VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE

INSTITUTE OF MANUFACTURING TECHNOLOGY

VLIV POSTPROCESSINGU NA STRUKTURU A VLASTNOSTI ALTERNATIVNĚ PŘIPRAVENÝCH KOVOVÝCH MATERIÁLŮ

EFFECT OF POSTPROCESSING ON STRUCTURE AND PROPERTIES ALTERNATIVELY PREPARED METALLIC MATERIALS

TEZE DIZERTAČNÍ PRÁCE

SHORTENED VERSION OF DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE — Ing. Josef Izák

AUTHOR

ŠKOLITEL — prof. Ing. Radim Kocich, Ph.D.

SUPERVISOR

BRNO 2025

ABSTRAKT

Alternativní výrobní postupy, mezi něž patří zejména aditivní technologie, představují v současnosti intenzivně zkoumanou oblast, jelikož nabízejí potenciální výhody ve srovnání s konvenčními výrobními procesy. Jejich širší komerční uplatnění je však dosud limitováno technologickými nedostatky, mezi které patří zejména zvýšený podíl porozity, nepříznivý stav zbytkových napětí a mikrostrukturní nehomogenity, což se negativně promítá do statických i dynamických vlastností materiálů při pokojové i zvýšené teplotě. Jednou z možností, jak tyto problémy eliminovat, je aplikace post-procesních metod. Předkládaný výzkum se proto zaměřuje na hodnocení vlivu tepelných a termomechanických postupů na vlastnosti kovových materiálů připravených metodou selektivního laserového tavení (SLM), přičemž zkoumanými materiály byly nástrojová ocel Dievar, nástrojová ocel AISI H13 a niklová superslitina Inconel 718. Výsledky ukazují, že termomechanické zpracování má příznivý vliv na vývoj mikrostruktury, redistribuci vnitřních napětí, redukci porozity a současně na zlepšení mechanických vlastností. Pro detailní analýzu účinku jednotlivých post-procesních strategií byly využity jak konvenční metody, tak i metody nekonvenční, mezi nimiž lze uvést například akcelerovaný creep.

Klíčová slova

Nástrojová ocel za tepla, Dievar, AISI H13, niklová superslitina, Inconel 718, aditivní technologie, 3D tisk, SLM, rotační kování, tepelné zpracování, ACT

ABSTRACT

Alternative manufacturing processes, such as additive technologies, are currently the subject of intensive research because they represent innovative approaches with potential advantages compared to conventional manufacturing methods. On the other hand, for their broader commercial application, it is necessary to address certain issues accompanying these processes. Among the best-known additive technologies is 3D printing, but materials produced in this way may exhibit a certain degree of porosity, unfavourable residual stress states and microstructures, and consequently lower static or dynamic properties, whether at room or elevated temperatures. One possibility for optimizing these challenges is post-processing of such materials. In this work, the research focuses on methods such as thermal or thermo-mechanical treatment and their effect on selected properties of metallic materials produced by alternative processes (SLM technology). The investigated materials comprised the tool steel Dievar, AISI H13, and the nickel-based superalloy Inconel 718. The results indicate that thermos-mechanical processing has a beneficial effect on microstructure evolution, modification of residual stress within the material, reduction of porosity, and enhancement of mechanical properties. To evaluate the effect of post-processing, conventional as well as non-conventional methods were employed, such as accelerated creep testing.

Keywords

Hot-work tool steel, Dievar, AISI H13, nickel-based alloy, Inconel 718, additive manufacturing, 3D printing, SLM, Selective laser melting, rotary swaging, heat treatment, ACT

OBSAH

ÚVOD 4
1 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE 4
2 KOVOVÉ MATERIÁLY 5
2.1 Nástrojová ocel Dievar 5
2.2 Niklová superslitina Inconel 718 5
3 ZPŮSOB PŘÍPRAVY KOVOVÝCH MATERIÁLŮ 5
3.1.1 PBF 5
4 METODY DALŠÍHO ZPRACOVÁNÍ (POST-PROCESSING) 7
4.1 Tepelné zpracování 7
4.2 Aplikace plastické deformace 7
4.2.1 Rotační kování 7
5 SVAŘITELNOST 8
6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST 8
6.1 Vyhodnocení výsledků 9
6.1.1 Konstrukce materiálového modelu a vyhodnocení simulací 10
6.1.1.1 Sestavení materiálového modelu 10
6.1.1.2 Simulace RK 11
6.1.2 Hodnocení mikrostruktury 11
6.1.3 Vývoj residuálního napětí 19
6.1.4 Vyhodnocení ARA diagramu 20
6.1.5 Vliv vložené deformace na mikrotvrdost 20
6.1.6 Vyhodnocení kvazistatické tlakové zkoušky 22
6.1.7 Vyhodnocení kvazistatické tahové zkoušky 23
6.1.8 Deformační chování materiálu za zvýšených teplot 23
6.1.9 Vyhodnocení ACT 25
6.2 Zhodnocení svařitelnosti slitiny Dievar 28
ZÁVĚR 29

Seznam použitých zdrojů
Publikační činnost a jiné výstupy

ÚVOD

Alternativní způsoby výroby kovových materiálů představují velmi zajímavou a slibnou cestu vedoucí k přípravě jak polotovarů, tak i případně finálních komponent. Velkou výhodou tohoto přístupu je možnost řízeně definovat nejen geometrii ale zejména vnitřní hierarchii takto připravených těles. Zřejmě nejvíce sledovanou a rozvíjenou oblastí je technologie aditivní výroby. Na druhé straně je potřeba uvést, že i tato technologie je stále ve fázi vývoje, která čítá optimalizaci a vyřešení celé řady problémů. Druhým zásadním krokem u těchto technologií je i jejich další rozšíření na větší spektrum materiálů, přičemž v současnosti se daří připravovat pouze několik konkrétních vybraných kovových systémů.

Aditivní výroba se stala klíčovou součástí moderního průmyslu, neboť umožňuje výrobu tvarově složitých součástí, které by tradičními technologiemi (odlévání, kování, obrábění) nebylo možné realizovat [1]. Metody WAAM, DED a PBF produkují materiály s unikátními mikrostrukturami, což výrazně ovlivňuje jejich mechanické vlastnosti [2,3] Tyto metody nacházejí využití v energetice, dopravě i medicíně [4]. Mezi typické materiály patří slitiny Ti [5], korozivzdorné oceli [6] a niklové slitiny [7]. Technologie WAAM se uplatňuje pro dobře svařitelné materiály včetně nástrojových ocelí [8], zatímco SLM je vhodné pro menší součásti s vysokou hustotou, jako jsou hliníkové slitiny [9], korozivzdorné oceli [10] a zejména superslitiny Inconel 718, které spolu s nástrojovými oceli představují modelové systémy pro náročné aplikace.

Výhodou technologie SLM je možnost ovlivnit mikrostrukturu během výroby [11]. Konvenční procesy poskytují homogenní struktury [11,12], zatímco SLM vede k jemnozrnnému martenzitu u ocelí a rovnoměrnějšímu rozložení precipitátů u superslitin [13]. Přesto je nezbytné řešit otázku mikrostruktury, pórovitosti a zbytkových napětí [14,15]. Nástrojová ocel Dievar vycházející z AISI H13 se používá pro formy a nástroje s vysokou odolností [16], zatímco Inconel 718 odolává extrémním podmínkám díky precipitaci fází γ' a γ'' [17].

Zbytková napětí patří mezi hlavní problémy aditivně i konvenčně vyráběných materiálů [18]. Tahová napětí vedou k deformacím a trhlinám [19], tlaková naopak zvyšují únavovou odolnost [3]. Jejich vznik souvisí s výrobními procesy a fázovými transformacemi [20], přičemž u ocelí jsou klíčová při martenzitické přeměně [21]. U technologie SLM navíc vznikají vlivem prudkých teplotních gradientů [2,3,22]. U superslitin hrozí segregace Nb a precipitace křehké Lavesovy fáze [22]. Dalším problémem je pórovitost, která snižuje pevnost i únavovou životnost [14,15]. Zlepšení vlastností umožňují metody post-processingu, zejména plastická deformace, která zjemňuje zrno a homogenizuje strukturu [23]. Perspektivní jsou techniky SPD (HPT, ECAP) [24] i rotační kování, jež redukuje póry, zvyšuje pevnost a stabilizuje fáze γ' a γ'' u superslitin [25].

Ačkoli existuje mnoho studií, které se zabývají vlivem rotačního kování na různé kovy, dosud nebyly publikovány žádné práce, které by zkoumaly specificky vliv rotačního kování na aditivně vyráběné nástrojové oceli a superslitiny na bázi niklu. Tato disertační práce se proto zaměřuje na prozkoumání vlivu rotačního kování na mikrostrukturu, pórovitost, mechanické vlastnosti a zbytková napětí nástrojových ocelí a superslitin na bázi Ni vyrobených jak konvenčními, tak především aditivními technologiemi a jejich porovnáním. Výzkum poskytuje hlubší poznání, jak různé výrobní metody ovlivňují vlastnosti výsledných součástí a přispívá k dalšímu rozvoji metod pro zlepšení mechanických vlastností 3D tištěných materiálů. Vzhledem k rozsahu disertačních tezí bude pozornost soustředěna především na nástrojovou ocel Dievar a závěr disertační práce, kde jsou porovnávány mechanické vlastnosti bude věnován i slitině Inconel 718.

1 CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE

Hlavním cílem disertační práce je výzkum možností post-processingu na zlepšení strukturních charakteristik a vlastností kovových materiálů připravených alternativními způsoby výroby. Pro výzkum byly vybrány dva kovové systémy, tj. nástrojové oceli Dievar (resp. AISI H13) a superslitina Inconel 718. Cíle disertační práce jsou:

- Optimalizace parametrů 3D tisku s cílem vytvořit 100% hustotu a porézní vzorky.
- Posouzení defektů aditivně zhotovených materiálů.
- Vytvoření konstitutivního modelu pro simulace a následná simulace rotačního chování.
- Poukázání na pozitivní vliv rotačního kování na redukci, resp. eliminaci strukturních nedostatků, jako je porozita.

- Porovnání konvenční metody přípravy kovových systému, tj. tepelné zpracování s rotačním kováním.
- Porovnání konvenčně zhotovené a alternativně zhotovené materiály před a po rotačním kování z pohledu mikrostruktury a mechanických vlastností.
- Posouzení vlivu mikro(struktury) a úrovně residuálního napětí na výsledky mechanického testování.
- Posouzení úroveň residuálního napětí v takto zhotovených systémech.
- Tvorba transformačních diagramů anizotropického rozpadu austenitu.
- Vliv rotačního kování na vývoj mikrostruktury a mechanických vlastností.
- Posouzení svařitelnosti po rotačním kování.

2 KOVOVÉ MATERIÁLY

2.1 Nástrojová ocel Dievar

Prvním experimentálním materiálem byla nástrojová ocel známá pod obchodním názvem Dievar (Böhler-Uddeholm, Vídeň, Rakousko). Byly objednány dva průměry tyčí ø25,4 a ø41 mm. Obsah chemického složení lze pozorovat v tabulce 1. Conv materiál byl dodán ve stavu po žíhání na měkko při teplotě 850 °C po dobu dvou hodin a ochlazen na 600 °C s rychlostí ochlazování 10 °C/s. Poté byl ponechán volně chladnout na vzduchu. Chemické složení materiálu v rozmezí, kterém je dodávána nástrojová ocel AISI H13 lze vidět v tabulce 1.

Tabulka 1. Chemické složení materiálů Dievar a AISI H13 (wt. %).

	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S	Cu	Ni	Fe
Dievar	0,35	0,20	0,50	5,00	2,30	0,60	-	-	-	-	Zbytek
AISI H13	0,32-0,45	0,80-1,20	0,20-0,50	4,75-5,50	1,10-1,75	0,80-1,20	≤ 0,03	≤ 0,03	0,25	0,30	Zbytek

2.2 Niklová superslitina Inconel 718

Dalším materiálem, který byl předmětem výzkumu je niklová superslitina Inconel 718 (BIBUS METALS, Brno, Česká republika). Byla objednána tyč Conv materiálu o průměru ø25 mm. Chemické složení superslitiny lze vidět v tabulce 2. Materiál byl dodán ve stavu po žíhání na teplotu 980 až 1020 °C a následně rychle ochlazen.

Tabulka 2. Chemické složení Conv materiálu Inconel 718 (wt. %).

Cr	Mo	Fe	Nb	Co	Cu
18,5	3,05	17,9	5,31	0,09	0,04
Mn	Si	Al	Ti	C	Ni
0,05	0,06	0,57	0,97	0,03	Zbytek

Chemické složení prášku dle materiálového listu niklové superslitiny Inconel 718 lze vidět v tabulce 3. Velikost prášku byla v rozmezí 15 až 45 µm.

Tabulka 3. Chemické složení prášku superslitiny Inconel 718 (wt. %).

Cr	Mo	Fe	Nb	Co	Cu
20,0-23,0	8,0-10,0	≤5,0	3,15-4,15	≤1,0	≤0,5
Mn	Si	Al	Ti	C	Ni
≤0,5	≤0,5	≤0,4	≤0,4	≤0,1	Zbytek

3 ZPŮSOB PŘÍPRAVY KOVOVÝCH MATERIÁLŮ

3.1.1 PBF

PBF je aditivní technologie, která pomocí laseru (SLM – Selective Laser Melting) nebo elektronového paprsku (EBM – Electron Beam Melting) taví kovový prášek vrstvu po vrstvě a vytváří přesné a mechanicky kvalitní kovové díly. Díky vysokému rozlišení (vrstvy ~0,03–0,05 mm) umožňuje výrobu složitých geometrií, vnitřních kanálků, mřížkových struktur a topologicky optimalizovaných součástí. Hustota vytištěných dílů může dosahovat téměř 100 %, zejména po tepelném zpracování. [1,2,26]

Technologie PBF umožňuje výrobu složitých tvarů a integraci více částí do jednoho dílu. Je vhodná i pro kusovou a malosériovou výrobu bez nutnosti forem a nabízí vysokou flexibilitu (na jedné desce lze tisknout různé díly současně). Dalšími přednostmi jsou nižší spotřeba materiálu a environmentální přínos. Na druhé straně má PBF i určitá omezení, mezi které patří vysoké pořizovací a provozní náklady (stroje, prášky, plyn), pomalá rychlost tisku, kdy vznik větších dílů může trvat i několik dní, a také vznik vnitřních napětí a deformací, což vyžaduje použití podpor a následný post-processing. Technologie je omezena i tiskovým objemem (běžně ~250–500 mm, výjimečně až 1 m) [27,28].

Aditivní výroba se uplatňuje v celé řadě průmyslových odvětví. V leteckém a kosmickém průmyslu se využívá k výrobě topologicky optimalizovaných dílů, například palivových trysek motoru GE9X nebo částí raketových motorů [29]. V automobilovém průmyslu se uplatňuje zejména u malosériových komponent pro supersportovní vozy, jako jsou motorové části, výfuky či příruby, jako je např. značka Koenigsegg. V nástrojářství se technologie používá pro výrobu vložek forem s konformním chlazením.

Pro vzorky vytištěné z materiálu Dievar byla využita technologie SLM a byly vytištěny na tiskárně Renishaw AM400 (Renishaw plc, Wooton-under-Edge, UK).

Vzorky o ø41 mm ø25,4 mm byly vytištěny v orientacích 90°, 0° a 60°. Nicméně vzorky zhotovené v orientaci 60° obsahovaly trhliny a proto nebudou dále podrobeny post-processingu. Parametry 3D tisku lze vidět v tabulce 4. Byla využita tzv. šachovnicová strategie 3D tisku. Prášek byl roztaven laserem v inertní Ar atmosféře. Parametry použité pro 3D tisk vzorků byly: vzdálenost mezi body (PD), vzdálenost mezi housenkami (HS), doba expozice (ES), výkon laseru (PW) a tloušťka vrstvy (LT).

Tabulka 4. Parametry 3D tisku nástrojové oceli Dievar.

PD (µm)	HS (µm)	ES (µs)	PW (W)	LT (µm)
60	110	54	330	60

Pro vzorky z materiálu AISI H13 byla využita technologie SLM a byly vytištěny na 3D tiskárně Renishaw AM400 (Renishaw plc, Wooton-under-Edge, UK) s cílem odladit parametry 3D tisku nástrojové oceli AISI H13 a dále vytvořit řízenou porozitu ve vzorcích. Byly vytištěny dvě sady vzorků s různými parametry tisku v tabulce 5. Dva parametry vždy zůstaly konstantní a dva parametry (zvýrazněny žlutě) byly měněny.

Tabulka 5. Parametry 3D tisku vzorků z nástrojové oceli AISI H13.

	Sada vzorků 1					Sada vzorků 2			
	PD	HS	ET	PW		PD	HS	ET	PW
1	70	110	70	200	10	70	75	80	200
2			60		11			70	
3			50		12			60	
4		115	70		13		85	80	
5			60		14			70	
6			50		15			60	
7		120	70		16		95	80	
8			60		17			70	
9			50		18			60	

Vzorky superslitiny Inconel 718 byly vytištěny na 3D tiskárně Renishaw RenAM 500E (Renishaw plc, Wooton-under-Edge, UK). Byly vytištěny ve dvou orientacích 3D tisku 90° a 0°. Po tisku měly vzorky přídavek na obrábění a výsledný průměr vzorku byl ø25 mm. Parametry využity při 3D tisku lze vidět v tabulce 6. Pro 3D tisk byla využita skenovací strategie tzv. pruhování.

Tabulka 6. Parametry 3D tisku superslitiny Inconel 718.

PD (µm)	HS (µm)	ES (µs)	PW (W)	LT (µm)
70	70	80	200	60

Charakteristickou hodnotou, pro 3D tisk je tzv. hustota energie laseru (VED *z angl.* Volumetric Energy Density) a její hodnotu lze vypočítat na základě rovnice:

$$VED = \frac{PW \cdot ET}{PD \cdot HS \cdot NL} \tag{1}$$

, kde PW (mm), ET (s), PD (mm), HS (mm), NL (mm) a VED (J/mm^3).

4 METODY DALŠÍHO ZPRACOVÁNÍ (POST-PROCESSING)

4.1 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování je neoddělitelnou součástí zpracování kovových materiálů, zejména pokud byly připraveny práškovými nebo aditivními postupy. Slouží k dosažení požadované mikrostruktury a odstranění vad vzniklých v předchozích fázích výroby. V kontextu post-processingu aditivní výroby, má tepelné zpracování několik účelů:

- **Uvolnění vnitřních napětí**

Zakalené či rychle ochlazené materiály (např. SLM výtisky) obsahují vysoká reziduální napětí. Nízkoteplotní žíhání (300–650 °C dle slitiny) umožní jejich relaxaci bez výrazné změny mikrostruktury, čímž se předejde deformacím a trhlinám. U Inconelu 718 se běžně používá žíhání ~870 °C/1–2 h, které snižuje zbytková napětí a částečně homogenizuje mikrostrukturu [30].

- **Homogenizace a rozpouštěcí žíhání**

Pro superslitiny a vysoce legované oceli je nutné zajistit rovnoměrné rozložení legujících prvků a rozpuštění segregačních fází (např. Lavesovy, δ). Toho se dosahuje vysokoteplotním žíháním blízko solidu, bez rizika hrubého růstu zrna či tavení. U Inconelu 718 se homogenizace provádí při 1080–1100 °C [31].

- **Kalení a popouštění / stárnutí**

Finální mechanické vlastnosti se získávají kalením a popouštěním u nástrojových ocelí, případně rozpouštěcím žíháním a stárnutím u precipitačně tvrzených slitin.

Tepelné zpracování (TZ) oceli Dievar ve stavu Conv probíhalo ohřevem na 650 a 850 °C, následovala austenitizace při 1025 °C po dobu 3 hodin a ochlazení rychlostí 20 °C/s. Poté proběhlo popouštění ve dvou popouštěních na 570 °C po dobu 3 hodin a 560 °C po dobu 4 hodin. Takto připravené vzorky byly využity k hodnocení mikrostruktury, tlakových vlastností, tvrdosti (Vickers) a k porovnání s RK vzorky.

TZ zahrnovalo ohřev na 450 °C s postupnými mezipauzami, austenitizací při 1025 °C po dobu 30 minut, kalení v oleji a dvojí popouštění při ~560 °C po 2 hodinách.

Superslitina 718 byla tepelně zpracována rozpouštěcím žíháním a následným stárnutím (720 °C/8 h + 620 °C/8 h), při němž došlo k precipitaci fází γ´ a γ´´.

