

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B0715A270013 – Strojní inženýrství
Studijní specializace: Strojírenské materiály a technologie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Porovnání metod stanovení pórovitosti výrobků

Autor: Denisa JANOVA
Vedoucí práce: Doc. Ing. Petr BENEŠ, Ph.D.

Akademický rok 2023/2024

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2023/2024

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **Denisa JANOVÁ**
Osobní číslo: **S21B0125P**
Studijní program: **B0715A270013 Strojní inženýrství**
Specializace: **Strojírenské materiály a technologie**
Téma práce: **Porovnání metod stanovení pórovitosti výrobků**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Definice pórovitosti materiálů
2. Možnosti eliminace pórovitosti u materiálů
3. Měření pórovitosti
4. Aditivní technologie
5. Návrh experimentálního programu
6. Diskuze výsledků
7. Závěr

Rozsah bakalářské práce: **30-40 stran**
Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam doporučené literatury:

Gibson, I., Rosen, D., Stucker, B., Khorasani, M., Additive manufacturing technologies, Springer, 2020, ISBN: 9783030561260.

Snell, R et al., Methods for rapid pore classification in metal additive manufacturing, in Metal Additive Manufacturing. JOM 72, 2020.

Vedoucí bakalářské práce: **Doc. Ing. Petr Beneš, Ph.D.**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce: **Ing. David Bricín, Ph.D.**
Centrum výzkumu Řež s.r.o.

Datum zadání bakalářské práce: **16. října 2023**
Termín odevzdání bakalářské práce: **24. května 2024**

L.S.

Doc. Ing. Vladimír Duchek, Ph.D.
děkan

Prof. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracovala samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

Poděkování

Předkládané výsledky byly získány s využitím infrastruktury CICRR, která je finančně podporována MŠMT – projekt LM2023041.

Dále bych ráda poděkovala všem, kteří mi byli v průběhu vypracování bakalářské práce nápomocni, tedy zejména mému vedoucímu bakalářské práce Doc. Ing. Petru Benešovi, Ph.D. a konzultantovi Ing. Davidu Bricínovi, Ph.D.

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Janová	Jméno Denisa	
STUDIJNÍ PROGRAM	S21B0125P Strojní inženýrství		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Ing. Beneš, PhD.	Jméno Petr	
PRACOVISŤE	ZČU - FST – KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Porovnání metod stanovení pórovitosti výrobků		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2024
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	69	TEXTOVÁ ČÁST	65	GRAFICKÁ ČÁST	4
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Bakalářská práce pojednává o pórovitosti a metodách používaných ke stanovení pórovitosti výrobků. V rešeršní části přibližuje pórovitost a aditivní technologie. Tato část dále obsahuje popis jednotlivých metod pro posuzování pórovitosti. V experimentální části jsou zmíněné metody použity ke stanovení pórovitosti výrobků. Jednotlivé výsledky metod jsou mezi sebou porovnávány v závěrečné části práce.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	aditivní technologie, pórovitost, DED, He pyknometrie, ultrazvuk, RTG, světelná mikroskopie

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Janová	Name Denisa	
STUDY PROGRAMME	S21B0125P Mechanical Engineering		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Ing. Beneš, PhD.	Name Petr	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Comparison of the Methods for Determining the Porosity of the Products		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2024
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	69	TEXT PART	65	GRAPHICAL PART	4
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This bachelor thesis deals with porosity and methods for determining the porosity of the products. In the research part, there is an introduction to additive technologies and porosity. There is also a characterization of methods for determining the porosity. In the experimental part, there is an introduction of samples and results of the experiments, which were on the samples applied. Individual methods are compared in the final part.
KEY WORDS	additive technologies, porosity, DED, He pycnometry, ultrasound, radiographic testing, microscopy

Obsah

1	Úvod	15
2	Rešeršní část	16
2.1	Aditivní technologie	16
2.1.1	Technologie Powder Bed Fusion.....	16
2.1.2	Technologie Directed Energy Deposition	17
2.2	Pórovitost.....	19
2.2.1	Příčiny vzniku z hlediska různé výroby materiálů	20
2.2.2	Metody Powder Bed Fusion	20
2.2.3	Vznik pórovitosti při výrobě metodou DED	23
2.2.4	Typy pórů	23
2.2.5	Důsledky na vlastnosti a použití.....	24
2.3	Možnosti eliminace pórovitosti	25
2.3.1	Predikce pórovitosti.....	25
2.3.2	Snížení pórovitosti.....	27
2.3.3	Úpravy po procesu výroby aditivní technologií	29
2.4	Měření pórovitosti	30
2.4.1	Nedestruktivní metody	30
2.4.2	Destruktivní metody	35
3	Popis vzorků a návrh experimentálního programu.....	39
3.1	Výroba, materiál a rozměry vzorků.....	39
4	Posuzování pórovitosti	43
4.1	Nedestruktivní metody	43
4.1.1	Prozařovací RTG zkouška.....	43
4.1.2	Zkouška ultrazvukem	43
4.1.3	Heliová pyknometrie	43
4.1.4	Kapilární zkouška.....	44
4.2	Destruktivní metody	44
4.2.1	Světelná mikroskopie	44
5	Výsledky.....	45
5.1	Nedestruktivní metody	45
5.1.1	Prozařovací RTG zkouška.....	45
5.1.2	Zkouška ultrazvukem	46
5.1.3	Heliová pyknometrie	52

5.1.4	Kapilární zkouška.....	53
5.2	Destruktivní metody	53
5.2.1	Světelná mikroskopie	54
6	Diskuze	60
6.1	Nedestruktivní metody	60
6.1.1	Rentgenová prořazovací zkouška.....	60
6.1.2	Zkouška ultrazvukem	60
6.1.3	Heliová pyknometrie	60
6.1.4	Kapilární zkouška.....	60
6.2	Destruktivní metody	60
6.2.1	Světelná mikroskopie	60
7	Závěr.....	62

Přílohy bakalářské práce

PŘÍLOHA č.1	i
-------------------	---

Seznam obrázků

Obr. 1 Znázornění procesu PBF z [4]	17
Obr. 2 Schématické naznačení metody DED z [4].....	18
Obr. 3 Struktura Ti/TiC vyrobené metodou DED [4]	19
Obr. 4: Rozdělení defektů [5].....	20
Obr. 5: Schéma mechanismu slinování částic [4]	21
Obr. 6: Stavba keyhole póru (vlevo) a lack of fusion póru (vpravo) [7].....	24
Obr. 7: Morfologie a charakteristické rozměry póru [5].....	26
Obr. 8: Metody snižování pórovitosti v průběhu procesu [5]	29
Obr. 9: Zobrazení procesů: izostatického lisování za tepla (vlevo) a ultrasonického peeingu (vpravo) [5]	30
Obr. 10: Časový vývoj metod pro určování pórovitosti [5]	31
Obr. 11: Základní schéma prozařovací zkoušky z [19].....	32
Obr. 12: Schéma průběhu kmitavého pohybu [20]	32
Obr. 13: Ohyb vlnění na překážce [20]	33
Obr. 14: Otvorový úhel objektivu [23].....	35
Obr. 15: Konstrukce metalografického mikroskopu [23]	36
Obr. 16: Snímky vzorku A vytvořeny stereolupou	40
Obr. 17: Snímek svrchní části vzorku A vzniklý kombinací laserového a optického mikroskopického snímku (vlevo), grafické schéma profilu svrchní části vzorku A (vpravo)	40
Obr. 18: 50x zvětšení struktury přechodu mezi základním materiálem a materiálem naneseným metodou DED vzorku A (vlevo), 100x zvětšení struktury přechodu mezi základním materiálem a materiálem naneseným metodou DED vzorku A (vpravo)	41
Obr. 19: Náčrt vzorku na stavěcí desce	42
Obr. 20: Uložení vzorků v rentgenu.....	43
Obr. 21: Pyknometr Pycnomatic ATC (vlevo), vzorek uložený v měřicí nádobě přístroje (vpravo).....	44
Obr. 22: Rentgenové snímky vzorku A.....	45
Obr. 23: Rentgenové snímky vzorku B.....	45
Obr. 24: Rentgenové snímky vzorku C.....	46
Obr. 25: Sektorový sken vzorku A ve směru nanášení vrstev	47
Obr. 26: Sektorový sken vzorku A ve směru kolmém na směr nanášení vrstev	47
Obr. 27: Sektorový sken vzorku B ve směru nanášení vrstev.....	48
Obr. 28: Sektorový sken vzorku C ve směru nanášení vrstev.....	48
Obr. 29: Lineární a A-sken vzorku A ve směru nanášení vrstev	49

Obr. 30: Lineární a A-sken vzorku A ve směru ve směru kolmém k růstu vrstev.....	50
Obr. 31: Lineární a A-sken vzorku B ve směru nanášení vrstev.....	50
Obr. 32: Lineární a A-sken vzorku C ve směru nanášení vrstev.....	51
Obr. 33: Indikace přítomnosti póru na povrchu vzorku A pomocí kapilární zkoušky.....	53
Obr. 34: Indikace přítomnosti póru na povrchu vzorku B pomocí kapilární zkoušky.....	53
Obr. 35: 100x zvětšení vzorku A	54
Obr. 36: Označené oblasti představující defekty (vzorek A).....	55
Obr. 37: Snímek vzorku A při 500x zvětšení.....	56
Obr. 38: 100x zvětšení vzorku B.....	57
Obr. 39: 100x zvětšení vzorku C.....	57

Seznam tabulek

Tabulka 1: Parametry tisku	39
Tabulka 2: Naměřené rozměry vzorků	39
Tabulka 3: Přehled charakteristik použitých sond	51
Tabulka 4: Procentuální podíl defektů na ploše vzorku A	55
Tabulka 5: Procentuální podíl defektů na ploše vzorku B	56
Tabulka 6: Procentuální podíl defektů na ploše vzorku C	58

Přehled použitých zkratk a symbolů

Zkratka	Anglický název	Význam
AM	Additive Manufacturing	aditivní technologie
DED	Direct Energy Deposition	technologie přímého natavování prášku
PBF	Powder Bed Fusion	technologie spékání práškové vrstvy
SLM	Selective Laser Melting	selektivní natavování laserovým paprskem
EBM	Electron Beam Melting	selektivní natavování elektronovým paprskem
LPS	liquid-phase sintering	slinování v tekuté fázi
KH	Keyhole	pór tvaru klíčové dírky
LF	Lack of Fusion	pór vzniklý nedostatkem dodané energie
LS	Laser Sintering	laserové slinování
HIP	Hot Isostatic Pressing	izostatické lisování zatepla
UPT	Ultrasonic Peening Treatment	ultrazvukový peeing

1 Úvod

Pórovitost může mít negativní vliv na mechanické vlastnosti výrobku, proto je důležitá její kontrola. Porozitu lze posuzovat dvěma druhy metod – destruktivními a nedestruktivními. Identifikace pórovitosti je však dlouholetým problémem z důvodu rozměrů pórů v řádech mikrometrů a neprůhledného charakteru dílů. V jednom dílu se mohou mísit všechny druhy pórů, přičemž jeden dominuje. K odhadu dopadu na vlastnosti dílu je nezbytná správná identifikace pórovitosti. U posuzování pórů je důležitá jejich morfologie, dále je důležité jejich rozmístění a četnost. Ke stanovení pórovitosti je tedy nutné použít přesné detekce.

Tato bakalářská práce pojednává o porovnávání metod stanovování pórovitosti výrobků, které byly vyrobeny pomocí aditivní technologie DED (Direct Energy Deposition – metoda přímého natavování prášku). Vzorčky byly vyrobeny z korozivzdorné oceli 316L. Pórovitost vzorků byla posuzována pomocí destruktivních a nedestruktivních metod a následně ve finální části bakalářské práce byly tyto metody mezi sebou porovnány.

Na základě výsledků studie, ve které byla zkoumána komponenta ze slitiny inconelu 718 vyrobená pomocí metody přímé depozice laserem, vyplývá, že vzorky s pozorovanými póry vzniklými nedostatkem fúze vykazovaly dvakrát až třikrát menší únavovou životnost než jejich tvářené protějšky, které byly vystaveny srovnatelným amplitudám napětí. [1] Na základě výsledků studie, ve které byly zkoumány komponenty z Ti-6Al-4V zhotovené pomocí přímé depozice laserem, plyne, že nejvíce negativní dopad na únavový výkon měly velké póry blízko povrchu a póry s nepravidelnými, nebo ostrými rysy. [2] Přestože na základě výsledků jiné studie bylo zjištěno, že komponenta ze slitiny inconelu 718 vyrobená pomocí aditivních technologií, která byla následně tepelně zpracovaná, měla ve srovnání s komponentou ze stejného materiálu vyrobenou pomocí aditivních technologií, která byla podrobena žíhání a stárnutí, srovnatelnou únavovou pevnost (480 MPa a 500 MPa) při $2 \cdot 10^7$ cyklech. V blízkosti povrchu došlo k iniciaci trhliny v oblastech o větší pórovitosti a na lomové ploše byly pozorovány plynové póry i póry vzniklé nedostatkem fúze. [3]

2 Rešeršní část

Rešeršní část přibližuje vznik pórů v průběhu výroby pomocí aditivních technologií, věnuje se definici pórovitosti a shrnuje její dopad na mechanické vlastnosti výrobku. V druhé části se věnuje vysvětlení základního principu metod, které se používají k detekci pórovitosti.

2.1 Aditivní technologie

Produkty procesů aditivní výroby (Additive Manufacturing, AM) jsou tvořeny postupným přidáváním jednotlivých vrstev materiálu na základě digitálního modelu. AM umožňuje vyrábění jedinečných nebo zakázkových dílů přímo dle návrhu bez potřeby užití nákladných nástrojů či forem (např. razníky či licí formy) a snižuje tak potřebu mnoha konvenčních kroků. AM umožňuje výrobu součástí se složitou vnitřní strukturou, které nejsou konvenčními metodami zhotovitelné. Dokonce lze dosáhnout snížení počtu výroby dílů tím, že se sníží nutnost montáže více součástí. Z těchto důvodů je AM široce užívána pro výrobu a design v leteckém, lékařském, energetickém či automobilovém průmyslu. [4]

Za posledních dvacet let došlo k výraznému pokroku v základních technologiích zpracování kovů AM a výrobní technologie kovového prášku, čímž bylo umožněno AM se stát nejmodernější metodou zpracování. AM slitin je založeno na technologii kovového prášku, svařování vysoce energickým paprskem, vrstvení a prototypování. [4]

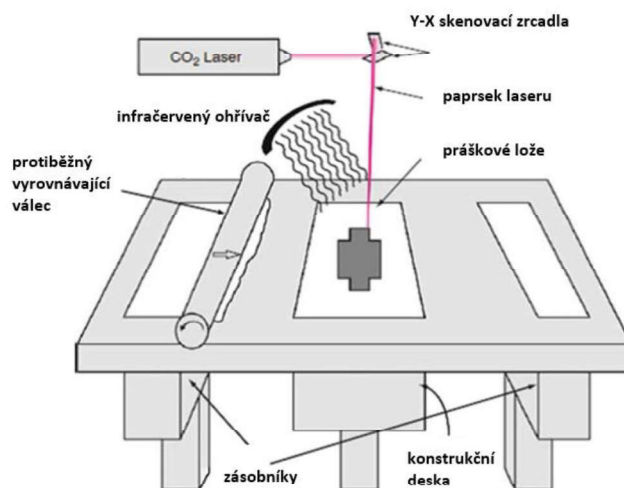
V průběhu procesů AM dochází ke propojování vstupního materiálu jako prášku, drátu či plechu do kompaktní kovové součásti, k čemuž dochází roztavením pomocí zdroje energie (např. laser, elektronový paprsek, elektrický oblouk či ultrazvukové vibrace) a následném ztuhnutí, to se opakuje vrstvu po vrstvě. Pro výrobu konstrukčně vyhovujícího dílu je nutné pochopení dostupných možností procesů AM, jejich fyzikálních dějů, výchozích materiálů, metod řízení procesů i detekci různých běžných vad a jejich opravy. Výrobní procesy AM lze zařadit do dvou skupin, které definuje norma ASTM Standard F2792. První skupinu představuje metoda přímého nanášení prášku (DED, Directed Energy Deposition), druhou skupinou je spékání práškové vrstvy (PBF, Powder Bed Fusion). Procesy AM lze však dále rozčlenit i podle zdroje primárního tepla využitím označení pro zdroj laseru (L), elektronového paprsku (EB), plazmového oblouku (PA) či plynového kovového oblouku (GMA). Lze vyjádřit metodu PBF se zdrojem tepla laseru či elektronového paprsku jako PBF-L či PBF-EB. Dále lze rozlišovat mezi procesy AM, zda se vyrábí díl procesy AM přímo z kovu či je vyroben mezidíl, který je následně dalšími mezikroky zpracováván. Mnoho procesů AM vyžaduje určitý stupeň následného zpracování a konečné úpravy. [4]

2.1.1 Technologie Powder Bed Fusion

Technologie spékání práškové vrstvy (PBF) patří mezi první komercializované procesy. Prvním komercializovaným procesem PBF bylo selektivní tavení laserem (SLM). Všechny procesy PBF se vyznačují shodnými charakteristikami. Mezi ně patří jeden nebo více zdrojů pro realizaci fúze mezi částicemi prášku, způsob fúze prášku do předepsané oblasti každé vrstvy, podávací mechanismy či vyhlazování práškových vrstev. Nejčastěji používaným zdrojem tepla jsou lasery. PBF procesy, které používají lasery, se označují laserové slinování (LS). PBF procesy jsou široce užívány a lze zpracovávat široké množství materiálů (včetně kovů, polymerů, keramiky i kompozitů). Stále častěji se používají pro přímou výrobu dílů ke konečnému použití, protože jejich mechanické vlastnosti jsou srovnatelné s mechanickými vlastnostmi dílu ze stejného materiálu vyrobeného konvenčními technologiemi. [4]

Na Obr. 1 je zobrazen proces PBF, konkrétně SL. Tato metoda spojuje tenké vrstvy prášku. Vrstvy prášku byly rozprostřeny po stavební ploše pomocí otáčejícího se vyrovnávacího válce. Tento proces probíhá uvnitř uzavřeného prostoru, což je komora naplněná N_2 . Vytvořená atmosféra zajišťuje minimalizaci oxidace a degradace práškového materiálu. Prášek ve stavební platformě je udržován při zvýšené teplotě (teplota těsně pod bodem tání, nebo teplota skelného přechodu práškového materiálu). Nad stavební platformou jsou umístěny infračervené ohřivače, které plní dvě funkce. Zaprvé udržují zvýšenou teplotu v okolí vytvářeného dílu, dále zprostředkovávají ohřívání práškového materiálu před rozprostřením na stavební plochu. Prášek je přiváděn kazetou. V některých případech může být platforma vyhřívána pomocí odporových ohřivačů. Pro minimalizaci výkonu laseru je používáno předeřívání prášku a udržování zvýšené a konstantní teploty uvnitř stavební platformy. Jakmile se zformuje a předeřeje vhodná vrstva prášku, zaostří se paprsek CO_2 laseru. Ten je nasměrován na práškové lože a je jím posouváno pomocí galvanometru, až tepelně spojí materiál. Okolní prášek zůstane sypký a tvoří podporu pro následující vrstvy. Sypký prášek tak eliminuje potřebu vytváření sekundárních podpěr. Když se dokončí vrstva, stavební platforma se sníží o tloušťku jedné vrstvy, nanese se a vyrovná nová vrstva pomocí protiběžného válce. Následně paprsek snímá další část průřezu. Jednotlivé kroky se opakují, dokud není dokončena celá součást. V ochlazovací části procesu je potřeba, aby se součásti rovnoměrně dostaly na požadovanou teplotu. V této fázi je možné s nimi manipulovat a vystavit je atmosféře. Jestliže by došlo vystavení dílu a prášku okolní teplotě atmosféry příliš brzo, prášek se může z důvodu přítomnosti O_2 rozkládat a díly deformovat k nerovnoměrné tepelné kontrakci. Následně jsou součásti vyjmuty z práškového lože, očištěny od sypkého prášku a v případě potřeby jsou aplikovány další dokončovací procesy. [4]

Na Obr.1 je naznačeno schéma metody PBF.



