazové analýzy nebylo v rámci této práce provedeno. Na základě porovnání pořízených snímků struktury se zdá, že u tepelně zpracovaných vzorků je množství sférických částic mírně vyšší než ve stavu as-built. Dále se zdá, že v případě použití rozpouštěcího žíhání je množství sférických částic vyšší než v případě přímého stárnutí.

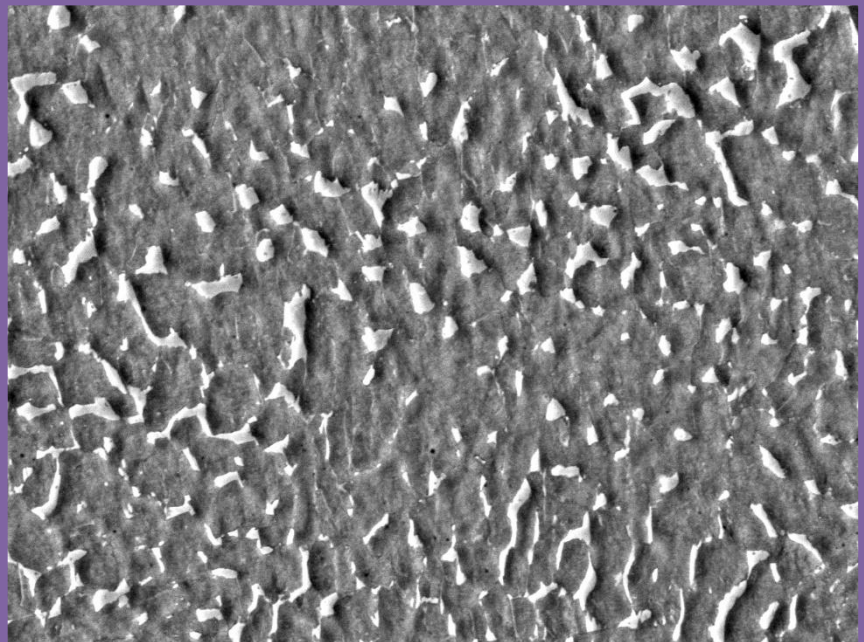
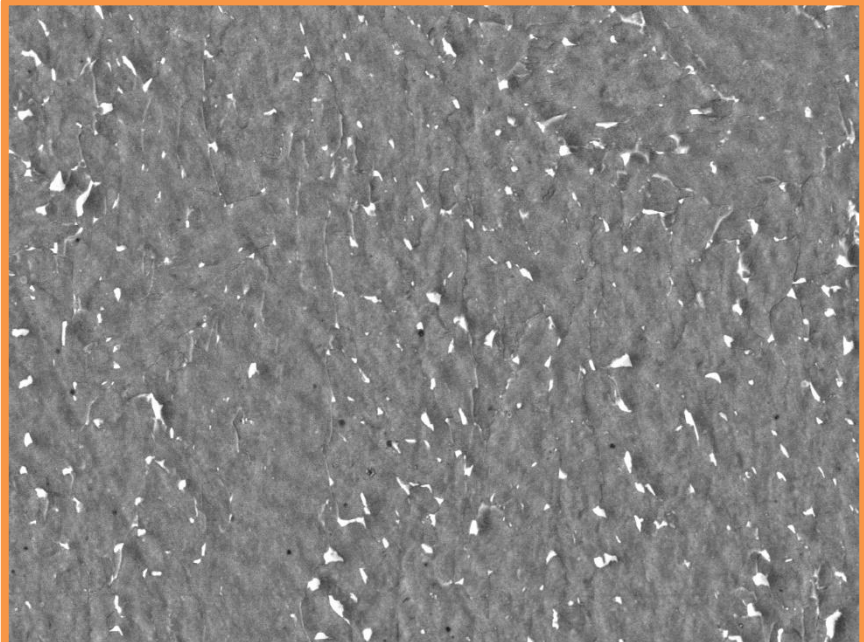
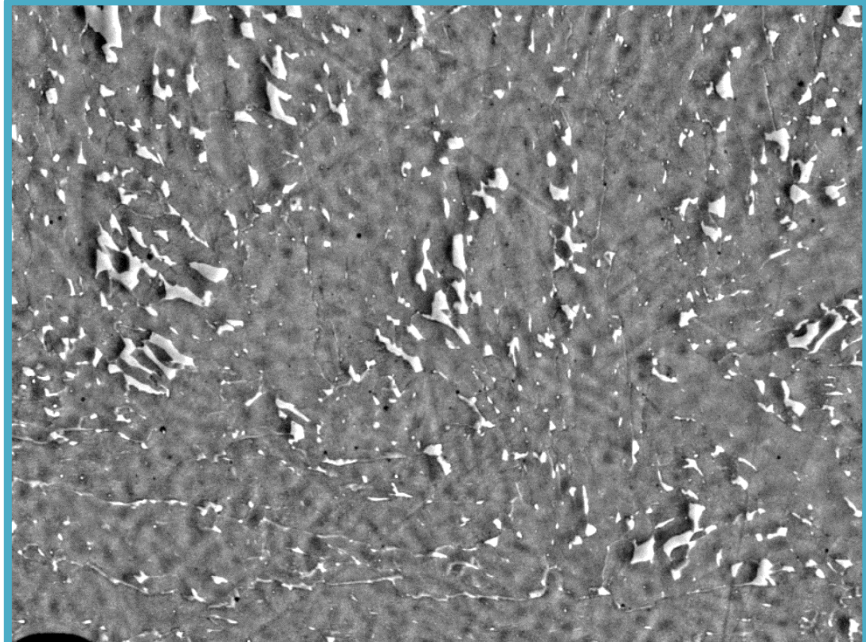
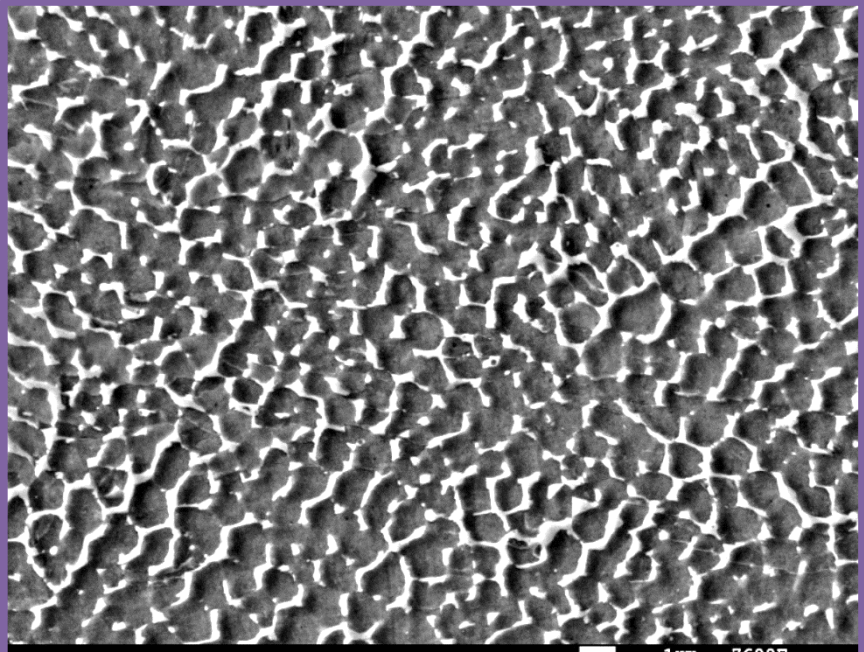
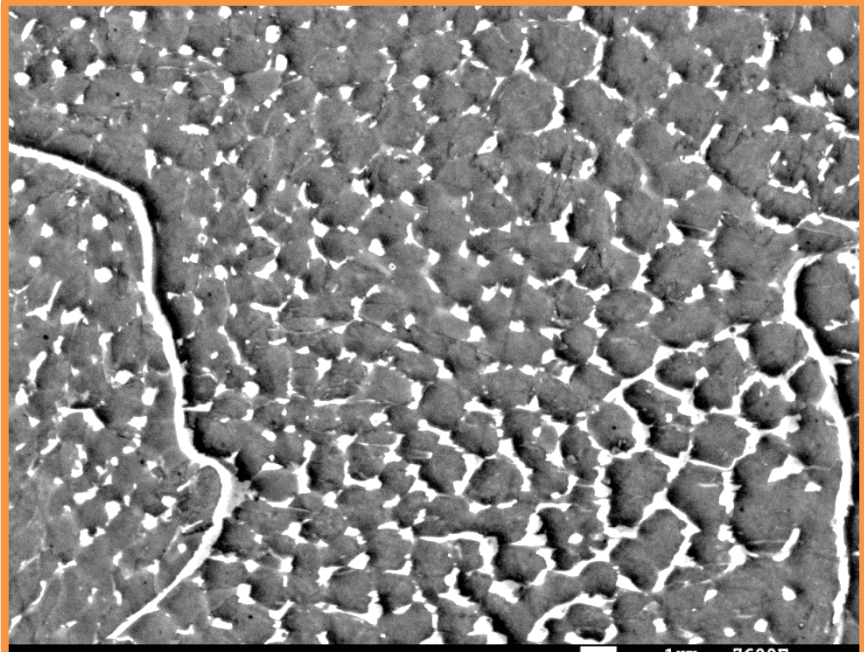
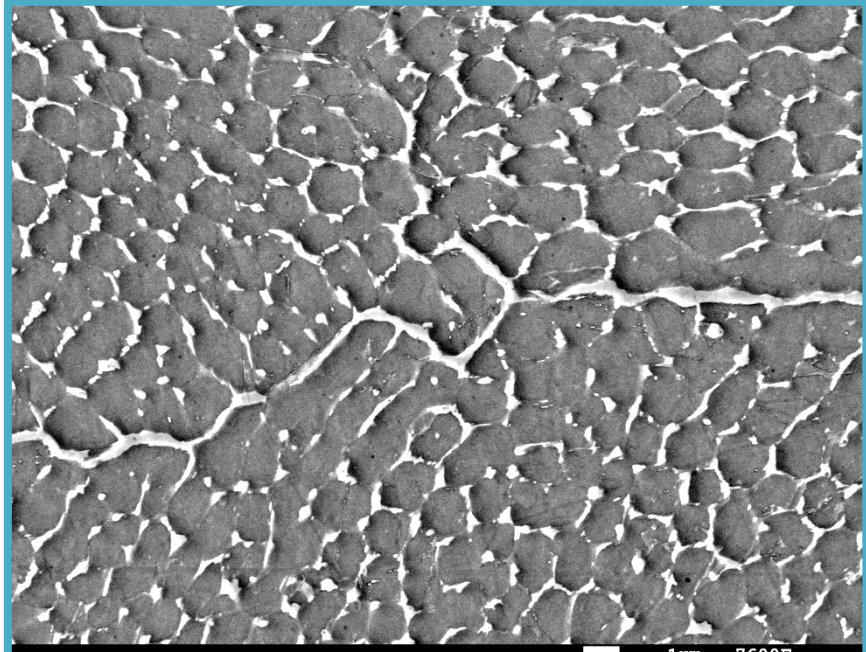


Obrázek 53 EDS mapy částic pozorovaných v mikrostrukturu 3D tištěné oceli 1.2709 (vzorek SA-PH-AR)

Srovnání struktur po tepelném zpracování v různých atmosférách je uvedeno na Obrázku 54. Mezi vzorky zpracovanými v různých atmosférách byly pozorovány rozdíly v rozpadu buněčné struktury oceli. Po provedení rozpouštěcího žíhání a následného stárnutí (SA+PH) byl nejméně výrazný rozpad zaznamenán v případě použití atmosféry argonu. Při jejím použití dochází k úplnému rozpadu buněčné struktury a na jejím místě zůstávají jen malé osamělé ostrůvky fáze, která ji tvořila. Taková struktura je obdobná se strukturou pozorovanou v rámci článku [3]. Porovnání zpracování v atmosféře vzduchu a vakua je komplikované, protože struktura oceli zpracované ve vakuu se vyznačuje značně nehomogenním rozpadem struktury. Obsahuje oblasti, ve kterých je rozpad struktury velmi výrazný (viditelné na Obrázku 54), které ale sousedí s oblastmi, kde byla struktura pouze narušena a je stále viditelná. Celkově lze tvrdit, že rozpad struktury je při provedení rozpouštěcího žíhání na vzduchu mírně výraznější než ve vakuu.

V případě provedení stárnutí bez rozpouštěcího žíhání (PH) nejsou rozdíly ve strukturách tak výrazné jako v případě použití rozpouštěcího žíhání. Ve všech případech použitých atmosfér jsou viditelné narušené buňky původní struktury. Mezi vzorky, zpracovanými ve vakuu a v argonu, není pozorovatelný výrazný rozdíl. Oproti tomu v případě provedení tepelného zpracování v atmosféře vzduchu, byl rozpad buněčné struktury v porovnání s ostatními ochrannými atmosférami mírně menší.

