

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vliv tepelného zpracování
na strukturu kovových materiálů vyrobených 3D tiskem
Effect of heat treatment
on the structure of metallic materials produced by 3D printing

AUTOR: Jakub Šulc
STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství
VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Ladislav Cvrček Ph.D

PRAHA 2017

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: Šulc Jméno: Jakub Osobní číslo: 438347
Fakulta/ústav: Fakulta strojní
Zadávací katedra/ústav: Ústav materiálového inženýrství
Studijní program: Výroba a ekonomika ve strojírenství
Studijní obor: Technologie, materiály a ekonomika strojírenství

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Vliv tepelného zpracování na strukturu kovových materiálů vyrobených 3D tiskem

Název bakalářské práce anglicky:

Effect of heat treatment on the structure of metallic materials produced by 3D printing

Pokyny pro vypracování:

Cíl: Bude hodnocen vliv dodatečné tepelné úpravy na materiál Ti6Al4V ELI vyrobený 3D tiskem. Porovnávají se budou mechanické a chemické vlastnosti, změna homogenity materiálu, vznik defektů před a po tepelné úpravě.

Postup:

1. Literární rešerše
2. Metalografická příprava vzorků
3. Porovnání vnitřní struktury materiálu Ti6Al4V ELI před a po tepelné úpravě
4. Posouzení vlivu tepelné úpravy na změnu mikrostruktury materiálu
5. Analýza mechanických a chemických vlastností
6. Diskuze a závěry

Seznam doporučené literatury:

ZHANG, Lai-Chang a Hooyar ATTAR. Selective Laser Melting of Titanium Alloys and Titanium Matrix Composites for Biomedical Applications: A Review. *Advanced Engineering Materials* [online]. 2016, 18(4), 463–475 [cit. 2017-03-23]. DOI: 10.1002/adem.201500419. ISSN 14381656.

WEIGMANN, Volker, Rainer BADER, Harald HANSMANN a Nico LAUFER. Influence of the structural orientation on the mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V open-porous scaffolds. *Materials & Design* [online]. 2016, 95, 188–197 [cit. 2017-03-23]. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.01.095. ISSN 02641275.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

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

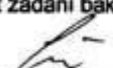
Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:


Ing. Stanislav Krum Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS


Datum zadání bakalářské práce: 24.04.2017

Termín odevzdání bakalářské práce: 31.07.2017

Platnost zadání bakalářské práce: _____


Podpis vedoucí(ho) práce



Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry


Podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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

26.4.2017
Datum převzetí zadání


Podpis studenta

Prohlášení

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

V Praze dne: 20.7.2017

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Gub'.

Podpis

ABSTRAKT

Cílem bakalářské práce je posoudit vliv tepelného zpracování na strukturu kovového materiálu vyrobeného 3D tiskem. V teoretické části práce jsou shrnuty poznatky o metodách aditivních technologií a jejich aplikací. Dále je zde uvedeno použití titanových materiálů v průmyslu a jeho tepelné zpracování. Experimentální část se zaměřuje na posouzení vlivu tepelného zpracování na mikrostrukturu, analyzování mechanických a chemických vlastností materiálu a také defektů ve struktuře.

Tepelné zpracování ovlivnilo výslednou mikrostrukturu materiálu, které je více homogenní oproti materiálu, jenž nebyl tepelně zpracován. Homogenizace struktury zvýšila výslednou mikrotvrdotost titanové slitiny.

Klíčová slova: aditivní technologie; slinování; Ti6Al4V ELI; implantát; tepelné zpracování

ABSTRACT

The goal of the bachelor thesis is to evaluate effect of heat treatment on the structure of metallic material produced by 3D printing. The theoretical part summarizes facts about the methods of additive technologies and their applications. The use of titanium materials in industry and its heat treatment is also mentioned there. The experimental part focuses on the effect of heat treatment on the microstructure, mechanical and chemical properties as well as defects in the structure.

The heat treatment has the effect on final material structure which is more homogeneous than the material that was not heat-treated. Homogenization of the structure increased the final microhardness of titanium alloy.

Key words: additive technology; sintering; Ti6Al4V ELI; implant; heat treatment

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval Ing. Ladislavu Cvrčkovi Ph.D. za odborné vedení a cenné rady, kterými přispěl k tvorbě této bakalářské práce. Poděkovat bych chtěl také Pavlu Sachrovi, který mi pomáhal s měřením. V poslední řadě bych rád poděkoval svoji rodině a mým přátelům, kteří mi během mého studia pomáhali a podporovali mě.

Obsah

1	Úvod	10
2	Teoretická část.....	11
2.1	Rapid prototyping.....	11
2.1.1	Výhody a nevýhody AM technologií	11
2.1.2	Využití aditivní technologie	12
2.2	Metody aditivních technologií	15
2.2.1	Selective laser sintering (SLS)	16
2.2.2	Selective laser melting (SLM).....	17
2.2.3	Direct metal laser sintering (DMLS).....	18
2.2.4	Electron beam melting (EBM)	19
2.2.5	Porovnání metod EBM a SLM.....	20
2.3	Vliv parametrů na výrobu	21
2.4	Aplikace titanu v průmyslu	23
2.4.1	Letectví.....	23
2.4.2	Lékařství.....	23
2.4.3	Titan a jeho slitiny.....	26
2.5	Tepelné zpracování titanu a jeho slitin.....	29
2.5.1	Žihání.....	29
2.5.2	Kalení a popouštění	29
3	Experimentální část	30
3.1	Příprava vzorků	30
3.2	Mechanické vlastnosti.....	32
3.3	Chemické složení	32
3.4	Vliv tepelné úpravy na mikrostrukturu	35
3.5	Defekty	39
4	Závěr.....	42
5	Přílohy	47

Seznam obrázků

<i>Obrázek 1. Vývoj výrobních úspor a objemu výroby aditivních technologií</i>	12
<i>Obrázek 2. Protéza vyrobená 3D tiskem</i>	13
<i>Obrázek 3. Lebeční implantát</i>	13
<i>Obrázek 4. Náhrada pánevní kosti</i>	14
<i>Obrázek 5. Implantát nosu a ucha</i>	14
<i>Obrázek 6. Rozdělení aditivních technologií</i>	15
<i>Obrázek 7. Porovnání velikosti práškového materiálu</i>	16
<i>Obrázek 8. Schéma metody SLS</i>	16
<i>Obrázek 9. Princip metody DMLS</i>	18
<i>Obrázek 10. Princip metody EBM</i>	19
<i>Obrázek 11. Schéma parametrů při metodě SLM</i>	21
<i>Obrázek 12. Vzory laserového skenování</i>	22
<i>Obrázek 13. Implantát</i>	24
<i>Obrázek 14. Vzorek vyrobený metodou DMLS</i>	30
<i>Obrázek 15. Vytvoření struktury pomocí Krollova leptadla (zvětšeno 500x)</i>	31
<i>Obrázek 16. EDS analýza nežíhaného vzorku</i>	33
<i>Obrázek 17. EDS analýza oblasti v plném objemu</i>	33
<i>Obrázek 18. EDS analýza oblasti v trabekulární struktury</i>	34
<i>Obrázek 19. Snímek leštěného nežíhaného vzorku, optický mikroskop</i>	35
<i>Obrázek 20. Snímek leštěného žíhaného vzorku, optický mikroskop</i>	35
<i>Obrázek 21. Struktura leptaného nežíhaného vzorku, optický mikroskop</i>	36
<i>Obrázek 22. Struktura leptaného nežíhaného vzorku, elektronový mikroskop</i>	36
<i>Obrázek 23. Struktura leptaného žíhaného vzorku, optický mikroskop</i>	37
<i>Obrázek 24. Snímek struktury leptané titanové slitiny vyrobené metodou EBM</i>	37
<i>Obrázek 25. Struktura leptané titanové slitiny vyrobené standardní technologií, příčný řez tyčí</i>	38
<i>Obrázek 26. Snímek pórů ve struktuře nežíhaného vzorku, optický mikroskop</i>	39
<i>Obrázek 27. Snímek struktury žíhaného vzorku bez pórů, optický mikroskop</i>	39
<i>Obrázek 28. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 5000x)</i>	40
<i>Obrázek 29. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 2000x)</i>	40
<i>Obrázek 30. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 1000x)</i>	41
<i>Obrázek 31. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 5000x)</i>	41

Seznam tabulek

<i>Tabulka 1. Charakteristické vlastnosti metod EBM a SLM</i>	<i>20</i>
<i>Tabulka 2. Mechanické vlastnosti kosti</i>	<i>25</i>
<i>Tabulka 3. Přirozeně se vyskytující prvky v lidském těle</i>	<i>26</i>
<i>Tabulka 4. Prvky ovlivňující teplotu fázové přeměny</i>	<i>27</i>
<i>Tabulka 5. Chemické složení slitin Ti6Al4V a Ti6Al4V ELI firmy ARCAM</i>	<i>28</i>
<i>Tabulka 6. Mechanické vlastnosti slitin Ti6Al4V a Ti6Al4V ELI firmy ARCAM</i>	<i>28</i>
<i>Tabulka 7. Měření mikrotvrdosti slitiny titanu Ti6Al4V ELI.....</i>	<i>32</i>
<i>Tabulka 8. Množství prvků v oblasti 2</i>	<i>34</i>
<i>Tabulka 9. Množství prvků v oblasti 3</i>	<i>34</i>

Seznam zkratek

Zkratka	Popis
3D	trojdimenzionální
CAD	computer-aided design
AM	additive manufacturing
ELI	extra low interstitials
SLS	selective laser sintering
SLM	selective laser melting
DMLS	direct metal laser sintering
EBM	electron beam melting
E	Youngův modul pružnosti
α	alfa fáze titanu
β	beta fáze titanu
HRC	tvrdost dle Rockwella
HV	tvrdost dle Vickerse
EDS	energievě disperzní spektroskopie

1 Úvod

Aditivní výroba je progresivní technologie, která se v posledních letech čím dál více uplatňuje při výrobě nejen titanových slitin. Aditivní technologie, na rozdíl od tradičních metod obrábění, materiál při výrobě přidávají, což z nich činí ideální výrobní technologii pro titan a jeho slitiny, jejichž výroba je jinak velmi nákladná. Největší uplatnění aditivní technologie nalézají v lékařství, letectví a kosmonautice, kde se používají na výrobu součástí, které musí být odolné proti mechanickému zatěžování, koroznímu prostředí nebo jsou tepelně namáhané.

Titanové slitiny se vyrábějí metodami, u kterých se jako výchozí materiál užívá kovový prášek. Vyráběná součást je slinována po jednotlivých vrstvách za pomoci energetického zdroje generující teplo. Jako energetický zdroj se užívá laserového nebo elektronového paprsku. Při těchto procesech dochází k rychlému ochlazení materiálu, což zapříčiňuje vznik rozličné mikrostruktury, než je tomu u konvenčních metod. Ovlivnit výslednou mikrostrukturu je také možné tepelným zpracováním, které má vliv i na další vlastnosti materiálu.

Cílem této práce je zhodnotit vliv dodatečné tepelné úpravy formou žíhání na materiál Ti6Al4V ELI vyrobený metodou DMLS a posoudit změnu homogenity materiálu. Budou analyzovány mechanické a chemické vlastnosti slitiny. Dále budou zkoumány defekty před a po tepelném zpracování.

2 Teoretická část

2.1 Rapid prototyping

Rapid prototyping je metoda výroby 3D modelu po jednotlivých vrstvách za pomoci CAD předlohy. Tato technologie se využívala v první řadě k tvorbě prototypů a modelů. Její cíl byl především vytvoření představy o vzhledu součásti, ověření tvarů nebo také ověření funkčnosti prvku [1, 2].

Důvody tvorby prototypů:

- Ověření vyrobitelnosti či smontovatelnosti
- Ověření vhodnosti součásti pro sériovou výrobu
- Chyby konstruktérů ve výrobní dokumentaci
- Posouzení tvaru a vzhledu

Rapid prototyping je jedním z prvotních procesů které hromadně označujeme jako Additive manufacturing (AM). AM můžeme definovat jako proces spojování materiálu vrstvu po vrstvě za účelem vytvoření 3D modelu. Tato metoda se výrazně liší od konvenčních metod tím, že při ní dochází k přidávání materiálu po jednotlivých vrstvách o tloušťce v řádu setin až desetin milimetru. U konvenčních metod obrábění dochází naopak k odebírání materiálu z výchozího polotovaru [2, 3].

2.1.1 Výhody a nevýhody AM technologií

Výhody AM technologií

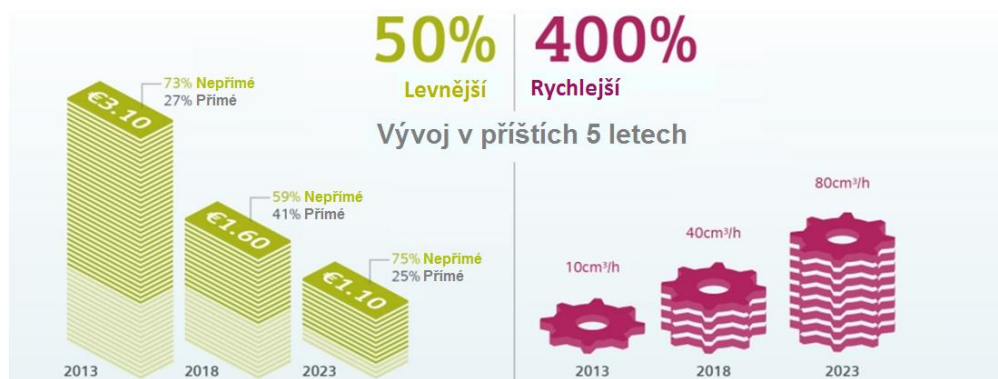
Mezi hlavní přínosy AM technologie patří snížení časů na vývoj, kdy je možné model ihned vyrobit z dat uložených v CAD softwaru. Důležité je také zmínit úsporu nákladů na výrobu součásti díky téměř nulovému odpadu při výrobě. Nevyužitý materiál se dá recyklovat a znovu použít k další výrobě. Díky recyklaci dochází tedy ke snížení nákladů na skladování výrobního materiálu. Neméně důležitou výhodou je také výroba tvarově složitých součástí, které nelze vyrobit běžným obráběním či odléváním. Za pozitivum můžeme též uvést snížení hmotnosti výrobků a v dnešní době také vysokou pevnost a výslednou kvalitu produktů [1, 4].