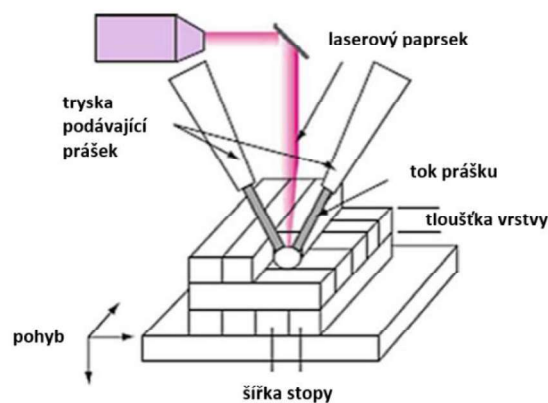
Obr. 1 Znázornění procesu PBF z [4]

Principiálně všechny materiály, co mohou být roztaveny a následně ztuhnou, lze použít v PBF. Tato metoda nachází uplatnění například pro kompozity, polymery, slitiny kovů a keramiku. [4]

2.1.2 Technologie Directed Energy Deposition

Metoda přímého nanášení prášku (DED) umožňuje vytváření dílu nataveným materiálem, tak jak byl nanesen. Tento přístup se využívá převážně u kovových prášků, i když

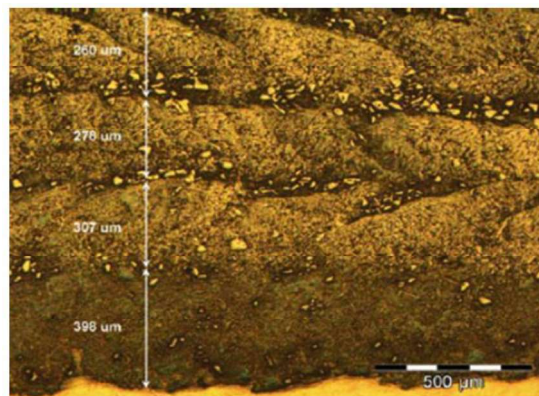
funguje i u polymerů, keramik či kompozitů s kovovou maticí. Z tohoto důvodu je tato metoda často nazývána jako technologie „depozice kovů“. DED využívá koncentraci přímé energie do úzké, konkrétní oblasti a způsobuje tím ohřev substrátu. Dochází k roztavení substrátu a jeho okolí. DED je schematicky zobrazeno na Obr. 2. Tyto metody, na rozdíl od technik PBF, nepoužívají roztavení prášku, který byl položen na práškovém loži, ale používá roztavení materiálů při jejich nanesení. DED používá soustředěný zdroj tepla (laseru či elektronového paprsku) k roztavení materiálů. Prášek v sytkém stavu je přiváděn podávací tryskou k místu, kam je směřován koncentrovaný laserový paprsek. V tomto místě dochází vlivem vysoké energie laseru k jeho natavení a následnému ztuhnutí. Složitá trojrozměrná geometrie dílu vyžaduje podpurný materiál či víceosou depoziční hlavu. V komerčním užití DED je materiál natavován pomocí laseru či elektronového paprsku, jako surovina se používá prášek či drát. [4]



Obr. 2 Schématické naznačení metody DED z [4]

Bylo vyvinuto mnoho druhů DED strojů. Jsou konstruovány na stejném principu, jen se liší ve výkonu laseru, velikosti laserové skvrnky, typ laseru, způsobu přivádění prášku, dodávkách inertního plynu, způsobech řízení zpětné vazby či způsobech řízení pohybu. Jelikož všechny tyto procesy zahrnují ukládání, tavení a tuhnutí prášku materiálu pomocí putující lázně taveniny, výsledná hustota vyrobených dílů dosahuje vysoké hodnoty. [4]

Vzniklé mikrostruktury dílů vyrobených pomocí DED a PBF se vyznačují podobnými charakteristikami. Mikrostruktura dílů vyrobených pomocí DED z Ti/TiC viz Obr. 3 se může lišit mezi vrstvami, ale i uvnitř vrstev. Větší částice přítomné v mikrostruktuře jsou neroztavené karbidy. Vznik vyššího počtu karbidů je zapříčiněn celkovým tepelným příkonem pro danou oblast taveniny. Změnou procesních parametrů lze ovlivnit počet karbidů ve výsledné mikrostruktuře. Zvýšením výkonu laseru povede k tomu, že bude větší množství dřívě nanesené vrstvy (popř. substrátu u první vrstvy) znovu přetaveno. [4]



Obr. 3 Struktura Ti/TiC vyrobené metodou DED [4]

Nejběžnějším typem DED je systém práškové laserové depozice (LBMD) optimalizované pro kovy. Depoziční hlava zprostředkovává ukládání materiálu na základní materiál. Depoziční hlava představuje integrovaný systém laserové optiky, práškové trysky, trubice s inertním plynem a popř. i senzory. Substrátem je často plochá deska, na které bude vyráběn díl, či jím může být použit již existující díl, na který bude nanášena další geometrie. Nanášení je řízeno relativním diferenciálním pohybem mezi depoziční hlavou a substrátem. Tento pohyb je realizován samotným pohybem nanášecí hlavy, substrátu a nebo kombinací pohybu substrátu a hlavy. Typické jsou 3-osé systémy, kdy depozice probíhá ve vertikálním směru. 4-osé či 5-osé systémy jsou opatřeny otočnými stoly či robotickými rameny. Některé společnosti začaly konstruovat hlavy LBMD, které lze začlenit do CNC frézky s vícenásobným měničem nástrojů. Stroj se tak vyznačuje aditivními a subtraktivními schopnostmi a tím se zvýšil jeho potenciál v opravárenství. [4]

Vliv parametrů na pórovitost výrobků

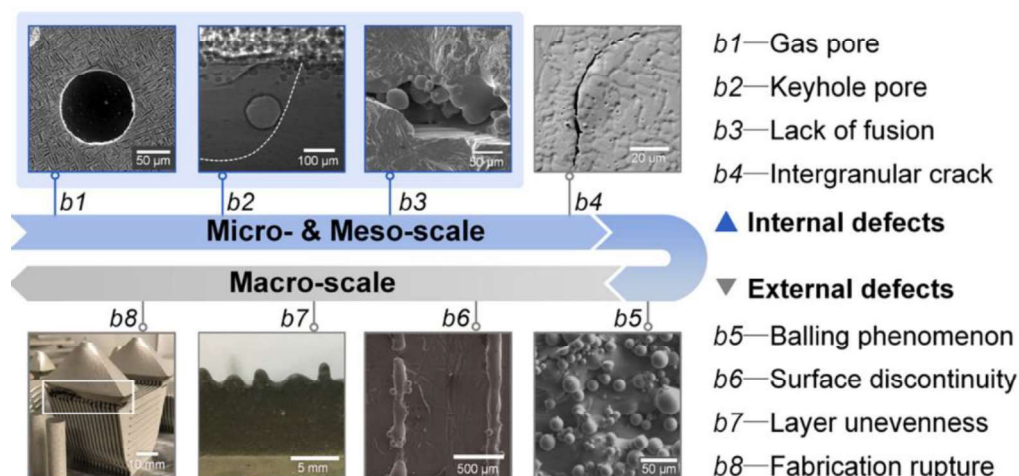
Technologií DED se vyrábí kromě dílů s nepříliš vysokou kvalitou povrchu i součásti, které se typicky vyznačují porézností. Vznik pórů je důsledkem zachycení plynů a nedostatečného spojení materiálu v průběhu výrobního procesu. Vhodný výběr parametrů procesu však může vznik těchto defektů zamezit. Mezi tyto parametry řadíme výkon laseru, rychlost skenování, krok mezi jednotlivými řádkami. Pečlivou volbou parametrů lze dosáhnout hustoty komponenty až 99,99 %. Díly vykazují i nehomogenitu struktury, která je způsobena komplexní tepelnou dynamikou během procesu výroby. Všechny zmíněné nežádoucí jevy však lze odstranit dodatečným zpracováním (např. tepelným). [5]

Nižší rychlost skenování vede k vysoké pórovitosti, která je zapříčiněna odpařováním prvků s nízkou teplotou tání. Pórovitost však může být vysoká i při relativně vysoké rychlosti skenování, což je způsobeno neúplným natavením prášku. Nízký výkon laseru vede k vyšší pórovitosti, jejíž vznik je přisuzován k poklesu schopnosti smáčení. [5]

2.2 Pórovitost

Pórovitost patří mezi vady, které lze rozdělit podle jejich rozměrů na makroskopické a mikroskopické. Na Obr. 4 je zobrazeno rozdělení jednotlivých defektů podle jejich velikosti. V části b1 je zobrazen plynový pór, který patří mezi defekty o nejmenších rozměrech. Dále jsou zde KH (keyhole) póry, LF (lack of fusion) póry a trhliny, které jsou také mikroskopické defekty. Mezi vady v makroskopickém měřítku patří kuličkování, nesouvislost povrchu,

nerovnoměrnost jednotlivých vrstev a praskliny. Makroskopické defekty mají fatální vliv na životnost součásti. [5]



Obr. 4: Rozdělení defektů [5]

2.2.1 Příčiny vzniku z hlediska různé výroby materiálů

Pórovitost je spjatá s mnohými výrobními technologiemi jako například odlévání, slinování karbidů, avšak i při výrobě aditivními technologiemi dochází k pórovité struktuře.

2.2.2 Metody Powder Bed Fusion

Mechanické vlastnosti výrobků aditivních technologií se mohou lišit od produktů vyrobenými konvenčními technologiemi. Z důvodu zvolení nevhodných parametrů tisku či při poruchách samotného procesu tisku dochází ke vzniku defektů. Například nedostatečné množství dodané energie může vést k porozitě. Obdobný případ může nastat při metodě SLM (Selective Laser Melting), jestliže není přiváděna dostatečná energie, nově nanesené řádky se náležitě nespojí a vytvoří se defekty podél těchto nově vzniklých linií. Výše zmíněné platí i pro metodu EBM (Electron Beam Melting). Výrobky zhotovené pomocí AM při nesprávných parametrech obsahují velké póry zasahující do několika vrstev. Ke vzniku malých globulárních pórů může dojít i při metodě EBM, kdy dojde k zachycení plynu, který se původně nacházel v atomárním stavu v kovovém prášku. Příčinou vzniku pórů může být samotná surovina ať už z důvodu zachycené pórovitosti v prášcích, kontaminace z prostředí či volbou nekvalitní kontaminované suroviny. Bylo prokázáno, že vysoké nároky na kontrolu kvality vstupních surovin pórovitost snižují, není ji však možné touto cestou úplně odstranit. [4]

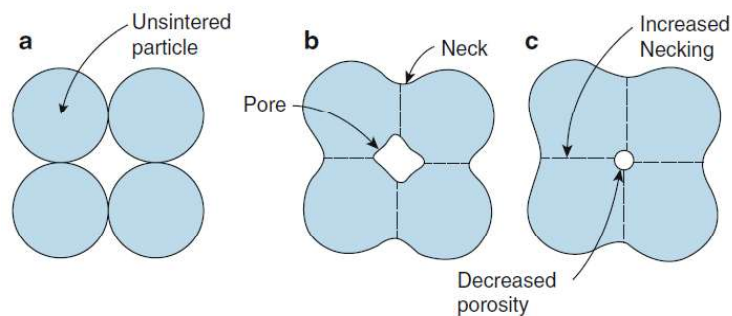
Při popisu metody Powder Bed Fusion se často používají termíny jako slinování atavení. Ve skutečnosti však tato metoda zahrnuje více mechanismů. Při procesech PBF jsou přítomny čtyři různé mechanismy. Řadí se sem slinování v pevné fázi, chemicky indikované vázání, slinování v kapalně fázi (LPS - liquid-phase sintering) a úplné roztavení. Komerčně nejpoužívanější je převážně LPS a tavení. [4]

Slinování v pevné fázi

Slinování v původním smyslu označuje fúzi částic prášku bez tání (tj. v jejich „pevném stavu“) za zvýšené teploty. Dochází k tomu při teplotách mezi polovinou teploty absolutního tání a teplotou tání. Hnací silou slinování je minimalizace celkové volné energie E_s u částic

prášku. Primárním mechanismem pro slinování je difúze mezi částicemi prášku. Povrchová energie E_s je úměrná celkové ploše povrchu částice S_A dle vztahu: $E_s = \gamma_s \times S_A$ (kde γ_s představuje povrchovou energii na jednotku plochy pro konkrétní materiál, atmosféru a teplotu). Splynou-li částice za zvýšených teplot, dojde ke zmenšení povrchu a k poklesu povrchové energie. [4]

S postupem slinování se velikost hrdla zvětšuje a velikost póru se zmenšuje. Jak se celkový povrch práškového lože snižuje, tak se rychlost slinování zpomaluje. Je vyžadován dlouhý čas slinování či vysoké teploty slinování, aby byla dosažena nízká úroveň poréznosti. Ke snížení času slinování se používá vnější tlaku (jako u izostatického lisování za tepla). Hnací síla slinování souvisí přímo s poměrem plochy povrchu ku objemu částice, jelikož celkový povrch v práškovém loži je funkcí velikosti částic. Čím větší je poměr plochy povrchu ku objemu, tím větší je hnací síla volné energie. Větší hnací síla je u menších částic, které vytvářejí hrdla a konsolidují se, proto se menší částice slinují rychleji a vytvářejí slinování za menších teplot než u větších částic. Rychlost difúze se exponenciálně zvyšuje s teplotou, dochází k rychlejšímu slinování při přibližování k teplotě tání. Avšak při slinování o teplotách blízkých se teplotě tání se jedná o nejpomalejší mechanismus selektivního spojení prášku v rámci metod PBF. [4]



Obr. 5: Schéma mechanismu slinování částic [4]

Z důvodu ekonomičnosti AM, je vyvíjen nátlak na snižování času pro tvorbu nové vrstvy, aby se dosáhlo zvýšení konkurenceschopnosti. Zdroj tepla vyvolávající fúzi by se měl rychle pohybovat, nebo rychleji vyvolávat fúzi, aby se snížil čas tvorby. Doba potřebná pro fúzi slinováním je často mnohem delší než pro fúzi tavením, proto jen málo metod AM používá slinování jako primární fúzní mechanismus, jsou však cesty, kde je slinování druhotným fúzním mechanismem. [4]

Dosažení 100% hustoty komponent bez pórů pomocí natavení práškového lože laserem či jiným zdrojem tepla je komplikované, proto charakteristickým rysem součástí, které byly vyrobeny metodami PBF, je přítomnost porozity v celém objemu. To je obvykle vnímáno jako škodlivé pro zamýšlené vlastnosti součásti. Pokud je součást po procesu skenování udržována při zvýšené teplotě, v pevném stavu dochází ke slinování v doprovodu s jinými jevy (např. růst zrn kovů), což vede ke snížení procentuálního zastoupení porozity v součásti. Nižší vrstvy jsou udržovány při vyšší teplotě, zatímco následující vrstvy jsou postupně nanášeny, což může vést k tomu, že spodní oblasti součásti budou vykazovat větší hustotu než ty výše položené. V součásti může vzniknout nerovnoměrné rozložení pórovitosti, čemuž se může předejít kontrolou teploty lože, rychlosti chlazení či dalších parametrů. Metoda EBM často využívá pozitivního dopadu spékání pevných částic za vysokých teplot a růstu zrn naošetření kovových součástí. Ty jsou vystaveny vysoké teplotě, při které dojde k difúzi a růstu zrn, což může zapříčinit i 100% hustotu součásti. [4]

Chemicky indukované slinování

Chemicky indukované slinování zahrnuje použití tepelně aktivované chemické reakce mezi dvěma typy prášků nebo mezi prášky a atmosférickými plyny za vzniku vedlejšího produktu, který spojuje prášky dohromady. Tento fúzní mechanismus je využíván především u keramických materiálů. Produktem chemicky vyvolaného slinování je částečná porozita. Infiltrace po procesu či slinování ve vysokoteplotní peci za účelem zvýšení hustoty jsou často používány, aby se dosáhlo vlastností potřebných pro mnoho aplikací. Tato postprocesní infiltrace může s sebou nést další reaktivní prvky, které mohou po infiltraci vytvořit nové chemické sloučeniny. Komerční využití chemicky indukovaného slinování je omezeno z důvodu finanční a časové náročnosti spojené s postprocesním zpracováním. [4]

Liquid-phase sintering (LPS)

Pravděpodobně nejuniverzálnějším mechanismem pro metodu BPF je mechanismus LPS. K fúzi částic dochází, pokud část složek v souboru se roztaví, zatímco zbylé částice zůstanou pevném stavu. Roztavené složky působí jako lepidlo, které plní funkci spojení pevných částic dohromady. Z toho plyne, že částice s vysokým bodem tavení mohou být spojeny, aniž by bylo nutné přikročit k jejich přímému tavení nebo slinování. Z toho důvodu LPS nachází široké využití v konvenční práškové metalurgii. [4]

Odlišné pojivo a plnivo

V mnoha případech LPS je rozdíl mezi spojovacím materiálem a plnivem. Ty mohou být kombinovány třemi způsoby – oddělené částice, složené částice nebo potažené částice.

Oddělené částice lze popsat jako jednoduchou a dobře promíchanou směs pojiva a plniva. V případě, kdy plnivový materiál má dominantní vliv ve finální struktuře, je výhodné zvolit plnivový materiál o menším rozměru částic než mají částice plniva. To umožňuje menší smrštění a nižší poréznost. Disperze malých částic pojiva kolem struktury částic plniva napomáhá zatékání pojiva do mezer, které jsou mezi částicemi plniva. To zapříčiňuje lepší navázání jednotlivých částic plniva. Jednotlivé materiály nejsou vystaveny zdroji tepla po dostatečně dlouhou dobu, aby došlo k roztečení pojiva a zároveň aby vlivem povrchového napětí došlo k přitažení částic, než dojde k opětovnému ztuhnutí pojiva. Vzniklé kompozitní materiály jsou tak typicky porézní. To je často záměrem u výroby součástí, u kterých je využita metoda oddělených částic. Součástí jsou po vyrobení vloženy do pece za účelem dosažení požadovaných mechanických vlastností. K výrobě součástí lze využít i jako plnivo polymery, avšak ke snížení či vyplnění poréznosti je vyžadováno postprocesní zpracování. [4]

Složené částice obsahují v každé nově vzniklé částici jak pojivo, tak i plnicí materiál. Mezi výhody složených částic patří vyšší hustota a možnost lepší povrchové úpravy po zpracování než u výchozích materiálů. [4]

V některých případech má kompozit vzniklý potažením částic pojiva lepší vlastnosti než náhodné spojení částic pojiva a plniva. Mezi kladné vlastnosti patří: lepší absorpce energie laseru či lepší tokové vlastnosti. [4]

Podobné pojivo a plnivo

V kovech, u kterých není zřetelné pojivo nebo plnicí materiál, může nastat LPS např. při částečném tavení částic jednoho typu, nebo jestliže výsledný materiál má složky

s nižší teplotou tání. Jako první se roztaví části slitiny s vyšší koncentrací složek o nižší teplotě tání. Mnoho slitin lze zpracovávat takovým způsobem, při kterém dojde k roztavení části slitiny, pokud jí je dodáno potřebné množství energie. [4]

Úplné roztavení je nejčastěji používaný mechanismus při výrobě metodou PBF. Materiál je vystaven dopadajícímu množství tepelné energie, jež jej roztavuje do hloubky přesahující tloušťku vrstvy. Nově ztuhlá struktura je roztavena tepelnou energií následných skenů (či elektronových paprsků). Mechanismus úplného roztavení je účinný při vytváření dobře spojených struktur. Tyto struktury se vyznačují vysokou hustotou kovů popř. polymerů. Materiály by měly být během procesu zcela roztaveny, aby došlo k řádnému spojení jednotlivých částic, čímž by mělo být dosaženo nejvyšší pevnosti. Rychlé natavení a následné tuhnutí způsobuje jedinečné vlastnosti, které jsou odlišné od vlastností vzniklých sléváním či tvářením stejných slitin. Tyto jedinečné vlastnosti mohou být v některých případech více žádoucí. [4]

2.2.3 Vznik pórovitosti při výrobě metodou DED

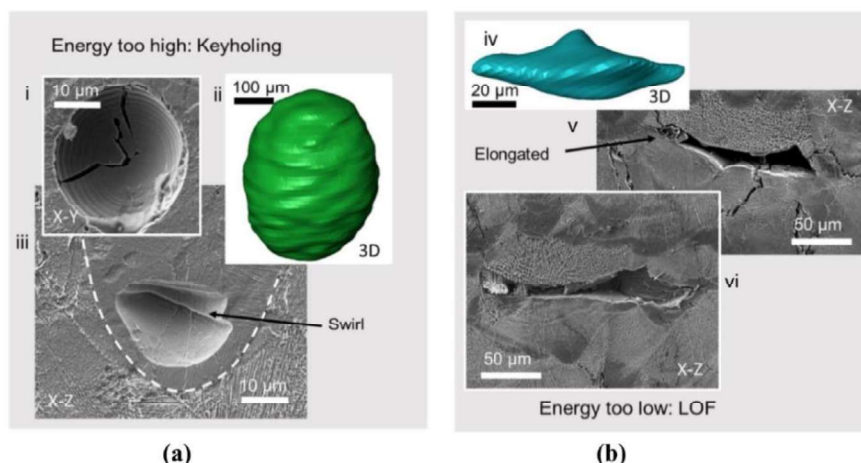
Množství a rozložení pórů nesouvisí vždy jen s parametry tisku. Závisí totiž i na plynech zachycených během zpracování či na vlhkosti prášku. Bylo zjištěno, že rychlost přísunu prášku může zapříčinit snížení porozity na rozdíl od rychlosti skenování, kdy se zvyšováním rychlosti dochází ke zvyšování pórovitosti výrobků. [6]

2.2.4 Typy pórů

Předpokládá se, že během AM procesů dochází k tvorbě tří hlavních typů pórů: plynových pórů, pórů tvarem připomínající klíčovou díрку (z angl. Keyholes, často v literatuře označovány jako KH) a pórů vzniklých nedostatkem fúze. Odlišují se mezi sebou tvarem, velikostí a formovacím mechanismem.