Takto připravené vzorky byly využity pro experimentální měření.

4.2 Aplikace plastické deformace

Dalším způsobem, jak zlepšit mechanické vlastnosti kovových materiálů je aplikace metod plastické deformace, případně v kombinaci s termo-mechanickým zpracováním. Oproti předchozím způsobům si materiál ponechává příznivé plastické vlastnosti. Je známou skutečností, že aplikace plastické deformace vede ke zvýšení pevnosti v důsledku zmenšování velikosti zrna, podle Hall-Petchova vztahu [32]:

$$\sigma_K = \sigma_0 \cdot k_y \cdot d^{-\frac{1}{2}} \tag{2}$$

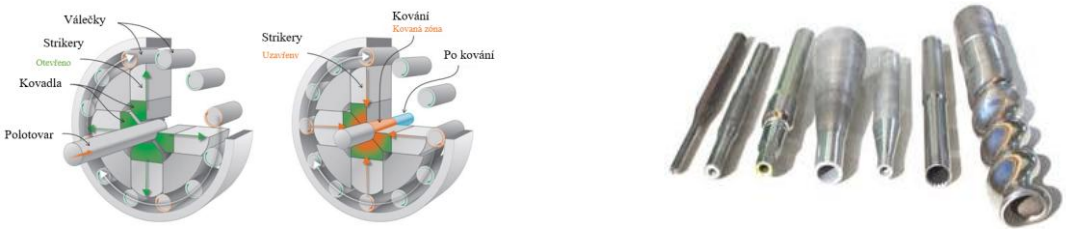
, kde σ_0 je vnitřní napětí, d je velikost zrna a k_y je součinitel, vyjadřující teoretickou hodnotu bariérového účinku hranic zrn proti pohybu dislokací (MPa·mm$^{1/2}$).

4.2.1 Rotační kování

RK je výrobní proces, který kombinuje kování a rotační pohyb k dosažení požadovaného tvaru a vlastností kovových dílů (obrázek 1a). Na obrázku 1b lze pozorovat jednotlivé díly zhotovené pomocí technologie RK. Hlavní výhodou je odstranění nechtěné porozity po auditivním 3D tisku. Princip spočívá v tom, že kovadla či jejich segmenty působí lokálně na malou oblast vzorku a vykonávají rotační oscilující pohyb. Díky tomu dochází k postupnému vkládání deformace do polotovaru, která se šíří po celém jeho objemu. Rotační kování zahrnuje umístění kovového polotovaru mezi kovadla, přičemž kovadla se otáčí. Tímto způsobem se na polotovar aplikuje napětí, které mění jeho tvar a zvyšuje jeho hustotu dislokací [14].

Jednou z hlavních výhod RK je schopnost dosáhnout vysokého stupně zpevnění materiálu, a to díky plastické deformaci, která se provádí za vysokých, či pokojových teplot. Tento proces také umožňuje

zlepšení mechanických vlastností, jako je houževnatost a odolnost proti únavě. Intenzivní deformace vede k významnému zjemnění zrna, odstranění mikrotrhlin a homogenizaci mikrostruktury, což je zvlášť důležité u polotovarů vyrobených práškovou metalurgií nebo aditivními technologiemi. [14,33]



(a) (b)

Obrázek 1. Rotační kování: (a) schéma rotačního kování (vlevo před a vpravo po kování) [34] a (b) příklady RK součástí [35].

Vzorky nástrojové oceli Dievar a slitiny Inconel 718 byly před RK předehřáty v elektrické peci. Vzorek Conv a SLM 90° slitiny Dievar byl předehřát na teplotu 900 °C a vzorek SLM 0° na teplotu 1000 °C. Vzorky slitiny Inconel 718 ve stavu Conv, SLM 90° a SLM 0 byly předehřáty na teplotu 1100 °C. Důvodem vyšší teploty předehřevu před RK byly vysoké deformačního odpory superslitiny Inconel 718 během RK.

Následně byla aplikována vložená deformace, pomocí série průchodu rotační kovačkou. Vložená deformace lze vypočítat na základě rovnice:

$$\varphi = \ln\left(\frac{S_i}{S_n}\right) \tag{3}$$

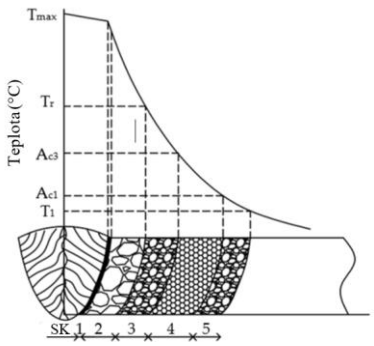
, kde S_i a S_n reprezentují průřez tyče před a po RK.

Vzhledem k různému podílu vložené deformace v průběhu celé práce bude vždy uveden podíl vložené deformace u patřičného obrázku, grafu, či kapitoly a byl vypočítán vždy pomocí rovince (3).

5 SVAŘITELNOST

Důležitým faktorem je i svařitelnost materiálu, tedy schopnost vytvořit spoj požadované kvality při dodržení předepsaného postupu. Rozlišuje se metalurgická, technologická a konstrukční svařitelnost. Významný vliv má obsah uhlíku, který určuje tvrdost a sklon k martenzitické přeměně v tepelně ovlivněné oblasti, kde vyšší obsah zvyšuje riziko vzniku křehkých (mikro)struktur a trhlin. Pro hodnocení se používá tzv. uhlíkový ekvivalent (CE), zahrnující vliv legujících prvků. Nejčastěji se nástrojové oceli i niklové superslitiny svařují metodou TIG, netavící se W elektrodou a ochranou inertním plynem (Ar, He).

Nevýhodou při svařování/navařování je fakt, že vzniká v okolí svaru/návaru strukturně velmi složitá tepelně ovlivněná oblast (obrázek 2), která v zavilosti na vzdálenosti od svaru/návaru má různou mikrostrukturu a mechanické vlastnosti (obrázek 11). Ve svaru/návaru existují tzv. zóny: (SK) svarový kov, (1) linie ztavení, (2) vysoce přehřátá oblast FL-Tr, (3) jemnozrnná (normalizovaná) oblast Tr-A_{c3}, částečně jemnozrnná oblast A_{c3}-A_{c1}, a rekrystalizovaná oblast A_{c1}-T1. Nejvíce nebezpečnou oblastí je vysoce přehřátá oblast, protože zde vzniká nebezpečná vysoce tvrdá martenzitická struktura a dochází k hrubnutí zrna. [16]



Obrázek 2. Schéma tepelně ovlivněné oblasti [16] .

6 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

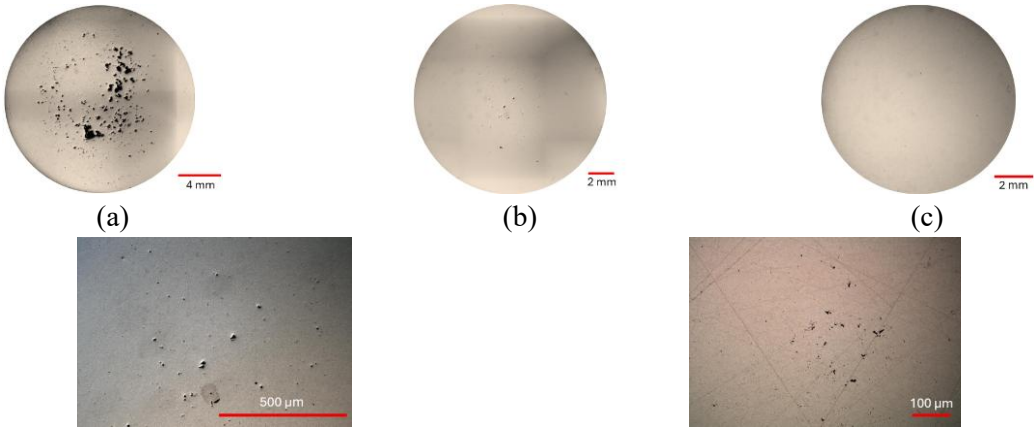
Experimentální část práce je navržena tak, aby přímo ověřila cíle stanovené v kapitole 1, tedy aby posoudila vliv různých metod post-processingu na vlastnosti nástrojové oceli Dievar (resp. AISI H13) a niklové superslitiny Inconel 718 připravených konvenčními a aditivními technologiemi SLM. Hlavním záměrem je porovnat:

- stav Conv (konvenčně dodaný materiál),
- stav SLM XX (3D tisk metodou „Selective laser Melting“, s variantami orientace 90°, 0° a 60°),
- stav po post-processingu – tepelné zpracování (Conv+TZ) a rotační kování (Conv+RK, resp. SLM XX+RK).

Cílem této disertační práce je ukázat, jak zvolené metody post-processingu připívají k redukci porozity, optimalizovat mikrostrukturu, modifikovat reziduální napětí a tím zvyšovat (optimalizovat) mechanické vlastnosti těchto materiálů. Zvláštní důraz je kladen na ověření limitů slitiny Dievar při vyšších teplotách a na potenciál superslitiny Inconel 718 pro využití v oblastech, kde Dievar selhává.

6.1 Vyhodnocení výsledků

Vzhledem k vysoké míře porozity na vzorku SLM 90°, která dosahovala přes 13 %, byl tento vzorek podroben aplikaci RK ve více průchodech, aby byl poukázán vliv vložené deformace na snížení porozity u aditivně zhotovených vzorků. Při 3D tisku byl pravděpodobně použit nevhodný HS a nízký PW, což vedlo k nedostatečnému natavení prášku. Podobný efekt pozorovali Brennan a kol. a Bustillos a kol. a popsali, jak v důsledku HS a nízkého PW dochází k nedostatečnému natavení prášku a vývoji porozity [36,37]. Po aplikaci RK se pórovitost snižuje od okraje vzorku (obrázku 3a) směrem ke středu (obrázek 3b,c) v důsledku postupné působící vložené deformace. Při vložené deformaci φ = 0,5, došlo ke snížení porozity z 13,3 % na 4,9 % (obrázek 3a). Následnou aplikací vložené defrormace (φ = 1,0) došlo k redukci porozity na 0,1 % (obrázek 3b) a na 0,03 % pro vloženou defromaci φ = 1,4 (obrázek 3c). Jak již bylo zmíněno vložená deformace také souvisí se zvětšením OM. Proto byly následně pořízeny detailní snímky pórovitosti ze středu vzorků SLM 90° na obrázcích 3d,e. Množství výsledné porozity bylo stanoveno na 0,9 % (obrázek 3d) a 0,4 % (obrázek 3e) pro případy vložené defromace 1,4 a 1,9. Výsledky tedy ukazují, že aplikace RK výrazně snižuje pórovitost vzorků vyrobených aditivní technologií. Kunčická a kol. pozorovali stejný účinek u oceli AISI 316L, kdy snížili pórovitost aditivně vyrobeného vzorku z 200000 μm^3 na 70000 μm^3, při poměru vložené defromace φ = 2,200, měřeno pomocí μ-CT [14]. Lze tedy předpokládat, že stejný podíl vložené deformace vzhledem k vysoké porozitě u vzorku SLM 90° bude dostatečný pro vzorek SLM 0°. Ze zíkaných dat tedy vyplývá optimální poměr deformace vhodný, pro redukci, resp. eliminaci porozity.

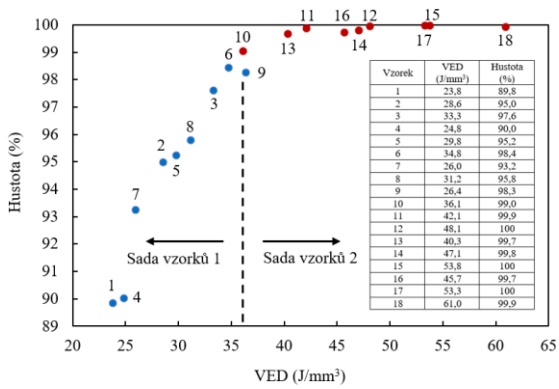


(a) (b) (c)

(d) (e)

Obrázek 3. Vliv vložené defromace na výslednou porozitu, materiál Deivar: (a) SLM 90°+RK, φ = 0,5; (b) SLM 90°+RK, φ = 1,0; (c) SLM 90°+RK, φ = 1,4; (d) SLM 90°+RK, φ = 1,4; (e) SLM 90°+RK; φ = 1,9.

Vzorky z materiálu AISI H13 byly vytištěny ze dvou důvodů: (a) odlazení parametrů 3D tisku (vzhledem k podobnosti nástrojové oceli Dievar a AISI H13), pro dosažení co nejvyšší hustoty materiálu a (b) vytvořit řízenou porozitou ve vzorku. Řízená porozita může přinést několik specializovaných výhod [38]. Nejvyšší hustota byla naměřena na vzorku č. 18 (obrázek 4), kde byl parametr VED nejvyšší a dosahoval 61 J/mm^3 dle rovnice (1).



Vzorek	VED (J/mm³)	Hustota (%)
1	23,8	89,8
2	28,6	95,0
3	33,3	97,6
4	24,8	90,0
5	29,8	95,2
6	34,8	98,4
7	26,0	93,2
8	31,2	95,8
9	26,4	98,3
10	36,1	99,0
11	42,1	99,9
12	48,1	100
13	40,3	99,7
14	47,1	99,8
15	53,8	100
16	45,7	99,7
17	53,3	100
18	61,0	99,9

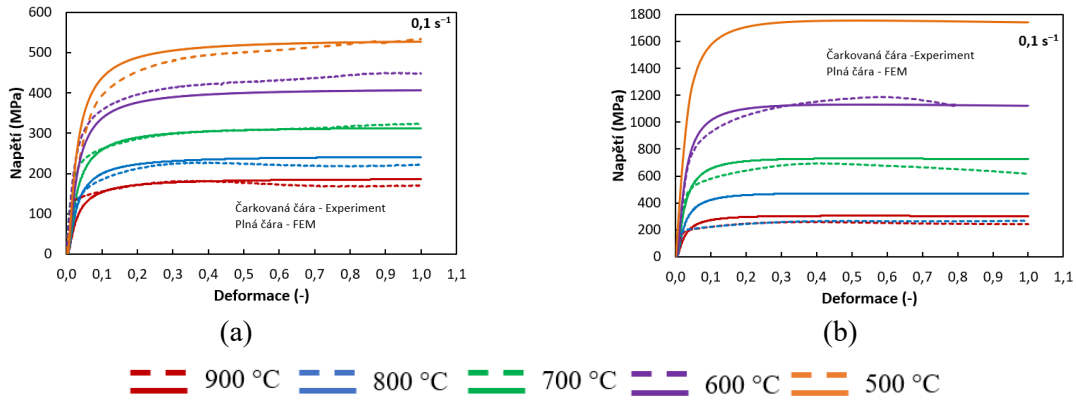
Obrázek 4. Vliv VED na hustotu vzorků AISI H13.

6.1.1 Konstrukce materiálového modelu a vyhodnocení simulací

6.1.1.1 Sestavení materiálového modelu

Deformační chování materiálu bylo v této práci zhotoveno ze dvou důvodů: (a) pro sestavení konstitutivních modelů následně využívaných pro simulace a (b) určení mechanických vlastností materiálu, resp. meze kluzu v tlaku, pro porovnání různých stavů přípravy materiálu a jeho odporu vůči deformaci za různých termo-mechanických podmínek (především teplota). Tato kapitola bude zaměřena především na konstitutivní modely a v pozdější kapitole bude rozebrán deformačního odpor materiálu.

Deformační chování nástrojové oceli Dievar ve výchozím stavu Conv a SLM 90° lze vidět na obrázku 5. Deformační chování vzorků ve stavu Conv bylo experimentálně měřeno při teplotách od 500 do 900 °C s rychlostí deformace 0,1 s^{-1}. V případě stavu SLM 90° tomu bylo stejně s výjimkou deformačního křivky, při teplotě 500 °C, která byla určena pomocí Hensel-Spitelova modelu [39].



Obrázek 5. Deformační chování nástrojové oceli Dievar ve stavu: (a) Conv a (b) SLM 90°.

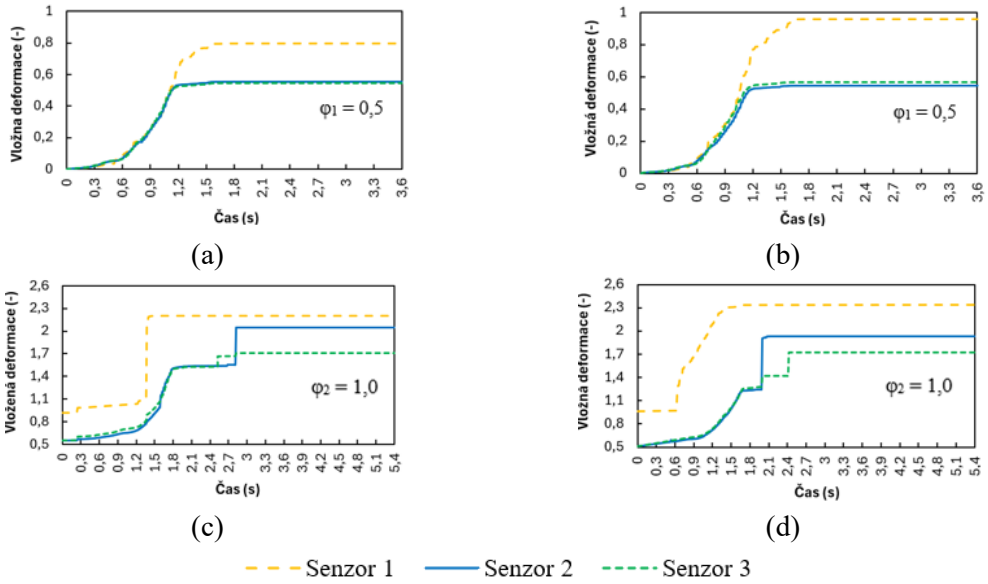
Spolehlivost konstitutivního modelu vůči experimentální lze reprezentovat pomocí tzv. koeficientu spolehlivosti (R^2), který vypovídá jak moc se experimentální křivka shoduje s konstitutivním popisem Hensel-Spitelova modelu. Koeficient spolehlivosti se pohybuje v rozmezí R^2 = (0 až 1), kdy „1“ symbolizuje nejlepší shodu a „0“ neshodu. Pokud je $R^2 \geq 0{,}95$, hodnota je považována za velmi dobrou shodu, pokud $R^2 \in (0{,}90$ až $0{,}95)$ považuje se to za dobrou shodu, ale model může mít určité odchylky a pokud $R^2 < 0{,}90$, model se považuje za nedostatečný. Conv model dosahuje koeficientu spolehlivost 0,97 a vykazuje tedy velmi dobrou shodu, zatímco stav SLM 90° dosahuje pouze relativně dobré shody (viz. tabulka 7). Tyto dva materiálové modely tvoří základ pro simulace RK, které budou v softwaru Forge NxT realizovány pomocí odpovídajícího konstitutivního modelu.

Tabulka 7. Materiálové modely nástrojové oceli Dievar v různých stavech.