Nevýhody AM technologií

Hlavní nevýhodou je především vysoká pořizovací cena zařízení. Dalším problémem mohou být špatné mechanické vlastnosti, které se ovšem odvíjí od použité technologie. V dnešní době se už může dosáhnout srovnatelných, někdy i lepších mechanických vlastností jako u konvenčních metod obrábění. Za nevýhodu se dá také považovat diskontinuální výrobní proces, což znamená, že díly mohou být vyráběny pouze po jednotlivých kusech. U některých metod je také zapotřebí následného zpracování z důvodu nízké přesnosti rozměrů či špatné kvality povrchu [4].

2.1.2 Využití aditivní technologie

Přestože AM nedokáže zcela nahradit konvenční výrobní metody, patří aditivní technologie mezi nejperspektivnější odvětví výroby současnosti. Svůj potenciál uplatní v řadě odvětví a poměr jeho zastoupení ve výrobě se velmi rychle mění. Vývoj aditivních technologií v období příštích 5 let je zobrazeno na obrázku 1 [5, 6].



Obrázek 1. Vývoj výrobních úspor a objemu výroby aditivních technologií [5]

Hlavní odvětví kde se využívá aditivních technologií:

- Elektrotechnika
- Automobilový průmysl
- Zdravotnictví
- Strojírenství
- Letecký průmysl
- Vojenský průmysl
- Architektura

Prudký rozvoj aditivních technologií nastal především v oblasti zdravotnictví. Pár let už se pomocí 3D tisku vyrábějí protézy, které byly jinak velmi nákladné. Ukázka takové protézy je vidět na obrázku 2. Protézy se staly díky těmto technologiím cenově dostupnější po celém světě [7].



Obrázek 2. Protéza vyrobená 3D tiskem [7]

Výroba zubních, kostních a kloubních implantátů během let výrazně pokročila. Výrobní materiály jsou přizpůsobené implantaci do těla, nezpůsobují tedy v těle odmítavou reakci. Implantáty se pomocí 3D skenování dají přizpůsobit pacientovi na míru podle druhu jejich onemocnění či zranění. Individuální komponent zkracuje dobu rekonvalescence pacienta [6].

„Holandsští chirurgové nahradili 22leté pacientce celý vršek lebky za pomoci implantátu přizpůsobeného na míru vyrobeného z plastu (obrázek 3). Nejmenovaná 22letá pacientka trpěla vzácným onemocněním, které způsobovalo růst nadbytečné kosti uvnitř její lebky. Tato kost jí tlačila na mozek a způsobovala ženě silné bolesti hlavy. Pacientka následně ztratila zrak a motorické schopnosti. Kdyby nedošlo k zákroku, nadbytečná kost by ženu zabila“ [7].



Obrázek 3. Lebeční implantát [8]

„Dalším příkladem může být úspěch britského chirurga Craiga Gerranda. Ten nedávno voperoval vytisknutou náhradu pánve (obrázek 4) muži, jemuž musela být původní kost odstraněna kvůli rakovině. Implantát z pevné titanové hmoty byl 3D tiskárnou vytvořen z titanového prášku přeměněného v pevnou hmotu pomocí laseru. Implantát byl navíc pokryt minerálem, který stimuloval růst původní kostní hmoty“ [9].



Obrázek 4. Náhrada pánevní kosti [7]

V posledních letech se kromě protéz se zdravotní funkcí tisknou také protézy, které mají spíše estetický účel, a sice protézy nosu nebo uší zachycené na obrázku 5. Experimentuje se i v oblasti léčby poranění kůže. Tato syntetická kůže by mohla pomoci pacientům, kteří utrpěli různý druh popálenin nebo mají jiné kožní problémy. V roce 2014 se dokonce podařilo 3D tiskem vytvořit srdeční a jaterní tkáň, která může být použita například ve farmaceutickém průmyslu, kde by nahradila zvířata při testování nových léčiv [6, 7].



Obrázek 5. Implantát nosu a ucha [7]

2.2 Metody aditivních technologií

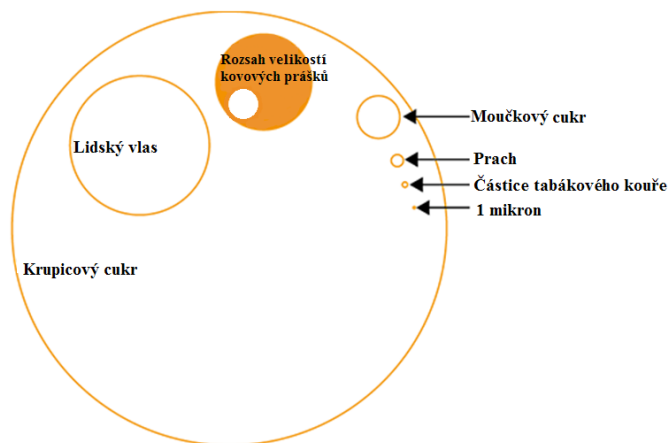
Rozdělení aditivních technologií může probíhat více způsoby. Nejčastěji jsou děleny podle typu vstupního materiálu nebo také podle zdroje energie. Členění lze vidět na obrázku 6.

Rozdělení AM technologií										
Proces	Laserové AM technologie					Vytlačování za tepla	Tryskání materiálu	Adheze materiálu	Elektronový paprsek	
	Laserové tavení		Laserová polymerizace							
Schéma procesu										
Metoda Materiál	SLS	DMD	SLA	FDM	3DP	LOM	EBM			
	SLM	LENS	SGC	Robocasting	IJP	SFP				
	DMLS	SLC	LTP		MJM					
		LPD	BIS		BPM					
			HIS		Thermojet					
Výrobní materiál		Prášek	Tekutý	Pevný						

Obrázek 6. Rozdělení aditivních technologií [10]

Titan a jeho slitiny jsou ideálním materiálem pro výrobu součástí pomocí AM technologií, jelikož jejich výroba konvenčními způsoby je velmi nákladná. Příkladem je titanová slitina Ti6Al4V ELI, která patří mezi nejčastěji používaný materiál pro výrobu součástí v leteckém průmyslu či pro výrobu ortopedických a traumatologických implantátů. Proto zde uvedu metody, které se používají k výrobě titanových slitin v těchto odvětvích.

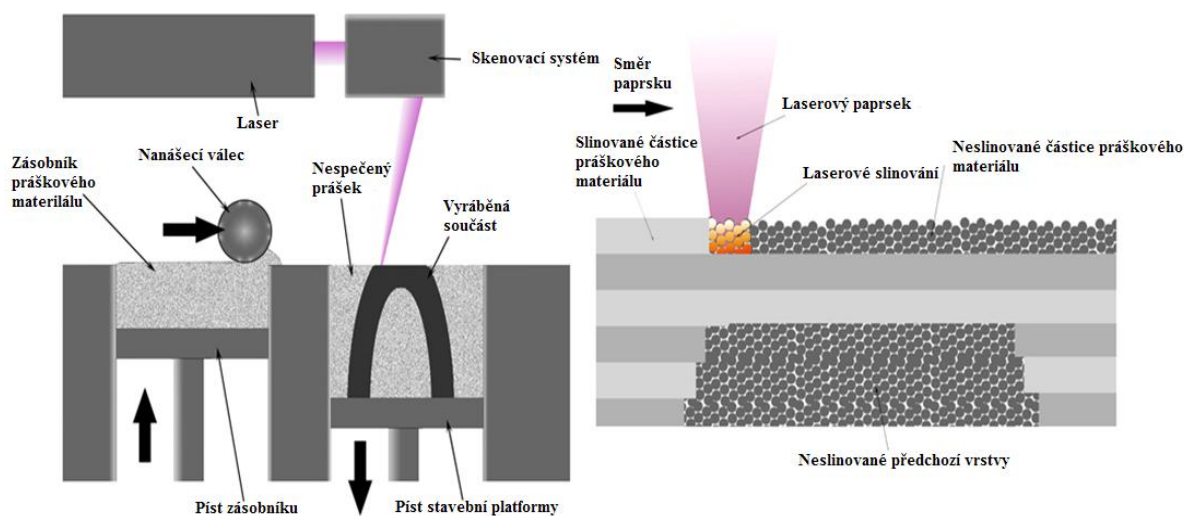
Pro aplikace těchto materiálů se nejvíce využívají metody, kde je vstupním výrobním materiálem prášek. Jde o metody na principu Powder Bed Fusion. Proces začíná u nanesení prášku na stavební platformu. Díky zdroji energie se generuje teplo, které slinuje nebo roztaví jednotlivé částice prášku. Platforma klesne o tloušťku jedné vrstvy a proces se opakuje. Nespečený prášek tvoří oporu modelu při výrobě. Metody se liší především použitým energetickým zdrojem, kterým může být laser nebo elektronový paprsek. Rozděleny mohou být také podle vstupního materiálu, kterým bývá kovový nebo plastový prášek. Velikost částic kovových či plastových prášků se liší dle použitých metod. Porovnání velikosti prášků s jinými částicemi je na obrázku 7 [3, 10].



Obrázek 7. Porovnání velikosti práškového materiálu [11]

2.2.1 Selective laser sintering (SLS)

Metoda SLS neboli selektivní laserové slinování využívá jako tepelný zdroj CO₂ laserový paprsek o výkonu 50-200 W. Princip této metody je vidět na obrázku 8. Selektivní se nazývá proto, že je zpracovávána pouze část práškového materiálu. Práškové lůžko je skenováno a zpracováno na základě připraveného CAD modelu. Jemný prášek se spéká po jednotlivých vrstvách, aby vznikla celistvá pevná struktura. Přesnost této metody je závislá na velikosti částic vstupního materiálu, které mají rozměr od 20 do 100 μm . [1, 12, 13].



Obrázek 8. Schéma metody SLS [14]

Proces začíná nanesením práškového materiálu na stavební platformu. Komora, ve které proces probíhá, je vyplněna inertním plynem, aby se zamezilo případné oxidaci. Jako inertní plyny se používají dusík nebo argon. Laserový paprsek poté začíná spékat jednotlivé částice prášku v celé vrstvě. Mezi částicemi prášku se během slinování tvoří můstky spojující částice. Na konci procesu klesne platforma o tloušťku jedné vrstvy, nanese se nová vrstva prášku a celý proces se opakuje. Při dalším slinování dochází k tavení prášku a jeho navázání k již spečeným vrstvám, dokud nevznikne kompletní model. Výsledkem je hotová součást obalená neslinovaným práškem, který slouží při procesu jako podpora při výrobě. Na konci je díl vyjmut z prášku a očištěn stlačeným vzduchem [1, 12, 15].

Výhodou tohoto procesu je široká škála materiálů, které se dají použít. Mohou to být plasty, kovy, kombinace kovů, kombinace kovů a polymerů nebo kombinace kovů a keramiky. Příklady polymerů, které je možné využít, jsou akrylový styren a polyamid. Mohou se také použít kompozity nebo vyztužené polymery jako je například polyamid se skleněnými vlákny. Výztuhu by také mohly tvořit kovy, u kterých je ale nutné použít pojivo. Metodu využívají firmy EOS, 3D Systems, Sinterint nebo Sintratec [1, 12].

2.2.2 Selective laser melting (SLM)

Metoda SLM neboli selektivní laserové tavení se někdy považuje za podkategorii metody SLS, jelikož funguje na stejném principu. Rozdíl spočívá v úplném roztavení částic kovového prášku za pomoci vysoce výkonného laserového paprsku o výkonu 200 W až 1 kW. Nezpracovaný prášek opět funguje jako podpora součástí při výrobě. Na konci je možné prášek recyklovat a znovu použít. Výhodou této metody je především výroba složitých tvarů nebo minimální potřeba následného obrábění.

Technologie SLM se používá v leteckém či lékařském průmyslu k výrobě tvarově složitých součástí nebo tenkostěnných konstrukcí se skrytými dutinami.

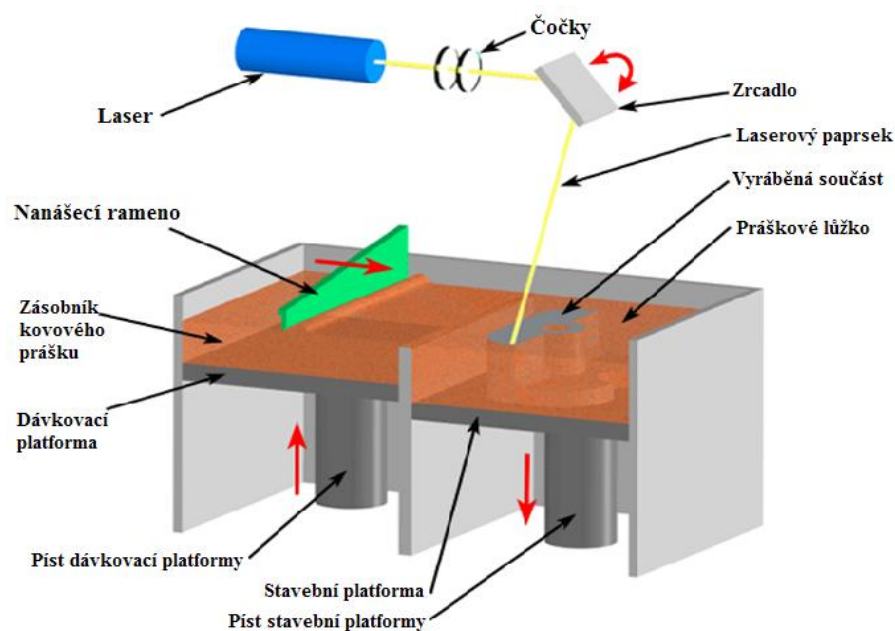
Typickými materiály, které se používají při této metodě jsou nerezová ocel, hliník, titan, bronz a kobalt-chrom [13, 16, 17].