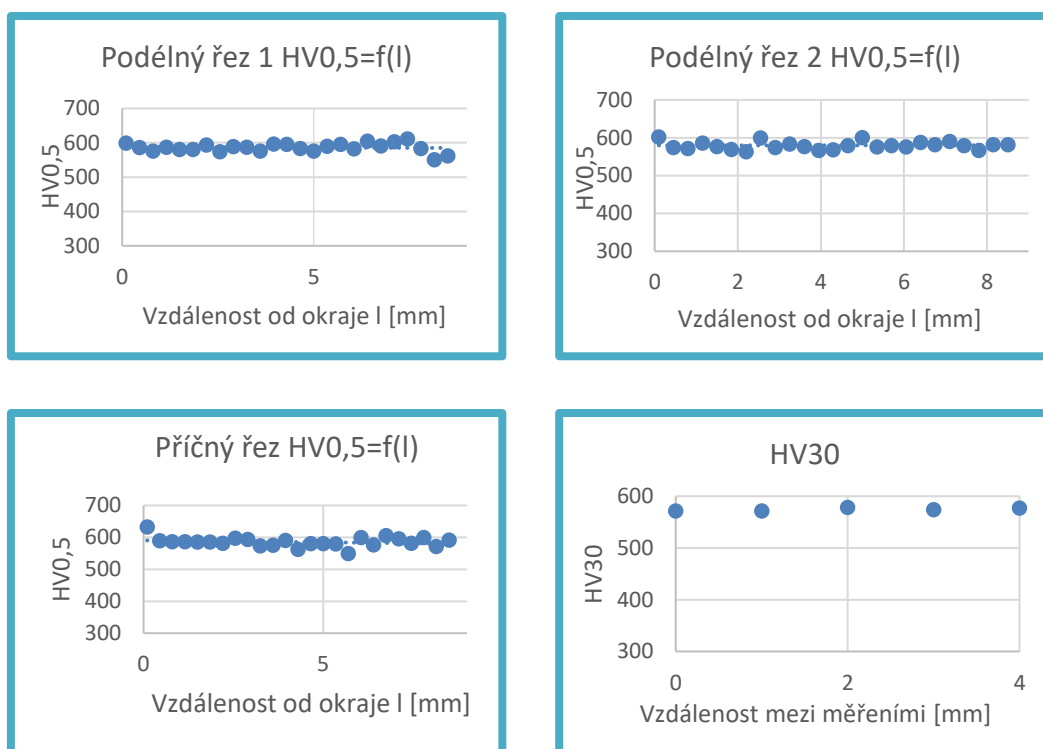
Rozpouštěcí žíhání, provedená v argonu a na vzduchu, vedou k výraznějšímu rozpadu struktury. Tento fakt je očekávaný a je ve shodě s dostupnou literaturou [3], [35], [37] a [39]. V případě tepelného zpracování ve vakuu je rozdíl těžko porovnatelný z důvodu výše zmíněné nehomogenity a nelze tedy tvrdit, že rozpouštěcí žíhání ve vakuu vedlo k výraznému rozpadu buněčné struktury. Příčinou může být fakt, že v případě tepelného zpracování ve vakuu byly vzorky ochlazeny pomaleji než v ostatních atmosférách (viz Kapitola 3.2). Důvodem také může být rozdílný přestup tepla ve vakuu, kvůli kterému nemusí být čas rozpouštěcího žíhání dostatečný. Tento rozdíl v přestupu tepla by se pravděpodobně výrazně neprojevil v případě stárnutí, protože časy jsou dostatečné k prohřátí vzorku.

 <p>X 5,000 15.0kV LEI SEM 1µm 7600F WD 10.0mm</p>	 <p>X 5,000 15.0kV LEI SEM 1µm 7600F WD 10.0mm</p>	 <p>X 5,000 15.0kV LEI SEM 1µm 7600F WD 10.0mm</p>
<p>Tvrđost <math>630 \pm 11</math> HV<sub>0,5</sub></p>	<p>Tvrđost <math>625 \pm 11</math> HV<sub>0,5</sub></p>	<p>Tvrđost <math>584 \pm 13</math> HV<sub>0,5</sub></p>
<p>SA+PH vzduch, ochlazeno na vzduchu (vzorek SA-PH-VZ)</p>	<p>SA+PH argon, ochlazeno na vzduchu (vzorek SA-PH-AR)</p>	<p>SA+PH vakuum, ochlazeno v peci (vzorek SA-PH-VA)</p>
 <p>X 5,000 15.0kV LEI SEM 1µm 7600F WD 10.0mm</p>	 <p>X 5,000 15.0kV LEI SEM 1µm 7600F WD 10.1mm</p>	 <p>X 5,000 15.0kV LEI SEM 1µm 7600F WD 10.0mm</p>
<p>Tvrđost <math>607 \pm 24</math> HV<sub>0,5</sub></p>	<p>Tvrđost <math>604 \pm 15</math> HV<sub>0,5</sub></p>	<p>Tvrđost <math>620 \pm 12</math> HV<sub>0,5</sub></p>
<p>PH vzduch, ochlazeno na vzduchu (vzorek PH-VZ)</p>	<p>PH argon, ochlazeno na vzduchu (vzorek PH-AR)</p>	<p>PH vakuum, ochlazeno v peci (vzorek PH-VA)</p>
<p>Obrázek 54 Vliv použitých atmosfér tepelného zpracování na strukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (SA – rozpouštěcí žíhání, PH – stárnutí)</p>		



#### 4.4 Měření tvrdosti

Jak již bylo uvedeno, byla provedena tři měření průběhů mikrotvrdosti HV0,5 od povrchu do jádra vzorku, dvě pro podélný řez a jedno pro příčný řez. Dále bylo provedeno jedno měření makrotvrdosti HV30. Takto provedené měření mělo za cíl vyloučit ovlivnění výsledků nehomogenitou vzorků, dále může posloužit k porovnání s dostupnou literaturou. Ukázkový příklad průběhů mikrotvrdosti pro vzorek, u kterého bylo provedeno rozpouštěcí žíhání a stárnutí v atmosféře vakua (SA-PH-VA), je uveden na Obrázku 55.

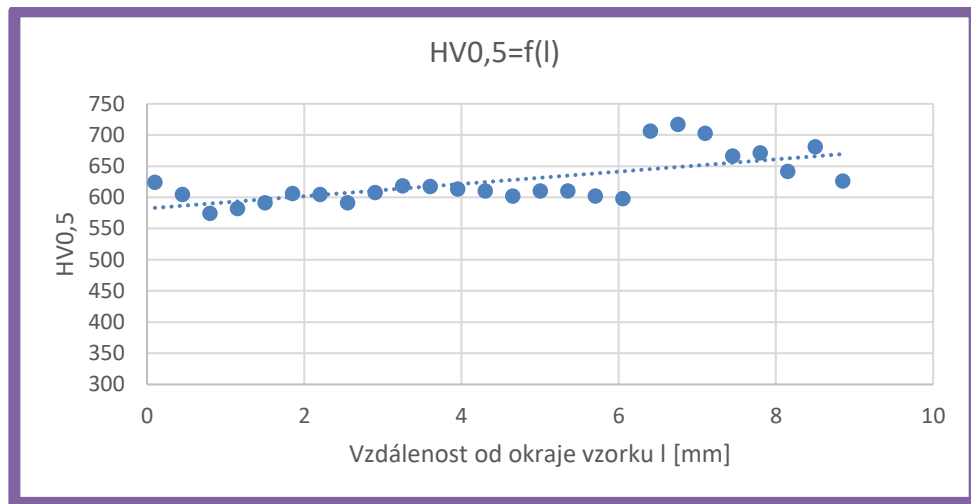


Obrázek 55 Průběhy mikrotvrdostí HV0,5 pro jednotlivé řezy a měření makrotvrdosti HV30 pro 3D tištěnou ocel 1.2709 po SA + PH v atmosféře vakua (vzorek SA-PH-VA)

Z měření průběhů tvrdosti od povrchu do jádra vzorku dle očekávání vychází, že tvrdost je konstantní v celém objemu materiálu. Jedinou výjimkou je vzorek PH-VZ (vzorek po stárnutí v atmosféře vzduchu), u kterého byl při jednom průběhu tvrdosti v podélném řezu zaznamenán výrazný nárůst tvrdosti ve středu materiálu (uvedeno na Obrázku 56). Tento nárůst nebyl zaznamenán v dalších průbězích tvrdosti na tomto vzorku. Při měření makrotvrdosti také nebyla zaznamenána žádná variace. Lze tedy předpokládat, že spíše než o výsledek vlivu tepelného zpracování se jedná o lokální nárůst vlivem nehomogenity materiálu.

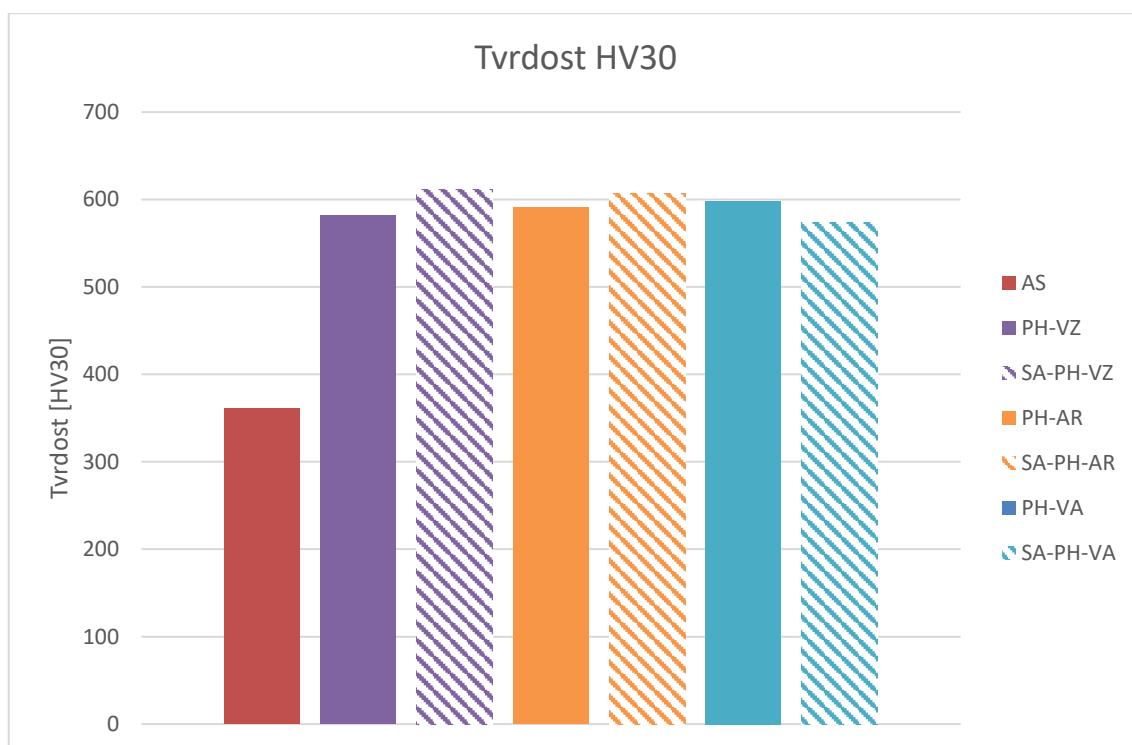
Grafické porovnání tvrdosti HV30 je uvedeno na Obrázku 57. Vzhledem k tomu, že směrodatné odchylky jsou nízké, nejsou na obrázku uvedeny a jsou pouze v Tabulce 14. V souladu se znalostmi z praxe jsou tvrdosti naměřené s nižším zatížením mírně vyšší, ale jinak mezi měřeními s rozdílným zatížením není výrazný rozdíl. Ve stavu as-built byla změřena tvrdost 361 HV30 (respektive 378 HV0,5), která je porovnatelná s hodnotami tvrdosti oceli 1.2709 změřenými pro stav as-built v člancích [37] a [4].

Nejvyšších hodnot makrotvrdosti a mikrotvrdosti bylo dosaženo u vzorku SA-PH-VZ, zpracovaného rozpouštěcím žíháním a stárnutím v atmosféře vzduchu (612 HV30, 630 HV0,5). Porovnatelně vysoká tvrdost byla zaznamenána u vzorku SA-PH-AR, zpracovaného rozpouštěcím žíháním a stárnutím v atmosféře argonu (607 HV30, 625 HV0,5). Při zpracování v argonu a ve vzduchu bylo tedy dosaženo mírně vyšší tvrdosti po provedení rozpouštěcího žíhání před stárnutím. Tento nárůst tvrdosti může být způsoben poklesem obsahu zbytkového austenitu ve struktuře před stárnutím vlivem rozpouštěcího žíhání. Pokles podílu zbytkového austenitu po žíhání byl zaznamenán v článcích [3], [4] a byl změřen pomocí XRD analýzy (Kapitola 4.5).



Obrázek 56 Průběh mikrotvrdosti HV0,5 v podélném řezu pro 3D tištěnou ocel 1.2709 po stárnutí při 480 °C/6 h v atmosféře vzduchu (vzorek PH-VZ)

U vzorků, zpracovaných ve vakuu, bylo dosaženo mírně vyšší tvrdosti u vzorku, u kterého bylo provedeno pouze stárnutí. Tento rozdíl v porovnání s ostatními prostředímí nejde jednoduše vysvětlit. Je možné, že zpracováním ve vakuu při vyšších teplotách dochází v materiálu ke změnám, které snižují potenciál precipitačního zpevnění oceli. Dále je možné, že žíháním ve vakuu došlo k výraznému poklesu tvrdosti základní struktury (pokles tvrdosti po žíhání v porovnání s as-built je u oceli 1.2709 očekáván [37], [3] a [4]), který vede k celkovému snížení tvrdosti. K prozkoumání této hypotézy by bylo nutné porovnat tvrdosti vzorků ve stavu po žíhání. Toto měření by bylo vhodné doplnit v následujících pracích. Důvodem těchto rozdílů může být rozdílný způsob přestupu tepla ve vakuu. Jak již bylo uvedeno v Kapitole 4.3, je možné, že použité časy tepelného zpracování nejsou dostatečné. Další možnou příčinou je delší čas ochlazování vynucený použitou vakuovou pecí.