Nadbytek vstupní energie v průběhu procesu tavení může vést ke vzniku KH pórů. KH póry jsou relativně velké, v horizontálním směru kruhové a ve vertikálním protáhlé. Lze se setkat i s KH póry, které jsou nahoře širší než u dna, svým tvarem tak připomínají klíčovou díрку. KH pór je zobrazen na Obr. 6 v části a.

Póry též vznikají nedostatkem dodané energie (často v literatuře označované jako LF z anglického názvu „Lack of Fusion“) na práškové lože během procesu tavení. Při nižších hodnotách přísunu tepelné energie nedochází k plnému roztavení kovového prášku. LF póry se vyznačují nepravidelností a s přihlédnutím k velikosti tavicí lázně jsou i poměrně velké. Jeden LF pór je vyznačen na Obr. 6 v části b.



Obr. 6: Stavba keyhole póru (vlevo) a lack of fusion póru (vpravo) [7]

Plynové póry mají nejmenší a nejvíce zakulacený tvar ze zmíněných typů pórů. Vznikají zachycením plynu, který byl již přítomen v kovovém prášku nebo byl zachycen během procesu tavení. Jedná se o nejčastější druh pórů, které vznikají během procesů AM.

Na Obr. 6 jsou zobrazeny póry KH a LF, které byly zpozorovány u dílu ze slitiny IN 713C vyrobeného pomocí AM. V části *i* je zobrazen snímek póru KH v rovině XY, který je zachycen pomocí skenovacího elektronového mikroskopu (SEM). V části *ii* se nachází rekonstruovaný pór pomocí rentgenové počítačové tomografie (XCT). Snímek *iii* zobrazuje SEM snímek póru KH v rovině XZ. Na obrázku *iv* je zobrazen výsledek XCT rekonstrukce LF póru. Obrázku *v* zachycuje snímek SEM póru LF v rovině XZ. Na obrázku *vi* je zobrazen snímek SEM póru LF v rovině XZ. [7]

2.2.5 Důsledky na vlastnosti a použití

Pórovitost nepříznivě ovlivňuje mechanické vlastnosti komponent, avšak v některých případech je pórovitá struktura žádoucí.

Vliv výroby aditivními technologiemi na mechanické vlastnosti

Porozita značně ovlivňuje mechanické vlastnosti součástí vyrobených metodou EBM či SLM. Póry mají dále velký vliv na životnost komponenty při dynamickém namáhání. Santos a kol. laserově nativili čistý titanový prášek a vyrobené vzorky měly hodnotu hustoty přesahující 95 %. Ve srovnání s tvářeným materiálem tyto vzorky vykazovaly srovnatelnou pevnost v tahu, jejich rázová houževnatost a pevnost v krutu byla spíše nižší, a to právě z důvodu vysoké porozity. [8] Li a kol. provedli tlakové zkoušky na vzorcích ze slitiny Ti-6Al-4V s poměrně vysokou hodnotou porozity (60 – 85 % obj.) a bylo zjištěno, že mez únavy rostla s relativní hustotou výrobku. [9] Dle studie, která se zabývala vlivem póru na mechanické vlastnosti porézních částí Ti-6Al-4V, vyplývá, že geometrická morfologie defektu a porézní struktura mohou silně ovlivnit pevnost. [10]

Vandenbroucke a kol. se zabývali tvrdostí komponent z Ti-6Al-4V, které byly vyrobeny metodou SLM a bylo zjištěno, že makrotvrdost může být ovlivněna porozitou, ale mikrotvrdost nikoliv. [11] Heinlem a kol. byla hodnocena pevnost v tlaku u nesochastické porézní struktury Ti-6Al-4V, která byla vyrobena pomocí EBM. [12] Murr a kol. hodnotili porézní struktury Ti-6Al-4V vyrobené metodou EBM a nesochastické struktury.

Bylo zjištěno, že tuhost těchto struktur s navrženou porositou přímo závisí na hustotě a nepřímo závisí na porozitě. [13]

Vliv výroby aditivními technologiemi na únavu materiálu

Bylo zjištěno, že hodnota mezního napětí materiálu závisí na mikroskopických pórech, naproti tomu zbytková napětí mají vliv na rychlost šíření únavového lomu. Experimentálně zjištěné únavové vlastnosti jsou v širokém rozptylu hodnot nezávisle na metodě zpracování. Rozptyl závisí na přítomnosti běžných defektů a záměrně zavedených geometrických nerovnoměrnostech. V materiálu, který je kompletně bez pórů či defektů souvisejících s povrchem, nastává únavové selhání tehdy, když dojde ke vzniku dutin způsobených nahromaděním dislokací, které se šíří směrem k povrchu, až dojde k úplné destrukci. [14]

Únavová životnost se může významně snížit, pokud dojde k zavedení povrchových či vnitřních defektů, které působí jako koncentrátoři napětí. Únavový výkon ovlivňuje morfologie, umístění, velikost a podíl vnitřních defektů. Při nedostatku fúze dochází ke vzniku protáhlých dutin s ostrými rohy, což je nejškodlivější typ vnitřních defektů. Může dojít k nahromadění napětí ve špičkách rohů o hodnoty, které mohou mnohonásobně převyšovat aplikované napětí.

Bylo zkoumáno multiaxiální únavové chování komponent z Ti-6Al-4V vyrobených pomocí PBF-L a bylo prokázáno, že nejdominantnější vliv na zkracování únavové životnosti měly póry v blízkosti povrchu vzorků. Dle výzkumu, ve kterém byly zkoumány hlavní charakteristiky pro AM komponenty se zvýšenou únavovou životností, vyplývá, že stěžejním faktorem omezující životnost komponent jsou velké a nepravidelné póry, které jsou v blízkosti povrchu. [15]

Z výzkumu únavové výkonosti vzorků vyrobených pomocí PBF-L z AlSi12 zhotovených s různými teplotami konstrukčních desek plyne: vzorky vyrobené bez zvýšené teploty vykazovaly nejlepší únavové vlastnosti ($1,8 \pm 0,9 \cdot 10^5$ cyklů při 120 MPa), měly však největší rozptyl hodnot únavy. Dochází totiž ke tvorbě pórů vzniklých nedostatkem fúze na okrajích (do 250 μm od povrchu vzorků) u vzorků se zvýšenou teplotou stavěcí desky. Plynové póry nemají natolik fatální vliv na vlastnosti komponent jako póry vzniklé nedostatkem fúze, ale velké množství poréznosti se může negativně podepsat na únavovou životnost. Plynové póry jsou méně škodlivé z důvodu jejich kulovému tvaru a malým rozměrům. Únavovou životnost však negativně snižuje jen porozita ale i drsnost povrchu či intermetalické oxidy a sloučeniny. [13], [16], [17]

2.3 Možnosti eliminace pórovitosti

Pórovitost lze eliminovat na základě predikce či samotnou eliminací při jednotlivých fázích (před procesem, úpravou parametrů procesu či postprocesním zpracováním).

2.3.1 Predikce pórovitosti

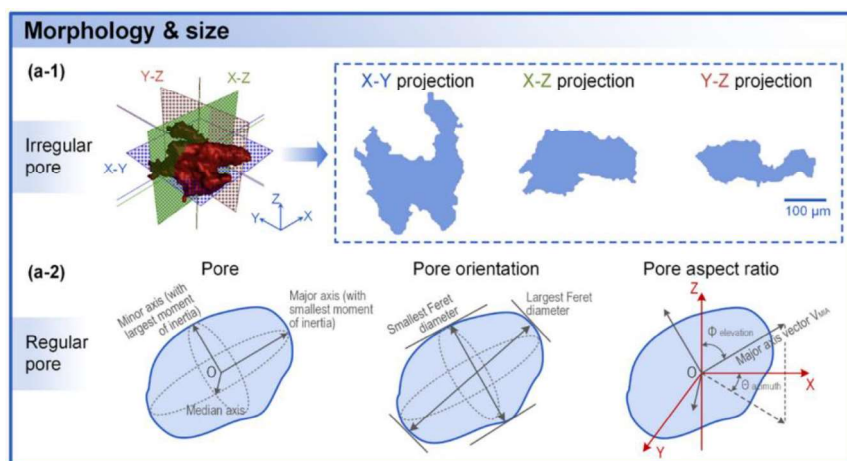
Predikci pórovitosti lze provést například analytickou predikcí, multifyzikální simulací či odhadem založeného na strojovém učení. [5]

Analytická predikce

K stanovení předem kvantitativních kritérií výskytu pórů se běžně používá analytického modelu. Model je obecně vytvořen na základě přítomných fyzikálních jevů vzniklých při AM (např. morfologie tištěné stopy, vývoj roztavené lázně atd.) a zpracování informací (např. parametry atd.). Morfologie roztavené lázně ovlivňuje vznik pórovitosti. Lze reflektovat výskyt LOF pórů pomocí integrace několika kritických charakteristik (tloušťka vrstvy H , vzdálenost jednotlivých řádků L , šířka roztavené lázně W a hloubka D) ze vztahu 1. Je-li po dosazení do vztahu výsledek menší než jedna, dochází k plnému překrytí stop, což naznačuje, že téměř nedochází k tvorbě LOF pórů, avšak je zde možnost tvorby KH pórů o větších rozměrech. Stupeň nestability tvorby KH pórů závisí na změně úhlu θ přední stěny KH póru viz obr. 7. [5]

$$\left(\frac{H}{W}\right)^2 + \left(\frac{L}{D}\right)^2 \leq 1 \quad (1)$$

K tvorbě KH póru může dojít, pokud je θ větší než určitá hodnota. Dle geometrického vztahu pojednávající o KH póru vyplývá, že když délka přední stěny KH póru (s , definovaná jako $\frac{d_1}{\tan\theta}$) zůstává konstantní, tak θ se zvyšuje s rostoucí hloubkou KH póru d_1 . Lze to interpretovat tak, že dochází ke vzniku KH póru tehdy, když hodnota d_1 překročí určitou kritickou hodnotu d_c . Sady základních parametrů hrají dominantní roli. V oblasti s vysokou energií a rychlostí skenování se hodnota d_c opírá o rychlost skenování ($d_c \sim v_{\text{scan}}^6$) a výkonu laseru ($d_c \sim P$). Pro predikci pórů je úvaha na základě parametrů zásadní. Morfologie a charakteristické rozměry pórů jsou vyznačeny na Obr. 7. [5]



Obr. 7: Morfologie a charakteristické rozměry póru [5]

Multifyzikální simulace

Multifyzikální simulace (MPM) poskytuje alternativní zobrazení složitých fyzikálních jevů, ke kterým dochází při procesu tisku. Simulaci doplňuje experimentální měření, což zlepšuje porozumění vztahu mezi poréznoostí a parametry tisku. MPM dokáže předpovídat pórovitost. [5]

Odhad založený na strojovém učení

Postupy pro predikci pórovitosti vycházející z odhadu založeného na strojovém učení (ML), disponují výhodou ve srovnání s finančně náročnou metodou pokusu a omylu či multifyzikální simulace. [5]

2.3.2 Snížení pórovitosti

Přestože je náročné odstranit defekty již v průběhu tisku z důvodu složitosti procesu, porozita s sebou nese mnohá rizika, proto byla vyvinuta mnohá opatření, která zabraňují její tvorbě. Metody snižování pórovitosti lze rozdělit do dvou kategorií. Metody spadající do první kategorie se zaměřují na úpravu jednotlivých částí procesu aditivní výroby (jako předúprava surovin nebo změny parametrů procesu), aby působily preventivně. Druhá skupina metodik se zaměřuje na úpravu po procesu AM. [5]

Úpravy jednotlivých částí procesu

Úpravou jednotlivých částí procesu jako například přípravu surovin či úpravou parametrů tisku lze snížit pórovitost výsledné struktury.

Příprava surovin

Materiál (prášek či drát), k jehož natavování bude docházet v průběhu procesu, by měl zůstat čistý a suchý. Kdyby se do roztavené lázně dostala vlhkost, plyn či jiný uhlovodík, došlo by k tvorbě póru. Bylo zjištěno, že nanočástice ovlivňují formaci KH pórů. Rozlišují se dva mechanismy. První mechanismus je založen na tom, že nanočástice zvyšují viskozitu taveniny, která zabraňuje tvorbě výčnělků a snižuje tvorbu KH pórů. Druhý mechanismus je založený na pomalejší migraci KH pórů v lázni o vyšší viskozitě. [5]

Optimalizace parametrů procesu

Většina vad komponent je zapříčiněna procesem aditivní technologie. Mnoho publikací bylo motivováno k odhalení vztahu mezi základními parametry tisku a tvorbou póru, systematicky zvažovat vztah mezi těmito kritickými řídicími faktory a posléze rozvíjet způsoby minimalizace defektů v závislosti na parametrech, následně bude stanovena strategie optimalizace parametrů procesu z důvodu snížení pórovitosti. [5]

Analýza založená na experimentech a statistice

Stabilita procesu závisí na jeho složkách jako je nastavení zařízení či na sadách parametrů. Mezi preventivní metody lze zařadit změnu Gaussova laserového svazku (difrakční) na Besselův paprsek (není difrakční, příčný průřez paprsku je konstantní, avšak energie není koncentrována kolem centrální osy), využívání čisté a kvalitní suroviny či tisk při snížené okolní teplotě a tlaku. Momentálně se však zájem upírá k prevenci vzniku pórů, která je založená na pochopení vlivu optimalizovaných parametrů tisku na kolísání pórovitosti. Obecně platí, že pórovitost má tendenci klesat s rostoucí energií. Dostatečné množství energie rychleji nataví kovový prášek, dochází k hladšímu a více konzistentnímu tuhnutí, což vede k vyšší hustotě komponent. Mezi důležité parametry tisku patří: výkon laseru, rychlost skenování a vzdálenost mezi jednotlivými trasami laseru. [5]

Za určitých podmínek je výhodné zvýšit výkon laseru, což vede k omezení výskytu LOF pórů.

- Mezi rychlostí skenování a pórovitostí je jistá korelace. Při snižování rychlosti skenování dochází i ke snížení pórovitosti.
- Vztah mezi vzájemnou vzdáleností jednotlivých tras laseru a pórovitostí je v současnosti předmětem mnoha diskutabilních závěrů, které stěží prokazují přímou monotónní závislost. Zmenšení vzdálenosti mezi jednotlivými řádky může vést k jejich vzájemnému překrytí, čímž dojde ke snížení LOF pórovitosti.

Důležitou roli hraje i strategie skenování. Volba vzoru křížového skenování mezi vrstvami může zabránit šíření LOF pórů napříč jednotlivými vrstvami. Dochází k redukci vzniku pórů z důvodu opětovného natavení překrývajících se vrstev. [5]

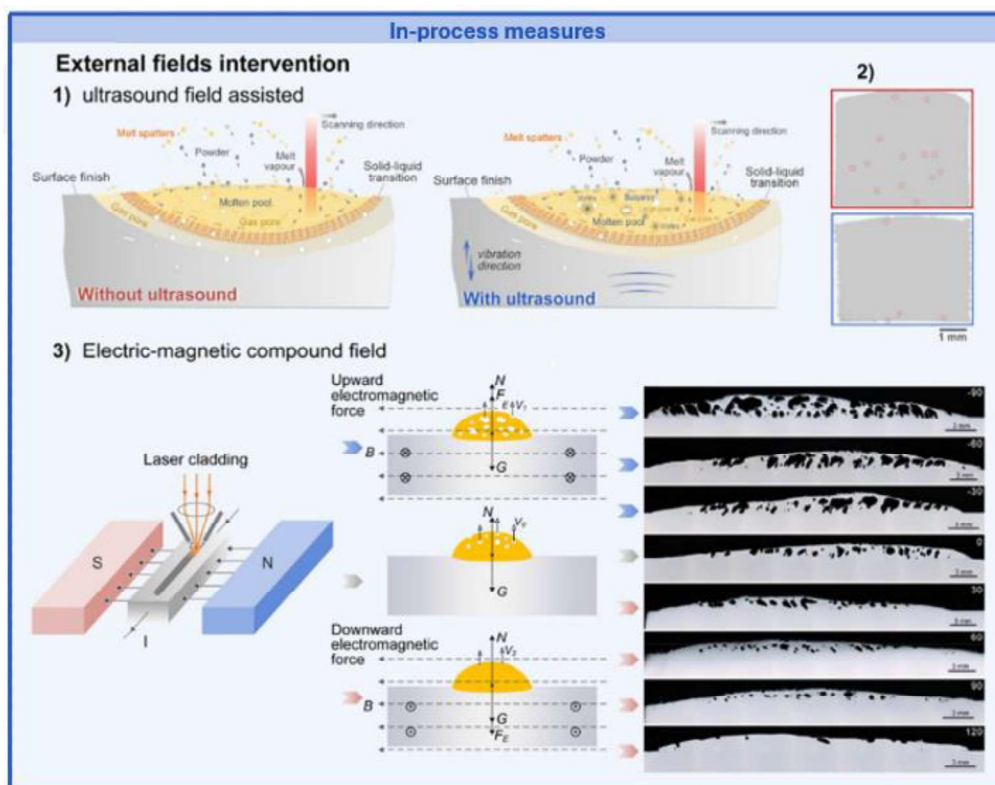
Korelace mezi zmíněnými parametry a pórovitostí není lineární. Při dodávání nedostatečného množství tepelné energie dochází ke vzniku LOF pórů, ale pokud jí je dodáváno nadměrné množství, může vést ke vzniku KH pórů. Proto jsou stanoveny určité rozsahy sad parametrů, které minimalizují vznik pórovitosti pro specifické podmínky AM nebo upravené struktury. Při optimalizaci parametrů procesu se vychází z nelinearity a nemonotónnosti závislosti pórovitosti na parametrech. Zvolí se parametry procesu, které pravděpodobně preventivně zapůsobí na vznik pórovitosti. Mimo to i přítomnost pórovitosti na konkrétních místech naznačuje, že by mělo dojít k úpravě některých parametrů. Například příliš vysoká hodnota dodávané tepelné energie způsobuje vznik KH pórů v místě obratu laseru. Volbou strategií AM, kdy je postupně snižována energie, je možné dosáhnout lokálního a stabilního roztavení, což má za následek zamezení tvorby KH pórů. Aby se zabránilo pórovitosti a došlo k optimalizaci procesu na konkrétních místech, měla by být strategie tisku konzistentní s volbou parametrů procesu. [5]

Strategie založená na principech a modelování

Mimo výše zmíněné parametry AM je důležité pochopit i základní mechanismus a kvantitativní principy o podmínkách tisku (jako zvolené parametry či vlastnosti materiálu) ovlivňujících tvorbu pórovitosti. [5]

Vnější zásah

Vyřešení problémů tisku a zvýšení kvality komponent lze provést alternativní cestou, kdy je proces AM vystaven externím fyzikálním polím. Využívají se často akustická pole (Obr. 8, 1), magnetická nebo elektrická (Obr.8, 3). [5]



Obr. 8: Metody snižování pórovitosti v průběhu procesu [5]