2.2.3 Direct metal laser sintering (DMLS)

Metoda DMLS funguje na stejném principu jako předchozí metody SLS a SLM (obrázek 9). Rozdíl spočívá v rychleji pohybujícím se laseru. DMLS je vhodná pro tvorbu tvarově složitých kovových dílů. Vstupním materiálem je opět jemný kovový prášek. Menší průměr částic umožňuje pokládat tenčí vrstvy. Tloušťky vrstev se pohybují v rozmezí 20-45 μm . Díky tenčím vrstvám je možné touto metodou dosáhnout vysoké přesnosti.

Mezi používané materiály u této metody patří legovaná ocel, nástrojová ocel, nerezová ocel, hliník, titan, bronz a kobalt-chrom.

Kromě funkčních prototypů se DMLS technologie používá na výrobu lékařských implantátů nebo na tepelně namáhané součásti v leteckém průmyslu. Této metody, stejně jako metody SLM, využívají firmy EOS, 3D Systems, SLM, Renishaw nebo Conceptlaser [12, 18].



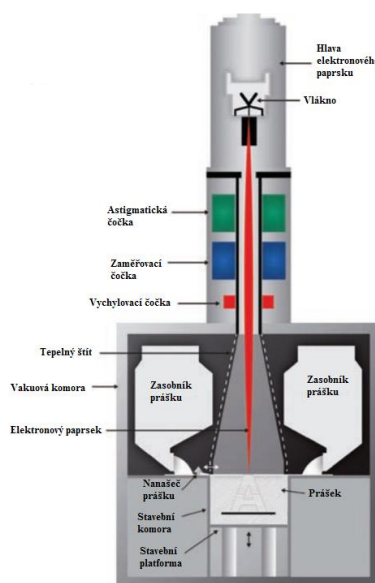
Obrázek 9. Princip metody DMLS [18]

2.2.4 Electron beam melting (EBM)

Metoda EBM funguje také na principu Powder Bed Fusion. Její přesný popis lze vidět na obrázku 10. Na rozdíl od předchozích technologií využívá EBM metoda, jako zdroj tepelné energie, elektronový paprsek napájený vysokým napětím (30-60 kV). Tento paprsek dosahuje výkonu 50- 3 500 W. Jelikož je tato technologie určena pro kovové materiály, je nutné, aby nedocházelo při výrobě k oxidaci. Proces probíhá v uzavřené vakuové komoře při zvýšené teplotě (až 900 °C). Díky tomu, že proces probíhá ve vakuu za vysoké teploty, vyrobené součásti nemají zbytkové pnutí a jejich mikrostruktura neobsahuje martenzitickou strukturu. Mají také lepší materiálové vlastnosti než odlitky nebo tvářené materiály. Samotná výroba pracuje na stejném principu, jako ostatní metody Powder bad fusion. Prášek je nanesen na platformu a je úplně roztaven pomocí elektronového paprsku. Tloušťka vrstvy u EBM metody se pohybuje v rozmezí 50-200 μm . Platforma klesne o výšku jedné vrstvy a proces se opakuje [1,19, 20].

V používaných materiálech můžeme najít čistý titan, titanové slitiny Ti6Al4V a Ti6Al4V ELI, Inconel 718 a Inconel 625, nerezové oceli nebo také kobalt-chrom [1, 14].

Aplikace metody EBM se využívají především na lékařské implantáty nebo v oblasti kosmonautiky. Jedním z budoucích využití této technologie může být výroba součástí ve vesmíru. Této metody využívá především švédská firma Arcam [12, 20].



Obrázek 10. Princip metody EBM [20]

2.2.5 Porovnání metod EBM a SLM

Hlavním rozdílem těchto metod je zdroj energie. Metoda SLM využívá jako zdroj energie laser, zatímco technologie EBM využívá elektronového paprsku, který dosahuje až patnáctkrát vyššího výkonu. Díky tomu lze metodou EBM vyrábět součást až čtyřikrát rychleji. Nicméně lepších rozměrových a povrchových vlastností dosáhneme metodou SLM, a to především díky menší tloušťce vrstvy nanášeného materiálu.

Kvalitu elektronového paprsku zajišťuje vakuum, ve kterém celý proces EBM probíhá. Vakuum také zabraňuje případné kontaminaci a oxidaci. U technologie SLM výroba probíhá v prostředí argonu pro reaktivní materiály, zatímco nereaktivní materiály využívají prostředí dusíku. I tato prostředí mají za úkol zabránit případné oxidaci. Lze ovšem předpokládat, že součásti vyrobené metodou EBM budou mít menší obsah kyslíku než součásti vyráběné způsobem SLM. Přestože má technologie EBM řadu výhod, není tak populární jako SLM. Příčinou toho jsou především vyšší pořizovací náklady na výrobní zařízení, nedostupnost velkých objemů a také nízká přesnost. V tabulce 1 jsou uvedeny parametry výroby obou metod [19].

Tabulka 1. Charakteristické vlastnosti metod EBM a SLM [19]

	EBM	SLM
Zdroj energie	Elektronový paprsek o výkonu 3 000 W	Jeden nebo více laserů s výkonem 200 až 1 000 W
Prostředí stavební komory	Vakuum	Argon nebo dusík
Metoda předehřívání prášku	Předehřívací skenování	Zahřátí stavební platformy
Teplota předehřívání prášku	700-900 °C	100-200 °C
Maximální možný stavební objem	350 x 380 mm	500 x 350 x 300 mm
Maximální stavební rychlost	80 cm ³ /h	20-35 cm ³ /h
Tloušťka vrstvy	50-200 μm	20-100 μm
Velikost svarové lázně	0,2-1,2 mm	0,1-0,5 mm
Drsnost povrchu (Ra)	25-35	4-11
Geometrická tolerance	± 0,2	± 0,05-0,1

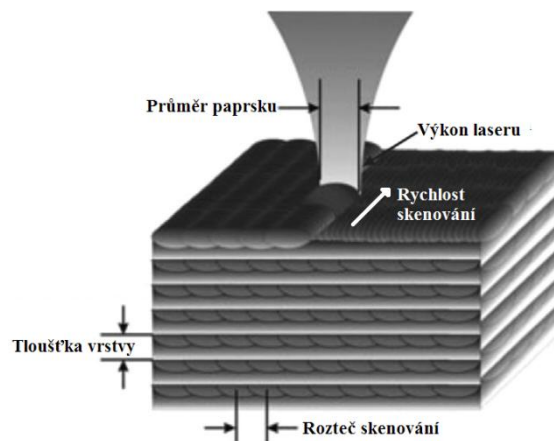
2.3 Vliv parametrů na výrobu

Vhodné nastavení parametrů má velký vliv na výslednou kvalitu a výskyt vad vyrobené součásti. Parametry jako například vlnová délka laseru, režim laseru, viskozita nebo tepelná vodivost určují hraniční podmínky SLM procesu. Tyto parametry jsou ovšem neměnné. Jsou tu ale parametry, které je potřeba přesně vypočítat a optimalizovat. Jedním z těchto parametrů je energie laseru E . Tento parametr může výrazně ovlivnit hustotu a kvalitu součásti.

„Obecně platí, že pro daný materiál je hustota energie laseru E aplikována na určitý objem práškového materiálu“ [13].

Hustota energie laseru E se poté vypočítá podle vzorce:
$$E = \frac{P}{(v \cdot t \cdot s)} \quad (1)$$

- E – hustota energie laseru [$\text{J} \cdot \text{mm}^{-3}$]
- P - výkon laseru [W]
- v - rychlost skenování [$\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$]
- t - tloušťka vrstvy [mm]
- s – rozteč skenování [mm]



Obrázek 11. Schéma parametrů při metodě SLM [13]

Obrázek 11 znázorňuje schéma parametrů. Z rovnice je patrné, že při zvýšení výkonu laseru, dojde také ke zvýšení hustoty energie a tím i zvýšení teploty prášku. Stejný výsledek nastane při snížení rychlosti skenování, tloušťky vrstvy nebo snížení

rozteče skenování. Při zvýšení teploty dojde k většímu tavení práškového materiálu a tím i k vyšší výsledné hustotě.

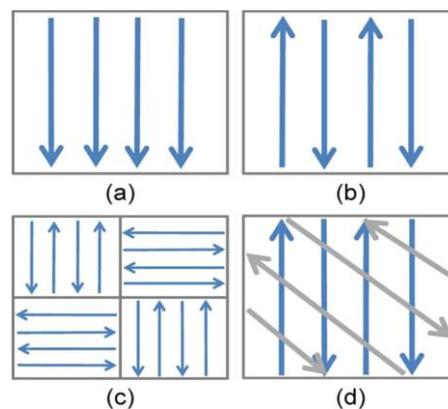
Pro součásti s maximální možnou hustotou se udává minimální kritická hustota energie laseru. Pro titanovou slitinu Ti6Al4V se uvádí minimální kritická hustota energie laseru $120 \text{ J} \cdot \text{mm}^{-3}$.

Dalším důležitým parametrem je tloušťka vrstvy, která definuje množství energie potřebné k tavení vrstvy prášku. Tloušťka vrstvy závisí na tvaru a velikosti částic práškového materiálu. K dosažení dobrého spojení vrstev je třeba znovu roztavit předchozí vrstvy. Doba výroby může být snížena díky aplikaci větší vrstvy.

Rychlost skenování v má při procesu konstantní rychlost a tudíž na ní závisí doba výroby. Pro zkrácení doby výroby je tedy nutné zvýšit rychlost skenování.

Rozteč skenování udává překrývání sousedních zpevněných stop. Je důležité správně zvolit rozteč, aby se dosáhlo dobrého spojení sousedních stop. Rozteč by se měla pohybovat mezi celou a poloviční šířkou bazénu taveniny, která při procesu vzniká. Tento parametr ovlivňuje zejména poréznost a drsnost povrchu.

Strategie snímání neboli délka a vzhled skenovacích vektorů jsou dalším důležitým parametrem. Vzor laserového skenování může být složen z rovnoběžných nebo různoběžných přímk. Směr skenování může být měněn v jedné vrstvě nebo mezi vrstvami jdoucími po sobě. Vzory skenování jsou vyobrazené na obrázku 12, kde případ *a* a *b* jsou takzvané vzory jednosměrné a obousměrné. Vzor *c* ukazuje otáčení směru skenování o 90° . Otáčení směru skenování mezi dvěma vrstvami o různé úhly je označen jako vzor *d*. Tento parametr výrazně ovlivňuje výslednou kvalitu součásti [13].



Obrázek 12. Vzory laserového skenování [13]

2.4 Aplikace titanu v průmyslu

2.4.1 Letectví

Aditivní technologie pomohly zvýšit efektivitu výroby v oblasti letectví či kosmonautiky. Umožnily vyrábět díly komplexních tvarů a nižších hmotností, což je pro tyto odvětví stěžejní, stejně tak jako snížení výrobních nákladů. Snížení hmotnosti letadla o jeden kilogram se rovná úsporám na palivu 1 300 dolarů za rok.

Pro snížení hmotnosti se titanových slitin využívá při výrobě podvozku letadel Boeingu 787 nebo Airbusu A380. Další využití nachází ve výrobě lopatek kompresorů turbín, kde je jejich použití omezené teplotou 400 °C. Snížení hmotnosti se vyžaduje i ve vojenském leteckém průmyslu. Titanové slitiny byly použity na výrobu titanových van do stíhaček USAF A-10 Thunderbolt II, které mají za úkol chránit pilota.

V kosmonautice se testují AM technologie při nulové gravitaci. Cílem těchto experimentů je vyrábění součástí přímo ve vesmíru. Tím by se razantně snížila nutnost dopravy náhradních dílů a součástí pro údržbu mezinárodních vesmírných stanic. Doprava jedné libry materiálu do vesmíru vychází přibližně na 10 000 dolarů [6, 10].

2.4.2 Lékařství

V medicíně se AM technologie využívají především na výrobu implantátů. Lékařské implantáty jsou zdravotnické pomůcky uvnitř, nebo na povrchu těla. Jejich funkcí je podpora či nahrazení části těla, která byla odstraněna. Jako náhrady chybějících částí těla slouží protézy. Podpory orgánů a tkání v těle se nazývají implantáty.

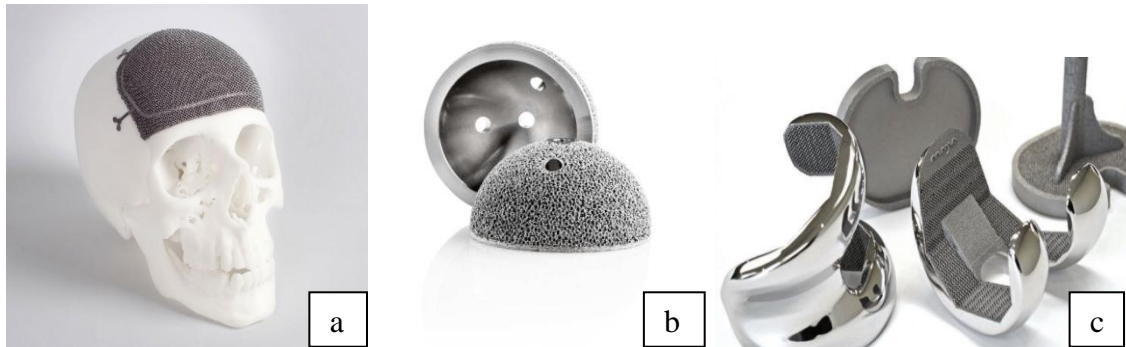
Implantáty mohou být rozděleny na trvalé a dočasné. Trvalý implantát je takový, který je umístěn do lidského těla na dobu delší než jeden rok. Typickým příkladem trvalého implantátu je kloubní náhrada. Dočasným implantátem mohou být například šrouby [21].

Další rozdělení může být podle počtu nahrazených ploch. Pokud jsou nahrazeny všechny plochy kloubu, jde o totální implantát. O částečný implantát jde tehdy, pokud se nahrazuje jen poškozená část kloubu.

Dělit implantáty je možné také podle způsobu fixace ke kosti. K fixaci cementových implantátů se používá kostní cement, ve kterém mohou být obsažena

antibiotika. Necementová náhrada je ke kosti připojena jejím prorůstáním do speciálně upraveného povrchu. Hybridní implantáty využívají kombinaci těchto dvou způsobů fixace. Obrázky 13, 14 a 15 ukazují příklady implantátů [22].

