



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**MIKROSTRUKTURNÍ STABILITA MATERIÁLŮ
PŘIPRAVENÝCH ADITIVNÍMI TECHNOLOGIEMI**

MICROSTRUCTURAL STABILITY OF MATERIALS PREPARED BY ADITIVE MANUFACTURING METHODS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTORPRÁCE

AUTHOR

Michal Hyspecký

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Roman Štěpánek, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Michal Hyspecký**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Roman Štěpánek, Ph.D.**
Akademický rok: 2019/20

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Mikrostrukturní stabilita materiálů připravených aditivními technologiemi

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Pozorování a charakteristika změn v mikrostruktuře materiálů na bázi Al, příp. Al/Ti vystavených zvýšeným teplotám po různou dobu.

Cíle bakalářské práce:

Vyšetření mikrostrukturní stability zkoumaných slitin při aplikaci za zvýšených teplot.
Klasifikace a případná kvantifikace mikrostrukturních změn v závislosti na vystavené teplotě.
Praktické využití získaných poznatků při aplikaci zkoumaných slitin.

Seznam doporučené literatury:

HUMPHREYS, F. J. and M. HATHERLY. Recrystallization and related annealing phenomena. 2nd ed. Boston: Elsevier, 2004. ISBN 0080441645.

OLAKANMI, E. O., R. F. COCHRANE and K. W. DALGARNO. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. Progress in Materials Science [online]. 2015, 74, 401-477 [cit. 2019-11-04]. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002. ISSN 00796425. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642515000389>

WANG, Z., Z. XIAO, Y. TSE, Ch. HUANG and W. ZHANG. Optimization of processing parameters and establishment of a relationship between microstructure and mechanical properties of SLM titanium alloy. Optics & Laser Technology [online]. 2019, 112, 159-167 [cit. 2019-11-04]. DOI: 10.1016/j.optlastec.2018.11.014. ISSN 00303992. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0030399218312441>

WANG, M., B. SONG, Q. WEI, Y. ZHANG and Y. SHI. Effects of annealing on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted AlSi7Mg alloy. Materials Science and Engineering: A [online]. 2019, 739, 463-472 [cit. 2019-11-04]. DOI: 10.1016/j.msea.2018.10.047. ISSN 09215093. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509318314175>

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt:

Tato práce se zabývá mikrostrukturní teplotní stabilitou materiálu 2618 vyrobeného metodou Selective Laser Melting - SLM. Mikrostrukturní stabilita je porovnávána se stabilitou materiálu vyrobeného konvenčními metodami. Samotná stabilita je hodnocena pomocí změn v mikrostruktuře a mikrotvrdosti. Hlavním zjištěním je, že vzorek po výrobě SLM metodou dosahoval mikrotvrdosti 125 HV 0,3 a po šestnácti hodinách žíhání při teplotě 200 °C byl zaznamenán pokles pouze o několik jednotek na 120 HV 0,3. Na základě zjištěných údajů bylo usouzeno, že vzorek vyrobený metodou SLM je strukturně stabilní, jelikož nevykazoval žádné výrazné změny v mikrostruktuře, ani v pozorovaných mechanických vlastnostech. Tím pádem se stávají komponenty vyrobené SLM metodou použitelné v provozu na místech se zvýšenou teplotou do 200 °C (při dané volbě kritérií).

Klíčová slova:

Selektivní laserové tavení (SLM), mikrostrukturní stabilita, Al slitina, mechanické vlastnosti

Abstract:

This work deals with the microstructural thermal stability of material 2618 produced by the Selective Laser Melting method - SLM. Microstructural stability is compared with the stability of material produced by conventional methods. Stability itself is evaluated by changes of microstructure and microhardness. The main finding is that the sample produced by SLM method reached a microhardness of 125 HV 0.3 and after sixteen hours of annealing at 200 °C a decrease of only a few units to 120 HV 0.3 was recorded. Based on the data obtained, it was concluded that the sample produced by SLM method is structurally stable, as it did not occur any significant changes in the microstructure or in the observed mechanical properties. As a result, components produced by SLM method become usable in operation in places with an elevated temperature up to 200 °C (with a given choice of criteria).

Keywords:

Selective laser melting (SLM), microstructural stability, Al alloy, mechanical properties

Bibliografická citace

HYSPECKÝ, Michal. *Mikrostrukturní stabilita materiálů připravených aditivními technologiemi* [online]. Brno, 2020 [cit. 2020-06-04]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/125127>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Roman Štěpánek.

Prohlášení autora o původnosti práce

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně pod vedením Ing. Romana Štěpánka, Ph.D. s využitím uvedené literatury.

Michal Hyspecký

V Brně dne 2020

.....

Poděkování

Mé poděkování patří zejména panu Ing. Romanu Štěpánkovi, Ph.D. za odborné vedení, trpělivost, ochotu a cenné rady, které mi v průběhu mé bakalářské práce pomohly lépe chápat řešenou problematiku a naučil mě základní postupy k přípravě a vyhotovení metalografických vzorků.

Obsah

1) Úvod.....	10
2) Princip vytvrzování hliníku.....	11
3) Aditivní technologie výroby.....	12
4) Metoda výroby pomocí SLM.....	14
4.1) Vliv Procesních parametrů a vstupního prášku SLM na výsledný stav.....	15
4.1.1) Vstupní prášek.....	15
4.1.2) Procesní parametry.....	16
4.2) Mikrostruktura po SLM.....	17
5) Metalurgické vady vyskytující se u metody SLM.....	19
5.1) Porozita.....	19
5.2) Trhliny.....	20
5.3) Oxidické vměstky.....	21
5.4) Balling effect.....	21
5.5) Ztráta legujících prvků.....	21
5.6) Zbytková vnitřní napjatost.....	22
6) Teplotní stabilita.....	23
7) Zotavení a rekrystalizace.....	24
7.1) Zotavení bodových poruch.....	24
7.1.1) Anihilace vakancí v norech.....	24
7.1.2) Zotavení vakancí a divakancí.....	24
7.1.3) Rekombinace vakancí a intersticiálů.....	24
7.2) Zotavení dislokační substruktury.....	24
7.3) Rekrystalizace.....	25
7.3.1) Nukleace zárodků.....	26
7.3.2) Migrace hranic zrn.....	26
7.3.3) Faktory ovlivňující rekrystalizaci.....	26
8) Cíle práce.....	28
9) Materiál a experimentální metody.....	29
9.1) Použité procesní parametry SLM.....	29
9.2) Příprava vzorků.....	29
10) Výsledky.....	31
10.1) Tvářené vzorky.....	31
10.2) Tvářené a vytvrzené vzorky.....	34
10.3) Vzorky připravené SLM metodou.....	38

11) Diskuze	42
12) Závěr	44
Použitá literatura	45

1) Úvod

Hliník je třetím nejrozšířenějším prvkem v zemské kůře, kde se kvůli své vysoké reaktivitě vyskytuje pouze ve sloučeninách. První pokusy o izolaci hliníku od ostatních prvků byly zaznamenány již na počátku 19. století. Tento proces separace byl velice nákladný, což bránilo jeho rozvoji. Hliník je ve velké míře používán až od 19. století, kdy byl objeven způsob výroby hliníku pomocí elektrolýzy, která je základem i dnešní separace hliníku. Hliník má díky svým vlastnostem široké spektrum využití ať už v elektrotechnice nebo ve strojírenství. [1,2]

Dále se hliník řadí mezi materiály s velmi nízkou relativní hustotou, cca 2,5x lehčí než ocel. Hliník nepotřebuje žádnou ochranu proti korozi, neboť je při reakci s kyslíkem schopen tvořit vlastní pasivační vrstvu tvořenou oxidem hlinitým, která zabraňuje další korozi. Mechanické vlastnosti čistého hliníku nejsou nijak výjimečné. Výrazně lepších pevnostních charakteristik dosáhneme až po vytvrzování vhodných slitin. Tyto slitiny mohou dosáhnout po vytvrzení až o 40 % vyšší než v původním stavu. Nejčastěji používanou slitinou hliníku se schopností vytvrzení je dural. [3]

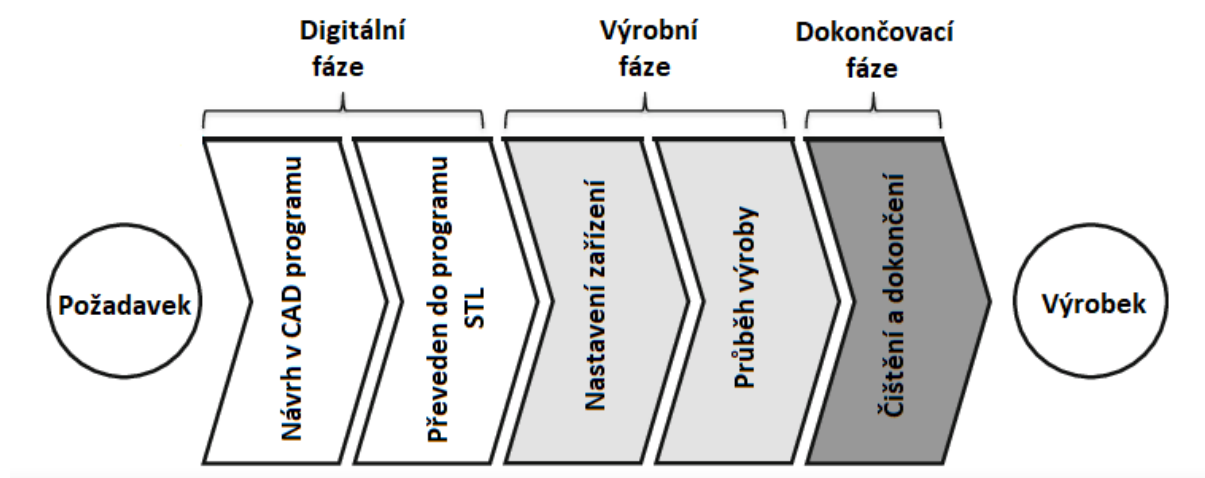
Slitiny hliníku se dají zpracovávat různými konvenčními způsoby (odlévání, tváření) a v poslední době roste zájem o vyrábění součástí aditivními technologiemi. Aditivní technologie (Additive manufacturing - AM) se začaly vyvíjet již od druhé poloviny 20. století, ale největší rozmach zaznamenáváme v posledních letech. Díky mnoha metodám, které byly v tomto odvětví vynalezeny, je možné používat na výrobu aditivními technologiemi velké množství materiálů. Mezi hlavní výhody těchto metod patří přesnost a schopnost vytvářet složité tvary prakticky bez odpadu. Důležitá je pro nás také kvalita výrobků, která se při procesu AM může výrazně lišit v závislosti na procesních parametrech, které je nutno pro každý materiál vhodně zvolit. Aditivní výroba disponuje kombinací výhod, které ostatní konvenční způsoby výroby nemají. Jedná se především o relativně rychlý a snadný provoz pro výrobu prototypů a malých sérií s větší šetrností k životnímu prostředí, na které se stále více berou ohledy. [1]

Hliníková slitina 2618 se běžně používá např. na oběžná kola turbodmychadel a turbokompresorů, které pracují za zvýšených teplot. Dlouhodobé působení zvýšené teploty může ovlivňovat mikrostrukturu. Změna mikrostruktury je obvykle spojená se změnou mechanických vlastností, jejichž hodnoty musí dosahovat požadovaných hodnot, aby byl zajištěn bezpečný a plynulý průběh provozu součástí.

Proces výroby metodou Selective Laser Melting (SLM) vytváří mikrostrukturu, ve které může být uloženo více energie než v konvenčně připravené slitině. Energie uložená v mikrostruktuře by se mohla projevit sníženou stabilitou za zvýšených teplot. Z tohoto důvodu se tato práce zabývá pozorováním změn v mikrostruktuře a mikrotvrdoosti při zvýšených teplotách. Zjištěné změny na materiálu připraveném pomocí SLM jsou porovnány se změnami v materiálech připravených pomocí konvenčních metod.

