

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

# **DIPLOMOVÁ PRÁCE**

Využití 3D tisku k výrobě vzorků z prášků slinutých karbidů

Autor: **Bc. Matěj KOTRBA**

Vedoucí práce: **prof. Dr. Ing. Antonín KŘÍŽ**

Akademický rok 2016/2017

## **Prohlášení o autorství**

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou/diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni. Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

**V Plzni dne:** .....

.....

**podpis autora**

## **Poděkování**

Na tomto místě bych rád poděkoval všem, kteří přispěli k úspěšnému dokončení této diplomové práce. Jmenovitě vedoucímu práce, panu prof. Dr. Ing. Antonínu Křížovi za poskytnuté konzultace, kritickou zpětnou vazbu a výborné vedení během diplomové práce. Dále konzultantovi, panu Ing. Davidu Bricínovi za poskytnuté rady, pomoc v experimentální části a trpělivost při konzultacích. Dále bych rád poděkoval Katedře materiálů a strojírenské metalurgie na ZČU v Plzni za možnost využít ke zpracování experimentální části DP její prostory a experimentální vybavení. Dále také všem jejím členům za vstřícné a ochotné jednání. Poděkování patří i panu Jiřímu Šafkovi a Michalu Ackermannovi z TU Liberec, Ústavu nanomateriálů, za poskytnutou pomoc s 3D tiskem vzorků. A v neposlední řadě děkuji celé své rodině a blízkým za poskytnutou podporu během celého studia na Západočeské univerzitě v Plzni. Vznik této diplomové práce byl umožněn na základě řešení studentského projektu SGS – 2015/2016 „Analýza povrchů konstrukčních celků a nástrojů metodou integrity povrchu a dopady na užité vlastnosti“.

# ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	Příjmení Kotrba	Jméno Matěj	
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	Příjmení (včetně titulů) Prof. Dr. Ing. Kříž	Jméno Antonín	
<b>PRACOVISŤE</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<del>BAKALÁŘSKÁ</del>	Nehodící se škrtněte
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Využití 3D tisku k výrobě vzorků z prášků slinutých karbidů		

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2017
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

## POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	56	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	50	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	6
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

<b>STRUČNÝ POPIS</b>  <b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL</b> <b>POZNATKY A PŘÍNOSY</b>	<p>Tato práce se zaměřuje na 3D tisk slinutých karbidů technologií SLM – Sintering Laser Melting a navazuje na již provedené experimenty ze zahraničí.</p> <p>Cílem práce bylo zhotovit slinutý karbid technologií SLM a provést u něj testování pórovitosti a korozní odolnosti. Dále zjistit, jak vstupní parametry 3D tisku ovlivňují tyto zjištěné hodnoty.</p>
<b>KLÍČOVÁ SLOVA</b>	3D tisk, slinutý karbid, SLM, korozní odolnost, pórovitost

## SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

<b>AUTHOR</b>	Surname Kotrba	Name Matěj	
<b>FIELD OF STUDY</b>	3911T016 “ Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
<b>SUPERVISOR</b>	Surname (Inclusive of Degrees) Prof. Dr. Ing. Kříž	Name Antonín	
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>	Delete when not applicable
<b>TITLE OF THE WORK</b>	Using 3D printing to produce elements from sintered carbides.		

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	Material Science and Technology	<b>SUBMITTED IN</b>	2017
----------------	---------------------------	-------------------	---------------------------------------	---------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	56	<b>TEXT PART</b>	50	<b>GRAPHICAL PART</b>	6
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

<b>BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	<p>This thesis focuses on 3D printing of sintered carbides by SLM technology - Sintering Laser Melting and builds on experiments from abroad.</p> <p>The purpose of this thesis was to make sintered carbide using SLM technology and to perform porosity and corrosion resistance testing. Next, determine how the input parameters affect these detected values.</p>
<b>KEY WORDS</b>	3D printing, sintered carbide, SLM, corrosion resistance, porosity

## Obsah

<b>Seznam použitých zkratk a symbolů .....</b>	<b>8</b>
<b>1 Úvod.....</b>	<b>9</b>
<b>TEORETICKÁ ČÁST .....</b>	<b>10</b>
<b>1 Slinuté karbidy .....</b>	<b>10</b>
1.1 Historie slinutých karbidů .....	11
1.2 Výroba slinutých karbidů .....	12
1.2.1 Výroba kovového prášku mletím .....	12
1.2.2 Slinování.....	14
1.3 Vlastnosti slinutých karbidů na bázi WC – Co.....	15
1.3.1 Mechanické vlastnosti .....	16
1.4 Porovnání konvenčního slinování a technologie SLM.....	17
<b>2 3D tisk.....</b>	<b>19</b>
2.1 Historie 3D tisku.....	19
2.2 Rapid Prototyping.....	19
2.2.1 Pre-processing .....	20
2.2.2 Processing.....	20
2.2.3 Post-processing.....	21
<b>3 SLM – selektivní laserové tavení.....</b>	<b>21</b>
3.1 Provedené experimenty .....	21
3.2 Pracovní proces technologie SLM.....	22
3.3 Fyzikální jevy při procesu .....	24
3.3.1 Absorpce energie.....	25
3.4 Vliv parametrů technologie SLM na vlastnosti materiálu.....	27
<b>EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....</b>	<b>28</b>
<b>4 3D tisk vzorků.....</b>	<b>28</b>

4.1	Vstupní prášková směs .....	28
4.2	3D tiskárna.....	30
4.3	Zvolené parametry tisku .....	32
4.4	Hotové vzorky .....	34
4.4.1	Testované vzorky .....	34
4.4.2	Hustota vzorků .....	35
4.4.3	Mechanické vlastnosti vzorků.....	35
<b>5</b>	<b>Testování pórovitosti.....</b>	<b>36</b>
5.1	Pórovitost slinutých karbidů.....	36
5.2	Měření pórovitosti .....	36
5.2.1	3D obrazová rekonstrukce.....	36
5.2.2	Analýza podílu fází .....	40
<b>6</b>	<b>Testování korozní odolnosti.....</b>	<b>44</b>
6.1	Koroze .....	44
6.2	Koroze slinutých karbidů.....	44
6.3	Metoda lineární polarizace .....	45
6.3.1	Příprava vzorků .....	45
6.3.2	Experimentální zařízení.....	45
6.3.3	Korozní prostředí.....	46
6.3.4	Popis metody .....	46
6.3.5	Zvolené parametry korozního testování.....	48
6.4	Naměřené hodnoty korozní odolnosti.....	48
<b>7</b>	<b>Diskuze výsledků .....</b>	<b>50</b>
<b>8</b>	<b>Závěr.....</b>	<b>53</b>
<b>9</b>	<b>Použitá literatura.....</b>	<b>55</b>

## Seznam použitých zkratk a symbolů

Zkratka / Symbol	Jednotka [-]	Popis
SK		Slinutý karbid
SLM		Sintering laser melting / Selektivní laserové tavení
SLS		Selective laser sintering / Selektivní laserové spékání
WC		Karbid wolframu
Co		Kobalt
Ni		Nikl
Fe		Železo
Mn		Mangan
Na		Sodík
Cl		Chlór
HV		Tvrdost dle Vickerse
HRA		Tvrdost dle Rockwella
RP		Rapid Prototyping
CAD		Computer aided design
STL		Standard template library
EDM		Electro discharge machining / Elektroerozivní obrábění drátem
T	°C	Teplota
t	s	Čas
V	l	Objem
$\rho$	g/cm <sup>3</sup>	Hustota
$\sigma_p$	MPa	Pevnost v tlaku
E <sub>kor</sub>	mV	Elektrochemický korozní potenciál
R <sub>p</sub>	$\Omega \cdot \text{cm}^2$	Polarizační odpor
v <sub>kor</sub>	$\mu\text{m}/\text{rok}$	Rychlost koroze



## 1 Úvod

3D tisk je v dnešní době široce využívaný a progresivní způsob výroby strojních součástí. Nachází široké uplatnění v oborech jako architektura, lékařství, strojírenství, ale také ve vojenském či kosmickém průmyslu. 3D tisk nachází uplatnění jak v malosériové výrobě, kde by aplikace jiného způsobu výroby byla finančně nevýhodná, tak při výrobě tvarově složitých součástí, kdy by výroba jinými způsoby byla velice obtížná na provedení.

Oblast 3D tisku plastů je v dnešní době již velmi rozšířená a velmi dobře popsána. Naproti tomu oblast 3D tisku slinutých karbidů je zcela nová. V zahraničí byly provedeny experimenty, které zkoumaly, zda lze 3D tiskem slinutý karbid vůbec vyrobit. Dále zkoumaly, zda materiál tisknutý při zvolených parametrech lze pro praxi použít a jak tyto parametry ovlivňují vlastnosti tisknutého materiálu. Nejdále je tato problematika řešena na univerzitách a výzkumných pracovištích v Německu – konkrétně Fraunhofer IPT v Aachenu, Fraunhofer IPK v Berlíně, IWB v Mnichově a BIAS v Brémách. Stále však nebylo nalezeno takové řešení, aby tisknutý materiál technologií SLM vyhovoval představám z praxe. Často dochází k nevhodně zvolené vstupní energii laseru, nevhodně zvolené tloušťce práškové vrstvy nebo nevhodně zvolené ochranné atmosféře. Nejčastějším důsledkem je pak značná pórovitost tisknutého materiálu a nevyhovující mechanické vlastnosti. Proto je v oblasti 3D tisku slinutých karbidů stále prostor pro výzkum a vývoj.

Cílem diplomové práce bylo na základě provedené literární rešerše vysvětlit základní teorii slinutých karbidů a jejich výrobu, základní principy 3D tisku včetně popsání zvolené metody pro experimentální část, SLM – Sintering Laser Melting. Tato metoda byla zvolena proto, že je jedna z mála technologií, která je použitelná pro zpracování slinutých karbidů, a také proto, že je k dispozici na několika univerzitách v ČR, včetně ZČU v Plzni.

Cílem bylo zhotovit vzorky ze slinutých karbidů z práškové směsi WC – Co metodou SLM, při zvolených vstupních parametrech, které navazují na již provedené experimenty ze zahraničí. Tyto vzorky následně podrobit daným experimentům – testování pórovitosti materiálu a testování korozní odolnosti. Zjištěné výsledky poté korelovat se zvolenými vstupními parametry a zjistit, jakým způsobem výsledky ovlivňují.

## TEORETICKÁ ČÁST

Cílem teoretické části, která slouží jako podklad pro část experimentální, je vysvětlit teorii slinutých karbidů (dále jen SK), popsat jejich historický vývoj, vybrané kapitoly výroby a mechanické vlastnosti. Dále vysvětlit princip 3D tisku, popsat konkrétní použitou technologii SLM a vysvětlit problematiku výroby SK touto technologií. Jaké jsou s výrobou SK dosavadní zkušenosti, kdo dané experimenty již provedl v zahraničí a jaké jsou získané výsledky.

### 1 Slinuté karbidy

Tato kapitola popisuje první ze dvou důležitých témat této práce, jejichž pochopení je důležité pro orientaci v experimentální části. Vysvětluje historii, výrobu a mechanické vlastnosti SK.

Slinutý karbid je kompozitní dvoufázový materiál vyrobený ze dvou složek – tvrdého kovu a pojiva. Používané kovy jako wolfram, titan, niob, tantal, vanad, chrom, zirkon, molybden mají vysokou tvrdost a vysokou teplotu tavení. Všechny tyto kovy mají vysokou afinitu k uhlíku a tvoří s ním stabilní karbidy (karbidické fáze), proto se označují jako karbidotvorné<sup>1</sup>.

Druhou složku SK tvoří pojivo. Nejčastěji používanými kovy pro funkci pojiva jsou kovy z tzv. „triády“ železa – Ni, Co, Fe. Kobalt se používá nejčastěji, protože má nejlepší smáčivost<sup>2</sup>. Jeho teplota tání je 1495 °C. Ve srovnání s železem je kobalt méně reaktivní, na vlhkém vzduchu nekoroduje. Zajišťuje soudržnost tvrdých karbidických částic a zvyšuje houževnatost SK. Nikl se používá jako pojivo u SK, kde je potřeba zajistit vyšší korozní odolnost. Avšak oproti SK s kobaltovým pojivem mají horší mechanické vlastnosti, zejména nižší tvrdost a houževnatost. Železo se používá jako pojivo SK, ale nikdy ne samostatně. Používá se společně buď s niklem, nebo s manganem. V porovnání s kobaltovým pojivem dosahují tyto SK na bázi Fe-Mn vyšších hodnot tvrdosti a nižších hodnot pevnosti. Pro tuto diplomovou práci byl jako pojivo zvolen pro jeho výbornou smáčivost kobalt. Smáčivost je důležitá při vlastním procesu laserového tavení práškové směsi, protože tepelný proces probíhá extrémně krátkou dobu a proto je výhodné mít co nejlepší smáčivost. [1, 2]

---

<sup>1</sup> Uvedené kovy tvoří kromě uhlíku sloučeniny i s dusíkem a vytváří tak nitridy.

<sup>2</sup> Smáčivost je schopnost kapaliny (taveniny) udržovat kontakt s pevným povrchem a je definována kontaktním úhlem.

## 1.1 Historie slinutých karbidů

Počátky SK zasahují až do konce 19. století, kdy se vynálezci a inženýři pokoušeli vyrobit umělý diamant. Vzhledem k tehdejší úrovni znalostí se jim to nepovedlo a objevili pouze materiály jako karbidy, boridy a silicidy. Ty vykazovaly vysokou tvrdost i vysokou teplotu tavení. Na počátku 20. století se podařilo vyrobit z wolframového prášku žhavicí vlákno a započal rozvoj technologie výroby řezných nástrojů na bázi karbidu wolframu (WC). Ten byl na svou dobu velmi tvrdý a odolný proti opotřebení. Poprvé byl využit pro drátové průvlaky vyrobené odléváním. Vývoj SK znázorňuje tab. 1. [1, 3]

**Tab. 1** – Historický vývoj slinutých karbidů. [1]

Rok	Nový materiál, technologie
1923 – 1925	WC – Co
1929 – 1931	WC – TiC – Co
1930 – 1931	WC – TaC (VC, NbC) – Co
1933	WC – TiC – TaC (NbC) – Co
1938	WC – Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> – Co
1947 – 1970	Submikrometrové WC – Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> – Co
1956	WC – TiC – TaC (NbC) – Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>
1959	WC – TiC – HfC – Co
1965 – 1975	Vysokoteplotní izostatické lisování (HIP)
1965 – 1978	TiC, TiN, Ti (C, N), HfC, HfN, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CVD povlaky na SK WC – Co
1968 – 1969	WC – TiC – TaC (NbC) – HfC – Co
1969 – 1971	Termochemické povrchové kalení
1969 – 1979	Komplexní karbidy s přísadou Ru
1972	Submikrometrový slinutý karbid WC – Co
1973 – 1978	Vícevrstvé povlaky (karbidy, karbonitridy, vícenásobné karbidy)
1974 – 1977	Vrstvy polykrystalického diamantu na bázi WC – Co
1995	Funkčně gradientní slinuté karbidy (gradientní struktura), Japonsko

## 1.2 Výroba slinutých karbidů

Slinuté karbidy se běžně vyrábějí různými metodami a technologiemi práškové metalurgie. Jeden z běžně využívaných procesů zpracování SK se skládá z několika částí – *výroba kovového prášku, lisování, slinování a finální úpravy výrobků (obrábění či povlakování)*. Výroba práškové směsi Ceratizit CTE60A, která byla použita v experimentální části, probíhala v mlecích agregátech a proto je tato problematika více rozepsána. Stejně tak pro lepší pochopení výroby SK metodou 3D tisku je rozepsána kapitola konvenčního slinování. [4, 5]

### 1.2.1 Výroba kovového prášku mletím

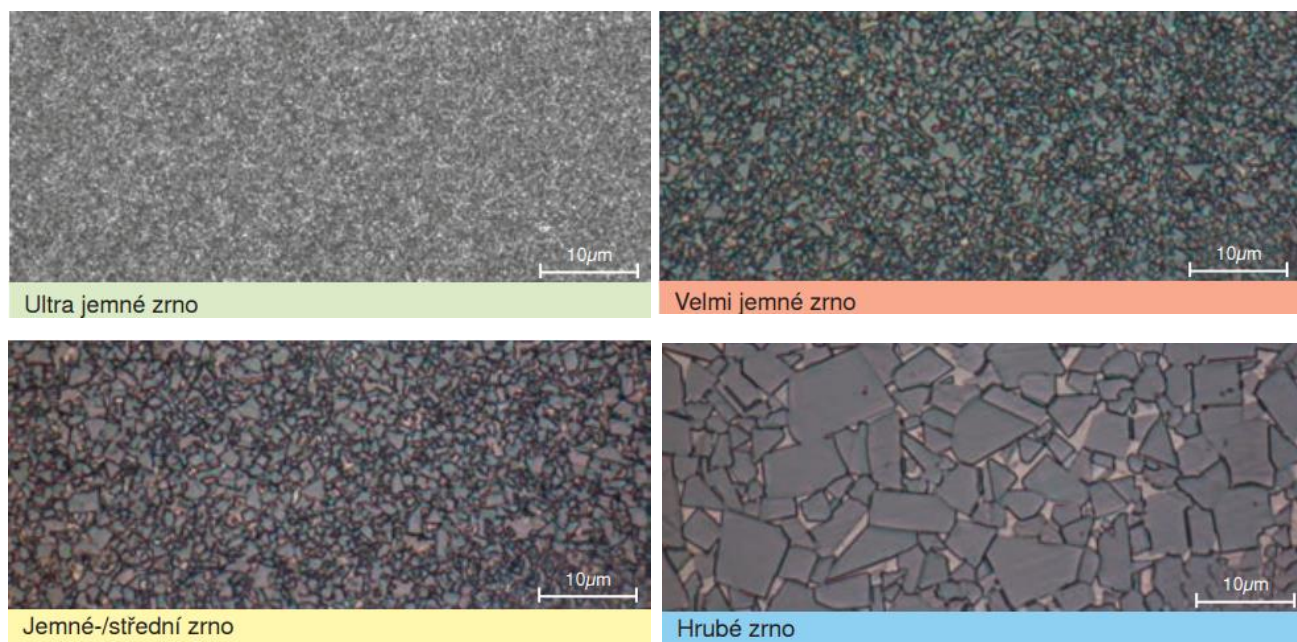
Způsoby výroby kovových prášků lze rozdělit na *fyzikálně chemické* (mletí, rozprašování tekutého kovu, kondenzace z plynné fáze), *chemické a elektrochemické* (chemická redukce a rozklad, elektrolytická redukce, selektivní rozpouštění) a *fyzikálně chemické* (plazmovým obloukem). [4]