Obrázek 57 Tvrđost HV30 jednotlivých zkoumaných vzorků z oceli 1.2709 připravené 3D tiskem

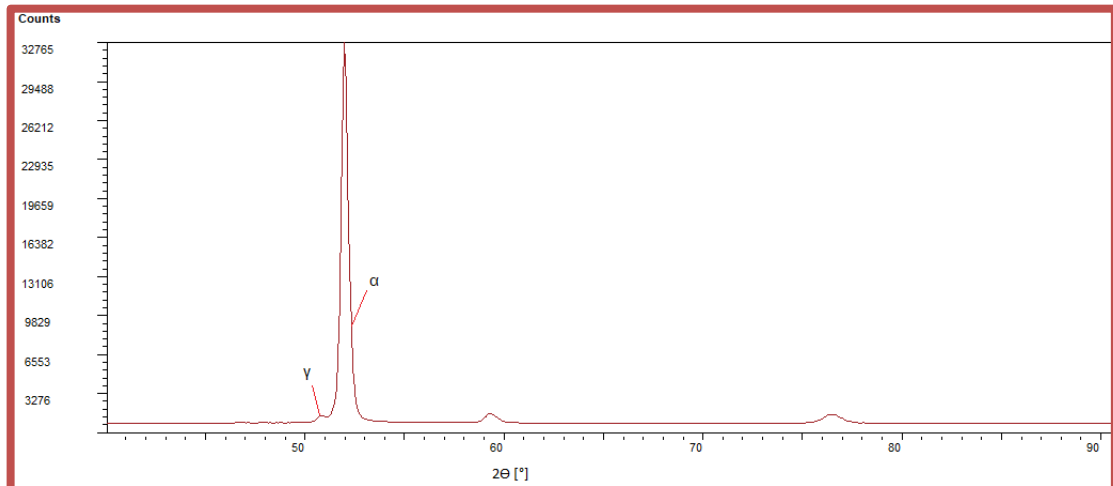
Porovnání naměřených tvrđostí s dostupnou literaturou je komplikované z důvodu rozdílných použitých metod měření, případně rozdílných zátěží. Všeobecně lze říct, že naměřené hodnoty tvrđosti jsou srovnatelné s hodnotami tvrđosti uvedenými v dostupné literatuře (viz Tabulka 11). V prostudované literatuře nebyl jednoznačně stanoven vliv použití rozpouštěcího žihání před stárnutím na výslednou tvrđost. V článku [4] byly zaznamenány mírně vyšší tvrđosti pro zpracování s provedeným žiháním, naproti tomu ve člancích [3] a [45] byla zaznamenána mírně vyšší tvrđost po přímém stárnutí. Ve všech případech se jedná o relativně malé diference v tvrđostech, jejichž příčinou mohou být drobné odchylky v mikrostruktuře oceli způsobené rozdíly při tisku vzorků a rozdíly v provedení jednotlivých operací tepelného zpracování. Na základě výsledků měření tvrđosti, provedených v této práci, lze usuzovat, že zařazení rozpouštěcího žihání při 820 °C po dobu 1 hodiny při použití atmosféry argonu a vzduchu mírně zvyšuje tvrđost 3D tištěné oceli 1.2709 v porovnání s pouze stárnutými vzorky.

Tabulka 14 Výsledky měření mikro a makrotvrđosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem

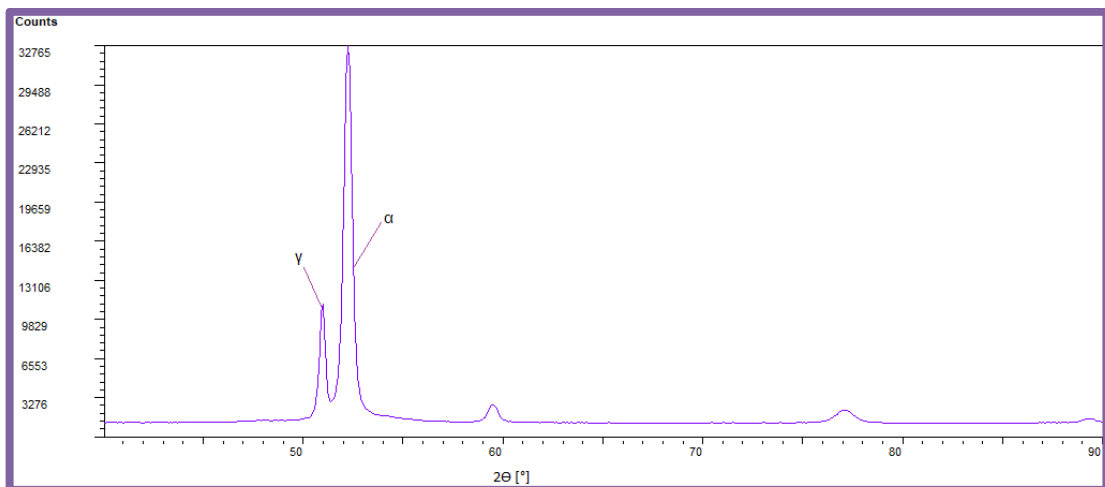
Označení vzorku	Stav	HV0,5	HV30
AS	as-built	378 ± 9	361 ± 4
PH-VZ	Stárnutí (vzduch)	607 ± 24	582 ± 2
SA-PH-VZ	Rozpouštěcí žihání + stárnutí (vzduch)	630 ± 11	612 ± 4
PH-AR	Stárnutí (argon)	604 ± 15	591 ± 6
SA-PH-AR	Rozpouštěcí žihání + stárnutí (argon)	625 ± 11	607 ± 7
PH-VA	Stárnutí (vakuum)	620 ± 12	598 ± 6
SA-PH-VA	Rozpouštěcí žihání + stárnutí (vakuum)	584 ± 13	574 ± 3

## 4.5 Analýza XRD

Pro prostudování obsahu zbytkového austenitu ve vzorcích bylo provedeno měření pomocí rentgenové difrakce. V případě vzorku PH-VZ bylo dodatečně provedeno měření pro okraj a pro střed vzorku z důvodu zaznamenaného zvýšení tvrdosti ve středu vzorku (viz Kapitola 4.4). Ukázková XRD spektra pro vzorek ve stavu as-built a vzorek po stárnutí v atmosféře vzduchu jsou uvedena na Obrázku 58. Výrazný sekundární pík viditelný na spektru vzorku po stárnutí (PH-VZ) představuje zvýšený obsah fáze  $\gamma$ , tedy zbytkového austenitu.



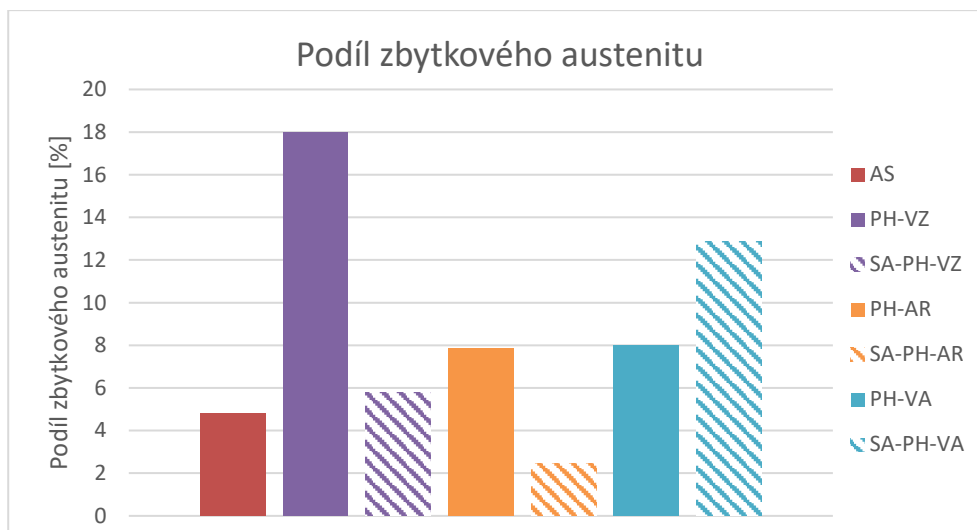
Vzorek as-built (vzorek AS)



Vzorek po stárnutí v atmosféře vzduchu (vzorek PH-VZ)

Obrázek 58 XDR spektra 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built a po stárnutí v atmosféře vzduchu

Graficky zpracované výsledky měření, vyhodnocené pomocí metody HKL fit, jsou uvedeny na Obrázku 59. Číselné hodnoty obsahů zbytkového austenitu jsou potom uvedeny v Tabulce 15.



Obrázek 59 Podíly zbytkového austenitu jednotlivých zkoumaných vzorků z 3D tištěné oceli 1.2709

Podíl zbytkového austenitu u vzorku as-built je 4,8 %. Tento obsah je mírně nižší, než byl pro stav as-built zaznamenán v rámci článků [3], [4] a srovnatelný s obsahem zaznamenaným v rámci článku [37].

V případě zpracování v atmosféře vzduchu vychází pro vzorek, u kterého bylo provedeno rozpouštěcí žíhání před stárnutím, podíl zbytkového austenitu 5,8 %. U vzorku po stárnutí bez rozpouštěcího žíhání byl zaznamenán velmi vysoký podíl zbytkového austenitu, který se blíží 20 %. Hodnoty byly relativně konstantní v celém objemu vzorku. V prostudované literatuře byl obdobně vysoký podíl zbytkového austenitu zaznamenán pouze v případě použití podstatně vyšších teplot stárnutí [4] (tepelná zpracování v tomto článku byla provedena v argonu). V článku [5], ve kterém bylo také provedeno tepelné zpracování v atmosféře vzduchu, byl výrazný nárůst podílu zbytkového austenitu zaznamenán až po stárnutí při teplotách vyšších než 490 °C.

Nejnižší změřený obsah zbytkového austenitu 2,5 % byl změřen ve vzorku, u kterého bylo provedeno rozpouštěcí žíhání a následné stárnutí v atmosféře argonu. Tento výsledek lze považovat za očekávaný, protože u tohoto vzorku byl zaznamenán nejvýraznější rozpad buněčné struktury oceli, přičemž zbytkový austenit se vyskytuje primárně právě na hranicích jednotlivých buněk (viz Kapitola 2.3.4). U vzorku po stárnutí bez rozpouštěcího žíhání byl zaznamenán obsah zbytkového austenitu vyšší než u vzorků, u kterých bylo rozpouštěcí žíhání provedeno. Takovýto výsledek je ve shodě s články [3] a [4].

U vzorků, zpracovaných ve vakuu, byl zjištěn o přibližně 5 % vyšší podíl zbytkového austenitu u vzorku po provedení rozpouštěcího žíhání před stárnutím (SA-PH-VA). Vliv provedení rozpouštěcího žíhání ve vakuu na podíl zbytkového austenitu je tedy opačný, než v případě tepelných zpracování provedených v argonu či na vzduchu. Tento rozdíl může mít několik příčin. Vliv může mít rozdílný přestup tepla ve vakuu, zmiňovaný v předchozích kapitolách. Dále je možné, že nižší rychlost ochlazování ve vakuové peci vede k nárůstu podílu zbytkového austenitu. Jak již bylo uvedeno, u konvenčně vyrobených ocelí by neměla mít rychlost ochlazování vliv na podíl martenzitické transformace. Je ale možné, že specifická struktura,

vzniklá při 3D tisku, ovlivňuje množství zbytkového austenitu v případě příliš pomalého ochlazování (v peci). V článku [41] byla provedena ochlazení po rozpouštěcím žíhání v peci v ochranné atmosféře argonu a tento problém zaznamenán nebyl. Je ale třeba uvést, že v tomto článku nebyl průběh ochlazení popsán. V článku [37] ze stejného institutu bylo při ochlazení v peci provedeno rychlé ochlazení pod teplotu 500 °C s následným pomalým ochlazením na pokojovou teplotu.

U všech porovnávaných prostředí platilo, že vyšší tvrdosti bylo dosaženo u vzorku s nižším obsahem zbytkového austenitu, což odpovídá očekávání. Přestože zařazení rozpouštěcího žíhání pouze mírně ovlivňuje hodnoty tvrdosti, je vidět, že hodnoty podílu zbytkového austenitu ovlivňuje výrazně, což je v souladu s literaturou [4]. Nicméně na základě měření tvrdosti a analýzy zbytkového austenitu lze předpokládat, že obsah zbytkového austenitu má na tvrdost vliv především před stárnutím. I u vzorku s vysokým podílem zbytkového austenitu po stárnutí (PH-VZ) byla zaznamenána vysoká tvrdost porovnatelná se shodně zpracovanými vzorky, u kterých byl podíl austenitu méně než poloviční. Toto lze brát jako potvrzení předpokladu uvedeného v Kapitole 2.3.4, a sice že podíl zbytkového austenitu ve výsledné struktuře má pouze malý vliv na výslednou tvrdost. K podrobnějšímu prostudování vlivu zbytkového austenitu na tvrdost by bylo potřeba provést měření i pro stav po rozpouštěcím žíhání bez stárnutí. Tato měření by bylo vhodné provést v navazujících pracích zabývajících se touto ocelí.

Tabulka 15 Výsledky XRD měření podílu zbytkového austenitu 3D tištěné oceli 1.2709

	Martenzit [%]	Austenit [%]
AS	95,2	4,8
PH-VZ kraj	80,9	19,1
PH-VZ střed	81,1	18,9
PH-VZ	82	18
SA-PH-VZ	94,2	5,8
SA-PH-AR	97,6	2,5
PH-AR	92,1	7,8
SA-PH-VA	87,1	12,9
PH-VA	92	8

#### 4.6 Shrnutí výsledků

Shrnutí výsledků měření a pozorování vzorků po provedeném tepelném zpracování pro různé ochranné atmosféry je uvedeno na Obrázku 60.

Po tepelném zpracování provedeném v atmosférách vzduchu a argonu bylo dosaženo vyšší tvrdosti, výraznějšího rozpadu buněčné struktury a nižšího obsahu zbytkového austenitu ve struktuře po provedení rozpouštěcího žíhání před stárnutím. Rozpouštěcí žíhání vede k homogenizaci struktury a rozpadu buněčné struktury bohaté na legující prvky. To, že nižší obsah zbytkového austenitu bude zaznamenán u vzorků s výraznějším rozpadem buněčné struktury vzniklé při 3D tisku, je očekávané, protože zbytkový austenit se primárně vyskytuje právě u hranic těchto buněk [38] [41]. Vzhledem k výrazným nárůstům podílu zbytkového austenitu v případě provedení přímého stárnutí lze předpokládat, že nehomogenita struktury a přítomnost zbytkového austenitu umocňuje reaustenitizaci, ke které dochází při stárnutí oceli. V případě tepelného zpracování provedeného v argonu bylo dosaženo podstatně nižšího obsahu

zbytkového austenitu a výraznějšího rozpadu buněčné struktury v porovnání se zpracováním provedeným na vzduchu.