Stav přípravy vzorku	Konstitutivní model	Koeficient spolehlivosti R^2
Conv	$\sigma_{Conv} = 2654{,}5 \cdot e^{-0{,}0026 \cdot T} \cdot \varepsilon^{-0{,}01} \cdot \dot{\varepsilon}^{0{,}127} \cdot e^{-0{,}026/\varepsilon}$	0,97
SLM 90°	$\sigma_{SLM\ 90°} = 20000{,}0 \cdot e^{-0{,}0044 \cdot T} \cdot \varepsilon^{-0{,}04} \cdot \dot{\varepsilon}^{0{,}1} \cdot e^{-0{,}023/\varepsilon}$	0,91

6.1.1.2 Simulace RK

Během simulací bylo vyhodnocováno napětí, teplota, vložená deformace a síly během RK, nicméně nejvýznamnější jevy byly pozorovány u simulace vložené deformace a proto je zde zkráceně sledována. Během procesu RK je do vzorku postupně uložena tzv. vložená deformace. Graf na obrázku 6 ukazuje, že k akumulaci deformace dochází postupně v čase. Zpočátku se deformace zvyšuje velmi pomalu, což odpovídá části vzorku, která se právě blíží hlavní části deformačního pásma (právě se blíží mezi kovadla). Část vzorku sledovaná snímači ještě není přímo deformována kovadly, ale v důsledku deformace okolních částí, které jsou již mezi kovadly, dochází i zde k částečné deformaci, která je tím větší, čím blíže je daná část vzorku ke kovadlům. Jakmile se sledovaná část vzorku dostane mezi kovadla, dojde k intenzivnímu nárůstu deformace – prakticky ve všech jeho vrstvách (senzor 1 až 3). Když deformovaná část vzorku opustí prostor kovadel, hodnota deformace se již nezvyšuje a křivka se mění na konstantní charakter, tj. v materiálu zůstává vložená deformace. Zajímavý je také rozdíl ve vložené deformaci na povrchu během prvního průchodu, při poměrné deformaci φ1 = 0,5. V tomto případě je nutné zohlednit, že charakter povrchové deformace se během prvního průchodu procesu mění. U aditivně zhotoveného vzorku dosahuje vložená deformace na povrchu hodnoty 1, zatímco v případě Conv stavu dosahuje hodnoty 0,8. Tento rozdíl ve vložené deformaci je důsledkem relativně vysoké pórovitosti vzorku SLM 90°, která dosahuje více než 13 %. V prvním průchodu je zapotřebí vyšší vložené deformace k odstranění porozity a následně se vložená deformace chová stejně jako v případě vzorku Conv. Pokud jde o druhý průchod, nově vložená deformace se začne přičítat k deformaci nahromaděné z předchozího průchodu (φ_1 = 0,5), jak bylo zdokumentováno, při vývoji porozity (obrázek 3a-c). Lze si všimnout, že na povrchu vzorku se v prvním průchodu nahromadila deformace 0,8, resp. 1 u vzorku Conv a SLM 90° a další deformace se začne přičítat k předešlé vložené deformaci na obrázku 39a,b. Podobné chování lze pozorovat i u vnitřních vrstev vzorků (senzor 2 a 3). Díky simulaci lze korigovat podíl vložené deformace během RK a tím např. tvořit gradientní struktury a ovlivnit mechanické vlastnosti v průřezu tyče.



Obrázek 6. Závislost vložené deformace na čase; slitina Dievar: (a) první průchod Conv; (b) první průchod SLM 90°; (c) druhý průchod Conv; (d) druhý průchod SLM 90°.

6.1.2 Hodnocení mikrostruktury

XRD analýzu vzorků slitiny Dievar ve stavu Conv a SLM 90° před a po RK zobrazuje tabulka 8. Výsledky XRD analýzy ukazují, že hlavní matrici tvoří především fáze BCC (α-fáze) a následně podíl FCC (γ-fáze) (pravděpodobně zbytkový austenit).

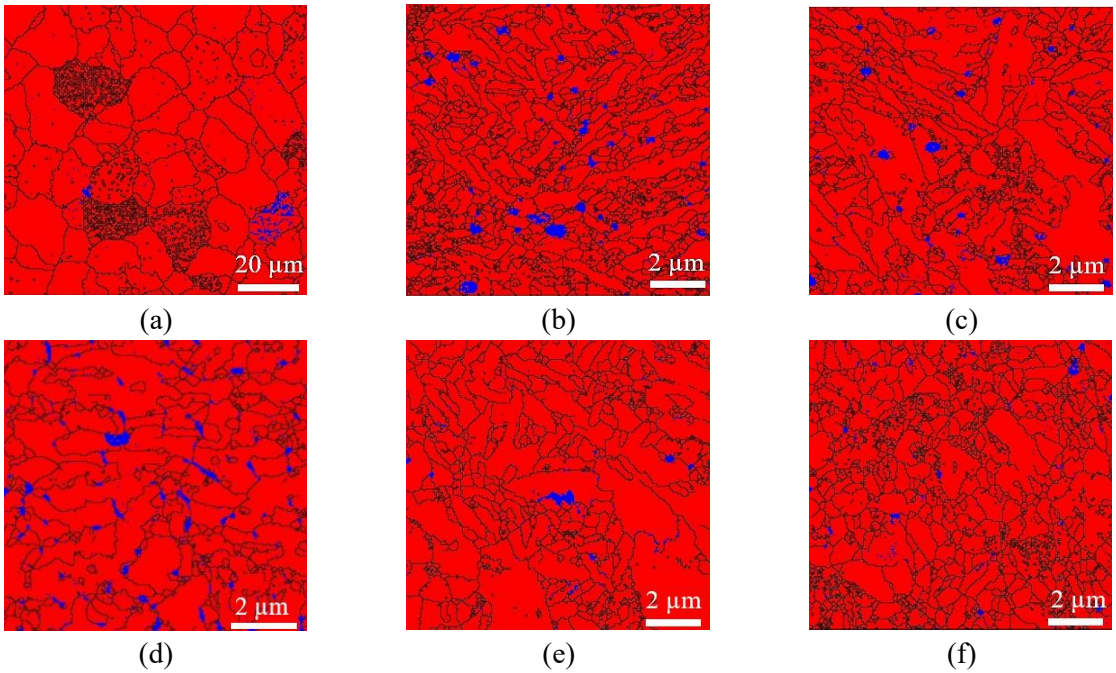
XRD difrakce je spolehlivá metoda pro měření objemového podílu austenitu vyššího než 3 % [40]. Nejvyšší množství zbytkového austenitu bylo pozorováno u aditivně zhotoveného vzorku, kde bylo množství zbytkového austenitu vyšší než 30 %. Chadha a kol. pozorovali podobný podíl zbytkového austenitu v 3D tištěné nástrojové oceli AISI H13. Po deformaci při kvazistatické tahové zkoušce se podíl zbytkového austenitu snížil na méně než 2 % [41]. Podobný efekt byl pozorován i při RK. Přestože

zachovaný austenit může přispívat ke zlepšení mechanických vlastností a abrazivně-adhezivního opotřebení díky TRIP efektu, přítomnost křehkého „fresh“ martenzitu ve vzorku SLM 90° nepochybně snižuje houževnatost a plasticitu a zvyšuje křehkost [40,42]. Během procesu RK se zbytkový austenit ve struktuře snížil na polovinu, tedy na 15,7 %. Jiná situace nastala v případě vzorku připraveného Conv způsobem, kde byl počáteční podíl zbytkového austenitu 3,3 %, ale po RK došlo k výraznému zvýšení podílu zbytkového austenitu o 7,3 %.

Tabulka 8. Poměr fází BCC/FCC u slitiny Dievar.

	XRD		EBSD	
	BCC (%)	**FCC (%)**	**BCC (%)**	**FCC (%)**
Conv	96,7	3,3	99,1	0,9
Conv+RK	89,4	10,6	98,2	1,8
SLM 90°	69,1	30,9	96,6	3,4
SLM 90°+RK	84,3	15,7	98,3	1,7

Další zkoumání bylo zaměřeno na rozložení zbytkového austenitu v mikrostruktuře (obrázek 7a-f). Z tabulky 8 vyplývá, že rozdíl mezi obsahem zbytkového austenitu měřeného pomocí XRD a EBSD je významný (podíl zbytkového austenitu v případě Conv+RK a SLM 90°+RK v tabulce 8 je měřen na povrchu vzorku). Lze předpokládat, že analýza XRD poskytne přesnější výsledky než analýza EBSD vzhledem k širší, resp. objemnější oblasti měření. Pokud jde o rozložení zbytkového austenitu v mikrostruktuře SLM 90°, Conv+RK a SLM 90°+RK, ze snímků na obrázku 7b-f je patrné, že zbytkový austenit se tvoří na hranicích zrn. Zatímco rozložení zbytkového austenitu ve vzorku Conv je uvnitř i vně zrn (obrázek 7a). Je zřejmé, že ve struktuře se vyskytují další fáze a defekty, které nejsou zahrnuty do vyhodnocení, jako jsou precipitáty, inkluze, pórovitost atd. a které ovlivňují přesnost měření XRD a EBSD analýzy.

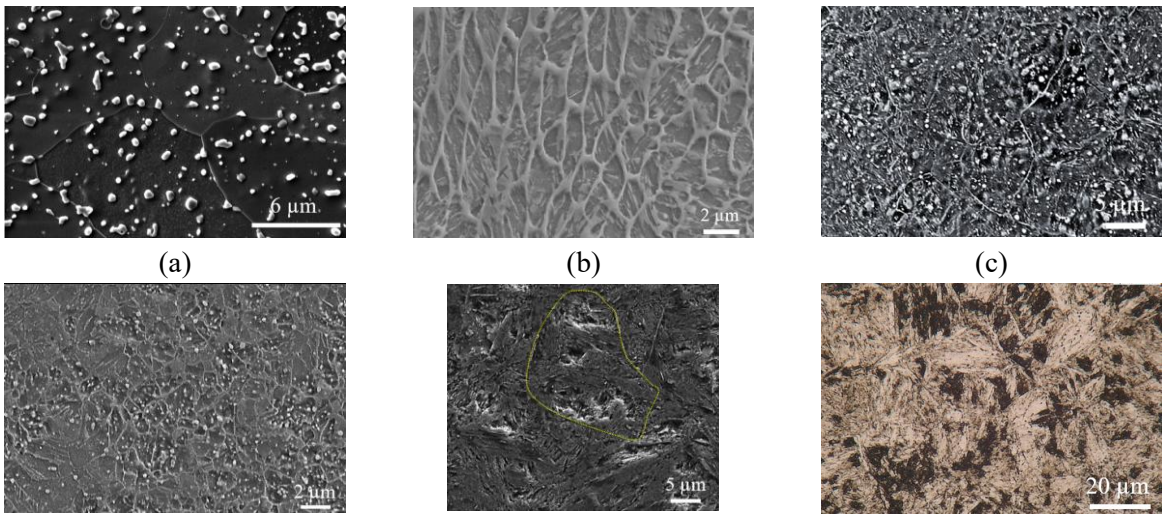


Obrázek 7. Rozložení residuálního austenitu v mikrostruktuře slitiny Dievar ve stavu: (a) Conv; (b) Conv+RK-povrch; (c) Conv+RK-střed; (d) SLM 90°; (e) SLM 90°+RK-povrch a (f) SLM 90°+RK-střed.

Na obrázku 8a vykazuje vzorek Conv hrubozrnnou mikrostrukturu s polyedrickým tvarem zrn s disperzně rozloženými precipitáty v celé struktuře. Typickým rysem pro aditivní tisk je tzv. buněčná mikrostruktura, kterou lze pozorovat na obrázku 8b, která vzniká rychlým odvodem tepla, díky využití laseru v podobě SLM technologie. Naproti tomu vzorek Conv+RK vykazuje na obrázku 8c jehlicovitou mikrostrukturu s jemně distribuovanými karbidy a hranice zrn, resp. velikost zrna. U vzorku SLM 90°+RK (obrázek 8d) lze pozorovat rovnoměrnější a jemnější jehlicovitou mikrostrukturu, díky synergickému využití technologie SLM a následného zpracování pomocí RK. Tato kombinace

podporuje vytvoření dobře definovaných hranic zrn a homogennější rozložení precipitátů, než kombinace Conv+RK (porovnej obrázek 8c a 8d).

Jak bylo avizováno výše, typickým zpracováním nástrojových ocelí je TZ (obrázek 8e,f). Na obrázku 8e lze pozorovat podrobněji velikost zrn, která odpovídá přibližně 20 µm. Struktura TZ materiálu se skládá z jemného sorbitického martenzitu s nerovnoměrně rozptýlenými karbidy (obrázek 8e). Karbidy jsou rozptýleny po celé struktuře ve formě kruhových útvarů o velikosti 1 µm, nebo jako shluky jemnějších karbidů (viz. světlé skvrny) o velikosti 10 µm. Mikrostrukturu u OM lze dále vidět na obrázku 8f, kde lze opět vidět z jiného pohledu velikost zrna a jehlice typické, pro martenzitickou mikrostrukturu.

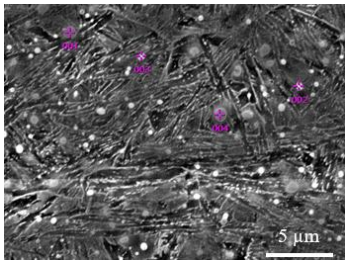


(a) (b) (c)

(d) (e) (f)

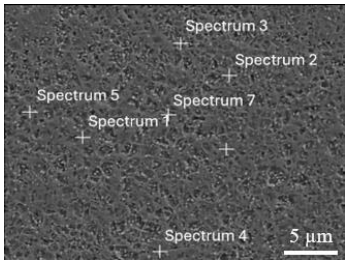
Obrázek 8. Mikrostruktury nástrojové oceli Dievar ve stavu: (a) Conv; (b) SLM 90°; (c) Conv+RK; (d) SLM 90°+RK a (e), (f) Conv+TZ.

Dále bylo analyzováno lokální chemické složení stanovené v několika precipitátech v různých stavech úpravy materiálu na obrázku 9.Vysoký lokální podíl Cr, Mo a V pozorovaný v některých oblastech naznačuje přítomnost mikrostrukturních heterogenit, které vznikají v důsledku precipitace během ochlazování. Tyto jevy jsou typické během ochlazování nástrojových ocelí, což vede k tvorbě sekundárních fází obohacených právě o prvky Cr, Mo a V především v kombinace s uhlíkem. Zatímco původní prášek (tabulka 1) obsahuje pouze 5 % Cr a 2 % Mo, lokální zvýšení podílu prvků měřených pomocí EDS analýzy naznačuje, že tyto prvky migrují a tvoří tzv. intermetalické částice, nebo-li precipitáty v určitých mikrostrukturních oblastech. Zelenou barvou jsou vyznačeny prvky se zvýšenou koncentrací Cr, Mo a V, které tvoří precipitáty (obrázek 9a,b).



	Fe	Si	Mn	Cr	Mo	V
1	64,99	0,11	-	23,43	9,16	2,31
2	67,14	0,52	0,44	6,35	23,81	1,74
3	84,53	0,31	0,50	5,14	7,10	2,42
4	74,75	0,11	0,23	17,85	5,91	1,33

(a)



	Fe	Si	Mn	Cr	Mo	V
1	84,76	-	10,03	4,30	0,91	-
2	23,10	0,04	6,40	70,39	0,07	-
3	5,31	1,25	-	2,12	90,86	0,46
4	85,49	0,10	-	0,46	13,63	0,32
5	93,10	0,05	6,62	-	0,08	0,15
6	31,00	4,11	25,03	18,19	7,04	14,61
7	58,15	0,02	16,04	-	0,03	25,77

(b)

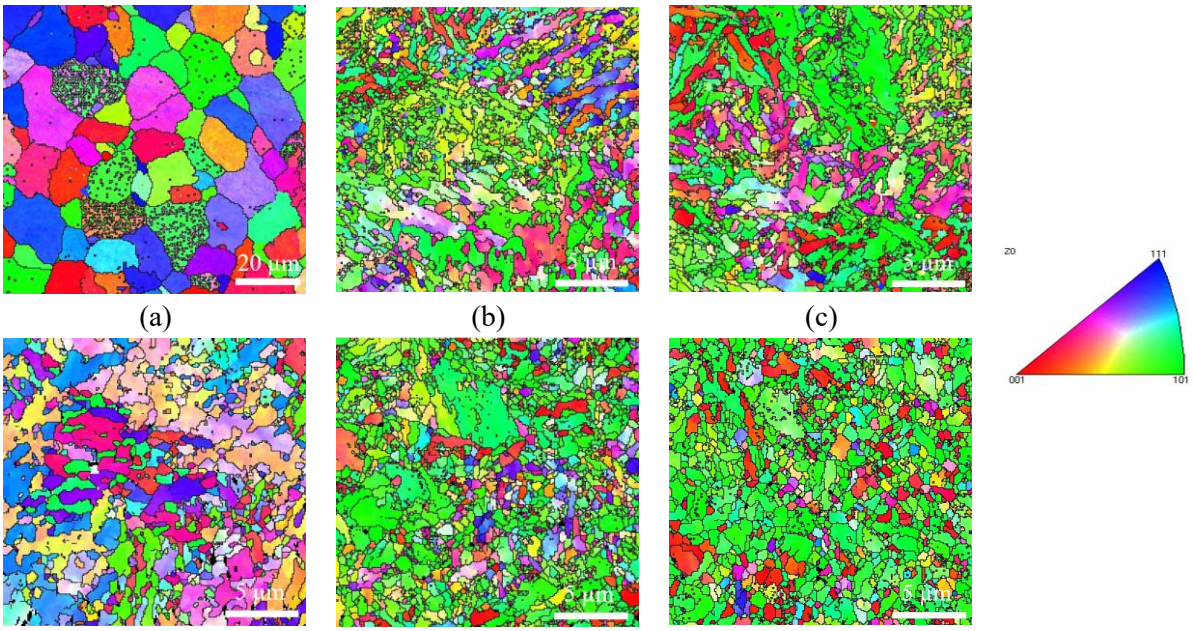
Obrázek 9. Precipitáty ve slitině Dievar stavu: (a) Conv+RK a (b) SLM 90°+RK.

Zkoumání inverzních pólových obrazců IPF na obrázek 10 nabízí komplexní pochopení, jak post-processing ovlivňuje výslednou mikrostrukturu, následné mechanické vlastnosti a zbytkové napětí v materiálu. Vzorky pro analýzu map IPF map byly odebrány ze stavů Conv (obrázek 10a), Conv+RK, SLM (obrázek 10d) a SLM 90°+RK. V případě vzorků Conv+RK a SLM 90°+RK byly pozorovány rozdíly mezi povrchem (obrázek 10b,e) a středem (obrázek 10c,f).

V případě vzorku Conv (obrázek 10a) po žíhání na měkko je struktura tvořena poměrně hrubozrnnou mikrostrukturu se značnými rozdíly ve velikosti zrna. Conv stav dosahuje velikosti zrna v rozmezí 8-20 µm. Naproti tomu po aplikaci RK na povrch Conv vzorku (Conv+RS-povrch), jak je znázorněno na obrázku 10b, je patrné zjemnění struktury zrn. Zjemnění povrchu je způsobeno mechanickou deformací vyvolanou procesem RK za tepla, která zvyšuje hustotu dislokací a podporuje dynamickou rekrystalizaci. To vede k jemnější a rovnoměrnější struktuře zrn. Ve středu vzorku je však vliv RK méně výrazný, jak ukazuje obrázek 10c (Conv+RK-střed). Střed vzorku sice stále vykazuje zjemnění zrn, ale ve srovnání s povrchem si zachovává hrubší strukturu, protože deformace je v oblasti středu méně koncentrovaná.

Proces SLM (obrázek 10d) vytváří vysoce jemnozrnnou mikrostrukturu s téměř rovnoosými zrny díky rychlému ochlazování díky technologii SLM, jak bylo zmíněno již výše. Rychlé tavení a ochlazení zabraňuje růstu zrn, což vede k vývoji jemnozrnné struktury. V případě vzorku zpracovaného metodou SLM jsou zrna užší, přičemž většina zrn má velikost pod 1 µm. Pokud se na povrch vzorků SLM (SLM 90°+RK-povrch, obrázek 10e) aplikuje RK, zjemnění zrn na povrchu je výraznější. RK má v důsledku aplikované deformace stejný účinek jak na povrch, tak na střed materiálu, což vede ke zjemnění zrn v celém objemu vzorku. Střed vzorku SLM 90°+RK si zachovává jemnozrnnou strukturu z procesu SLM, přičemž RK přispívá k dalšímu zjemnění v oblasti povrchu i středu (obrázek 10f, SLM 90°+RK-střed).

Po RK u vzorků zpracovaných metodou Conv i SLM 90°, jak je znázorněno na obrázku 10b,c,e,f, je patrný posun směrem k jemnější mikrostruktuře. Velikosti zrn pro vzorky Conv+RK i SLM 90°+RK ukazují posun směrem k menším velikostem zrn, zejména v povrchových oblastech, jak naznačuje zvýšený podíl menších zrn (pod 1 µm). RK má v důsledku aplikované vložené deformace stejný účinek jak na povrch, tak na střed vzorku, což vede ke zjemnění zrn v celém objemu vzorku. V případě vzorků Conv+RK a SLM 90°+RK na obrázku 10b,c,e,f je zrno nebo struktura materiálu přednostně orientována ve směru [101], což odpovídá ose Z, ve které byly vzorky RK. Kombinace procesů SLM a RK vede k ještě jemnějšímu a rovnoměrnějšímu rozložení zrn, což naznačuje, že tato kombinace je obzvláště účinná při zjemňování struktury zrn. Je podstatné vyzdvihnout, že proces RK ovlivnil plastickou deformaci v celém průřezu, a to jak ve středu, tak na povrchu, vzhledem k dostatečně množství působící deformace.