Ukázky implantátů



Obrázek 13. Implantát a) lebeční b) kyčelní jamka c) kolenní náhrada [20]

Požadované vlastnosti materiálu pro implantát

Struktura

V dnešní době ještě není standardizované jak jemný, či drsný povrch by měl mít implantát. Bylo zjištěno, že reakce osteogenních buněk s drsnými povrchy je vyšší, než s povrchy hladkými. Znamená to, že drsný povrch se s buňkami lépe integruje. Pro nefunkční implantáty je upřednostňovaný drsný povrch. Jemný povrch se využívá především u kloubních náhrad, kde napomáhá plynulému pohybu. U těchto aplikací se vyžaduje co nejjemnější povrch, jelikož vyšší drsnost implantátu by mohla způsobovat zvýšené opotřebení. K dosažení jemného povrchu se používá mechanický způsob, chemické leptání nebo jejich kombinace.

Porézní povrch s propojenými póry je doporučen k lepší fixaci implantátu v těle. Díky pórům je zvětšená kontaktní plocha implantátu a kostní tkáň, díky čemuž dochází k lepší stabilitě implantátu. Díky poréznímu povrchu lze snížit hmotnost a Youngův modul implantátů.

„V jedné ze studií o SLM metodě bylo z biomechanických testů zjištěno, že implantáty s porézním povrchem mají na rozhraní kostního implantátu vyšší vazebnou sílu“ [13, 23].

Geometrie

Vývoj aditivních technologií umožňuje vyrobit implantát přesné velikosti a tvaru, což je velice důležité pro jeho správnou funkčnost. Konvenční metody obrábění tuto výhodu neposkytovaly.

„Jeden z výzkumných článků zdůrazňuje, že rozměrová přesnost implantátů vyrobených 3D tiskem je průměrně 200 μm . Díky rozměrové odchylce 200 μm jsou implantáty vhodné jen pro některé aplikace“ [23].

Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti implantátu by se měly co nejvíce přiblížit mechanickým vlastnostem kosti, které jsou uvedeny v tabulce 2. Lidské kosti, klouby a končetiny mají svoje mechanické vlastnosti, které usnadňují fungování lidského těla. Díky studiím bylo zjištěno, že Youngův modul, pevnost v tahu, pevnost v tlaku a houževnatost lidské kosti jsou závislé na pohlaví a věku pacienta, množství vody v těle, poloze kosti v těle a také na historii chorob a úrazů pacienta [23, 24].

Tabulka 2. Mechanické vlastnosti kosti [24]

	Youngův modul E [MPa]	Pevnost v tahu [MPa]	Pevnost v tlaku [MPa]
Podélný směr	11-21	60-70	70-280
Příčný směr	5-13	~50	~50

Maximální prodloužení kosti se uvádí 0,5-3 %. Proto je kost klasifikovaná jako křehká. Materiál použitý na implantát by měl mít vysokou odolnost proti opotřebení a také vysokou pevnost, aby odolal všem potencionálním zatížením [24, 25].

Korozivzdornost

Korozivzdornost implantátů vyrobených aditivní technologií může být ovlivněna porézností nebo drsností povrchu. AM technologie jsou v dnešní době schopny vytvořit jak dobrou odolnost proti korozi, tak dobrou biokompatibilitu. Slitina Ti6Al4V vyrobená metodou EBM má podobnou odolnost proti korozi, jako tatož slitina vyrobená pomocí tváření. Lepší korozivzdornosti je také možné dosáhnout tepelným zpracováním implantátů [23].

Biokompatibilita

Biokompatibilita je schopnost materiálu být v kontaktu s živou tkání, aniž by docházelo k nežádoucím účinkům. V místě kontaktu živé tkáně s implantátem by nemělo docházet k žádnému fyzickému podráždění, toxicitě nebo zánětu. Biokompatibilita implantátů úzce souvisí s jeho korozivzdorností. Čím víc je materiál náchylný ke korozi, tím víc se uvolňují toxické ionty do těla, které způsobují nežádoucí účinky. V tabulce 3 jsou vypsány prvky, které se přirozeně vyskytují v lidském těle. [25].

Tabulka 3. Přirozeně se vyskytující prvky v lidském těle [25]

Prvek	O	C	H	N	Ca	P	K	S	Na	Cl	Mg	Stopové prvky
Hmotnost v %	65,0	18,5	9,5	3,3	1,5	1,0	0,4	0,3	0,2	0,2	0,1	<0,01

2.4.3 Titan a jeho slitiny

Titan patří mezi hlavní kovy, které se používají při lékařských aplikacích, a to především díky jeho dobrým mechanickým vlastnostem. Ve formě slitin má srovnatelné mechanické vlastnosti se středně uhlíkovými nelegovanými oceli, má ovšem o 40 % menší hustotu. Titanové slitiny vykazují tedy vysokou měrnou pevnost. Mez pevnosti v tahu se u titanu pohybuje od 300 do 740 MPa. Titanové slitiny se v medicíně používají pro jejich nízký Youngův modul (55- 110 GPa), který mají menší než například chromové slitiny. Nízká elektrická vodivost tohoto materiálu přispívá k elektrochemické oxidaci, což vede k vytvoření pasivní oxidační vrstvy. Díky této vrstvě má titan vysokou odolnost proti korozi, která předčí i korozivzdorné oceli. Má velice dobrou odolnost proti působení běžných minerálních kyselin a alkalických

hydroxidů. Při vyšších teplotách titan reaguje s prvky O₂, N₂ a H₂, což způsobuje jeho znehodnocení. Obrobitelnost titanu je horší než u jiných kovů.

Titan se může vyskytovat ve dvou modifikacích. Tyto modifikace rozděluje překryštalizační teplota titanu 882 °C. Do této teploty se titan nachází ve fázi α a má hexagonální krystalovou mřížku. Ve fázi β se mění hexagonální krystalová mřížka na kubickou plošně střednou.

Překryštalizační teplotu můžou ovlivnit příměsi obsažené v titanu, nebo také úmyslně přidané legující prvky. Úkolem legování je zvýšení mechanických vlastností, ovšem legující prvky silně ovlivní teplotu přeměny fází. Prvky zvyšující překryštalizační teplotu se nazývají α stabilizátory. Naopak prvky, které snižují tuto teplotu, rozšiřují oblast β fáze. Jde tedy o β stabilizátory (tabulka 4). Zirkonium a cín představují prvky, které nemají výrazný vliv na překryštalizační teplotu [21, 26, 27].

Tabulka 4. Prvky ovlivňující teplotu fázové přeměny [26]

Snižují	Nb	Ta	Mo	Fe	Cr	Mn	V
Zvyšují	Al	B	N	O	C		

Titanové slitiny lze dělit na základě možných struktur do tří typů. Jsou to slitiny s α fází, β fází nebo s kombinací obou fází.

2.4.3.1 Slitiny s fází α

Struktura těchto slitin je tvořena homogenním tuhým roztokem α . Slitiny s fází α mají zvýšenou teplotu fázové přeměny díky α stabilizátorům. Znamená to tedy, že přísadové prvky se rozpouštějí více ve fázi α než ve fázi β . Za významný legující prvek u těchto slitin se považuje Al, jenž tvoří s titanem tuhý roztok. Obsah Al nepřevyšuje 7%, jelikož při vyšším obsahu klesá u slitin tvářitelnost. Slitiny hliníku a titanu mají do teploty 600 °C dobré mechanické vlastnosti. Jejich zvýšení lze dosáhnout také přidáním Sn. Čisté titanové α slitiny se dále tepelně nezpracovávají [26, 27].

2.4.3.2 Slitiny se strukturou fáze β

Tyto slitiny mají sníženou teplotu přeměny za pomoci prvků Nb, Ta, Mo nebo V. Díky nižší teplotě je β fáze stabilní i za normální teploty. Pro zajištění jednofázové struktury β i pro normální teplotu je zapotřebí velkého obsahu stabilizujících prvků. Díky tomu přichází titanová slitina o nízkou hmotnost. Aby se dosáhlo snížení těchto

prvků, dovoluje se ve struktuře malý podíl α fáze. Jako legující prvky se u těchto slitin používají Fe, Cr, Mo a V. Tyto slitiny vynikají především vysokou pevností, dobrou svařitelností, korozivzdorností a dobrou tvářitelností zastudena [26, 27].

2.4.3.3 Slitiny se smíšenou strukturou $\alpha+\beta$

Jsou to nejčastěji užívané slitiny, jejichž vlastnosti lze ovlivnit tepelným zpracováním. U Slitiny $\alpha+\beta$ je možné se setkat s velkým množstvím struktur, které závisí na podmínkách tváření a následném tepelném zpracování. Výhodou slitin se smíšenou strukturou je jejich velká pevnost za normálních teplot, která ale s rostoucí teplotou klesá. Některé tyto slitiny mají také dobrou tvářitelnost zastudena. Jejich svařitelnost je horší v porovnání se slitinami s jednofázovou strukturou α . Jako legující prvky těchto slitin se kromě Al využívá také Mn, Mo, V, Cr, Nb a Sn.

Nejznámější slitinou tohoto typu je slitina Ti6Al4V, která má vynikající mechanické vlastnosti. Teplota přeměny fází je zvýšena na 999 °C. Použitelnost této slitiny je omezená teplotou 400 °C. Lze ji také tepelně zpracovávat. Od této slitiny je odvozena titanová slitina Ti6Al4V ELI, která má oproti původní slitině sníženou hranici obsahu kyslíku na 0,13 %. V tabulkách 5 a 6 je možné vidět vliv změny chemického složení na mechanické vlastnosti [26, 27].

Tabulka 5. Chemické složení slitin Ti6Al4V a Ti6Al4V ELI firmy ARCAM [20]

	Al	V	C	Fe	O	N	H	Ti
Ti6Al4V	6,0%	4,0%	0,03%	0,1%	0,15%	0,01%	0,003%	Zbytek
Ti6Al4V ELI	6,0%	4,0%	0,03%	0,1%	0,10%	0,01%	<0,003%	Zbytek

Tabulka 6. Mechanické vlastnosti slitin Ti6Al4V a Ti6Al4V ELI firmy ARCAM [20]

	Mez kluzu	Mez pevnosti v tahu	Prodloužení	Mez únavy při zatížení 600 MPa	Tvrдост	Modul pružnosti
Ti6Al4V	950 MPa	1 020 MPa	14%	>1*10 ⁷ cyklů	33 HRC	120 GPa
Ti6Al4V ELI	930 MPa	970 MPa	16%	>1*10 ⁷ cyklů	32 HRC	120 GPa

2.5 Tepelné zpracování titanu a jeho slitin

Při tepelném zpracování titanu je třeba brát v úvahu jeho vysokou afinitu k dusíku, vodíku a kyslíku. Pro ohřev výrobků z titanu a jeho slitin se používají nejčastěji indukční i odporová elektrotepelná zařízení, která pracují kontaktním způsobem nebo s kapalným přenosovým prostředím. U indukčního ohřevu existuje riziko přehřátí povrchové vrstvy, což by mělo za následek intenzivní oxidaci. Oxidické vrstvy mohou dosahovat tloušťky až několika mm [27, 28].

2.5.1 Žihání

Žihání na snížení zbytkových napětí se provádí po operacích jako je tváření, svařování nebo obrábění. Titan a jeho slitiny jsou zahřány na teplotu 560-600 °C a následně jsou pomalu ochlazovány.

Rekrytalizační žihání se provádí především při zpracování technicky čistého titanu a u jednofázových slitin α nebo β , které se žihají při teplotách 750-850 °C. Dvoufázové slitiny musí mít teplotu rekrytalizačního žihání nižší, než je teplota přeměny na β fázi, jelikož při vyšších rekrytalizačních teplotách dochází k hrubnutí zrna.

Stabilizační žihání má dvě varianty. Izotermické žihání se provádí při teplotách 850-950 °C a poté se pozvolna ochlazuje na vzduchu na teplotu 650-500 °C. Toto žihání zajistí vyšší plastické vlastnosti. Dvojitě žihání má podobný postup jako žihání izotermické, ale meziochlazením se dosahuje teploty okolí. Dvojitě žihání zajišťuje vyšší pevnostní vlastnosti [27, 28].

2.5.2 Kalení a popouštění

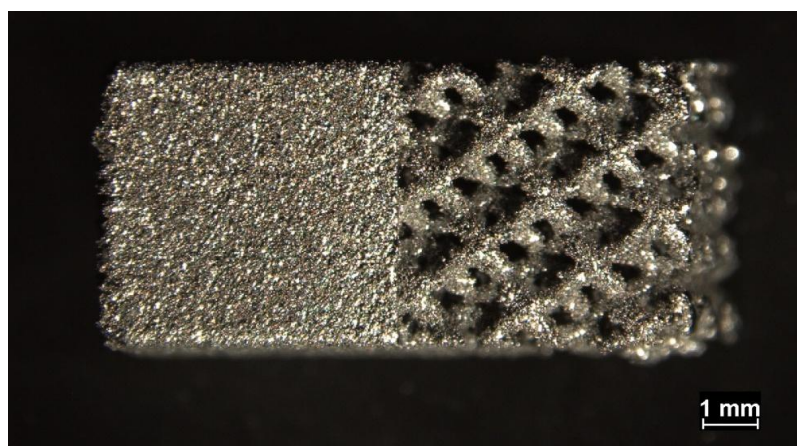
Kalení probíhá z teplot ležících v oblasti ($\alpha + \beta$), tedy z teplot 850-880 °C. Po výdrži 1 až 2 hodiny se kalí do vody (Ti6Al4V, Ti6Al2Mo2Cr).

Zpevňující popouštění probíhá z teplot 450-550 °C, kdy nižší teplota udává vyšší zpevnění. Poté se ochlazuje na vzduchu 2 až 5 hodin. Slitiny, které se kalí z oblasti β , tedy z teploty přibližně 790 °C je vhodné popouštět duplexně při teplotách 350-500 °C. Jde o slitiny označované jako slitiny β III a β -C [27, 28].