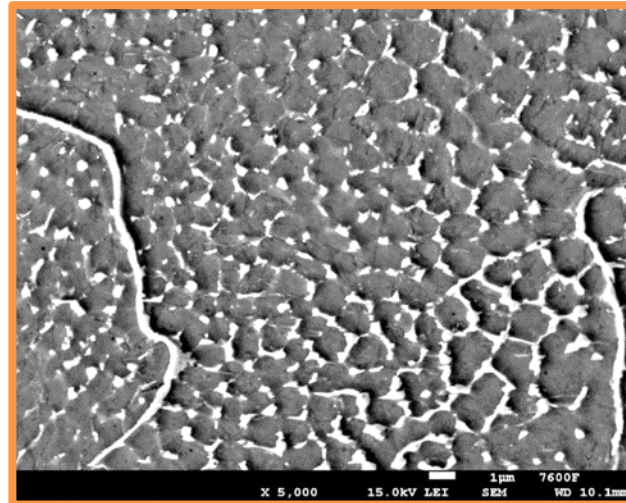
Mírné nárůsty tvrdosti v případě provedení rozpouštěcího žíhání v atmosférách vzduchu a argonu jsou pravděpodobně způsobeny poklesem zbytkového austenitu ve struktuře před následným stárnutím. Zdá se, že zbytkový austenit ve výsledné struktuře nemá na změřenou tvrdost významný vliv, protože v případě stárnutí v atmosféře vzduchu byla i přes vysoký podíl zbytkového austenitu zaznamenána tvrdost porovnatelná s ostatními stavy.

V případě tepelného zpracování ve vakuu byl po provedení rozpouštěcího žíhání a následného stárnutí zaznamenán vyšší obsah zbytkového austenitu a nižší tvrdost. Rozpad struktury a jeho souvislost s podílem zbytkového austenitu je obtížně hodnotitelný z důvodu nehomogenního rozpadu, který byl zaznamenán v případě použití rozpouštěcího žíhání. Tvrdosti byly stejně jako po tepelném zpracování v atmosférách vzduchu a argonu zaznamenány vyšší v případě vzorků s nižším obsahem zbytkového austenitu (PH-VA). To, že vyšší podíl zbytkového austenitu byl zaznamenán u vzorku po rozpouštěcím žíhání a následném stárnutí, může být způsobeno pomalejším ochlazením po tepelném zpracování. Další možností je rozdílný mechanismus přestupu tepla ve vakuu, kvůli kterému nemusejí být použité teploty a časy tepelného zpracování vyhovující. Je možné, že například rozpouštěcí žíhání při teplotě 940 °C po dobu 2 hodin doporučené dodavatelem [25], by vedlo k výsledkům porovnatelným s ostatními prostředími.

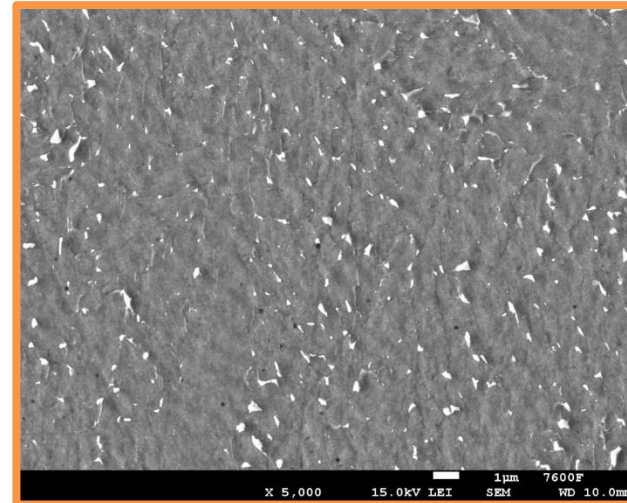
Tvrdost, podíl zbytkového austenitu a pozorovatelné změny ve struktuře v případě vzorku pouze po stárnutí ve vakuu jsou srovnatelné se shodně zpracovaným vzorkem v ochranné atmosféře argonu. Na základě porovnání s přímým stárnutím v atmosféře vzduchu lze usuzovat, že použití ochranné atmosféry při tomto tepelném zpracování vede k mírně výraznějšímu rozpadu buněčné struktury a k podstatně nižšímu podílu zbytkového austenitu, ale nemá významný vliv na tvrdost materiálu.

Celkově lze konstatovat, že prostředí tepelného zpracování má významný vliv na podíl zbytkového austenitu a na změny v mikrostruktuře materiálu, ale nemá výrazný vliv na tvrdost. Zařazení rozpouštěcího žíhání má podstatný vliv na podíl zbytkového austenitu a rozpad struktury, přičemž v případě jeho zařazení při zpracování v atmosférách argonu a vakua dochází k mírnému nárůstu tvrdosti.

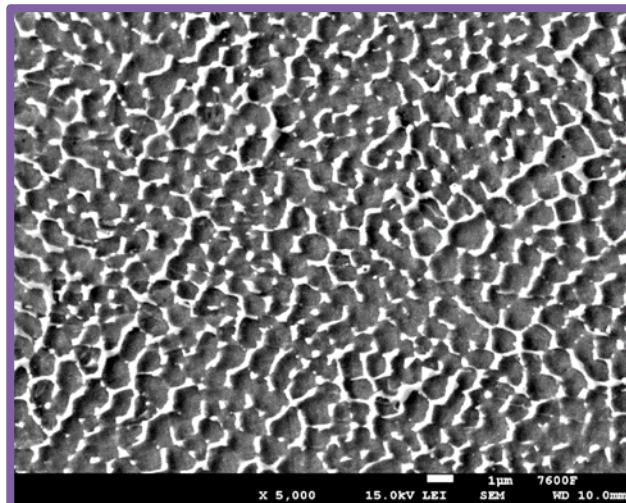
Tyto výsledky by bylo vhodné v navazujících pracích doplnit o provedení tahové zkoušky a zkoušky rázem v ohybu pro všechny porovnávané stavy. S ohledem na výše uvedené by bylo vhodné zhodnotit také vliv samotného rozpouštěcího žíhání na strukturu a mechanické vlastnosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem.



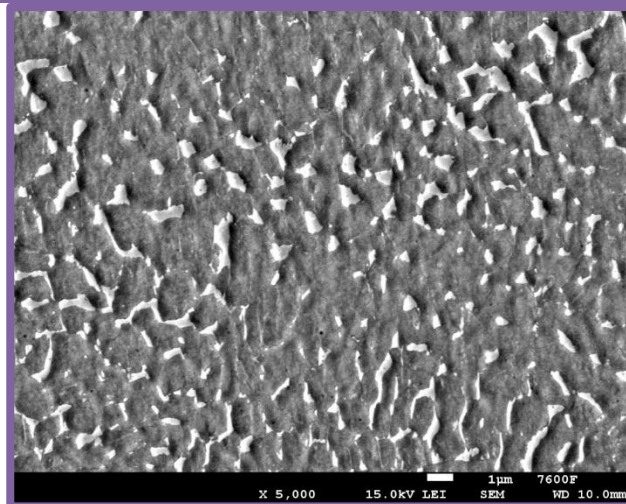
Stárnutí 480 °C/6 h argon (vzorek PH-AR) - ochlazeno na vzduchu



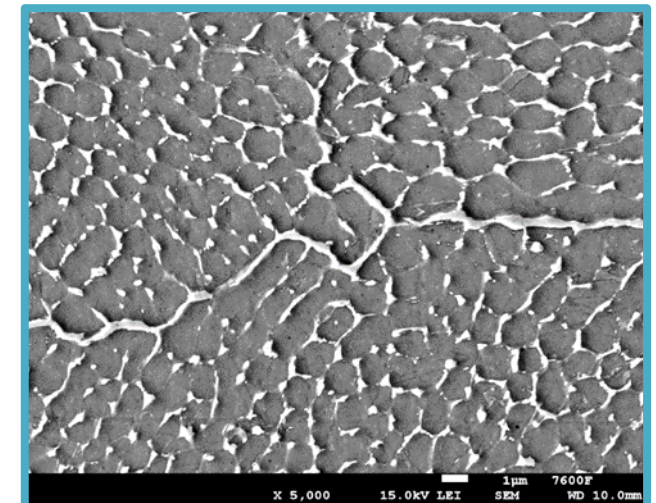
Rozpouštěcí žihání 825 °C/1 h a stárnutí 480 °C/6 h argon (vzorek SA-PH-AR) - ochlazeno na vzduchu



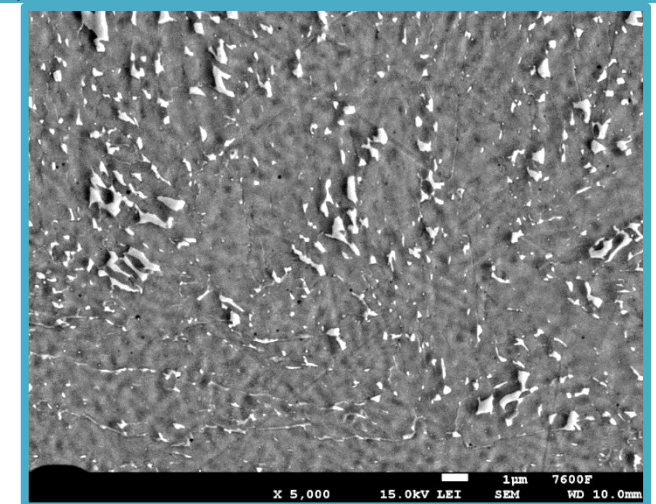
Stárnutí 480 °C/6 h vzduch (PH-VZ) - ochlazeno na vzduchu



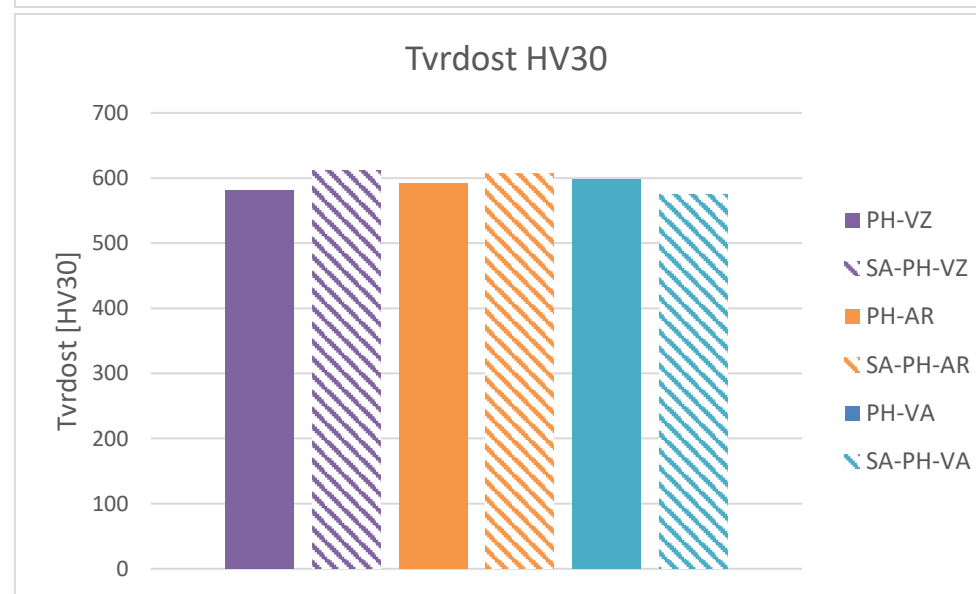
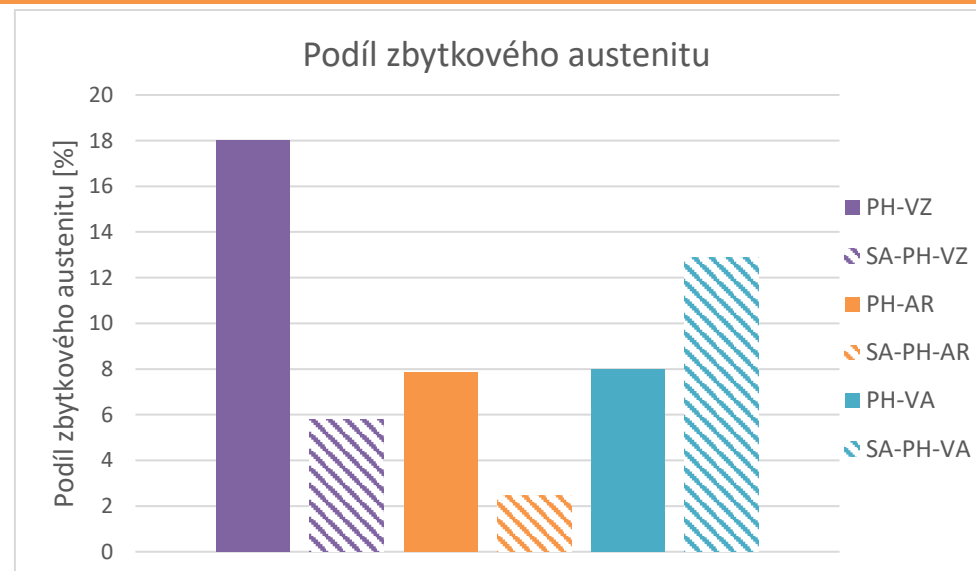
Rozpouštěcí žihání 825 °C/1 h a stárnutí 480 °C/6 h vzduch (vzorek SA-PH-VZ) - ochlazeno na vzduchu



Stárnutí 480 °C/6 h vakuum (vzorek PH-VA) - ochlazeno v peci



Rozpouštěcí žihání 825 °C/1 h a stárnutí 480 °C/6 h vakuum (vzorek SA-PH-VA) - ochlazeno v peci



Obrázek 60 Shrnutí provedených zkoušek a pozorování pomocí SEM



## 5. Závěry

Bylo provedeno hodnocení struktury a mechanických vlastností 3D tištěné nástrojové oceli 1.2709 připravené metodou SLM ve stavu as-built a po dvou režimech tepelného zpracování, jmenovitě rozpouštěcí žíhání při teplotě 825 °C po dobu 1 hodiny a stárnutí při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin (SA+PH) a přímé stárnutí při teplotě 480 °C po dobu 6 hodin (PH). Oba režimy byly provedeny v atmosférách vzduchu, argonu a vakua. Vzorky zpracované ve vakuu byly ochlazeny pomaleji (ochlazení v peci) než v případě ostatních ochranných atmosfér.