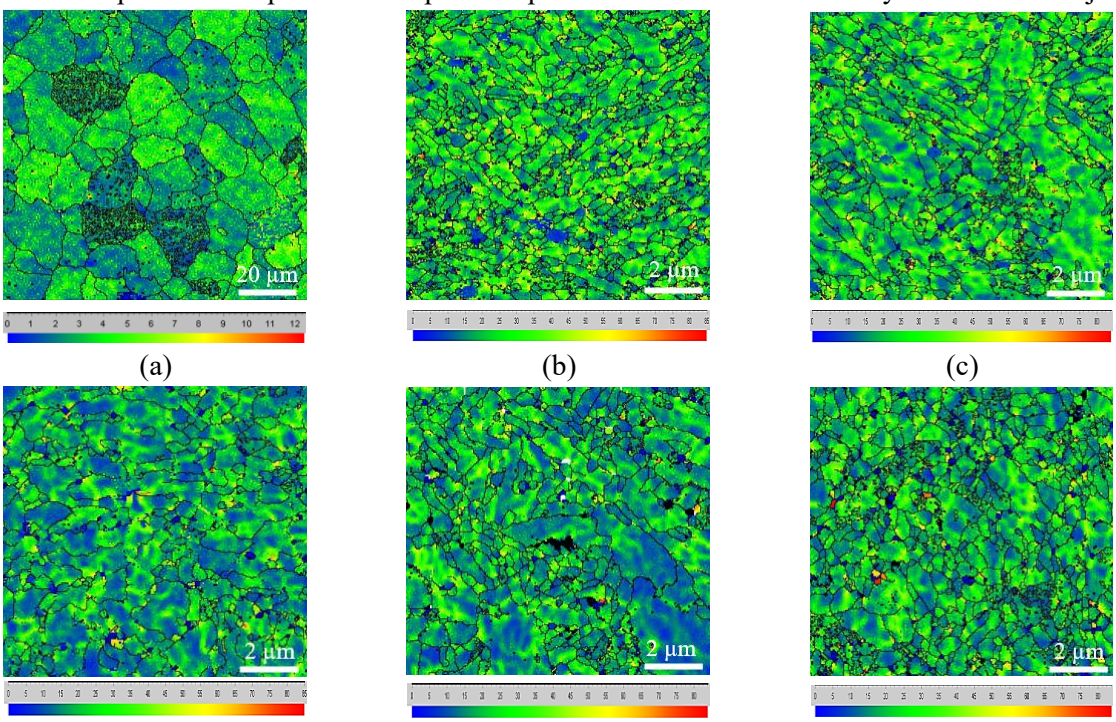
(d) (e) (f)

Obrázek 10. IPF mapy slitiny Dievar ve stavu: (a) Conv; (b) Conv+RK-povrch; (c) Conv+RK-střed; (d) SLM 90°; (e) SLM+RK-povrch a (f) SLM 90°+RK-střed.

Analýza hustoty dislokací GND odhalila významné rozdíly mezi různými metodami zpracování slitiny Dievar. Hustotu dislokací a jejich rozložení v mikrostruktuře lze pozorovat na obrázku 11.

Vzorek Conv stavu vykazuje ve srovnání s ostatními připravenými vzorky relativně nízkou hustotu dislokací. Maximální hustota dislokací je přibližně 11 × 10^{14} m². Po RK vzorku Conv dochází k výraznému zvýšení hustoty dislokací jak na povrchu, tak ve středu vzorku Conv+RK. U vzorku Conv+RK-střed byla pozorována vyšší hustota dislokací, ale rozdíly nebyly příliš významné. Hodnoty hustoty dislokací se pohybovaly v rozmezí od 15 do 40 × 10^{14} m² s maximem přibližně 25 × 10^{14} m².

Aditivně připravený vzorek SLM měl vyšší hustotu dislokací než vzorek připravený Conv. Maximální hustota dislokací byla přibližně 15 × 10^{14} m². Situace po RK vzorku SLM je velmi odlišná od vzorku Conv+RK. Hustota dislokací je výrazně nižší v rozmezí 8 až 28 × 10^{14} m² s maximem na povrchu 14 × 10^{14} m² a maximem ve středu 17 × 10^{14} m². Ve vzorcích SLM i Conv pravděpodobně docházelo k opevňovacím procesům na povrchu po RK v důsledku nižší hustoty dislokací než v jádře.



(a) (b) (c)

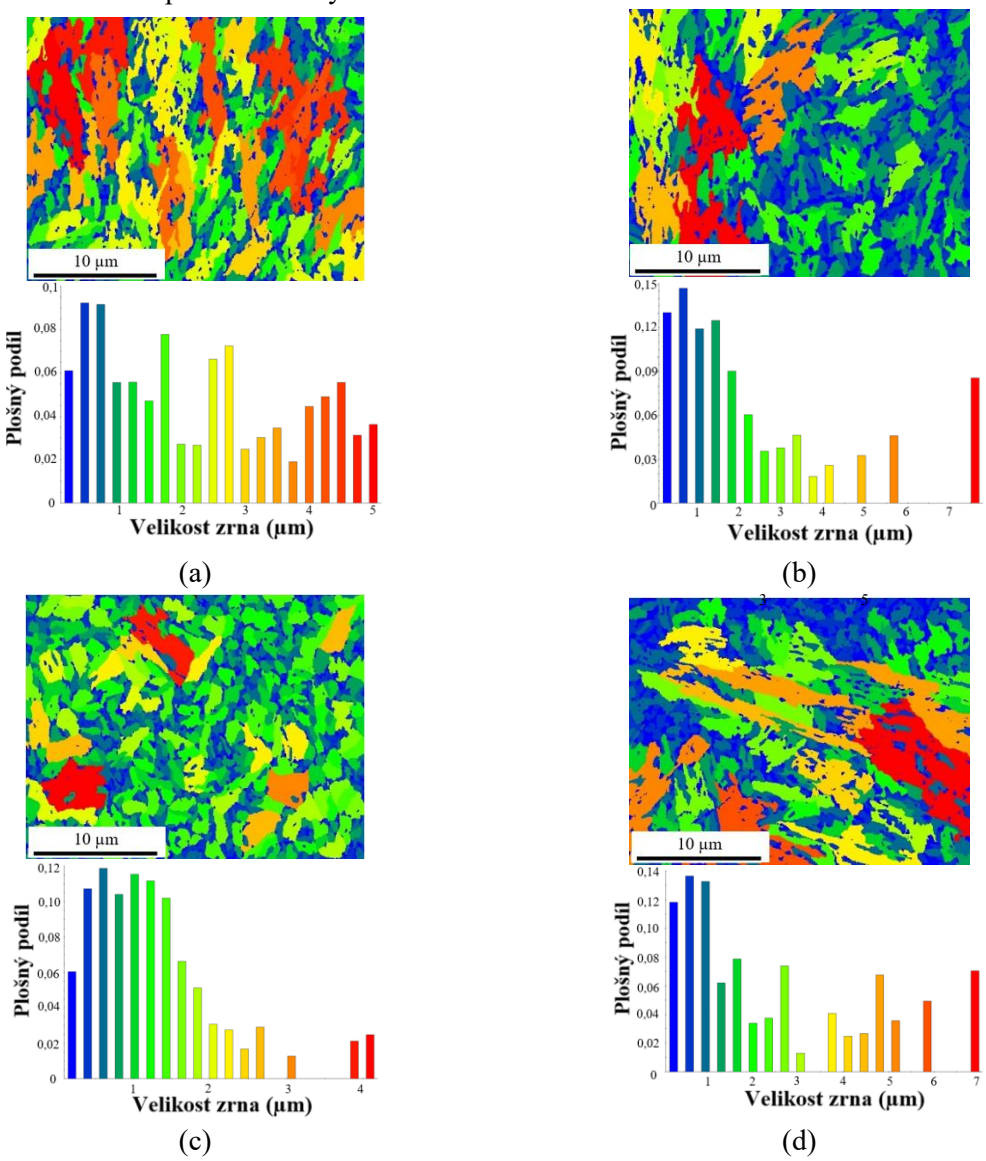
(d) (e) (f)

Obrázek 11. GND mapy vzorků slitiny Dievar ve stavu: (a) Conv; (b) Conv+RK-povrch; (c) Conv+RK-střed; (d) SLM 90°; (e) SLM 90°+RK-povrch a (f) SLM 90°+RK-střed.

Slitina Dievar byla dále zhodnocována ve stavu SLM 0°+RK, při poměru vložené deformace φ = (0,5 a 1,9). Mikrostruktura stavu SLM 0°+RK byla posuzována na velikost zrna, maloúhlové a velkoúhlové hrance zrn a texturu pomocí PF a IPF map.

Vývoj velikosti zrn a jejich distribuce (plošný podíl) (obrázek 12) vykazují, že s rostoucí vloženou deformací se nejen posouvá průměrná velikost zrna směrem k nižším hodnotám, ale také se mění tvar celé distribuce. U nízké vložené deformace (φ = 0,5) je distribuce široká, s patrným výskytem hrubších zrn a směrovostí zrn, zatímco u nejvyšší deformace (φ = 1,9) je distribuce užší a maximum se přesouvá do oblasti jemných zrn po dynamické rekrystalizaci. Tento jev dokládá, že materiál prochází procesem postupného zjemňování zrn a „homogenizaci“ struktury. Následně lze pozorovat, že povrchové oblasti (obrázek 12a,c) vykazují posun k jemnějším zrnům, než středové (obrázek 12b,d), což potvrzuje existenci gradientní struktury. Průměrná velikost zrn se v průběhu rotačního kování mění odlišně na povrchu a ve středu vzorku a její vývoj není lineární. Při nižší deformaci φ = 0,5 byly hodnoty průměrné velikosti zrn na povrchu (2,3 µm) a ve středu (2,4 µm) velmi podobné (obrázek 12a,b). Tyto změny lze přičíst vlivu dynamické rekrystalizace, vzhledem ke kovací teplotě 1000 °C. Tento mechanismus,

vyvolaný akumulací dislokací a uvolňováním vnitřních napětí, může vést jak k tvorbě nových jemných zrn, tak k lokálnímu růstu již vzniklých zrn v závislosti na podmínkách deformace. Rozdíly mezi povrchem a středem, stejně jako nelineární vývoj průměrné velikosti zrn, proto odrážejí odlišnou intenzitu probíhající dynamické rekrystalizace v různých oblastech materiálu. Takto vzniklé gradientní struktury mají potenciální technologické využití, kdy výsledný materiál je heterogenní a vykazuje gradientní vlastnosti (pevnější povrch, houževnatější střed). Tento efekt je cíleně využíván v návrhu gradientních materiálů pro součásti vystavené kombinovanému mechanickému namáhání.



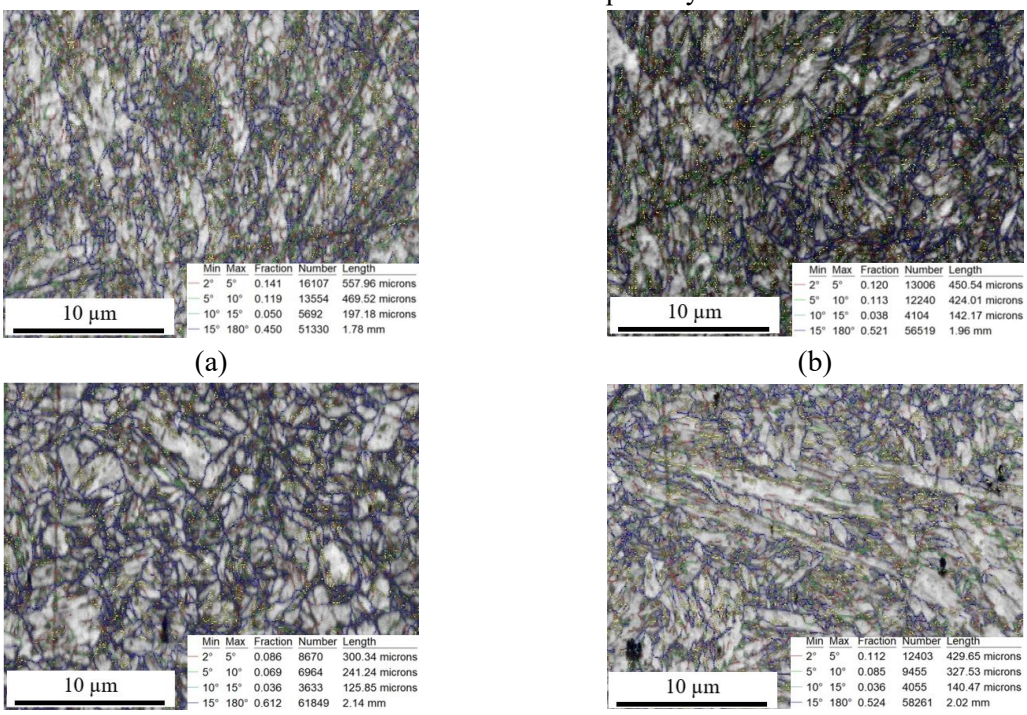
Obrázek 12. Velikost a distribuce zrn na povrchu (vlevo) a ve středu (vpravo) vzorku SLM 0°+RK slitiny Dievar ve stavu: (a), (b) φ = 0,5 a (c), (d) φ = 1,9.

Z vyhodnocení velkoúhlových a maloúhlových hranic zrn (obrázek 13) je patrné, že s rostoucí deformací se jednoznačně zvyšuje podíl velkoúhlových hranic zrn na úkor maloúhlových hranic zrn. Tento trend souvisí s progresivní fragmentací původních zrn a následnou dynamickou rekrystalizací. Velkoúhlové hranice zrn představují efektivní bariéru pro pohyb dislokací a jejich vyšší zastoupení má zásadní vliv na zpevnění materiálu. Zároveň vyšší podíl velkoúhlových hranic zrn ukazuje na postupnou transformaci struktury k rekrystalizovanému stavu. Proces probíhá spíše v povrchových oblastech (obrázek 13a,c), což znovu potvrzuje nerovnoměrnost rozložení deformace napříč průřezem vzorku.

V návaznosti na hodnocení průměrné velikosti zrn (obrázek 11) lze také konstatovat, že změny v podílu velkoúhlových a maloúhlových hranic zrn během jednotlivých průchodů RK představují jasný důkaz probíhající dynamické rekrystalizace. Postupná transformace maloúhlových hranic, vznikajících akumulací dislokací a tvorbou subzrnové struktury, na hranice velkoúhlové je typickým projevem

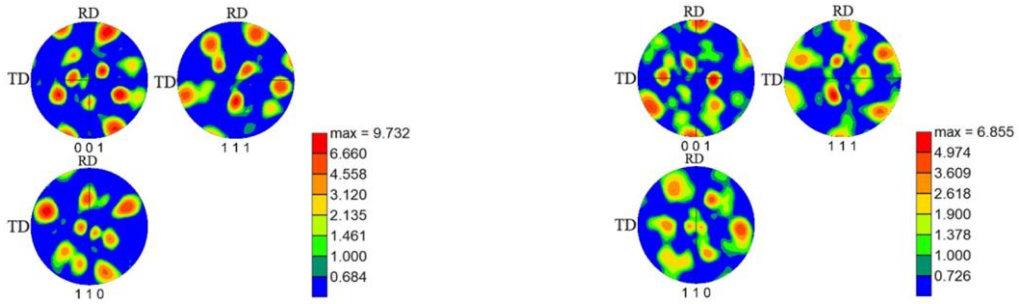
dynamické rekrystalizace. Zvýšený podíl velkoúhlových hranic tedy odráží vznik nových rekrystalizovaných zrn a současně potvrzuje, že proces zjemňování a obměny mikrostruktury není způsoben pouze ukládáním dislokací, ale také aktivní rekrystalizací podporovanou teplotními podmínkami procesu.

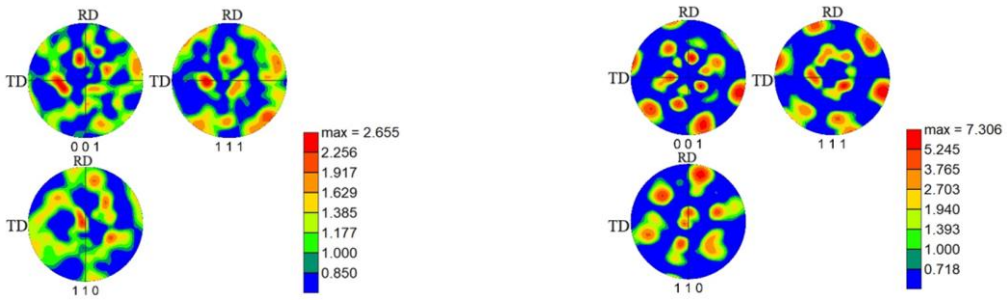
Z hlediska aplikací je významné, že gradientní podíl velkoúhlových hranic zrn umožňuje cíleně řídit mechanické vlastnosti v závislosti na funkci konkrétní komponenty.



Obrázek 13. Maloúhlové a velkoúhlové hranice zrn na povrchu (vlevo) a ve středu (vpravo) vzorku SLM 0°+RK slitiny Dievar ve stavu: (a), (b) φ = 0,5 a (c), (d) φ = 1,9.

PF (obrázek 14) a IPF (obrázek 15) obrazce poskytují detailní pohled na vývoj textury. U nejnižší deformace (φ = 0,5) je textura charakterizována vysokou intenzitou a ostrými maximy, což ukazuje na silnou preferenční orientaci zrn vzniklou během SLM procesu. Se zvyšující se vloženou deformací dochází k postupnému snižování intenzity textury a maxima v PF obrazcích se stávají plošnějšími a méně výraznými. To znamená, že orientace zrn se stává více disperzní a anizotropie textury se významně snižuje. Povrchové oblasti vykazují rychlejší pokles textury než oblasti středové, což odpovídá vyšší lokální intenzitě plastické deformace. V praktickém kontextu tento vývoj znamená, že po RK může komponenta vykazovat více izotropní mechanické vlastnosti, což je příznivé pro rovnoměrné chování v různých směrech zatížení.

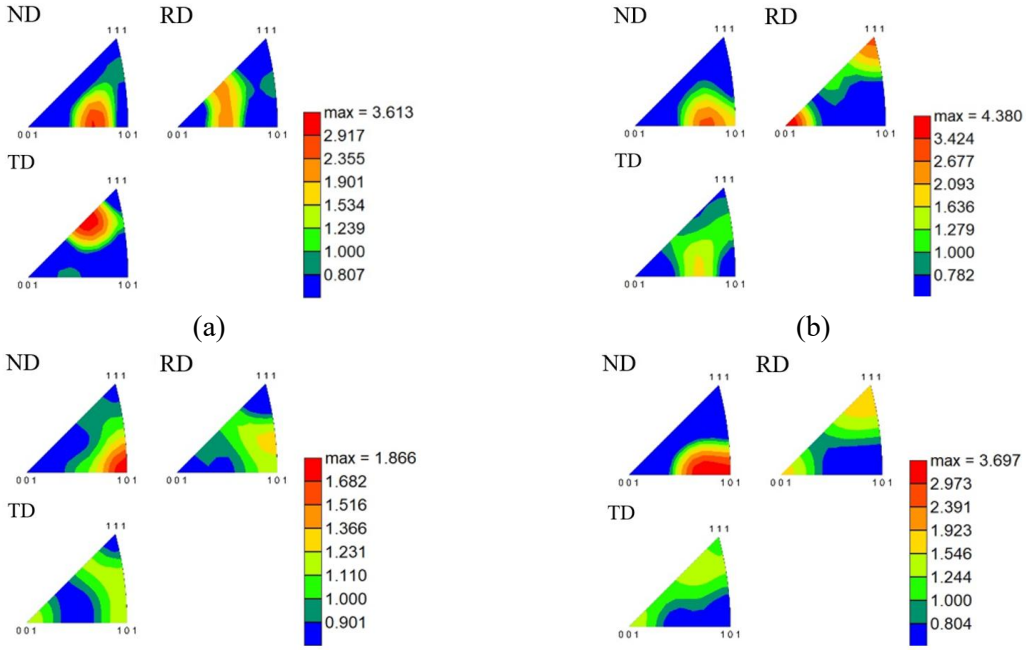




(c) (d)

Obrázek 14. Intenzita textury pomocí PF obrazců na povrchu (vlevo) a ve středu (vpravo) vzorku SLM 0°+RK slitiny Dievar ve stavu: (a), (b) φ = 0,5 a (c), (d) φ = 1,9.