3 Experimentální část

3.1 Příprava vzorků

V mé práci byly použity vzorky z titanové slitiny Ti6Al4V ELI, které vyrobila firma ProSpon za pomoci DMLS technologie na zařízení Concept Laser. Tato slitina byla vyrobena z kovového prášku, jehož částice mají průměr 10-45 μm . Tvar vzorku z titanové slitiny Ti6Al4V ELI je na obrázku 14 a byl shodný pro vzorky před i po žíhání. Na vzorku jsou viditelné dva typy struktury- plný objem a trabekulární struktura. Bylo provedeno také porovnání s totožným materiálem vyrobeným EBM technologií a se vzorkem vyrobeným standardní technologií.



Obrázek 14. Vzorek vyrobený metodou DMLS

Zalisování vzorků

Vzorky malých rozměrů je nutné nejprve zalisovat do bakelitové hmoty pro lepší manipulaci při dalším zkoumání. K tomu jsem použil lis LECO PR-4X. Do lisu byl vložen vzorek, který jsem fixoval pinzetou, aby se vzorek nehýbal při vsypávání bakelitu. Po nasypání jsem lis spustil a začal proces zalisování. Teplota uvnitř lisu vzrostla na 170°C. Během toho se vzorek zatavil do bakelitu a následně byl ochlazen vodou na teplotu 65 °C. Po ochlazování jsem vzorek z lisu vyjmul.

Broušení

Zatavené vzorky bylo dále nutné brousit. K tomu jsem použil brusku LECO GPX300. Před celým procesem broušení je nutné umýt hlavici brusky a pracovní stůl,

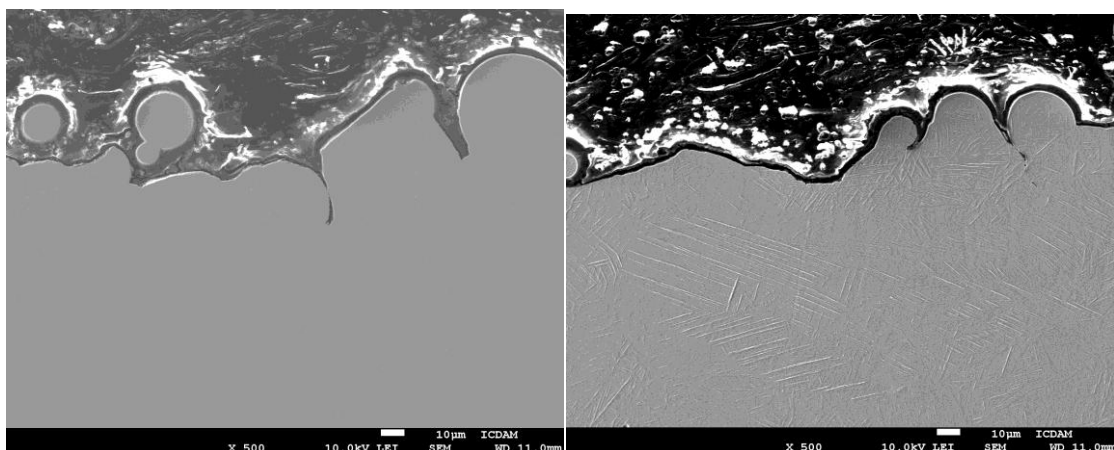
aby nedošlo ke zničení vzorku. Brousil jsem je kotouči od firmy AKASEL s různou zrnitostí. Nejprve jsem začal u zrnitosti P220, od které jsem přešel na zrnitost P1200. Při celém procesu broušení je nutný přívod vody z důvodu chlazení a odvádění částic broušeného vzorku. Po broušení jsem vzorky opláchl vodou, očistil etanolem a vysušil, abych zhodnotil stav broušení.

Leštění

Aby bylo možné vyvolat strukturu materiálu, je nutné materiál vyleštit. Pro leštění jsem použil stejný přístroj značky LECO jako pro broušení. Proběhla pouze výměna brusných kotoučů za kotouče leštící. Při výměně leštících kotoučů je nutné umýt samotný kotouč a také hlavici brusky. Pro leštění jsem nejprve použil kotouč Buehler TexMet P, který jsem kombinoval s 9 mikronovou diamantovou suspenzí. Dále jsem použil kotouč Buehler MicroFloc, kde jsem jako suspenzi využil siliku. Po leštění jsem vzorky opláchl vodou, etanolem a vysušil, abych zhodnotil stav leštění.

Leptání

Všechny vzorky jsem leptal za pomoci Krollova leptadla (1% HF, 2% HNO₃, 95% destilovaná voda), abych vyvolal mikrostrukturu titanové slitiny. Vzorky vyrobené metodou DMLS a vzorek vyrobený odléváním jsem leptal přibližně jednu minutu. Vzorek vyrobený pomocí elektronového paprsku jsem leptal dvě minuty. Po leptání jsem vzorky opět opláchl a usušil. Výsledek leptání lze vidět na obrázku 15.



Obrázek 15. Vyvolání struktury pomocí Krollova leptadla (zvětšeno 500x)

3.2 Mechanické vlastnosti

Z mechanických vlastností byla zkoumána mikrotvrdomost. Pro měření jsem použil mikrotvrdoměr LECO M-400-G1, který funguje na principu vníkaní indetoru, kterým je čtyřboký diamantový jehlan. Pro mé měření jsem použil zatížení 200 gramů. Pomocí úhlopříček vtisku byla vypočtena mikrotvrdomost podle Vickerse, která je uvedena v tabulce 7.

Tabulka 7. Měření mikrotvrdomosti podle Vickerse při zatížení 200 g pro slitiny titanu Ti6Al4V ELI

Vzorek	DMLS- Nežíhaný	DMLS- Žíhaný	EBM	Odlitý
Průměrná hodnota	364,0 HV	373,7 HV	417,3 HV	358,3 HV
Odchylka	± 2,9 HV	± 0,9 HV	± 3,8 HV	± 2,5 HV

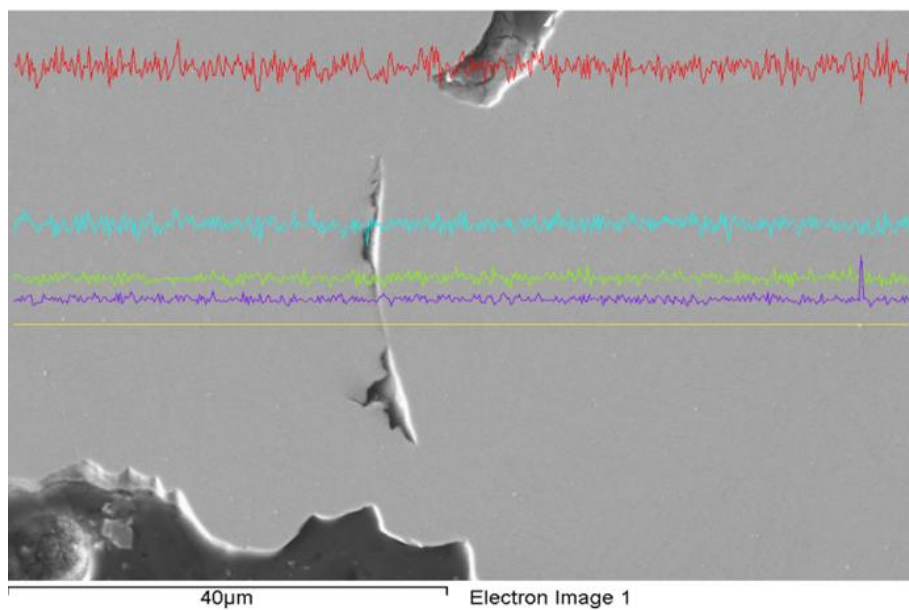
Z odchylek v tabulce 7 je vidět, že vlivem žíhání došlo ke stabilizování mikrotvrdomosti. Nejvyšší mikrotvrdomost má vzorek vyrobený metodou EBM. Přisuzuji to silnému zdroji energie, který způsobí úplné roztavení částic. Vyšší energie pronikne do větší hloubky, což způsobí dobré spojení vrstev a zvýšení hustoty materiálu.

3.3 Chemické složení

Dále jsem zkoumal chemické složení nežíhaného vzorku titanové slitiny Ti6Al4V ELI. K tomu jsem použil řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM 7600F s analyzátozem EDS (Oxford Inca Energy 250).

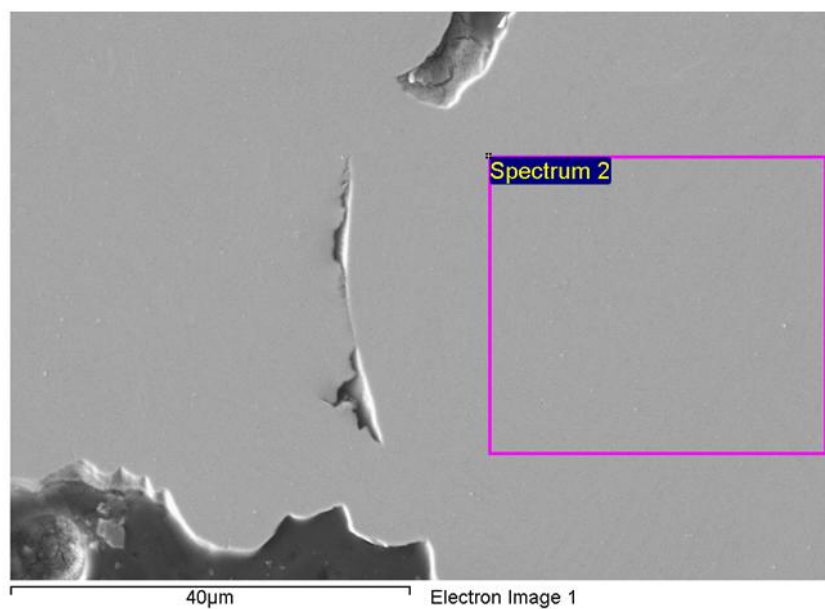
Pro chemickou analýzu byl použit analyzátor EDS, což je přídavné zařízení, které se používá spolu s řádkovacím mikroskopem pro určení chemického složení materiálu. Princip této metody spočívá v bombardování vzorku primárními elektrony, při kterém vzniká rentgenové záření. Každý prvek má různou energii rentgenového záření, proto EDS analyzátor určí druh a množství prvku ve zkoumaném materiálu.

Analýzu chemického složení jsem provedl nejdřív po přímce (obrázek 16). Tato přímka procházela skrz spoj plného objemu s trabekulární strukturou. Účelem měření bylo zjištění koncentrace prvků v oblasti spoje. Přestože v místě spoje nedošlo k dokonalému napojení, procentuální množství prvků se nijak výrazně nelišilo od okolního materiálu.



Obrázek 16. EDS analýza nežíhaného vzorku

Dále jsem provedl analýzu chemického složení v oblasti, která se nachází v plném objemu vzorku. Tato oblast je zobrazena na obrázku 17 a její chemické složení je uvedeno v tabulce 8.

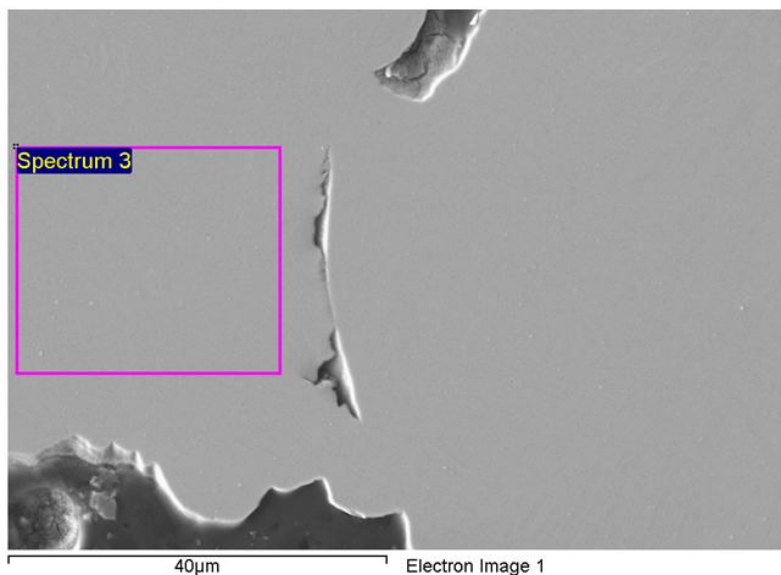


Obrázek 17. EDS analýza oblasti v plném objemu

Tabulka 8. Množství prvků v oblasti 2

Prvek	Hmotnostní procenta	Atomová procenta
Hliník	6,46	10,94
Titan	89,68	85,60
Vanad	3,86	3,46
Součet	100,00	100,00

Poslední EDS analýzu jsem provedl v oblasti trabekulární struktury, která je zachycena na obrázku 18. Koncentrace prvků (tabulka 9) se nijak výrazně nelišily od chemického složení v oblasti plného objemu.



Obrázek 18. EDS analýza oblasti v trabekulární struktury

Tabulka 9. Množství prvků v oblasti 3

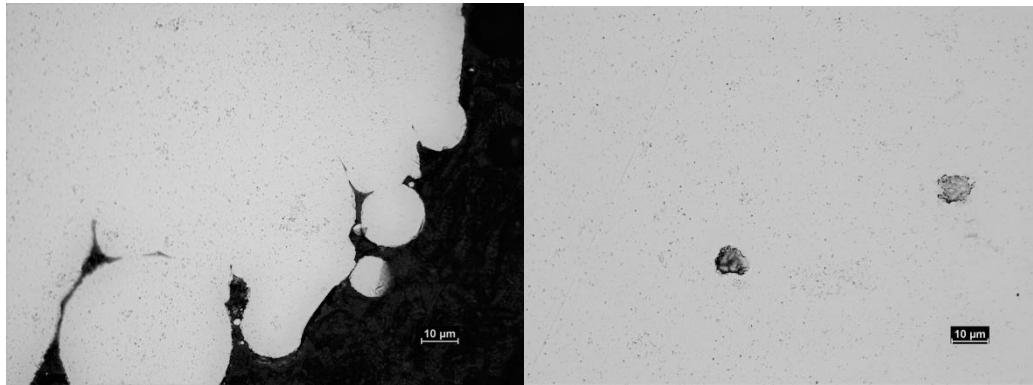
Prvek	Hmotnostní procenta	Atomová procenta
Hliník	6,43	10,90
Titan	89,95	85,86
Vanad	3,62	3,24
Součet	100,00	100,00

V poslední řadě jsem si za pomoci elektronového mikroskopu zdokumentoval nežíhaný vzorek před leptáním i po leptání, na němž lze vidět mikrostrukturu.