Pro výrobu kovového prášku na bázi WC – Co jsou nejpoužívanějšími nerosty wolframit a scheelit. Z jejich koncentrátu se získává roztok parawolframanu amonného, který je jednou z počátečních surovin pro výrobu prášku. Následně po sekvenci postupných rozpouštění, precipitací a separací lze získat oxid wolframový ( $WO_3$ ), který je mimořádně čistý s minimálními stopami nečistot. Redukcí oxidu wolframového ve vodíku se získá čistý wolframový prášek. [4]

Metoda výroby kovového prášku mletím je časově nejnáročnější proces během výroby SK, může trvat až několik dní. Principem výroby kovového prášku mletím je působení kinetické energie mlecích tělísek (nejčastěji ze SK pro zachování požadované čistoty) v mlecích agregátech, kde dochází ke zpevňování jednotlivých částic až do vyčerpání jejich plastických vlastností. Koncentrace poruch a zvýšená vnitřní energie dosáhne kritických hodnot, jež dávají vznik křehkým mikro- a makrotrhlinám. Důsledkem toho vznikají jemné částice práškové směsi (dělení dle velikosti zrna viz obr. 1 a tab. 2)<sup>3</sup>. [4, 6]

---

<sup>3</sup> Konkrétní popis zvolené práškové směsi v experimentální části viz kapitola 4.1 Vstupní prášková směs.



**Obr. 1** – Mikrostruktury práškových směsí Ceratizit dle hrubosti prášku. [7]

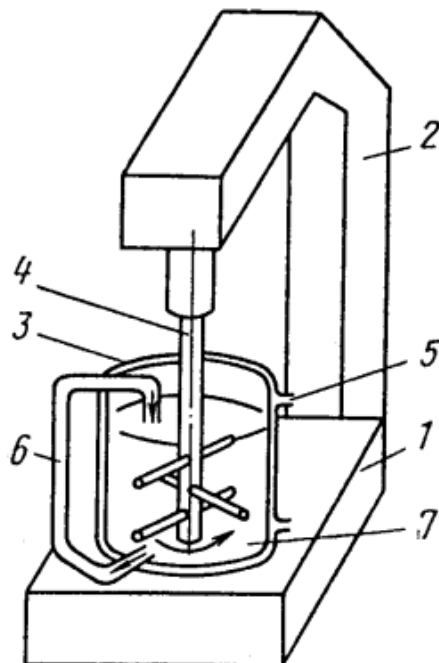
**Tab. 2** – Rozdělení práškových směsí SK dle velikosti zrna. [5]

Nano	Velmi jemný	Jemnější	Jemný	Střední	Hrubý	Extra hrubý
< 0,2 μm	0,2 až 0,5 μm	0,5 až 0,8 μm	0,8 až 1,3 μm	1,3 až 2,5 μm	2,5 až 6 μm	>0,6 μm

Mletí se provádí za sucha nebo za mokra, přičemž za sucha se příliš nepoužívá. Důvodem je riziko vzniku nežádoucích oxidů vlivem atmosféry. K mletí se používá kulových, vířivých, kladívkových a vibračních mlýnů<sup>4</sup>. Konstrukce může být s plynulým nebo přetržitým provozem. Použití povrchově aktivní tekutiny urychluje proces disperzity a snižuje povrchovou energii částic a tím zabraňuje jejich opětovnému hrubnutí. Zvláště mokré mletí je umožněno v tzv. attritorech, kde je mletí způsobeno třením mezi mokrou vsázkou a drobnými kuličkami. Tímto způsobem lze získat částice o velikosti pod 2 μm. Po mletí za mokra musí vždy následovat sušení pro odstranění vlhkosti<sup>5</sup>. [4, 6]

<sup>4</sup> Kvůli ochraně know – how společnosti Ceratizit nelze přesně popsat způsob výroby práškové směsi CTE60A.

<sup>5</sup> Měření vlhkosti prášku se měří na analyzátoru vlhkosti a slouží ke stanovení aktuální vlhkosti. Doba měření je přibližně 5 minut při teplotě 100 °C.



**Obr. 2** – Schéma mlecího attritoru: 1 – základ, 2 – stojan, 3 – mlecí váleček, 4 – hřídel míchání, 5 – chladicí voda, 6 – oběh mlecí kapaliny, 7 – mlecí kuličky, vsázka a kapalina. [4]

### 1.2.2 Slinování

Slinování je finální proces práškové metalurgie<sup>6</sup>, ve kterém SK získávají své vlastnosti. Při procesu slinování dochází ke spojení roztaveného kobaltového pojiva s karbidem wolframu WC. Slinování probíhá ve slinovací peci při teplotách 0,65 až 0,80 složky s nejvyšší teplotou tavení<sup>7</sup>. [6]

Celý proces slinování se dělí na předslinování a slinování. Ve fázi předslinování je z výlisku, získaného při předchozí operaci lisování, odstraněn plastifikátor<sup>8</sup> při teplotách 700 až 850 °C. Slinování je velmi náročný proces, kdy finální SK vzniká v důsledku změn, které jsou podmíněny fázovým diagramem dané směsi a také fyzikálně – chemickými pochody. [6]

Při slinování se výlisek postupně zahřívá a při teplotách 1150 až 1300 °C dochází k aktivnímu smršťování pórovitého výlisku a tvoření tuhých roztoků na bázi kobaltu. Po dosažení teploty

<sup>6</sup> Poslední tepelný proces, tím úplně posledním mohou být finální úpravy.

<sup>7</sup> Pokud je teplota ještě vyšší, jedná se o slinování za vzniku kapalné fáze.

<sup>8</sup> Plastifikátor se do práškové směsi přidává pro snadnější lisování. Snižuje tření mezi povrchem lisovacích forem a lisovaným práškem. Také usnadňuje vzájemný skluz částic, čímž zvyšuje stupeň zhutnění.

eutektika dochází k vytvoření tekuté fáze, přičemž dochází k intenzivnímu smáčení povrchu WC zrn pojivem, kdy tento jev je spojen s působením kapilárních sil. Důsledkem toho dochází ke zhutňování materiálu. Zhutnění může být úplné nebo neúplné. Úplného zhutnění materiálu<sup>9</sup> lze dosáhnout, když je obsah kobaltu v práškové směsi 25 až 35 %. Pokud je obsah pojiva menší, dochází pouze k neúplnému zhutnění. Ve vazbě na experimentální část a použitou směs Ceratizit CTE60A (30 % kobaltového pojiva) to znamená, že by mělo teoreticky dojít k úplnému zhutnění. Úplného zhutnění v praktické části nebylo dosaženo především kvůli zbytkové vlhkosti práškové směsi, která ovlivnila pórovitost materiálu. [6]

Hnací silou procesu slinování je povrchová energie práškové směsi. V případě této práce je použita prášková směs hrubozrnná, tzn. má menší povrchovou energii, a proto by byl průběh slinování z této směsi pomalejší, než v případě jemnozrnného prášku. [6]

Slinování může probíhat buď v ochranné atmosféře vodíku, nebo ve vakuu<sup>10</sup>. To je výhodnější pro výrobu např. vyměnitelných břitových destiček. V experimentální části byly ochrannými atmosférami plyny argon a dusík. Oba dva plyny jsou inertní vůči použité práškové směsi, a proto nedochází v případě dusíku k nanitridování nebo v případě argonu legování. [6]

### 1.3 Vlastnosti slinutých karbidů na bázi WC – Co

Vlastnosti SK se značně liší dle použité výrobní metody. Jiné vlastnosti má SK vyrobený konvenční metodou slinování a jiné má SK vyrobený 3D tiskem, technologií SLM. Zda jsou vlastnosti žádoucí či nežádoucí nelze vždy jednoznačně rozhodnout. Záleží na praktické aplikaci materiálu. V případě této diplomové práce je uvažovanou praktickou aplikací tisknutého materiálu obráběcí nástroj.

Výsledné vlastnosti SK závisí na zvolených parametrech 3D tisku (např. vstupní energie laseru, použitá ochranná atmosféra) a na vlastnostech práškové směsi (např. obsah kobaltového pojiva ve směsi nebo velikost zrna). Zde je pro orientaci v následujícím textu nutné poznamenat, že použitá prášková směs v experimentální části má obsah kobaltového pojiva 30 % a jedná se o hrubozrnný prášek o velikosti zrna 6 a více mikronů. [1]

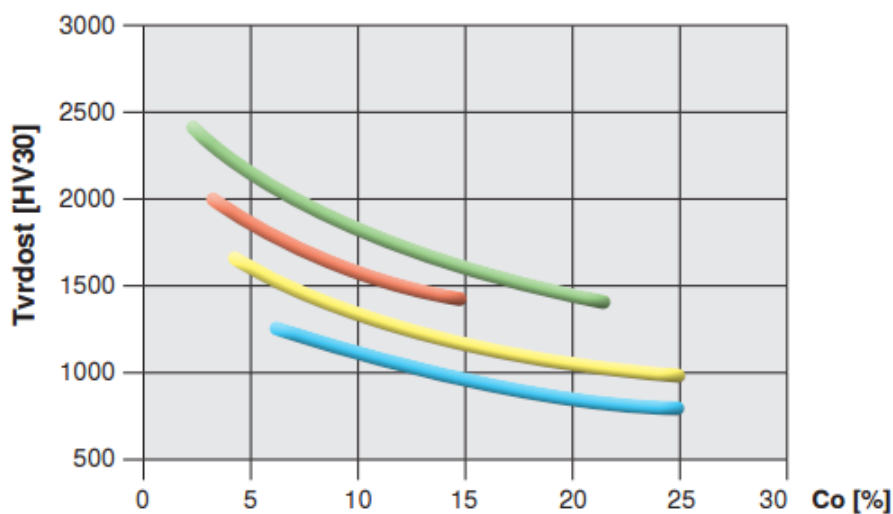
---

<sup>9</sup> Zhutnění materiálu se blíží 100 %.

<sup>10</sup> Slinovací pece využívají i kombinace ochranné atmosféry na začátku procesu a vakua na konci. Častější jsou však plně vakuové slinovací pece.

### 1.3.1 Mechanické vlastnosti

**Tvrдость** – ta je dána především obsahem kobaltového pojiva, velikostí zrna karbidické fáze a teplotou. Se zvyšující se teplotou (např. při použití na obráběcí nástroje) tvrdost poměrně rychle klesá. SK nejjemnějších struktur mají velmi dobrou tvrdost až do teploty 800 – 900 °C. Tvrдость klesá se zvyšující se velikostí zrna a se zvyšujícím se obsahem kobaltového pojiva (viz obr. 3). Modrá křivka prezentuje hrubozrnnou směs, žlutá směs s jemným až středním zrnem, červená směs s velmi jemným zrnem a zelená s ultra jemným zrnem (viz obr. 1). Obvykle hodnoty tvrdosti SK dosahují 780 – 1850 HV. [1, 6]



**Obr. 3** – Závislost obsahu kobaltového pojiva v práškové směsi a tvrdosti materiálu. [7]

**Pevnost v ohybu** – roste se zvyšujícím se obsahem kobaltového pojiva (maximum při obsahu 16 – 18 % Co, při dalším zvyšování pevnost klesá. Stejně tak klesá se zvyšující se teplotou. Nově vyráběné SK dosahují pevnosti 2000 – 4700 MPa. [1, 6]

**Pevnost v tlaku** – při srovnání s jinými technickými materiály mají SK výrazně vyšší pevnost v tlaku. Stejně jako většina mechanických vlastností závisí na obsahu kobaltového pojiva, velikosti zrna karbidické fáze a teplotě. Pevnost v tlaku klesá s rostoucím obsahem pojiva, s rostoucí velikostí zrna a se zvyšující se teplotou. Rozsah hodnot pevnosti v tlaku je přibližně 3100 – 8000 MPa. [1, 6]



**Pevnost v tahu** – vzhledem k vysoké křehkosti a nízké tažnosti SK je obtížně měřitelná. Na základě literární rešerše však lze uvést, že dosahuje zhruba poloviny hodnot pevnosti v ohybu. [6]

Na základě těchto poznatků, s přihlédnutím na obsah kobaltového pojiva v práškové směsi 30 % (CTE60A viz experimentální část), lze předpokládat u vytvořených vzorků dobrou pevnost v ohybu, avšak nižší hodnoty tvrdosti a pevnosti v tlaku (viz tab. 11 v experimentální části).

#### **1.4 Porovnání konvenčního slinování a technologie SLM**

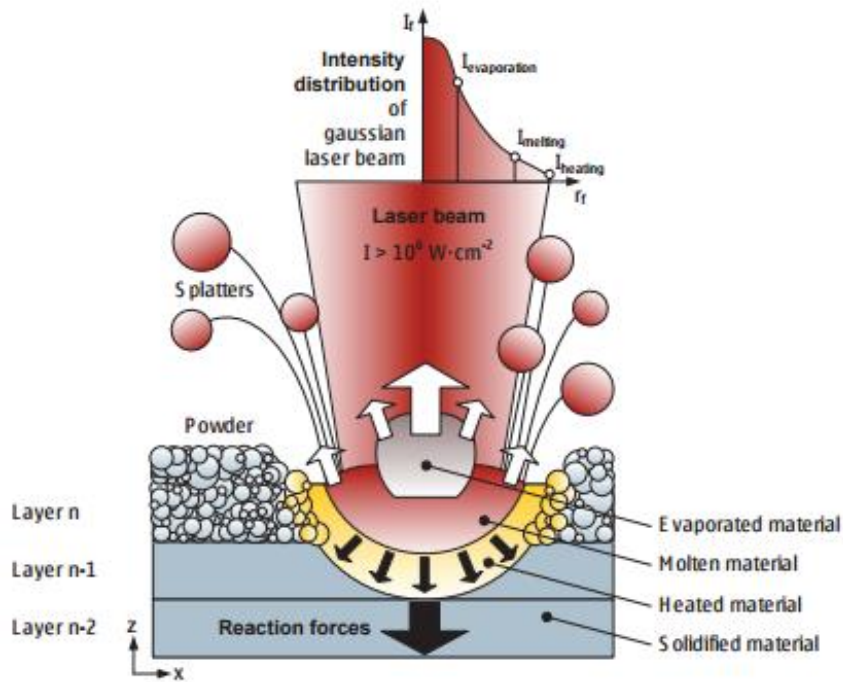
Před uvedením do kapitoly 3D tisku a technologie SLM je důležité pochopit základní rozdíly mezi konvenčním slinováním a selektivním laserovým tavením práškové směsi.

Základním rozdílem je, že při konvenčním způsobu výroby SK výrobní proces sestává ze třech základních procesů – výroby práškové směsi, lisování a slinování. Při laserovém tavení odpadá technologická operace, při které je připravená prášková směs lisována do budoucí podoby výrobku. Prášková směs, nanášená na základní desku 3D tiskárny, je ihned tavena laserovým paprskem. To znamená, že nedochází k žádnému zhutnění práškové směsi. Důsledkem je vyšší pórovitost oproti konvenčnímu slinování, kdy se při lisování dosáhne zhutnění a tudíž nižší pórovitosti.

Zásadní rozdíl mezi konvenčním slinováním a laserovým tavením nastává v teplotním procesu a rychlosti jeho průběhu. V obou případech dochází k ohřevu, výdrži na teplotě a ochlazení. Při konvenčním slinování dochází ve fázi ohřevu k natavování kobaltu a ten začíná smáčet karbidická zrna. Během výdrže na teplotě (1150 – 1300 °C) je kobalt zcela roztaven a začínají se částečně rozpouštět i karbidická zrna. V tu chvíli nastává v tavenině difúze a je umožněn přenos hmoty. Během ochlazování začnou rozpuštěné karbidy znovu precipitovat na hranici karbidického zrna, což má za následek zvětšování zrna, zaplňování mezer mezi zrny a vytváření kompaktního spojení.