Z dosažených výsledků je možné konstatovat následující:

1. Obrazovou analýzou bylo zjištěno, že pórovitost sledovaných vzorků se pohybovala v rozmezí 0,02 – 0,17 %.
2. Pozorováním světelnou mikroskopií bylo zjištěno:
  - a. Struktura ve stavu as-built v příčném a podélném řezu se dle očekávání liší.
  - b. Pozorovatelné rozdíly ve struktuře zůstávají i po tepelném zpracování.
3. Po všech provedených tepelných zpracováních bylo dosaženo podstatného nárůstu tvrdosti oproti stavu as-built.
4. Průběh tvrdosti od okraje do jádra vzorku je pro všechna provedená tepelná zpracování konstantní.
5. V případě použití atmosfér argonu a vzduchu se po zpracování SA+PH dosahuje mírně vyšší tvrdosti v porovnání se stavem PH.
6. Mezi tvrdostmi po obou režimech tepelného zpracování v argonu a na vzduchu není výrazný rozdíl.
7. V případě zpracování ve vakuu bylo mírně vyšší tvrdosti dosaženo po zpracování PH, tato tvrdost byla porovnatelná s tvrdostmi po zpracování PH v ostatních atmosférách.
8. Pozorováním pomocí skenovací elektronové mikroskope bylo zjištěno:
  - a. Struktura ve stavu as-built je dle očekávání tvořena jemnou buněčnou strukturou.
  - b. Na hranicích buněk této struktury byl zaznamenán zvýšený obsah Ti a Mo.
  - c. Ve všech vzorcích byla zaznamenána přítomnost sférických částic s rozměry přibližně 100 nm, obsahujících zvýšené množství Ti, Al a O.
  - d. Při všech provedených tepelných zpracováních dochází k výraznému narušení buněčné struktury.
  - e. V případě tepelného zpracování v argonu a na vzduchu je rozpad výraznější v případě provedení SA+PH.
  - f. Režim tepelného zpracování SA+PH ve vakuu vedl k nehomogennímu rozpadu struktury.
  - g. Z porovnávaných atmosfér je nejvýraznější rozpad struktury po tepelném zpracování v argonu.
9. Pro všechna porovnávaná prostředí tepelného zpracování platí, že vyšší tvrdosti je dosaženo u stavu s nižším podílem zbytkového austenitu.
10. V případě tepelného zpracování v argonu a na vzduchu je dosaženo podstatně nižšího obsahu zbytkového austenitu po SA+PH.
11. Při použití ochranné atmosféry argonu bylo dosaženo nejnižšího podílu zbytkového austenitu.

Cíle diplomové práce byly splněny.

## Použitá literatura

- [1] VAROTSIS, A. B. Introduction-metal-3d-printing. *3dhubs* [online]. 3D hubs B.V, 2020 [cit. 2020-11-23]. Dostupné z: <https://www.3dhubs.com/knowledge-base/introduction-metal-3d-printing/#what>.
- [2] BERÁNEK, L. Lítáme v 3D tisku?! (záznam panelové diskuse SČLP z 29. 11. 2017). *Youtube* [online]. Praha, 2017 [cit. 2021-6-23]. Dostupné z: <https://www.youtube.com/watch?v=K8lnEWYyz6Y>
- [3] TAN, Ch., K. ZHOU, W. MA, P. ZHANG, M. LIU a T. KUANG. *Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel*. 2017, **134**, 23-34. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2017.08.026
- [4] BAI, Y., D. WANG, Y. YANG a H. WANG. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of maraging steel by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, **760**, 105-117. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2019.05.115
- [5] MOONEY, B., K. I. KOUROUSIS a R. RAGHAVENDRA. Plastic anisotropy of additively manufactured maraging steel: Influence of the build orientation and heat treatments. *Additive Manufacturing*. 2019, **25**, 19-31. ISSN 22148604. Dostupné z: doi:10.1016/j.addma.2018.10.032
- [6] PANCHENKO, O. V., L. A. ZHABREV, D. V. KURUSHKIN a A. A. POPOVICH. Macrostructure and Mechanical Properties of Al – Si, Al – Mg – Si, and Al – Mg – Mn Aluminum Alloys Produced by Electric Arc Additive Growth. *Metal Science and Heat Treatment*. 2019, **60**(11-12), 749-754. ISSN 0026-0673. Dostupné z: doi:10.1007/s11041-019-00351-z
- [7] ZETKOVÁ, I. *Problematika výroby strojních kovových součástí 3D tiskem*. PLZEŇ, 2017. DISERTAČNÍ PRÁCE. ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI FAKULTA STROJNÍ. Vedoucí práce Doc. Ing. Jiří Česánek, Ph.D.
- [8] *DMLS Direct Metal Laser Sintering: Systémy pro laserové spékání kovových prášků* [online]. Praha: České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní, Ústav technologie obrábění, projektování a metrologie, 2015 [cit. 2021-7-19]. Dostupné z: [http://u12134.fs.cvut.cz/podklady/MT2/2018%20-%20Aditivn%C3%AD%20technologie\\_Tisk%20kovov%C3%BDch%20materi%C3%A1l%C5%AF.pdf](http://u12134.fs.cvut.cz/podklady/MT2/2018%20-%20Aditivn%C3%AD%20technologie_Tisk%20kovov%C3%BDch%20materi%C3%A1l%C5%AF.pdf)
- [9] JASON, D., B. ROBERT a R. TREPINGTON. Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain. *Johnson Matthey Technol. Rev.* 2015, **59**(3), 243–256.
- [10] Souhrnný katalog - Aditivní technologie. *Misan* [online]. Lysá nad Labem: Misan s.r.o, 2020 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: <https://www.misan.cz/pdf/-souhrnny-katalog---aditivni-technologie/>

- [11] Additive Manufacturing. *European Powder Metallurgy Association* [online]. Belgium: European Powder Metallurgy Association AISBL, 2020 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: <https://www.epma.com/additive-manufacturing>
- [12] Metal 3D Printing for Tooling Applications. *Objective3d* [online]. Australia: OBJECTIVE3D, 2021 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: <https://www.objective3d.com.au/metal-3dprinting-for-tooling-applications/>
- [13] MACEK, K. *Kovové materiály*. V Praze: Nakladatelství ČVUT, 2006. ISBN 80-010-3513-1.
- [14] MAZANCOVÁ, E. *Technické materiály I: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2577-9.
- [15] MOURITZ, A. P. *Introduction to aerospace materials*. Oxford: Woodhead Publishing, 2012. Woodhead publishing in materials. ISBN 978-085-7095-152.
- [16] Maraging Tool Steels. *Totalmateria* [online]. Metals, 2008 [cit. 2020-11-23]. Dostupné z: <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&LN=IT&site=kts&NM=231>
- [17] *ALUMINUM IN MARAGING STEEL NI8F6M3*. Moskva, 1990. I. P. Bardin Central Scientific-Research Institute of Ferrous Metallurgy.
- [18] *ASM handbook. Volume 4, Heat treatin*. ASM International, 1991. ISBN 978-1-61503-162-7.
- [19] *Vysokopevné a vysokolegované oceli, superslitiny*. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní, Ústav materiálového inženýrství, 2014. Dostupné také z: [http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/10/01\\_pm\\_vyskopevne\\_a\\_vysokolegovane\\_oceli\\_a\\_slitiny\\_ni\\_a\\_co.pdf](http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/10/01_pm_vyskopevne_a_vysokolegovane_oceli_a_slitiny_ni_a_co.pdf)
- [20] 1.2709: Germany DIN 1.2709 Cold working alloy tool steel and 1.2709 Mechanical Properties, Chemical Element, Cross Reference, Datasheet. *Steel Grades* [online]. 2019 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: <https://www.steel-grades.com/Steel-Grades/Tool-Steel-Hard-Alloy/1-2709.html>
- [21] NÁSTROJOVÁ OCEL VACO 180. *Bolzano* [online]. Bratislava: Bohdan Bolzano, 2020 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: <https://bolzano.cz/wp-content/uploads/2020/01/Vaco-1801.pdf>
- [22] CL 50WS Maraging steel. *General Electric* [online]. Boston: General Electric Company, 2021 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: [https://www.ge.com/additive/sites/default/files/2018-12/CLMAT\\_50WS\\_DS\\_EN\\_US\\_2\\_v1.pdf](https://www.ge.com/additive/sites/default/files/2018-12/CLMAT_50WS_DS_EN_US_2_v1.pdf)
- [23] EOS MaragingSteel MS1. *EOS* [online]. Německo: EOS, 2014 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: [https://www.eos.info/03\\_system-related-assets/material-related-contents/metal-materials-and-examples/metal-material-datasheet/werkzeugstahl\\_ms1\\_cx/ms1/ms-ms1-m280\\_m290\\_400w\\_material\\_data\\_sheet\\_05-14\\_en.pdf](https://www.eos.info/03_system-related-assets/material-related-contents/metal-materials-and-examples/metal-material-datasheet/werkzeugstahl_ms1_cx/ms1/ms-ms1-m280_m290_400w_material_data_sheet_05-14_en.pdf)
- [24] *Tool Steel 1.2709-A LMF*. Material data sheet, version 6. TRUMPF, 2019.
- [25] EOS ToolSteel 1.2709: Material Data Sheet. *EOS* [online]. Německo: EOS, 2020 [cit. 2021-3-21]. Dostupné z: [https://www.eos.info/03\\_system-related-assets/material-related-](https://www.eos.info/03_system-related-assets/material-related-)

contents/metal-materials-and-examples/metal-material-datasheet/werkzeugstahl\_ms1\_cx/material\_datasheet\_eos\_toolsteel\_1.2709\_premium\_en\_2020\_web.pdf

[26] YAP, C. Y., C. K. CHUA, Z. L. DONG, Z. H. LIU, D. Q. ZHANG, L. E. LOH a S. L. SING. Review of selective laser melting: Materials and applications. *Applied Physics Reviews*. 2015, **2**(4). ISSN 1931-9401. Dostupné z: doi:10.1063/1.4935926

[27] YASA, E., K. KEMPEN, J.-P. KRUTH, L. THIJSS a J. VAN HUMBEECK. *MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF MARAGING STEEL 300 AFTER SELECTIVE LASER MELTING*. Catholic University of Leuven, 2010.

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

[29] HATOS, I., I. FEKETE, D. HARANGOZÓ a H. HARGITAI. Influence of Local Porosity on the Mechanical Properties of Direct Metal Laser-Sintered 1.2709 Alloy. *Strojniški vestnik – Journal of Mechanical Engineering*. 2020, **66**(6), 351-357. ISSN 00392480. Dostupné z: doi:10.5545/sv-jme.2020.6573

[30] MONKOVA, K., I. ZETKOVA, L. KUČEROVÁ, M. ZETEK, P. MONKA a M. DAŇA. Study of 3D printing direction and effects of heat treatment on mechanical properties of MS1 maraging steel. *Archive of Applied Mechanics*. 2019, **89**(5), 791-804. ISSN 0939-1533. Dostupné z: doi:10.1007/s00419-018-1389-3

[31] VISHWAKARMA, J., K. CHATTOPADHYAY a N.C. SANTHI SRINIVAS. Effect of build orientation on microstructure and tensile behaviour of selectively laser melted M300 maraging steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2020, **798**. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2020.140130

[32] FREY, M., M. SHELLABEAR a L. THORSSON. *Mechanical Testing of DMLS Parts* [online]. Německo: materials EOS [cit. 2021-6-26]. Dostupné z: [https://webbuilder5.asiannet.com/ftp/2684/EOS\\_Whitepaper\\_MechTesting\\_ENG\\_1109\\_3.pdf](https://webbuilder5.asiannet.com/ftp/2684/EOS_Whitepaper_MechTesting_ENG_1109_3.pdf)

[33] CROCCOLO, D., M. DE AGOSTINIS, S. FINI, G. OLMI, A. VRANIC a S. CIRIC-KOSTIC. *Influence of the build orientation on the fatigue strength of EOS maraging steel produced by additive metal machine*. 2016, **39**(5), 637-647. ISSN 8756758X. Dostupné z: doi:10.1111/ffe.12395

[34] DAMON, J., T. HANEMANN, S. DIETRICH, G. GRAF, K.-H. LANG a V. SCHULZE. Orientation dependent fatigue performance and mechanisms of selective laser melted maraging steel X3NiCoMoTi18-9-5. *International Journal of Fatigue*. 2019, **127**, 395-402. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2019.06.025

[35] BAI, Y., Y. YANG, D. WANG a M. ZHANG. Influence mechanism of parameters process and mechanical properties evolution mechanism of maraging steel 300 by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, **2017**(703), 116-123. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2016.12.209

- [36] PRASHANTH, K.G. a J. ECKERT. Formation of metastable cellular microstructures in selective laser melted alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017, **707**, 27-34. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2016.12.209
- [37] KUČEROVÁ, L., I. ZETKOVÁ, A. JANDOVÁ a M. BYSTRIANSKÝ. Microstructural characterisation and in-situ straining of additive-manufactured X3NiCoMoTi 18-9-5 maraging steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, **750(750)**, 70-80. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2019.02.041
- [38] KUČEROVÁ, L., I. ZETKOVÁ, Š. JENÍČEK a K. BURDOVÁ. Production of Hybrid Joints by Selective Laser Melting of Maraging Tool Steel 1.2709 on Conventionally Produced Parts of the Same Steel. *Materials*. 2021, **14(9)**. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma14092105
- [39] ANSELL, T.Y., J. P. RICKS, C. PARK, Ch. S. TIPPER a C. C. LUHRS. Mechanical Properties of 3D-Printed Maraging Steel Induced by Environmental Exposure. *Metals*. 2020, **10(2)**. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met10020218
- [40] KEMPEN, K., E. YASA, L. THUIS, J.-P. KRUTH a J. VAN HUMBEECK. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel. *Physics Procedia*. 2011, **12**, 255-263. ISSN 18753892. Dostupné z: doi:10.1016/j.phpro.2011.03.033
- [41] KUČEROVÁ, L., K. BURDOVÁ, Š. JENÍČEK a I. CHENA. Effect of solution annealing and precipitation hardening at 250 °C–550 °C on microstructure and mechanical properties of additively manufactured 1.2709 maraging steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2021, **814**. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2021.141195
- [42] CROCCOLO, D., M. DE AGOSTINIS, S. FINI, G. OLMI, F. ROBUSTO, S. ĆIRIĆ KOSTIĆ, A. VRANIĆ a N. BOGOJEVIĆ. Fatigue Response of As-Built DMLS Maraging Steel and Effects of Aging, Machining, and Peening Treatments. *Metals*. 2018, **8(7)**. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met8070505
- [43] PENG, T. a Ch. CHEN. Influence of energy density on energy demand and porosity of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*. 2018, **5(1)**, 55-62. ISSN 2288-6206. Dostupné z: doi:10.1007/s40684-018-0006-9
- [44] 18 Ni Maraging Steel for Laser Powder Bed Fusion (PBF-LB). *Matmatch* [online]. Matmatch [cit. 2021-7-14]. Dostupné z: <https://matmatch.com/materials/metc000090-18-ni-maraging-steel-for-laser-powder-bed-fusion-pbf-lb->
- [45] SONG, J., Q. TANG, Q. FENG, et al. *Effect of heat treatment on microstructure and mechanical behaviours of 18Ni-300 maraging steel manufactured by selective laser melting*. 2019, **120**. ISSN 00303992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2019.105725