3) Aditivní technologie výroby

Jedná se o způsob výroby, při kterém po zhotovení polotovaru následuje už jen pár operací k jeho dokončení. Aditivní technologie výroby mají své kořeny již v druhé polovině 20. století. Metody AM jsou postaveny na rozložení výrobku na vrstvy a jejich jednotlivém stavění. Tento princip výroby umožňuje vyrábět součásti s minimem odpadu. Jako první veřejnosti dostupná metoda AM byla technologie stereolitografie, která vytváří modely převážně na bázi fotopolymerů. Metod, které jsou v dnešní době známé a spadají pod AM, je několik. Například Selectiv Laser Melting (SLM), Selective Laser Sintering (SLS), Fused Deposit Modelling (FDM), Electron Beam Melting (EBM), Multi Jet Modelling (MJM). Průběh výroby AM je řízen digitálně pomocí softwaru, který umožňuje vymodelovat i ty nejsložitější tvary. Aditivní výrobu lze rozdělit na tři hlavní fáze, které se skládají z více kroků, jak je vidět na Obr. 2. [5,6,7]



Obr. 2 Fáze AM procesu [8]

Metoda SLS je zkratkou Selektivního laserového spékání, vytváří výrobky spékáním práškových materiálů, jako je nylon nebo polyamid prostřednictvím laseru. Oproti metodě SLM dochází ke spojování materiálu za teplot nižších, než jsou teploty tavení. Díky tisku do práškového lože a nízké hmotnosti používaných materiálů u tohoto procesu obvykle není potřeba vytvářet nosné podpěry. Často používané materiály pro metodu SLS jsou plasty. [5,6]

Metoda MJM je rychlá metoda pro vytváření prototypních modelů především z termoplastu. Termoplasty v tekutém stavu se stříkají v podobě jemných kapek na požadovaná místa skrze předehřátou hlavici a polymerizují se pomocí ultrafialového záření. Pro případ konstrukčně náročných modelů, které mohou obsahovat převisy, je konstruován nosný voskový model, který s nízkou teplotou tání lze snadno po procesu odstranit. Předností této metody je rychlý proces, velmi jemné detaily a vynikající kvalita povrchu. [1,5]

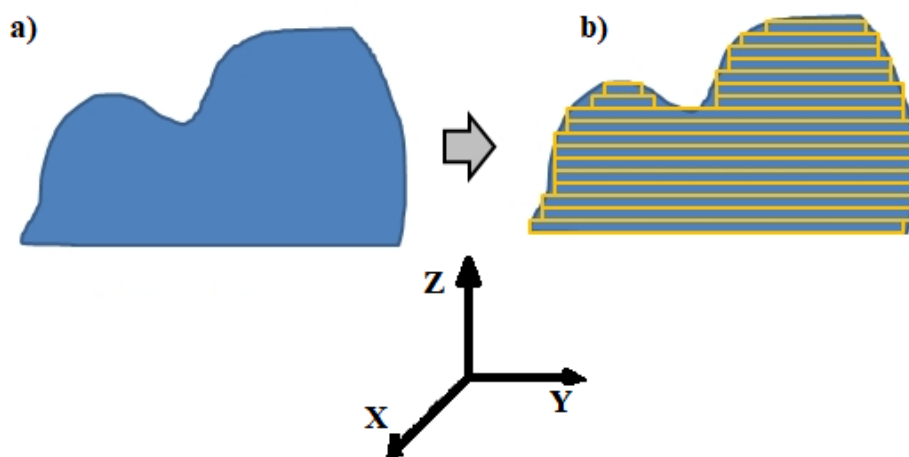
Metoda FDM využívá programovatelnou hlavici, která je schopna se pohybovat nad stavěcí deskou v osách X a Y. Tato hlavice je zásobena materiálem nejčastěji v podobě vlákna, které vede do extrudéru, kde je materiál průběžně taven a vytlačován. Tavenina v místě tuhne a vytváří prostor pro nanášení další vrstvy. Stavba probíhá po vrstvách od nejspodnější po nejvyšší. [1,5]

Metoda EBM využívá elektronového svazku k lokálnímu tavení materiálu, kterým může být například kovový prášek. Dobrému zaostření elektronového paprsku napomáhá to, že celý proces se děje ve vakuu. Prostředí vakua je velmi vhodné prostředí pro výrobky z reaktivních materiálů. [1,5]

Metoda SLM je podrobněji rozepsána v následujících kapitolách.

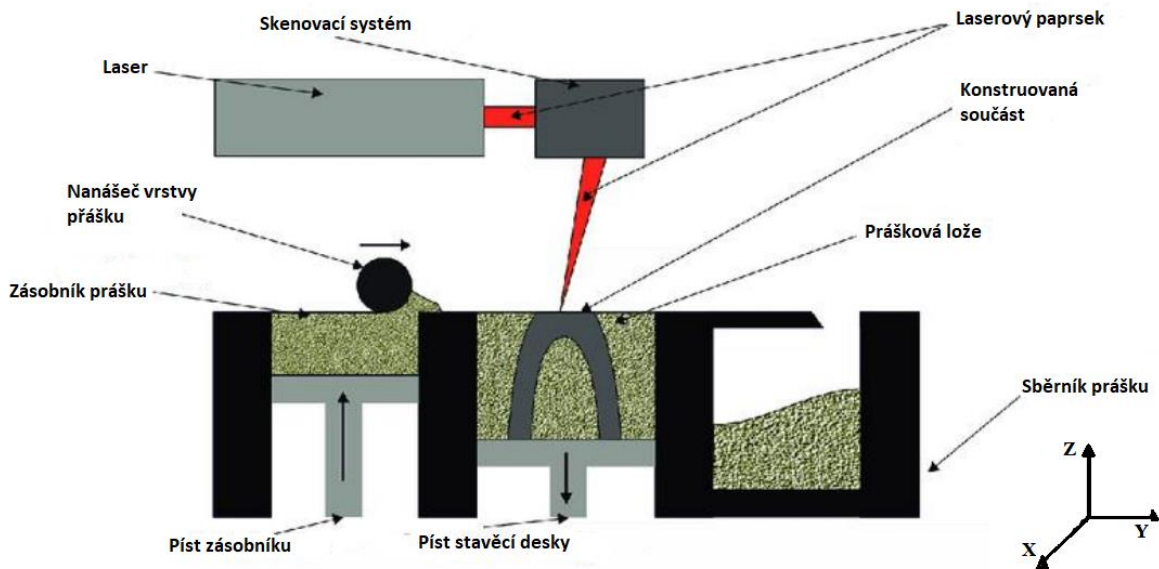
4) Metoda výroby pomocí SLM

Prvním krokem před zahájením výrobního procesu, je návrh modelu ve vhodném softwaru. Metoda SLM je tedy závislá na výpočetní technice, a to zásadně na programech CAD a CAM, které právě umožňují vytvoření prostorového modelu. Během stavby polotovaru by mohlo dojít v některých místech ke zhroucení, a proto je zapotřebí v kritických místech navrhnout podpory, které se budou vytvářet zároveň s polotovarem a zabrání případnému zhroucení. Dále je soubor rozdělen do vrstev v osách XY a jejich výška je definována osou Z. Tyto vrstvy jsou skládány nad sebe viz Obr. 3 tak, jak bude konstrukce součásti v ose Z vznikat.



Obr. 3 a) Navržený 3D model b) Rozdělení modelu na jednotlivé vrstvy [2]

Velikost stavěné součásti je limitovaná velikostí stavěcí desky a pracovního prostoru, který je schematicky zobrazen na Obr. 4. Výrobek vzniká nanášením prášku na desku (v některých případech předehřátou), ve vrstvách o řádové tloušťce několik desítek mikrometrů. Po nanášení vrstvy je zahájen proces skenování, což je vlastní pohyb laseru, který natavuje prášek po přednastavené trajektorii. Trajektorie je přesně dána tak, aby laser prošel přes celou plochu budoucího výrobku. Po dokončení prvního skenu, dojde k operaci nanášení další vrstvy prášku. Toho je dosaženo pohybem stavěcí desky směrem dolů, přesně o tloušťku další vrstvy a dojde k nanášení nové vrstvy prášku, a to za pomoci válce nebo gumové stěrky. Jakmile je proces nanášení nové vrstvy dokončen, sken laserem probíhá znovu a dochází k natavení prášku a částečně i předchozí vrstvy, což zajistí jejich spojení. Prášek, který nebyl tepelně ovlivněn natolik, aby se spojil s výrobkem, zůstává na pracovním stole až do úplného dokončení všech skenovacích vrstev, a až poté, je manuálně odstraněn. Tento nevyužitý prášek dokážeme využívat znovu poté, co jej prosejeme přes síto, aby došlo k oddělení případných nečistot a zůstal opět čistý prášek původní kvality. Tohle je také jeden z důvodů, proč je metoda SLM považována za velmi ekologickou, neboť nedochází ke zbytečnému plýtvání materiálem. [8]



Obr. 4 Schéma metody SLM [9]

Celý proces probíhá v ochranné inertní atmosféře, která ochraňuje prášek a tavnou lázeň před kontaminací nežádoucími prvky a oxidací povrchu. Jako ochranou atmosféru lze používat vzácné plyny nebo jiné inertní plyny. Často používaný je dusík nebo argon. [8]

4.1) Vliv Procesních parametrů a vstupního prášku SLM na výsledný stav

Procesní parametry mají přímo vliv na výslednou strukturu výrobku, a tím pádem i na jeho mechanické vlastnosti. Vliv na výsledný stav má do určité míry každý procesní parametr, mezi které patří například:

- výkon laseru [W]
- skenovací rychlost [mm/s]
- ochranná atmosféra
- délka stopy
- předehřátí stavěcí desky
- trajektorie skenování
- vstupní materiál

Je snaha dosáhnout co možná nejvyšší relativní hustoty struktury v součásti, z toho důvodu je zapotřebí určit následující parametry a jejich vzájemnou závislost [8]

4.1.1) Vstupní prášek

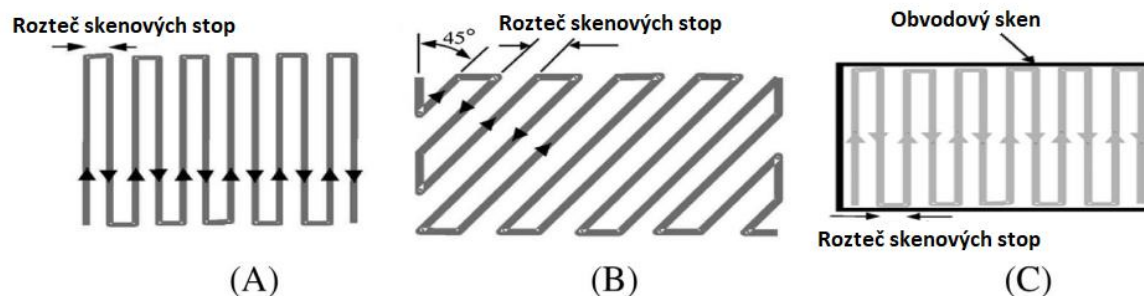
Tavený prášek představuje samotnou stavební hmotu, takže vstupní materiál hraje významnou roli na kvalitě výrobku. U kovových prášků může nastat kontaminace vlhkostí, což může vést k oxidaci základního materiálu. Takové znečištění vstupního materiálu může mít za následek špatnou smáčivost, která může přispívat k tvorbě kulových částic („balling effect“). Mezi hlavní požadavky na prášek patří tvar, velikost částic, rozdělení částic, viskozita, povrchové napětí a chemické složení. Viskozita prášku může mít vliv na těsnost uspořádání částic. Kulové částice jsou vhodné, protože dokáží relativně těsně vyplnit prostor.

Má-li částice nepravidelný tvar, tak má sklon k zachytávání většího množství plynů, což může vést k rychlejší oxidaci. [8]

Z důvodů uvedených výše je důležité, aby prášek dosahoval určité kvality. Ta se posuzuje podle velikosti a tvaru částic. Jelikož se jedná o dva nezávislé parametry, měli by se hodnotit samostatně, neboť částice libovolné velikosti mohou být drsné, kulaté nebo oválné. Klasickou metodou pro analýzu prášku je laserová difrakce. Dnes se analýza dále rozšířila o dynamickou analýzu obrazu. Tyto metody nám poskytují důležité parametry, kterými jsou kulovitost, hladkost a průsvitnost. Podle těchto parametrů máme možnost určit, zda prášek vyhovuje požadované kvalitě. [10]

4.1.2) Procesní parametry

Procesní parametry, které jsme schopni kontrolovat, jsou například výkon laseru, tloušťka nanášené vrstvy, metoda skenování, rychlost skenování, vzdálenost tracků a ochranná atmosféra. Všechny tyto parametry musí být optimalizované, aby vznikl kvalitní výrobek. Například metodika skenování, která je zobrazena v jednoduchém schématu na Obr. 5 a složitější metody na Obr. 6, mají nezanedbatelný vliv na polotovar, protože když jsou stopy moc dlouhé, tak stopa skenu na začátku vychladne a při chladnutí vedlejší stopy bude odvádět z okolí teplo mnohem rychleji, což vede ke zvýšené vnitřní napjatosti. Aby byl alespoň minimalizován tento jev, tak se provádí predehřev stavěcí desky na teplotu vhodnou pro daný materiál. Nápomocná může být skenovací strategie, kdy je plocha rozdělena na několik menších částí, a to např. takzvanou metodou „Chessboard“. Ta způsobí přehřátí jen lokálních oblastí, které následně chladnou pomaleji. [11]



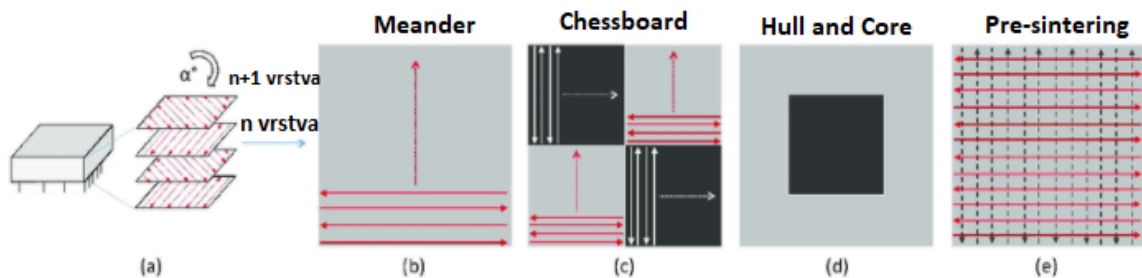
Obr. 5 Skenovací strategie (A) standardní (B) úhlopříčná (C) obvodová [8]

Obr. 6 a) poukazuje na pootočení každé následující vrstvy oproti vrstvě předchozí. Rotace laseru o daný úhel by měla zabránit opakujícímu se výskytu vad nad sebou skrze celý průřez polotovaru.