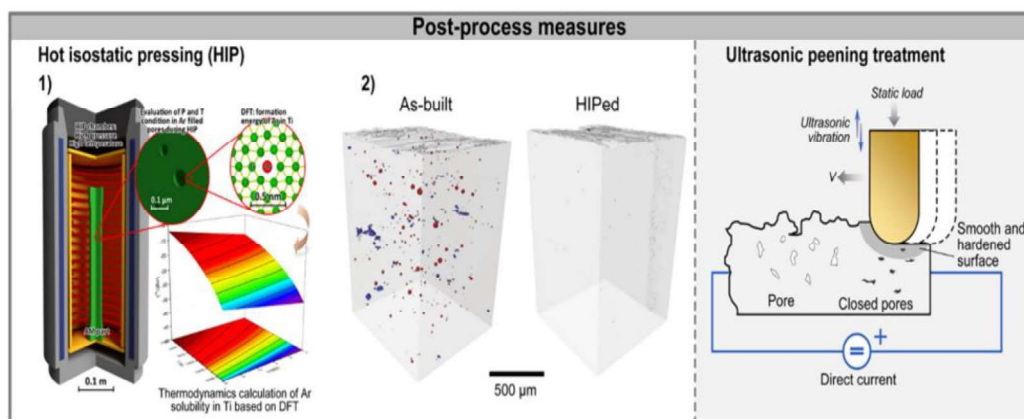
Akustické proudění a kavitace mohou v průběhu AM vytvořit lokální vír, který vzniká v roztavené lázni. Vír způsobuje spojení malých pórů do velkých a tyto póry jsou jím následně vytlačeny. Ultrazvukové vibrace způsobují zmenšení rozměrů pórů a snižují jejich množství. Volba ultrazvukové frekvence by měla být volena opatrně, jelikož příliš vysoká frekvence by mohla zesílit kavitaci a docházelo by ke zvýšení pórovitosti. Proces výroby AM vystavený externímu ultrazvukovému poli za rozumných podmínek tisku by mohl vést k výrazné redukci pórovitosti, která by mohla zapříčinit produkci komponent bez jakékoliv pórovitosti. Akustické pole je však aplikováno při metodě DED, přičemž při něm chybí uplatnění při metodě LPBF. Stále je diskutabilní proveditelnost a začlenění akustického pole do metody LPBF. [5]

Elektrické pole, magnetické pole nebo obě pole dohromady také vykazují schopnost zmírnit pórovitost během procesu AM. Jsou zde přítomny síly jako Ampérova a Lorentzova. Tyto síly vyhladí tekuté pole, sníží tvorbu vírů, což potlačí tvorbu pórů nebo jsou donuceny k plavání směrem k povrchu roztavené lázně. [5]

2.3.3 Úpravy po procesu výroby aditivní technologií

K eliminaci pórovitosti jsou důležité i úpravy, které následují po procesu AM. První postprocesní úprava, která se používá k eliminaci pórovitosti, je metoda HIP (viz Obr. 9 vlevo). Touto metodou dochází k uzavření vnitřní pórovitosti u komponent, které jsou vyrobeny pomocí AM. Ve speciálně konstruované nádobě je současně se zvýšenou teplotou aplikován vysoký tlak. Tento tlak je obvykle realizován inertním plynem. Vlivem působení tlaku a teploty mohou kolabovat, difundovat a navázat se póry či defekty, které se nacházejí v primárním tuhém tělese. Následkem HIP úpravy je uvolnění pórovitosti, což vede

ke zvýšení hustoty součásti. Úprava celkově způsobuje zlepšení mechanických vlastností – obzvláště únavovou výkonnost. Jako typická post-procesní úprava není limitována použitými specifickými tvářecími technikami a dokonce byla pozorována její efektivita od lití až k AM (včetně DED, PBF či EBM). HIP má některé nevýhody, například nemusí být účinná aplikace HIP na součásti s vysokou strukturální složitostí. Změnou tepla během HIP může dojít k zhrubnutí zrna, čímž dochází k obecnému poklesu pevnosti, tento efekt byl popsán u součástí vyrobených pomocí AM z mnoha materiálů jako např. Ti-6Al-4V. Je důležité vzít v úvahu, že póry, které se vlivem HIP zmenšily, se mohou objevit vlivem cyklického namáhání či postprocesní úpravy. [5]



Obr. 9: Zobrazení procesů: izostatického lisování za tepla (vlevo) a ultrasonického peeingu (vpravo) [5]

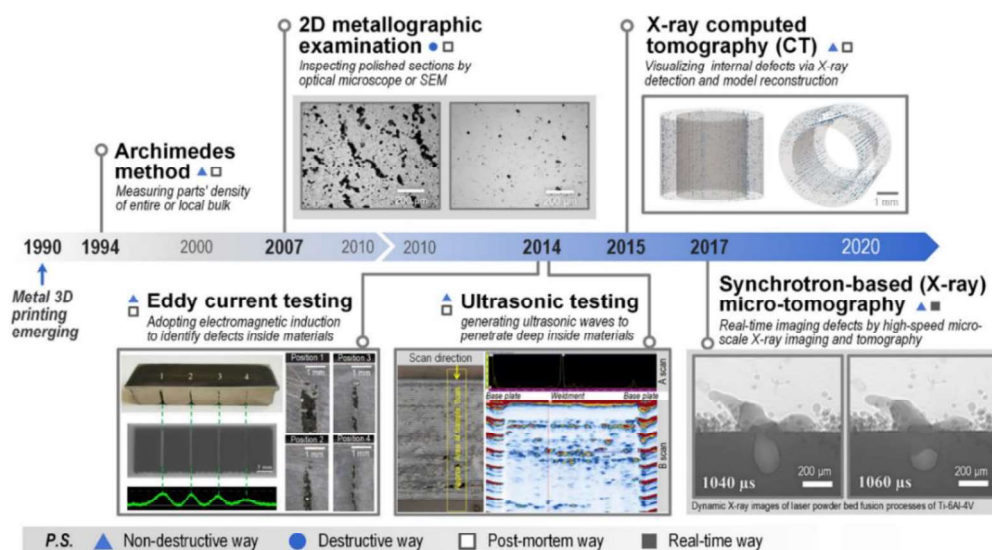
Následující postprocesní úpravou je ultrazvukový peening (Ultrasonic Peening Treatment, UPT). Tato metoda využívá nízkoamplitudové vysokofrekvenční oscilace na povrchu dílů vyrobených AM, tím je vyvolávána plastická deformace povrchu, která uzavírá mikrotrhliny či póry. Ultrazvukový peening je schematicky naznačen na Obr. 9 v pravé části. [5]

2.4 Měření pórovitosti

Na následujícím Obr. 10 je na časové ose zobrazen vývoj metod k posuzování pórovitosti. Nejstarší metodou je Archimédova metoda, která se řadí mezi nedestruktivní. Do této kategorie (nedestruktivní) se řadí i metoda rentgenová a ultrazvuková, poslední vyobrazenou metodou je metalografie, která se řadí mezi destruktivní. [5]

2.4.1 Nedestruktivní metody

Nedestruktivní metodami se nazývají metody stanovování pórovitosti, při kterých nedojde k tak výraznému narušení zkoumaného dílu, že by po ukončení experimentu nemohl být funkční.



Obr. 10: Časový vývoj metod pro určování pórovitosti [5]

Archimedova metoda

Jednoduchým a alternativním způsobem určování hustoty (a tím i pórovitosti) dílů je Archimédova metoda. Ta je založena na Archimédově zákonu, po němž dostala i pojmenování. Na vzduchu je určena hmotnost dílu M_a (průměr ze tří nezávislých měření), posléze je díl plně ponořen do kapaliny o předem známé hustotě ρ_w (v tomto případě vody) a je změřena jeho hmotnost M_w . (průměr ze tří nezávislých měření). Dle následujícího vztahu je dopočítána hustota dílu ρ_m . [5], [18]

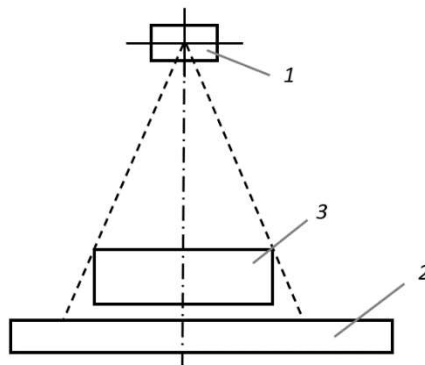
$$\rho_m = \left(\frac{M_a}{M_a - M_w} \right) \rho_w \quad (2)$$

Metoda vykazuje nízkou spolehlivost. Například v případě, kdy se na povrchu dílu vyskytují praskliny, které by umožnily pronikání vody, dochází k nepřesnostem měření. [5], [18]

Rentgenové prozařování

Zářením se obecně označuje šíření energie prostorem. Dochází k průchodu záření hmotou i prázdňým prostorem. Nositeli zářivé energie mohou být nabitě či nenabitě hmotné částice (např. elektrony, pozitrony atd.). Nejsou-li nositeli hmotné částice, jedná se o vlnové záření (elektromagnetické). Při nedestruktivním zkoušení materiálu prozařováním se využívá pouze části spektra elektromagnetického záření, což jsou γ -složky záření radioaktivních izotopů a rentgenového záření. Elektromagnetické záření není nositelem elektrického náboje či hmoty. Ke vzniku rentgenového záření dochází ve speciálních elektronkách, které se nazývají rentgenky. [19]

Na Obr. 11 je schéma zkoušky prozařováním. Mezi prozařovaný předmět a detektor záření lze vložit filtr, který eliminuje rozptýlené dlouhovlnné záření. Filtr lze umístit i mezi rentgenku a prozařovaný předmět za účelem homogenizace svazku záření či ke snížení rozptylu v prozařovaném předmětu. Filtrem bývají kovové desky (např. z Cu). [19]



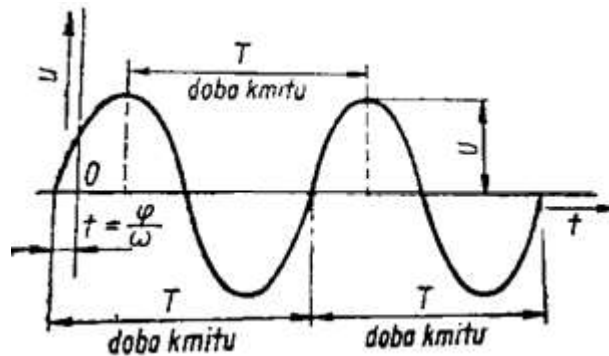
Obr. 11: Základní schéma prozařovací zkoušky z [19]

1 – zdroj záření, 2 – detektor záření, 3 – zkoušený objekt

Výhodnou vlastností této zkušební metody je nedestruktivnost. Součást lze po ukončení experimentu použít. Podstatná je rozlišovací schopnost RTG sondy, pokud by defekty měly rozměry ležící těsně za hranicí rozlišovací schopnosti sondy, nebyly by odhaleny. Povrch materiálu před zkouškou rentgenovým prozařováním musí být očištěn od všeho, co by mohlo zkreslit výsledek rentgenogramu (např. zbytky strusky atd.), není-li stanovena konkrétní úprava povrchu. Vizuální kontrola vad povrchu by měla předcházet zkoušce rentgenového prozařování. [19], [20]

Ultrazvuková zkouška

Akustické vlny všech frekvencí jsou charakterizovány elastickými kmity, které se šíří od místa k místu rychlostí, která závisí na mechanických vlastnostech prostředí. Kmitočet může být různý, záleží na použitém zdroji. Ultrazvuk je vlnění nad pásmem slyšitelnosti. Ultrazvuk má jiný kmitočet než slyšitelný zvuk. [20]



Obr. 12: Schéma průběhu kmitavého pohybu [20]

Vlnění je pohyb, který vznikl v pružném prostředí kmitajícím tělesem. V pružném prostředí kmitající těleso přivádí do kmitavého pohybu jednotlivé částice prostředí, které se nachází v těsné blízkosti tělesa. Kmitavý pohyb se šíří od částice k částici pomocí jejich vazeb. Z důvodu kmitu tělesa tak vzniká pohyb pružného prostředí, který se nazývá vlnění. [20]

Mezi hlavní veličiny charakterizující vlnění je délka vlny λ , což je vzdálenost, kterou urazí vlna za dobu jedné periody T viz Obr.12. [20]

$$\lambda = cT = \frac{c}{f} \quad (3)$$

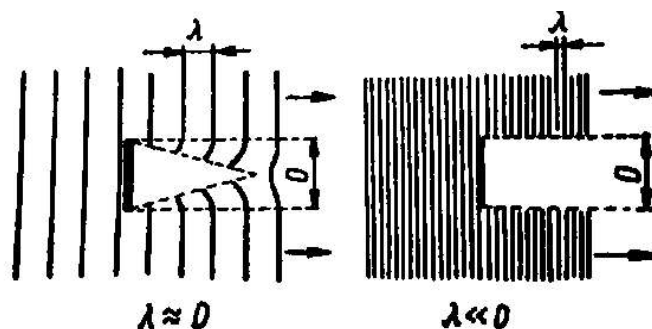
$$f = \frac{c}{\lambda} \quad (4)$$

Kde c představuje rychlost šíření vln, f – frekvence a T – perioda. Délka vlny se může lišit podle materiálu. [20]

Interakce ultrazvukového vlnění s látkou

Při průchodu vlnění pružným homogenním prostředím, dochází k jeho postupnému útlumu. Důsledkem je skutečnost, že s rostoucí vzdáleností od zdroje dochází ke zmenšování amplitudy kmitů a intenzity vlnění. Útlum je zapříčiněn jednak absorpcí (pohlcováním) ultrazvukových vln při průchodu látkou, což je zapříčiněno vnitřním třením kmitajících částic, které vede k přeměně mechanické energie na tepelnou. K útlumu dochází i rozptylem ultrazvukových vln v prostředí, převážně na jejich rozhraních, kde nastává odraz, ohyb a lom vlnění. [20]

Vlnění se šíří přímočaře v homogenním prostředí. Při průchodu vlnění přes rozhraní se část vlnění odrazí zpět a druhá část pokračuje do druhého prostředí. K lámání vlnění dochází při přechodu z jednoho prostředí do druhého, kdy dojde ke změně směru šíření vlnění. Odraz a lom nastává v případech, kdy má rozhraní (překážka) větší rozměry než je vlnová délka vlnění. K ohybu dochází, pokud rozměry rozhraní jsou řádově shodné s vlnovou délkou vlnění. [20]



Obr. 13: Ohyb vlnění na překážce [20]

Vlnění šířící se homogenním prostředím narazí na překážku o šířce D viz Obr.13. O tom, zda se za překážkou bude šířit vlnění rozhoduje poměr D ku λ . Je-li poměr podstatně větší než 1, za překážkou vzniká stín. Je-li zmíněný poměr rovný nule, nastává úplný ohyb a překážka nemá na šíření vlnění téměř žádný negativní vliv. Z toho vyplývá, že u vlnění o nízkém kmitočtu dochází k šíření všemi směry i za překážky, zatímco u zvuku o vysokém kmitočtu (ultrazvuku) dochází k téměř přímočarému šíření a za běžnými překážkami vzniká stín. [20]

Mezi klady této metody lze zařadit její nedestruktivní charakter. Po ukončení experimentu je součást neporušena a lze ji plnohodnotně používat, avšak záleží na rozlišovací hranici ultrazvukové sondy, pokud by rozměry pórů ležely těsně za touto hranicí, nebyly by odhaleny. Další nevýhodou je i požadovaná kvalita povrchu zkoušeného vzorku, povrch by mohl zkreslovat výsledky svou vysokou drsností či nízkou rovinností. [21]

Ultrazvuková zkouška nemusí odhalit všechny vady. Lze objevit vadu, pokud je její rozměr kolmý na směr šíření ultrazvukových vln a zároveň vada v tomto směru musí být větší

než poloviční hodnota vlnové délky. Jestliže má vada menší rozměr, nastává ohyb ultrazvukové vlny a vadu nelze tímto způsobem zjistit. [21]

Heliová pyknometrie

Před nástupem heliového pyknometru byly za účelem zjišťování hustoty a pórovitosti pevných vzorků či prášků používány vodní či rtuťové pyknometry, které vykazují nižší přesnost. He je inertní plyn, který za normálních teplot nereaguje s mnoha materiály a zároveň není nebezpečný lidskému zdraví. [22]

Měření heliovým pyknometrem je rozděleno na dva hlavní kroky. V prvním kroku je vzorek vložen do měřicí nádoby o známém objemu, která se naplní při tlaku He o 1-2 MPa, který je zaznamenáván. Následně se otevře ventil, který spojuje měřicí nádobu s referenční nádobou o známém objemu. Dochází k expanzi He, aby se zaplnily obě nádoby a tlak je znovu změřen. Byly naměřeny dva tlaky a známe objemy použitých nádob, a tak ze stavové rovnice ideálního plynu (6) lze vypočítat objem naplněný vzorkem. Atomy He pronikají i do nejmenších pórů ($<10^{-4}$ μm), a tak zjištěný objem vzorku odpovídá jeho skutečné hodnotě. Použití He jako měřicího média (s ohledem na velikost atomů) zaručuje vysokou přesnost a reprodukovatelnost výsledků v porovnání s jinými metodami (např. vodní pyknometry). [22]

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad (5)$$

V rovnici 6 platí, že: p – tlak, V – objem, n – látkové množství, T – termodynamická teplota, R – univerzální plynová konstanta

Stanovení hustoty probíhá automaticky, jestliže byl vzorek před pyknometrickou zkouškou zvážen a jeho zjištěná hmotnost byla zanesena do pyknometru. [22]

Přesnost měření je ovlivněna mnoha faktory:

- hodnota pórovitosti vzorku
- složení vzorku
- zvolené parametry měření (např. tlak He, objem nádob atd.)
- rozdíl teplot mezi přístrojem a okolím
- znečištěním (přístroje či vzorku). [22]

Kapilární zkouška

Tyto zkoušky se používají k detekci jemných povrchových vad. Při provádění zkoušky se nejdříve na vzorek nanese indikační kapalina, ta se posléze setře a nanese se detekční látka. Na povrchu dochází ke vztlínání indikační kapaliny, které se projeví změnou barvy detekční látky. Dochází ke změně barvy detekční látky, jelikož dochází ke vztlínání indikační kapaliny z povrchových trhlin na povrch vzorku. [20], [21]

Jedná se o jednoduchou povrchovou zkoušku, avšak není vhodná na zkoušení povrchu vzorku s defekty o rozměrech v řádech jednotek μm . Při této zkoušce může dojít k nepřesnostem vlivem nedostatečného očištění povrchu vzorku před provedením zkoušky či při nedostatečném zaschnutí indikační látky. [20], [21]

2.4.2 Destruktivní metody

Destruktivní metodami testování se rozumí takové metody, po jejichž aplikaci není možná plná funkčnost komponenty.

Světelná mikroskopie

Světelná mikroskopie patří mezi klasické metody studia technických materiálů. Z důvodu optických vlastností kovů a keramiky se však pozorují odražené paprsky od jejich povrchu. Mikrostrukturu povrchu kovů však lze sledovat jen za určitých okolností, proto je důležitý správný postup přípravy povrchu před samotným procesem mikroskopování. Mikroskopie patří mezi destruktivní metody, jelikož k mikroskopování je potřeba odebrat část z komponenty a vytvořit metalografický výbrus, na kterém se budou defekty vyhodnocovat.