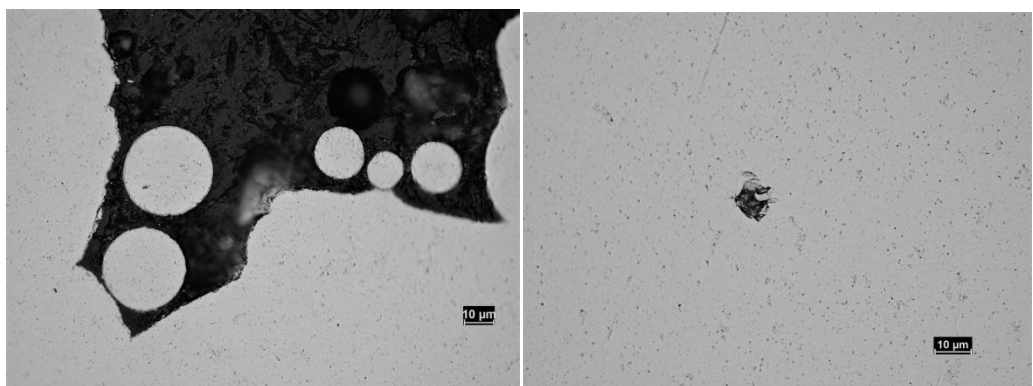
3.4 Vliv tepelné úpravy na mikrostrukturu

Žíhaný a nežíhaný vzorek

Vzorky jsem před leptáním i po leptání zdokumentoval za pomoci optického mikroskopu NEOPHOT 32. Struktura nežíhaného vzorku a žíhaného vzorku před leptáním, která je vidět na obrázcích 19 a 20, se nijak výrazně nelišila. U obou vzorků je možné ve struktuře vidět drobné póry a defekty.



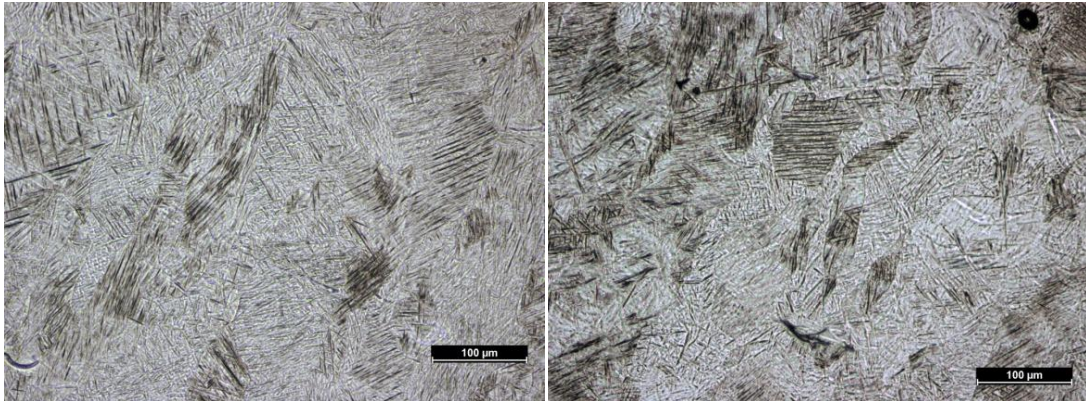
Obrázek 19. Snímek leštěného nežíhaného vzorku, optický mikroskop



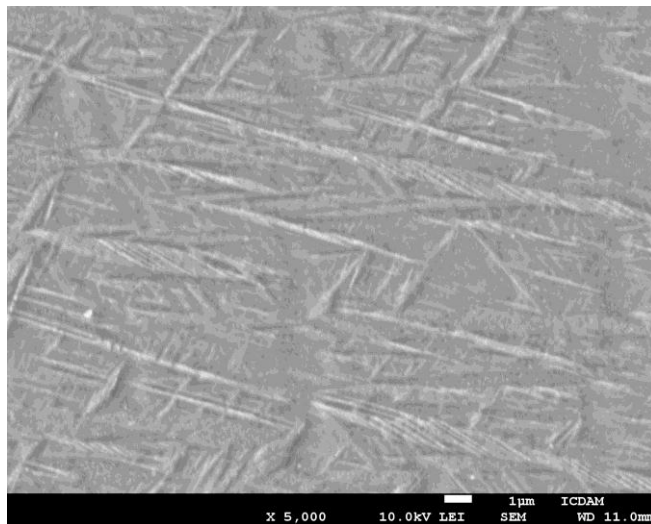
Obrázek 20. Snímek leštěného žíhaného vzorku, optický mikroskop

Pro vyvolání mikrostruktury je nutné vzorky leptat. V mém případě jsem leptal Krollovým leptadlem (1% HF, 2% HNO₃, 95% destilovaná H₂O), které je vhodné pro leptání titanových slitin.

Vzorky jsem leptal stejným způsobem a stejně dlouhou dobu. Obrázek 21 ukazuje mikrostrukturu titanové slitiny Ti6Al4V ELI v nežíhaném stavu.



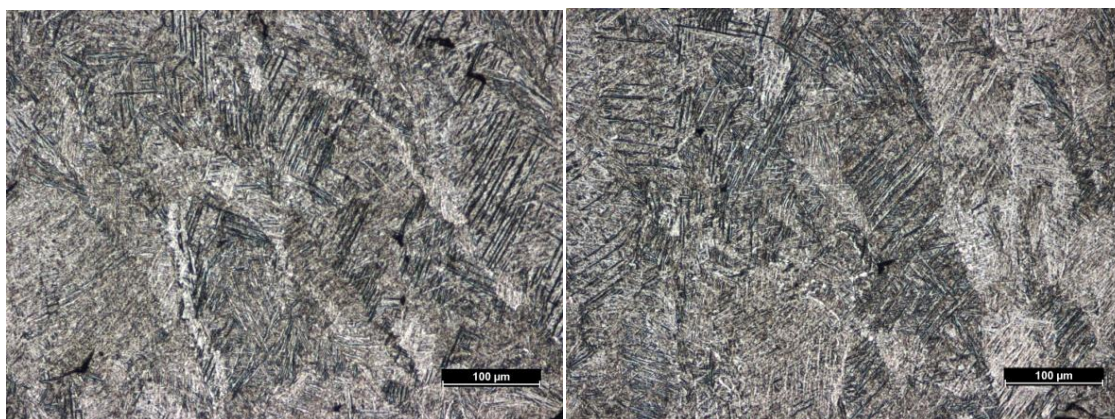
Obrázek 21. Struktura leptaného nežíhaného vzorku, optický mikroskop



Obrázek 22. Struktura leptaného nežíhaného vzorku, elektronový mikroskop

Mikrostruktura nežíhaného vzorku jde dobře vidět na obrázku 22. Obsahuje primárně jehlicový martenzit α' a jemnou lamelární β strukturu. Zrna α' lze vidět na obrázku jako světlá. Martenzit α' má hexagonální krystalovou mřížku a tvoří ho především laťky či jehlice. Tmavší zrna jsou potom β struktura. Martenzit ve struktuře je zapříčiněn rychlým ochlazováním v místě slinování a způsobuje vyšší tvrdost materiálu.

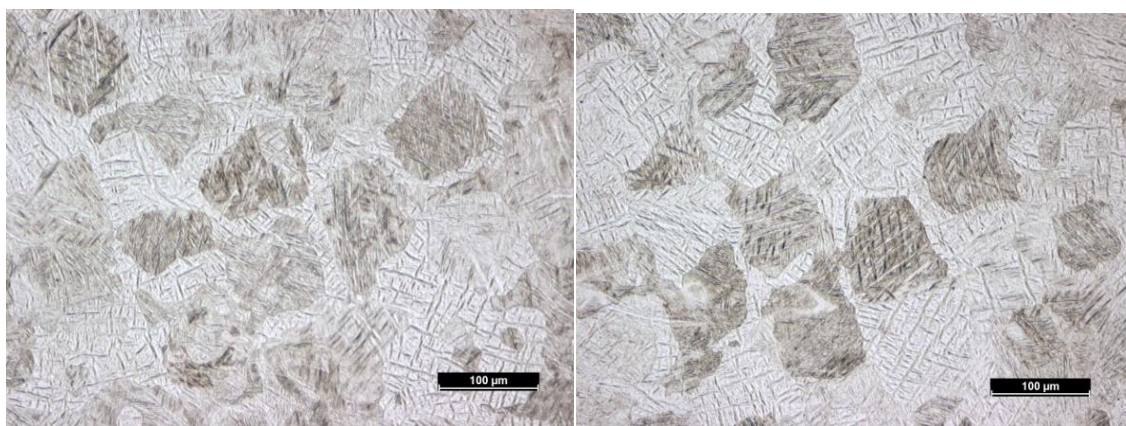
Tato struktura je velice typická pro tento typ titanové slitiny vyrobený technologií DMLS. [13]



Obrázek 23. Struktura leptaného žíhaného vzorku, optický mikroskop

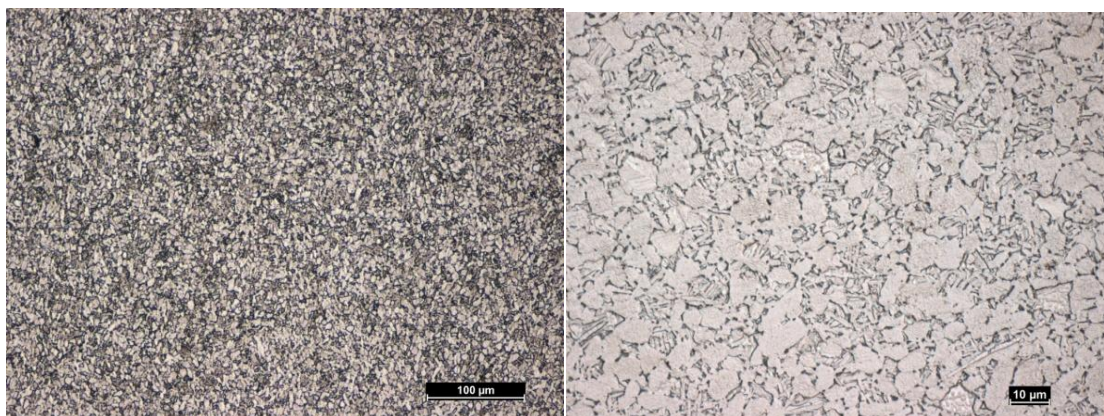
Obrázek 23 ukazuje mikrostrukturu po žíhání titanové slitiny. Na první pohled je vidět, že struktura po tepelném zpracování je více homogenní, než tomu bylo v případě, kdy byl materiál nežíhaný. Došlo ke zvýšení tvrdosti materiálu, což bylo zapříčiněno vytvrzením lamel β jemnou deskovitou fází α . Vznikla tedy bi-lamelární struktura. [27]

Porovnání mikrostruktury s dalšími metodami výroby



Obrázek 24. Snímek struktury leptané titanové slitiny vyrobené metodou EBM

V porovnání s metodou DMLS je mikrostruktura titanové slitiny Ti6Al4V ELI vyrobená metodou EMB odlišná. Jak je vidět z obrázků 24, struktura má výrazně jemnější zrna, což je způsobeno rychlým ochlazováním bazénu taveniny. Ovšem díky tomu, že je komora během procesu zahřátá na teplotu 650-700 °C, nedojde k transformaci fáze α na α' . Mikrostruktura vzorku vyrobeného EBM technologií obsahuje lamelární fázi α a také větší β zrna, která ohraničují lamelární fázi α .



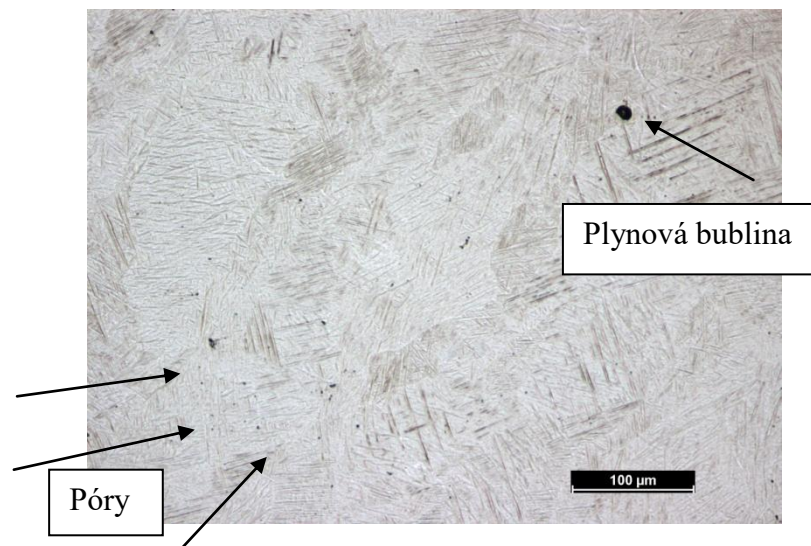
Obrázek 25. Struktura leptané titanové slitiny vyrobené standardní technologií, příčný řez tyčí.

Na obrázku 25 jsou vidět snímky mikrostruktury slitiny titanu vyrobené tradičními metodami. Ve srovnání s metodou DMLS se tato struktura liší nejvíce. Je vidět, že mikrostruktura tohoto vzorku je velice jemná a rovnoosá. Je tvořena fází α a také malým množstvím β fáze s košíkovou strukturou. Důvod této struktury je pomalé ochlazování materiálu při výrobě [27].