## Seznam obrázků

Obrázek 1 Schéma technologie SLM/DMLS [7].....	11
Obrázek 2 Porovnání mechanických vlastností běžně používaných materiálů pro 3D tisk [11] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	13
Obrázek 3 SEM snímky typické morfologie částic pro výrobní metody a) HDH proces, b) plynová atomizace, c) plazmová atomizace a d) atomizace rotující elektrodou [9] .....	14
Obrázek 4 Vliv obsahu niklu a dalších prvků na zvýšení tvrdosti stárnutím oceli Fe-Ni-X [9].....	15
Obrázek 5 Závislost tvrdosti maraging oceli na obsahu Co, Mo [16] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	16
Obrázek 6 Vliv obsahu niklu na teplotu fázových přeměn pro slitinu Fe-Ni, 7 % Co, 5 % Mo, 0,4 % Ti [13].....	17
Obrázek 7 Tvrdost uvedených maraging ocelí v závislosti na čase stárnutí při teplotě 455 °C [18] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	18
Obrázek 8 Porovnání meze pevnosti a lomové houževnatosti maraging ocelí a konvenčních vysokopevných ocelí [18] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	20
Obrázek 9 Závislost relativní hustoty na skenovací rychlosti a tloušťce vrstvy pro 3D tištěnou ocel 1.2709 [27] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	22
Obrázek 10 Závislost relativní hustoty na hustotě vnesené energie pro 3D tištěnou ocel 1.2709 [28] (přeloženo pro účely diplomové práce).....	22
Obrázek 11 Závislost makro a mikrotvrdosti na skenovací rychlosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem [27] (přeloženo pro účely diplomové práce).....	23
Obrázek 12 Záznam tahové zkoušky oceli 1.2709 připravené 3D tiskem pro různé hustoty vzorků [28] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	23
Obrázek 13 Záznam tahových zkoušek vzorků 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built pro různé orientace tisku [30] (přeloženo pro účely diplomové práce).....	24
Obrázek 14 Mikrostruktura tištěné martenzitické oceli 1.2709 v příčném a podélném řezu [7]25	
Obrázek 15 SEM snímky buněčné struktury tištěné oceli 1.2709 v příčném řezu [35] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	25
Obrázek 16 LM snímky struktury as-built oceli 1.2709 připravené 3D tiskem leptané a) leptadlem Nital 3 % b, c) leptadlem Adler [37].....	26
Obrázek 17 SEM snímky mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem vzniklé po rozpouštěcím žíhání při 840 °C/1 h [35] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	27
Obrázek 18 LM snímky příčného a podélného řezu struktury 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built (a, d) a po rozpouštěcím žíhání při 820 °C/20 min (b, e) [37] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	28
Obrázek 19 SEM snímky 3D tištěné oceli 1.2709 po rozpouštěcím žíhání při 820 °C/20 min [37] .....	28
Obrázek 20 SEM snímky mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po rozpouštěcím žíhání při 820 °C/1 h a následném stárnutí při 480 °C/6 h [35] (přeloženo pro účely diplomové práce) .....	29
Obrázek 21 Mikrostruktura oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po rozpouštěcím žíhání při 840 °C/1 h a stárnutí při 490 °C/6 h [3].....	29
Obrázek 22 Mikrostruktura oceli 1.2709 připravené 3D tiskem po stárnutí při 490 °C/6 h [37] 30	

Obrázek 23 STEM snímky a EDS mapování 3D tištěné oceli 1.2709 po stárnutí při 490 °C/6 h [3]	31
Obrázek 24 TEM snímky struktury 3D tištěné oceli 1.2709 po stárnutí při 490 °C/6 h a příslušné SAED vzory [3]	32
Obrázek 25 Snímky struktury oceli 1.2709 pro stavy a) as-built b) 490 °C/6 h (stárnutí) c) 600 °C/6 h (stárnutí) d) 900 °C/45 min (rozpouštěcí žíhání) [39]	33
Obrázek 26 Závislost napětí na deformaci 3D tištěných vzorků oceli 1.2709 pro různá tepelná zpracování [3] (upraveno pro účely diplomové práce)	35
Obrázek 27 Porovnání mechanických vlastností oceli 1.2709 připravené 3D tiskem a vyrobené konvenční technologií pro různá tepelná zpracování [37] (vytvořeno pro účely diplomové práce)	35
Obrázek 28 Porovnání tvrdostí dosažených pro různé parametry stárnutí 3D tištěné oceli 1.2709 [27] (vytvořeno pro účely diplomové práce)	36
Obrázek 29 Tvrdost 3D tiskem připravené oceli 1.2709 po různých procesech stárnutí [40] (přeloženo pro účely diplomové práce)	36
Obrázek 30 Závislost mikrotvrdosti na teplotě a čase stárnutí pro vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 bez rozpouštěcího žíhání (DAT) a vzorky stárnuté po rozpouštěcím žíháním při 900 °C/1 h (SAT) [4] (přeloženo pro účely diplomové práce)	38
Obrázek 31 Závislosti napětí - deformace pro rozdílné teploty a časy stárnutí pro vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 bez rozpouštěcího žíhání (DAT) a vzorků stárnutých po rozpouštěcím žíháním při 900 °C/1 h (SAT) [4] (přeloženo pro účely diplomové práce)	39
Obrázek 32 Mez pevnosti a tažnost pro různé časy a teploty stárnutí pro vzorky z oceli 1.2709, připravené 3D tiskem ve stavu as-built, připravené 3D tiskem s následným rozpouštěcím žíháním při 940 °C/2 h, připravené 3D tiskem s následným rozpouštěcím žíháním při 820 °C/1 h a konvenčně vyrobenou ekvivalentní ocelí Vaco 180 (přeloženo pro účely diplomové práce) [41]	41
Obrázek 33 Závislosti meze kluzu, meze pevnosti, celkové tažnosti a tvrdosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem na teplotě a čase stárnutí [5] (přeloženo pro účely diplomové práce) ...	42
Obrázek 34 Závislost absorbované energie na teplotě a čase stárnutí pro vzorky z 3D tištěné oceli 1.2709 bez rozpouštěcího žíhání (DAT) a vzorky stárnuté po rozpouštěcím žíháním při 900 °C/1 h (SAT) [4] (přeloženo pro účely diplomové práce)	43
Obrázek 35 Meze únavy pro sady vzorků 3D tištěné oceli 1.2709, po stárnutí bez obrobení (sada H), tepelně nezpracované a neobrobené (sada N), tepelně nezpracované a obrobené (sada M), po stárnutí a obrobení (sada HM) a tepelně nezpracované, kuličkováné po obrábění (sada MP) [42] (přeloženo pro účely diplomové práce)	44
Obrázek 36 SEM snímek použitého prášku oceli 1.2709-A LMF	47
Obrázek 37 EDS Spektrograf analyzovaného prášku oceli 1.2709-A LMF	48
Obrázek 38 Ultrazvukový čistič PSO 3000 A	49
Obrázek 39 Vakuová pec Xerion	50
Obrázek 40 Trubková žíhací pec	50
Obrázek 41 Umístění měření průběhů tvrdosti ve vzorcích	51
Obrázek 42 Výsledek obrazové analýzy z programu Olympus Stream pro vzorek z 3D tištěné oceli 1.2709 žíháný a po stárnutí na vzduchu (vzorek SA-PH-VA-B)	52
Obrázek 43 Porozita jednotlivých zkoumaných vzorků z oceli 1.2709 připravené 3D tiskem	53
Obrázek 44 LM snímek porozity indukované plyny 3D tištěné oceli 1.2709 (vzorek SA-PH-AR)	54

Obrázek 45 LM snímek porozity 3D tištěné oceli 1.2709 způsobené nedokonalým spojením materiálu (vzorek PH-VZ) .....	54
Obrázek 46 Příčný a podélný řez as-built stavu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vzorek AS) .....	55
Obrázek 47 LM snímky mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem pro různá tepelná zpracování .....	57
Obrázek 48 SEM snímky as-built struktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vzorek AS) .....	58
Obrázek 49 EDS mapy as-built struktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vzorek AS) .....	59
Obrázek 50 Vliv tepelného zpracování na mikrostruktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vlevo zvětšení 5000x, vpravo zvětšení 15000x).....	60
Obrázek 51 Sférická částice pozorovaná na SEM snímku 3D tištěné oceli 1.2709 po stárnutí v atmosféře argonu (vzorek PH-AR).....	61
Obrázek 52 SEM snímek 3D tištěné oceli 1.2709 po rozpouštěcím žíhání a stárnutí v atmosféře vzduchu (vzorek SA-PH-VZ) se zobrazenými nanoprecipitáty .....	61
Obrázek 53 EDS mapy částic pozorovaných v mikrostruktuře 3D tištěné oceli 1.2709 (vzorek SA-PH-AR) .....	62
Obrázek 54 Vliv použitých atmosfér tepelného zpracování na strukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (SA – rozpouštěcí žíhání, PH – stárnutí) .....	64
Obrázek 55 Průběhy mikrotvrdostí HV0,5 pro jednotlivé řezy a měření makrotvrdosti HV30 pro 3D tištěnou ocel 1.2709 po SA + PH v atmosféře vakua (vzorek SA-PH-VA) .....	65
Obrázek 56 Průběh mikrotvrdosti HV0,5 v podélném řezu pro 3D tištěnou ocel 1.2709 po stárnutí při 480 °C/6 h v atmosféře vzduchu (vzorek PH-VZ) .....	66
Obrázek 57 Tvrdost HV30 jednotlivých zkoumaných vzorků z oceli 1.2709 připravené 3D tiskem .....	67
Obrázek 58 XDR spektra 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built a po stárnutí v atmosféře vzduchu .....	68
Obrázek 59 Podíly zbytkového austenitu jednotlivých zkoumaných vzorků z 3D tištěné oceli 1.2709 .....	69
Obrázek 60 Shrnutí provedených zkoušek a pozorování pomocí SEM .....	72
Obrázek 61 LM snímky vlivu tepelného zpracování ve vzduchu na strukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem .....	82
Obrázek 62 LM snímky vlivu tepelného zpracování v argonu na struktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem .....	83
Obrázek 63 LM snímky vlivu tepelného zpracování ve vakuu na strukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem .....	84
Obrázek 64 SEM snímek mikrostruktury vzorku PH-VZ (zvětšení 1300x) .....	85
Obrázek 65 SEM snímek mikrostruktury vzorku SA-PH-VZ (zvětšení 1300x) .....	85
Obrázek 66 SEM snímek mikrostruktury vzorku PH-AR (zvětšení 1300x).....	86
Obrázek 67 SEM snímek mikrostruktury vzorku SA-PH-AR (zvětšení 1300x) .....	86
Obrázek 68 SEM snímek mikrostruktury vzorku PH-VA (zvětšení 1300x) .....	87
Obrázek 69 SEM snímek mikrostruktury vzorku SA-PH-VA (zvětšení 1300x) .....	87
Obrázek 70 Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vlevo zvětšení 5000x, vpravo zvětšení 15000x).....	88
Obrázek 71 Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vlevo zvětšení 5000x, vpravo zvětšení 15000x).....	89



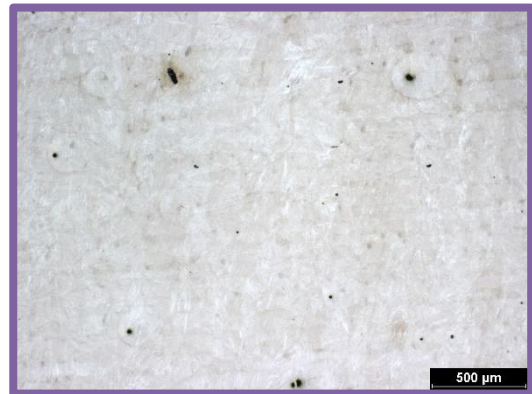
## Seznam tabulek

Tabulka 1 Přehled materiálů dodávaných pro 3D tisk firmou Misan [10] .....	12
Tabulka 2 Nejběžněji používané metody výroby prášků [9] .....	14
Tabulka 3 Mechanické vlastnosti vybraných maraging ocelí [13] (upraveno pro účely diplomové práce) .....	19
Tabulka 4 Chemické složení oceli 1.2709 od různých dodavatelů .....	20
Tabulka 5 Tepelné zpracování oceli 1.2709 doporučené dodavateli materiálu .....	21
Tabulka 6 Porovnání mechanických vlastností 3D tištěné oceli 1.2709 ve stavu as-built s konvenční ocelí 1.2709 bez tepelného zpracování [37] (upraveno pro účely diplomové práce) .....	27
Tabulka 7 Obsah zbytkového austenitu v různých stavech 3D tištěné oceli 1.2709 [3] (upraveno pro účely diplomové práce) .....	32
Tabulka 8 Porovnání mechanických vlastností 3D tištěné (SLM) a konvenčně vyrobené oceli 1.2709 pro různá tepelná zpracování [3] (upraveno pro účely diplomové práce) .....	34
Tabulka 9 Přehled porovnávaných tepelných zpracování 3D tištěné oceli 1.2709 (upraveno pro účely diplomové práce) [4] .....	37
Tabulka 10 Přehled stavů vzorků z oceli 1.2709 připravených 3D tiskem, pro které byla vyhodnocena mez únavy a S - N křivka [42] (upraveno pro účely diplomové práce) .....	43
Tabulka 11 Výsledné vlastnosti materiálu 1.2709 připraveného 3D tiskem po tepelném zpracování prozkoumané v současné dostupné literatuře .....	46
Tabulka 12 Chemické složení měřeného prášku oceli 1.2079-A LMF .....	48
Tabulka 13 Přehled vzorků a jejich tepelného zpracování .....	49
Tabulka 14 Výsledky měření mikro a makrotvrdosti oceli 1.2709 připravené 3D tiskem .....	67
Tabulka 15 Výsledky XRD měření podílu zbytkového austenitu 3D tištěné oceli 1.2709 .....	70