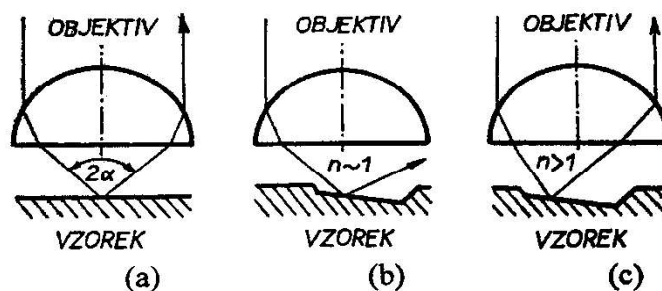
Osvětlovací soustava

Důležitým prvkem světelné optiky je osvětlovací soustava. Na světelný zdroj jsou kladeny požadavky, aby byl bodový, monochromatický a dostatečně intenzivní. Jako zdroje se používají žárovky, výbojky nebo i lasery. Následujícím důležitým prvkem osvětlovací soustavy jsou filtry, které mají za úkol zeslabení světla, které jimi prochází, dalšími podstatnými prvky jsou iluminátory. Iluminátory zprostředkovávají zaostření toku paprsků přímo na povrch vzorku a odražené paprsky, které míří směrem do objektivu, nasměruje do okuláru. [23]

Zobrazovací soustava

Zobrazovací soustava je tvořena sadami objektivů a okulárů. Rozlišujeme dvě skupiny objektivů podle principu, na němž je jejich funkce založena. Čočkové objektivy využívají lomu paprsků. Zrcadlové (reflexní) objektivy zobrazují odraz. [23]

Čočkové objektivy jsou charakterizovány třemi parametry: způsobem korekce optických vad (aberrací), číselné apertury a zvětšení. Způsob korekce aberrací ovlivňuje kvalitu obrazu. Rozlišovací schopnost, maximální užitečná zvětšení, světelnost objektivu a hloubka ostrosti závisí na číselné apertuře. [23]



Obr. 14: Otvorový úhel objektivu [23]

Když dojde k zaostření paprsku na povrch vzorku, dochází k odražení paprsku zpět do objektivu, kdy odražený světelný svazek má kuželovitý tvar, kde vrcholový úhel 2α je otvorový úhel viz Obr. 14. Dochází k dokonalejšímu rozlišení, čím je vrcholový úhel větší a tím se i na tvorbě konkrétní části mikrostruktury podílí více paprsků. Na ohniskové vzdálenosti je nepřímo závislá velikost otvorového úhlu 2α . Dalším důležitým faktorem je však index lomu prostředí n , který je mezi čočkou a vzorkem. Index lomu prostředí ovlivňuje množství nazpět odražených paprsků. Kdyby bylo mezi čelní čočkou a vzorkem prostředí o n

≈ 1 , tak mnoho odražených paprsků směřuje mimo objektiv. Pokud je však mezi čelní čočkou a vzorkem vhodné kapalně prostředí ($n > 1$), tak více světelných paprsků směřuje do objektivu. [23]

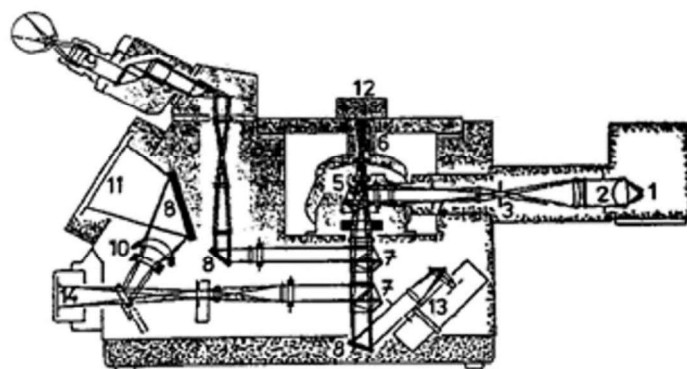
Zrcadlové reflexní objektivy se od čočkových liší větší pracovní vzdáleností. U těchto objektivů je čelní čočka ve větší vzdálenosti od pozorovaného vzorku. S rostoucím zvětšením se zmenšuje pracovní vzdálenost. [23]

Následujícím prvkem zobrazovací soustavy jsou okuláry, které jsou soustavy čoček, jež se skládají z kolektoru a oční čočky. Okulárem jsou pozorovány zvětšené mikrostruktury, jsou jím zvětšeny na rozlišovací schopnost lidského oka. Okulár zobrazuje jen ty detaily mikrostruktury, které jsou rozlišeny objektivem. Okulárem lze eliminovat některé optické vady vzniklé objektivem. [23]

Světelný mikroskop

Intenzivní a rovnoměrné osvětlení při pozorování povrchu vzorku je popsáno tzv. Koehlerovým osvětlovacím principem. V blízkosti zadní čočky objektivu se nachází aperturní clona, na které by se měl ostře zobrazit světelný zdroj. Průměr vystupující z objektivu je ovlivňován aperturní clonou. Zavíráním aperturní clony se sice zmenšuje rozlišovací schopnost objektivu, ale brání se přesvětlování obrazu a zvětšuje se hloubka ostrosti. Clona pole slouží k absorpci okrajových paprsků ze svazků, které by způsobily snížení kvality obrazu. Clona nesnižuje jas či rozlišovací schopnost objektivu. [23]

Na Obr. 15 je zobrazen metalografický mikroskop, který je převráceného (Le Chatelierova) typu. Světelný mikroskop je složen z osvětlovací a zobrazovací soustavy. [23]



Obr. 15: Konstrukce metalografického mikroskopu [23]

Jednotlivé části na Obr. 15, kde je osvětlovací soustava vyznačena: 1 – světelný zdroj, 2 – kondenzor, 3 – aperturní clona, 4 – clona pole, 5 – optický hranol a planparalelní sklo, Zobrazovací soustava: 6 – objektiv, 7 – optický hranol, 8 – zrcadlo, 9 – okulár, 10 – projektor, 11 – matrice, 12 – vzorek, 13 – fotometr, 14 – fotokamera.

Příprava vzorků

Mikroskopickými metodami nelze zkoumat mikroskopickou strukturu v celém objemu vzorku, ale pouze na jeho povrchu. Proto se povrch vzorku musí připravit odpovídajícím způsobem. Příprava vzorků je složena ze 4 etap:

- odběr a preparace vzorků
- broušení

- leštění
- popřípadě i naleptání [23]

Odběr a preparace vzorků

Vzorek musí být odebrán z vhodné části posuzovaného materiálu. Je nutné zohlednit: účel vyšetřování mikrostruktury, postup výroby, rozměry a tvar komponenty. Způsob odběru vzorku se odvíjí od druhu materiálu a rovnovážnosti jeho stavu. Při odebrání vzorku nesmí dojít ke změně mikrostruktury vlivem deformací či změny teploty. K odběru vzorku se často využívá řezání pilou s tenkým listem. Tento proces je provozován za intenzivního chlazení řeznou kapalinou. Tvrdé a houževnaté materiály jsou odebrány rozbroušením tenkým brusným kotoučem. Elektroerozivní dělení materiálu se využívá jen výjimečně. [23]

K urychlení a usnadnění dalších kroků přípravy či k zlepšení kvality povrchu se využívá preparace vzorků. Nejčastěji se k preparaci přikračuje z důvodu nedostatečných rozměrů vzorku, dále z důvodu nedostatečné rovinnosti odebraného vzorku. Preparace se využívá i když odebraný vzorek nesplňuje požadovaný jednotný rozměr potřebný při poloautomatizaci přípravy vzorků. Zalévání pomocí vytvrditelných syntetických pryskyřic je častým způsobem preparace. Využívá se i zalisování vzorku do syntetické pryskyřice, což je rychlejší způsob preparace. Tato operace je prováděna pomocí jednoúčelových hydraulických zařízení vyvozujících tlak. [23]

Broušení a leštění

Mikroskopická nerovnost povrchu řezu je postupně eliminována pomocí broušení. Nejdříve je aplikováno hrubé broušení, následně se přikročí k jemnému broušení. Při broušení dochází k odstranění hlubokých nerovností, které jsou na povrchu vzorku. Dále dochází k odstranění plastické deformace, která zpevňuje povrchovou vrstvu vzorku. [23]

Leštění se dělí na dva způsoby – mechanické a elektrolytické. Hranice mezi mechanickým leštěním a broušením není příliš velká. Jestliže velikost použitého abraziva klesne pod 10 μm , pak se promění jeho brusná funkce v leštící, dochází k ohlazování povrchových mikroskopickou nerovností. V průběhu leštění dochází v povrchové vrstvě k plastické deformaci. Deformovaná vrstva se označuje jako Beilbyho vrstva. Hloubka této vrstvy je rovna $\frac{1}{6}$ až $\frac{1}{10}$ středního průměru brusného prostředku, který byl použit jako poslední při jemném broušení. K leštění je často používán Al_2O_3 , Fe_2O_3 (pro drahé kovy), Cr_2O_3 (pro leštění velmi tvrdých kovů), MgO (pro leštění lehkých kovů) a diamant. S rostoucí dobou leštění roste i tloušťka Beilbyho vrstvy. [23]

Zviditelnění struktury

Při pozorování mikrostruktury je patrný jen malý kontrast, a to i u správně připravených vzorků bez Beilbyho vrstvy. Mezi obecné příčiny kontrastu patří rozdíly ve světle-absorpčních charakteristikách mezi jednotlivými fázemi. Charakteristiky jsou buď vlastní (např. mezi kovovou základní hmotou a nekovovými vměstkami) nebo jež získají sekundárně kvůli filmům reakčních produktů, které vznikly působením vhodných prostředků. Následujícím důvodem jsou rozdíly mezi hloubkami odleptané vrstvy a různými fázemi, ale i v téže fázi mezi místy s rozdílnou krystalografickou orientací či objemovou volnou entalpií. Třetím důvodem jsou interferenční jevy. Mezi nejvyužívanější metody zvyšování kontrastu patří leptání (elektrolytické a chemické). [23]

Světelná mikroskopie patří mezi jednoduché metody k posuzování pórovitosti. Výsledky měření mohou být ovlivněny nesprávnou volbou zvětšení nebo konkrétní oblastí, ve které je pórovitost operátorem vyhodnocována. Dalším vliv na přesnost měření může mít i rovina, ve které byl vzorek pro metalografický výbrus odebrán (např. XY či YZ). Světelná mikroskopie udává pohled na stav struktury v určité vrstvě (lokálně) a nikoliv napříč celým tělesem. K dosažení co možná nejpřesnějších výsledků by bylo nutné odebrat vzorky v různých rovinách napříč celým vzorkem. [23]

3 Popis vzorků a návrh experimentálního programu

V následující části jsou popsány: výroba jednotlivých vzorků, materiál vzorků a jejich rozměry. Dále je zde uveden návrh experimentálního programu.

3.1 Výroba, materiál a rozměry vzorků

Vzorky byly vyrobeny pomocí tiskárny InssTek MX-600, která umožňuje pětiosý systém tisku. Dosahuje výkonu laseru o 2 kW. Pracovní prostor činí 450 · 600 · 350 mm a tiskárna je opatřena čtyřmi podavači na prášek. Použitým materiálem prášku je nerezová ocel 316L. Konkrétní parametry tisku jsou uvedeny v níže přiložené tab. 1. Vzorky byly vyrobeny aditivní technologií pomocí metody DED.

Tabulka 1: Parametry tisku

Parametr	Hodnota
Navařovací hlava	SDM1600
Průměr laseru	1 600 μm
Výška vrstvy	600 μm
Vzdálenost jednotlivých tras laseru od sebe (hatch distance)	1 100 μm
Množství prášku	5,6 g/min
Koaxiální plyn	10 l/min
Ochranný plyn	10 l/min
Nosný plyn pro prášek	2,5 l/min
Strategie tisku	ZigZag CFC+CF
Výkon laseru	DMT cca 1 000 W
Doba tisku	50 min

Tři vzorky, které byly označeny písmeny A, B a C, byly změřeny a jejich rozměry jsou uvedené v následující tabulce 2. Vzorky byly vytištěny ve společnosti COMTES FHT a.s.

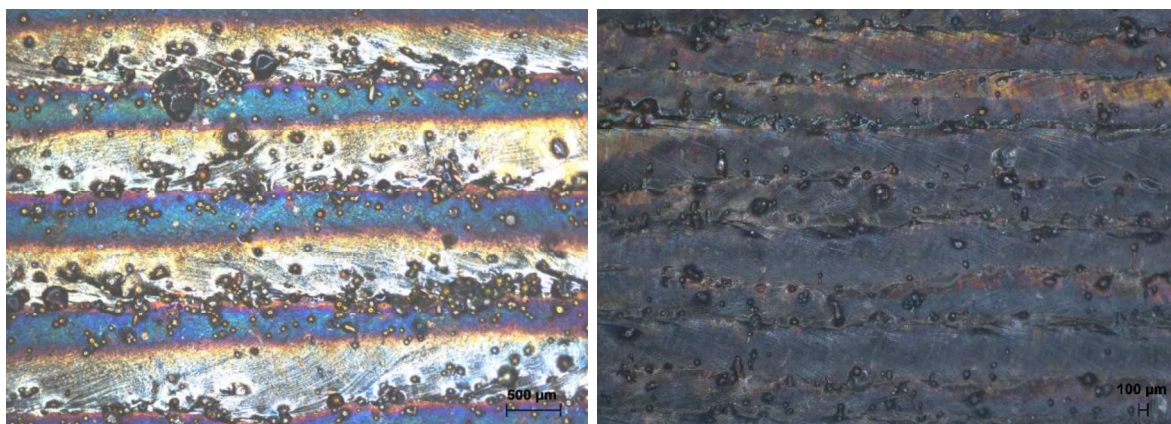
Tabulka 2: Naměřené rozměry vzorků

Vzorek	Délka [mm]	Šířka [mm]	Výška [mm]
A	32,60	32,51	18,15
B	32,54	32,55	17,23
C	32,44	32,50	18,66

Povrch vzorků

Povrch vzorku byl sledován pomocí Zeiss stereolupy Stemi 2000-C a optického profilometru Keyence VK-X100. Povrch vzorků byl těmito metodami zkoumán, aby se ucelila představa o jejich vnitřní pórovitosti na základě povrchové pórovitosti vzorků.

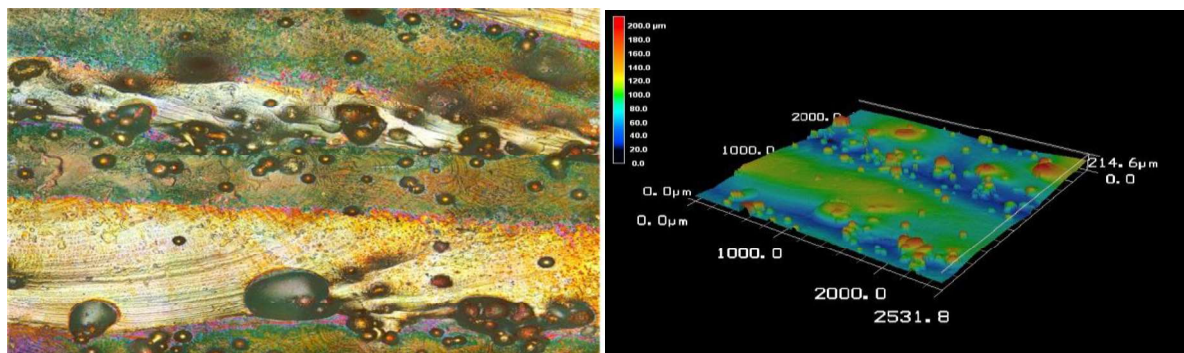
Stereolupou byl sledován povrch jednotlivých vzorků. U všech vzorků bylo zpozorováno kuličkování, které vzniká při procesu tisku, kdy dochází k rozptýlu a následnému uchycení natavených částic prášku na nově vzniklé vrstvě materiálu. Tyto makroskopické defekty jsou typické svým kulovitým tvarem. Na Obr. 16 jsou patrné jednotlivě nanášené vrstvy při procesu tisku. Duhové skvrny, které jsou zřetelné na svrchní části vzorku (viz Obr. 16 vlevo) jsou způsobeny lihem v průběhu procesu tisku.



Obr. 16: Snímky vzorku A vytvořeny stereolupou

Na Obr. 16 jsou zobrazeny jednotlivé snímky zachycené stereolupou. Na vzorku byla pozorována pórovitost, která byla převážně situována v oblastech, kde se překrývaly jednotlivé vrstvy. Po ztuhnutí nanesené vrstvy došlo k znovunatavení této vrstvy vrstvou nově nanesenou, což vedlo ke vzniku pórovité struktury.

Charakter povrchu byl zkoumán i optickým profilometrem ve společnosti CV Řež. U vzorků A a B byla sledována svrchní část a boční strana vzorku. Vzorek C nebyl touto metodou zkoumán z důvodu časové náročnosti měření a vzhledem k tomu, že vzorky byly vyrobeny při stejných parametrech tisku, proto se předpokládá, že jednotlivé charakteristiky vzorků si budou blízké.



Obr. 17: Snímek svrchní části vzorku A vzniklý kombinací laserového a optického mikroskopického snímku (vlevo), grafické schéma profilu svrchní části vzorku A (vpravo)

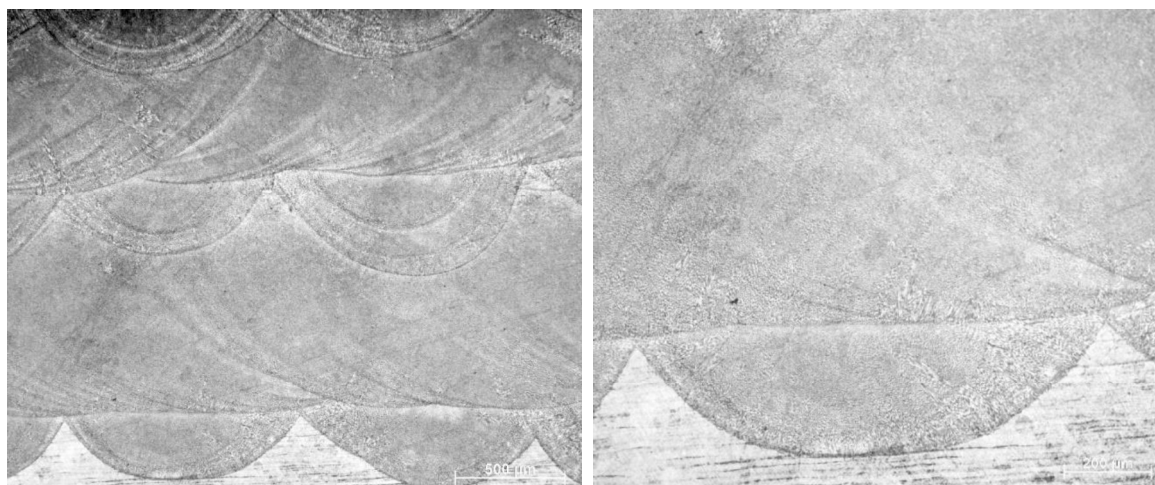
Povrch vzorku A posouzený profilometrem nevykazuje žádné vysoké hodnoty pórovitosti. Na Obr. 17 (vlevo) je zachycen snímek analyzované oblasti vzorku A. V pravé části Obr. 17 jsou výškové rozdíly znázorněny pomocí barevné mapy (červená – nejvýše položené oblasti, modrá – nejnižší položené oblasti). Vzorek je pokryt oblastmi způsobenými kuličkováním, které jsou vyznačeny žlutě a červeně. Většina útvarů, které vznikly kuličkováním se nachází v oblasti, kde docházelo k opětovnému natavení, dále jsou v této oblasti přítomny i útvary o největší hloubce, které jsou způsobeny dráhami laserového paprsku během AM.

Mikrostruktura

K ucelení představy o struktuře byl vytvořen metalografický výbrus v rovině YZ viz Obr.19, pro jehož zhotovení byla odebrána část vzorku A v oblasti, kde byly na základní desku nanášeny jednotlivé vrstvy materiálu metodou DED. Odebraná část tak obsahovala materiál stavěcí desky, vrstvy nanesené metodou DED, ale i přechod mezi těmito dvěma oblastmi.

Metalografický výbrus byl naleptán pomocí Kallings 2 (CuCl_2 , CH_3OH , H_2O , HCl) a následně bylo možno sledovat naleptanou mikrostrukturu. Mikrostruktura byla sledována při různém zvětšení.

Na Obr. 18 vlevo je 50x zvětšený snímek přechodu mezi základním materiálem a vrstvami nanesenými metodou DED. Ve spodní části snímku odpovídá nejsvětlejší část základnímu materiálu. Na snímku je možné si povšimnout jednotlivých nanesených vrstev, které byly aplikovány strategií ZigZag (směr nově nanesené vrstvy je kolmý na směr nanášení předchozí).



Obr. 18: 50x zvětšení struktury přechodu mezi základním materiálem a materiálem naneseným metodou DED vzorku A (vlevo), 100x zvětšení struktury přechodu mezi základním materiálem a materiálem naneseným metodou DED vzorku A (vpravo)

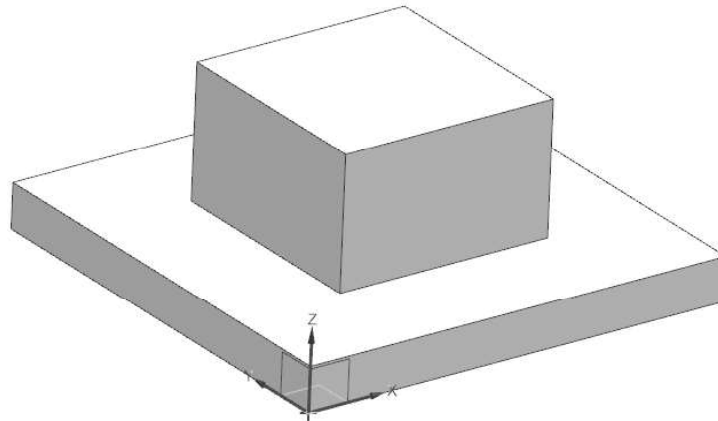
Bližší představu o jemnosti zrn struktury vyrobené pomocí AM lze získat ze snímku struktury o 100x zvětšení (viz Obr. 18 vpravo), zde jsou již patrná jednotlivá zrna, která však mají malé rozměry – typické pro struktury vzniklé pomocí AM.

Návrh experimentálního programu

Vzorky byly vyrobeny metodou DED, na stavěcí desku byly nanášeny jednotlivé vrstvy roztaveného materiálu.