K tomuto úplnému fyzikálně-chemickému ději při laserovém tavení nedochází. Důvodem je extrémně vysoká rychlost děje (1 ms – 0,1 s). Dochází pouze k natavení kobaltového pojiva, čímž se nstartují kapilární jevy a vlivem smáčivosti kobalt pojí karbidická zrna. Tím, že nedochází k úplnému roztavení kobaltu a natavení karbidického zrna,

nedochází ani k přesunu hmoty. Stejně tak vlivem vysoké rychlosti děje nemůže dojít ani k precipitaci, zvětšování zrna a zaplňování mezer mezi zrny. V důsledku toho nejsou zrna zcela spojena a hrozí vyšší pórovitost materiálu. Tento předpoklad byl v experimentální části potvrzen (viz kapitola 5 Testování pórovitosti). Obr. 4 znázorňuje schéma tavení práškové směsi laserovým paprskem.



**Obr. 4** – Schéma procesu tavení práškové směsi laserovým CO<sub>2</sub> paprskem. [11]

## 2 3D tisk

3D tisk je aditivní proces, při kterém se z digitální předlohy vytváří fyzický model (součást). Fyzikální princip je nejčastěji založen na vytvrzování pryskyřic UV zářením, nebo na spékání / tavení tiskového prášku laserovým CO<sub>2</sub> paprskem (případ této diplomové práce). [8]

### 2.1 Historie 3D tisku

Úplným základem technologie 3D tisku byl vynález inkoustového tisku v roce 1976. 3D tisk jako takový vznikl až v roce 1984, kdy byla Charlesem W. Hullem, pozdějším zakladatelem společnosti 3D systems, patentována první technologie stereolitografie. Ta spočívala v trojrozměrném laserovém tisku s využitím UV laseru a tekutého fotopolymery. [9, 10]

Technologie SLS<sup>11</sup> – selektivního laserového spékání polymerních prášků byla vynalezena a úspěšně zvládnuta Carlem Deckardem a jeho kolegy na University of Texas v roce 1987. Patentována byla v roce 1989. Výroba kovových prášků však ještě nebyla tak dokonalá. Součásti vyrobené v komerčně dostupném zařízení, používající polymer nebo snadno tavitelný kovový prášek jako pojivo, měly totiž omezené mechanické a tepelné vlastnosti. [9]

V roce 1991 byl na Catholic University of Leuven v Belgii zahájen projekt, který zkoumal 3D tisk kovových prášků metodou SLS. Cílem vývoje bylo vyrobit součásti přímo z komerčně dostupných prášků, aniž by se použilo polymerního pojiva nebo speciálně vyvinutého kovového prášku. [9]

Některých úspěšných výsledků bylo dosaženo se směsmi prášků na bázi Fe-Cu, WC-Co, TiC-Ni / Co / Mo, TiCN-Ni, TiB<sub>2</sub>-Ni a ZrB<sub>2</sub>-Cu. Tato experimentální studie odhalila proveditelnost výroby vysoce pevných kovových součástí metodou SLS. Další provedené experimenty popisuje kapitola 3.1 Provedené experimenty. [9]

### 2.2 Rapid Prototyping

Rapid Prototyping (RP) je výrobní proces 3D tisku<sup>12</sup> a používá se k označení procesů, které rychle vytváří fyzické 3D modely z digitální předlohy za použití 3D tiskáren.

---

<sup>11</sup> Širší popis viz kapitola 3 SLM – selektivní laserové tavení.

<sup>12</sup> Tento proces je spojen s technologií SLM a byl použit v experimentální části.

Technologie je s ohledem na předlohu velmi přesná a zařízení RP jsou velmi tichá a bezpečná. Kromě RP existují také Rapid Manufacturing, Rapid Tooling a Concept Modeling Systems<sup>13</sup>. [8]

Veškeré procesy RP jsou aditivní, tzn., že součásti jsou tvořené vrstvu po vrstvě, spékáním, tavením, vytvrzováním, nebo nanášením jednoho či více materiálů v horizontální rovině. Jako tiskový materiál se používají nejčastěji plasty, pryskyřice, nebo také vosk, škrob, sádra či pro tuto práci důležité – kovové prášky. Celý proces RP se rozděluje na tři po sobě jdoucí fáze – pre-processing, processing a post-processing. [8]

### **2.2.1 Pre-processing**

Při pre-processingu se za použití CAD softwaru vymodeluje virtuální 3D model. Pro účely tisku musí být model po vymodelování převeden do formátu STL. Velikost souboru se úměrně zvyšuje komplikovaností modelu. Model je rozdělen na tenké vrstvy v rozmezí 0,01 až 0,7 mm v závislosti na použité technologii. Je-li to nutné, program dokáže vytvořit podpurnou konstrukci pro převisy, vnitřní dutiny nebo tenkostěnné sekce. Na závěr pre-processingu software připraví STL soubor k vyhotovení. Každý výrobce RP zařízení dodává svůj vlastní pre-processingový software. [8]

### **2.2.2 Processing**

Při processingu dochází k samotnému tisku součásti. S využitím jedné z několika druhů technologie RP začne zařízení stavět součást vrstvu po vrstvě<sup>14</sup>. Časová náročnost procesu závisí na několika faktorech – např. velikosti a složitosti součásti, použitých parametrů tisku atd. V experimentální části např. trval tisk vzorků o rozměrech 10 x 10 x 10 mm technologií SLM 98 hodin. [8]

---

<sup>13</sup>Rapid Manufacturing vychází z RP. Byl vyvinut pro zkrácení času potřebného na návrh a výrobu součásti. Při tomto procesu nejsou zapotřebí nástroje a metoda je velmi přesná. Rapid Tooling je zaměřen na výrobu forem, matric a nástrojů- nutných pro výrobu součásti. Concept Modeling Systems je proces, který slouží pro zjištění a odstranění nedostatků při výrobě součásti a pro její optimalizaci.

<sup>14</sup>Technologie RP – SLM (Selective Laser Melting), SLA (Stereolitografie), EBM (Electron Beam Melting), FDM (Fused Deposition Modeling), LOM (Laminated Object Manufacturing), 3D printing (podobná SLS s tím rozdílem, že místo spékání laserem je použita InkJet tisková hlava), Polyjet, Thermoplastic Extrusion – RepRap, InkJet Printing.

### **2.2.3 Post-processing**

Jedná se o konečnou fázi procesu RP. Součást po tisku je vyjmuta ze zařízení a jsou odstraněny podpurné konstrukce. Některé součásti vyžadují pro dosažení kvalitního povrchu a zvýšení životnosti očištění a finální úpravy, jako např. opískování, lakování, impregnace, broušení apod. V experimentální části se jednalo pouze o vyjmutí vzorků z 3D tiskárny. Žádné odstraňování podpor ani finální úpravy nebyly potřeba. [8]

## **3 SLM – selektivní laserové tavení**

Technologie SLM je někdy označována také jako SLS – selektivní laserové spékání. Obě metody jsou založeny na principu tavení / spékání tiskového materiálu v atmosféře inertního plynu do požadovaného tvaru součásti vysoce výkonným CO<sub>2</sub> laserem, nebo elektronovým paprskem. Průměr paprsku se pohybuje kolem hodnoty 70 μm. Pro tisk touto technologií se v praxi často používají práškové materiály jako např. plast, slévárenský písek, nebo právě kov. Zásadní vliv na výslednou kvalitu součásti, zejména ze SK, má vstupní energie laseru (výkon laseru, rychlost skenování), dále velikost zrna WC a Co, nebo jejich poměr v práškové směsi. Aby se předešlo nežádoucím defektům, jako např. pórovitost, tvorba trhlin nebo delaminace, je potřeba tyto parametry vhodně zvolit a optimalizovat. [8, 9, 11]

### **3.1 Provedené experimenty**

První výzkumy v oblasti 3D tisku SK na bázi WC – Co byly provedeny na již zmíněné Catholic University of Leuven v Belgii, začátkem 21. století. Prášková směs byla tavena laserovým paprskem o malém výkonu. Takto vystavěné součásti měly relativní hustotu 40 %, tzn. poréznost 60%. Takový materiál měl velmi snížené mechanické vlastnosti a byl pro praxi nepoužitelný. [11]

Proto byl později na University of Utah zvolen přístup vytvořit mikrostrukturu s otevřenými póry, následně uzavřené smíšením s bronzem o nízké teplotě tání. Po takové optimalizaci parametrů mohlo být dosaženo pórovitosti pouze 32 %. Po smíšení s bronzem pouze 4 %. I když bylo možné dosáhnout významného snížení pórovitosti, mechanické vlastnosti materiálů byly klasifikovány jako nedostatečné a nemohlo následovat žádné průmyslové využití. [11]

Výrazného pokroku při zpracování WC – Co prášku laserovým paprskem bylo dosaženo na výzkumných ústavech Fraunhofer IPT v Aachenu, Fraunhofer IPK v Berlíně, IWB v Mnichově a BIAS v Brémách. Při zvolených parametrech výkonu laseru 100 – 200 W a skenovací rychlosti 20 – 100 mm/s sice bylo dosaženo pórovitosti pouze 2 – 5 %, ale téměř u všech vyrobených součástí se tvořily značné trhliny. S rostoucím množstvím přivedené energie se zvyšovala tendence tvorby trhlin, což vedlo k delaminaci. Na základě provedených experimentů bylo také zjištěno následující. Pórovitost klesá se zvyšujícím se výkonem laseru a se snižující se skenovací rychlostí. Stejně tak menší rozteč skenovacích řádků snižuje pórovitost. [11]

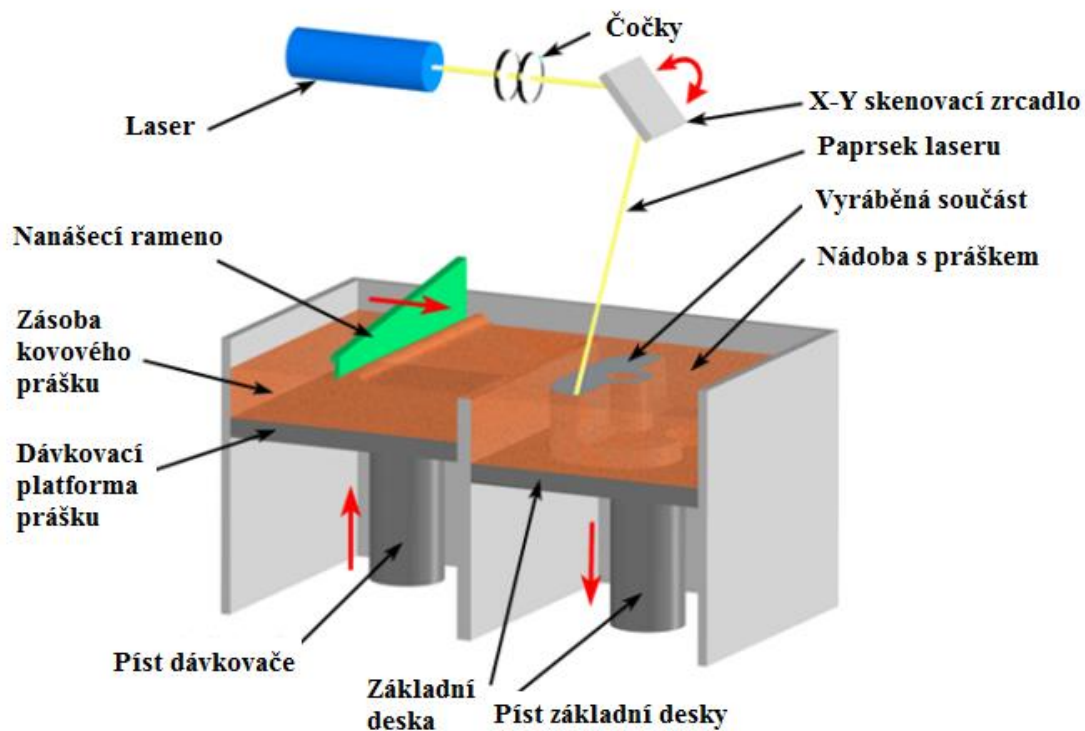
S ohledem na tyto základní výzkumy byly zvoleny parametry pro experimentální část následovně: výkon CO<sub>2</sub> laseru 120 – 300 W a skenovací rychlost 10 – 300 mm/s<sup>15</sup>. Nelze se však zcela přesně přiblížit již provedeným experimentům. Např. proto, že v této diplomové práci byla použita jiná 3D tiskárna, nebo jiná prášková směs o jiném poměru kobaltového pojiva ku karbidu wolframu WC. Vstupní parametry a výsledky provedených experimentů ze zahraničí tedy slouží jako orientační. Zároveň jsou parametry v této práci voleny tak, aby sloužily jako východisko pro případný další vývoj a výzkum.

### **3.2 Pracovní proces technologie SLM**

Pracovní proces probíhá buď ve vakuu, kdy je pracovní komora 3D tiskárny před zahájením procesu zbavena vzduchu a vlhkosti, nebo s použitím vhodné ochranné atmosféry – inertního plynu argonu, alternativně dusíku. Právě tyto dva plyny byly použity jako ochranná atmosféra v experimentální části. Důvod volby a jejich popis viz kapitola 4.2 3D tiskárna. [9, 12]

---

<sup>15</sup> Bližší popis zvolených parametrů viz kapitola 4.3 Zvolené parametry tisku.



**Obr. 5** – Schéma pracovního procesu technologie SLM. [8]

Po přípravné fázi a kalibraci základní desky před 3D tiskem je ze zásobníku tiskárny nasypána prášková směs, která je na základní desku rovnoměrně nanášena planžetou se silikonovou lištou. Výška vrstvy se odvíjí od zvolených parametrů a použitého prášku<sup>16</sup>. V další fázi procesu dochází k tavení vrstvy laserovým CO<sub>2</sub> paprskem podle předem připraveného programu a zvolených parametrů. Laserová energie paprsku musí být dostatečně velká, aby umožnila dostatečné roztavení kovových částic a jejich spojení. Doba tavení prášku je extrémně krátká (viz experimentální část 1 ms – 0,1 s). To bývá v praxi výhodou i nevýhodou. Výhodou proto, že celý proces výstavby součásti je rychlý. Nevýhodou proto, že tavení částic může být neúplné a zvýší se tak nežádoucí pórovitost<sup>17</sup>. Po dokončení každé vrstvy se základní deska vždy posune níže v ose Z – přesně o výšku další vrstvy. Celý proces se pak opakuje do té doby, než je výstavba součásti hotová. V případě, že součást vyžadovala podpurné konstrukce, jsou po procesu odstraněny. [9, 12]

<sup>16</sup> V experimentální části zvolena pro tisk vzorků tloušťka vrstvy 100  $\mu\text{m}$ .

<sup>17</sup> Více je tato problematika rozepsána v kapitole 1.4 Porovnání konvenčního slinování a technologie SLM.

Proces výstavby součásti bývá automatizovaný a zařízení může do značné míry pracovat bez dozoru. Ovšem některé první fáze výroby jsou poloautomatické a mohou vyžadovat značnou míru ručního řízení, interakce a rozhodování. Po zbytek času výroby přebírá řídicí počítač 3D tiskárny plnou kontrolu nad procesem výstavby, dokud není výstavba součásti zcela dokončena, nebo není-li zásobník s výrobním práškem prázdný. V každém případě, přístroj upozorní uživatele, aby přijal příslušná opatření. Jakmile 3D tiskárna dokončí výstavbu, v komoře je dostatečně nízká teplota a všechny části zařízení v komoře nekonají pohyb, součást se odebere z pracovní komory. [8]

Kontaminovaný, nebo vlivem výrobního procesu natavený prášek, který se zpravidla usazuje v levé části komory (dáno směrem proudění plynu), je vysát mokrým odlučovačem kovového prášku (vysavačem). Oproti tomu nepoužitý prášek, který se v průběhu procesu nenatavil a současně tvoří nosnou část součásti a obklopuje ji, se smete do otvoru, odkud putuje do nádob pro manipulaci s práškem. Tam je zpracován v prosévacím zařízení a může být znovu použitý. Zcela nepoužitelná jsou již natavená zrna, tj. cca 2 % prášku po procesu. V praxi proto dochází k tomu, že lze prášek použít i např. 30 krát a stále má požadované vlastnosti. [9, 12]

Po očištění součásti a zbavení zbylého prášku se z komory vyjme základní deska, ze které je součást odstraněna pásovou pilou nebo např. elektroerozivním obráběním drátem (EDM). Základní deska se obrobí frézováním a povrch se pro dosažení čistoty a rovnosti dokončí broušením naplocho. [9, 12]

### **3.3 Fyzikální jevy při procesu**

Technologie SLM zahrnuje několik fyzikálních jevů, jejichž pochopení je důležité pro úspěšné zvládnutí procesu tisku. Zejména generování, přenos a rozvod tepla, vývoj mikrostruktury (pórovitost a fázové přeměny), účinky kapalně fáze (roztavené pojivo proudící v pevné mřížce) a mechanické problémy (nerovnoměrné rozložení tepelných deformací během ochlazování způsobuje pnutí a deformace vystavěné součásti). Ostatní problémy, způsobené přímo či nepřímo tepelným procesem, se vyskytují v různých fázích zpracování. [9]

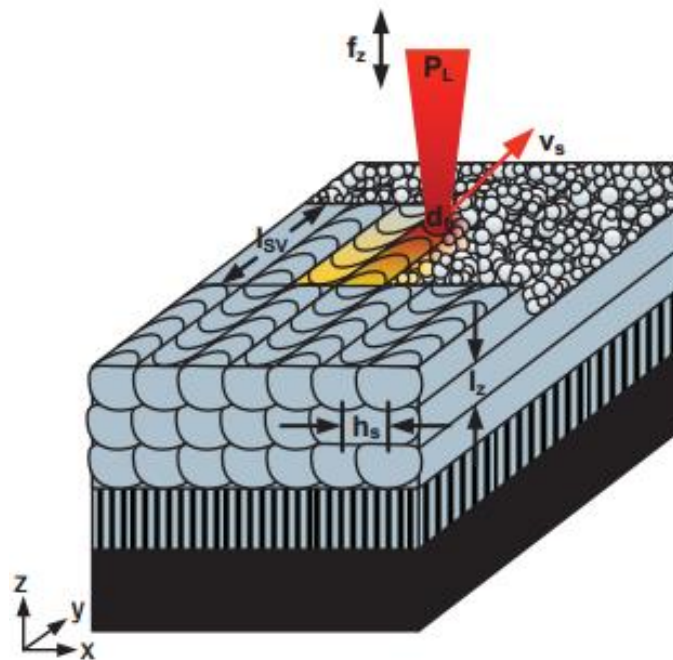


Tepelný proces lze rozdělit do čtyř základních fází<sup>18</sup>:

- Vstupní energie a její absorpce,
- Ohřev práškové vrstvy,
- Tavení pojiva a spékání,
- Chlazení spečené vrstvy.