Metoda „Meander“ na Obr. 6 b) je jednoduchá metoda skenování, která není vhodná pro větší plochy z důvodu velkého rozdílu teplot vedlejších stop, jak již bylo zmíněno. Modifikaci metody „Meander“ a využití jejího potenciálu na malých plochách můžeme pozorovat na Obr. 6 c), kde je znázorněná metoda „Chessboard“, která právě využívá na jednotlivých polích tuto metodu.

Metoda „Hull and Core“ Obr. 6 d) se skládá z jádra a obalu okolo něj. Každá z těchto dvou částí má své specifické skenovací parametry zvoleny tak, aby došlo k lepší distribuci energie.

Poslední ze zde uvedených strategií je na Obr. 6 e) metoda „Pre-sintering“, u které probíhají dva skeny na každé vrstvě. První sken s nižší energií prášek spéká a následující sken s vyšším výkonem prášek roztaví. [12]



Obr. 6 Skenovací strategie a) Pootočení následující vrstvy b) Meander c) Chessboard d) Hull and Core e) Pre-sintering [11]

Z poznatků vyplývá, že zvýšení relativní hustoty součásti je dosaženo, když výkon laseru vzroste a rychlost skenování, tloušťka skenování a rozsah skenování klesají. Dále se uvádí, že velmi významný parametr SLM, ovlivňující zhušťování součástí, je energetická hustota laseru. Energetická hustota pro SLM proces roste se zvýšením výkonu laseru nebo snížením rychlostí skenování, rozsahem skenování a tloušťkou vrstvy, viz rovnice (1). Olakanmi et al. (28) ve své práci zjistil, že existuje kritická hodnota pro tloušťku vrstvy, při které většina plynových bublin je schopna vyplout na povrch vrstvy a splasknout, když tavenina rychle tuhne a vytváří se malá zrna [8,13]

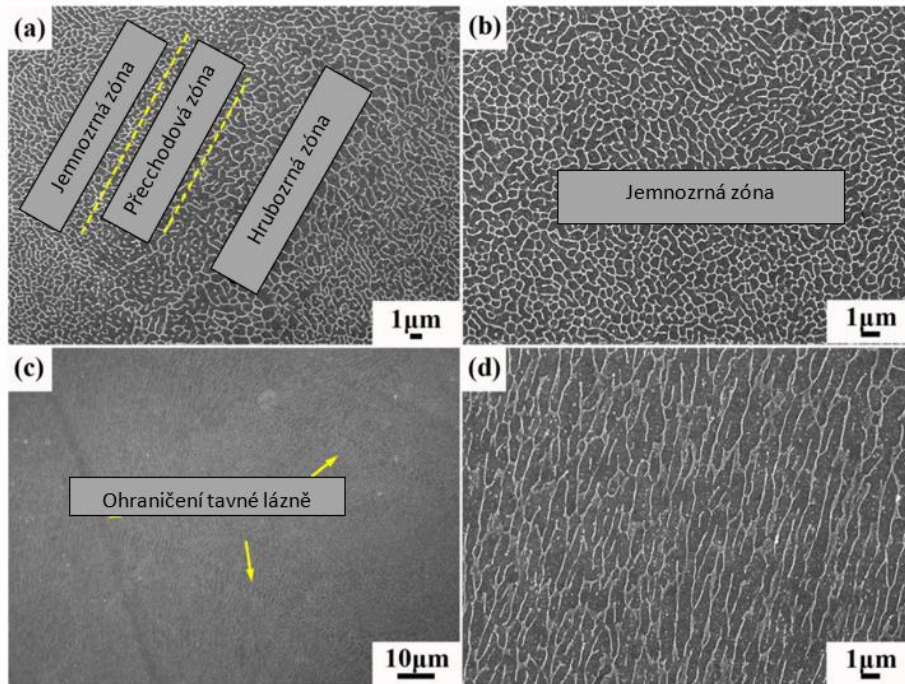
$$\psi = P/u \cdot h \cdot d, [\text{J}/\text{mm}^3] \quad (1)$$

kde ψ je energetická hustota [J/mm^3], P je výkon laseru [W], u je rychlost skenování [mm/s], h je vzdálenost tracků [mm] a d je tloušťka vrstvy [mm] [8]

4.2) Mikrostruktura po SLM

Z pohledu roviny x-y na oblast u vzorku nalezneme nespojitě stopy laseru. Příčinou jsou změny v hloubce a tvaru tavicí lázně, která nemůže být vždy kontinuální. Z bočního pohledu se u materiálů vyrobených SLM metodou obvykle vyskytují půlkruhové buňky s jemnou strukturou. Tyto buňky jsou vyplněny hlavně kolumnárními zrny ve střední části. [8,14]

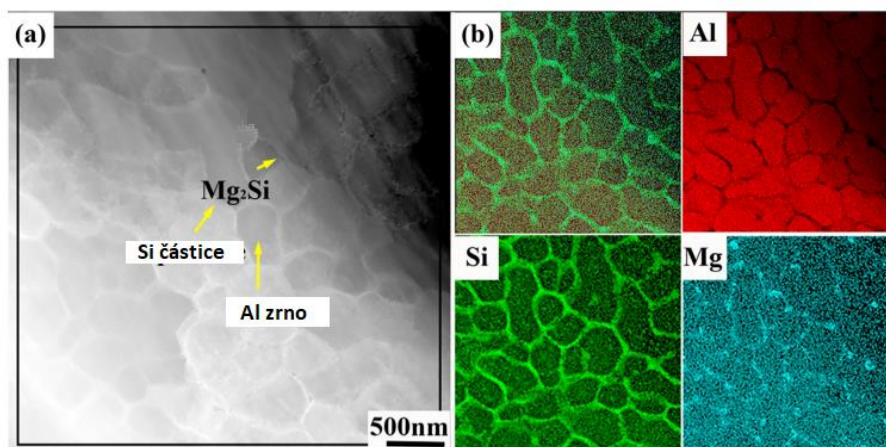
Povrch horní a boční plochy součásti zobrazuje Obr 7. Na horní ploše nalezneme tři oblasti, které se od sebe liší, a to oblast jemná, hrubá a přechodová. Tyto oblasti poukazují na různé tepelné účinky v různých částech tavné lázně. Výchozí struktura vznikne v důsledku tepelného gradientu G a rychlostí tuhnutí R . Na okrajích tavné lázně očekáváme vyšší rychlost tuhnutí, což má za následek větší podchlazení, a tím pádem vznik jemnozrnné struktury. Naproti tomu ve středu tavné lázně, kde je rychlost tuhnutí pomalejší, lze očekávat zhrubnutí zrna. Z těchto poznatků lze vyvodit, že teplotní gradient a rychlost tuhnutí jsou hlavní parametry ovlivňující velikost zrn. [8,14]



Obr. 7 (a) Tři různé zóny z horního povrchu (b) místní rozšíření jemných oblastí (c) mikrostruktura z boční strany (d) střed roztavené lázně [14]

Kolumnární zrna mají tendenci se prodlužovat ve směru konstrukce a proti středu tavné lázně. Vysvětlení spočívá ve strategii metody SLM vrstva po vrstvě. Zrna nejprve nukleovala, a poté rostla podél teplotního gradientu. Kolumnární zrna se vyjadřují epitaxiálním charakterem ve středu tavné lázně. [14]

Rychlost ochlazování má vliv na rozložení prvků v matrici. Například u slitiny AlSi_7Mg zpracovávané metodou SLM, která je zobrazena na Obr. 8 a) je zřejmé, že Al matrice je obalená Si částicemi. Obr. 8 b) ukazuje distribuci prvků. Z výsledků EDS („Energy-dispersive X-ray spectroscopy“) je jasně vidět, že Mg a Si byly v matrici tuhými roztoky. Část Mg segregovala na hranicích, na což poukázala i přítomnost Mg_2Si . Precipitát Mg_2Si zpevní matrici bez vedlejších účinků, které by mohly vést ke zhoršení ostatních mechanických vlastností. [14]



Obr. 8 Slitina AlSi_7Mg (a) mikrostruktura (b) distribuce prvků [14]

5) Metalurgické vady vyskytující se u metody SLM

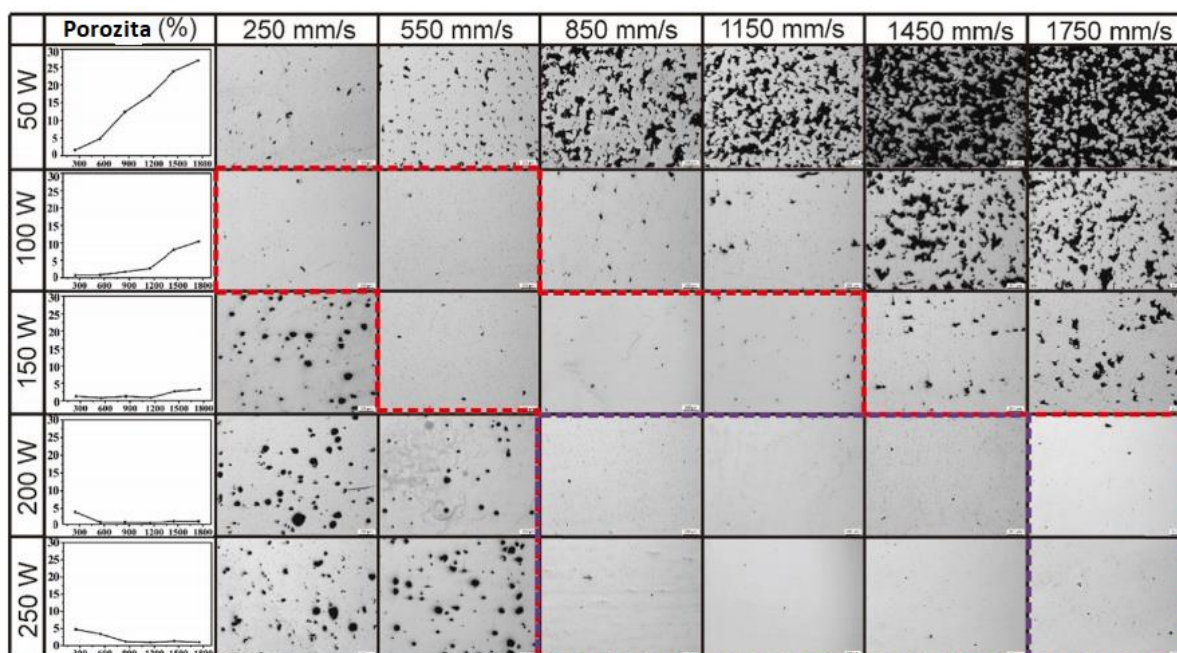
Vady se u výrobků vyrobených pomocí metody SLM velmi podobají vadám, které můžeme nalézt u svarových spojů a odlitků. Mezi nejčastější z nich patří póry, trhliny, bubliny, vměstky a ztráta legujících prvků. Všechny vady mají negativní vliv na mechanické vlastnosti, a tím pádem je naší snahou je eliminovat nebo aspoň do jisté míry minimalizovat. [8]

5.1) Porozita

Pórovitost je jedna z hlavních vad, která se vyskytuje ve struktuře po procesu SLM téměř vždy, protože vyrobit vzorek s nulovou porozitou, je v současnosti takřka nemožné. Porozita vzniká v důsledku nedokonalého roztavení prášku („lack of fusion“), zachycení plynu v roztavené části materiálu nebo tepelné dilataci materiálů.

Tyto vady rozdělujeme podle tvaru na póry, které jsou sférického charakteru a dutiny nepravidelného tvaru. Hlavní důvod vzniku pórů je v důsledku zachycení plynu ochranné atmosféry tavnou lázní. Tyto póry jsou v materiálu rozmístěny náhodně.