1. fáze – Po dokončení procesu výroby byly vzorky od stavěcí desky odříznuty a označeny A, B, C (ad a). Řez byl proveden v určité výšce nad stavěcí deskou, takže posléze na této desce zůstala i část naneseného materiálu. V oblasti stavěcí

- desky, kde zbyly patné části vzorků po jejich odříznutí, byly odebrány části pro zhotovení metalografického výbrusu (ad b, c).
- a. Posouzení povrchové pórovitosti u odříznutých vzorků A, B, C pomocí stereolupy a profilometru.
 - b. Vyhodnocení průměrného plošného zastoupení pórů na jednotlivých vzorcích (A, B, C) pomocí světelné mikroskopie v rovině YZ viz Obr. 19.
 - c. Sledování mikrostruktury na naleptaném metalografickém výbrusu.
2. fáze – V této fázi se přikročilo k přímému posouzení pórovitosti vyrobených vzorků pomocí nedestruktivních metod a posléze k metalografické zkoušce.
- a. Provedení prozařovací RTG zkoušky na vzorcích.
 - b. Zbroušení povrchu vzorků, aby se předešlo nepřesnostem při zkoušce ultrazvukem. Aplikování zkoušky ultrazvukem.
 - c. Posouzení hustoty vzorků pomocí He pyknometrie.
 - d. Zkoušení povrchové pórovitosti vzorků pomocí kapilární metody.
 - e. Rozřezání vzorku C pro zhotovení metalografických výbrusů v rovinách: YZ a XY viz Obr. 19.



Obr. 19: Náčrt vzorku na stavěcí desce

4 Posuzování pórovitosti

K posuzování pórovitosti byly použity destruktivní i nedestruktivní metody, jejichž parametry měření jsou popsány v této kapitole.

4.1 Nedestruktivní metody

Mezi nedestruktivními metody, které byly použity ke stanovení pórovitosti patří: prozařovací RTG zkouška, prozvučovací zkouška. He-pyknometrie a kapilární zkouška.

4.1.1 Prozařovací RTG zkouška

Vzorky byly podrobeny RTG prozařovací zkoušce. Byla použita rentgenová lampa GE Eresco 42 MF4 a digitální detektor DXR250U-W, který má maximální rozlišovací schopnost 200 μm . Nejdříve byly snímky pořízeny bez použití měděné fólie. Následně byly vzorky exponovány pomocí měděné fólie, jejíž účel spočívá ve své schopnosti absorpce rozptýleného záření, čímž dojde ke zvýšení obrazového kontrastu. Na následujícím Obr. 20 vlevo lze vidět volné uložení vzorků, vpravo je zachyceno uložení vzorků na měděné fólii.



Obr. 20: Uložení vzorků v rentgenu

4.1.2 Zkouška ultrazvukem

Zkouška byla provedena přístrojem Olympus Epoch 1000i, který byl opatřen sondou 5L16-A10 a předsádkou SA10-0L. Zkouška byla uskutečněna metodou Phased Array. U každého vzorku byly provedeny sektorové, lineární a kontrolní A-skeny, které byly aplikovány ve směru nanášení jednotlivých vrstev a ve směru kolmém k růstu těchto vrstev (směr souřadnicových os Y a Z viz Obr. 19).

4.1.3 Heliová pyknometrie

Pyknometrická zkouška byla provedena v laboratoři Fakulty stavební ČVUT v Praze. Byl použit heliový pyknometr Pycnomatic ATC (Automated Temperature Control) od firmy Thermo Scientific.

Po zjištění hmotnosti vzorku pomocí analytické váhy Ohaus Discovery DV214C a zanesení zjištěné hodnoty hmotnosti do pyknometru, byl vzorek umístěn do měřicí nádoby o

objemu $40,184\ 56\ \text{cm}^3$. Byla použita referenční nádoba o objemu $41,165\ 62\ \text{cm}^3$. Jako měřicí médium bylo použito He. Vzorek byl změřen dvakrát, z výsledků se vypočítal aritmetický průměr, jestliže naměřené hodnoty vykazovaly vysokou odchylku, byl vzorek změřen potřetí, jestliže byla odchylka stále vysoká, provedlo se i čtvrté měření.

Umístění vzorku v měřicí nádobě je zobrazeno na Obr. 21 v pravé části.



Obr. 21: Pycnometr Pycnomatic ATC (vlevo), vzorek uložený v měřicí nádobě přístroje (vpravo)

4.1.4 Kapilární zkouška

Na vzorcích byla provedena kapilární zkouška povrchové pórovitosti. Čtyři stěny vzorků, které byly již z důvodu přesnosti zkoušky ultrazvukem zbroušené, byly důkladně očištěny čističem Pfider 890. Následně byl na jejich povrch nanesen Penetrant MR 68 od společnosti MR Chemie. Poté se čekalo 10 minut, aby došlo k penetraci indikační látky a posléze byla aplikována druhá vrstva penetrantu. Po uplynutí 10 minut byl přebytečný penetrant smyt vodou a následně byla aplikována vývojka (Pfinder 871). Inspekce plochy byla provedena po 15 minutách.

4.2 Destruktivní metody

Vzorky byly podrobeny pouze jedné destruktivní zkušební metodě – světelné mikroskopii.

4.2.1 Světelná mikroskopie

Od každého vzorku byla odříznuta část z oblasti přechodu mezi konstrukční deskou a nanášeného materiálu (v rovině YZ viz Obr.19). Následně byl zhotoven od každého vzorku jeden metalografický výbrus, který byl podroben světelné mikroskopii. Bylo posuzováno procentuální plošné zastoupení pórů na pořízených snímcích struktury. Toto měření bylo vyhodnocováno z deseti snímků při 100x zvětšení.

5 Výsledky

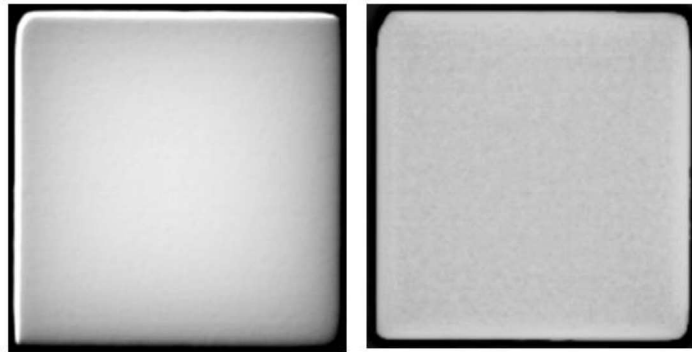
V této kapitole jsou uvedeny výsledky, které byly získány pomocí výše uvedených metod.

5.1 Nedestruktivní metody

Výsledky měření, které byly získány pomocí nedestruktivních testovacích metod, jsou uvedeny v této podkapitole.

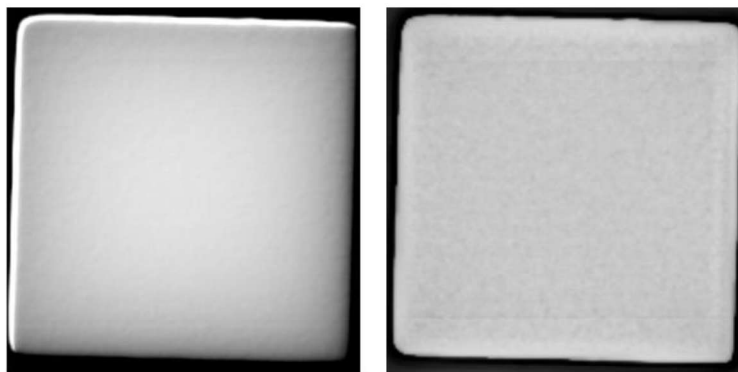
5.1.1 Prozařovací RTG zkouška

U vzorku A nebyla sérií expozic odhalena porózní struktura. Obr. 22 vlevo zachycuje rentgenový snímek vzorku A, který ležel volně na desce detektoru. Na Obr. 22 vpravo lze vidět rentgenový snímek vzorku A ležící na měděné desce.



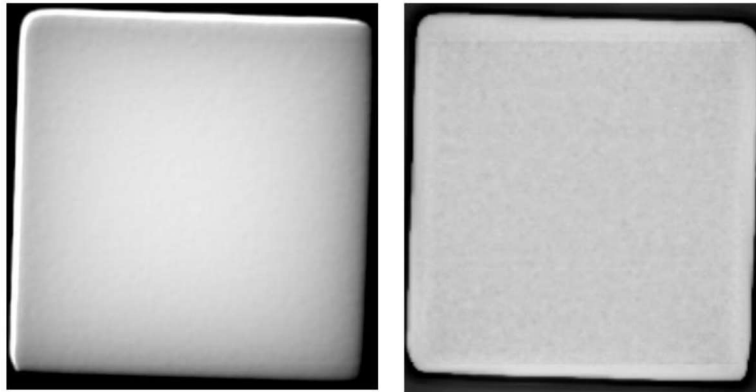
Obr. 22: Rentgenové snímky vzorku A

Po sérii expozic nebyla odhalena žádná porózní struktura ani u vzorku B. Rentgenový snímek vzorku B položeného na desce detektoru je na níže přiloženém Obr. 23 vlevo. Rentgenový snímek vzorku B ležícího na měděné absorpční desce je na Obr. 23 vpravo.



Obr. 23: Rentgenové snímky vzorku B

Sérií expozic nebyla u vzorku C nalezena žádná porézní struktura. Níže jsou přiloženy dva rentgenogramy. Vlevo na Obr. 24 je snímek vzorku C volně ležícího na detekční desce, na pravém snímku je rentgenogram vzorku C, který ležel na absorpční desce vyrobené z mědi.



Obr. 24: Rentgenové snímky vzorku C

5.1.2 Zkouška ultrazvukem

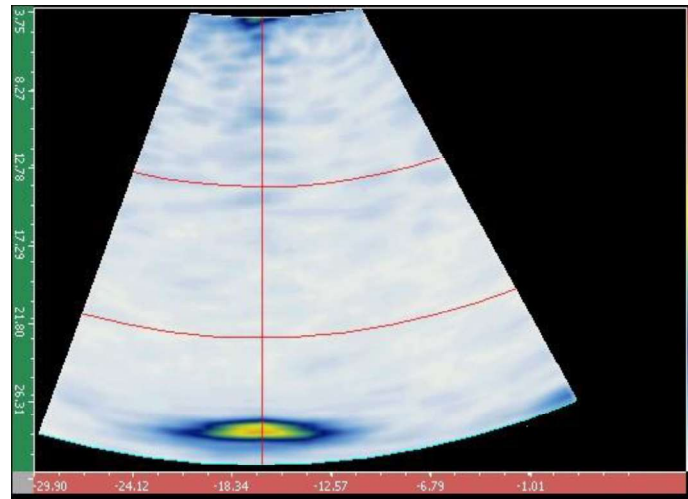
Vzorky byly testovány pomocí ultrazvukového prozvučování. Na vzorcích byl proveden: sektorový sken, lineární sken a A-sken. Výsledky těchto měření jsou uvedeny v této podkapitole.

Sektorový sken

U vzorků byl proveden sektorový sken ve směru nanášení vrstev (osa Y viz Obr. 19) a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev (osa Z viz Obr. 19).

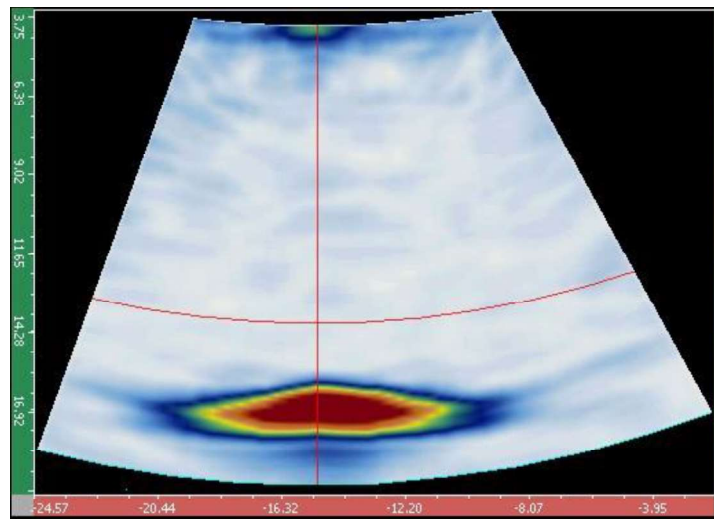
Vzorek A

Ultrazvukový snímek vzorku A v podobě sektorového skenu ve směru nanášení vrstev je uveden na Obr. 25. Tato zkouška neodhalila žádné póry. V horní části Obr. 25 je větší shluk modrých objektů tvořící tmavě modrou oblast, v tomto místě je vstup signálu do zkušebního vzorku. Ve spodní části se prolínají modré, žluté a zelené objekty, zde je výstup signálu ze zkušebního vzorku.



Obr. 25: Sektorový sken vzorku A ve směru nanášení vrstev

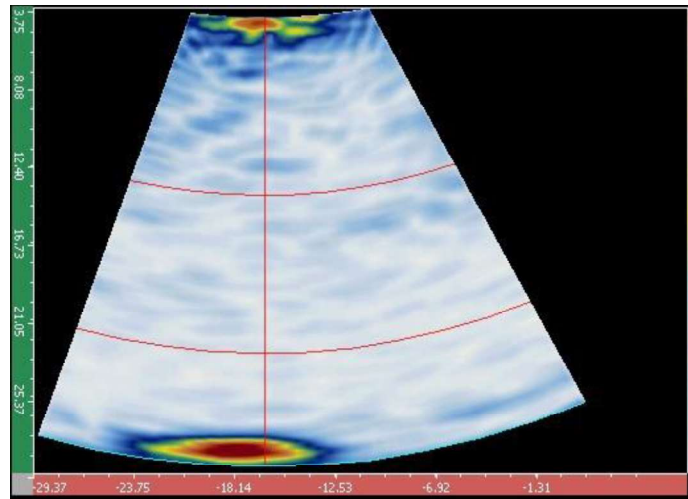
Ani sektorový sken ve směru kolmém na směr růstu vrstev vzorku A neodhalil žádné póry. Ultrazvukový snímek je přiložen viz Obr. 26.



Obr. 26: Sektorový sken vzorku A ve směru kolmém na směr nanášení vrstev

Vzorek B

Vzorek B byl též zkoušen sektorovým skenem ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev. Na Obr. 27 je záznam z sektorového skenu vzorku A ve směru nanášení vrstev, který neodhalil žádné vnitřní defekty.

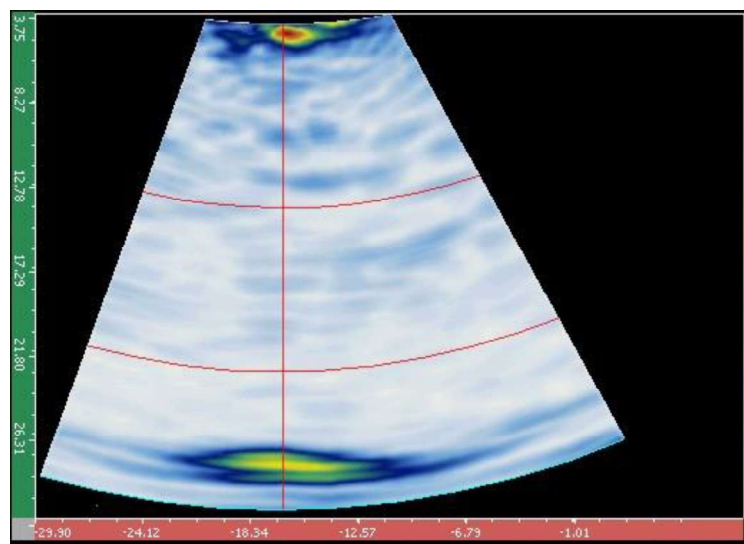


Obr. 27: Sektorový sken vzorku B ve směru nanášení vrstev

Ultrazvukový snímek pořízený ve směru kolmém ke směru růstu vrstev je uveden v příloze 1. Při tomto měření nebyly zaznamenány žádné defekty.

Vzorek C

U vzorku C byly provedeny sektorové skeny ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev. Na Obr. 28 je zobrazen ultrazvukový snímek sektorového skenu ve směru nanášení vrstev, při kterém nebyly odhaleny žádné defekty.



Obr. 28: Sektorový sken vzorku C ve směru nanášení vrstev

V příloze č. 1 je uveden ultrazvukový snímek sektorového skenu vzorku C ve směru kolmém k růstu nanesených vrstev. Při této zkoušce nebyly zpozorovány žádné defekty.

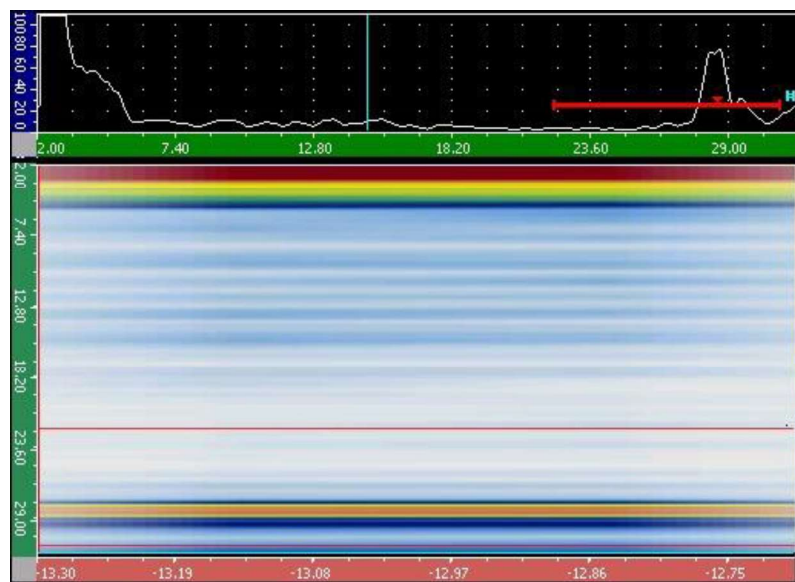
Lineární sken a A-sken

Všechny vzorky byly zkoušeny i lineárním a A-skenem ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev.

Vzorek A

U vzorku A nebyly nalezeny žádné defekty při zkoušce lineárním a A-skenem ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev. Záznam zkoušky ve směru nanášených vrstev je uveden na Obr. 29. Ve spodní části Obr. 29 je lineární sken, v horní části záznamu je barevným spektrem zaznamenán vstup signálu do zkušebního vzorku a ve spodní části je obdobně vyznačen i jeho výstup.

V záznamu při zkoušce lineárním skenem je mezi vstupem a výstupem zobrazen signál určité prolínání modré a bílé, ale nenaznačuje to žádnou přítomnost defektů. V horní části na černém podkladu je A-sken, v levé části je vstup signálu do zkušebního vzorku a na pravé části je jeho výstup ze zkušebního vzorku. Záznam o průchodu signálu nenapovídá, že by se zde vyskytovaly defekty.



Obr. 29: Lineární a A-sken vzorku A ve směru nanášení vrstev

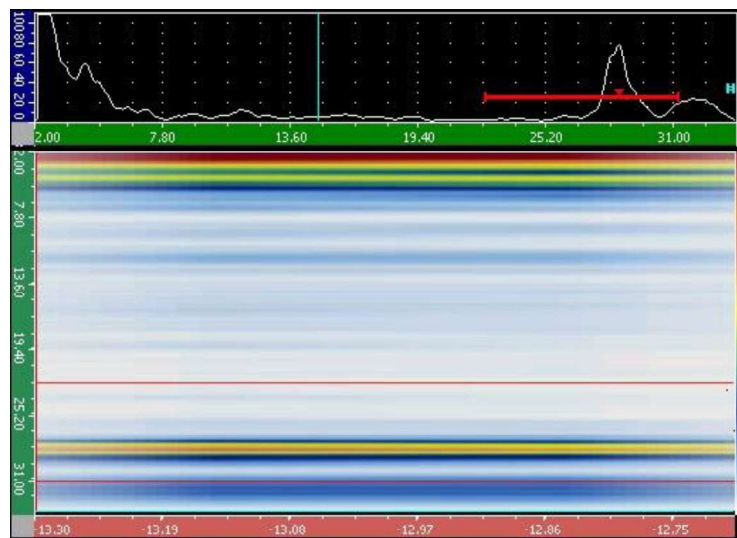
Záznam zkoušky vzorku ve směru kolmém k růstu vrstev je uveden na Obr. 30. Ani zkouška v tomto směru neodhalila žádné defekty.



Obr. 30: Lineární a A-sken vzorku A ve směru ve směru kolmém k růstu vrstev

Vzorek B

Při zkoušení vzorku B lineárním skenem a A-skenem ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev nebyly odhaleny žádné defekty. Záznam zkoušky ve směru nanášení vrstev je uveden viz Obr. 31. Ultrazvukový snímek provedený ve směru kolmém k růstu nanesených vrstev je viz příloha č. 1.



Obr. 31: Lineární a A-sken vzorku B ve směru nanášení vrstev

Vzorek C

Vzorek C byl zkoušen lineárním skenem a A-skenem ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev. Při této zkoušce nebyly zaznamenány žádné

defekty. Ultrazvukový snímek pořízený ve směru nanášených vrstev je viz Obr. 32 a ultrazvukový snímek pořízený ve směru kolmém ke směru růstu nanesených vrstev je uveden viz příloha č. 1.