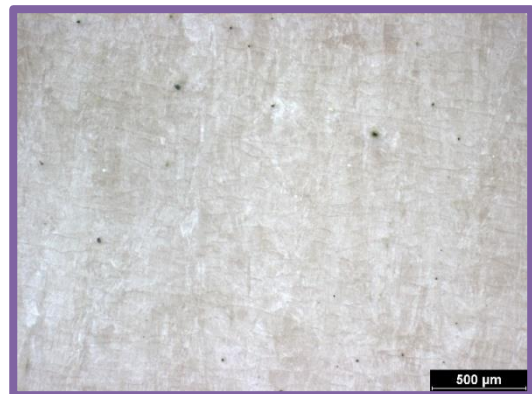
Příloha 1 – LM snímky mikrostruktury 3D tištěné oceli  
1.2709



*as-built (vzorek AS)*



*PH vzduch (vzorek PH-VZ)*



*SA+PH vzduch (vzorek SA-PH-VZ)*

*Příčný řez*

*Podélný řez*

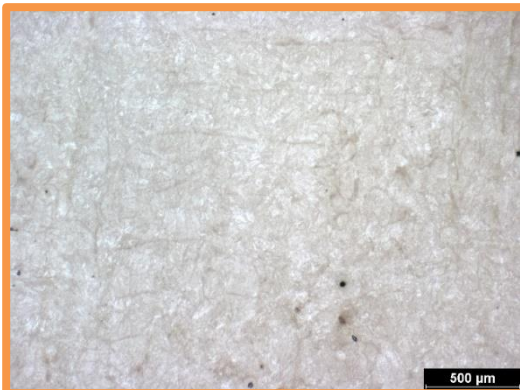
*Obrázek 61 LM snímky vlivu tepelného zpracování ve vzduchu na strukturu oceli 1.2709  
připravené 3D tiskem*



*as-built (vzorek AS)*



*PH argon (vzorek PH-AR)*



*SA+PH argon (vzorek SA-PH-AR)*

*Příčný řez*

*Podélný řez*

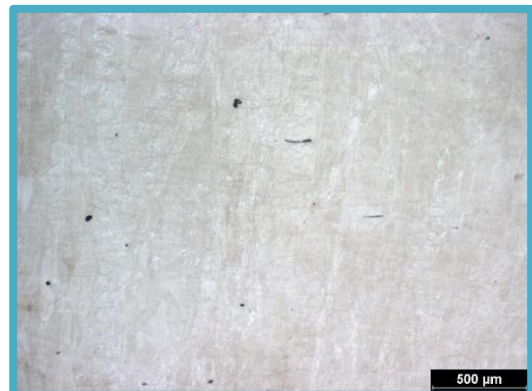
*Obrázek 62 LM snímky vlivu tepelného zpracování v argonu na struktury oceli 1.2709 připravené 3D tiskem*



*as-built (vzorek AS)*



*PH vakuum (vzorek PH-VA)*



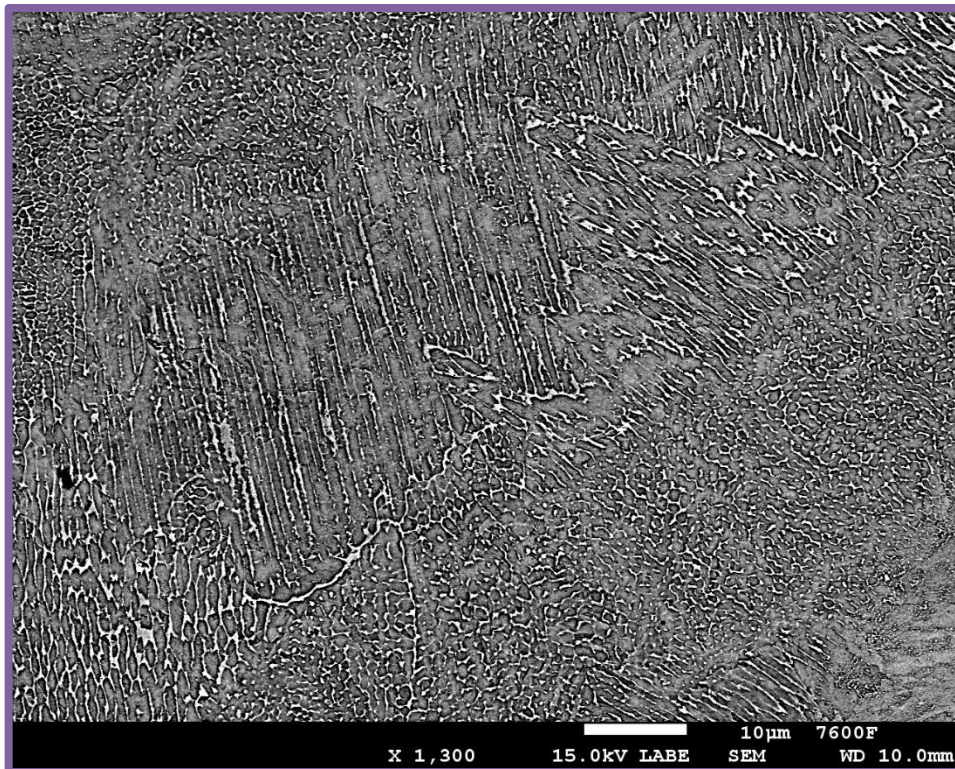
*SA+PH vakuum (vzorek SA-PH-VA)*

*Příčný řez*

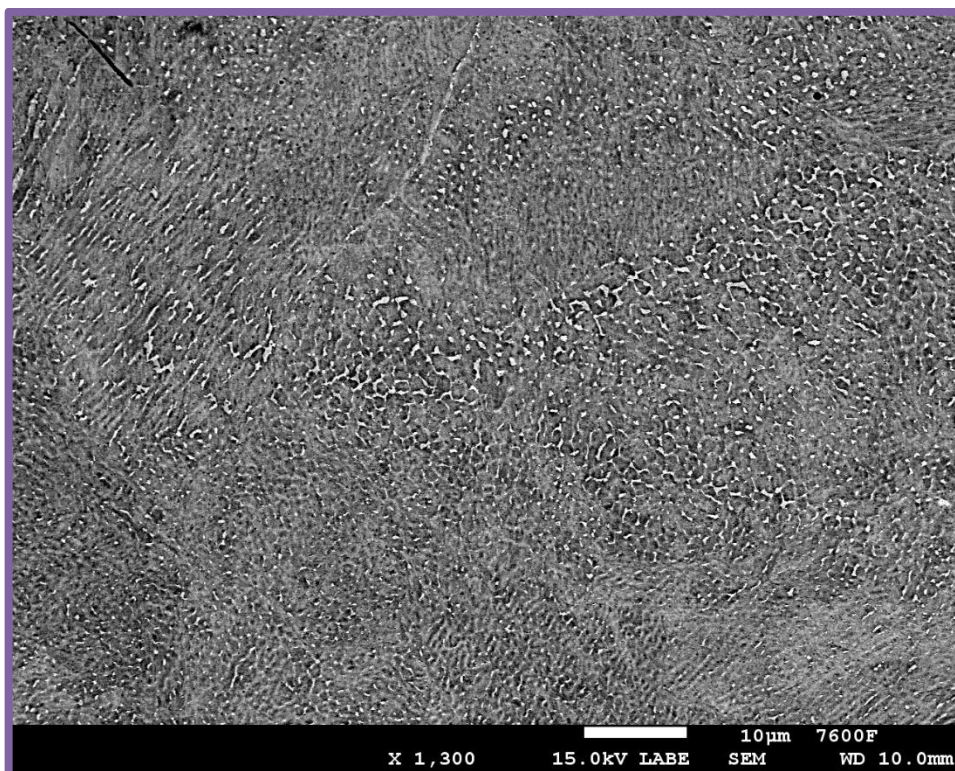
*Podélný řez*

*Obrázek 63 LM snímky vlivu tepelného zpracování ve vakuu na strukturu oceli 1.2709  
připravené 3D tiskem*

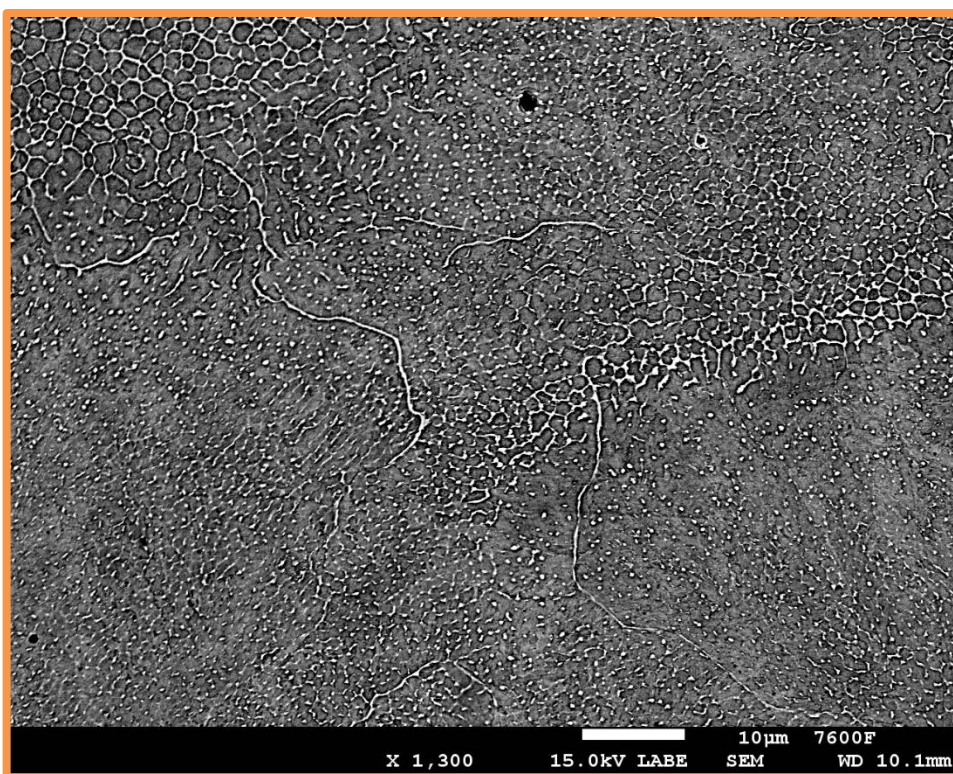
Příloha 2 – SEM snímky mikrostruktury 3D tištěné oceli  
1.2709



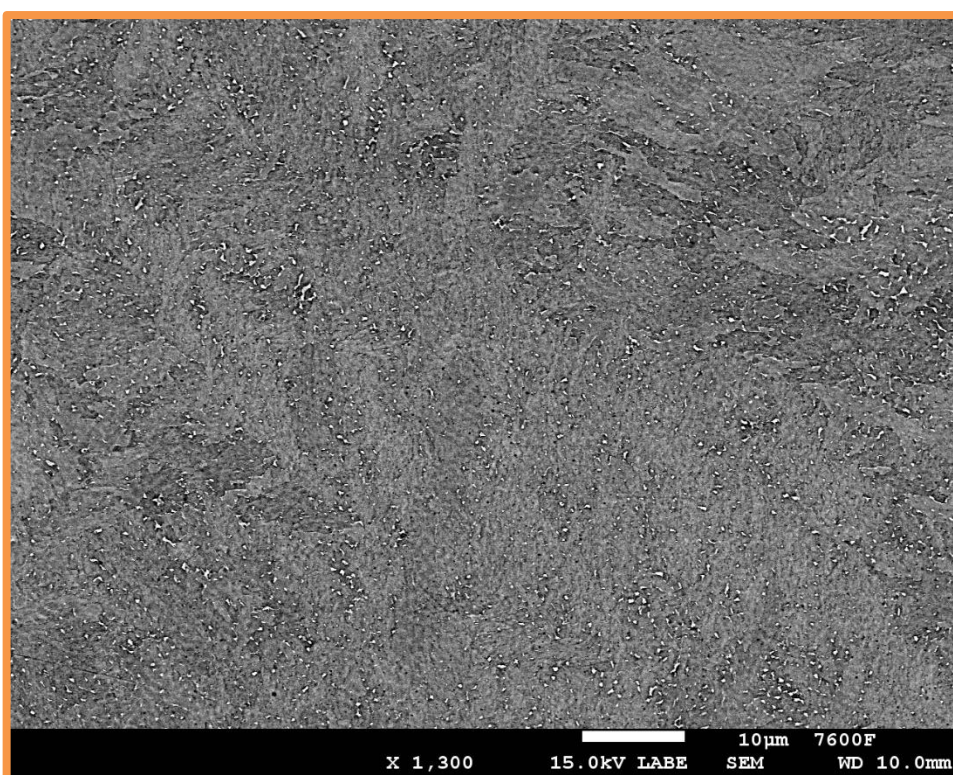
Obrázek 64 SEM snímek mikrostruktury vzorku PH-VZ (zvětšení 1300x)