### 3.3.1 Absorpce energie

Oproti jiným spojitým vrstvám umožňuje prášková vrstva absorpci světelné energie laserového paprsku do prášku. Používá se termín „energetický průnik“, který popisuje absorbovanou energii v závislosti na hloubce proniknutí do vrstvy. Měří se optický průnik laserového světla práškovou vrstvou, nebo jinými slovy, průhlednost této vrstvy. Energetický průnik stejně jako energie pohlcování závisí na několika procesech a materiálových parametrech. Například na vlnové délce laserového paprsku, na poměru prášků WC a Co ve směsi, průměru a tvaru částic atd. Ve fázi přeměny energie je světelná energie z laserového paprsku přeměněna na tepelnou energii, která způsobuje ohřev a následně natavení práškové vrstvy. Schéma procesu viz obr. 6. [9]



**Obr. 6** – Schéma pracovního procesu CO<sub>2</sub> laseru a ilustrace parametrů celkové absorbované energie  $E_C$ . [11]

<sup>18</sup> Tato kapitola se zaměřuje primárně na absorpci energie, ostatní fáze viz také kapitola 1.4 Porovnání konvenčního slinování a technologie SLM.

Celková absorbovaná energie (vstupní energie laseru) se pak spočte dle vzorce:

$$E_c = \frac{P_L}{v_s \cdot h_s \cdot l_z} \left[ \frac{J}{mm^3} \right]$$

Kde  $E_c$  – celková absorbovaná energie,

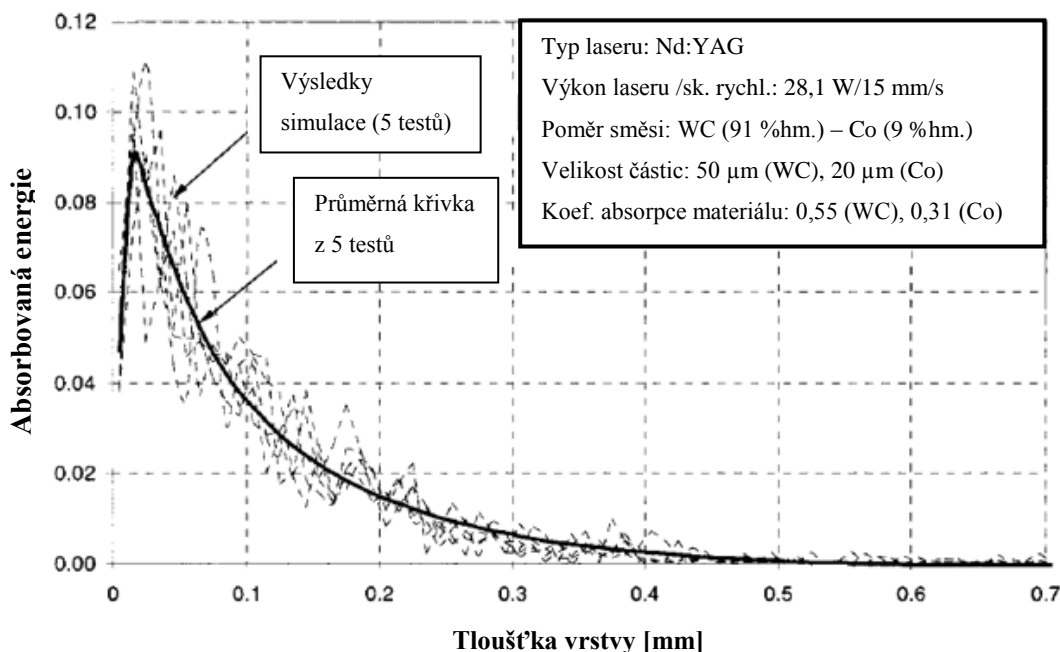
$P_L$  – výkon laseru,

$v_s$  – skenovací rychlost,

$h_s$  – rozestup mezi stopami,

$l_z$  – tloušťka vrstvy.

Absorpční křivky pro vrstvy práškové směsi WC – Co (viz obr. 7) jsou závislé na tloušťce práškové vrstvy<sup>19</sup>. Výsledky znázorňují, jak proniká světelná energie do prášku<sup>20</sup>. Z obr. 7 je patrné, že maximální absorpce probíhá blízko, ale ne přesně na, povrchu práškové vrstvy. Bod zlomu závisí např. na materiálových parametrech, výkonu laseru, skenovací rychlosti, nebo charakteristice a poměru práškové směsi. [9]

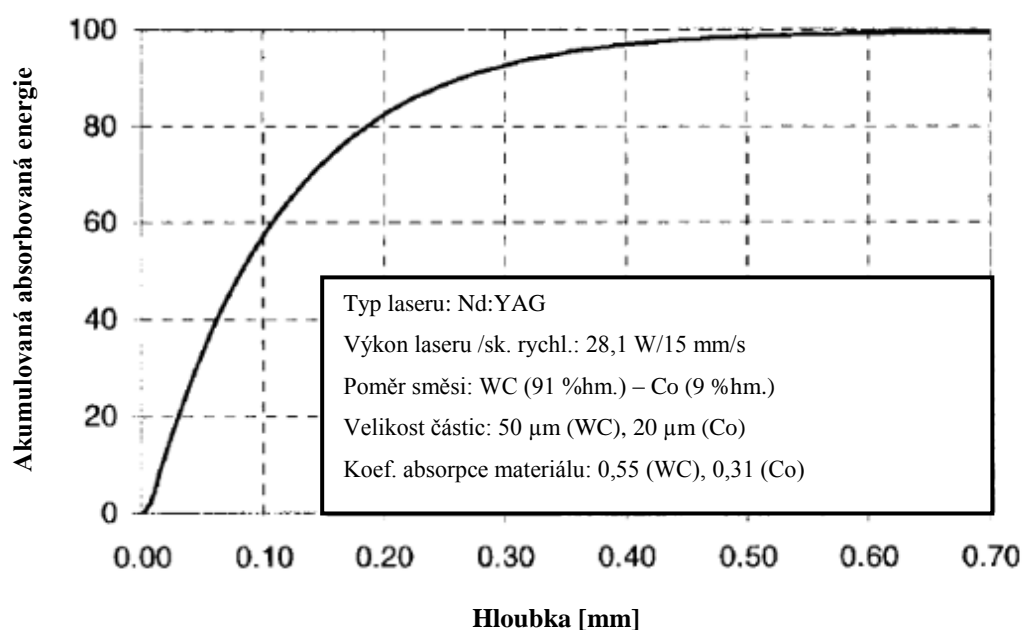


**Obr. 7** – Absorpční křivky WC – Co práškové vrstvy. [9]

<sup>19</sup> Absorpční křivky na obr. 6 i křivka akumulované energie na obr. 7 vychází z měření pro práškovou směs v poměru 91 % WC a 9 % Co.

<sup>20</sup> V případě, že by křivka z obr. 7 byla pro práškovou směs 70 % WC a 30 % Co (experimentální část), bylo by pak možné určit absorbovanou energii pro zvolenou tloušťku 100 μm.

Akumulovaná energie absorbovaná do určité hloubky od povrchu práškové vrstvy je znázorněna na obr. 8. Lze pozorovat vysokou koncentraci právě v blízkosti povrchu. Téměř všechna energie (96 %) je koncentrována do maximální hloubky 0,4 mm<sup>21</sup>. Tato vysoká koncentrace energie vede do hloubky k velkému teplotnímu gradientu. Následkem toho a také velkého rozdílu v tepelné roztažnosti práškové směsi a základní desky může dojít k tzv. delaminaci. Taková situace nejčastěji nastává u první nanesené vrstvy, následkem čehož může selhat uchycení vrstvy k základní desce (jev pozorovatelný i v této diplomové práci, viz experimentální část obr. 14). [9]



**Obr. 8** – Akumulovaná absorbovaná energie jako funkce tloušťky práškové směsi. [9]

### 3.4 Vliv parametrů technologie SLM na vlastnosti materiálu

Výsledné vlastnosti tisknutého SK, např. pórovitost a korozní odolnost materiálu, ovlivňuje několik faktorů. Mezi ty nejdůležitější se řadí bezpochyby vstupní energie laseru, která je funkcí mimo jiné výkonu laseru a rychlosti skenování a v experimentální části je jí přisuzován velký význam. Mezi další ovlivňující faktory se řadí např. úhel šrafování při procesu tisku, ale i vlastnosti práškové směsi – podíl části WC a Co, velikost částic, nebo tloušťka vrstvy<sup>22</sup>.

<sup>21</sup> Hodnota stále vychází z provedeného experimentu na Catholic University of Leuven, při poměru směsi 91 % WC a 9 % Co.

<sup>22</sup> Podrobnější popis viz jednotlivé kapitoly experimentální části.

## EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část popisuje proces výroby SK technologií SLM. Charakterizuje vstupní materiál, použitou 3D tiskárnu a zvolené parametry výrobního procesu. Zároveň tato část popisuje jednotlivé testy a vyhodnocení vzorků po tisku, tzn. testování korozní odolnosti materiálu metodou lineární polarizace a testování pórovitosti materiálu metodami 3D obrazové rekonstrukce a analýzou podílu fází. Všechny naměřené hodnoty dává do korelace a vzájemného vztahu se zvolenými vstupními parametry 3D tisku, s cílem zjistit, jak ovlivňují vlastnosti materiálu.

### 4 3D tisk vzorků

První fází experimentální části byl 3D tisk zvoleného počtu vzorků, ze zvolené práškové směsi, při zvolených parametrech na zvolené 3D tiskárně (viz jednotlivé kapitoly experimentální části). Vlastní 3D tisk probíhal na TU Liberec ve spolupráci s panem Jiřím Šafkou a Michalem Ackermannem z Ústavu nanomateriálů.

#### 4.1 Vstupní prášková směs

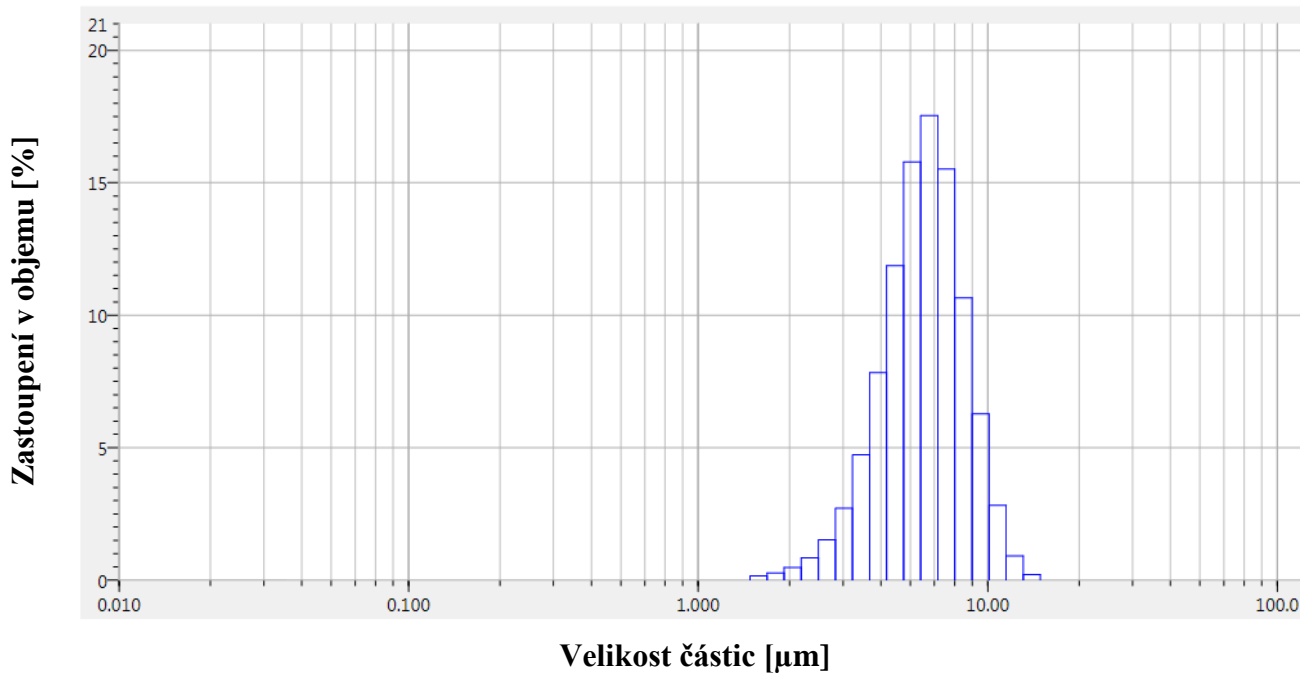
Pro tisk vzorků byla zvolena komerční prášková směs společnosti Ceratizit – CTE60A<sup>23</sup>. Jedná se o hrubý WC – Co prášek o velikosti zrna 6 a více mikronů, s obsahem kobaltového pojiva 30 %.

Z praktického hlediska je potřeba zvážit vhodnost této práškové směsi pro plánovanou aplikaci – v tomto případě použití materiálu pro výrobu obráběcího nástroje. Důležitým kritériem, které ovlivňuje aplikaci práškové směsi je velikost částic. Částice menší, než 10  $\mu\text{m}$  jsou z pohledu budoucí aplikace materiálu vyhovující, avšak z pohledu jeho zpracování aditivní technologií se jeví jako nežádoucí. To proto, že mohou vnikat do filtračního zařízení 3D tiskárny. Obr. 9 znázorňuje složení práškové směsi Ceratizit CTE60A z hlediska velikosti částic<sup>24</sup>. Z obr. 9 je zřejmé, že téměř všechny částice (cca 95 %) jsou menší než 10  $\mu\text{m}$  a proto je možné uvést, že tato směs je pro zpracování zvolenou technologií nevyhovující.

---

<sup>23</sup> Se společností Ceratizit se povedlo navázat spolupráci a proto byla využita jejich směs CTE60A, se kterou mají již zkušenosti a je dobře popsána.

<sup>24</sup> Pro analýzu byl použit laserový analyzátor společnosti HORIBA.



**Obr. 9** – Velikost částic zvolené práškové směsi Ceratizit CTE60A. [16]

Lze tomu však předejít vhodným spojením částic – např. pojivem. U použité práškové směsi byla jednotlivá zrna pojena organickým pojivem, které dává směsi soudržnost před slinováním. To však bylo preventivně odstraněno, aby vznikající výpary při procesu tavení nezpůsobovaly nárůst poréznosti. Částice směsi ale zůstávaly spojené a to kvůli aktivaci Van der Waalsových sil, které mezi částicemi vznikly díky vzájemnému tření jejich povrchů při manipulaci s práškovou směsí. Takové vazby jsou sami o sobě slabé, ovšem v tomto případě vytváří pevné spojení částic a mohou vzniknout kulovité útvary (viz obr. 10) o různé velikosti. Díky velikosti vzniklých útvarů bylo možné i přes nevyhovující rozměry zrn práškové směsi tento materiál na zvolené tiskárně použít.