Intenzity maxim textury získané z IPF map, po RK nevykazují jednoznačně monotónní trend se zvyšující se vloženou deformací. Pro φ = 0,5 byla zaznamenána hodnota 3,613 na povrchu a 4,380 ve středu vzorku (obrázek 15a,b). Při vložené deformaci φ = 1,9 se začíná formovat textura, která je na povrchu poměrně slabá a blízká náhodné distribuci (maximální intenzita 1,9; obrázek 15d). Naproti tomu ve středu je již patrná výraznější preferovaná orientace (maximální intenzita 3,697; obrázek 15c), což potvrzuje i symetrie pólových figur (obrázek 14c). IPF mapy ukazují, že v povrchu i ve středu je textura orientována podél ND s orientací zrn (101), zatímco ve směrech RD a TD se nevyskytují výrazná maxima. Velkoúhlové hranice zrn jsou na povrchu i ve středu přibližně stejné, tj. na povrchu dosahují 61849 a ve středu 58261. Průměrná velikost zrna na povrchu byla ~1,3 µm a ve středu ~2,5 µm.



(a) (b)

(c) (d)

Obrázek 15. Intenzita textury pomocí IPF map na povrchu (vlevo) a ve středu (vpravo) vzorku SLM 0°+RK slitiny Dievar ve stavu: (a), (b) φ = 0,5 a (c), (d) φ = 1,9.

Pozorované mikrostrukturní změny vytvářejí implikace, vlastnosti a použití pro:

- nárůst meze kluzu a pevnosti (Hall–Patchův mechanismus + bariérový účinek velkoúhlových hranic zrn),
- snížení anizotropie (nižší intenzita textury, rovnoměrnější rozložení orientací),
- zvýšení odolnosti vůči únavovému poškození (vyšší hustota účinných rozhraní a jemnější charakter zrna),
- funkčně gradientní chování (pevnější povrch / houževnatější střed), využitelné u součástí vystavených kombinovanému nebo kontaktnímu namáhání.

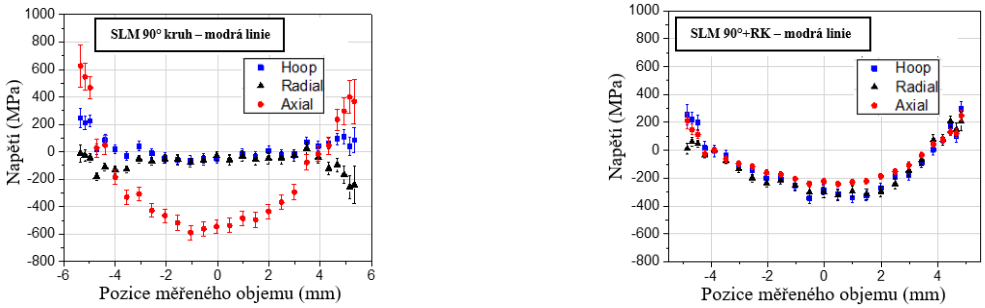
6.1.3 Vývoj residuálního napětí

Zbytková napětí u slitiny Dievar byla určena na základě vyhodnocených deformací, přičemž byly použity elastické konstanty E_{hkl}=210,5 GPa a ν_{hkl} = 0,25 [43], platné pro BCC fázi. V případě BCT fáze je dostupnost spolehlivých hodnot elastických konstant omezená. Nicméně lze očekávat systematickou odchylku ve směru vyšších hodnot napětí v rozsahu až 10 % [44]. Byly vyhodnocovány stavy Conv (ø41 mm), Conv+RK (φ = 1,6), SLM 90° - kruh a SLM+RK (φ = 1,7). V grafech záporné hodnoty charakterizují tlaková zbytková napětí, zatímco kladné hodnoty představují tahová zbytková napětí. Tři složky napětí označeny, jako radiální, obvodové a axiální v podobě bodů v grafu s chybovými úsečkami v celém průměru vzorku jsou zobrazeny na vodorovné ose.

Samotná aditivní výroba pomocí metody SLM způsobuje relativně vysoké axiální tlakové napětí (přesahující −500 MPa) ve středu vzorku, zatímco obvodová a radiální napětí jsou v objemu téměř nulová, viz. SLM 90°-kruh (obrázek 16a). V blízkosti povrchu axiální napětí stoupá až do poměrně vysokého tahového napětí (většího než 400 MPa) na okraji, zatímco složky v obvodovém a radiálním směru zůstávají i v této oblasti spíše poloviční.

Díky aplikaci deformace v podobě RK byly velmi výrazně změněny gradienty residuálních napětí ve vzorku SLM 90° (obrázek 16b). Ačkoli se absolutní hodnota axiálního napětí snížila na polovinu jak ve středové části, tak i v blízkosti povrchu, stále zůstala relativně vysoká. Absolutní hodnota dalších dvou složek – obvodové a radiální – se výrazně zvýšila ve středové oblasti, avšak nikoliv v blízkosti povrchu. Rozložení napětí pro axiální, radiální a obvodové složky je tedy ve tvářeném vzorku SLM velmi podobné nejen kvalitativně, ale i kvantitativně. To naznačuje hydrostatický charakter napětí. Všechny tři složky jsou ve střední části vzorku tlakové, zatímco v blízkosti povrchu tahové.

Ačkoli tahové napětí v blízkosti povrchu není příznivé, lze pozorovat pozitivní vliv RK. Tahové napětí v axiální složce se po RK vzorku vyrobeného metodou SLM výrazně snížilo (což znamená nižší pravděpodobnost vzniku trhlin), a navíc se napětí stalo převážně hydrostatickým, což je typ napětí, který nezpůsobuje deformaci.

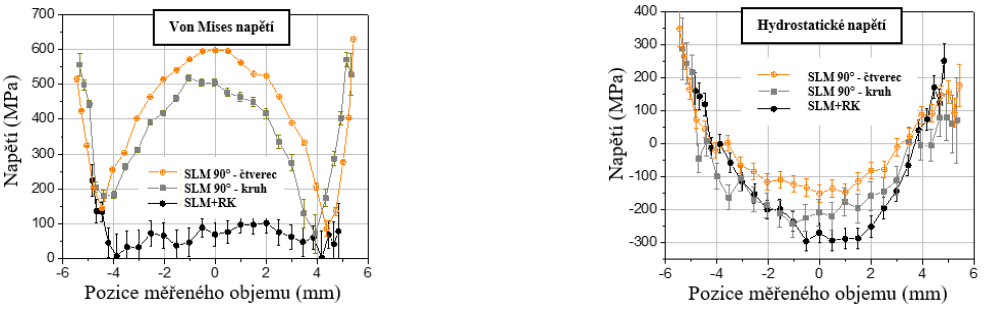


(a) (b)

Obrázek 16. Residuální napětí slitiny Dievar ve stavu: (a)SLM 90°-kruh a (b)SLM 90°+RK.

Vzhledem ke složitosti profilů složek zbytkového napětí může být použit jednoduše přehledný ukazatel celkového napěťového stavu v materiálu po procesu RK. Je dobře známo, že plastická deformace kovů je řízena výhradně deviatorickou (tvar měnící) složkou napěťového stavu, často označovanou jako von Misesovo napětí, které není ovlivněno složkou hydrostatického napětí.

Von Misesova a hydrostatická napětí jsou zobrazena na obrázku 17 samostatně pro SLM 90° a SLM 90°+RK zhotovené vzorky. Měřítka napětí jsou však pro von Misesovo i hydrostatické napětí stejná, aby bylo možné snadné porovnání mezi oběma způsoby výroby.



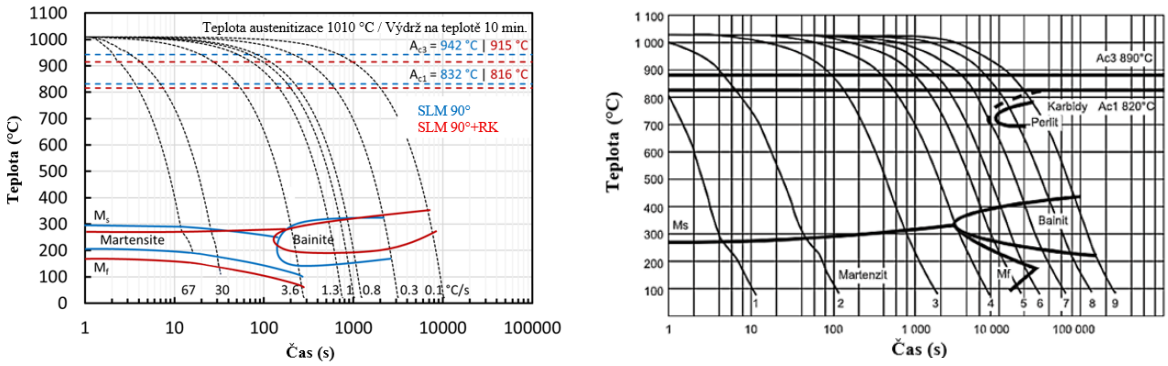
(a) (b)

Obrázek 17. Slitina Dievar :(a) Von Misesovo napětí a (b) hydrostatické napětí vypočtené ze tří složek zbytkového elastického napětí.

Deviatorické napětí u SLM vzorků je největší na povrchu a ve středu vzorku, a nejnižší ve vzdálenosti 1,5 až 2 mm pod povrchem. Nejvýznamnější zjištění se týká aditivně vyrobeného vzorku po RK. Obrázek 17c ukazuje, že RK téměř úplně odstranilo deviatorická zbytková napětí v celém objemu vzorku. Nicméně úroveň hydrostatického napětí (obrázek 17d) zůstala stále vysoká, přibližně −300 MPa v tlaku ve středu vzorku a jeho charakter zůstal stejný jako u SLM vzorků bez RK, tj. kladné (tahové) v blízkosti povrchu, ale záporné (tlakové) ve středové oblasti.

6.1.4 Vyhodnocení ARA diagramu

Na obrázku 18 lze pozorovat rozdíly v ARA digramech u slitiny Dievar ve stavu Conv+TZ, SLM 90° a SLM 90°+RK. Na první pohled lze pozorovat, že rozdíly mezi stavy Conv+TZ a SLM 90°, resp. SLM 90°+RK jsou signifikantní, zatímco rozdíly mezi stavy SLM 90° a SLM 90°+RK nejsou nijak významné. Lze pozorovat, že celý bainitický nos je posunutý směrem doleva. Nejvýznamnější rozdíl je mezi začátkem bainitické transformace, kde u stavu Conv+TZ začíná strukturní fáze bainitu na ochlazovací křivce 4 s rychlostí ochlazování 0,24 °C/s a v čase 10000 sekund, zatímco u stavu SLM 90° a SLM 90°+RK začíná strukturní fáze bainitu, při rychlosti ochlazování ~3 °C/s a v čase 1000 sekund. Křivka M_s v obou případech začíná v přibližně stejných teplotách okolo 300 °C, nicméně rozdíl mezi M_f je v případě stavu Conv+TZ a SLM 90° (SLM 90°+RK) rozdílný a má jiný tvar. Nepatrné rozdíly byly pozorovány i u teplot A_{c1} a A_{c3} ve všech třech stavech, jak lze pozorovat na obrázcích 18a,b.

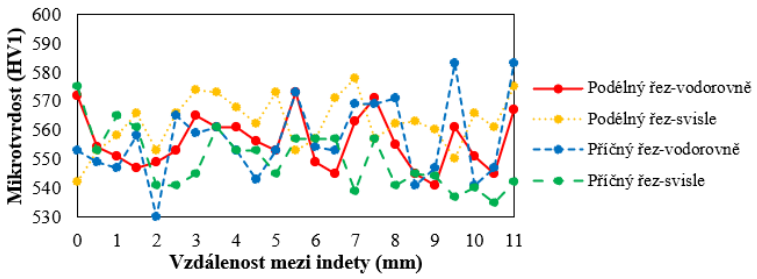


(a) (b)

Obrázek 18. ARA diagram nástrojové oceli Dievar ve stavu: (a) SLM 90° a SLM 90°+RK a (b) Conv+TZ [45].

6.1.5 Vliv vložené deformace na mikrotvrdost

Výchozí stav SLM 90° slitiny Dievar lze vidět na obrázku 19. U aditivně zhotoveného vzorku lze pozorovat, že tvrdost v podélném i příčném směru je nahodilá a její průměrná hodnota je 556 HV1 v rozmezí maxima 583 HV1 a minima 530 HV1, což znamená, že rozmezí mikrotvrdosti vzorku ve stavu po 3D tisku je 53 HV1. Příčinou takto proměnlivé tvrdosti bylo několik: (i) vysoký podíl FCC fáze (zbytkového austenitu) (obrázek 7d, resp. tabulka 8), který způsobuje lokální pokles tvrdosti, (ii) buněčná mikrostruktura, kde bude vyšší podíl karbidotvorných legujících prvků [8] (obrázek 8b), (iii) silná anizotropie aditivně zhotoveného vzorku (obrázek 10d) a stav residuálního napětí v materiálu na obrázku 16a (resp. obrázek 17a,b), změna napětí v materiálu zapříčiňuje rozdílnou hloubku indentu do materiálu a tím naměřenou mikrotvrdost.



Obrázek 19. Slitiny Dievar ve stavu SLM 90°.

Následně byla hodnocena mikrotvrdost ve dvou stavech přípravy, tj. SLM 90°+RK a SLM 0°+RK a byla vytvořena závislost vložené deformace (4 stupně vložené deformace) na průběhu tvrdosti v kruhovém průřezu. Dále byly stanoveny průměrné hodnoty tvrdosti vyznačeny vodorovnými čarami (obrázek 20a-b).

V případě vložené deformace φ = 0,5 lze sledovat ve všech případech (SLM 90°+RK a SLM 0°+RK), že se mikrotvrdost od středu směrem k okraji zvyšuje. Postupné šíření vložené deformace bylo prokázáno jednak simulací na obrázku 6, tak postupnou redukcí, resp. eliminací porozity na obrázku 3a-c.

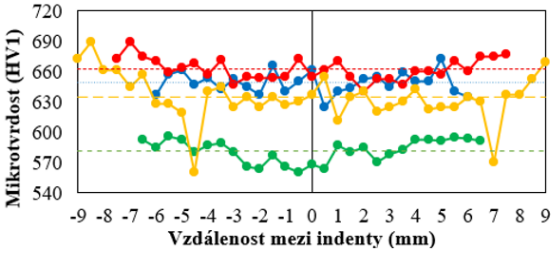
Jak již bylo zmíněno v případě SLM 90° (obrázek 19), tvrdost naproti stavu SLM 90°+RK (obrázek 20a) vykazuje výrazné gradienty mikrotvrdosti v celém průřezu. Při prvním průchodu φ = 0,5 na obrázku 20a je průměrná tvrdost na 635 HV1, což je o 79 HV1 vyšší mikrotvrdost, než u SLM 90. Následným průchodem, při vložené deformaci φ = 1,0 došlo k navýšení průměrné tvrdosti o 27 HV1 s parabolickým konvexním tvarem v průřezu s maximem na okraji 689 HV1 a minimem ve středu 655 HV1. Při vložené deformaci 1,4 dochází s nejvyšší pravděpodobností k odpevňovacímu procesu a dochází k poklesu mikrotvrdosti na průměrnou hodnotu 582 HV1 opět s parabolickým konvexním tvarem. Při vložené deformaci φ = 1,9 je opět navýšena průměrná tvrdost z 582 HV1 na 649 HV1 (obrázek 20a) s poměrně konzistentním charakterem profilu tvrdosti. Důvodem vyšší mikrotvrdosti u SLM 90°+RK, je s nejvyšší pravděpodobností homogennější jehlicovitá mikrostruktura (obrázek 8d) a obsah jemných precipitátů Cr, Mo, ale především V (obrázek 9b).

Vývoj mikrotvrdosti slitiny Dievar ve stavu SLM 0°+RK v závislosti na vložené deformaci (obrázek 20b) úzce souvisí s mikrostrukturálními změnami pozorovanými na obrázcích 12–15. Při nízkých hodnotách deformace (φ = 0,5) byla struktura tvořena relativně hrubými zrny (obrázek 12a,b) s nízkým podílem velkoúhlových hranic zrn (obrázek 13a,b), což se projevilo nižší tvrdostí (~554 HV1). Při stupni deformace φ = 1,9 se mikrostruktura stabilizovala, došlo k významnému nárůstu podílu velkoúhlových hranic a ke vzniku rovnoměrně jemnozrnné struktury (obrázek 13c,d a 15c,d). Současně se textura opět mírně vyrovnala (obrázky 14c,d a 15c,d), což se projevilo mírným opětovným nárůstem tvrdosti (~562 HV1). Celkově tedy mikrotvrdost vykazuje nemonotónní průběh, jehož charakter je dán interakcí mezi deformačním zpevněním, Hall–Petchovým efektem, dynamickou rekrystalizací a vývojem textury.

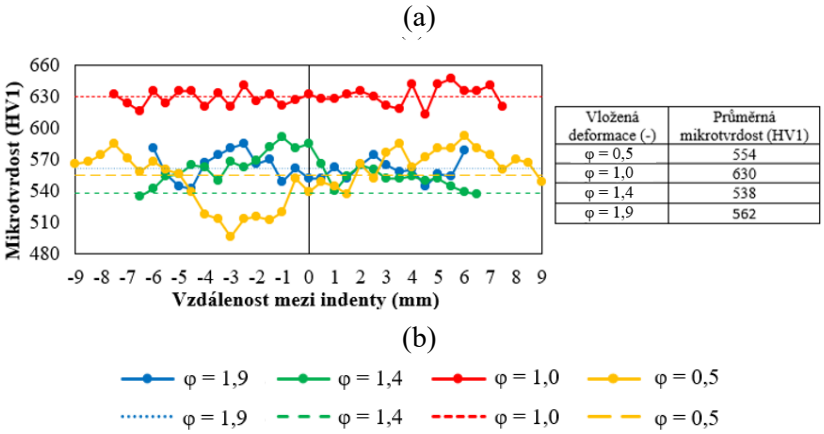
Na výsledné hodnoty tvrdosti má však vliv i více dalších činitelů. Patří mezi ně zejména přítomnost defektů a porozita pocházejících z procesu SLM, které mohou lokálně snižovat mikrotvrdost nebo zvyšovat rozptyl naměřených hodnot. Své působení mají rovněž zbytková napětí, která vznikají díky nerovnoměrnému přetvoření a gradientu mezi povrchem a středem vzorku, jejich postupné uvolňování při rekrystalizaci přispívá k pozorovanému poklesu tvrdosti. U slitin typu Dievar se dále mohou uplatnit i jemné precipitáty legujících prvků (Cr, Mo, V), které při odpovídajících teplotních podmínkách zpevňují materiál.

Výsledky mikrotvrdosti je rovněž nutno vnímat v kontextu velikosti měřené oblasti. Použitá zkouška HV1 zatěžuje relativně malý objem materiálu, a proto jsou naměřené hodnoty silně ovlivněny lokální mikrostrukturou. V případě gradientních struktur, kde povrch rychleji podléhá zjemnění zrn a rekrystalizaci než střed, se tak do výsledků promítají i drobné lokální nehomogenity. Rozdíly mezi povrchem a středem jsou přitom na mikrotvrdosti méně výrazné než na EBSD analýze, protože zkouška průměruje chování více zrn současně.

Komplexní pohled na výsledky tedy ukazuje, že mikrotvrdost slitiny Dievar je výsledkem souběžného působení několika mechanizmů. Zatímco Hall–Patchův efekt a dislokační zpevnění přispívají k nárůstu tvrdosti, dynamická rekrystalizace tento nárůst oslabuje a lokálně vede k poklesu tvrdosti. Konečné chování pak modifikují zbytková napětí, defekty po SLM a případná precipitace legujících prvků.



Vložená deformace (-)	Průměrná mikrotvrdost (HV1)
φ = 0,5	635
φ = 1,0	662
φ = 1,4	582
φ = 1,9	649



Obrázek 20. Vliv stupně vložené deformace na vývoj mikrotvrdosti slitiny Dievar ve vzorku: (a) SLM 90°+RK a (b) SLM 0°+RK.