Nedokonalé roztavení prášku je příčinou vzniku dutin a obvykle se vyskytuje podél hranic skenovacích vrstev. Vznik těchto dutin je přisuzován nedostatečnému výkonu laseru, příliš velké tloušťce skenovací vrstvy nebo vysoké rychlosti skenování. V rámci těchto parametrů nedochází k dostatečnému rozptýlení hustoty laserové energie, a tím pádem vzniká nedokonalé spojení a vyskytují se dutiny. Výkon laseru v závislosti na rychlosti skenování je v různých kombinacích znázorněn na Obr. 9, ze kterého vyplývá množství pórů při jejich kombinaci. Zvýšená pórovitost výrazně zhorší mechanické vlastnosti, ale pokud se pohybuje v malých hodnotách, můžeme ji zanedbat. Pouze správnou volbou všech parametrů dosáhneme kvalitního výrobku. [8,13]



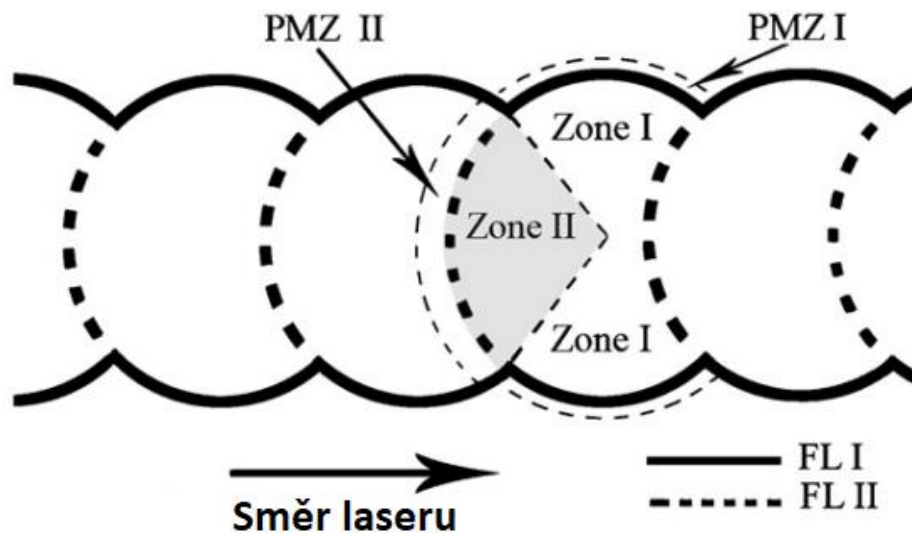
Obr. 9 Porozita u slitiny Ti_6Al_4V vyrobené SLM v závislosti výkonu laseru na skenovací rychlosti [13]

5.2) Trhliny

Podobnost mezi laserovým svařováním a metodou SLM je značná, a proto lze pozorovat principiálně podobné vady. Výskyt trhlin v hliníkových materiálech zpracovávaných metodou SLM je poměrně častý a je vysvětlován velkým rozsahem teplot tuhnutí, velkou tepelnou roztažností a smrštivostí při tuhnutí. Rychlé ochlazení též zvyšuje gradient napětí a podporuje rychlou iniciaci trhlin. [8]

Trhliny dělíme podle doby vzniku na likvační trhliny, které vznikají, když je základní materiál natavený.

Druhým typem trhlin jsou solidifikační. Tyto trhliny vznikají během tuhnutí, které je obvykle příliš rychlé a zvyšuje napěťový gradient.



Obr. 10 Schématické znázornění jednotlivých oblastí v místě působení laserového paprsku [15]

Oblast ovlivněnou laserem můžeme rozdělit na dvě tavné zóny a dvě částečně natavené zóny PMZ („partially melted zone“), jak je ukázáno na Obr. 10. Tyto oblasti jsou od sebe rozděleny fúzními liniemi FL I a FL II. První úplně roztavenou oblastí je zóna I, která je tvořena přímo ze základního materiálu, kdežto v zóně II již dochází k mísení základního kovu s kovem přetaveným v předchozím kroku. Za hranicí tavné lázně se objevuje oblast částečně natavená s kašovitou strukturou. Tyto oblasti PMZ taktéž rozdělujeme na PMZ I a PMZ II. Jedním z rozdílů, který je z hlediska trhlin podstatný, je zvýšená iniciace trhlin v PMZ I, kdežto v případě PMZ II je iniciace trhlin minimální. V PMZ II je snížený tepelný gradient a napětí, což snižuje pravděpodobnost výskytu nových trhlin, ale nezabraňují šíření již vzniklých delších trhlin z předchozích míst. Ukázalo se, že rychlé ochlazení spojené s nižší hustotou energie laseru způsobí dostatečně širokou částečně natavenou oblast PMZ, která má schopnost vyplnit iniciované trhliny tzv. („backfilling“). Z toho vyplývá, že vznik trhlin je možný, pokud rychlost šíření trhliny je vyšší, než míra zpětného plnění. [8,15]

Na vznik likvačních trhlin má vliv vysoký obsah legujících prvků. Ty mají podíl spolu s nečistotami, na vytváření nízko-tavitelné eutektické fáze, která se během tuhnutí může vyloučit po hranicích zrn ve formě filmu. Pokud mezi nově vzniklou tuhou fází a základní

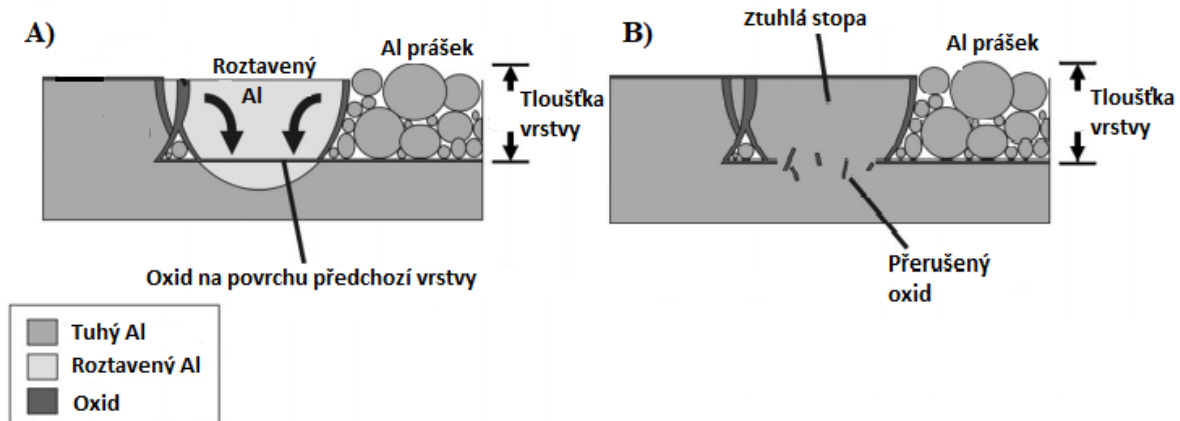
tekutou fází vznikne dostatečně velké napětí, dojde ke vzniku trhliny. Jejich výskyt lze redukovat snížením výkonu laseru. [8]

Krystalizační trhliny vznikají v důsledku velkého rozsahu tuhoucích teplot, vysoké tepelné roztažnosti a velkého smrštění během tuhnutí. Snížení rozsahu teplot při tuhnutí se dá dosáhnout přidáním legujících prvků, ale v důsledku legování dochází ke zvýšenému výskytu likvačních trhlin, které byly zmíněny výše. Zvýšený výskyt trhlin tohoto typu můžeme očekávat u vytvrditelných slitin s širokým rozsahem teplot tuhnutí. [15]

5.3) Oxidické vměstky

Nejčastějším typem vměstků u hliníkových slitin jsou oxidické vměstky. Hliník má velkou afinitu ke kyslíku a vzniká oxid hlinitý Al_2O_3 .

Oxid hlinitý se může vyloučit na povrchu lázně v podobě oxidického filmu. K tomu dojde za předpokladu, že inertní ochranná atmosféra není dostatečně čistá a proběhne reakce hliníku s kyslíkem. Další možné typy vměstků mohou být do materiálu vneseny již při výrobě samotného prášku. Oxidický film, který je zobrazen na Obr. 11 zabraňuje zhutnění materiálu. [8,16]



Obr. 11 Oxid hlinitý na povrchu [17]

5.4) Balling effect

Typická vada vyskytující se u metody SLM. Jedná se o tvorbu kulových částic, které mají vliv na kvalitu procesu. „Balling effect“ se vyznačuje eliptickými kuličkami o velikosti zhruba 500 μm , které se mohou podílet na zhoršené kvalitě povrchu součásti, vzniku pórů mezi kuličkami nebo v průběhu nanášení nové vrstvy prášku, mohou omezovat plynulost procesu. Jejich vznik se přisuzuje nedostatečné smáčivosti předešlé vrstvy, která může být způsobena buď nečistotami v prášku nebo nedostatečnou energií laseru. Aby byl „balling effect“ potlačen, doporučuje se snížení obsahu kyslíku v ochranné atmosféře pod 0,1 % a zároveň zvýšení výkonu laseru. [16]

5.5) Ztráta legujících prvků

Vysoká energetická hustota laseru při metodě SLM může mít za následek propal legujících prvků s nižší teplotou tavení, než má základní materiál. Atomy těchto prvků jsou transportovány na hladinu tavné lázně, kde jsou odpařeny a ochrannou atmosférou odfouknuty. Propal legujících prvků může vést k nestabilitě tavné lázně a zvýšení porozity. [8]

Například u Al-slitin může dojít k degradaci materiálu odpařením hořčíku. To má za následek ztrátu schopnosti precipitačního vytvrzení, které má velký vliv na mechanické vlastnosti hliníkových slitin. [8]

5.6) Zbytková vnitřní napjatost

Náhlá změna teploty vede ke vzniku teplotních gradientů a vlivem teplotní roztažnosti vzniká vnitřní napjatost v materiálu. Zbytková vnitřní napjatost může způsobovat plastické deformace a v některých případech může nastat i lom, ke kterému dochází spíše u křehkých materiálů jako je např. keramika nebo sklo. Čím je tepelná roztažnost nižší, tím menší vnitřní napjatost vzniká v materiálu. [18]

Zbytková vnitřní napjatost je v polotovaru vyrobeném metodou SLM velmi vysoká, z důvodu rychlého odvodu tepla. U hliníkových slitin můžeme očekávat zvýšenou vnitřní napjatost, a to kvůli relativně vysoké hodnotě teplotní roztažnosti $\alpha = 23,8 \cdot 10^{-6} K^{-1}$. Z tohoto důvodu u hliníkové slitiny v kombinaci s SLM metodou nemůže být vnitřní napjatost zanedbána. Zbytková vnitřní napjatost může přesáhnout kritickou hranici a způsobovat deformace nebo praskání v polotovaru. I přes to není vnitřní napjatost vždy nevýhodou a v jistých případech může mít i pozitivní vliv na mechanické vlastnosti materiálu (respektive na jeho tvrdost). Ke snížení vnitřní napjatosti se využívá přehřev stavěcí desky, což sníží rychlost odvodu tepla. Další způsob snížení vnitřní napjatosti je tepelné zpracování, během kterého probíhají odpevňovací pochody popsány níže. [8,19]

6) Teplotní stabilita

Provoz zařízení může probíhat v prostředí zvýšené teploty. Pro správné použití je tedy nutné znát chování materiálu za těchto podmínek.

Materiál se během tváření dostává do termodynamicky nestabilního stavu. Pokud tedy okolní prostředí dodá materiálu teplo, aby mohly probíhat difuzní pochody, bude vložená energie sloužit jako hnací síla přeměn, pomocí kterých se materiál dostane do stavu s nižší energií. [20]

Jedná se zejména o změny v mikrostruktuře, které mohou způsobovat změny mechanických vlastností. Za tyto změny mohou například odpevňovací pochody, nebo hrubnutí precipitátů. [20]

7) Zotavení a rekrytalizace

K zotavení dochází u čistých kovů při teplotách od zhruba $0,25 T_M$ [K] (Teplota tavení). Při zotavení zůstává zachována původní deformační textura a nevznikají ani nová nedeformovaná zrna. Dochází zejména ke snížení koncentrace bodových poruch a dislokací. V některých případech se dislokace uspořádávají do malouhlových hranic. Oblasti mezi těmito hranicemi, které mají nízkou koncentraci dislokací, se nazývají subzrna. Vznik těchto subzrn se nazývá polygonizace. Celkově dochází při zotavování pouze k malé změně mechanických vlastností, mění se však některé fyzikální vlastnosti, např. klesá elektrický odpor. [18]

7.1) Zotavení bodových poruch

Pokles nadbytečné koncentrace bodových poruch během žíhání zpět na koncentraci rovnovážnou se aktivuje tepelně a uskutečněnou migrací poruch. Zotavování bodových poruch z pravidla nevede k odpevnění. Zotavení bodových poruch může probíhat v čistých kovech následujícími způsoby. [21]

7.1.1) Anihilace vakancí v norech

Když jeden z atomů v poloze nejbližších sousedů zaujme místo vakance, můžeme říct, že vakance migruje. Migrace vakancí je tepelně aktivovaný děj, který proběhne, když teplo dodá energii potřebnou na překonání energetické bariéry, která odděluje obě polohy. Každá vakance je rozmístěna náhodně a její pohyb krystalickou mřížkou lze popsat pomocí náhodných přeskoků z jedné stabilní polohy do druhé ve všech třech rozměrech. Anihilace proběhne, jakmile vakance při migraci narazí na náhodně rozmístěné nory s nekonečnou kapacitou (dislokace, hranice zrn). [21]