Obr. 32: Lineární a A-sken vzorku C ve směru nanášení vrstev

Útlum

Při zkoušce pomocí ultrazvuku byly zaznamenávány útlumy ultrazvukového signálu. Útlum byl sledován, jelikož póry se na jeho tvorbě značně podílely. Měření bylo provedeno ve směru nanášení vrstev (osa Y viz Obr. 19) a ve směru kolmém ke směru růstu těchto vrstev (osa Z viz Obr. 19). Pro měření byly použity 4 typy sond, které se odlišovaly svými charakteristikami. Jednotlivé charakteristiky jsou uvedeny v tab. 3. Pro každý typ byla vyhodnocena hodnota útlumu u vzorků v obou směrech. S ohledem na fyzikální podstatu ultrazvukového vlnění, použití nízké frekvence mělo vliv na přesnost měření - čím nižší frekvence, tím nižší přesnost. Nejpřesnější měření bylo tedy provedeno sondou CN10-5 a sondou V153. CN sondy generují podélné vlny a V sondy využívají příčných vln.

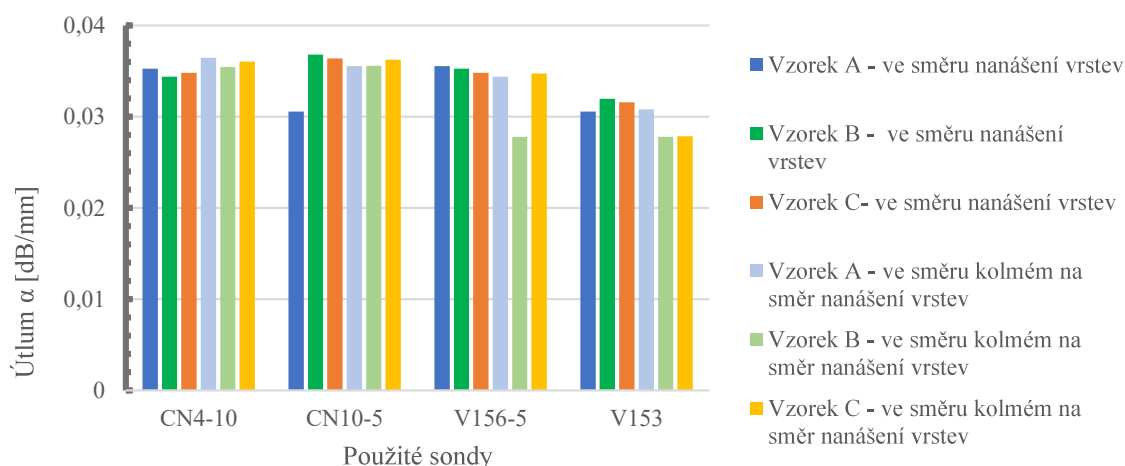
Tabulka 3: Přehled charakteristik použitých sond

Sonda	Pracovní frekvence [MHz]	Velikost měniče [mm]	Blízké pole [mm]
CN4-10	4	10	15,6
CN10-5	10	5	5
V156-5	5	6	-
V153	1	13	-

Při měření sondou CN4-10 s pracovní frekvencí o 10 MHz byl zaznamenán největší útlum ve všech směrech měření u vzorku A, nejmenší ve směru růstu vrstev u vzorku B a nejmenší ve směru kolmém na nanášení těchto vrstev u vzorku C, jak je patrné z grafu č. 1.

Měření sondou CN10-5 s pracovní frekvencí o 10 MHz nabylo největšího útlumu ve směru nanášení vrstev u vzorku B a nejmenšího útlumu ve směru nanášení vrstev u vzorku A. Největšího útlumu ve směru kolmém na směr nanášení vrstev nabylo u vzorku C a nejmenšího u vzorku B, jak lze vidět na grafu č. 1.

Graf 1: Naměřené útlumy signálu u jednotlivých sond při zkoušení vzorků ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém na růst těchto vrstev



Při měření sondou V156-5 s pracovní frekvencí o 5 MHz byl zaznamenán největší útlum ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém na směr nanášení těchto vrstev u vzorku B. Nejmenší naměřený útlum ve směru kolmém na směr nanášení těchto vrstev byl u vzorku A a ve směru nanášení vrstev u vzorku C. Jednotlivé útlumy při měření touto sondou jsou uvedeny v grafu č. 1.

Měření se sondou V153 s pracovní frekvencí o 1 MHz dosahovalo největšího útlumu v obou směrech u vzorku B, naopak nejmenšího ve směru nanášení vrstev u vzorku A a ve směru kolmém na směr nanášení vrstev u vzorku C. Jednotlivé hodnoty zaznamenané při měření touto sondou jsou uvedeny v grafu č. 1.

5.1.3 Heliová pyknometrie

Nejdříve byla zjištěna hmotnost vzorku A na analytické váze Ohaus Discovery DV215CD. Jeho hmotnost činila 98,351 9 g. Tato hodnota se zadala do pykometru a po vložení vzorku bylo spuštěno měření. U vzorku A byla zjištěna hustota o 7 914,56 kg/m³ s odchylkou o 0,009 %.

Postup probíhal analogicky i se vzorkem B, jehož hmotnost byla zjištěna o 84,564 9 g, tato hodnota byla zadána do přístroje a po vložení vzorku bylo zahájeno měření. Byla naměřena hustota vzorku B o 7 916,04 kg/m³ s odchylkou o 0,01259 %.

U vzorku C byla naměřena hmotnost o 88,229 7 g a hustota o 7 922,94 kg/m³ odchylkou jednotlivých měření o 0,00754 %.

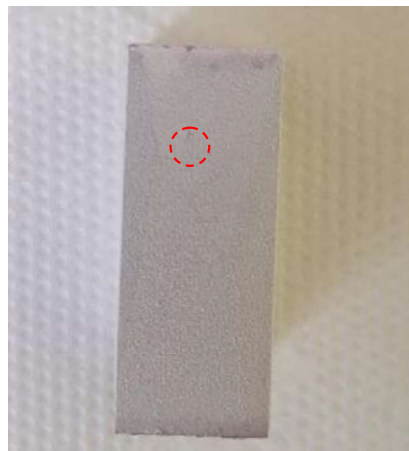
5.1.4 Kapilární zkouška



Obr. 33: Indikace přítomnosti póru na povrchu vzorku A pomocí kapilární zkoušky

U vzorku A nebyl na 3 plochách objeven žádný defekt, avšak na jedné ploše byl detekován jeden pór viz Obr. 33, kde je červeným kruhem naznačena jeho indikace.

Na třech plochách vzorku B nebyly odhaleny žádné známky defektů, ale na jedné ploše byl odhalen jeden pór. Kapilární zkouška indikující přítomnost póru vzorku B je na Obr. 34, kde je zvýrazněna červeným kruhem.



Obr. 34: Indikace přítomnosti póru na povrchu vzorku B pomocí kapilární zkoušky

Kapilární zkouška u vzorku C neodhalila přítomnost defektů na zkoušených plochách vzorku.

5.2 Destruktivní metody

V této podkapitole jsou uvedeny výsledky destruktivní metody, která byly použita ke stanovení pórovitosti výrobků.

5.2.1 Světelná mikroskopie

Vzorek A

Část vzorku A pro zhotovení metalografického výbrusu byla odříznuta v rovině YZ. Pomocí světelného mikroskopu byl sledován vzorek A při různém zvětšení. Bylo pořízeno 10 snímků o 100x zvětšení pro zjištění průměrného plošného zastoupení pórů na zmíněných snímcích. Na níže uvedeném Obr. 35 je vzorek A při 100x zvětšení.



Obr. 35: 100x zvětšení vzorku A

Následně pořízené snímky při 100x zvětšení byly použity v programu Zeiss ZenCore, kde na nich bylo posouzeno průměrné plošné zastoupení pórů. Na každém snímku byly červeně zvýrazněny defekty (viz Obr. 19), jejichž podíl plochy byl procentuálně vyhodnocen. Hodnoty procentuálního zastoupení pórů na jednotlivých snímcích jsou uvedeny v tab. 4.



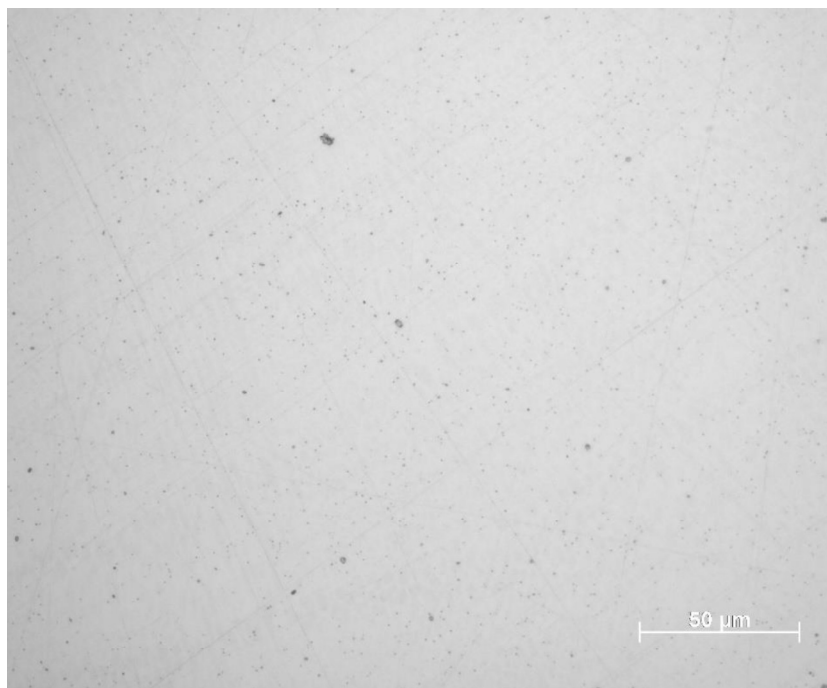
Obr. 36: Označené oblasti představující defekty (vzorek A)

Průměrné plošné zastoupení pórů bylo $(0,14 \pm 0,016)$ %.

Byly pořízeny i snímky vzorku o větším zvětšení, ty však nebyly použity k vyhodnocování pórovitosti. Na níže přiloženém Obr. 37 je snímek vzorku A při 500x zvětšení.

Tabulka 4: Procentuální podíl defektů na ploše vzorku A

Číslo měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Naměřená hodnota [%]	0,12	0,09	0,09	0,15	0,18	0,14	0,2	0,22	0,14	0,14
Průměrná hodnota [%]	0,14									
Směrodatná odchylka [%]	0,016									



Obr. 37: Snímek vzorku A při 500x zvětšení

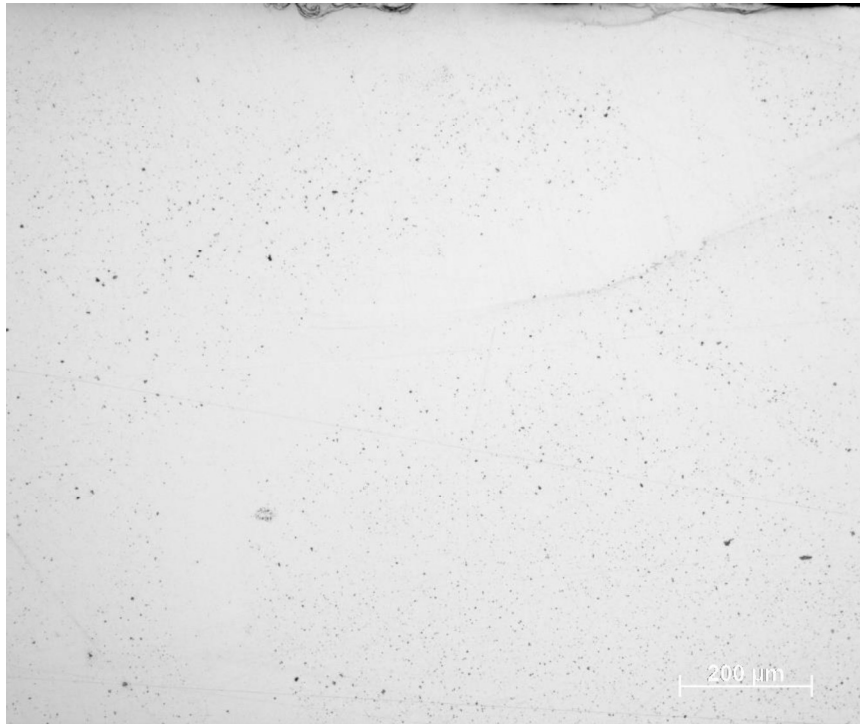
Vzorek B

Pro zhotovení metalografického výbrusu byla odebrána část vzorku v rovině YZ. Po dokončení metalografického výbrusu byl sledován vzorek světelným mikroskopem při různém zvětšení. Bylo zpozorováno větší množství pórovitosti (ve srovnání s předchozím vzorkem A) a byly zde dokonce zaznamenány i mikrotrhliny.

Vyhodnocení průměrného plošného zastoupení pórovitosti bylo provedeno z 10 snímků o 100x zvětšení. Snímek vzorku B o 100x zvětšení je uveden na Obr. 38. Jednotlivé hodnoty plošného zastoupení defektů je uvedeno v tab. 5. Průměrné plošné zastoupení pórů bylo $(0,65 \pm 0,076) \%$.

Tabulka 5: Procentuální podíl defektů na ploše vzorku B

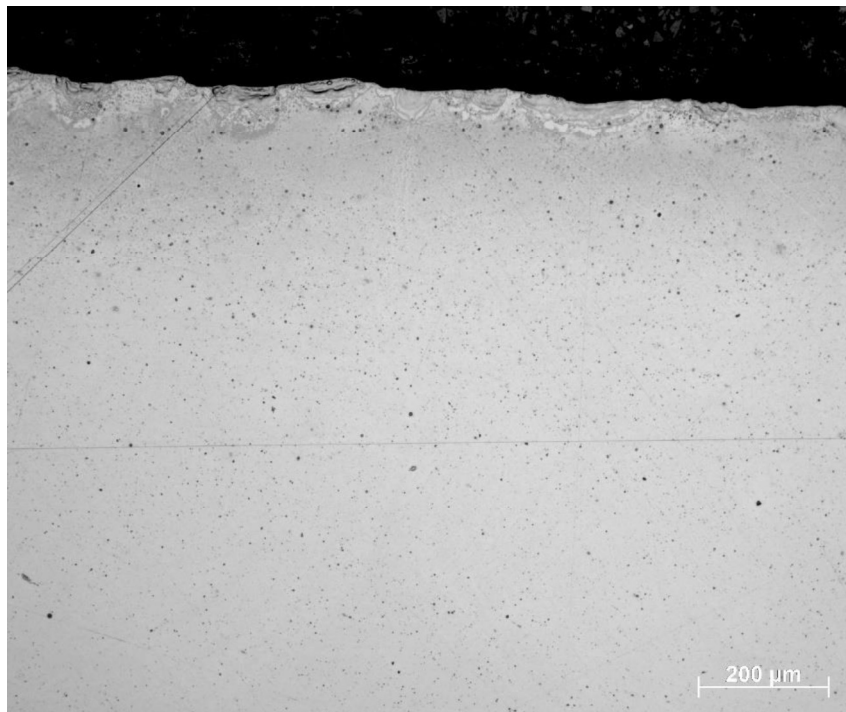
Číslo měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Naměřená hodnota [%]	0,79	1,01	1,04	1,09	0,48	0,4	0,52	0,65	0,44	0,11
Průměrná hodnota [%]	0,65									
Směrodatná odchylka [%]	0,076									



Obr. 38: 100x zvětšení vzorku B

Vzorek C

Ke zhotovení metalografického výbrusu byla odříznuta část vzorku C v rovině YZ.



Obr. 39: 100x zvětšení vzorku C

Následně byl vyroben metalografický výbrus. Vzorek C byl sledován při různém zvětšení. Bylo pořízeno 10 snímků vzorku C při 100x zvětšení. Jeden snímek vzorku C o téže zvětšení je uveden na Obr. 39.

Z těchto 10 pořízených snímků bylo určeno plošné zastoupení pórů na jednotlivých snímcích. Tyto hodnoty jsou uvedeny v tab. 6. Průměrné plošné zastoupení pórů u vzorku C bylo $(0,36 \pm 0,039)$ %.

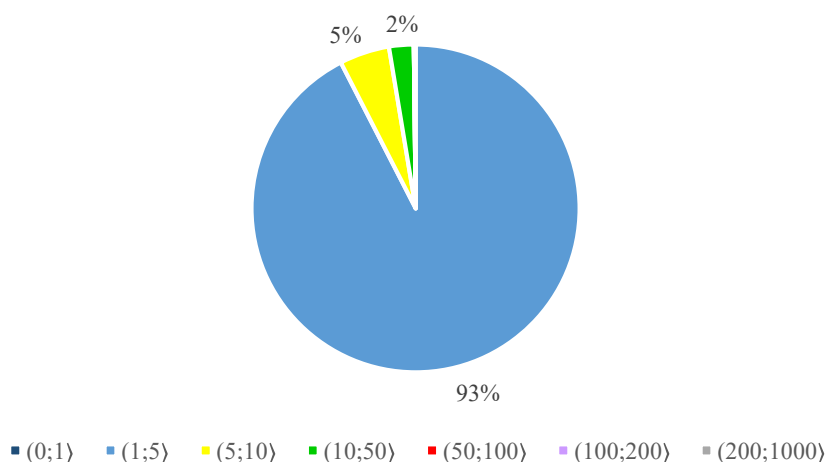
Tabulka 6: Procentuální podíl defektů na ploše vzorku C

Číslo měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Naměřená hodnota [%]	0,32	0,46	0,31	0,2	0,35	0,29	0,42	0,54	0,43	0,3
Průměrná hodnota [%]	0,36									
Směrodatná odchylka [%]	0,039									

U vzorku C byly odebrány části v rovině YZ a XY viz Obr. 19 pro zhotovení metalografických výbrusů.

Byly hodnoceny velikosti pórů a v grafu 2 jsou uvedeny výsledky. Póry o průměrných rozměrech o $(1;5)$ μm představovaly 93% pórů, které se vyskytovaly na posuzovaných snímcích. Následně druhými nejpočetnějšími byly póry s průměrnými rozměry o $(5;10)$ μm , ty však tvořily 5% zastoupení na posuzovaných snímcích. Byl zpozorován jediný pór o průměrných rozměrech 250 μm .

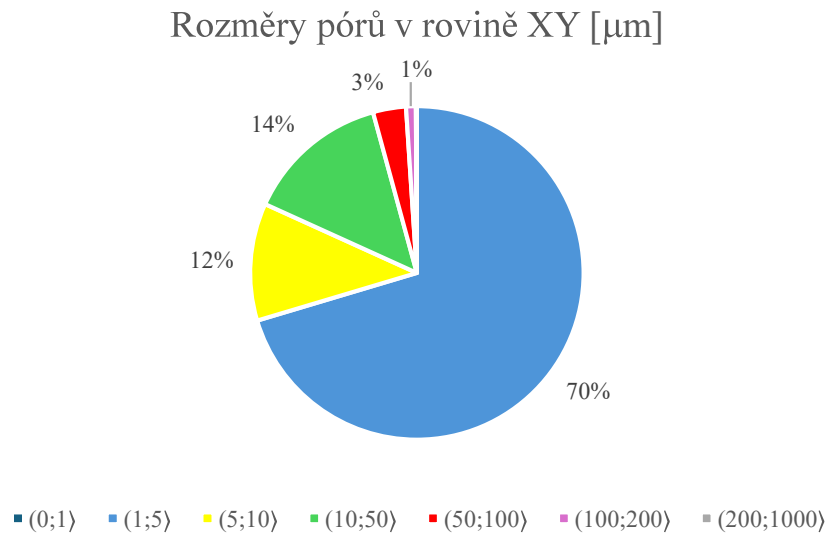
Rozměry pórů v rovině YZ [μm]



Graf 2: Znázornění procentuálního zastoupení průměrných rozměrů pórů u vzorku C (rovině YZ)

Grafické znázornění procentuálního zastoupení pórů o různých velikostech se nachází v Grafu 3. Na posuzovaných snímcích se nejčastěji vyskytovaly póry o průměrných rozměrech náležících $(1;5)$ μm , tyto póry činily 70% zastoupení. Druhými procentuálně nejzastoupenějšími (o 14 %) byly póry s průměrnými rozměry o $(50;100)$ μm . Dále se zde

vyskytovaly i póry, jejichž průměrné rozměry činily $(5;10)$ μm , tyto póry celkově zaujímaly 12% podíl. Byl zpozorován jeden pór o průměrném rozměru 282 μm .



Graf 3: Znárodnění procentuálního zastoupení průměrných rozměrů pórů u vzorku C (rovina XY)

6 Diskuze

V této části jsou shrnuty výsledky zjištěné pomocí jednotlivých metod.