6.1.6 Vyhodnocení kvazistatické tlakové zkoušky

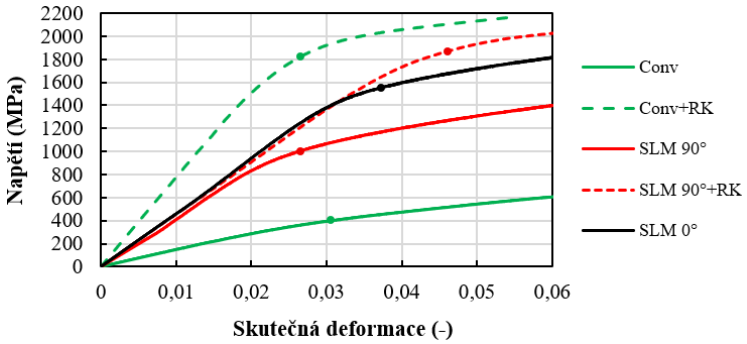
Obrázek 21 znázorňuje vztah mezi tlakovým napětím a skutečným přetvořením pro čtyři různé stavy: Conv, Conv+RK, aditivně zhotovené v různých směrech tisku (90° a 0°) a SLM 90°+RK. Jednotlivé „tečky“ na křivkách napětí-deformace na obrázku 21 zobrazují mez kluzu pro stavy materiálů a budou dále diskutovány v textu.

Závislost tlakového napětí a deformace pro vzorek Conv vykazuje typické chování materiálu po žíhání na měkko s mezí kluzu 405 MPa. Tento vzorek vykazuje relativně nízkou odolnost vůči deformaci, jak lze očekávat v důsledku využití tepelného zpracování v podobě žíhání na měkko.

U vzorku Conv+RK se mez kluzu výrazně zvyšuje na 1844,4 MPa, což je přibližně 4,5× vyšší pevnost, než měl původní vzorek Conv (obrázek 21). Ke zvýšení celkové pevnosti materiálu přispěl tepelně-deformační proces v podobě RK, díky němuž došlo k redukci velikosti zrn z 8 až 20 µm (obrázek 10a) na hodnotu nižší, než 1 µm (obrázek 10b,c) a dále celkové zvýšení hustoty dislokace v celém průřezu vzorku (obrázek 11b,c).

Dále byly zhotoveny vzorky alternativní metodou výroby v podobě aditivního tisku pomocí metody SLM, kde byly vzorky tištěny ve dvou orientacích tisku SLM 90° a SLM 0°, kde mělo být primárním cílem vyhodnocení tlakového napětí v různých orientacích výroby. Vzhledem k vysokým rozdílům porozity mezi jednotlivými orientacemi takovéto porovnání není možné. Mez kluzu v případě SLM 90° dosahuje 990,7 MPa, což způsobuje především vysoká porozity, zatímco v případě SLM 0° dosahuje mez kluzu hodnot 1542,2 MPa. Výrazný vliv na mechanické chování vzorku SLM 90° má přítomnost porozity (obrázek 3). Před aplikací RK měl materiál SLM 90° počáteční porozitu více než 13 %, což významně snižovalo jeho pevnost v tlaku. Poréznost materiálu snižuje efektivní plochu přenášející zatížení a zvyšuje pravděpodobnost iniciace trhlin, což vede ke snížení meze kluzu.

Po aplikaci RK na vzorek SLM 90° se poréznost snížila na pouhých 0,4 % (obrázek 3c), což mělo zásadní vliv na mez kluzu materiálu. Snížení poréznosti umožňuje materiálu efektivněji redistribuovat napětí (obrázek 17b), což vede ke zvýšení pevnosti materiálu. Po RK se mez kluzu vzorku SLM 90°+RK zvýšila na 1865,8 MPa, což je hodnota podobná jako u vzorku Conv+RK (obrázek 21). Vysoký mechanický výkon je důsledkem vhodné kombinace velmi jemné mikrostruktury (obrázek 8g,h), snížení podílu zbytkového austenitu (tabulka 8), precipitace velmi jemných a disperzně rozptýlených karbidů (obrázek 9b), velikostí zrna a texturou materiálu (obrázek 10e,f). Porovnání rozdílného průběhu tlakové zkoušky mezi vzorky Conv a SLM po aplikaci RK na obrázku 21 je významné. Při předpokladu skutečného přetvoření 0,033 pro stav Conv+RK a 0,048 pro stav SLM 90°+RK a přibližně stejné mezi kluzu činí rozdíl mezi skutečným přetvořením přibližně 45 %. Vzorek vyrobený metodou SLM 90°+RK je tedy schopen odolat vyšší deformaci při obdobné mezi kluzu jako vzorek Conv+RK, což je výhodné z mnoha důvodů, například z hlediska plasticity, houževnatosti nebo i svařitelnosti materiálů vyrobených tímto způsobem [16]. To demonstruje kritickou roli post-processingu, jako je RK, při optimalizaci aditivně vyráběných materiálů. Možné rozdíly ve skutečné deformaci jsou pravděpodobně zapříčiněny výsledkem GND na obrázku 11, kde dislokační hustota dosahuje u vzorku Conv+RK (obrázek 11b,c) hodnot přibližně o 10×10^{14} m² vyšších, než u vzorku SLM 90°+RK (obrázek 11e,f).



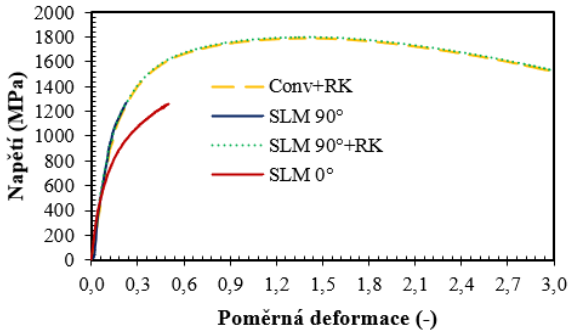
Obrázek 21. Závislost napětí na deformaci u slitiny Dievar v různých stavech.

6.1.7 Vyhodnocení kvazistatické tahové zkoušky

Kvazistatická tahová zkouška byla vyhodnocována na slitině Dievar ve stavu Conv+RK, aditivně zhotoveném SLM 90° a 0° a následně SLM 90°+RK. Vzhledem k tomu, že nebyly naměřeny hodnoty výchozího stavu Conv, byly porovnány s autory Chen et al., kde u slitiny AISI H13 dosahovala hodnota meze kluzu přibližně 520 MPa a meze pevnosti v tahu 649 MPa [46]. Na obrázku 22 lze pozorovat, že hodnota po aplikaci vložené deformace v podobě RK byla navýšena mez kluzu z 520 MPa na 1144 MPa, což je více než 2× zvýšení meze kluzu materiálu. Stejný trend provázela mez pevnosti, kde hodnota byla navýšena ze 649 MPa na 1785 MPa, což je o 1136 MPa vyšší mez pevnosti, než u stavu Conv.

Následně byly měřeny dva aditivně zhotovené stavy SLM 90° a SLM 0°, kdy v obou případech došlo k tvárnému transkrystalickému lomu s důlkovou morfologií a materiál vykazuje elastickou část a částečně plastickou deformaci. To je s nejvyšší pravděpodobností způsobeno vysokou porozitou aditivně zhotovených vzorků a následně vysokým residuálním napětím formovaným na okraji vzorku (obrázek 17a,b, SLM 90°-kruh). I přes vysokou porozitu vzorku SLM 90° dosahuje meze kluzu 859 MPa. U vzorku SLM 0° byla hodnota meze kluzu 902 MPa, ovšem materiál do prasknutí odolával vyšší deformaci (obrázek 22).

Situace je odlišná v případě vzorku SLM 90°+RK, kde po RK došlo k redukci porozity na 0,4 % (obrázek 3c,e) a redistribuce gradientních residuálních napětí v materiálu (obrázek 17a,b, SLM 90°+RK). Hodnota meze kluzu přesto převyšuje stav Conv+RK, kde mez kluzu byla naměřena 1247 MPa. Hodnota meze pevnosti byla 1669 MPa a byla o 116 MPa nižší, než v případě Conv+RK. I přes nepříznivý výchozí stav reziduálního napětí a vysoké porozitě materiál odolává vyšší mezi kluzu, než vzorek Conv+RK.



Obrázek 22. Závislost tahového napětí na deformaci u slitiny Dievar v různých stavech.

6.1.8 Deformační chování materiálu za zvýšených teplot

Smluvní meze kluzu v tlaku u nástrojové oceli Dievar v různých stavech přípravy lze vidět na obrázku 23. Nejdříve byla stanovena mez kluzu výchozího materiálu Dievar ve stavu po žíhání na měkko. Jak již bylo zmíněno výše, standartním post-processingem nástrojových ocelí je TZ. Pro porovnání byly zhotoveny křivky napětí-deformace, pro Conv materiál po post-processingu v podobě TZ a RK. Následně byly analyzovány aditivně zhotovené stavy SLM 90°, SLM 0° a SLM 60°. Jedním z cílů práce je poukázat vliv post-processingu na zlepšení mechanických vlastností alternativně zhotovených slitin materiálů. Proto byly stavy SLM 90° a 0° RK s poměrem vložené deformace $\varphi = 1{,}9$, pro zjištění meze kluzu v tlaku materiálu za zvýšených teplot.

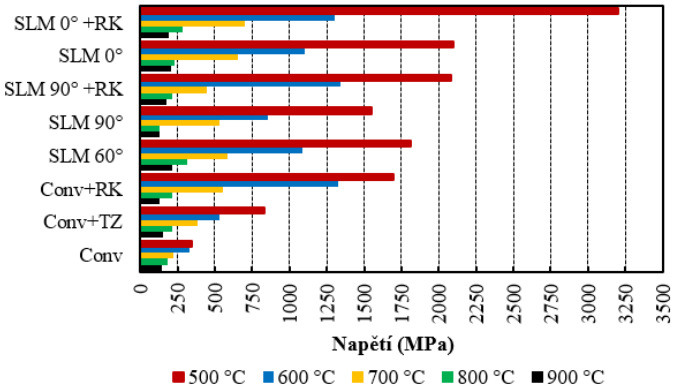
Nejběžnější provozní teplota nástrojové oceli Dievar, při které se tento materiál ve stavu po TZ využívá je 500 °C [47]. Ovšem v praxi se typicky při krátkodobém zatěžování využívá tato nástrojová ocel až do teploty 650 °C [47]. Nástrojová ocel Dievar se při takto vysokých teplotách (800 až 900 °C) pro strojní součásti, formy a zápustky běžně nevyužívá z důvodu nízkých mechanických vlastností, při těchto teplotách. Tato hodnota je však důležitá např. pro vývoj materiálových modelů a následné simulace [39]. Při teplotě 800 a 900 °C měly všechny stavy hodnotu meze kluzu v tlaku do 250 MPa, s výjimkou stavu SLM 60° a SLM 0°+RK, kde hodnoty meze kluzu v tlaku při teplotě 800 °C dosahovaly 310 MPa a 280 MPa. Při porovnání meze kluzu v tlaku u Conv+TZ a Conv+RK stavu lze sledovat, že při teplotě 700 °C bylo napětí vyšší o 170 MPa, při teplotě 600 °C bylo napětí vyšší o 790 MPa a nakonec při teplotě 500 °C bylo napětí vyšší o 870 MPa, než u Conv+TZ stavu. Jedním z důvodů je pravděpodobně rozdílnost metod zpracování, kdy TZ operuje pouze s teplotou a velikost zrna během kalení a popouštění roste, nebo zůstává stejná, jako po žíhání na měkko (obrázek 8e,f), zatímco RK je tepelně-deformační proces a podle Hall-Petchova vztahu (2) dochází ke snižování velikosti zrna (obrázek 8d, resp. 10b,c). Dále velikost, podíl a distribuce karbidů, kde u Conv+RK jsou jemné a disperzně rozptýlené karbidy (obrázek 9a), zatímco u Conv+TZ jsou relativně hrubé a nehomogenně rozptýlené karbidy (obrázek 8e,f).

Následně byly analyzovány vzorky zhotovené pomocí aditivní technologie SLM ve třech orientacích tisku (90°, 0° a 60°). Nejnižší meze kluzu v tlaku dosahuje vzorek SLM 90°, což lze očekávat vzhledem k vysoké porozitě přes 13 %. I přes vysokou porozitu dosahoval vzorek SLM 90° úctyhodné meze kluzu ~1550 MPa (při teplotě 500 °C), ~850 MPa (při teplotě 600 °C) a ~530 MPa (při teplotě 700 °C). Při porovnání Conv+TZ a SLM 90° dosahuje téměř 2× vyšší meze kluzu při teplotě 500 °C, než vzorek Conv+TZ, což dokazuje přínos aditivní výroby i přes strukturální nedostatky. Porozita vzorků SLM 0° a 60 ° je oproti vzorku SLM 90° poloviční (do 7 % porozity), což je i důvod, proč odolávají vyšší deformaci a mají vyšší mez kluzu v tlaku. Porovnání těchto stavů z pohledu porozity je relevantní a lze konstatovat, že aditivní 3D tisk v orientaci 0° má vyšší mez kluzu v tlaku a je tedy vhodnějším, pro následné RK. Konkrétně, při teplotě 500 °C měl mez kluzu ~2100 MPa, při teplotě 600 °C měl hodnotu meze kluzu ~1100 MPa a při teplotě 700 °C měl mez kluzu ~650 MPa.

Kování bylo dále aplikováno na vzorek SLM 90° a SLM 0°. Předmětem zkoumání je poukázat na příznivý efekt RK na výslednou tlakovou mez kluzu. Při srovnání SLM 90° a SLM 90°+RK lze sledovat, že došlo k navýšení meze kluzu o 530 MPa (testováno při teplotě 500 °C) a o 490 MPa (testováno při teplotě 600 °C). K navýšení meze kluzu v tlaku vedla kombinace více faktorů: (a) snížení porozity z více než 13 % na 0,4 % (obrázek 3c,e), (b) modifikace silně anizotropní textury po aditivním 3D tisku (obrázek 10d) na texturu orientovanou ve směru RK (obrázek 10e,f), (c) zvýšení hustoty dislokací (porovnej obrázek 11d a 11e,f), (d) snížení tahového residuálního napětí na povrchu aditivně zhotoveného vzorku a zvýšení residuálního tlakového napětí ve středu vzorku (obrázek 17a,b) a nakonec (e) redukce gradientních rozdílů v axiálním, radiálním a obvodovém směru (obrázek 16a,b). Všechny výše zmíněné efekty jsou zapříčiněny pozitivním vlivem RK jak na mikrostrukturu, tak na mez kluzu v tlaku a ostatní mechanické vlastnosti. V tomto případě bylo účelem poukázat pozitivní vliv rotačního kování i přes nepřízeň strukturálních nedostatků uvedených výše (především vysokou porozitu).

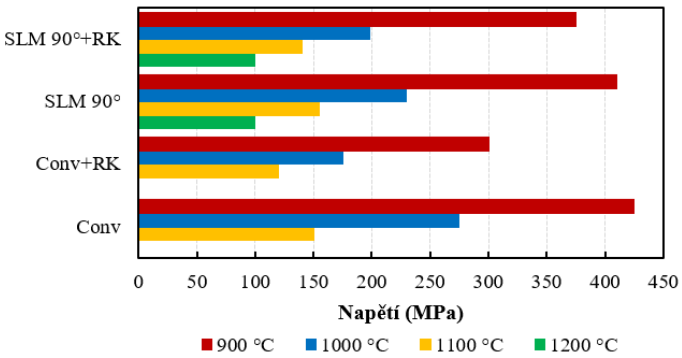
Následně byl RK vzorek SLM 0°, který již před RK dosahoval nižší porozity, konkrétně 7,4 % a vyšší meze kluzu. Po aplikaci RK se stejnou vloženou deformací, jako v případě SLM 90°+RK ovšem s předehřevem před každým kováním na teplotu 1000 °C dosahoval výrazně vyšší meze kluzu především při teplotě 500 °C, kdy měl mez kluzu v tlaku ~3200 MPa, což je o 1120 MPa více, než v případě SLM 90°+RK. U teplot 600 °C a 700 °C dosahoval meze kluzu ~1300 MPa a ~700 MPa. Nejvyšší hodnoty tlakové meze kluzu byly dosaženy u vzorku SLM 0°+RK po vložené deformaci φ = 1,9, což úzce souvisí s charakterem jeho mikrostruktury. EBSD analýza (obrázek 12c,d a13c,d) ukázala, že při tomto stupni deformace dochází k výraznému zjemnění a stabilizaci zrn doprovázenému vysokým podílem velkoúhlových hranic zrn, které představují účinnou bariéru pro pohyb dislokací a významně zvyšují pevnost podle Hall–Patchova vztahu (1). Proces dynamické rekrystalizace, se při φ = 1,9 projevil stabilizací jemnozrnné struktury, čímž došlo k odstranění části nahromaděných dislokací, avšak bez významného oslabení mechanických vlastností. Současně byla pozorována relativně vyrovnaná textura s nižší anizotropií (obrázek 53g,h a 54g,h), což vedlo k rovnoměrnější aktivaci skluzových systémů a přispělo ke zvýšení odolnosti proti plastické deformaci v tlaku. Dalším přínosným faktorem je gradientní charakter struktury, kdy povrchová oblast vykazuje jemnozrnnější a mechanicky odolnější mikrostrukturu než střed vzorku, což zlepšuje rozložení napětí při zatížení. Tyto mikrostrukturální

aspekty se odrazily rovněž v hodnotách mikrotvrdosti (obrázek 20b), které při φ = 1,9 opět mírně vzrostly, a výsledkem je tedy kombinace jemnozrnné stabilní struktury, vysokého podílu velkoúhlových hranic a příznivé textury, která vede k dosažení nejvyšší tlakové meze kluzu.



Obrázek 23. Tlaková mez kluzu slitiny Dievar v různých stavech výroby.

Tam kde končí mechanické vlastnosti za vyšších teplot nástrojové oceli Dievar nastupuje svou vyšší mezí kluzu v tlaku superslitina Inconel 718, jak lze vidět při porovnání obrázků 23 a 24. V některých případech dokonce při teplotě 900 °C superslitina Inconel 718 dosahuje vyšších mezí kluzu v tlaku, než slitina Dievar, při teplotě 700 °C. Při porovnání meze kluzu v tlaku stavu SLM 90° a SLM 90°+RK si lze povšimnout, že po RK dochází spíše ke snížení meze kluzu v tlaku. Příčinou bude z nejvyšší pravděpodobnosti dynamická rekrystalizace, kdy na úkor starých zrn rostou nové, v materiálu se mění textura a dochází ke snížení intenzity textury. Vzorek SLM 90°+RK sice má nižší mez kluzu v tlaku, ale díky snížení intenzity textury bude pravděpodobně mít „homogennější“ mez kluzu v tlaku, než SLM 90°. Dále také bude mít výhodnější zbytkové napětí. To bude s nejvyšší pravděpodobností i důvodem poklesu meze kluzu v tlaku stavu Conv+RK, jak ukazuje digram na obrázku 24. Conv stav sice dosahuje nejvyšší meze kluzu v tlaku, nicméně otázkou zůstává stav residuálního napětí v materiálu, který by mohl být vyšší. Všechny hypotézy byly více podpořeny v úplné verzi DiSP.



Obrázek 24. Tlaková mez kluzu slitiny Inconel 718 v různých stavech výroby.

6.1.9 Vyhodnocení ACT

ACT bylo provedeno na dvou slitinách materiálu, tj. nástrojová ocel Dievar (obrázek 25) a superslitina Inconel 718 (obrázek 26). Cílem experimentu bylo poukázat na výkon alternativně zhotovených materiálů pomocí aditivní technologie a následně po zařazení post-processingu.

Nástrojová ocel Dievar byla testována, jako Conv a následně ve dvou stavech post-processingu po TZ a po RK. Nejdříve byl na vzorku Conv+TZ nalezen mezní stav testovací teploty. Byly testovány dvě teploty 600 a 650 °C. Jako mezní stav teploty se ukázala teplota 650 °C a proto byla využita pro následující testování.

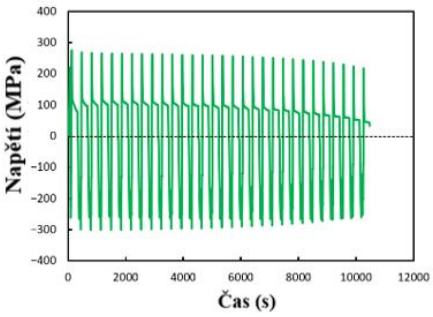
Nejnižší součinitel pevnosti v tahu lze sledovat u stavu Conv, při teplotě 650 °C (obrázek 25a), který byl spíše testován pro následné srovnání s TZ a RK vzorkem. Součinitel pevnosti v tahu dosahoval hodnoty 66 MPa. Během 30 cyklů došlo k poškození testované oblasti tvorbou trhliny na povrchu.