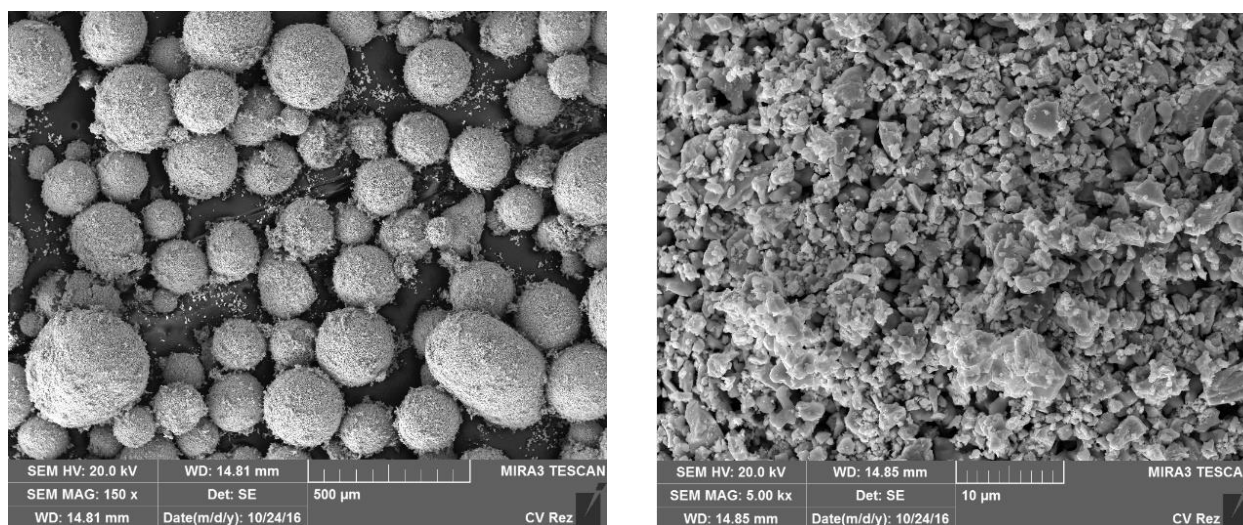
Tyto kulovité útvary ovšem mají rozdílnou velikost a nepravidelné rozložení<sup>25</sup>, což přispívá během procesu tavení k tvorbě nepravidelného povrchu materiálu a vzniká tak riziko zvýšení pórovitosti. Dalším zásadním faktorem, ovlivňujícím pórovitost ve vazbě k použité směsi, je zbytková vlhkost prášku (výpary při tavení působí velkým vnitřním tlakem<sup>26</sup> a vznikají póry). Zbytkovou vlhkost nelze vždy zcela sušením odstranit. Pórovitost dále ovlivňuje také atmosférická vlhkost, která se do směsi dostává při manipulaci, protože směs není nijak

<sup>25</sup> Tyto útvary mají rozměr přibližně 100 μm.

<sup>26</sup> Širší komentář pojmu vnitřní tlak plynu v kapitole 4.2 3D tiskárna.

hermeticky uzavřena. Zde by se dal použít silikagel, který by směs proti vlhkosti chránil při transportu.

Obr. 10 (vlevo) znázorňuje mikrostrukturu použité práškové směsi, konkrétně kulovité útvary spojených WC a Co částic (bílá barva). Tyto částice lze pozorovat díky kontrastu s použitou podlepovací páskou jako podklad (černá barva). Na obr. 10 (vpravo) pak lze pozorovat spojení kulovitých útvarů do větších celků, o rozměrech přibližně 350  $\mu\text{m}$ .



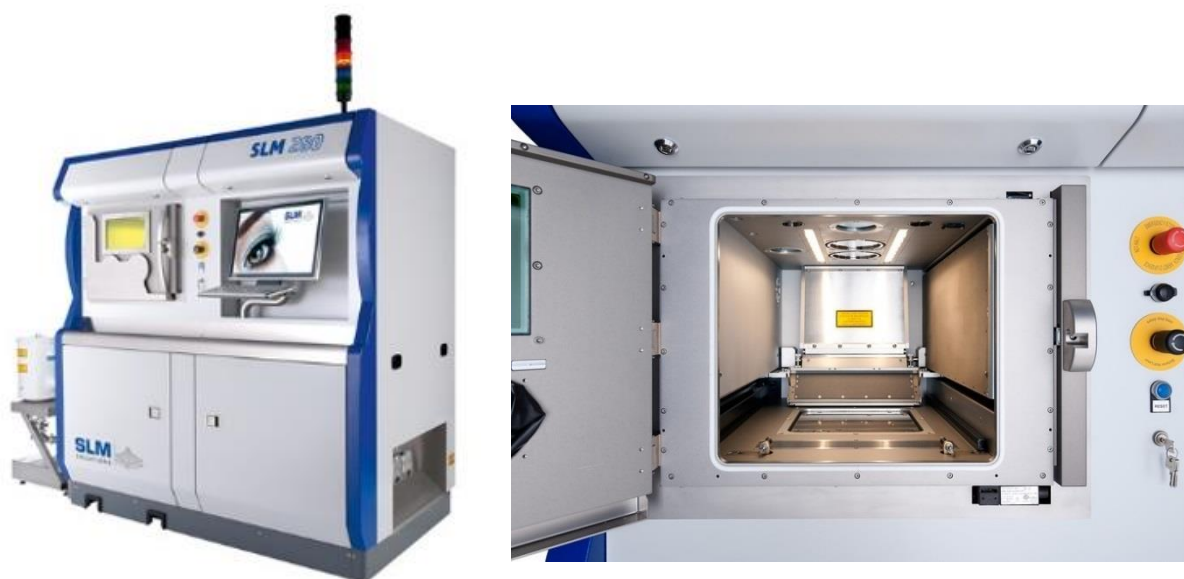
**Obr. 10** – Snímky z ŘEM práškové směsi Ceratizit CTE60A při zvětšení 150x (vlevo) a 5000x (vpravo). [16]

## 4.2 3D tiskárna

Pro účely této práce byla použita ve spolupráci s TU Liberec 3D tiskárna společnosti SLM Solutions – SLM 280.2. Její použití je výhodné především proto, že umožňuje změnu širokého spektra parametrů tisku, jako např. změnu výkonu laseru, skenovací rychlosti, pozic šrafování, nebo umožňuje také použití různých atmosfér. Zařízení obsahuje celkem tři nádrže na práškovou směs. Jednu 5l nádrž navrhu, sloužící jako zásobník práškové směsi. Odtud je směs dopravována směrem k pracovní komoře, do cca 40l nádrže, odkud směs putuje do pracovní komory na vlastní proces 3D tisku. Druhá 5l nádrž, umístěná vespod tiskárny, slouží jako sběrný zásobník pro nepoužitou směs. [13]

Celý proces výstavby modelu probíhá v atmosféře inertního plynu, aby nedocházelo k oxidaci práškové směsi. Tiskárna SLM 280.2 umožňuje tisk v atmosférách argonu a dusíku – tyto plyny výrobce schvaluje.

Dusík má nízkou pořizovací cenu a je lehčí než argon (jeho odstranění z pracovní komory je rychlejší). Zároveň má dusík jako plyn oproti argonu menší rozpínavost, tzn. v tavenině během procesu 3D tisku působí menším vnitřním tlakem. V důsledku toho způsobuje póry a bubliny menší velikosti, než v případě argonu. Stejně tak způsobuje menší celkovou pórovitost materiálu. Ovšem s ohledem na skutečnost, že proces tavení práškové směsi při 3D tisku je tak extrémně rychlý (1 ms až 0,1 s), nelze zcela přesně určit chování inertního plynu v tavné lázni. Argon je vůči použitému WC – Co prášku inertní – nedojde při tavení k žádnému nalegování materiálu, tzn. nedojde k rozpouštění argonu v kobaltovém pojivu, což je důsledkem extrémně vysoké rychlosti, s jakou proces probíhá.



**Obr. 11** – 3D tiskárna SLM 280.2 (vlevo) a její pracovní komora (vpravo). [13]

**Tab. 3** – Vybrané technické parametry zvolené 3D tiskárny SLM 280.2. [13]

<b>Vnější rozměry zařízení:</b>	2600 x 1200 x 2700 mm
<b>Rozměry pracovní komory:</b>	280 x 280 x 365 mm
<b>Rychlost stavby modelu:</b>	55 cm <sup>3</sup> /hod
<b>Variabilní tloušťka vrstvy:</b>	20 – 100 μm
<b>Maximální skenovací rychlost:</b>	10 m/s

### 4.3 Zvolené parametry tisku

Tab. 4 obecně uvádí dosažitelné parametry 3D tisku technologií SLM na zvolené tiskárně SLM 280.2.

**Tab. 4** – Dosažitelné parametry 3D tisku technologií SLM na tiskárně SLM 280.2.

Parametry tisku:	Min. hodnota:	Max. hodnota:
Výkon laseru [W]:	0	400
Skenovací rychlost [m/s]:	0	10
Inertní plyn:	argon	dusík
Šrafovaní <sup>27</sup> :	0	360°
Velikosti základové desky:	100 x 100	250 x 250
Možnost výhřevu:	ne	ano
Předpokládaný čas výroby vzorků [hod]:	98	

Zvolené parametry pro jednotlivé série vzorků vychází z již provedených experimentů a dosavadních zkušeností se zpracováním slinutých karbidů 3D tiskem (viz kapitola 3.1 Provedené experimenty). Parametry pro jednotlivé série vzorků uvádí tab. 5, 6 a 7.

**Tab. 5** – Zvolené parametry 3D tisku pro 1. sérii vzorků.

1. SÉRIE VZORKŮ						
Velikost vzorku [mm]:	10 x 10 x 10					
Označení vzorků:	S1V1	S1V2	S1V3	S1V4	S1V5	S1V6
Výkon laseru [W]:	120	120	40	120	200	280
Skenovací rychlost [mm/s]:	10	100	100	100	100	100
Celková absorbovaná energie [J/mm <sup>3</sup> ]:	1000	100	33	100	166	233
Tloušťka vrstvy prášku [μm]:	100					
Inertní plyn:	dusík					
Šrafovaní:	lineární					
Pootočení šrafovaní:	90°					
Délka dráhy laseru [mm]:	7,5					
Rozestup mezi stopami [mm]:	0,12					

<sup>27</sup> Šrafovaní v procesu 3D tisku znamená, jak jsou vůči sobě pootočené stopy laseru v jednotlivých vrstvách.



**Tab. 6** – Zvolené parametry 3D tisku pro 2. sérii vzorků.

<b>2. SÉRIE VZORKŮ</b>						
<b>Velikost vzorku [mm]:</b>	10 x 10 x 10					
<b>Označení vzorků:</b>	S2V1	S2V2	S2V3	S2V4	S2V5	S2V6
<b>Výkon laseru [W]:</b>	200	280	360	120	200	280
<b>Skenovací rychlost [mm/s]:</b>	166	233	300	100	100	100
<b>Celková absorbovaná energie [J/mm<sup>3</sup>]:</b>	100	100	100	100	166	233
<b>Tloušťka vrstvy prášku [μm]:</b>	100					
<b>Inertní plyn:</b>	argon					
<b>Šrafovaní:</b>	lineární					
<b>Pootočení šrafovaní:</b>	90°					
<b>Délka dráhy laseru [mm]:</b>	7,5					
<b>Rozestup mezi stopami [mm]:</b>	0,12					

**Tab. 7** – Zvolené parametry 3D tisku pro 3. sérii vzorků.

<b>3. SÉRIE VZORKŮ</b>			
<b>Velikost vzorku [mm]:</b>	10 x 10 x 10		
<b>Označení vzorků:</b>	S3V1	S3V2	S3V3
<b>Výkon laseru [W]:</b>	200	280	360
<b>Skenovací rychlost [mm/s]:</b>	166	233	300
<b>Celková absorbovaná energie [J/mm<sup>3</sup>]:</b>	100	100	100
<b>Tloušťka vrstvy prášku [μm]:</b>	100		
<b>Inertní plyn:</b>	dusík		
<b>Šrafovaní:</b>	lineární		
<b>Pootočení šrafovaní:</b>	90°		
<b>Délka dráhy laseru [mm]:</b>	7,5		
<b>Rozestup mezi stopami [mm]:</b>	0,12		

#### 4.4 Hotové vzorky

Technologií SLM byly za zvolených parametrů vytisknuty vzorky – kostičky o rozměrech 10 x 10 x 10 mm, viz obr. 12<sup>28</sup>. Vzorky se dělí na tři hlavní skupiny – S1, S2 a S3. Každá tato skupina obsahuje 6 podskupin – V1 až V6 (skupina S3 pouze V1, V2 a V3 – viz tab. 7). V každé podskupině 3 vzorky. Dva ze tří vzorků podskupiny byly zality a připraveny pro testování pórovitosti a korozní odolnosti. Jeden vzorek byl pro testování korozní odolnosti zalit do vodivé směsi ConduFast (viz kapitola 6.3.1 Příprava vzorků) a druhý byl pro testování pórovitosti zalit do běžně používaného dentacrylu. Třetí nezalitý vzorek byl použit pro měření hustoty materiálu (viz tab. 9).



Obr. 12 – Hotové série vzorků.

##### 4.4.1 Testované vzorky

Pro účely testování pórovitosti materiálu a korozní odolnosti byly vybrány následující vzorky. Pro testování pórovitosti S1V1, S2V3 a S3V3 a pro testování korozní odolnosti S1V1 a S3V3. Cílem bylo zjistit, jak se liší vzorky tisknuté ve stejných atmosférách, s jinou vstupní energií (S1V1 a S3V3) a jak vzorky tisknuté při stejné vstupní energii, ale v jiných atmosférách (S2V3 a S3V3). U těchto vzorků se předpokládalo pozorování největších rozdílů ve zjištěných hodnotách<sup>29</sup>.

Tab. 8 – Porovnání zvolených parametrů 3D tisku u vzorků S1V1, S2V3 a S3V3.

Vzorek:	S1V1	S2V3	S3V3
Celková absorbovaná energie [J/mm <sup>3</sup> ]:	1000	100	100
Inertní plyn:	dusík	argon	dusík

<sup>28</sup> Vzorky první série S1 dosáhly výšky pouze přibližně 3,5 mm. To proto, že při procesu tisku se vzorky začaly bortit a nebylo možné proces dokončit.

<sup>29</sup> Předpokládalo se, že porovnání vzorků S2V3 a S3V3 na korozní odolnost by na základě rozdílných atmosfér nedávalo příliš odlišné výsledky.

#### 4.4.2 Hustota vzorků

Tab. 9 znázorňuje naměřené procentuální hodnoty hustoty testovaných vzorků. Ty vyjadřují, kolik procent vzorku je kontinuální spojité materiálu, tj. SK. Tyto hodnoty byly zjištěny měřením hustoty pomocí přesných analytických vah<sup>30</sup>.

**Tab. 9** – Naměřené procentuální hodnoty hustoty vzorků S1V1, S2V3 a S3V3.

Vzorek	S1V1	S2V3	S3V3
Hustota [%]	70,75	67,69	66,17
	70,22	67,80	66,69
Arit. průměr [%]	<b>70,49</b>	<b>67,75</b>	<b>66,43</b>

#### 4.4.3 Mechanické vlastnosti vzorků

Tab. 10 znázorňuje hodnoty mechanických vlastností, kterých lze v praxi dosáhnout u konvenčního SK z práškové směsi Ceratizit CTE60A.

**Tab. 10** – Základní vlastnosti konvenčního SK z práškové směsi Ceratizit CTE60A. [3]

	Tvrdost			Pevnost v ohybu [MPa]	Lomová houževnatost [MPa*m <sup>1/2</sup> ]	Pevnost v tlaku [MPa]	Koeficient tepelné roztlačnosti [W/mK]	Tepelná vodivost [10 <sup>-6</sup> /K]
	HV10	HV30	HRA					
CTE60A	690	680	81,4	2700	27,0	3100	7,3	95

Tab. 11 znázorňuje reálně naměřené hodnoty mechanických vlastností u testovaných vzorků – konkrétně pevnosti v tlaku a tvrdosti. Po porovnání tabulek lze uvést, že reálně naměřené hodnoty tvrdosti HV10 se přibližují těm ideálním teoretickým. Velké směrodatné odchylky jsou způsobené pravděpodobně pórovitostí vzorků, tzn. pokud byl jednou proveden vtisk na plně kontinuálním materiálu a podruhé např. poblíž póru, hodnoty se liší. Oproti tomu reálně naměřené hodnoty pevnosti v tlaku se té ideální teoretické nepřibližují a jsou značně nižší. Zde je důvodem jednoznačně pórovitost, která snižuje pevnost materiálu v tlaku. Z toho vyplývá následující. Pokud by byl materiál v praxi volen podle hodnot tvrdosti, lze ho použít (záleží na uvažované aplikaci). V případě pevnosti v tlaku nikoliv. Stejně tak není možné materiál vybrat na základě těchto hodnot jako ideální materiál pro obráběcí nástroj.

<sup>30</sup> Korelace s pórovitostí materiálu viz kapitola 7 Diskuze výsledků.

Naměřené hodnoty by byly pro praxi nedostačující. Tímto byl teoretický předpoklad o nižší pevnosti materiálu v tlaku z kapitoly 1.3.1 Mechanické vlastnosti potvrzen.

**Tab. 11** – Tabulka naměřených mechanických hodnot u jednotlivých testovaných vzorků<sup>31</sup>. [16]

Vzorek	S1V1	S2V3	S3V3
<b>Pevnost v tlaku [MPa]</b>	- <sup>32</sup>	1130	1030
<b>Tvrdość [HV10]</b>	792 ± 83	693 ± 168	740 ± 127

## 5 Testování pórovitosti

### 5.1 Pórovitost slinutých karbidů

Pórovitost SK je obecně vnímána jako nežádoucí stav materiálu. Zejména proto, že snižuje jeho mechanické vlastnosti. Při výrobě SK konvenčním slinováním vzniká pórovitost především v důsledku neúplného zhutnění materiálu (při obsahu kobaltového pojiva < 25 %). V případě této experimentální části, kdy je materiál zhotoven technologií SLM, je pórovitost způsobena primárně zbytkovou vlhkostí práškové směsi a také zvolenými parametry. Cílem této kapitoly je zjistit, jak zvolené parametry 3D tisku ovlivňují pórovitost materiálu.