7.1.2) Zotavení vakancí a divakancí

Během migrace vakancí mřížkou může dojít k jejich vzájemnému setkání a vzniku divakancí, nebo vyšších shluků. Divakance se tvoří tehdy, když koncentrace vakancí je natolik velká, že pravděpodobnost setkání vakancí je podobná, jako pravděpodobnost jejich anihilace v norech. Za tohoto předpokladu potom současně vakance zanikají v norech, tvoří se divakance a divakance zanikají v norech. [21]

7.1.3) Rekombinace vakancí a intersticiálů

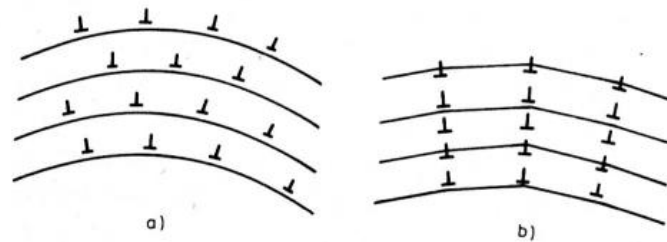
K rekombinaci dojde za předpokladu, že vakance a intersticiály vytvoří v daný moment páry s těsnou vzdáleností. V důsledku silné interakce mezi napěťovým polem vakance a intersticiálu, dojde k anihilaci mezi nejbližší vakancí s nejbližším intersticiálem. V průběhu žíhání se nejprve začnou pohybovat intersticiály, což znamená, že k anihilaci dojde právě když přeskok intersticiálu vede do uzlového bodu obsazeného vakancí. [21]

7.2) Zotavení dislokační substruktury

Zvýšená teplota může vyvolat snížení hustoty dislokací, ale též ovlivní jejich uspořádání. Anihilace dislokací je analogií se zotavením bodové poruchy. Dislokace se budou anihilovat právě, když se setkají dislokace s opačným znaménkem na malé vzdálenosti. Z fyzikální podstaty vyplývá, že jestliže se dislokace jednoho znaménka vyčerpají, tak anihilace dislokací nemůže pokračovat. To znamená, že celková hustota dislokací při zotavení se nesnižuje na nulovou hodnotu, ale k hodnotě mezní. [21]

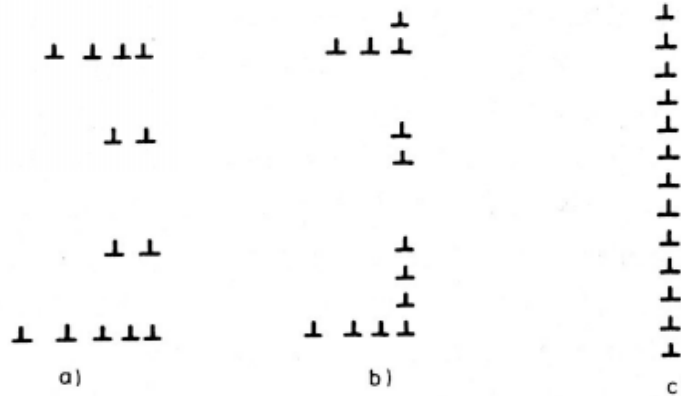
Velmi významným jevem v této oblasti je polygonizace, při které vzniká substruktura. Dislokace stejných znamének se seskupí do polygonizačních stěn, jak ukazuje Obr. 12.

Hlavním pohybem dislokací při polygonizaci je skluz a šplhání dislokací. Rychlost polygonizace je ovlivněna migrací vakancí k dislokacím nebo skoky dislokací. [21]



Obr. 12 Schéma polygonizace a) Náhodné uspořádání hranových dislokací
b) Uspořádané hranové dislokace do buněk [21]

Na Obr. 12 a) je znázorněné náhodné uspořádání dislokací stejných znamének oproti Obr. 12 b) kde pozorujeme, už vlivem polygonizace, uspořádané dislokace nad sebou. Takhle seřazené dislokace tvoří stěny, které oddělují oblasti původně nazývané polygon. Nyní je označujeme jako subzrna. Pozorování ukázala, že dislokace mohou být uspořádány do určité buněčné struktury již během deformace, ovšem na dokonalé stěny oddělující jednotlivá subzrna se mění až při polygonizaci. Aby bylo možné uspořádat řady dislokací nad sebou, je zapotřebí přísun dislokací jednoho znaménka, které budou uspořádány a zařazeny do volného místa řady. Toto uspořádání je zpravidla spojeno se šplhem dislokací, které schematicky znázorňuje Obr.13 kde dislokace v a) jsou v původním uspořádání, b) dislokace postupně šplhají z původního rozpoložení až do konečného uspořádání na Obr. 13 c). [21]



Obr. 13 Postupné šplhání dislokací, a vznik malouhlové hranice subzrna [21]

7.3) Rekrystalizace

Rekrystalizace může být definována jako nahrazení deformovaných zrn souborem nových zrn bez deformace, oddělených novými velkouhlovými hranicemi. Průběh rekrystalizace zahrnuje na začátku nukleaci a následuje růst zrn. Hnací silou přeměny je energie uložená po deformaci v napětových polích okolo dislokací, které vznikly během plastické deformace. Uložená energie závisí na uspořádání dislokací, což je velmi důležité, protože před začátkem rekrystalizace proběhne změna uspořádání dislokací což ovlivňuje hnací sílu rekrystalizace. Dalo by se říci, že s rostoucí deformací klesá rekrystalizační teplota a naopak. [21]

Z termodynamického hlediska plastická deformace vede ke vzniku nerovnováhy deformovaného materiálu. Při nízké teplotě se tento nerovnovážený stav může udržet, při zvýšení teploty nastává přechod do stavu rovnovážného. Cizí atomy v tuhém roztoku i jemné částice jiných fází, rekrytalizaci brzdí. Hrubé částice, v jejichž okolí se koncentruje deformace, rekrytalizaci naopak urychlují. [21]

7.3.1) Nukleace zárodků

Nukleační a růstové pochody na sebe navazují a jednoznačný přechod mezi nimi není zcela rozeznatelný. Za nukleační děj se považuje změna v uspořádání dislokací a za růst pokládáme jakoukoliv změnu velikosti deformačních buněk. Tyto rekrytalizační zárodky se tvoří v nejméně deformovaných oblastech a na hranicích zrn. [21]

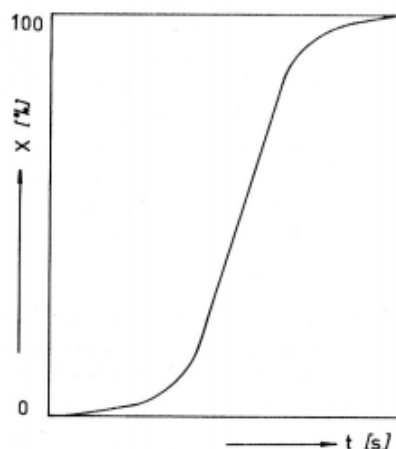
7.3.2) Migrace hranic zrn

Základním předpokladem pro růst nově vznikajícího zrna a migrace hranice směrem do matrice je, že počet přeskoků atomů z matrice do nového zrna bude častější než v opačném směru. Migrace hranic zrn je tepelně aktivovaný děj a teplotní závislost na rychlosti migrace obvykle popisujeme jako aktivační energii. Aktivační energie má ovšem význam jen při popisu jednoduchých atomových dějů a u složitějších slouží spíše ke srovnání. Ukazuje se, že jsou-li v matrici zachyceny nečistoty či jiné fáze je zapotřebí větší aktivační energie. Z toho vyplývá, že nečistoty brzdí migraci hranic a to především za nižších teplot. [21]

7.3.3) Faktory ovlivňující rekrytalizaci

Teplota a doba žhání jsou dvě rozhodující proměnné pro průběh rekrytalizace. Teplotou rekrytalizace se rozumí teplota, při níž vznikají nová zrna a probíhá jejich růst v celém objemu materiálu a mění se v závislosti na materiálu s určitým stupněm zpevnění a jeho strukturou. Z toho můžeme odvodit, že teplota rekrytalizace se může pohybovat v rozmezí teplot $(0,25-0,35) T_M$. Ovšem toto je jen obvyklá hodnota, která není obecně platná a není to ani materiálová konstanta ani fyzikální vlastnost. [21]

Zvýšením teploty nad teplotu rekrytalizace může časový průběh procesu zkrátit, ovšem je potřeba vzít v úvahu, že při dlouhodobém ohřevu za zvýšené teploty může mimo primární rekrytalizaci probíhat i další růst zrna. Pro každý kov i slitinu lze určit minimální teploty, pod kterou již rekrytalizace neproběhne ani za velmi dlouhou dobu. Průběh rekrytalizace za konstantní teploty je znázorněn na Obr. 14, na kterém je množství rekrytalizované struktury znázorněno na svislé ose za dobu, která je na ose vodorovné. [21]



Obr. 14 Rekrytalizovaný podíl v závislosti na čase za konstantní teploty [21]

Dalším faktorem, který ovlivní výslednou strukturu je rychlost ohřevu, neboť při pomalém ohřevu se může plně rozvinout zotavení a polygonizace což sníží hnací sílu přeměny. Snížení hnací síly může zpomalit a v jistých případech úplně potlačit proces rekrystalizace. Naproti tomu při rychlém ohřevu může být potlačen proces zotavení a hnací síla zůstane uchována. Z tohoto důvodu začne rekrystalizace probíhat již při nižších teplotách a nukleační rychlost se zvyšuje, což má za následek jemnější rekrystalizované zrno.

Struktura materiálu po zotavení a rekrystalizaci je popisována střední velikostí zrna, orientací zrn a jejich termodynamickou stabilitou. [21,22]

8) Cíle práce

- Vyšetření mikrostrukturní stability zkoumaných slitin při aplikaci za zvýšených teplot.
- Klasifikace a případná kvantifikace mikrostrukturních změn v závislosti na vystavené teplotě.
- Porovnání mikrostrukturní stability a jejich vlivů na dané mechanické vlastnosti u třech různých vzorků.
- Praktické využití získaných poznatků při aplikaci zkoumaných slitin.

9) Materiál a experimentální metody

Experimentálním materiálem byla hliníková slitina 2618 ve třech různých stavech. Ve tvářeném stavu (dále značeny F) a ve stavu tvářeném a tepelně zpracovaném tzv. T6 (dále značeny T6) Tepelně zpracování T6 znamená, že materiál byl podroben rozpouštěcímu žíhání a následně precipitačně vytvrzován při teplotě 200 °C po dobu 20 h. Oba stavy byly dodány ve formě tyčí o průměru 60 mm. Vzorky materiálu připraveného metodou SLM byly připravené ze závitů tahových těles vyrobených v rámci experimentu Pantělejeva et al. [23]. Chemické složení materiálů odpovídá Tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení

Materiál	Složení v hm. %								
	Fe	Si	Mn	Ni	Ti	Cu	Mg	Zn	Al
Stav F a T6	1,10	0,24	0,04	1,20	-	2,50	1,50	0,04	Zbytek
Stav SLM	1,00	0,15	-	1,22	0,20	2,66	1,39	-	Zbytek

9.1) Použité procesní parametry SLM

Průměr částic použitého prášku se pohyboval v rozmezí 20–63 μm. Základní deska byla předehřátá na 80 °C. Pro stavbu byly použity následující parametry: výkon laseru = 200 W, rychlost pohybu laseru = 100 mm/s, rozteč stop laseru = 110 μm, výsledná hustota energie = 364 J/mm³. Tloušťka nanášené práškové vrstvy byla nastavena na 50 μm. Použitá skenovací strategie byla meander.

9.2) Příprava vzorků

Dělení probíhalo na dvou zařízeních, na metalografické pile Struers Discotom-2 a na přesné pile ATM Brilliant 220, v obou případech pomocí korundového řezacího kotouče.

Celkem bylo vypreparováno 39 jednotlivých vzorků, tudíž z každého různého stavu materiálu jich bylo 13. U vzorků vyrobených SLM metodou byl označen směr stavby, aby bylo možné je později pozorovat ve stejném natočení.

Žíhání probíhalo pro simulování situace blízké provozním podmínkám na dvou různých teplotách. Od každého ze tří stavů, které byly k dispozici byl jeden odložen stranou, aby bylo možné pozorovat jejich mikrostrukturu a tvrdost bez teplotního ovlivnění. Ostatní vzorky byly žíhány při 190 °C a 200 °C. Žíhání jednotlivých vzorků probíhalo v peci ELSKLO typu MF5 za podmínek, které jsou uvedeny v tabulce 2. Vychladnutí probíhalo na vzduchu za pokojové teploty. Každý vzorek byl po vyžíhání řádně označen a bezpečně uložen tak, aby jej bylo možné použít pro další kroky přípravy.