U vzorku Conv+TZ při teplotě 600 °C na obrázku 25b lze pozorovat klesající trend napětí v tahu i tlaku, ovšem nedošlo během 62 cyklů k iniciaci trhliny. Součinitel meze pevnosti v tahu dosahoval úctyhodných 355 MPa, při dosažení 21,9 ks. Vzhledem k neporušení materiálu byla testovací teplota

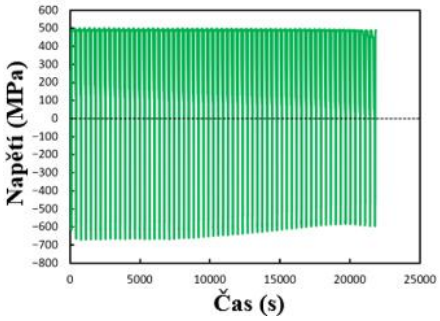
zvýšena o 50 °C na teplotu 650 °C. Naproti vzorku Conv+TZ testovaném, při teplotě 600 °C, došlo při teplotě 650 °C (obrázek 25c) k poklesu součinitele pevnosti v tahu o 152 MPa a snížení doby testování o 10 ks s následnou tvorbou trhlina na povrchu. Dále si lze na obrázku 25c povšimnout, že během doby testování v rozmezí 1,8 ks až 5 ks k poklesu tahového napětí z ~500 MPa na ~250 MPa a následnému opětovnému nárustu tahového napětí na hodnotu ~300 MPa s následným pomalým poklesem až do tvorby trhliny. To bude s největší pravděpodobností souviset se dvěma jevy: (a) transformace mikrostruktury, nebo (b) uzdravovací procesy v podobě dynamické rekrystalizace, nebo zotavení. Stejný efekt poklesu a nárůstu tahového napětí lze pozorovat na obrázku 25d-e, při teplotě testování 650 °C.

Následně byl testován vzorek Conv+RK, při teplotě 650 °C, při dvou pokusech, jako Conv+RK – 1 pokus a Conv+RK – 2 pokus (obrázek 25d). Během testování došlo k výše zmíněnému poklesu napětí v tahu z ~500 MPa na ~100 MPa a experiment byl přerušen. K poklesu napětí došlo přibližně při 3 ks. Dále byl za stejných podmínek testován znovu vzorek Conv+RK, kde došlo k podobnému efektu, tj. na počátku bylo napětí ~500 MPa, nicméně k došlo u druhého pokusu k poklesu na vyšší napětí v tahu ~200 MPa a při pozdější době testování 3,5 ks. To bude pravděpodobně způsobeno uvolněním vnitřního napětí vlivem tepelného cyklu, při teplotě 600 °C. Na obrázku 25d byl zhotoven průnik měření pokusu 1 a 2, kde lze demonstrovat, že nástrojová ocel Dievar v tomto stavu přípravy lze krátkodobě využívat, při teplotě 650 °C a době testování ~2,5 ks, při ponechání pevnosti v tahu ~500 MPa. Oproti Conv+TZ došlo k navýšení součinitele pevnosti v tahu o 25 MPa v prvním pokusu a v druhém pokusu o 99 MPa. Je nutno podotknout, že při druhém pokusu došlo, při poklesu napěti v tahu k tvorbě trhliny na povrchu.

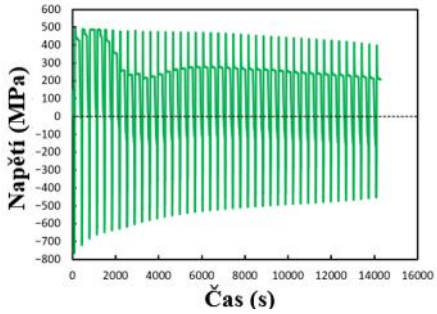
Od následného vzorku SLM 90°+RK bylo očekáváno dosažení vysokého součinitele pevnosti v tahu a vysokého počtu cyklů, vzhledem k dobrým strukturním a mechanickým vlastnostem popsaným výše. Nicméně během testování došlo při 3,3 ks k porušení vzorku trhlinou se součinitelem pevnosti v tahu 122 MPa. Vzhledem k vyššímu počtu cyklů u vzorku Conv+RK (obrázek 25c) a vyššímu součiniteli pevnosti v tahu byl vzorek SLM 90°+RK, rozřezán před testováním a podroben SEM pozorování. S nejvyšší pravděpodobností byla nízká životnost zapříčiněna původní porozitu vzorku SLM 90°, která dosahovala více něž 13 %. Během RK sice došlo k redukci celkové porozity, ale vlivem oxidů, které pronikly na povrchu do materiálu došlo k neúplnému uzavření pórů, které iniciovaly tvorbu trhlin (obrázek 26). Vzhledem k tomu, že vzorky byly kovány blízké průměru testovanému vzorku a trhliny, resp. neuzavřené póry nebyly odstraněny, jako v případě předchozích testů, došlo k předčasnému porušení materiálu trhlinou. Výsledky ACT poté shrnuje tabulka 9.



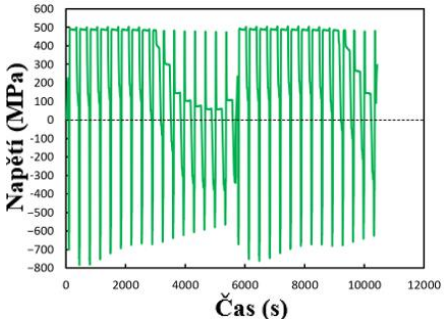
(a)



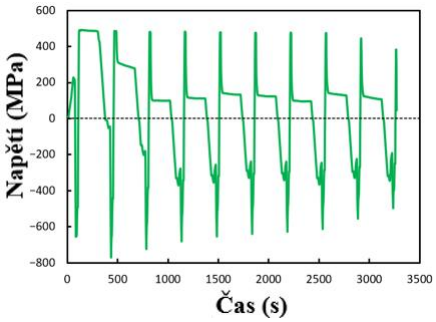
(b)



(c)



(d)

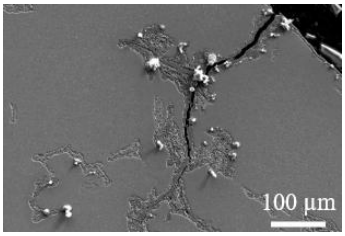


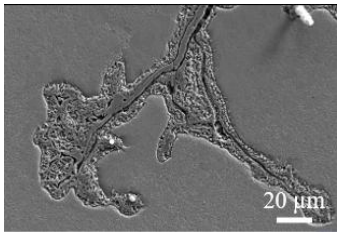
(e)

Obrázek 25. Závislosti napětí-čas, při ACT slitiny Dievar: (a) Conv; (b) Conv+TZ (600 °C); (c) Conv+TZ (650 °C); (d) Conv+RK (650 °C); spojení pokus 1 a 2 a (e) SLM +RK (650 °C).

Tabulka 9. Výsledky ACT slitiny Dievar.

Stav materiálu	Testovací teplota (°C)	Počet cyklů	Doba testování (ks)	R_S (MPa)	F_{ACT} (MPa)	Druh porušení
Conv	650	30	10,5	89	66	Trhlina
Conv+TZ	600	62	21,9	488	355	Bez porušení
Conv+TZ	650	34	11,9	278	207	Trhlina
Conv+RK 1 pokus	650	16	5,7	324	232	Bez porušení
Conv+RK 2 pokus	650	13	4,7	432	306	Trhlina
SLM 90°+RK	650	9	3,3	177	122	Trhlina





Obrázek 26. Trhliny na vzorku SLM 90° +RK u slitiny Dievar v podélném směru.

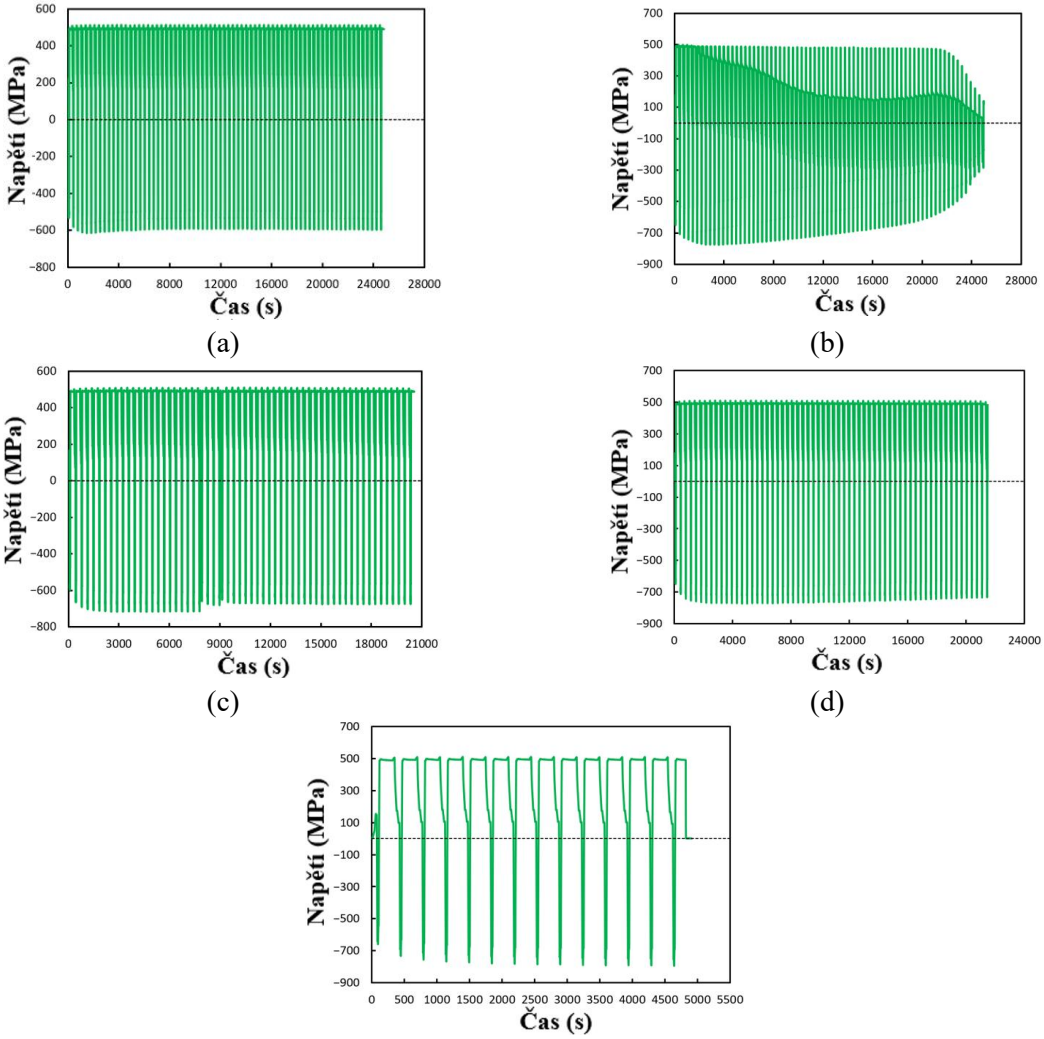
U superslitiny Inconel 718 byl stejným způsobem testován mezní stav teploty u Conv stavu, při které materiál dobře odolává creepovému chování. Nejdříve byla testována na vzorku teplota 650 °C (obrázek 27a), kde výdrž materiálu byla stabilní bez indikace trhlin. Doba testování dosáhla úctyhodných 24,8 ks a součinitele pevnosti v tahu 381 MPa, bez vzniku trhliny, nebo jiného poškození testované oblasti. Proto byla testovací teplota zvýšena na teplotu 750 °C (obrázek 27b). K porušení vzorku došlo při době testování 24,9 ks se součinitelem pevnosti v tahu 208 MPa. Teplota 750 °C se ukázala, jako mezní teplota, resp. hranice pro testování slitiny Inconel 718.

Následně byly testovány dva aditivně zhotovené stavy v orientaci tisku 90° (obrázek 27c) a 0° (obrázek 27d). V obou případech došlo k dosažení úctyhodných počtů cyklů, resp. doby testování 20,5 ks v případě SLM 90° a 21,5 ks v případě SLM 0°. Součinitel napětí v tahu dosahoval podobné hodnoty 416 MPa (SLM 90°) a 417 MPa (SLM 0°), ovšem v případě testovaného vzorku SLM 0° došlo k tvorbě lomu bez průvodních známek indikace trhliny, což je nebezpečné z hlediska predikovatelnosti životnosti takto zhotovených dílců. Vzorky zhotovené aditivní technologií dosahovaly úctyhodných součinitelů pevnosti v tahu a doby testování oproti stavu Conv testovaném při teplotě 650 °C a 750 °C. Součinitel pevnosti v tahu dosahoval 2× vyšších hodnot oproti stavu Conv (obrázek 27b).

Stav SLM 90°+RK (obrázek 27e) vykazoval nejkratší životnost, pravděpodobně z důvodu vysokoteplotní RK (~1100 °C), které nepříznivě změnilo mikrostrukturu připraveného vzorku. Při této teplotě pravděpodobně došlo k úbytku Nb z γ″ precipitátů, které jsou hlavním nositelem pevnosti slitiny

Inconelu 718, a jeho vazbě do δ-fáze na hranicích zrn. Výsledkem je hrubnutí a pokles frakce jemných koherentních γ″, čímž slitina ztratila svou creepovou odolnost a zároveň se oslabila na hranicích zrn, kde vznikla predispozice k interkrystalickému lomu. Celkově tedy místo očekávaného zlepšení vedla kombinace vysoké teploty, precipitace δ-fáze a procesních vad k rychlému porušení materiálu lomem při době testování 4,9 ks a součiniteli pevnosti v tahu 386 MPa.

Všechny výsledky ACT slitiny Inconel 718 shrnuje tabulka 10.



Obrázek 27. Závislosti napětí-čas (vlevo), při ACT superslitiny Inconel 718: (a) Conv (650 °C); (b) Conv (750 °C); (c) SLM 90° (750 °C); (d) SLM 0° (750 °C) a (e) SLM 90°+RK (750 °C).

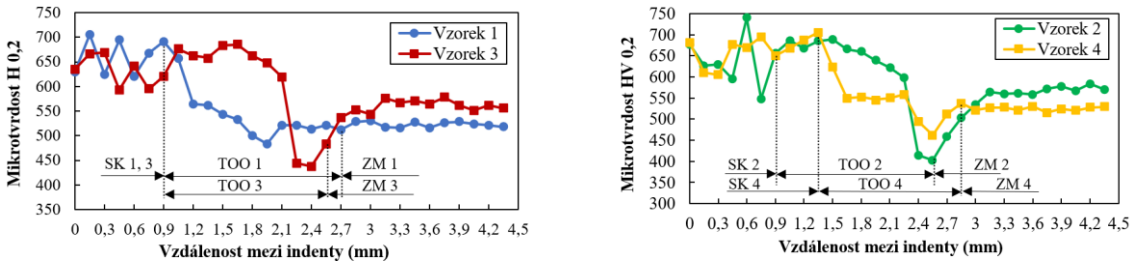
Tabulka 10. Výsledky ACT superslitiny Inconel 718.

Stav materiálu	Testovací teplota (°C)	Počet cyklů	Doba testování (ks)	R_S (MPa)	F_{ACT} (MPa)	Druh porušení
Conv	650	70	24,8	491	381	Bez porušení
Conv	750	72	24,9	242	208	Trhlina
SLM 90°	750	57	20,5	489	416	Bez porušení
SLM 0°	750	61	21,5	489	417	Lom
SLM 90°+RK	750	14	4,9	490	386	Lom

6.2 Zhodnocení svařitelnosti slitiny Dievar

Výsledky měření mikrotvrdosti provedené pro každý zkoumaný vzorek jsou shrnuty na obrázcích 28. Lze pozorovat tři oblasti: SK, TOO a ZM. Mikrotvrdost ZM byla v obou případech, tedy jak po TZ, tak po RK srovnatelné a dosahovaly hodnoty 540 ± 10 HV0,2.

SK měl stejné chemické složení všech vzorků, a tudíž při stejných podmínkách ochlazování vykazoval také stejnou mikrotvrdost, která se lišila v závislosti na umístění indentu v mikrostruktuře. Mikrotvrdost se pohybovala v rozmezí 550 až 740 HV0,2 s průměrnou mikrotvrdostí 650 HV0,2.



(a) (b)

Obrázek 28. Měření mikrotvrdosti: (a) vzorek 1 a 3 (HT) a (b) vzorek 2 a 4 (RK).

Jak již bylo zmíněno, klíčovým parametrem pro svařitelnost je struktura a výsledné mechanické vlastnosti v TOO, především mikrotvrdost. Kritickou zónou je tzv. vysoce přehřátá oblast.

U vzorku č. 1 (obrázek 28a,b) se přehřátá zóna jeví jako malá díky nízkému vnesenému teplu do ZM a částečnému rozpuštění karbidů Mo. Naopak u vzorku č. 3 (obrázek 28a,b) je vysoce přehřátá oblast výrazně rozšířená, a to od 0,9 do 1,65 mm. Vyšší teplota pravděpodobně dosáhla teploty popouštění, a protože byl vzorek chlazen v křemenném písku, bylo dost času pro precipitaci karbidů, což vedlo ke zvýšení mikrotvrdosti.

Určité vysvětlení může poskytnout také porovnání ARA digramů na obrázku 18a,b. Digram na obrázku 18a je sice zhotoven pro stav SLM 90°+RK, nicméně bude pravděpodobně velmi podobný i v případě Conv+RK. Celý diagram na obrázku 18a (Conv+RK) oproti obrázku 18b (Conv+TZ) je posunut doleva, tzn. že při vyšší rychlosti ochlazování dochází dříve k tvorbě bainitické mikrostruktury (~ 3°C/s). Za normálních okolností v případě Conv+TZ by dosažení bainitické transformace započalo až při pomalejší rychlosti ochlazování 0,24 °C/s. To bude s nejvyšší pravděpodobností mimo rozpouštění karbidů ve vysoce přehřátě oblasti vysvětlovat pokles tvrdosti namísto zvýšení v případě svařování 70 A.

ZÁVĚR

V této disertační práci byly detailně studovány účinky rotačního kování a tepelného zpracování na vlastnosti nástrojové oceli Dievar a niklové superslitiny Inconel 718. Experimentální výsledky prokázaly, že rotační kování je účinnou metodou post-processingu, která významně redukuje porozitu vzorků vyrobených aditivní technologií. Současně tento proces přispívá k výraznému zjemnění zrna a zvýšení dislokační hustoty, což se odráží ve zvýšených mechanických vlastnostech. Reziduální napětí, které bylo v aditivně vyrobených vzorcích zaznamenáno jako převážně tahové na povrchu a tlakové ve středu s výraznými směrovými rozdíly, bylo po aplikaci rotačního kování redistribuováno. Došlo k eliminaci směrové anisotropie, snížení tahového napětí v povrchových vrstvách a současnému nárůstu tlakového napětí ve středu průřezu, přičemž průběh hydrostatického napětí měl charakter parabolické konvexní křivky.

Z hlediska mechanických vlastností bylo potvrzeno, že rotační kování zvyšuje tvrdost i pevnostní charakteristiky. U slitiny Dievar v aditivně zhotoveném stavu po rotačním kování byly dosaženy hodnoty až 3300 MPa meze kluzu v tlaku při 500 °C, zatímco superslitina Inconel 718 si udržela vysokou pevnost i při teplotách přesahujících 900 °C. V oblasti creepového namáhání prokázal Dievar velmi dobré vlastnosti do 600 °C a krátkodobě i do 650 °C, zatímco při vyšších teplotách převzala roli slitina Inconel 718, jejíž dlouhodobá stabilita je zajištěna precipitací fází γ′/γ″. Rotační kování navíc příznivě ovlivnilo svařitelnost slitiny Dievar, a to zejména snížením tvrdosti ve vysoce přehřáté oblasti svaru.

Za stěžejní přínos práce lze považovat experimentální doložení tvorby gradientní struktury v průřezu 3D tištěného materiálu prostřednictvím rotačního kování. Zatímco tepelné zpracování nebo HIP vedou k homogenizaci struktury a tedy k uniformním vlastnostem v celém objemu, rotační kování vytváří postupný gradient deformace od povrchu ke středu. Tím vzniká funkčně gradovaná struktura, která kombinuje původní charakter „aditivně“ zhotoveného jádra s plasticky deformovanou a zpevněnou povrchovou vrstvou. Tento rozdíl vůči konvenčním post-processingovým metodám představuje zásadní

výhodu, neboť umožňuje návrh součástí s cíleně diferencovanými vlastnostmi jádra a povrchu. Takto vytvořená konfigurace spojuje vysokou únavovou odolnost a tvrdost povrchových vrstev s houževnatostí a stabilitou jádra, což významně rozšiřuje možnosti využití aditivně vyráběných kovových součástí.