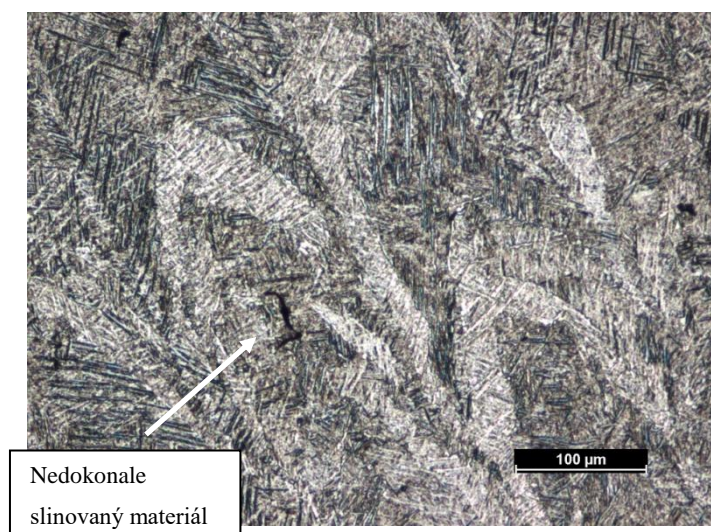
3.5 Defekty

Při výrobě součástí AM technologiemi mohou vznikat ve struktuře defekty různého druhu. Tyto defekty mohou svou velikostí ovlivnit výsledné mechanické vlastnosti součástí. Vliv na výskyt defektů v objemu i na povrchu součástí mají především výrobní parametry, které je nutné správně zvolit a nastavit pro dobrou kvalitu součástí. Defekty mohou být ovlivněny také typem a kvalitou prášku.

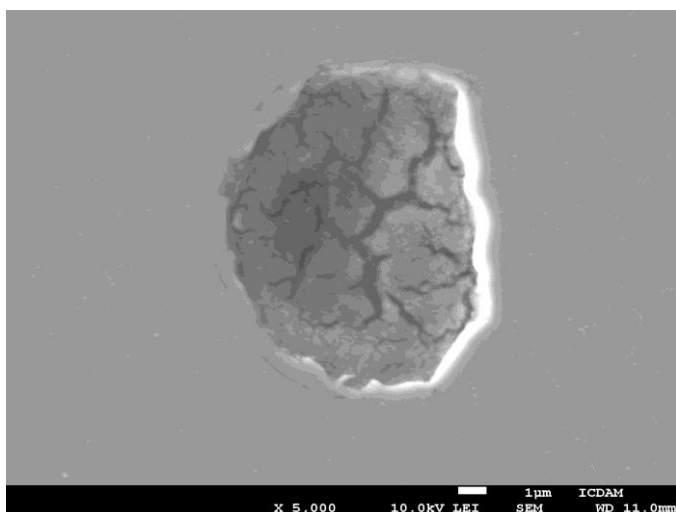
Na obrázcích 26 a 27 je vidět, že se defekty vyskytovaly jak v nežíhaném, tak v žíhaném vzorku titanové slitiny. Domnívám se, že vlivem tepelného zpracování byly eliminovány především póry, kterých bylo u žíhaného vzorku zřetelně méně.



Obrázek 26. Snímek pórů ve struktuře nežíhaného vzorku, optický mikroskop

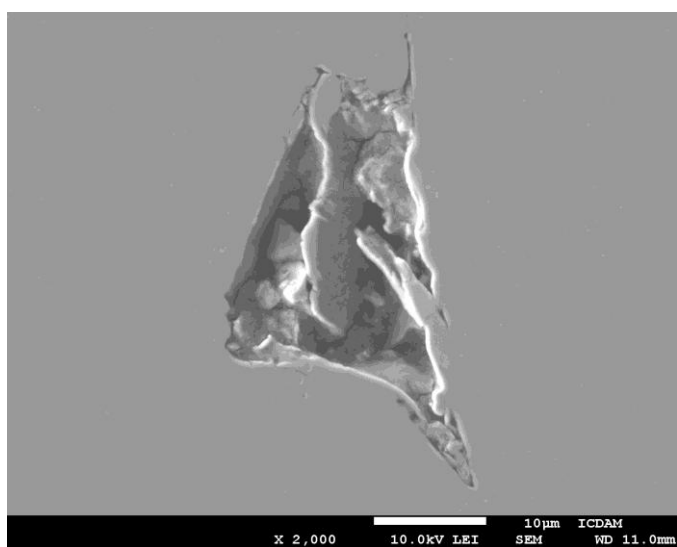


Obrázek 27. Snímek struktury žíhaného vzorku bez pórů, optický mikroskop



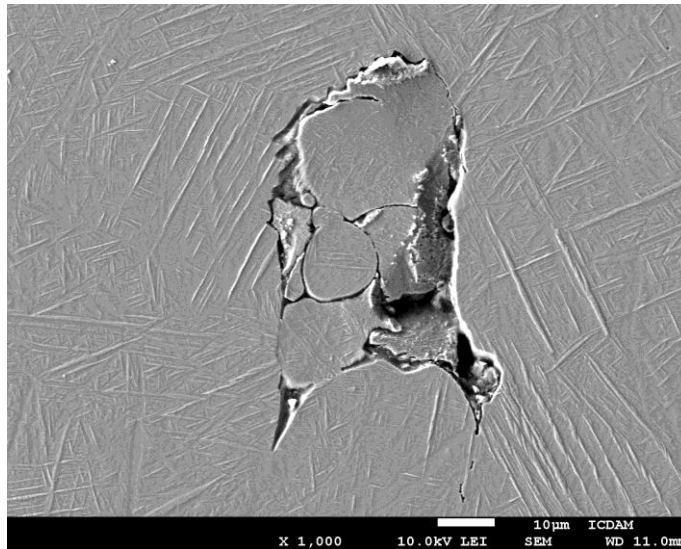
Obrázek 28. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 5000x)

Dle obrázku 28 soudím, že defekt struktury je způsoben ochranným plynem. V oblasti taveniny mohla ulpět plynová bublina argonu, který je do komory při výrobě přiváděn, aby chránil součást před oxidací.



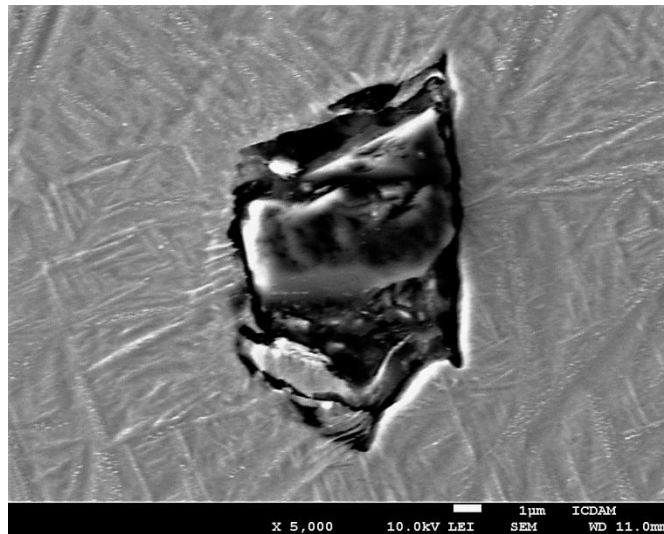
Obrázek 29. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 2000x)

Na snímku 29 je vidět defekt struktury v podobě propadlého materiálu. Pod tímto místem mohla být dutina vzniklá přítomností plynu, jako tomu bylo na obrázku 28 nebo mohlo jít také o nedostatečně slinovaný materiál. Vlivem povrchových úprav, které jsem prováděl, došlo potom k propadu povrchu do dutiny.



Obrázek 30. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 1000x)

U obrázku 30 jde dle mého názoru o nedokonale slinovaný materiál. Práškový materiál se nedostatečně slinoval a při povrchových úpravách došlo k vylomení částice.



Obrázek 31. Defekt ve struktuře nežíhaného vzorku (zvětšeno 5000x)

Defekt na obrázku 31 je způsoben znečištěním práškového materiálu částicemi jiného materiálu. Dle mého úsudku může jít o částici gumové stěrky, která pomáhá nanášet prášek na stavební platformu. Mohl by jít také o již slinovaný prášek, který se do výroby dostal špatnou recyklací práškového materiálu.

4 Závěr

Bylo provedeno porovnání vzorků vyrobených metodou DMLS z prášku Ti6Al4V ELI před a po žíhání. Vliv tepelné úpravy pozitivně ovlivnil výsledné mechanické vlastnosti. Na základě experimentální části jsem došel k těmto závěrům:

- Mikrotvrdost žíhaného vzorku se vůči nežíhanému vzorku zvedla o přibližně 10 HV a vůči vzorku vyrobeného konvenční metodou o 15 HV. Žíhaný vzorek vykazoval velmi malou odchylku mikrotvrdosti, což potvrzuje homogenizaci struktury.
- Chemická analýza v místě spoje dvou struktur se nelišila. Spoj byl tedy homogenní.
- Tepelná úprava měla viditelný vliv na mikrostrukturu žíhaného vzorku. Mikrostruktura byla více homogenní, než tomu bylo u vzorku nežíhaného. Došlo k vytvrzení lamel β jemnou deskovitou fází α , což je označováno jako bi-lamelární struktura.
- Tepelné zpracování nemělo na velikost a počet defektů výrazný vliv. Zaznamenáno bylo jen snížení množství pórů v žíhaném vzorku.

Po žíhání, které homogenizovalo strukturu a snížilo výskyt pórů, bych dále doporučil tryskání, které by vedlo ke snížení drsnosti povrchu materiálu. Snížení drsnosti se uplatní při výrobě funkčního implantátu, jehož úkolem je pohyb.

Použitá literatura a zdroje

- [1] WONG, Kaufui V. a Aldo HERNANDEZ. A Review of Additive Manufacturing. ISRN Mechanical Engineering [online]. 2012, 2012, 1-10 [cit. 2017-04-30]. DOI: 10.5402/2012/208760. ISSN 2090-5130. Dostupné z: <http://www.hindawi.com/journals/isrn/2012/208760/>
- [2] Nekonvenční metody obrábění 9. díl. MM průmyslové spektrum. [online]. 19.11.2008 [cit. 2017-04-30]. Dostupné z <http://www.mmspektrum.com/clanek/nekonvencni-metody-obrabeni-9-dil.html>
- [3] FRAZIER, William E. Metal Additive Manufacturing: A Review. Journal of Materials Engineering and Performance [online]. 2014, 23(6), 1917-1928 [cit. 2017-05-03]. DOI: 10.1007/s11665-014-0958-z. ISSN 1059-9495. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11665-014-0958-z>
- [4] Pros and Cons of Additive manufacturing. Composites Manufacturing. [online]. 15.10.2014 [cit. 2017-05-06]. Dostupné z: <http://compositesmanufacturingmagazine.com/2014/10/pros-cons-additive-manufacturing/>
- [5] Additive Manufacturing. 3D printing: Facts & Forecasts. Picture of the Furure. Siemens. 2014. [cit. 2017-05-08]. Dostupné z: <https://www.siemens.com/innovation/en/home/pictures-of-the-future/industry-and-automation/Additive-manufacturing-facts-and-forecasts.html>
- [6] Mohsen Attaran. The rise of 3-D printing: The advantages of additive manufacturing over traditional manufacturing. Business Horizons. [online] 28 June 2017 [cit. 2017-05-08]. ISSN 0007-6813. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.bushor.2017.05.011>
- [7] The ultimate list of what we can 3D print in medicine and healthcare. [online]. [cit. 2017-05-15]. Dostupné z: <http://medicalfuturist.com/3d-printing-in-medicine-and-healthcare/>
- [8] Surgeons successfully implant 3-D printed skull. The globe and Mail [online] 2.4.2014 [cit. 2017-05-16]. Dostupné z: <https://www.theglobeandmail.com/life/health-and-fitness/health/surgeons-successfully-implant-3-d-printed-skull/article17774514/>

- [9] 3D tisk v medicíně: Dnešní realita a budoucnost. ScienceWorld. [online]. 27.2.2014 [cit. 2017-05-23]. Dostupné z: <http://www.scienceworld.cz/aktuality/3d-tisk-v%C2%A0medicine-dnesni-realita-a-budoucnost/>
- [10] R. Singh and S. Singh. Additive Manufacturing: An Overview. In Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. Elsevier. [online] 2017 [cit. 2017-05-29]. ISBN 9780128035818. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.04165-5>
- [11] Metal powders for AM. Renishaw. Webové stránky firmy. [online]. [cit 2017-06-01]. Dostupné z: <http://www.renishaw.com/en/>
- [12] Additive Manufacturing Technologies: An Overview. Basic principles of 3D printing. 3D Hubs. [online]. [cit. 2017-06-05]. Dostupné z: <https://www.3dhubs.com/knowledge-base/additive-manufacturing-technologies-overview>
- [13] ZHANG, Lai-Chang a Hooyar ATTAR. Selective Laser Melting of Titanium Alloys and Titanium Matrix Composites for Biomedical Applications: A Review. *Advanced Engineering Materials* [online]. 2016, **18**(4), 463-475 [cit. 2017-06-06]. DOI: 10.1002/adem.201500419. ISSN 14381656. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1002/adem.201500419>
- [14] Type of 3D printers or 3D printing technologies overview. 3D Printing from scratch. [online]. [cit. 2017-06-15]. Dostupné z: <http://3dprintingfromscratch.com/common/types-of-3d-printers-or-3d-printing-technologies-overview/#ebm>
- [15] Přehled technik využívaných při Rapid Prototyping. Technická univerzita v Liberci. [online]. 2012 [cit. 2017-06-19]. Dostupné z: http://www.kvs.tul.cz/download/rapid_prototyping/P%C5%99ehled%20technik%20vyu%C5%BE%C3%ADvan%C3%BDch%20p%C5%99i%20Rapid%20Prototyping.pdf
- [16] 3D Printing Technology Guide: 9 Basic Type of 3D Printers. All3DP. [online]. 7.12.2016 [cit. 2017-06-23]. Dostupné z: <https://all3dp.com/types-of-3d-printer-technology-explained/#SLM>