### 5.2 Měření pórovitosti

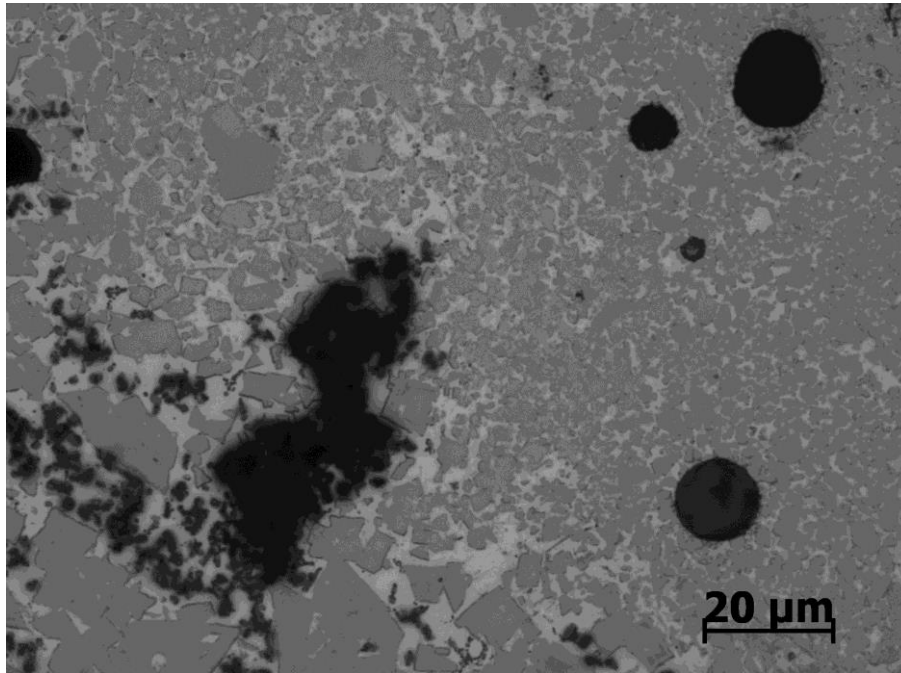
Pro představu o pórovitosti zhotovených vzorků bylo potřeba zvolit vhodnou analýzu. První možností bylo provést 3D obrazovou rekonstrukci vzorku. Druhou možností bylo provést analýzu podílu fází u vybraných snímků napříč vzorkem (viz následující kapitola).

#### 5.2.1 3D obrazová rekonstrukce

Aby bylo možné správně rozhodnout o rozsahu pórovitosti napříč vzorkem, bylo potřeba provést 3D analýzu. Jako nejjednodušší a zároveň nejdostupnější byla zvolena 3D obrazová rekonstrukce. Její princip spočívá v „poskládání“ sekvence vytvořených mozaikových snímků do virtuálního 3D modelu, pomocí softwaru ImageJ.

<sup>31</sup> Směrodatnou odchylku měření pevnosti v tlaku nelze určit, protože bylo provedeno pouze jedno měření u každého vzorku.

<sup>32</sup> U vzorku S1V1 bohužel nebyla pevnost v tlaku naměřena.



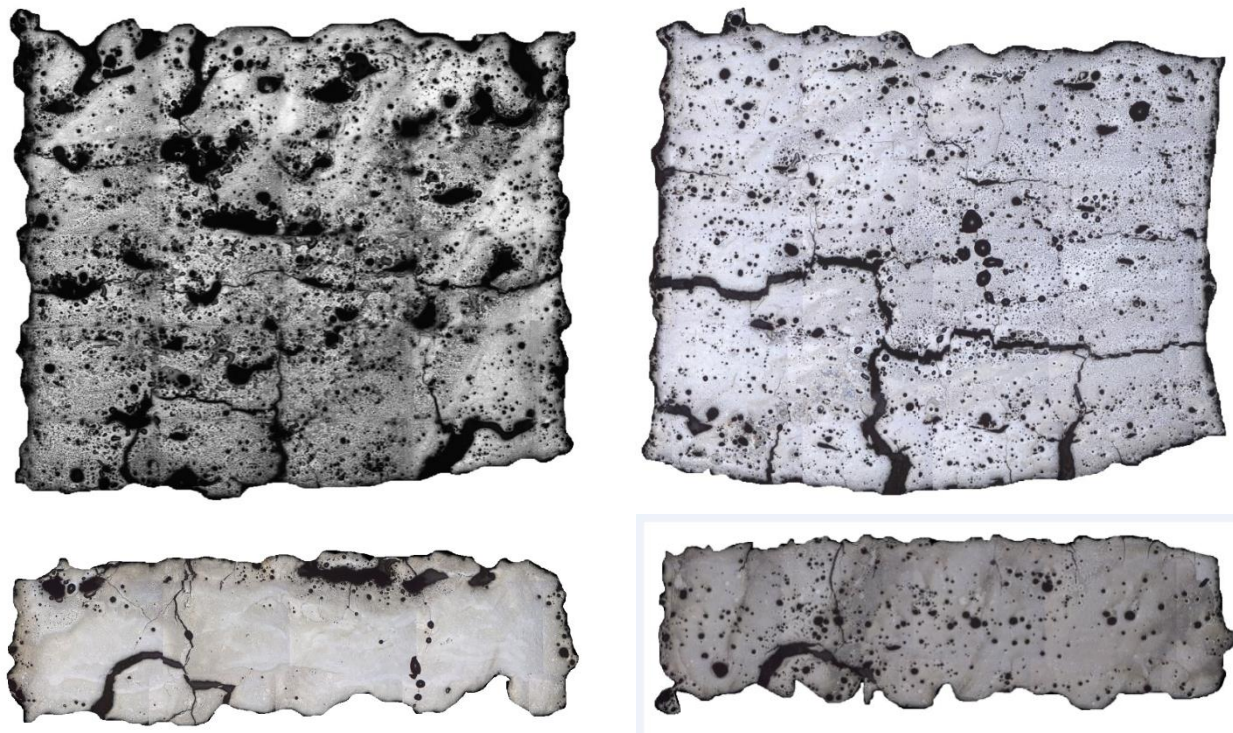
**Obr. 13** – Mikrostruktura vzorku S1V1, foceno na světelném mikroskopu při zvětšení 500x.

Při původním zkoumání snímků z mikrostruktury (viz obr. 13) bylo zjištěno, že velikost pórů je průměrně 10 až 100  $\mu\text{m}$ . Proto, aby 3D rekonstrukce byla relevantní a směrodatná, bylo potřeba proložit póry alespoň třemi snímky. Byla zvolena metoda postupného automatického odbroušování vrstev vzorku na automatické brusce Stuers o přesně zvolené tloušťce – 30  $\mu\text{m}$ . Zde byly nastaveny dva programy – broušení na kotouči Allegro po dobu 5 minut s přtlakem 40 N a leštění na kotouči Moll po dobu 4,5 minuty a přtlakem 30 N. Taková konfigurace umožnila odebrání vrstvy 30  $\mu\text{m}$ <sup>33</sup>.

Každá z těchto vrstev byla v dalším kroku nafocena na světelném mikroskopu Zeiss v programu AxioVision, jako mozaikový snímek (viz obr. 14). Metoda spočívá v tom, že se mikroskopu určí levý horní roh vzorku (kde má začít fotit) a pravý dolní roh vzorku (kde má s focením skončit) a mikroskop pak po řádcích fotí jednotlivé snímky odbroušené vrstvy vzorku a na závěr je poskládá v mozaikový snímek.

Celkem bylo odbroušeno a nafoceno 120 vrstev, což odpovídá přibližně 3,9 mm celkové výšky vzorku (10 mm). Obě testování, pórovitosti i korozní odolnosti, bylo potřeba provést v určitém objemu vzorku, aby byly hodnoty relevantní a směrodatné. Výška 3,9 mm, což je více jak jedna třetina vzorku, tuto podmínku splňuje.

<sup>33</sup> Správnost úběru byla kontrolována velmi přesným, laserovým měřením.



**Obr. 14** – Mozaikové snímky vzorků S2V3, snímek 40 (vlevo nahoře); S3V3, snímek 20 (vpravo nahoře); S1V1, snímek 00 (vlevo dole) a S1V1, snímek 20 (vpravo dole).

Na první pohled si lze na obr. 14 všimnout výrazné nepravidelnosti tvaru vzorků. Ta je důsledkem samotného procesu 3D tisku, kdy na okrajích vzorku není žádné ohraničení, které by vzorku dalo pravidelný tvar, ale dochází zde k volnému tavení prášku. Současně lze pozorovat značnou pórovitost vzorku. Póry jsou rozloženy napříč plochou vrstvy vzorku vcelku rovnoměrně, nejsou nijak koncentrované ve specifické části vzorku. Rozměry pórů se pohybují přibližně od 10 do 100  $\mu\text{m}$ <sup>34</sup>. Ve spodní části vzorků S2V3 a S3V3 lze pozorovat určité zakřivení. Právě v této části byly spékány první vrstvy práškové směsi, tj. vrstvy, které byly jako první nanášeny na základní desku a taveny laserovým paprskem. Tato delaminace byla způsobena pravděpodobně velkými rozdíly v tepelné roztažnosti práškové směsi a základní desky. Proto měly první vrstvy v kontaktu se základní deskou tendenci se odlepovat. Jak lze pozorovat na obr. 14, s postupující výstavbou vzorku již tento jev nenastal, protože tepelná roztažnost jednotlivých vrstev je konstantní a nevznikají žádná zbytková napětí. Zároveň si lze všimnout výrazných trhlin (především u vzorku S3V3, vpravo nahoře), které se tvoří právě odspodu delaminační vrstvy. Tyto praskliny jsou pravděpodobně důsledkem zbytkového napětí v této vrstvě.

<sup>34</sup> Tyto hodnoty byly zjištěny při původní kontrole mikrostruktury, viz obr. 13.

Po nafocení jednotlivých 120 odbroušených vrstev u všech tří vzorků bylo potřeba tyto snímky „poskládat“ do 3D modelu v programu ImageJ. Aby bylo možné jakékoliv snímky poskládat v tomto programu do 3D modelu, je potřeba mít snímky o stejných rozměrech, se vzorkem o stejných rozměrech a pravidelném tvaru a navíc umístěný vždy ve stejné části snímku. To reálně znamená mít mozaikový snímek vzorku vždy umístěný např. uprostřed snímku, ideálně tak, aby např. jeho rohy byly vždy u každého snímku na stejném místě. V tu chvíli je možné, aby vznikl relevantní 3D model. Z obr. 14 je však patrná opravdu velká nepravidelnost tvaru plochy vzorku (dále viz příloha obrázků na CD). Také velké množství drobných pórů a prasklin.

Pro otestování, zda program ImageJ dokáže sestavit 3D model s rozpoznatelnými póry, bylo co nejpřesněji ořezáno 10 snímků (0 až 10, tzn. za sebou po 30  $\mu\text{m}$ ). Tyto snímky pak byly nahrány jako sekvence do programu a poskládány v 3D model. Takto testován byl vzorek S1V1, tisknutý v dusíkové atmosféře se vstupní energií laseru 1000  $\text{J}/\text{mm}^3$ . Obr. 15 znázorňuje výsledek.



**Obr. 15** – Snímek 3D modelu, sestaveného v programu ImageJ z 10 po sobě jdoucích snímků vzorku S1V1.

Již při sestavování modelu z 10 snímků lze jasně pozorovat obrysy tvořícího se vzorku. Nelze však pozorovat předmět testování – pórovitost. I minimální nepřesnost v překrytí snímků způsobí vzhled kontinuální plochy bez pórů. Výsledkem poskládání všech 120 snímků by sice byl virtuální 3D model vzorku, přesněji jeho výšky 3,9 mm, ale nebylo by možné pozorovat rozsah, rozmístění a velikost pórů. Testování pórovitosti metodou 3D obrazové rekonstrukce tedy nelze provést<sup>35</sup>. Metoda však byla přínosem především proto, že připravované mozaikové snímky 120 vrstev vzorku byly využity v navazující náhradní analýze podílu fází.

### **5.2.2 Analýza podílu fází**

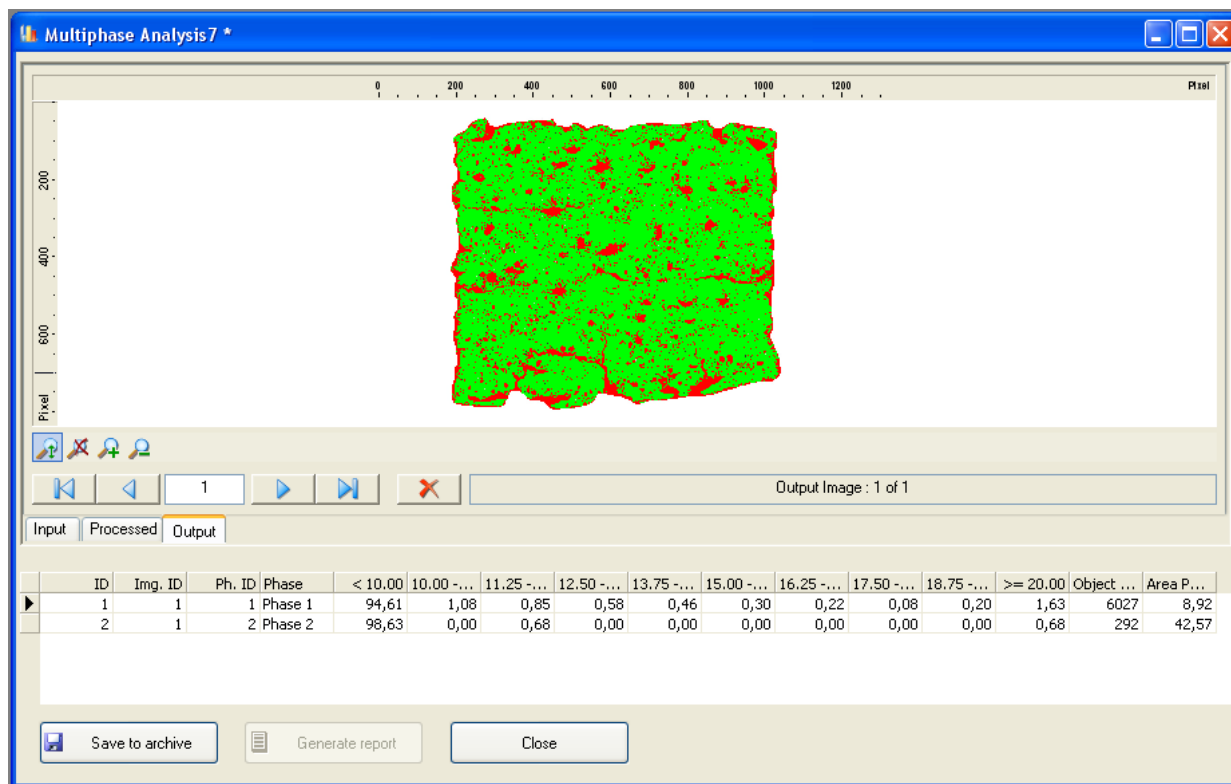
Druhou analýzou, kterou bylo možné efektivně vyhodnotit pórovitost vzorků, byla analýza podílu fází. Ta funguje na principu barevného kontrastu dvou zkoumaných fází – v tomto případě pórů ku spojitému materiálu vzorku. Výsledkem analýzy je procentuální poměr obou fází ve vyhodnocované oblasti

Při vlastním vyhodnocování je potřeba programu nastavit, která fáze je která, tzn. která fáze jsou póry a která spojitý materiál. Pro póry byla zvolena červená barva a pro materiál zelená (viz obr. 16). Těmito barvami je poté potřeba „oklikat“ obě fáze, aby je program jasně rozpoznal díky rozdílným pixelům a mohl je vyhodnotit. Pro hodnocení byl vybrán každý desátý snímek napříč všemi vrstvami testovaných vzorků. Obr. 16 znázorňuje rozhraní programu AxioVision a vyhodnocení analýzy.

---

<sup>35</sup> Širší komentář výsledků viz kapitola 7 Diskuze výsledků.





**Obr. 16** – Vyhodnocení analýzy podílu fází v programu AxioVision, hodnocený vzorek S2V3, snímek 10.

Výsledkem hodnocení je procentuální poměr obou fází ve vyhodnocované oblasti. V tomto konkrétním případě program vyhodnocoval procentuální zastoupení fází i vůči bílému pozadí snímku. Tzn. procentuální hodnoty obou fází (vpravo dole na obr. 16) bylo potřeba přepočítat tak, aby fáze 1 – pórovitost, byla vztažena pouze k ploše oříznutého vzorku.

Tab. 12 znázorňuje jednotlivá procentuální zastoupení pórů v každé desáté vrstvě napříč vzorkem (00, 10, 20 až 120). Ostatní hodnoty ve spodní části obr. 15 prezentují procentuální zastoupení fází podle jejich velikosti. Např. první řádka – fáze 1 (póry) – ukazuje jejich procentuální zastoupení v dané vrstvě dle velikosti (< 10  $\mu\text{m}$  až > 20  $\mu\text{m}$ ). Tyto hodnoty pro každý vzorek lze sledovat dále v tab. 13. Vyhodnocení tab. 12 a 13 viz kapitola 7 Diskuze výsledků.