Tab. 2 Podmínky žihání

Doba žihání [h]	Žihací teplota					
	190 °C			200 °C		
	Tvářený stav	Stav T6	SLM	Tvářený stav	Stav T6	SLM
0,5	F 0,5	T6 0,5	SLM 0,5	F 0,5	T6 0,5	SLM 0,5
1	F 1	T6 1	SLM 1	F 1	T6 1	SLM 1
2	F 2	T6 2	SLM 2	F 2	T6 2	SLM 2
4	F 4	T6 4	SLM 4	F 4	T6 4	SLM 4
8	F 8	T6 8	SLM 8	F 8	T6 8	SLM 8
16	F 16	T6 16	SLM 16	F 16	T6 16	SLM 16

Všechny vzorky byly zalisovány do puků o průměru 30 mm. Lisování probíhalo ve stroji Opal X-Press. Vzorky vyrobené metodou SLM byly při lisování orientovány stejným směrem.

Metalografické výbrusy byly vyhotoveny konvenčním broušením za mokra na zařízení Struers Pedemin DAP-7. Byly použity brusné papíry o zrnitosti 500, 800, 1200, 2400 a 4000.

Leštění probíhalo na totožném stroji jako v případě broušení. Leštilo se za pomoci diamantových past se zrnitostí 3 μm a 1 μm . U vzorků, které byly precipitačně vytvrzené, bylo zapotřebí k dosažení akceptovatelné kvality povrchu mechanicko-chemicky leštit koloidním roztokem SiO_2 o zrnitosti 25 μm .

K leptání vzorků, které byly připraveny aditivní technologií nebo konvenčním způsobem jsme přistupovali rozdílně. Pro naleptání hranic zrn se u vzorků z SLM relativně osvědčilo leptadlo „Fuss“ se složením 0,7 ml HF 2,4 ml HCl 0,8 ml HNO_3 a 96,1 ml H_2O , ale pro další dva vzorky F a T6 bylo toto leptadlo nevhodné. Vhodnou variantou, která měla uspokojivé výsledky, byla čistá kyselina fosforečná.

Pozorování a hodnocení vzorků probíhalo na světelném metalografickém mikroskopu Olympus GX51. Snímky pořízené pro uchování informací byly zajištěny kamerou Nikon DS-Fi 1, která je přímo propojena s mikroskopem.

Mikrotvrdost materiálu se měřila na zařízení Q-ness Q10A. Použita byla metoda měření podle Vickerse s označením HV 0,3 čemuž odpovídá nominální hodnota zatížení 2,942 N. V každém vzorku byly provedeny tři vtisky v souladu s normou ČSN EN ISO 6507-1.

10) Výsledky

10.1) Tvářené vzorky

Na Obr. 15 až 20 jsou snímky mikrostruktury tvářené slitiny 2618 v různých časech žíhání a při dvou různých teplotách. V mikrostruktuře jsou vidět naleptané hranice zrn a v některých případech i nežádoucí leptové důlky. Ty se objevují, protože naleptání hliníkové matrice je obtížné a ve chvíli, kdy se začínají leptat hranice zrna, bývají už jejich plochy leptáním silně poškozené. Dále jsou v mikrostruktuře patrné tmavé částice o řádové velikosti několika jednotek mikrometrů, pravděpodobně na bázi Al_2Cu . Střední průměr zrna, zjištěný pomocí lineární metody se pohybuje okolo 5 μm (jedná se pouze o orientační odhad).



Obr. 15 Tvářená slitina 2618 v nežíhaném stavu, zvětšení 500x



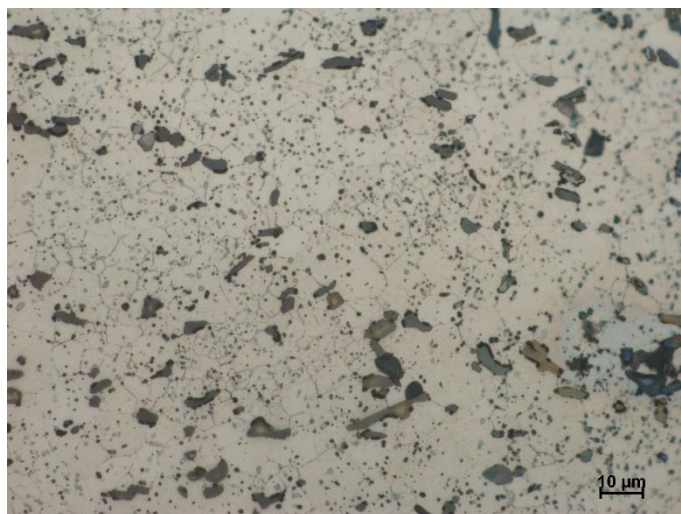
Obr. 16 Tvářená slitina 2618 v nežíhaném stavu, zvětšení 1000x



Obr. 17 Tvářená slitina po čtyřech hodinách žhání na 190 °C, zvětšení 1000x



Obr. 18 Tvářená slitina po čtyřech hodinách žhání na 200 °C, zvětšení 1000x

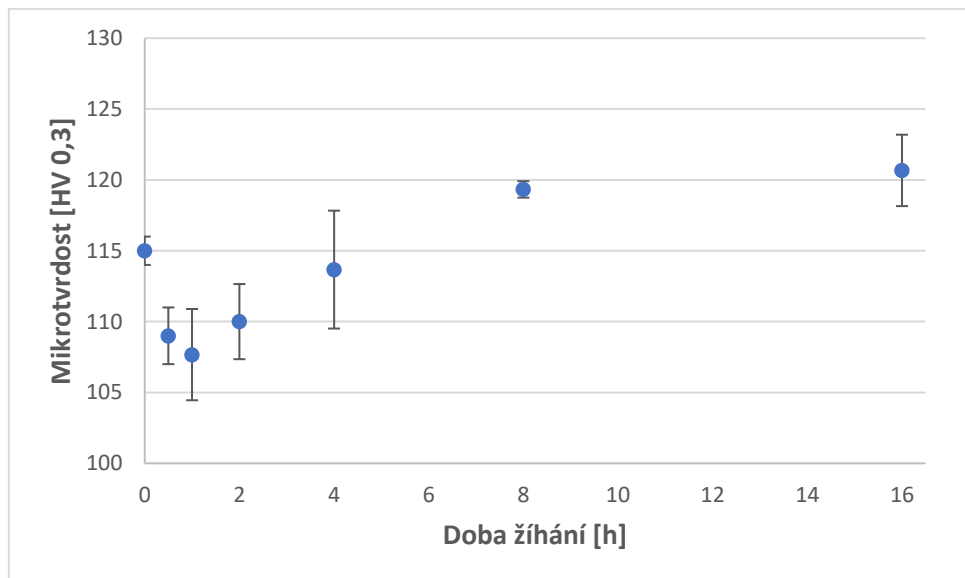


Obr. 19 Tvářená slitina po šestnácti hodinách žhání na 190 °C, zvětšení 1000x

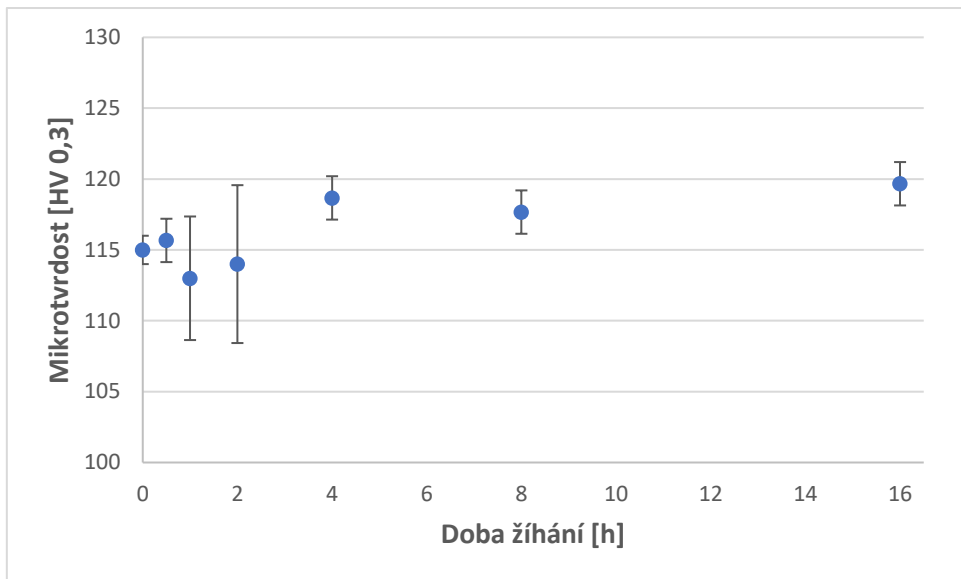


Obr. 20 Tvářená slitina po šestnácti hodinách žihání na 200 °C, zvětšení 1000x

Průběh mikrotvrdomosti v závislosti na době žihání byl vyneseno do grafů na Obr. 21 a 22. Mikrotvrdomost slitiny před žiháním byla okolo 115 HV 0,3. Vliv žihání na mikrotvrdomost při obou teplotách je obdobný. Mikrotvrdomost při žihání v obou případech zpočátku klesala až na minimum, které nastalo zhruba okolo jedné hodiny při 108 a 113 HV 0,3. Od této hranice začala tvrdost opět narůstat. Mezi osmou a šestnáctou hodinou žihání se mikrotvrdomost již nijak podstatně nezměnila. Maximální hodnoty mikrotvrdomosti, byly naměřeny po šestnácti hodinách žihání a to v obou případech okolo 120 HV 0,3.



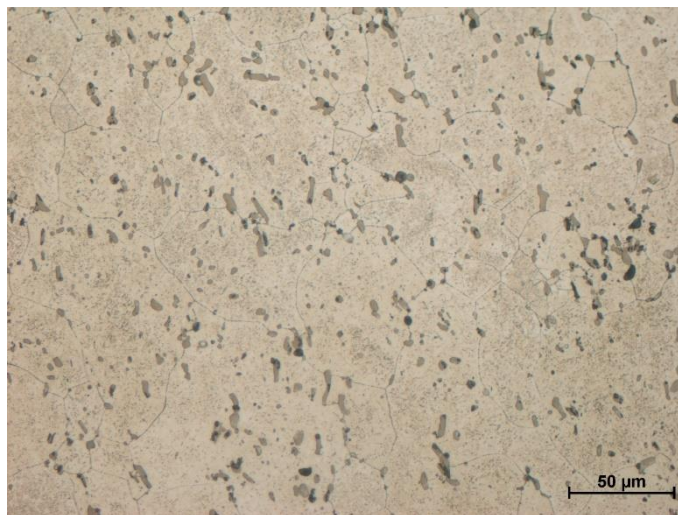
Obr. 21 Průběh mikrotvrdomosti tvářených vzorků v závislosti na době žihání při 190 °C



Obr. 22 Průběh mikrotvrdości tvářených vzorků v závislosti na době žihání při 200 °C

10.2) Tvářené a vytvrzené vzorky

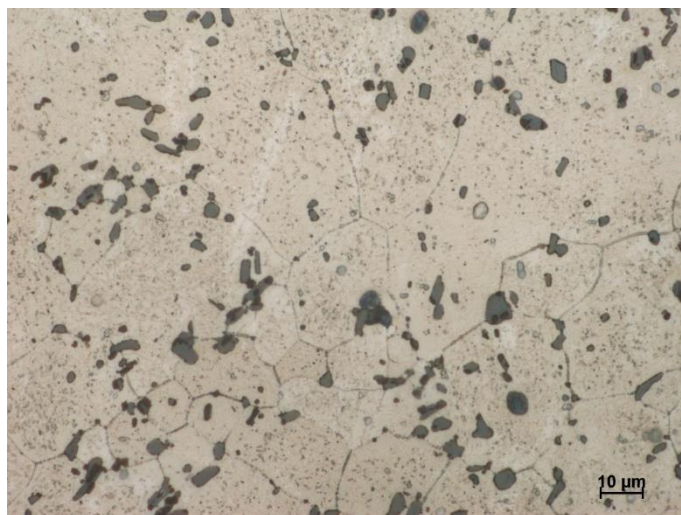
Obr. 23 až 28 zachycují mikrostrukturu tvářené a vytvrzené slitiny 2618 po určité době žihání za dané teploty. Tmavé částice, které jsou rovnoměrně rozprostřeny jsou precipitáty vytvrzující fáze, pravděpodobně na bázi Al_2Cu . Střední průměr zrna, zjištěný pomocí lineární metody se pohybuje okolo 25 μm (jedná se pouze o orientační odhad).