Získané poznatky mají bezprostřední aplikační potenciál. Nástrojová ocel Dievar se ukazuje jako vhodný materiál pro provozní podmínky do 600 °C, případně krátkodobě do 650 °C, zatímco superslitina Inconel 718 je perspektivním řešením pro oblast vysokoteplotních aplikací. Kombinace aditivní výroby metodou SLM a následného rotačního kování tak představuje účinnou cestu k produkci komponent s vysokou pevností, stabilními mechanickými vlastnostmi a prodlouženou životností, což je mimořádně významné pro oblast energetiky, letectví, a technologií tváření kovů.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

1. ESPINO, Michaela T.; DIZON, John Ryan C.; MARTINEZ, Dan William; CASCOLAN, Honelly Mae a CRISOSTOMO, Jan Lloyd. A Comprehensive Review on the Application of 3D Printing in the Aerospace Industry. Online. *Key Engineering Materials*. 2022, vol. 913, s. 27-34. ISSN 1013-9826. Dostupné z: https://doi.org/10.4028/p-94a9zb. [cit. 2025-08-27].
2. OSTOLAZA, Marta; ARRIZUBIETA, Jon Iñaki; LAMIKIZ, Aitzol a CORTINA, Magdalena. Functionally Graded AISI 316L and AISI H13 Manufactured by L-DED for Die and Mould Applications. Online. *Applied sciences*. 2021, vol. 11, no. 2, s. 771-11. ISSN 2076-3417. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/app11020771. [cit. 2025-08-27].
3. KOCICH, Radim; BOJKO, Marian; MACHÁČKOVÁ, Adéla a KLEČKOVÁ, Zuzana. Numerical analysis of the tubular heat exchanger designed for co-generating units on the basis of microturbines. Online. *International journal of heat and mass transfer*. 2012, vol. 55, no. 19-20, s. 5336-5342. ISSN 0017-9310. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2012.05.050. [cit. 2025-08-27].
4. ALI, Md. Hazrat; SABYROV, Nurbol a SHEHAB, Essam. Powder bed fusion–laser melting (PBF–LM) process: latest review of materials, process parameter optimization, application, and up-to-date innovative technologies. Online. *Progress in additive manufacturing*. 2022, vol. 7, no. 6, s. 1395-1422. ISSN 2363-9512. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s40964-022-00311-9. [cit. 2025-08-27].
5. GUSHCHINA, Marina O.; KUZMINOVA, Yulia O.; KUDRYAVTSEV, Egor A.; BABKIN, Konstantin D.; ANDREEVA, Valentina D. et al. Effect of Scanning Strategy on Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy Manufactured by Laser Direct Energy Deposition. Online. *Journal of materials engineering and performance*. 2022, vol. 31, no. 4, s. 2783-2791. ISSN 1059-9495. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11665-021-06407-7. [cit. 2025-08-27].
6. VINOTH, V.; SEKAR, T. a KUMARAN, M. Investigations on the Mechanical Characteristics of the Stainless Steel 316L Alloy Fabricated by Directed Energy Deposition for Repairing Application. Online. *Journal of materials engineering and performance*. 2023, vol. 32, no. 9, s. 4138-4150. ISSN 1059-9495. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11665-023-07884-8. [cit. 2025-08-27].
7. WANG, Zhen; WANG, Jiang; XU, Shurong; LIU, Bo; SUI, Qingxuan et al. Influence of powder characteristics on microstructure and mechanical properties of Inconel 718 superalloy manufactured by direct energy deposition. Online. *Applied surface science*. 2022, vol. 583, s. 152545. ISSN 0169-4332. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2022.152545. [cit. 2025-08-27].
8. DU, Xinwei; LIU, Xiangbo; SHEN, Yonghua; LIU, Renpei a WEI, Yanhong. H13 tool steel fabricated by wire arc additive manufacturing: Solidification mode, microstructure evolution mechanism and mechanical properties. Online. *Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing*. 2023, vol. 883, s. 145536. ISSN 0921-5093. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145536. [cit. 2025-08-27].
9. CHEN, Yujiong; SUN, Hua; LI, Zechen; WU, Yi; XIAO, Yakai et al. Strategy of Residual Stress Determination on Selective Laser Melted Al Alloy Using XRD. Online. *Materials*. 2020, vol. 13, no. 2, s. 451. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma13020451. [cit. 2025-08-27].
10. HUANG, Yubao; YANG, Shanglei; GU, Jiaxing; XIONG, Qi; DUAN, Chenfeng et al. Microstructure and wear properties of selective laser melting 316L. Online. *Materials chemistry and physics*. 2020, vol. 254, s. 123487. ISSN 0254-0584. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123487. [cit. 2025-08-27].
11. PIMENOV, Danil Yu; BERTI, Lucas Freitas; PINTAUDE, Giuseppe; PERES, Gustavo Xavier; CHAURASIA, Yash et al. Influence of selective laser melting process parameters on the surface integrity of difficult-to-cut alloys: comprehensive review and future prospects. Online. *International journal of advanced manufacturing technology*. 2023, vol. 127, no. 3-4, s. 1071-1102. ISSN 0268-3768. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s00170-023-11541-8. [cit. 2025-08-27].
12. LOPEZ, Pavel Ernesto Ramirez; JALALI, Pooria Nazem; SJÖSTRÖM, Ulf; JÖNSSON, Pär Goran; MILLS, Kenneth C. et al. Key Lubrication Concepts to Understand the Role of Flow, Heat Transfer and Solidification for Modelling Defect Formation during Continuous Casting. Online. *ISIJ International*. 2018, vol. 58, no. 2, s. 201-210. ISSN 0915-1559. Dostupné z: https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-482. [cit. 2025-08-27].
13. HOSSEINZADEH, Ali; RADI, Amin; RICHTER, Julia; WEGENER, Thomas; SAJADIFAR, Seyed Vahid et al. Severe plastic deformation as a processing tool for strengthening of additive manufactured alloys. Online. *Journal of manufacturing processes*. 2021, vol. 68, s. 788-795. ISSN 1526-6125. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.05.070. [cit. 2025-08-27].
14. KUNČICKÁ, Lenka; KOCICH, Radim; BENČ, Marek a DVOŘÁK, Jiří. Affecting Microstructure and Properties of Additively Manufactured AISI 316L Steel by Rotary Swaging. Online. *Materials*. 2022, vol. 15, no. 18, s. 6291. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma15186291. [cit. 2025-08-27].
15. XIE, Yixin; CHENG, Xiaonong; WEI, Jiabo a LUO, Rui. Characterization of Carbide Precipitation

during Tempering for Quenched Dievar Steel. Online. *Materials*. 2022, vol. 15, no. 18, s. 6448. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma15186448. [cit. 2025-08-27].
16. IZÁK, Josef; BENČ, Marek; KUNČICKÁ, Lenka; OPĚLA, Petr a KOCICH, Radim. Influence of Imposed Strain on Weldability of Dievar Alloy. Online. *Materials*. 2024, vol. 17, no. 10, s. 2317. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma17102317. [cit. 2025-08-27].
17. SALMI, Alessandro; ATZENI, Eleonora; IULIANO, Luca a GALATI, Manuela. Experimental Analysis of Residual Stresses on AlSi10Mg Parts Produced by Means of Selective Laser Melting (SLM). Online. *Procedia CIRP*. 2017, vol. 62, s. 458-463. ISSN 2212-8271. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.06.030. [cit. 2025-08-27].
18. IZÁK, Josef; STRUNZ, Pavel; LEVYTSKA, Olena; NÉMETH, Gergely; ŠAROUN, Jan et al. Residual Stress Distribution in Dievar Tool Steel Bars Produced by Conventional Additive Manufacturing and Rotary Swaging Processes. Online. *Materials*. 2024, vol. 17, no. 23, s. 5706. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma17235706. [cit. 2025-08-31].
19. ULBRICHT, Alexander; ALTENBURG, Simon J.; SPRENGEL, Maximilian; SOMMER, Konstantin; MOHR, Gunther et al. Separation of the Formation Mechanisms of Residual Stresses in LPBF 316L. Online. *Metals (Basel)*. 2020, vol. 10, no. 9, s. 1234-15. ISSN 2075-4701. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/met10091234. [cit. 2025-08-27].
20. ALI, Haider; GHADBEIGI, Hassan a MUMTAZ, Kamran. Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V. Online. *Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing*. 2018, vol. 712, s. 175-187. ISSN 0921-5093. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.103. [cit. 2025-08-27].
21. MACCHI, Juan; GAUDEZ, Steve; GEANDIER, Guillaume; TEIXEIRA, Julien; DENIS, Sabine et al. Dislocation densities in a low-carbon steel during martensite transformation determined by in situ high energy X-Ray diffraction. Online. *Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing*. 2021, vol. 800, s. 140249. ISSN 0921-5093. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140249. [cit. 2025-08-27].
22. CHAO, Qi; THOMAS, Sebastian; BIRBILIS, Nick; CIZEK, Pavel; HODGSON, Peter D. et al. The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel. Online. *Materials science & engineering. A, Structural materials: properties, microstructure and processing*. 2021, vol. 821, s. 141611. ISSN 0921-5093. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141611. [cit. 2025-08-27].
23. STRUNZ, Pavel; KUNČICKÁ, Lenka; BERAN, Přemysl; KOCICH, Radim a HERVOCHES, Charles. Correlating Microstrain and Activated Slip Systems with Mechanical Properties within Rotary Swaged WNiCo Pseudoalloy. Online. *Materials*. 2020, vol. 13, no. 1, s. 208. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma13010208.. [cit. 2025-08-27].
24. DOLZHENKO, Pavel; TIKHONOVA, Marina; ODNOBOKOVA, Marina; KAIBYSHEV, Rustam a BELYAKOV, Andrey. Ultrafine-Grained Stainless Steels after Severe Plastic Deformation. Online. *Metals (Basel)*. 2023, vol. 13, no. 4, s. 674. ISSN 2075-4701. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/met13040674. [cit. 2025-08-27].
25. KUNČICKÁ, Lenka a KOCICH, Radim. Effect of activated slip systems on dynamic recrystallization during rotary swaging of electro-conductive Al-Cu composites. Online. *Materials letters*. 2022, vol. 321, s. 132436. ISSN 0167-577X. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132436. [cit. 2025-08-27].
26. CHEAH, C.M.; CHUA, C.K.; LEE, C.W.; FENG, C. a TOTONG, K. Rapid prototyping and tooling techniques: a review of applications for rapid investment casting. Online. *International journal of advanced manufacturing technology*. 2005, vol. 25, no. 3-4, s. 308-320. ISSN 0268-3768. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s00170-003-1840-6. [cit. 2025-08-27].
27. TREUTLER, Kai a WESLING, Volker. The Current State of Research of Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM): A Review. Online. *Applied sciences*. 2021, vol. 11, no. 18, s. 8619. ISSN 2076-3417. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/app11188619. [cit. 2025-08-27]
28. DEJENE, Naol Dessalegn a LEMU, Hirpa G. Current Status and Challenges of Powder Bed Fusion-Based Metal Additive Manufacturing: Literature Review. Online. *Metals (Basel)*. 2023, vol. 13, no. 2, s. 424. ISSN 2075-4701. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/met13020424. [cit. 2025-08-27].
29. TWI. *What is Powder Bed Fusion? Process Definition and Advantages*. Online. Dostupné z: https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/what-is-powder-bed-fusion#:~:text=From%20an%20aerospace%20perspective%2C%20PBF,2. [cit. 2025-08-27].
30. WANG, Xiaoqing a CHOU, Kevin. The effects of stress relieving heat treatment on the microstructure and residual stress of Inconel 718 fabricated by laser metal powder bed fusion additive manufacturing process. Online. *Journal of manufacturing processes*. 2019, vol. 48, s. 154-163. ISSN 1526-6125. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.10.027. [cit. 2025-08-27].
31. FAYED, Eslam M.; SAADATI, Mohammad; SHAHRIARI, Davood; BRAILOVSKI, Vladimir; JAHAZI, Mohammad et al. Effect of homogenization and solution treatments time on the elevated-

temperature mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by laser powder bed fusion. Online. *Scientific reports*. 2021, vol. 11, no. 1, s. 2020-17. ISSN 2045-2322. Dostupné z: https://doi.org/10.1038/s41598-021-81618-5. [cit. 2025-08-27].

32. KOCICH, Radim. *Termomechanické procesy tváření*. 978-80-248-3586: VŠB-Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3586.
33. KUNČICKÁ, Lenka. Structural Phenomena Introduced by Rotary Swaging: A Review. Online. *Materials*. 2024, vol. 17, no. 2, s. 466. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma17020466. [cit. 2025-08-27].
34. KDM FABRICTAION. *What is Tube Swaging – Here's Everything to Know about Swaging Process*. Online. 2024. Dostupné z: https://kdmfab.com/tube-swaging/. [cit. 2025-08-27].
35. KUNČICKÁ, Lenka. Structural Phenomena Introduced by Rotary Swaging: A Review. Online. *Materials*. 2024, vol. 17, no. 2, s. 466. ISSN 1996-1944. Dostupné z: https://doi.org/10.3390/ma17020466. [cit. 2025-08-27].
36. BRENNAN, M. C.; KEIST, J. S. a PALMER, T. A. Defects in Metal Additive Manufacturing Processes. Online. *Journal of materials engineering and performance*. 2021, vol. 30, no. 7, s. 4808-4818. ISSN 1059-9495. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s11665-021-05919-6. [cit. 2025-08-27].
37. BUSTILLOS, Jenniffer; KIM, Jinyeon a MORIDI, Atieh. Exploiting lack of fusion defects for microstructural engineering in additive manufacturing. Online. *Additive manufacturing*. 2021, vol. 48, s. 102399. ISSN 2214-8604. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102399. [cit. 2025-08-27].
38. RIZA, S.H. a MASOOD, S.H. Optimization of process parameters for solid and porous steel alloy structures produced by direct metal deposition. Online. In: *Materials today: proceedings*. Elsevier, 2017, s. 8918-8927. ISSN 2214-7853. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.07.243. [cit. 2025-08-27].
39. IZÁK, Josef; BENČ, Marek a OPĚLA, Petr. Finite Element Modeling of Thermo-Viscoelastoplastic Behavior of Dievar Alloy under Hot Rotary Swaging. Online. *Computer modeling in engineering & sciences*. 2025, vol. 142, no. 3, s. 3115-3133. ISSN 1526-1506. Dostupné z: https://doi.org/10.32604/cmes.2025.059234. [cit. 2025-08-27].
40. MASOUMI, Mohammad; ECHEVERRI, Edwan Anderson Ariza; TSCHIPTSCHIN, André Paulo a GOLDENSTEIN, Hélio. Improvement of wear resistance in a pearlitic rail steel via quenching and partitioning processing. Online. *Scientific reports*. 2019, vol. 9, no. 1, s. 7454. ISSN 2045-2322. Dostupné z: https://doi.org/10.1038/s41598-019-43623-7. [cit. 2025-08-27].
41. CHADHA, Kanwal; TIAN, Yuan; NYAMUCHIWA, Kuda; SPRAY, John a ARANAS, Clodualdo. Austenite transformation during deformation of additively manufactured H13 tool steel. Online. *Materials today communications*. 2022, vol. 33, s. 104332. ISSN 2352-4928. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104332. [cit. 2025-08-27].
42. NUAM, Vung Lam; ZHANG, Hao; WANG, Ying-chun a XIONG, Zhi-ping. Role of retained austenite in advanced high-strength steel: ductility and toughness. Online. *Journal of iron and steel research, international*. 2024, vol. 31, no. 9, s. 2079-2089. ISSN 1006-706X. Dostupné z: https://doi.org/10.1007/s42243-023-01165-3. [cit. 2025-08-27].
43. Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction. Online. *Scitech book news*. 2005, vol. 29, no. 2. ISSN 0196-6006. [cit. 2025-08-27].
44. JU, Dy; MUKAI, R; MINAKAWA, N; MORII, Y; MORIAI, A et al. A measurement method of residual stress in quenched steel by neutron diffracation. Online. *ADVANCES IN NONDESTRUCTIVE EVALUATION, PT 1-3*. 2004, vol. 270-273, s. 139-146. ISBN 0878499482. ISSN 1013-9826. Dostupné z: https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.270-273.139. [cit. 2025-08-27].
45. UDDEHOLM. *Dievar*. Online. Dostupné z: https://www.uddeholm.com/czech/cs/products/uddeholm-dievar/. [cit. 2025-08-27].
46. WU, Ming Wei; SHIH, Zih Sin; KU, Ming Hsiang; LI, Chien Lun; ZHONG, Cheng Zhi et al. The Microstructure and Tensile Properties of Selective Laser Melted Dievar Hot Work Tool Steel. Online. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*. 2025, vol. 72, no. Supplement, s. S429-S434. ISSN 0532-8799. Dostupné z: https://doi.org/10.2497/jjspm.15b-t6-11. [cit. 2025-08-27].
47. MESQUITA, Rafael A a MESQUITA, Rafael A. *Tool Steels: Properties and Performance*. Milton: CRC Press, 2017. ISBN 9781439881712. Dostupné z: https://doi.org/10.1201/9781315181516.

PUBLIKAČNÍ ČINNOST A JINÉ VÝSTUPY

Články v časopisech:

[1] Sigmund, Marian, and Josef Izak. 2021. "Application of wc grains by deposition brazing." *MM Science Journal* 2021 (October): 4857-4862. https://doi.org/10.17973/MMSJ.2021_10_2021094.
Podíl na článku 20 %.

[2] Izak, Josef, and Marian Sigmund. 2022. "EXAMINATION OF DEGRADATION FREQUENTLY REPAIRED SHEARING AND FORMING TOOLS." *MM Science Journal* 2022 (2): 5704-5712. https://doi.org/10.17973/MMSJ.2022_06_2022062.

[3] Izák, Josef, Marek Benč, Lenka Kunčická, Petr Opěla, and Radim Kocich. 2024. "Influence of Imposed Strain on Weldability of Dievar Alloy." *Materials* 17 (10): 2317. https://doi.org/10.3390/ma17102317.

[4] Izák, Josef, Pavel Strunz, Olena Levytska, Gergely Németh, Jan Šaroun, Radim Kocich, Marek Pagáč, and Kostyantyn Tuharin. 2024. "Residual Stress Distribution in Dievar Tool Steel Bars Produced by Conventional Additive Manufacturing and Rotary Swaging Processes." *Materials* 17 (23): 5706. https://doi.org/10.3390/ma17235706.

[5] Izák, Josef, Marek Benč, and Petr Opěla. 2025. "Finite Element Modeling of Thermo-Viscoelastoplastic Behavior of Dievar Alloy under Hot Rotary Swaging." *Computer modeling in engineering & sciences* 142 (3): 3115-3133. https://doi.org/10.32604/cmes.2025.059234.

[6] Benč, Marek, Josef Izák, Josef Walek, Petr Opěla, and Jarek Kopeček. "Impacts of rotary swaging on the deformation behavior of conventional and 3D-printing Inconel 718 superalloy." *Progress in Additive Manufacturing*. https://doi.org/10.1007/s40964-025-01182-6.
Podíl na článku 15%.

Zahraniční stáže

Absolvování zahraniční stáže na Swansea University ve Velké Británii se zaměřením na problematiku aditivní technologie 3D tisku pomocí SLM, vyhodnocování mikrostruktury a mechanických vlastností.

Zapojení do projektů

1. Analýza tvářitelnosti a svařitelnosti materiálů vyrobených 3D tiskem kovů drátovou metodou.
2. Výzkum dynamického deformačního chování kovových materiálů připravených alternativními způsoby výroby.
3. Nová generace šikmé schodišťové plošiny.

Tvůrčí aktivity

1. HOLUB, M.; DIVOKÝ, F.; MINDL, K.; KRANNICH, T.; STACH, E.; KUBENA, Z.; DOKOUPIL, V.; SIGMUND, M.; IZÁK, J.: 0024942 - FV4; Funkční vzorek (FV4) lineárního hydraulického aktuátoru s hydraulickým obvodem pro venkovní aplikace s nižším rozsahem teplot. Slovácké strojírny, Uherský Brod. (funkční vzorek).