**Tab. 12** – Naměřené hodnoty procentuálního zastoupení pórů v jednotlivých snímcích napříč vzorkem, metoda podílu fází.

	<b>Snímek</b>	<b>S1V1</b>	<b>S2V3</b>	<b>S3V3</b>
Pórovitost [%]	00	10,12	20,13	26,12
	10	7,37	17,32	11,72
	20	10,76	15,85	12,08
	30	21,16	14,16	13,41
	40	27,84	20,60	26,85
	50	26,88	19,10	20,02
	60	21,66	20,42	14,28
	70	20,45	20,18	14,81
	80	13,26	20,52	13,26
	90	17,10	18,07	17,15
	100	14,93	13,61	12,46
	110	16,77	-	13,79
	120	15,62	10,43	10,13
<b>Arit. průměr pórovitosti [%]</b>		<b>17,22</b>	<b>17,53</b>	<b>15,85</b>
<b>Spojité materiál vzorku [%]</b>		<b>82,78</b>	<b>82,47</b>	<b>84,15</b>

**Tab. 13** – Procentuální rozdělení pórů pro jednotlivé snímky napříč vzorkem, dle jejich velikosti – menší než 10  $\mu\text{m}$  a větší než 20  $\mu\text{m}$ .

[%]	Snímek	S1V1		S2V3		S3V3	
		< 10 $\mu\text{m}$	>20 $\mu\text{m}$	< 10 $\mu\text{m}$	>20 $\mu\text{m}$	< 10 $\mu\text{m}$	>20 $\mu\text{m}$
	00	91,21	3,42	93,88	1,93	93,17	2,03
	10	90,02	5,53	94,61	1,63	96,52	1,16
	20	87,52	7,37	94,51	1,77	94,88	1,94
	30	92,74	3,00	93,92	2,57	93,92	2,79
	40	91,33	4,78	95,76	1,31	97,48	0,61
	50	91,26	2,91	96,12	1,38	96,85	1,09
	60	88,45	5,26	95,73	1,73	95,04	2,02
	70	88,86	5,86	95,61	1,70	95,31	1,97
	80	86,33	8,35	95,61	1,83	94,66	1,97
	90	88,29	5,86	94,44	2,43	94,85	2,05
	100	85,76	6,75	94,94	1,87	94,89	1,83
	110	87,87	6,43	-	-	94,50	1,88
	120	85,51	8,15	95,90	1,72	94,60	1,98
<b>Arit. průměr [%]</b>		<b>88,86</b>	<b>5,66</b>	<b>95,09</b>	<b>1,82</b>	<b>94,13</b>	<b>1,79</b>

Analýza podílu fází a její správné vyhodnocení obecně velmi záleží na několika faktorech. Primárně je potřeba vyhodnocovat takový vzorek, který je správně oříznutý (od černého okolí, tedy materiálu, ve kterém je zalitý). Kdyby byl vzorek hodnocený tak, jak byl vyfocen, program by hodnotil totožně černou barvu pórů uvnitř vzorku, i černou barvu v okolí vzorku, která s pórovitostí už nijak nesouvisí. Oříznutí vzorku (dané vrstvy) je důležité také v místech, kde jsou široké rozevřené praskliny na povrchu. Nelze totiž jednoznačně rozhodnout o tom, co může být ještě spojitý materiál a co je prasklina. V tomto případě bylo oříznutí provedeno dle nejlepšího úsudku na základě vizuální kontroly řady snímků jednotlivých vrstev za sebou.

## 6 Testování korozní odolnosti

Koroze má ve vztahu ke SK velký význam. Především proto, že při většině praktických aplikací je materiál vystavován reakčnímu koroznímu prostředí. Při uvažované aplikaci tisknutého materiálu jako obráběcí nástroj je tedy nezbytné znát jeho korozní odolnost ve zvolených prostředích a zjistit, jak vstupní parametry tisku tuto odolnost ovlivňují.

### 6.1 Koroze

Koroze je jedním ze základních typů porušení povrchu materiálu. Jde o proces, při kterém dochází ke vzájemné reakci mezi povrchem materiálu a reakčním prostředím. Následkem této reakce (např. oxidace) dochází k postupnému narušování povrchu a může dojít až ke znehodnocení materiálu. To se nejčastěji projeví změnami vzhledu (změna barvy nebo lesku), změnami mechanických vlastností (změna pevnosti, tažnosti), nebo změnou rozměrů či hmotnosti součásti. [14]

Korozi lze obecně dělit dle typu napadení materiálu, dle charakteru korozního děje a dle korozního prostředí. V experimentální části se konkrétně jedná o elektrochemickou, nerovnoměrnou korozi (napadání primárně kobaltového pojiva) ve vodách (vodné roztoky obsahují další látky jako např. NaCl). [14]

### 6.2 Koroze slinutých karbidů

SK jsou ve většině svých aplikací vystaveny koroznímu prostředí a hrozí tak degradace materiálu. Rozsah koroze přímo závisí na obsahu kobaltového pojiva s karbidů wolframu WC a na velikosti jejich částic. Koroze primárně napadá kobaltové pojivo<sup>36</sup>, a proto čím vyšší je jeho obsah, tím větší a rychlejší je koroze. Zároveň platí, že čím větší je velikost zrna karbidu wolframu WC (čím hrubší je prášek), tím snáze probíhá koroze. To znamená, že pro snížení rizika napadení SK korozí je potřeba volit práškové směsi s jemným WC práškem a nízkým obsahem kobaltového pojiva. Ve vztahu k použité práškové směsi Ceratizit CTE60A, kdy obsah kobaltového pojiva je 30 % a WC prášek je hrubý, lze tedy očekávat nižší korozní odolnost. [15]

---

<sup>36</sup> Jeho degradace je způsobena chemickou reakcí s agresivními látkami. Proces se často označuje jako „vyluhování kobaltu“, zahrnuje anodické rozpouštění kobaltu a jeho opuštění z matrice WC. Tento proces je doprovázen odlupováním karbidických zrn v oblastech postižených korozí. Takto napadená oblast nemá téměř žádnou pevnost v tahu ani odolnost proti opotřebení.

### 6.3 Metoda lineární polarizace

Pro vyhodnocení korozní odolnosti materiálu byla zvolena metoda lineární polarizace. Především pro její rychlé provedení a vyhodnocení. Zde se jako ukazatele odolnosti určují primárně tři důležité veličiny – *rychlost koroze*, *elektrochemický potenciál* a *polarizační odpor*. Z teoretických předpokladů vyplývá, že čím vyšší je polarizační odpor, tím nižší je rychlost koroze (tím pomaleji povrch koroduje). Při korozi dochází k anodickému rozpouštění (oxidace na anodě). Hraniční hodnotou, kdy dochází k anodickému rozpouštění a ne katodickému (redukce) je právě hodnota elektrochemického potenciálu. [14]

#### 6.3.1 Příprava vzorků

Pro účely metody byly primárně vybrány vzorky S1V1 a S3V3 (viz kapitola 4.4.1 Testované vzorky). Tyto vzorky byly zality do vodivé směsi ConduFast. To proto, aby při tříelektrodovém zapojení vedly elektrický proud. Povrch vzorků byl z obou stran obroušen brusným papírem o zrnitosti 240, aby došlo ke správnému kontaktu mezi měděným plechem a vlastním zalitým vzorkem (viz kapitola 6.3.4 Popis metody).

#### 6.3.2 Experimentální zařízení

Pro experiment byl použit potenciostat SP – 150 od společnosti BioLogic (viz obr. 17), dostupný v laboratořích KMM ZČU. Jedná se o univerzální potenciostat používaný ve všech oblastech elektrochemie, např. hodnocení koroze, povlaků nebo hodnocení energie povrchů. Získané výsledky byly pak vyhodnocovány v programu EC-Lab. Technické parametry potenciostatu viz tab. 14. [14]



**Obr. 17** – Potenciostat SP – 150. [14]

**Tab. 14** – Technické parametry potenciostatu SP – 150. [14]

<b>Proudový rozsah:</b>	10 $\mu$ A až 800 mA
<b>Rozsah</b>	$\pm 20$ V
<b>Řídící napětí</b>	$\pm 10$ V
<b>Rozlišení napětí</b>	20 – 75 $\mu$ m
<b>Maximální skenovací rychlost:</b>	5 mV EIS měření 10 $\mu$ Hz – 1 MHz
<b>Proudové rozlišení:</b>	760 pA

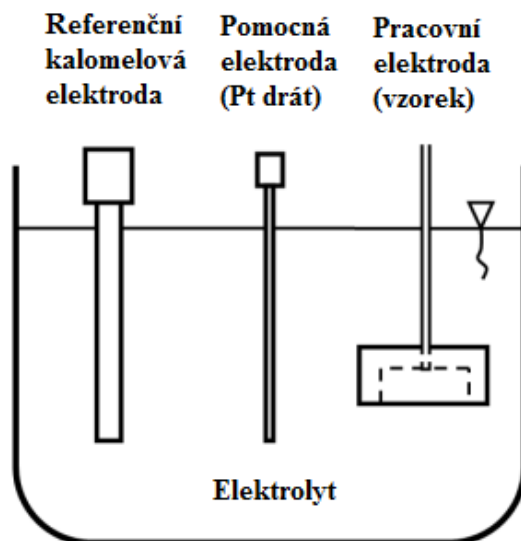
### 6.3.3 Korozní prostředí

Jako korozní prostředí byly zvoleny dva roztoky. Jako první byl použit základní 3,5 % roztok NaCl pro ověření, že metoda funguje a lze pozorovat znatelné rozdíly na testovaných vzorcích. Tento roztok byl připraven smícháním 350 g NaCl s 10 litry demineralizované vody. [14]

Jako druhé prostředí byl zvolen roztok korozit – destilovaná voda, v poměru 1:20. Toto prostředí je typicky používáno jako chladicí médium např. při obrábění, řezání atd. Vzhledem k uvažované praktické aplikaci testovaného materiálu jako obráběcí nástroj je zásadní znát jeho chování v tomto prostředí.

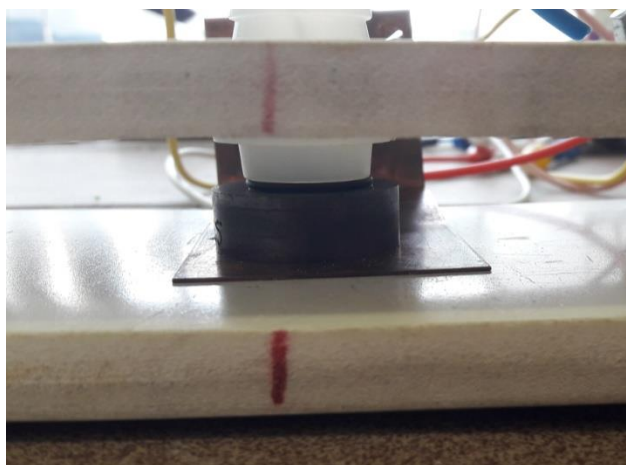
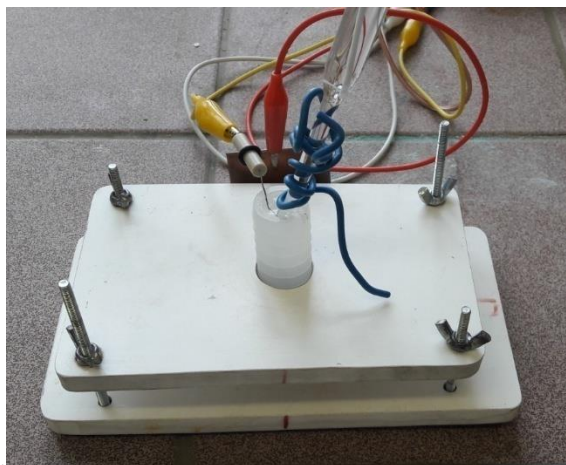
### 6.3.4 Popis metody

Jedná se o proces, při kterém je povrch vzorku vystaven zvolenému koroznímu prostředí s účinkem elektrochemické koroze (anodické rozpouštění) při tříelektrodovém zapojení. Vzorek byl zapojen jako pracovní elektroda, jako referenční elektroda slouží kalomelová elektroda, složená z roztoku chloridu draselného, ve kterém je ponořena rtuť pokrytá chloridem rtuťnatým. Jako protelektroda byl použit platinový drátek, skrze který je do elektrolytu (zvoleného roztoku) pouštěn proud způsobující změnu napětí mezi vzorkem a kalomelovou elektrodou (schéma viz obr. 18). [14]



**Obr. 18** – Schéma tříelektrodového zapojení, metoda lineární polarizace. [15]

Vzorek byl umístěn mezi dvě upínací dřevěné desky (viz obr. 19), mezi měděný plech (sloužící jako vodič) a plastovou baňku s gumovým těsněním na spodní hraně, které bránilo výtoku elektrolytu. Do této baňky s elektrolytem byla vložena zmíněná kalomelová elektroda a platinový drátek. Po celkovém nastavení metody a parametrů testování mohl být proces měření spuštěn. [14]



**Obr. 19** – Metoda lineární polarizace – upínací zařízení (vlevo) a zatěsněný vzorek (vpravo).

### 6.3.5 Zvolené parametry korozního testování

Tab. 15 – Zvolené parametry testování korozní odolnosti.

<b>Skenovaný rozsah:</b>	$\pm 0,025 \text{ V vs } E_{kor}$
<b>Skenovací rychlost:</b>	3ms / bod
<b>Ustálení:</b>	30 min

### 6.4 Naměřené hodnoty korozní odolnosti

Tab. 16 a 17 znázorňují naměřené hodnoty rychlosti koroze, polarizačního odporu a elektrochemického potenciálu pro obě korozní prostředí.

Tab. 16 – Naměřené hodnoty pro vzorky S1V1 a S3V3 v 3,5 % roztoku NaCl.

<b>Vzorek</b>	<b>Měření</b>	<b>Rychlost koroze [<math>\mu\text{m/rok}</math>]</b>	<b>Polarizační odpor <math>R_p</math> [<math>\Omega \cdot \text{cm}^2</math>]</b>	<b>Elektrochemický potenciál <math>E_{kor}</math> [mV vs Ref]</b>
S1V1	1. měření	12,94	201	-583,69
	2. měření	18,89	192	-640,36
	3. měření	15,89	186	-662,05
	4. měření	22,44	145	-577,78
	5. měření	25,01	113	-628,03
	6. měření	21,36	128	-623,30
	7. měření	24,47	127	-636,95
<b>Aritmetický průměr S1V1</b>		<b>20,14 <math>\pm</math> 4,15</b>	<b>156 <math>\pm</math> 33</b>	<b>-621,74 <math>\pm</math> 28,35</b>
S3V3	1. měření	12,62	731	-628,09
	2. měření	13,93	594	-643,55
	3. měření	14,38	700	-649,13
	4. měření	11,52	550	-564,55
	5. měření	17,87	339	-603,91
	6. měření	12,28	543	-625,33
	7. měření	14,77	405	-603,25
<b>Aritmetický průměr S3V3</b>		<b>13,91 <math>\pm</math> 1,95</b>	<b>552 <math>\pm</math> 132</b>	<b>-616,83 <math>\pm</math> 26,84</b>



**Tab. 17** – Naměřené hodnoty pro vzorky S1V1 a S3V3 v roztoku korozit – destilovaná voda.

Vzorek	Měření	Rychlost koroze [ $\mu\text{m}/\text{rok}$ ]	Polarizační odpor $R_p$ [ $\Omega \cdot \text{cm}^2$ ]	Elektrochemický potenciál $E_{\text{kor}}$ [mV vs Ref]
S1V1	1. měření	3,61	946	-358,73
	2. měření	2,81	1302	-266,57
	3. měření	2,06	1423	-253,54
	4. měření	5,05	575	-306,64
	5. měření	3,37	607	-287,39
	6. měření	2,62	798	-278,35
	7. měření	2,90	890	-257,86
<b>Aritmetický průměr S1V1</b>		<b>3,20 ± 0,89</b>	<b>934 ± 300</b>	<b>-287,01 ± 33,79</b>
S3V3	1. měření	1,75	3852	-293,47
	2. měření	1,71	5647	-241,24
	3. měření	1,14	6419	-218,39
	4. měření	3,45	1386	-322,61
	5. měření	2,93	2691	-242,72
	6. měření	1,83	4205	-213,17
	7. měření	2,00	5003	-199,74
<b>Aritmetický průměr S3V3</b>		<b>2,12 ± 0,74</b>	<b>4172 ± 1602</b>	<b>-247,33 ± 41,62</b>

**Tab. 18** – Souhrnná tabulka aritmetických průměrů výsledků korozní odolnosti vzorků S1V1 a S3V3.

Vzorek	Roztok	Rychlost koroze [ $\mu\text{m}/\text{rok}$ ]	Polarizační odpor $R_p$ [ $\Omega \cdot \text{cm}^2$ ]	Elektrochemický potenciál $E_{\text{kor}}$ [mV vs Ref]
S1V1	3,5 % roztok NaCl	20,14 ± 4,15	156 ± 33	-621,74 ± 28,35
S1V1	korozit – dest. voda	3,20 ± 0,89	934 ± 300	-287,01 ± 33,79
S3V3	3,5 % roztok NaCl	13,91 ± 1,95	552 ± 132	-616,83 ± 26,84
S3V3	korozit – dest. voda	2,12 ± 0,74	4172 ± 1602	-247,33 ± 41,62

## 7 Diskuze výsledků

Tab. 19 znázorňuje vstupní parametry 3D tisku vzorků S1V1, S2V3 a S3V3, včetně zjištěných hodnot z testování pórovitosti a korozní odolnosti materiálu.