- [17] Thijs, Lore, et al. "A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V." [online]. [cit. 2017-06-25]. Acta Materialia 58.9 (2010): 3303-3312. Dostupné také z: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.02.004>
- [18] Direct Metal Laser Sintering. Custom part. [online]. [cit. 2017-06-26]. Dostupné z: <http://www.custompartnet.com/wu/direct-metal-laser-sintering>
- [19] Valmik Bhavar, Prakash Kattire, Vinaykumar Patil, Shreyans Khot, Kiran Gujar, Rajkumar Singh. A review on powder bed fusion technology of metal additive manufacturing. [online]. [cit. 2017-06-26]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/285982651_A_review_on_powder_bed_fusion_technology_of_metal_additive_manufacturing
- [20] Electron Beam Melting. Arcam EBM: Webová stránka firmy. [online]. [cit. 2017-07-03]. Dostupné z: <http://www.arcam.com>
- [21] Paulo Bartolo, Jean-Pierre Kruth, Jorge Silva, Gideon Levy, Ajay Malshe, Kamlakar Rajurkar, Mamoru Mitsuishi, Joaquim Ciurana, Ming Leu, Biomedical production of implants by additive electro-chemical and physical processes, CIRP Annals - Manufacturing Technology, Volume 61, Issue 2. [online] 2012 [cit. 2017-07-05] Pages 635-655, ISSN 0007-8506. Dostupné z: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cirp.2012.05.005>.
- [22] Endoprotéza, endoprotézy, kloubní náhrady. Lékaři-online. [online] 2008 [cit. 2017-07-09]. Dostupné z: <http://www.lekari-online.cz/ortopedie/novinky/endoprotezy-nahrady>
- [23] SINGH, Sunpreet a Seeram RAMAKRISHNA. Biomedical applications of additive manufacturing: present and future. Current Opinion in Biomedical Engineering [online]. 2017, , - [cit. 2017-07-12]. DOI: 10.1016/j.cobme.2017.05.006. ISSN 24684511. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2468451117300296>
- [24] Mechanical properties of bone. University of Cambridge. [online]. [cit. 2017-07-16]. Dostupné z: https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/bones/bone_mechanical.php
- [25] R.I.M. Asri, W.S.W. Harun, M. Samykano, N.A.C. Lah, S.A.C. Ghani, F. Tarlochan, M.R. Raza. Corrosion and surface modification on biocompatible metals: A review. Materials Science and Engineering: C, Volume 77. [online] 2017 [cit. 2017-07-

20], Pages 1261-1274, ISSN 0928-4931. Dostupné z:
<https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.04.102>

[26] MACHEK, Václav. *Kovové materiály 3: speciální kovové materiály*. V Praze: České vysoké učení technické, 2015. ISBN 978-80-01-05685-1

[27] FIŠARA, Šimon. *Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu slitiny Ti6Al4V*. Brno, 2016. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství

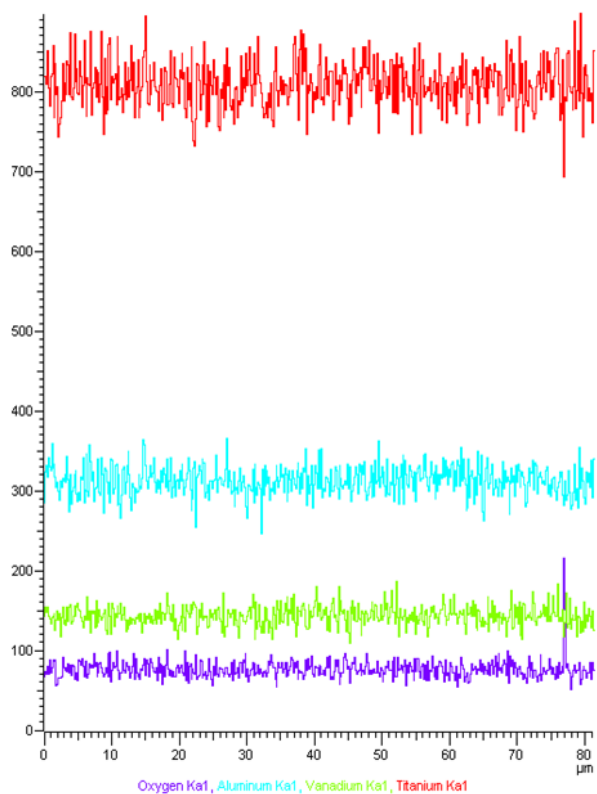
[28] MACEK, Karel, Petr ZUNA a Jiří JANOVEC. *Tepelné zpracování kovových materiálů*. V Praze: České vysoké učení technické, 2008. ISBN 978-80-01-04186-4.

5 Přílohy

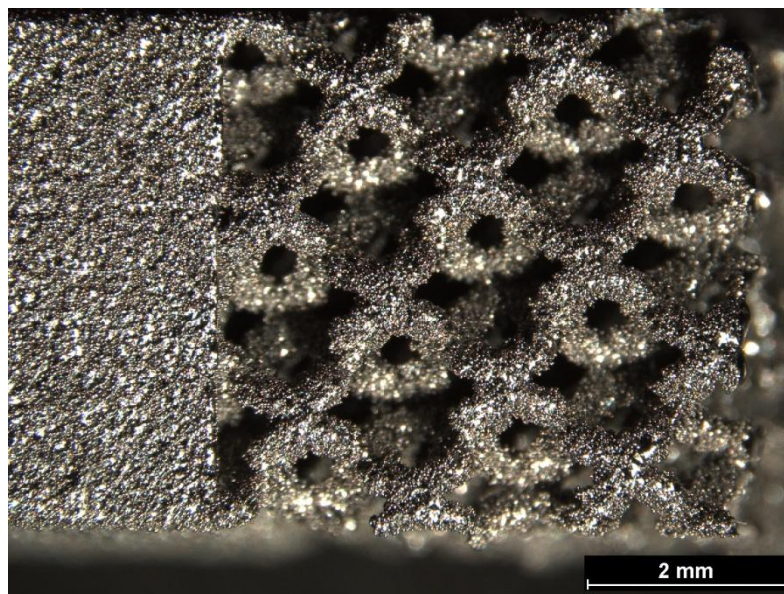
Měření mikrotvrdosti

Vzorek	DMLS- Nežíhaný	DMLS- Žíhaný	EMB	Odlitý
Měření č.1	361 HV	373 HV	420 HV	355 HV
Měření č.2	363 HV	375 HV	412 HV	359 HV
Měření č.3	368 HV	373 HV	420 HV	361 HV
Průměrná hodnota	364 HV	373,7 HV	417,3 HV	358,3 HV
Směrodatná odchylka	2,94392	0,9434	3,77138	2,49466

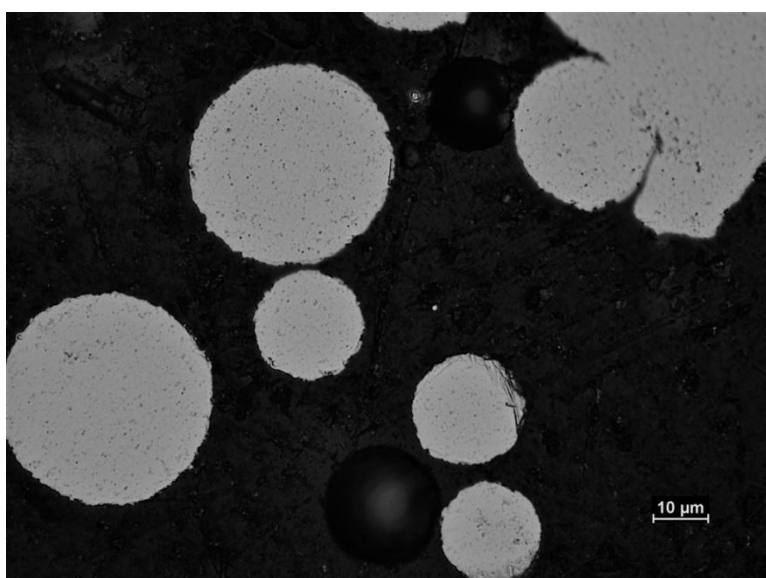
Chemická EDS analýza



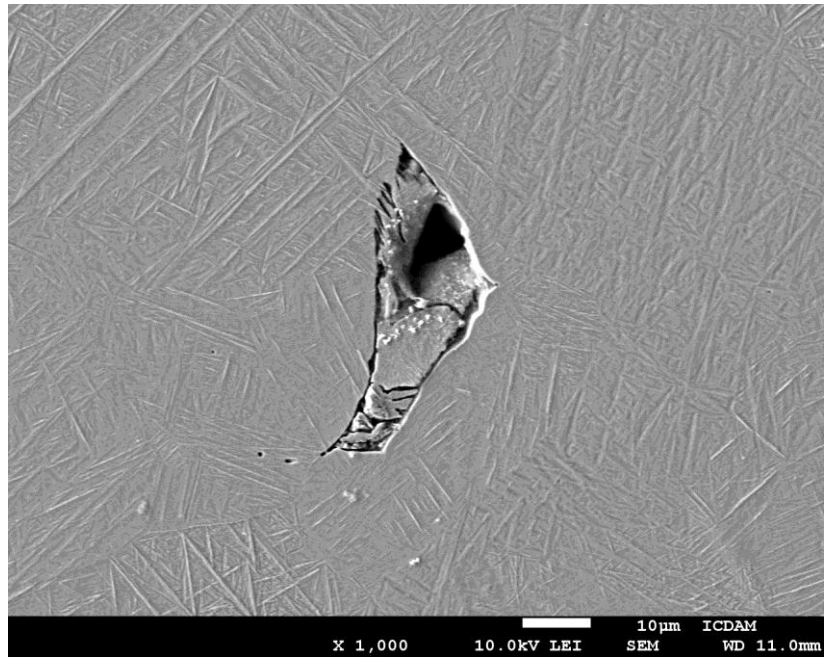
Element	App	Intensity	Weight%	Weight%	Atomic%	Element	App	Intensity	Weight%	Weight%	Atomic%
	Conc.	Corrn.		Sigma			Conc.	Corrn.		Sigma	
Al K	5.25	1.1235	6.46	0.04	10.94	Al K	5.21	1.1235	6.43	0.04	10.90
Ti K	64.26	0.9895	89.68	0.13	85.60	Ti K	64.15	0.9895	89.95	0.13	85.86
V K	2.70	0.9670	3.86	0.14	3.46	V K	2.52	0.9670	3.62	0.14	3.24
Totals			100.00			Totals			100.00		



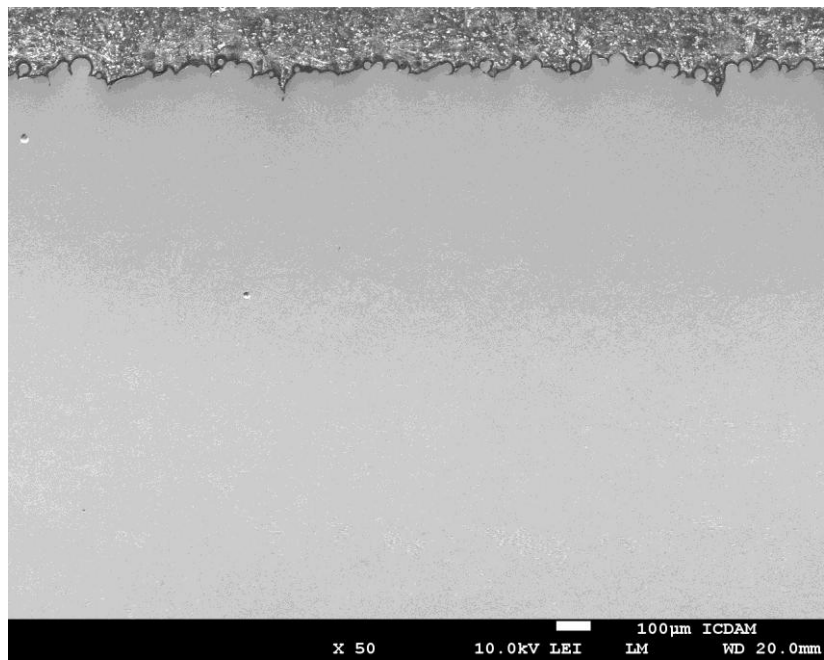
Obrázek p1. Detail trabekulární struktury, optický mikroskop



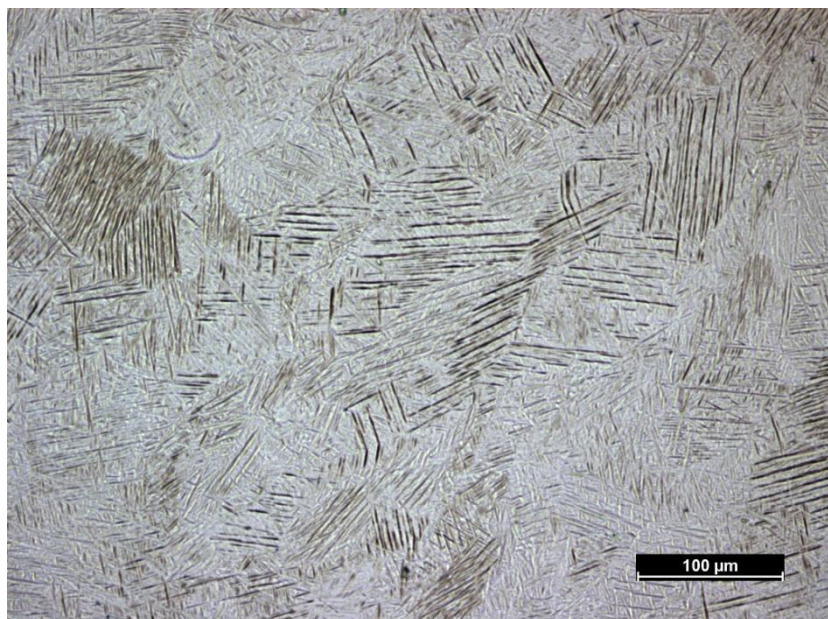
Obrázek p2. Částice prášku, optický mikroskop



Obrázek p3. Defekt nežíhaného vzorku, elektronový mikroskop



Obrázek p4. Detail struktury nežíhaného vzorku, elektronový mikroskop



Obrázek p5. Detail struktury nežíhaného leptaného vzorku, optický mikroskop



Obrázek p6. Defekt vzorku vyrobeného EBM technologií, optický mikroskop