Obr. 23 Tvářená a vytvrzená slitina 2618 v nežihaném stavu, zvětšení 500x



Obr. 24 Tvářená a vytvrzená slitina 2618 v nežíhaném stavu, zvětšení 1000x



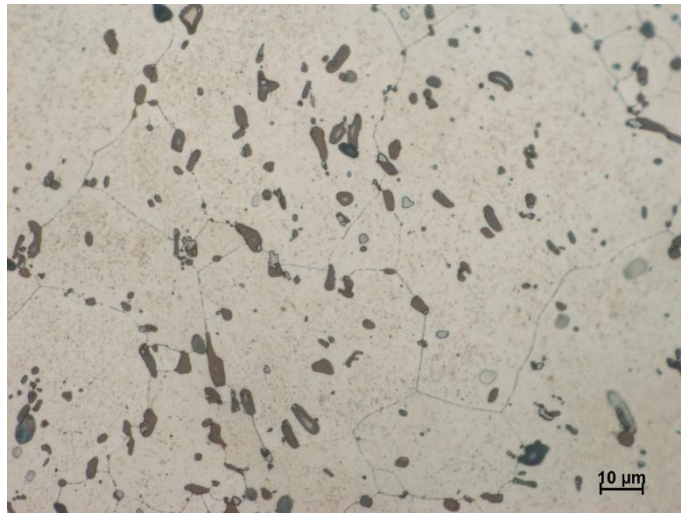
Obr. 25 Tvářená a vytvrzená slitina po čtyřech hodinách žíhání na 190 °C, zvětšení 1000x



Obr. 26 Tvářená a vytvrzená slitina po čtyřech hodinách žíhání na 200 °C, zvětšení 1000x

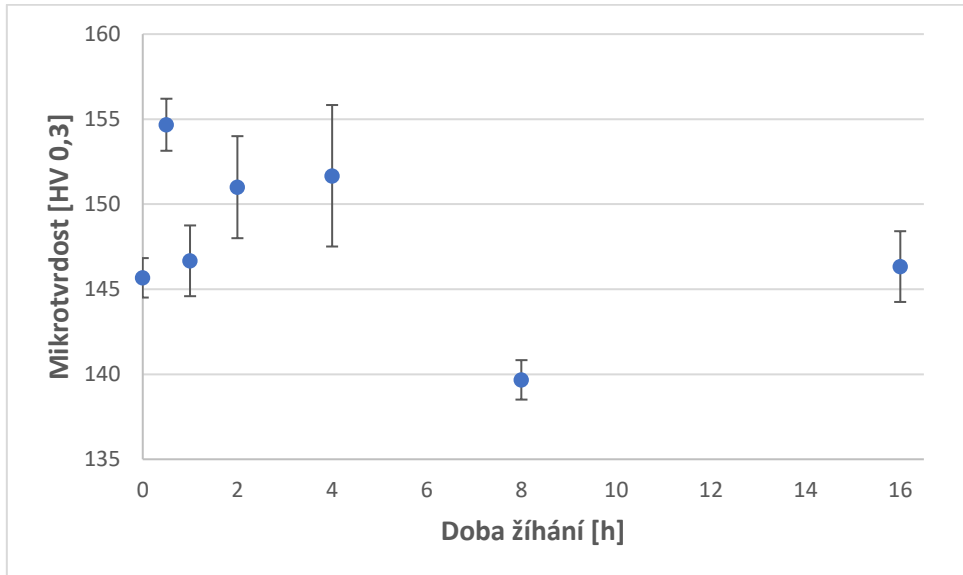


Obr. 27 Tvářená a vytvrzená slitina po šestnácti hodinách žíhání na 190 °C, zvětšení 1000x

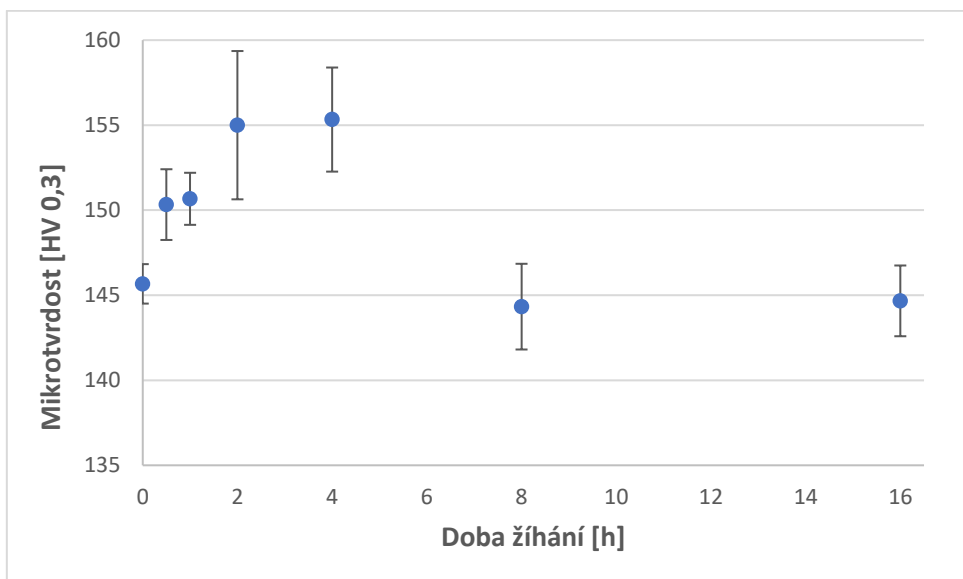


Obr. 28 Tvářená a vytvrzená slitina po šestnácti hodinách žíhání na 200 °C, zvětšení 1000x

Průběh mikrotvrdoti v závislosti na době žíhání byl vynesena do grafů na Obr. 29 a 30. Vliv žíhání na mikrotvrdoti při obou teplotách je obdobný. Počáteční hodnota mikrotvrdoti byla těsně nad 145 HV 0,3. S žíhacím časem mikrotvrdoti rostla a maxima dosáhla po čtyřech hodinách s hodnotou okolo 155 HV 0,3. Po delších žíhacích časech se mikrotvrdoti začala snižovat a nejnižší hodnoty byly naměřeny po nejdelším čase a to po šestnácti hodinách kdy mikrotvrdoti klesla na hodnotu okolo 145 HV 0,3.



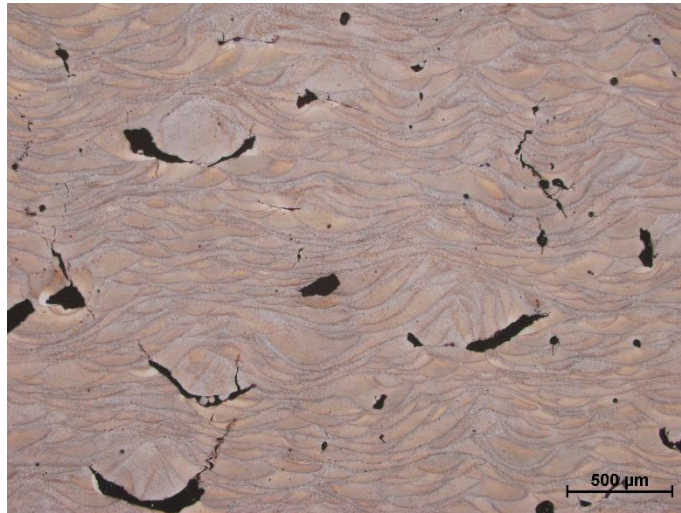
Obr. 29 Mikrotvrdoti tvářené a vytvrzené slitiny v závislosti na době žíhání při 190 °C



Obr. 30 Mikrotvrdoti tvářené a vytvrzené slitiny v závislosti na době žíhání při 200 °C

10.3) Vzorčky připravené SLM metodou

Obr. 31 až 36 zachycují mikrostrukturu slitiny 2618 připravenou aditivní technologií SLM po určité době žíhání za dané teploty. Ve všech případech jsou viditelné fúzní hranice. V tavných lázních je struktura materiálu tak jemnozrná, že je i při 1000x zvětšení je téměř nerozlišitelná. Zatímco po fúzních hranicích jsou vidět jemná kolumnární zrna. V materiálu se vyskytuje velké množství vad, které jsou zachyceny na Obr. 31.



Obr. 31 Slitina 2618 připravená pomocí SLM v nežíhaném stavu, zvětšení 50x



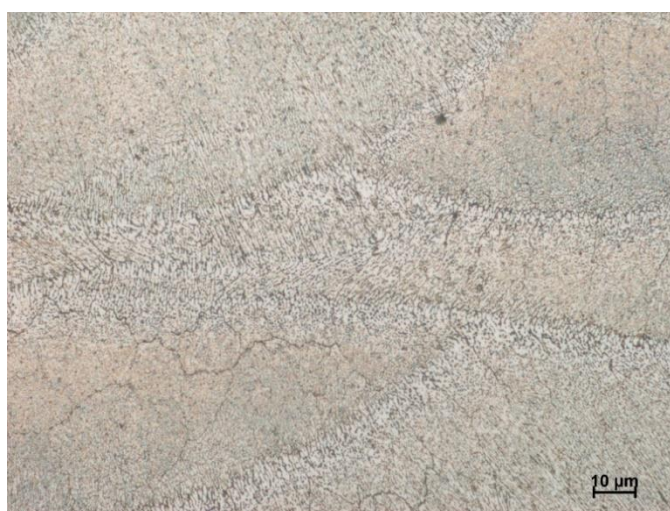
Obr. 32 Slitina 2618 připravená pomocí SLM v nežíhaném stavu, zvětšení 1000x



Obr. 33 Slitina 2618 připravená pomocí SLM po čtyřech hodinách žíhání na 190 °C, zvětšení 1000x



Obr. 34 Slitina 2618 připravená pomocí SLM po čtyřech hodinách žíhání na 200 °C, zvětšení 1000x

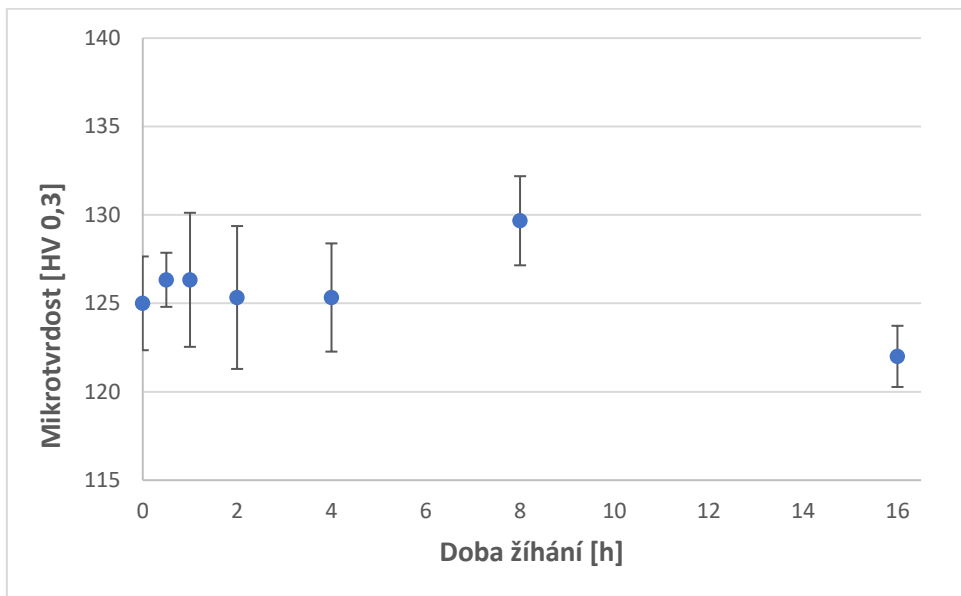


Obr. 35 Slitina 2618 připravená pomocí SLM po šestnácti hodinách žíhání na 190 °C, zvětšení 1000x

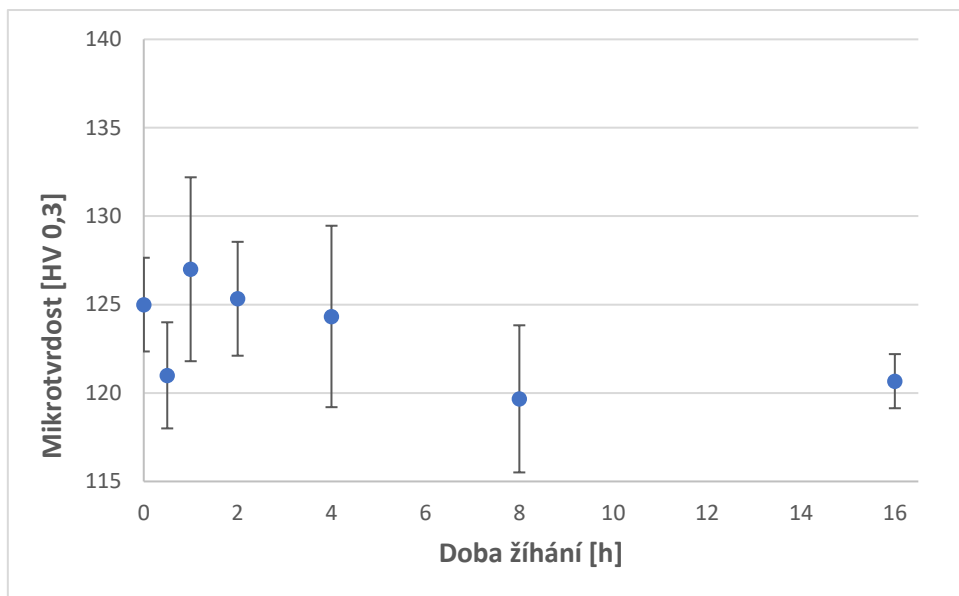


Obr. 36 Slitina 2618 připravená pomocí SLM po šestnácti hodinách žihání na 200 °C, zvětšení 1000x

Průběh mikrotvrlosti v závislosti na době žihání byl vynesena do grafů na Obr. 37 a 38. Vliv žihání na mikrotvrlost při obou teplotách byl opět obdobný. Počáteční mikrotvrlost byla 125 HV 0,3. Mikrotvrlost pozvolna rostla první hodinu žihání až na hodnoty mezi 125 a 130 HV 0,3. Po jedné hodině žihání mikrotvrlost začala naopak klesat a saturovat. Po šestnácti hodinách žihání byla zaznamenaná hodnota mikrotvrlosti mírně přes 120 HV 0,3.