**Tab. 19** – Vstupní parametry a zjištěné výsledky z provedených testování pro vzorky S1V1, S2V3 a S3V3.

Vzorek	S1V1	S2V3	S3V3
Celk. absorb. energie [J/mm <sup>3</sup> ]	1000	100	100
Inertní plyn	dusík	argon	dusík
Rychl. koroze v NaCl [μm/rok]	20,14 ± 4,15	-	13,91 ± 1,95
Rychl. koroze v roztoku korozit – destilovaná voda [μm/rok]	3,20 ± 0,89	-	2,12 ± 0,74
Pórovitost vzorku [%]	17,22	17,53	15,85
Obsah pórů < 10 μm [%]	88,86	95,09	94,13

Testování pórovitosti vzorků metodou 3D obrazové rekonstrukce umožnilo díky připravovaným mozaikovým snímkům 120 vrstev prvotní náhled na strukturu materiálu. Především na celkový obrys, pravidelné rozložení pórovitosti, delaminaci a praskliny ve spodních částech vzorku.

Při vlastní 3D rekonstrukci modelu bylo zjištěno, že nelze do programu nahrát všech 120 nafocených snímků tak, aby se do detailu přesně překrývaly póry, praskliny a okraje vzorku. Pokud dochází jen k minimální odchylce od přesného překrytí, splývá nafocená vrstva v kontinuální plochu vzorku bez pórů a lze pozorovat pouze obrysy vzorku. V tu chvíli ztrácí měření za účelem dokumentace pórovitosti smysl. Z toho důvodu bylo testování pórovitosti metodou 3D obrazové rekonstrukce za pomoci výše uvedeného softwaru neúspěšné. To by bylo možné jen v případě, že by testované vzorky (provedené výbrusy) měly pravidelný tvar, ideálně s rovnými hranami. To je v případě 3D tisku téměř nereálné, nebo minimálně velmi obtížné vzhledem k tomu, že se stále testují ideální vstupní parametry pro tisk. Nicméně v případě takového tvaru by bylo snazší oříznutí vzorků a tudíž by se i zvýšila šance na přesnější překrytí pórů. Pak by bylo teoreticky možné pórovitost sledovat. I tak by však muselo být překrytí zcela přesné vzhledem k rozsahu pórů o malých rozměrech, jinak by nastal ten samý problém.

Metoda 3D obrazové rekonstrukce však byla přínosem především proto, že připravované mozaikové snímky 120 vrstev vzorku byly využity v navazující náhradní analýze podílu fází.

Testováním pórovitosti materiálu analýzou fázového složení bylo možné zjistit procentuální zastoupení pórů ve zvolených vrstvách vzorku. Bylo zjištěno, že v objemu 3,9 mm výšky vzorku (120 nafocených vrstev po 30  $\mu\text{m}$ ) má nejnižší pórovitost (15,85 %) vzorek S3V3 tisknutý v dusíkové atmosféře se vstupní energií 100  $\text{J}/\text{mm}^3$ . Vzorek S1V1, také tisknutý v dusíkové atmosféře má pórovitost vyšší. To je způsobeno především o tolik vyšší vstupní energií (1000  $\text{J}/\text{mm}^3$ )<sup>37</sup>. Na základě toho lze prohlásit, že pro dosažení nižší pórovitosti materiálu je vhodné volit nižší vstupní energii laseru (v případě porovnání tisku ve stejné ochranné atmosféře).

Při porovnání vzorků S3V3 a S2V3, tedy vzorků tisknutých se stejnou vstupní energií laseru, ale v jiných ochranných atmosférách, bylo zjištěno následující. Z teorie vyplývá, že argon (vlivem své větší rozpínivosti) oproti dusíku působí v tavné lázni větším vnitřním tlakem a tudíž by měl způsobovat větší pórovitost materiálu. Tento předpoklad byl měřením pórovitosti analýzou podílu fází ověřován – pórovitost materiálu tisknutého v argonu je přibližně o 2 % vyšší (17,53 %). Ovšem s přihlédnutím na skutečnost, že proces tavení práškové směsi při 3D tisku je extrémně rychlý, nelze jednoznačně rozhodnout o chování inertních plynů v tavenině.

Zjištěné hodnoty pórovitosti lze dát do korelace s tab. 9 z kapitoly 4.4.2 Hustota vzorků. Naměřené hodnoty pomocí analýzy fázového složení dokládají, že v testovaném rozsahu 0 – 3,9 mm výšky vzorku tvoří spojitý materiál u vzorku S1V1 82,78 %, u vzorku S2V3 82,47 % a u vzorku S3V3 pak 84,15 %. To jsou zhruba o 10 % vyšší hodnoty, než jaké byly získány měřením hustoty vzorků. Tento rozdíl je velmi pravděpodobně způsobený určitou nepřesností a chybou v měření obou metod – jak měření hustoty vzorků, tak analýzy podílu fází.

Dále bylo analýzou fázového složení zjištěno, že u každého ze tří testovaných vzorků je v dané vrstvě přibližně 90 % zaznamenaných pórů menších než 10  $\mu\text{m}$ . Vzhledem k tomu, že se jedná o vyhodnocení každé desáté vrstvy (cca po 300  $\mu\text{m}$ ), nelze jednoznačně rozhodnout o tom, zda jsou celé 3D kulovité póry menší než 10  $\mu\text{m}$  co do průměru,

---

<sup>37</sup> Parametry tisku jako výkon laseru a skenovací rychlost není potřeba porovnávat, protože právě z nich se vypočítává vstupní energie.

nebo zda daná vrstva zrovna nezachycuje začátek či konec póru (tzn. v rozsahu 300  $\mu\text{m}$  mohl nabýt i větší velikosti co do průměru, než jen 10  $\mu\text{m}$ ). Ovšem na základě bližšího vizuálního zkoumání snímků 00 až 120 jednotlivých vrstev za sebou (viz příloha obrázků na CD) lze prohlásit, že téměř všechny póry v materiálu mají průměrnou velikost okolo 10  $\mu\text{m}$ .

V případě potřeby je tento předpoklad možné ověřit a potvrdit provedením analýzy podílu fází u každé odbroušené vrstvy po 30  $\mu\text{m}$  zvlášť. Případně ještě detailněji, provést výbrusy po např. 10  $\mu\text{m}$ . Je však potřeba klást stále důraz na podstatu problému, tzn. zaměřit se na způsob, jak vhodnou volbou vstupních parametrů tisku eliminovat pórovitost materiálu jako takovou. Proto tato detailnější měření nebyla provedena.

Při testování korozní odolnosti materiálu metodou lineární polarizace bylo zjištěno, že rychlost koroze vzorku S1V1 je v 3,5 % roztoku NaCl vyšší (20,14  $\mu\text{m}/\text{rok}$ ), než rychlost koroze vzorku S3V3 (13,91  $\mu\text{m}/\text{rok}$ ). Stejně tak je rychlost koroze vzorku S1V1 vyšší i v roztoku korozit – destilovaná voda (viz tab. 19). Na základě toho lze prohlásit, že pro dosažení vyšší korozní odolnosti materiálu je potřeba volit při procesu 3D tisku nižší vstupní energii laseru (při porovnání s tiskem ve stejných ochranných atmosférách). Všechny směrodatné odchylky při tomto testování byly zapříčiněny velmi citlivým měřením. Při testování metodou lineární polarizace záleží např. na dotažení horní dřevěné desky testovacího zařízení – to ovlivňuje kvalitu kontaktu vzorku s měděným plechem, sloužícím jako vodič.

Zjištěné výsledky z obou provedených testování lze mezi sebou porovnat. Na základě výsledků z tab. 19 lze předpokládat závislost, že čím nižší je pórovitost materiálu, tím vyšší je jeho korozní odolnost. Jedná se však pouze o předpoklad, který vyplývá z testování omezeného počtu vrstev vzorku. Nelze to takto jednoznačně prohlásit. Pro ověření by bylo potřeba provést obě testování u všech jednotlivých vrstev za sebou napříč vzorkem a následně tyto hodnoty mezi sebou porovnat. Znovu je však potřeba klást důraz na předmět zkoumání, tj. jak ovlivňují vstupní parametry tisku pórovitost a korozní odolnost materiálu. Proto tato detailnější měření nebyla provedena. Cíl testování byl naplněn.

## 8 Závěr

3D tisk slinutých karbidů je oproti např. 3D tisku plastů poměrně nová, málo prozkoumaná oblast. Bylo provedeno pouze pár experimentů na německých výzkumných institutech. Stále však nejsou přesně definovány optimální vstupní parametry 3D tisku, které by vedly k tisku použitelného materiálu pro praxi. Při experimentech často dochází k situaci např. nevhodně zvolené celkové vstupní energie laseru, nevhodně zvolené tloušťce práškové směsi, nevhodně zvolené ochranné atmosféře atd. Důsledkem je značná pórovitost materiálu a tedy i snížení mechanických vlastností a odolnosti proti korozi. Proto je materiál nepoužitelný v praxi, nebo je jeho využití značně omezené. Z těchto důvodů je v oblasti 3D tisku slinutých karbidů stále prostor pro experimentování a vývoj.

Cílem diplomové práce bylo zhotovit metodou 3D tisku, konkrétně technologií SLM slinutý karbid na bázi WC – Co. Dále zjistit, jak ovlivňují zvolené vstupní parametry 3D tisku pórovitost materiálu a jaký mají vliv na jeho korozní odolnost. S přihlédnutím na skutečnost, že uvažovanou praktickou aplikací tisknutého materiálu je obráběcí nástroj, lze předpokládat, že by materiál čelil náročným podmínkám. Musí mít dobrou korozní odolnost v uvažovaném korozním prostředí a zároveň takové mechanické vlastnosti (které jsou závislé od pórovitosti materiálu), aby obráběcí nástroj vydržel namáhání.

V první fázi experimentální části byly úspěšně zhotoveny (ze zvolené práškové směsi, za zvolených vstupních parametrů, na zvolené 3D tiskárně) tři série vzorků ze slinutého karbidu.

Při testování pórovitosti materiálu bylo zjištěno, že nelze toto testování provést metodou 3D obrazové rekonstrukce. Náhradní analýzou podílu fází bylo zjištěno, že pro dosažení nižší pórovitosti materiálu je nutné volit při procesu 3D tisku nižší vstupní energii laseru, tj.  $100 \text{ J/mm}^3$  (v případě porovnání tisku ve stejné ochranné atmosféře) a v případě stejných vstupních energií laseru volit takovou ochrannou atmosféru, jejíž plyn má nižší vnitřní tlak (viz kapitola 7 Diskuze výsledků).

Při testování korozní odolnosti materiálu metodou lineární polarizace bylo zjištěno, že pro dosažení vyšší korozní odolnosti je nutné volit v procesu 3D tisku nižší vstupní energii laseru ( $100 \text{ J/mm}^3$ ). Při takové vstupní energii lze dosáhnout pomalejší rychlosti koroze jak v 3,5 % roztoku NaCl ( $20,14 \mu\text{m/rok}$ ) tak v roztoku korozit – destilovaná voda ( $3,20 \mu\text{m/rok}$ ). Bylo dokázáno, že materiál tisknutý při vyšší vstupní energii laseru ( $1000 \text{ J/mm}^3$ ) koroduje rychleji.

Cíl diplomové práce byl naplněn. Podařilo se zvládnout 3D tisk slinutého karbidu technologií SLM a zároveň bylo vyzkoumáno, jakým způsobem ovlivňují vstupní parametry tisku vlastnosti zhotoveného materiálu, konkrétně jeho pórovitost a korozní odolnost.

Všechny zjištěné výsledky v této diplomové práci slouží jako stabilní podklad pro případné další navazující experimenty. V oblasti testování pórovitosti lze např. zkoumat poměr otevřených a uzavřených pórů v materiálu. Uzavřené póry lze vhodným tepelným zpracováním (např. slinováním) eliminovat a snížit tak výslednou pórovitost materiálu. Otevřené póry nelze tímto způsobem odstranit, ale bylo by možné je eliminovat např. zaplněním nízkotavitelným materiálem. V dalším výzkumu by mohly zjištěné výsledky (především pórovitost analyzovaná na 12 snímcích napříč 3,9 mm výšky materiálu) směřovat k rozšíření, tzn. provést tato měření u jednotlivých po sobě jdoucích vrstev napříč celým vzorkem a dosáhnout tak širší palety hodnot. Pro detailnější analýzu by se mohla obě testování provést i u vzorků s jinou vstupní energií laseru (např.  $500 \text{ J/mm}^3$ ), aby bylo lépe zachyceno, jak moc ovlivňuje tato vstupní energie pórovitost a korozní odolnost materiálu.

## 9 Použitá literatura

- [1] HUMÁR, A.; *Materiály pro řezné nástroje*; Interaktivní multimediální text pro všechny studijní programy FSI; [online]; Vysoké učení technické v Brně; Fakulta strojního inženýrství; Ústav strojírenské technologie; [www.ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat\\_pro\\_rez\\_nastroje/materialy\\_pro\\_rezne\\_nastroje\\_v2.pdf](http://www.ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf)
- [2] JANOUŠEK, A.; *Vlastnosti slinutých karbidů a jejich aplikace na řezné nástroje*; Plzeň; 2014; Diplomová práce; Západočeská univerzita v Plzni; Fakulta strojní; Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie; Vedoucí práce Antonín Kříž
- [3] CRHAN, L.; *Slinuté karbidy a jejich efektivní využití*; Brno; 2010; Bakalářská práce; Vysoké učení technické v Brně; Fakulta strojního inženýrství; Ústav strojírenské technologie; Vedoucí práce Anton Humár
- [4] KRAUS, V.; *Tepelné zpracování a slinování*; Západočeská univerzita v Plzni; Fakulta strojní; 2. vydání; Plzeň 2000; ISBN 978-80-261-0260-1
- [5] KAKÁČ, M.; *Slinuté karbidy pro obrábění korozivzdorných ocelí*; Brno; 2014; Bakalářská práce; Vysoké učení technické v Brně; Fakulta strojního inženýrství; Ústav strojírenské technologie; Vedoucí práce Anton Humár
- [6] DEMBEK, J.; *Slinuté karbidy a jejich efektivní využití*; Brno; 2010; Diplomová práce; Vysoké učení technické v Brně; Fakulta strojního inženýrství; Ústav strojírenské technologie; Vedoucí práce Anton Humár
- [7] CERATIZIT; *WEAR PARTS*; Souhrnný katalog; Hard Metal Matters; [online]; [www.ceratizit.com/uploads/tx\\_extproduct/files/GD\\_KT\\_PRO-0272-0613\\_SCS\\_ABS\\_VI.pdf](http://www.ceratizit.com/uploads/tx_extproduct/files/GD_KT_PRO-0272-0613_SCS_ABS_VI.pdf)
- [8] HEINDL, M.; *3D tisk*; Plzeň; 2011; Bakalářská práce; Západočeská univerzita v Plzni; Fakulta elektrotechnická; Katedra technologií a měření; Vedoucí práce Petr Řezáček

- [9] WANG, X.C., LAOUI, T., BONSE, J., KRUTH, J.P., LAUWERS, B., FROYEN, L.; *Direct Selective Laser Sintering of Hard Metal Powders: Experimental Study and Simulation*, [online]; London 2002; [www.link.springer.com](http://www.link.springer.com)
- [10] PRŮŠA, J.; *Základy 3D tisku*; [online]; Prusa Research s.r.o.; 2014; [www.prusa3d.cz](http://www.prusa3d.cz)
- [11] UHLMANN, E., BERGMANN, A., GRIDIN, W.; *Investigation on Additive Manufacturing of tungsten carbide-cobalt by Selective Laser Melting*; [online]; 15th Machining Innovations Conference for Aerospace Industry; 2015; [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)
- [12] PAGÁČ, M.; *Magazín Konstruktor.cz*; [online]; [www.konstruktor.cz/2016/10/10/zaciname-s-3d-tiskem-kovu-1/](http://www.konstruktor.cz/2016/10/10/zaciname-s-3d-tiskem-kovu-1/)
- [13] SLM Solutions; *Selective Laser Machine SLM 280.2*; [online]; [www.slm-solutions.com/products/machines/selective-laser-melting-machine-slm-280-20](http://www.slm-solutions.com/products/machines/selective-laser-melting-machine-slm-280-20)
- [14] NOVÁKOVÁ, M.; *Vliv deformace na korozní vlastnosti materiálu*; Plzeň; 2016; Diplomová práce; Západočeská univerzita v Plzni; Fakulta strojní; Katedra materiálů a strojírenské metalurgie; Vedoucí práce Antonín Kříž
- [15] JANEČEK, J.; *Korozní vlastnosti slinutých karbidů*; Plzeň; 2015; Diplomová práce; Západočeská univerzita v Plzni; Fakulta strojní; Katedra materiálů a strojírenské metalurgie; Vedoucí práce Antonín Kříž
- [16] BRICÍN, D.; Západočeská univerzita v Plzni; Fakulta strojní; Katedra materiálů a strojírenské metalurgie; Univerzitní 2732/8, Plzeň 3; 12.5. 2017