6.1 Nedestruktivní metody

V této podkapitole jsou shrnuty výsledky získané pomocí nedestruktivních zkušebních metod.

6.1.1 Rentgenová prořazovací zkouška

Maximální rozlišovací schopnost detektoru, jenž je dána pixelovou roztečí, činí 200 μm . Pomocí rentgenové prořazovací zkoušky nebyla zjištěna u zkušebních vzorků žádná pórovitost o rozměrech přesahující 200 μm . Přítomnost pórů s rozměry menšími než 200 μm nemohly být s ohledem na rozlišovací schopnost RTG prořazovací zkoušky prokázány.

6.1.2 Zkouška ultrazvukem

Všechny vzorky byly podrobeny zkoušce ultrazvukem technikou Phased Array (sektorový sken, lineární B-sken a A-sken) ve směru nanášení vrstev a ve směru kolmém na směr růstu těchto vrstev. U žádného vzorku nebyly odhaleny defekty, které by bylo možné detekovat touto metodou s ohledem na její rozlišovací schopnost. Byl vyhodnocován i útlum při měření jednotlivými sondami u všech vzorků. Největší útlum byl zaznamenán u vzorku B, takže lze předpokládat, že tento vzorek bude ze všech tří vzorků vykazovat největší pórovitost, i když rozměry pórů leží pod detekovatelnou hranicí.

6.1.3 Heliová pyknometrie

Plech vyrobený konvenčními technologiemi z nerezové oceli 316L vykazuje hustotu o hodnotě 8 030 kg/m^3 . [24] Dle výsledků měření se nejvíce přibližuje této hodnotě vzorek C s naměřenou hustotou o 7 922,94 kg/m^3 . Vzorek A má nejmenší naměřenou hodnotu hustoty o 7 914,56 kg/m^3 . Na základě výsledků zkoušky vzorek A teoreticky vykazuje z měřených vzorků nejvyšší pórovitost.

6.1.4 Kapilární zkouška

Kapilární zkouška nachází uplatnění při zkoušení jemných povrchových vad. U vzorků B a C byl na povrchu indikován pór, avšak při metalografii jich bylo objeveno více. Kapilární zkouška patří mezi jednoduché a nízkonákladové metody posuzování defektů, která je vhodná jen pro zjišťování povrchových defektů. Pokud by nedošlo k rozdělení celého objemu vzorku na menší části, na kterých by byla zkouška provedena, nelze zjistit pórovitost mimo povrch.

6.2 Destruktivní metody

V této podkapitole jsou shrnuty výsledky získané pomocí destruktivní zkušební metody.

6.2.1 Světelná mikroskopie

Nejvyšší hodnotu průměrného plošného zastoupení defektů vykazoval vzorek B, která činila $(0,65 \pm 0,076) \%$. Druhou nejvyšší hodnotu měl vzorek C o $(0,36 \pm 0,039) \%$ a nejnižší hodnota byla u vzorku A o $(0,14 \pm 0,016) \%$. Všechny vzorky byly vyrobeny při shodných

parametrech tisku, i odebrání částí jednotlivých vzorků pro tvorbu metalografického výbrusu bylo provedeno ve stejných rovinách (YZ).

Vzorky byly vyrobeny při stejných parametrech tisku a vzorky pro metalografické výbrusy byly odebrány ve stejné rovině. Zjištěné hodnoty pórovitosti se od sebe relativně odchylovaly (například naměřená pórovitost vzorku B je cca 5x větší než u vzorku A), avšak naměřené hodnoty jsou v přijatelných mezích pro výrobky AM. Tato metoda posuzování pórovitosti odhalila pórovitost u všech vzorků. Při posuzování touto metodou je potřeba brát zřetel na rovinu a umístění, ve které je pórovitost posuzována, jelikož se sleduje vždy jen malá rovinná část z celého objemu komponenty. Za účelem zvýšení přesnosti posuzování je vhodné sledovat vzorek ve všech rovinách a více polohách, a tak je vhodné zpracovat větší množství metalografických výbrusů.

Pro druhé měření pomocí světelné mikroskopie byly ze vzorku C odebrány dvě části (v rovině YZ a XY), na kterých byly sledovány rozměry pórů. U odebrané části vzorku C v rovině YZ (určena směrem nanášení vrstev) byly póry s průměrnými rozměry náležícími (1;5) μm zastoupeny o 93 %. Na sledovaném vzorku byly pozorovány póry s průměrnými rozměry náležícími (5;10) μm o 5% zastoupení a póry s průměrnými rozměry o (10;50) μm . U části vzorku C, která byla odebrána v rovině XY (určena směrem kolmém na nanášení jednotlivých vrstev), zaujímaly 70% zastoupení póry s průměrnými rozměry náležícími (1;5) μm , druhými nejčastěji zastoupenými póry o 14 % byly póry s průměrnými rozměry o (50;100) μm a 12% zastoupení představovaly póry s průměrnými rozměry (5;10) μm .

Z výše předložených výsledků světelné mikroskopie vyplývá, že póry mají rozměry v řádech jednotek μm . Zkouška rentgenem je schopna odhalit defekty o rozměrech větších než 200 μm a zkouška ultrazvukem má rozlišovací schopnost za hranicí jednotek μm . To je důvod, proč byly póry pozorovány až pomocí světelné mikroskopie.

7 Závěr

Hlavním cílem bakalářské práce bylo vytyčeno porovnání metod stanovování pórovitosti produktů, které byly vyrobeny použitím aditivních technologie DED. Byly vyrobeny tři vzorky při shodných výrobních parametrech, na těchto vzorcích byla jednotlivými metodami posuzována pórovitost.

Použitím nedestruktivních metod (ultrazvukové prozvučování a RTG prozařovací zkouška) nebyly zjištěny žádné póry. Jediná nedestruktivní metoda, která odhalila přítomnost vnitřních defektů, byla He pyknometrie. Metodou destruktivní povahy (metalografická zkouška) byla prokázána přítomnost pórů. U vzorku A bylo zjištěna nejmenší hodnota procentuálního plošného zastoupení pórů, která činila $(0,14 \pm 0,016) \%$. Naopak u vzorku C byla naměřena největší hodnota procentuálního plošného zastoupení pórů, která byla $(0,65 \pm 0,076) \%$. Zjištěné hodnoty průměrného plošného zastoupení pórů mezi jednotlivými vzorky se lišily. U vzorku C byly sledovány rozměry pórů na dvou metalografických výbrusech. Na zmíněných metalografických výbrusech byly nejpočetněji zastoupeny póry o rozměrech náležící $(1;5) \mu\text{m}$. Na základě výsledků uvedených v praktické části vyplývá, že je vhodná kombinace zmíněných metod ke stanovení pórovitosti výrobků.

Výrobu komponent pomocí odlévání doprovází pórovitost, například při vysokotlakém lití pórovitost běžně dosahuje až řádů jednotek procent. [26] Pomocí světelné mikroskopie byla zjištěna pórovitost vzorků vyrobených pomocí přímé depozice, která činila desetiny procent. Další výzkum, který by navázal na tuto bakalářskou práci, by se mohl zabývat následujícím námětem: do jaké míry pórovitost, vzniklá při použití metody přímé depozice, ovlivňuje mechanické vlastnosti komponenty. Eliminace pórovitosti je například možná pomocí metody HIP, kdy je komponenta vystavena izostatickému lisování zatepla. Například i v tomto směru by se mohlo navázat na tuto bakalářskou práci.

Seznam použité literatury

- [1] JOHNSON, A. S. a kol. *Fatigue behavior and failure mechanisms of direct laser deposited Inconel 718: Solid Freeform Fabrication 2016: Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium-An Additive Manufacturing Conference*. JOM, 2016. [cit. 2023-10-28].
- [2] STERLING, A. J. a kol. High cycle fatigue of laser beam deposited Ti-6Al-4V and Inconel 718. Online. *Materials Science and Engineering*. 2016, roč. 28, č. 655. s. 100-112. ISSN 0921-5093. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509315307152>. [cit. 2023-10-28].
- [3] KOOL, N. a AMSTERDAM, G. *High cycle fatigue of laser beam deposited Ti-6Al-4V and Inconel 718*. Online. 38. 2009. [cit. 2023-11-04].
- [4] GIBSON, I. a kol. *Additive Manufacturing Technologies*. 1. Springer Science+Business Media New York, 2015. ISBN 978-1-4939-2112-6.
- [5] WANG, S. a kol. Role of porosity defects in metal 3D printing: Formation mechanisms, impacts on properties and mitigation strategies. Online. *Materials today*. 2022, roč. 24, č. 59, s. 133-160. ISSN 1369-702. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369702122002231>. [cit. 2023-11-04].
- [6] MORALES, C. a kol. Direct Energy Depositions of a 17-4 PH Stainless Steel: Geometrical and Microstructural Characterizations. Online. *Coatings*. 2023, roč. 13, č. 636, s. 1-18. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/369393526_Direct_Energy_Depositions_of_a_17-4_PH_Stainless_Steel_Geometrical_and_Microstructural_Characterizations. [cit. 2023-10-27].
- [7] SNELL, R. a kol. Methods for rapid pore classification in metal additive manufacturing. Online. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*. 2020, roč. 71, č. 72, s. 101-109. ISSN 1047-4838. Dostupné z: <https://eprints.whiterose.ac.uk/151123/1/porosity.pdf>. [cit. 2023-10-23].
- [8] SANTOS, E. a kol. Mechanical properties of titanium models processed by selective laser melting. Online. *13rd Annual International Solid Freedom Fabrication Symposium*. 2012, roč. 11, č. 21, s. 180-186. Dostupné z: <https://repositories.lib.utexas.edu/items/9afe19d8-7031-42f6-b7d7-4b09bf26eb93>. [cit. 2023-10-18].
- [9] LI, S. J. a kol. Compression fatigue behavior of Ti-6Al-4V mesh arrays fabricated by electron beam melting. Online. *Fatigue*. 2012, roč. 3, č. 60, s. 793-802. ISSN 1359-6454. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964541100766X>. [cit. 2023-10-18].
- [10] SUN, J. a kol. Mechanical properties of a Ti6AL4V porous structure produced by selective laser melting. Online. *Materials & Design*. 2013, roč. 20, č. 49, s. 545-552. ISSN 0261-3069. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306913000617>. [cit. 2024-10-18].

- VANDENBROUCKE, B a KRUTH, J., P. Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. Online. *Rapid Prototyping Journal*. 2007, roč. 13, č. 4, s. 196-203. ISSN 1355-2546. Dostupné z: <https://www.emerald.com/insight/content/doi/10.1108/13552540710776142/full/html>. [cit. 2023-10-19].
- HEINL, P. a kol. Selective laser melting of cellular titanium: mechanical properties. Online. *Advanced Engineering Materials*. 2008, roč. 5, č. 10, s. 882-888. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/228045036_Selective_Electron_Beam_Melting_of_Cellular_Titanium_Mechanical_Properties. [cit. 2023-10-18].
- MURR, L. E. a kol. Microstructure and mechanical properties of open-cellular biomaterials prototypes for total knee replacement implants fabricated by electron beam melting. Online. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2011, roč. 4, č. 7, s. 1396-1411. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1751616111001123>. [cit. 2023-10-19].
- LEUDERS, S. a kol. On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance. Online. *International Journal of Fatigue*. 2013, roč. 31, č. 48, s. 300-307. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014211231200343X>. [cit. 2023-10-28].
- YADOLLAHI, A. a SHAMSAEI, N. *Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities*. Online. *International Journal of Fatigue*. 2017, roč. 38, č. 98, s. 14-31. ISSN 0142-1123. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112317300014>. [cit. 2023-11-04].
- DEBROY, T. a kol. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. Online. *Progress in Materials Science*. 2017, roč. 35, č. 92, s.112-224. ISSN 0079-6425. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642517301172>. [cit. 2023-11-04].
- SIDDIQUE, S. a kol. Influence of process-induced microstructure and imperfections on mechanical properties of AlSi12 processed by selective laser melting. Online. *Journal of Materials Processing Technology*. 2015, roč. 29, č. 221, s. 205-213. ISSN 0924-0136. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013615000667>. [cit. 2024-03-12].
- SPIERINGS, A. B. a kol. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. Online. *Rapid prototyping journal*. 2011, roč. 16, č. 17, s. 380-386. ISSN 1355-2546. Dostupné z: <https://www.emerald.com/insight/content/doi/10.1108/13552541111156504/full/html>. [cit. 2023-11-04].
- VĚCHET, M. a kol. *Defektoskopie v otázkách a odpovědích*. SNTL, 1989. ISBN 80-03-00100-5.
- MÍŠEK, B. a PTÁČEK, L. *Zkoušení materiálu a výrobků bez porušení*. Praha: SNTL, 1973.
- SKÁLOVÁ, J. a kol. *Základní zkoušky kovových materiálů*. 4. Plzeň: Západočeská Univerzita

v Plzni, 2010. ISBN 978-80-7043-417-8.

- [22] COLUMBU, S. a kol. Strategies for helium pycnometry density measurements of welded ignimbritic rocks. Online. *Measurement*. 2021, roč. 38, č. 173, s. 1-15. ISSN 1355-2546. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263224120311568>. [cit. 2024-03-05].
- [23] *Slitovaná nerezová ocel 316L*. Online. GNEE. 2024. Dostupné z: <https://cz.coldrolledsteels.com/alloy-steel-plate/alloy-stainless-steel-316l.html>. [cit. 2024-02-19].
- [24] MACEK, K. a kol. *Experimentální metody v materiálovém inženýrství*. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2008.
- [25] KREIDL, M. a kol. *Ultrazvuková defektoskopie*. Praha, 2011
- [26] HO-JUNG, K. a kol. Effects of solution treatment temperature and time on the porosities and mechanical properties of vacuum die-casted and T6 heat-treated Al–Si–Mg alloy. Online. *Vacuum*. 2021, roč. 70, č. Volume 193, s. -. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0042207X21004851>. [cit. 2024-04-16].
- LAVIGNE, O. a kol. Effect of binder nature and content on the cavitation erosion resistance of cemented carbides. Online. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2022, roč. 31, č. 109, s. 120-132. ISSN 0263-4368. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263436822002025>. [cit. 2023-11-06].

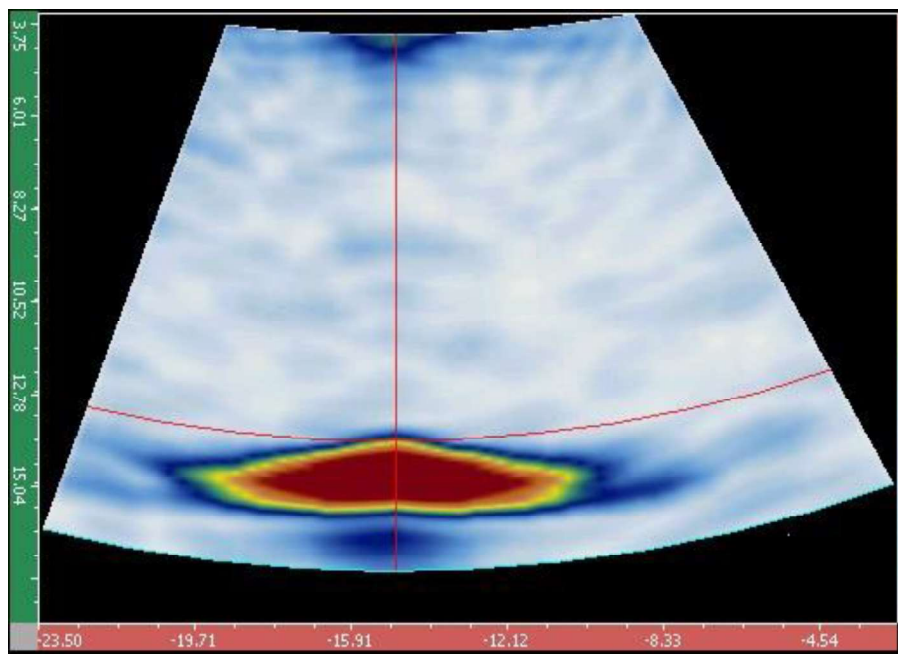
Přílohy bakalářské práce

PŘÍLOHA č. 1

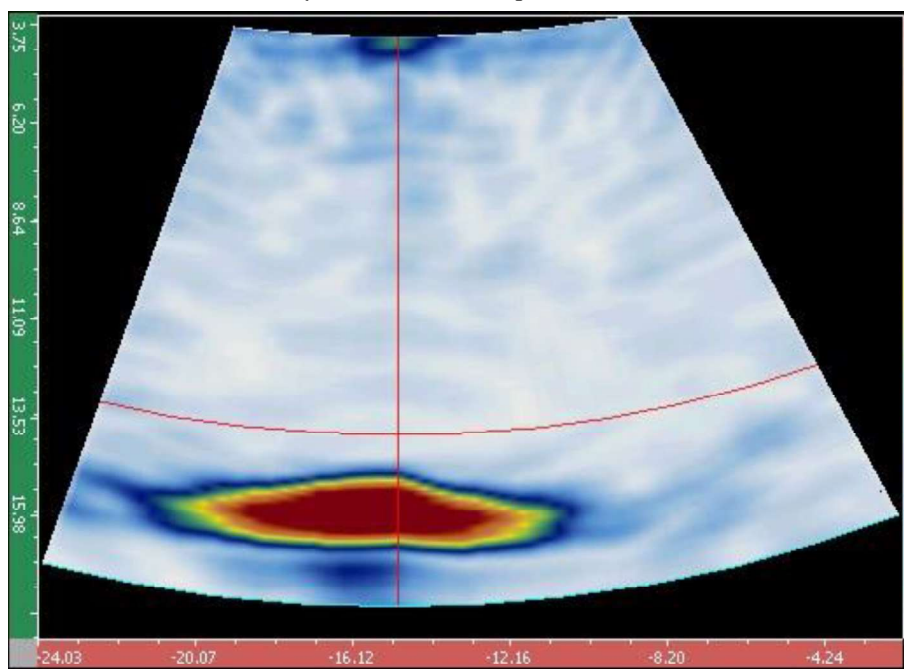
Záznamy ze zkoušky ultrazvukem

- Lineární sken v podélném směru vzorku B a C
- Sektorový a A-sken v podélném směru vzorku B a C

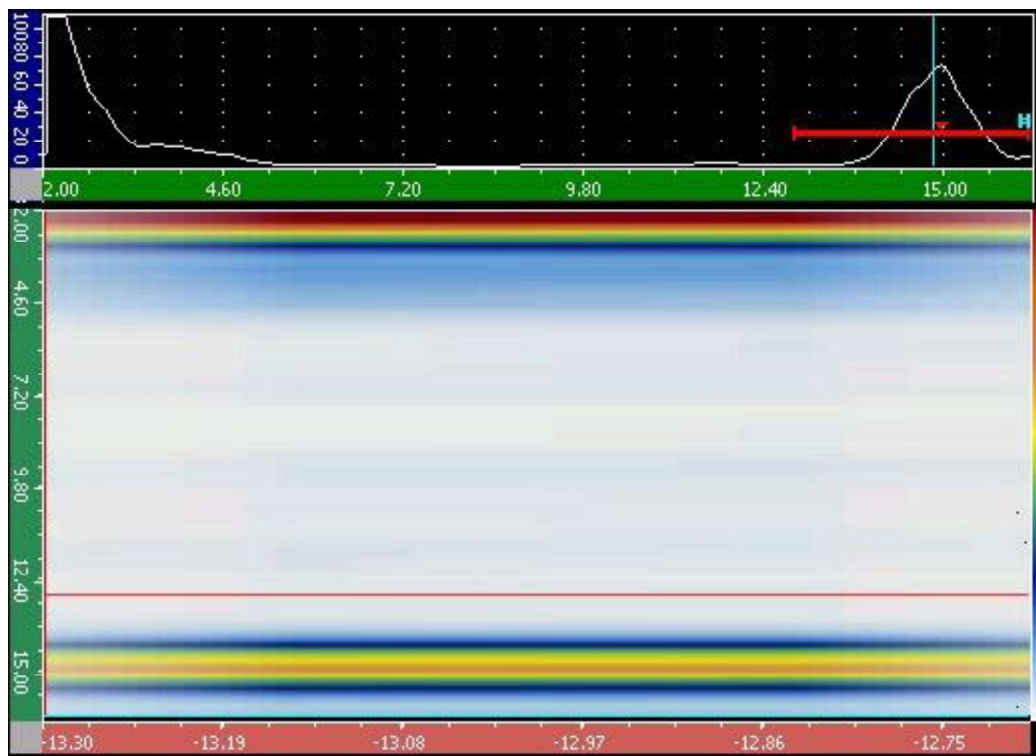
Sektorový sken vzorku B v podélném směru



Sektorový sken vzorku C v podélném směru



Lineární a A-sken vzorku B v podélném směru



Lineární a A-sken vzorku C v podélném směru