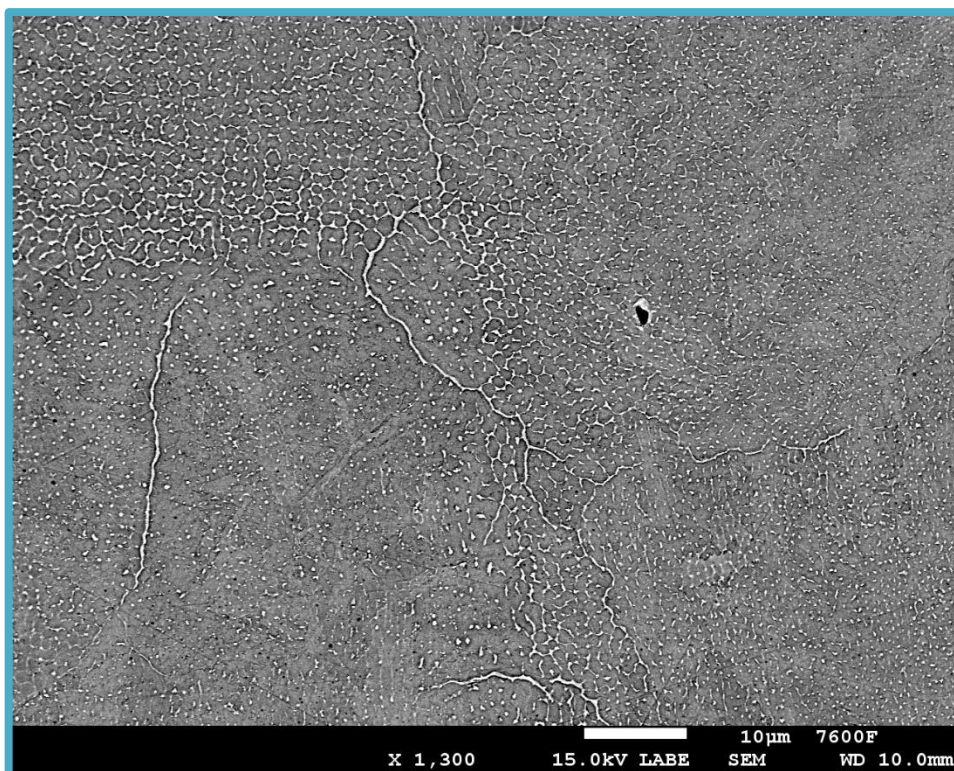
Obrázek 65 SEM snímek mikrostruktury vzorku SA-PH-VZ (zvětšení 1300x)



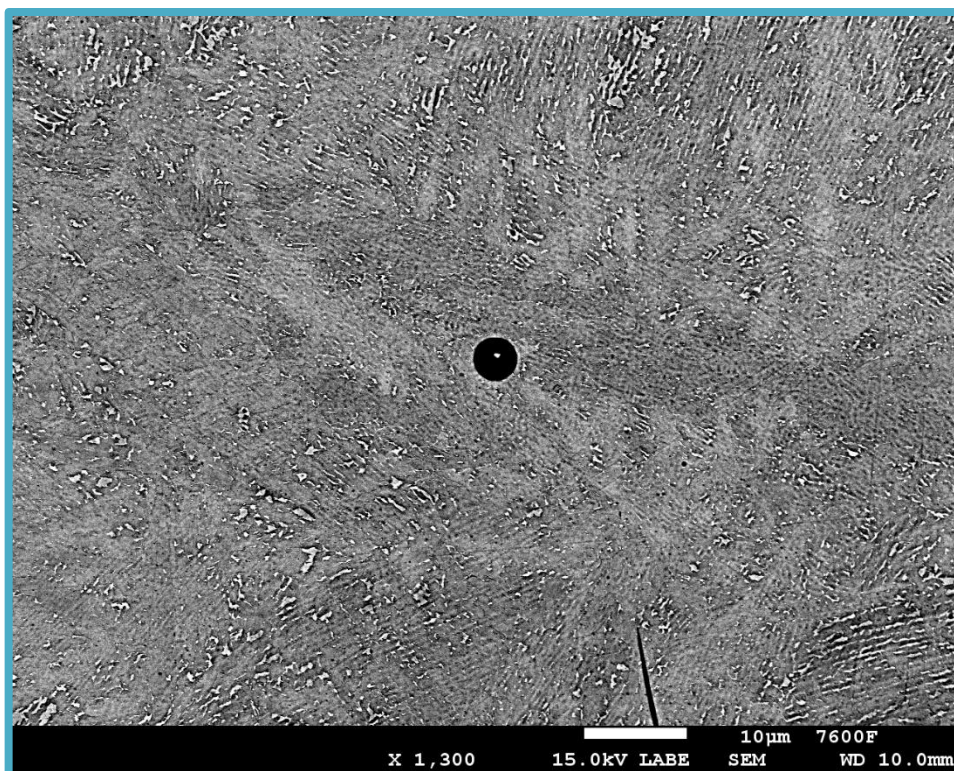
Obrázek 66 SEM snímek mikrostruktury vzorku PH-AR (zvětšení 1300x)



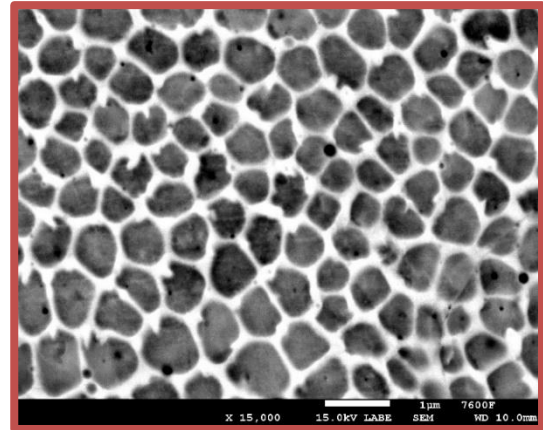
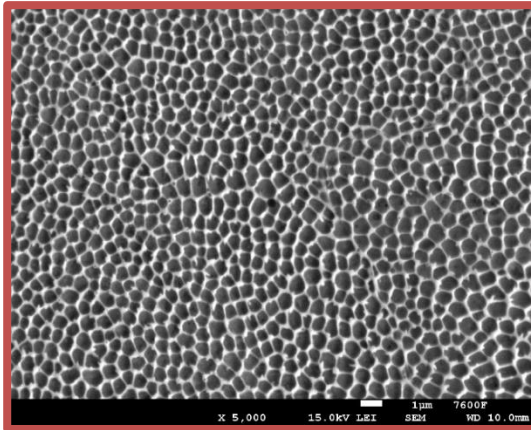
Obrázek 67 SEM snímek mikrostruktury vzorku SA-PH-AR (zvětšení 1300x)



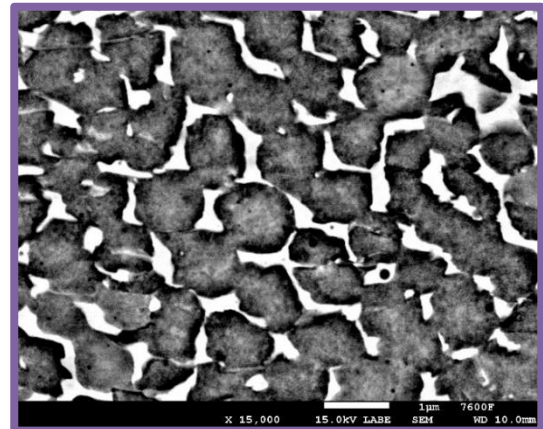
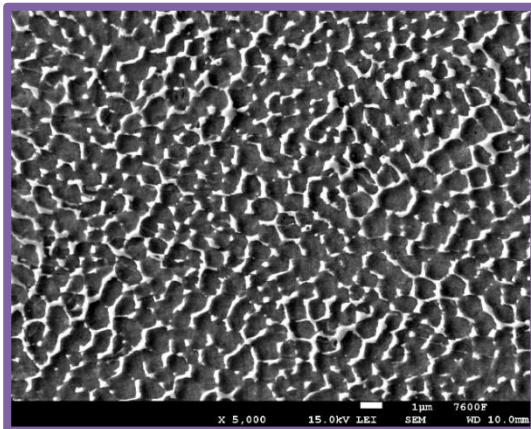
Obrázek 68 SEM snímek mikrostruktury vzorku PH-VA (zvětšení 1300x)



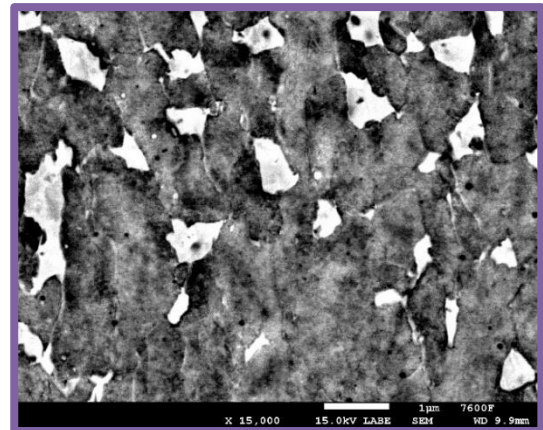
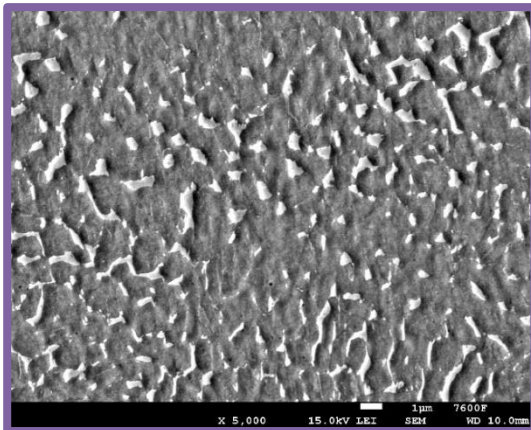
Obrázek 69 SEM snímek mikrostruktury vzorku SA-PH-VA (zvětšení 1300x)



*as-built (vzorek AS)*



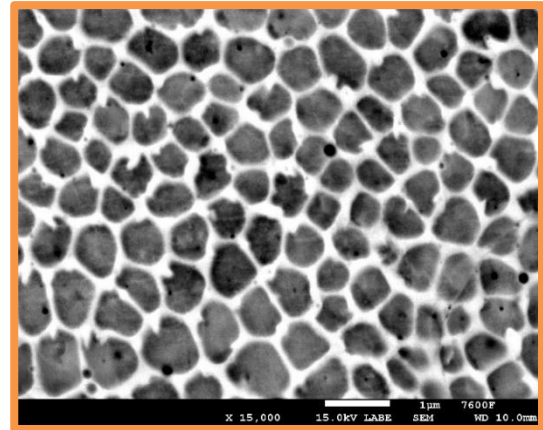
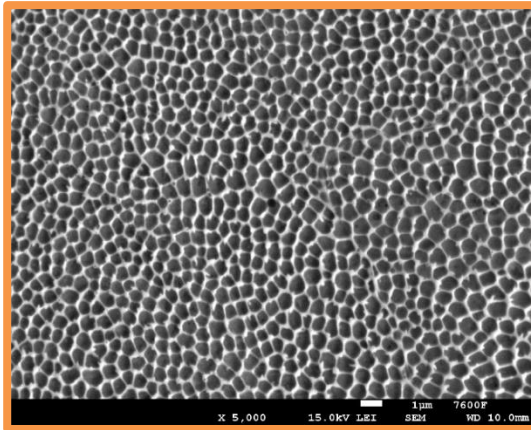
*PH vzduch (vzorek PH-VZ)*



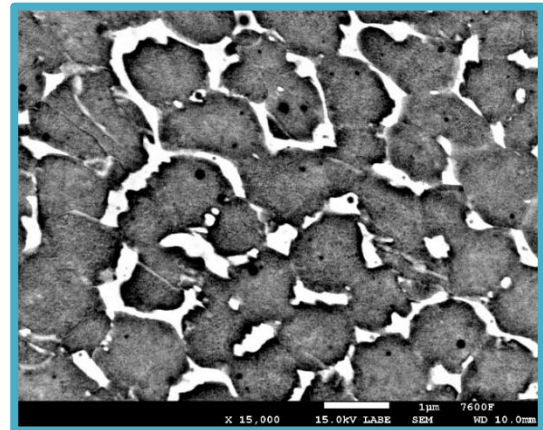
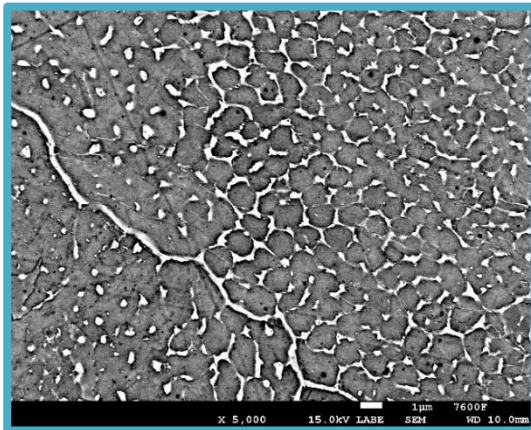
*SA+PH vzduch (vzorek SA-PH-VZ)*

*Obrázek 70 Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vlevo zvětšení 5000x, vpravo zvětšení 15000x)*

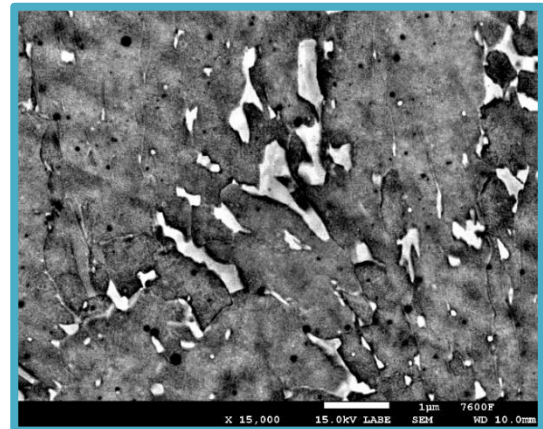
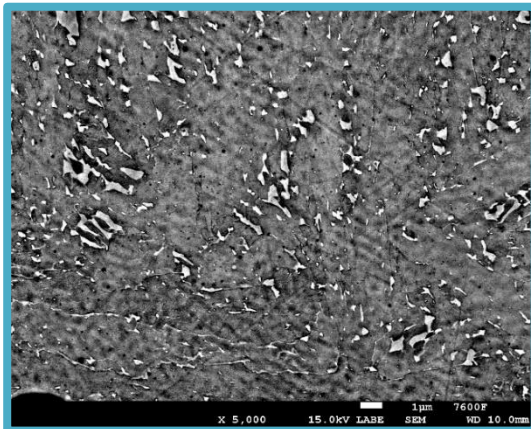




*as-built (vzorek AS)*



*PH vakuem (vzorek PH-VA)*



*SA+PH vakuem (SA-PH-VA)*

*Obrázek 71 Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu oceli 1.2709 připravené 3D tiskem (vlevo zvětšení 5000x, vpravo zvětšení 15000x)*