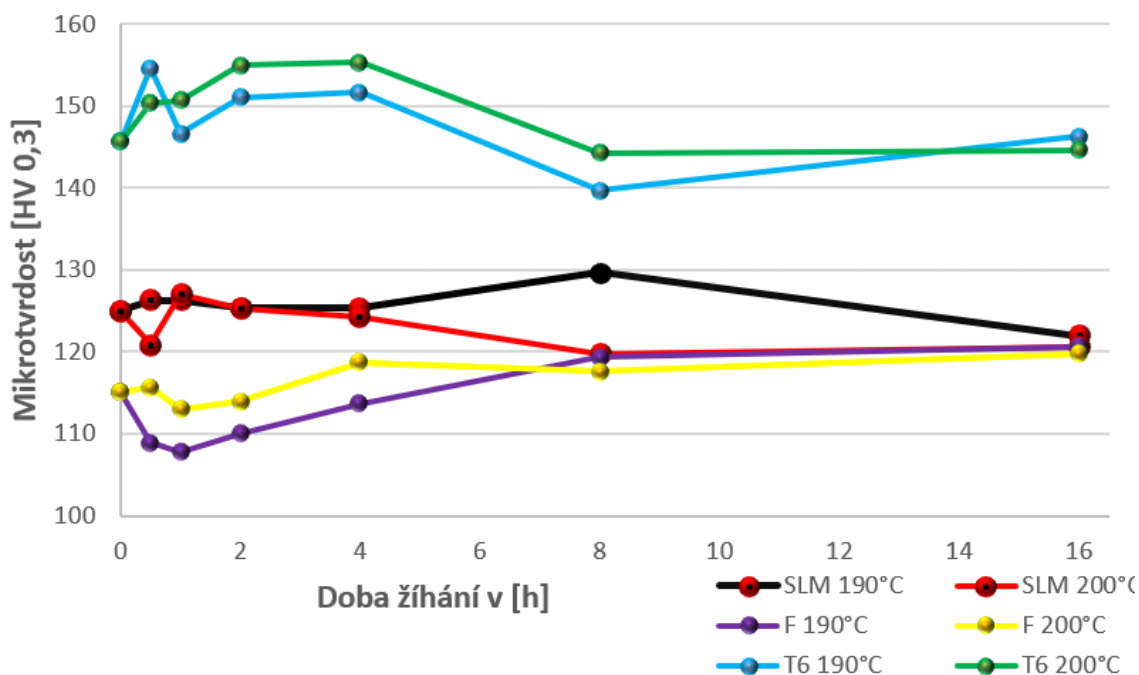
Obr. 37 Mikrotvrlost slitiny připravené pomocí SLM v závislosti na době žihání při 190 °C



Obr. 38 Mikrotvrdość slitiny připravené pomocí SLM v závislosti na době žihání při 200 °C

11) Diskuze

U všech vzorků v mikrostruktuře neprobíhají zjevně viditelné změny, ale jak ukazují výsledné průběhy mikrotvrdomosti na Obr. 39, pravděpodobně proběhly určité submikroskopické změny, protože v průběhu žíhání dochází ke změnám mikrotvrdomosti a nejspíše i k změnám ostatních mechanických vlastností.



Obr. 39 Porovnání mikrotvrdomosti mezi jednotlivými vzorky v závislosti na době žíhání za daných teplot

Tvářený materiál má v nežíhaném stavu mikrotvrdomost okolo 115 HV 0,3 díky deformačnímu zpevnění, které nastalo při tváření materiálu. Následné žíhání mohlo způsobit zotavení. To by odpovídalo nepatrnému poklesu mikrotvrdomosti. Pravděpodobně nastala také rekrystalizace. Hrubnutí zrn nebylo pozorováno, takže buď neproběhlo nebo proběhlo jen ve velmi malé míře. Mírný nárůst tvrdosti začal již po jedné hodině žíhání a pokračoval až do konce experimentálních časů. Tento nárůst mikrotvrdomosti by mohl být způsoben částečnou precipitací.

Tvářená a vytvrzená slitina má po vytvrzovacím procesu hrubší zrna, které obvykle znamená menší pevnost a tvrdost, ale v tomto případě jsou tyto mechanické vlastnosti zvýšeny precipitáty, právě precipitáty zajistily nejvyšší mikrotvrdomost (ze zde zkoumaných vzorků) s hodnotou blízkou 145 HV 0,3. V krátkých žíhacích časech byl zaznamenán nárůst mikrotvrdomosti. Což může být nejspíše důsledkem vyloučení zbytku precipitační fáze z tuhého roztoku. Při delších žíhacích časech dochází k poklesu mikrotvrdomosti nejspíše proto, že začaly probíhat některé odpeňovací pochody a také může docházet k nežádoucímu hrubnutí a shlukování precipitátů.

Slitina připravená pomocí SLM před žíháním vykazuje mikrotvrdotost okolo 125 HV 0,3. Mikrotvrdotost nedosahuje hodnot tvářené a vytvrzené slitiny, protože ve struktuře je mnohem méně precipitátů, ale zároveň dosahuje vyšších hodnot než slitina pouze tvářená, pravděpodobně díky velmi jemnozrnné struktuře. Dalším důvodem zvýšené mikrotvrdotosti by mohla být vnitřní napjatost vnesená do materiálu při procesu SLM. V grafu na Obr. 39 pozorujeme při všech delších časech velice mírný pokles mikrotvrdotosti, která bude nejspíše způsobena poklesem vnitřní napjatosti, zotavením a možnou lokální rekrytalizací za předpokladu splnění minimální deformace.

Odchytky některých hodnot v grafu jsou způsobeny malým počtem vtisků. Taky je potřeba podotknout, že v případech tvářené slitiny a slitiny připravené SLM metodou se změna mikrotvrdotosti pohybuje v rozmezí 10 HV 0,3 což je v technické praxi téměř nevýznamné. Celkově jsou změny v mikrostruktuře nepozorovatelné a je možné z tohoto hlediska označit slitinu 2618 ve všech třech zkoumaných stavech za relativně stabilní do 200 °C. Pro případné reálné použití by bylo vhodné prošetřit další mechanické vlastnosti. Protože během tepelného působení mohlo dojít k jejich změně a samotná tvrdost neposkytuje dostatečné informace o materiálu.

12) Závěr

- Slitina 2618 ve třech stavech SLM, F a T6 byla žíhána při 190 °C a 200 °C po dobu 16 hodin.
- Metalografická analýza neukázala žádné výrazné změny v mikrostruktuře.
- Zkouška mikrotvrdomosti zaznamenala změny mechanických vlastností.
- Z tohoto důvodu by se mělo jednat o změny na submikroskopické úrovni. Pravděpodobně se jedná o některé z odpevňovacích pochodů jako je zotavení a možné počátky rekrystalizace.
- Celkově jsou změny natolik malé (v mikrostruktuře nepozorovatelné a v mikrotvrdomosti u tvářené a připravené SLM metodou je v rozmezí 10 HV 0,3), že je možné z tohoto hlediska označit slitinu 2618 ve všech třech zkoumaných stavech za relativně stabilní, a tím pádem použitelnou pro určité aplikace i za zvýšených teplot do 200 °C (při dané volbě kritérií).

Použitá literatura

- [1] All about 3D printing [online]. _: All about 3D printing, 2019 [cit. 2019-11-21]. Dostupné z: <http://allabout3dprinting.com/types-of-3d-printing/>
- [2] NELLI, F. Rapid Prototyping. [online]. [cit. 2020-01-17]. Dostupné z: <http://www.meccanismocomplesso.org/en/rapid-prototyping/>
- [3] ROUČKA, J. Metalurgie neželezných slitin. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2004. ISBN 80-214-2790-6.
- [4] KŘÍŽ, R.; VÁVRA, P. Strojírenská příručka-3.svazek. Praha : Scientia, 1993. 254 s. ISBN 80-85827-23-9.
- [5] HOMOLA, J. Aditivní výroba. <https://www.3d-tisk.cz> [online]. 2013, 26.2.2013 [cit. 2019-11-21]. Dostupné z: <https://www.3d-tisk.cz/aditivni-vyroba/>
- [6] WONG, KAUFUI V. a A. HERNANDEZ. A Review of Additive Manufacturing. DOI: 10.5402/2012/208760. ISBN 2090-5130. Dostupné také z: <https://www.hindawi.com/archive/2012/208760/>
- [7] SEIDEL, Ch. *ISO/TC 261 Additive manufacturing* [online]. [cit. 2019-11-21]. Dostupné z: <https://committee.iso.org/home/tc261>
- [8] OLAKANMI, E. O.; R. F. COCHRANE and K. W. DALGARN. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. *Progress in Materials Science* [online]. 2015, 74, 401-477 [cit. 2019-11-21]. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002. ISSN 00796425.
- [9] Easycnc.cz [online]. [cit. 2020-01-17]. Dostupné z: <https://www.easycnc.cz/inpage/informace-o-technologiich-3d-tisku/>
- [10] AZoM. *AZO Materials* [online]. [cit. 2020-02-21]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=18967>
- [11] KOUTNÝ, D., D. PALOUŠEK, L. PANTĚLEJEV, Ch. HOELLER a R. PICHLER. Influence of Scanning Strategies on Processing of Aluminium Alloy EN AW 2618 Using Selective Laser Melting. *Materials*. 2018, 2018(11), 2 - 18. DOI: 10.3390/ma11020298
- [12] TAKATA, N., H. KODAIRA, K. SEKIZAWA, A. SUZUKI a M. KOBASHI. Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science & Engineering A. Japan*, 2017, 2017(A 704), 218-228
- [13] WANG, Z., Z. XIAO, Y. TSE, Ch. HUANG and W. ZHANG. Optimization of processing parameters and establishment of a relationship between microstructure and mechanical properties of SLM titanium alloy. *Optics & Laser Technology* [online]. 2019, 112, 159-167 [cit. 2019-11-21]. DOI: 10.1016/j.optlastec.2018.11.014. ISSN 00303992.
- [14] WANG, M., B. SONG, Q. WEI, Y. ZHANG and Y. SHI. Effects of annealing on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted AlSi7Mg alloy.

- Materials Science and Engineering: A [online]. 2019, 739, 463-472 [cit. 2019-11-21]. DOI: 10.1016/j.msea.2018.10.047. ISSN 09215093.
- [15] GHAINI, F. MALEK. The relation between liquation and solidification cracks in pulsed laser welding of 2024 aluminium alloy. *Materials science and engineering*. Lausanne: Elsevier Sequoia, 2009, s. 167–171. ISBN 0921-5093. ISSN 0921-5093.
- [16] LI, R., J. LIU, Y. SHI, L. WANG a W. JIANG. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* [online]. 04-2012, (Volume 59), 1025-1035 [cit. 2019-11-21]. DOI: 10.1007/s00170-011-3566-1.
- Dostupné z: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007%2Fs00170-011-3566-1.pdf>
- [17] LOUVIS, E., P. FOX a Ch. J SUTCLIFFE. Selective laser melting of aluminium components. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2010, 2011,1-10 [cit.2020-01-14]. DOI:<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.09.019>.
- [18] VOJTĚCH, D. *Kovové materiály 1*. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2006. ISBN 80-7080-600-1.
- [19] LEINVEBER, J. a P. VÁVRA. *Strojnické tabulky: učebnice pro školy technického zaměření*. Šesté vydání. Úvaly: Albra, 2017. ISBN 978-80-7361-111-8.
- [20] ČECH, J., Zotavení a rekrytalizace austenitické oceli 08Cr18Ni10T [online]. Brno, 2019 [cit. 2019-05-23]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/112977>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Rudolf Foret.
- [21] SEDLÁČEK, V., Zotavení a rekrytalizace. Praha: Academia, 1985.
- [22] PLUHAR, J., *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu: celostátní vysokoškolská učebnice pro strojní a hutní fakulty vysokých škol technických*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1987.
- [23] PANTĚLEJEV, L., O. MAN a L. KUNZ. *Study of Thermal Stability of Ultrafine-Grained Copper by means of Electron Back Scattering Diffraction*. 2010, (Volume 51), Pages 209-213. DOI: <https://doi.org/10.2320/matertrans.MC200909>.