

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B 0715A270013 Strojní inženýrství
Studijní zaměření: Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vývoj vlastností a mikrostruktury u vzorků WC-Co zpracovaných
technologíí SLM a HIP

Autor: **David DOLEJŠÍ**

Vedoucí práce: **Ing. David BRICÍN**

Akademický rok 2021/2022

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2021/2022

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(projektu, uměleckého díla, uměleckého výkonu)

Jméno a příjmení: **David DOLEJŠÍ**
Osobní číslo: **S19B0564P**
Studijní program: **B0715A270013 Strojní inženýrství**
Specializace: **Strojírenské materiály a technologie**
Téma práce: **Vývoj vlastností a mikrostruktury u vzorků WC-Co zpracovaných technologií SLM a HIP**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Zásady pro vypracování

1. Slinuté karbidy, jejich struktura a vlastnosti
2. Technologie zpracování slinutých karbidů
3. Aditivní technologie a jejich aplikace u slinutých karbidů
4. Dokončovací operace při výrobě slinutých karbidů
5. Vliv HIP technologie na vlastnosti výrobku zpracovaného aditivními technologiemi
6. Experimentální program
7. Hodnocení vlivu HIPU na mikrostrukturu vzorků získaných SLM procesem
8. Diskuse výsledků
9. Závěr

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

Seznam doporučené literatury:

EDITOR-IN-CHIEF VINOD K. SARIN a Luis LLanes EDITED BY DANIELE MARI. Comprehensive hard materials, Volume 1, Hardmetals. Elsevier, 2014. ISBN 9780080965284.

GARCÍA, José, Verónica COLLADO CIPRÉS, Andreas BLOMQUIST a Bartek KAPLAN. Cemented carbide microstructures: a review. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials [online]. 2019, 80, 40-68 [cit. 2020-09-30]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijrmhm.2018.12.004.

MÁRQUEZ-HERRERA, Alfredo, Gabriel BERMÚDEZ-RODRÍGUEZ, Eric Noé HERNÁNDEZ-RODRÍGUEZ, Miguel MELENDEZ-LIRA a Martin ZAPATA-TORRES. Boride coating on the surface of WC-Co-based cemented carbide. International Journal of Materials Research [online]. 2016, 107(7), 676-679 [cit. 2020-09-30]. ISSN 1862-5282. Dostupné z: doi:10.3139/146.111387.

UHLMANN, E., BERGMANN A., GRIDIN, W. Investigation on Additive Manufacturing of Tungsten Carbide-cobalt by Selective Laser Melting.(2015). DOI: 10.1016/j.procir.2015.08.060. ISSN 22128271. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2212827115009142>.

NIE, Hongbo a Taiquan ZHANG. Development of manufacturing technology on WC-Co hardmetals. Tungsten [online]. 2019, 1(3), 198-212 [cit. 2020-09-30]. ISSN 2661-8028.

Vedoucí bakalářské práce: **Ing. David Bricín, Ph.D.**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce: **Ing. Zbyněk Špirit**
Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání bakalářské práce: **15. října 2021**

Termín odevzdání bakalářské práce: **27. května 2022**

L.S.

Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan

Ing. Josef Odehnal, 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 vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Davidu Bricínovi Ph.D. za poskytnuté rady, pomoc v experimentální části a trpělivost při konzultacích. Dále Katedře materiálů a strojírenské metalurgie na ZČU v Plzni za možnost využít prostory a experimentální vybavení ke zpracování experimentální části BP a jejím členům za všechny rady a jejich ochotné jednání.

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Dolejší	Jméno David	
STUDIJNÍ OBOR	B 0715A270013	Strojní inženýrství	
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Ing. Bricín Ph.D.	Jméno David	
PRACOVNÍŠTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Vývoj vlastností a mikrostruktury u vzorků WC-Co zpracovaných technologií SLM a HIP		

FAKULTA	Strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2022
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	45	TEXTOVÁ ČÁST	38	GRAFICKÁ ČÁST	7
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Bakalářská práce se v teoretické části zabývá aditivní výrobou WC-Co z práškového materiálu metodou SLM a následnou úpravou HIP procesem. V experimentální části je rozebrán a testován vliv HIP procesu za rozdílného tlaku na vzorky z materiálu WC-Co vyrobených SLM technologií.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Slinutý karbid, aditivní technologie, HIP, SLM, WC-Co, pórovitost, mikrotvrdost, tvrdost, tlak, pojivo, slinovací proces, práškový materiál

SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

AUTHOR	Surname Dolejší	Name David	
FIELD OF STUDY	B 0715A270013 Mechanical Engineering		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Ing. Bricín Ph.D.	Name David	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Development of properties and microstructure of WC-Co samples processed by SLM and HIP technologies		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Materials Science and Technology	SUBMITTED IN	2022
----------------	------------------------	-------------------	----------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	45	TEXT PART	38	GRAPHICAL PART	7
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	The bachelor's thesis deals in the theoretical part with the additive production of WC-Co from powder material by the SLM method and subsequent modification by the HIP process. In the experimental part, the influence of the HIP process at different pressures on samples of WC-Co material produced by SLM technology is analyzed and tested.
KEY WORDS	Sintered carbide, additive technology, HIP, SLM, WC-Co, porosity, microhardness, hardness, pressure, binder, sintering process, powder material

1 Obsah

Seznam použitých zkratk	7
Seznam obrázků	8
Seznam tabulek	Chyba! Záložka není definována.
Úvod	9
Teoretická část	10
1 Slinuté karbidy	10
1.1 Zpracování SK	10
1.1.1 Výroba prášků	10
1.1.2 Míšení prášků	12
1.1.3 Formování práškových materiálů	12
1.1.4 Slinování	13
1.2 Výsledná mikrostruktura WC-Co a vlastnosti	15
1.2.1 Mikrostruktura WC-Co	15
1.2.2 Vlastnosti WC-Co	15
2 Technologie SLM	18
2.1 Princip SLM technologie	18
2.2 Použití technologie	19
2.3 Výhody a nevýhody SLM	19
2.4 Požadavky na zpracovávané materiály	20
2.5 Vliv technologie na vlastnosti a strukturu zpracovávaného materiálu	21
2.5.1 Vliv na mikrostrukturu	21
3 HIP technologie	22
3.1 Princip technologie	22
3.2 Použití technologie	23
3.3 Vliv technologie na vlastnosti a strukturu zpracovávaného materiálu	23
3.3.1 Vliv tlaku	23
3.3.2 Vliv teploty	23
3.3.3 Vliv ochranné atmosféry	24
3.4 Vývoj struktury	24
Experimentální program	25
4 Použité vzorky	25
4.1 Materiál	25
4.2 Proces SLM tištění	25
4.3 HIP zpracování	26
5 Metalografický výbrus	27
6 Měření pórovitosti	27
6.1 Pórovitost u slinutých karbidů	27
6.2 Postup měření	27
6.3 Vlastní měření	28
6.3.1 Plocha pórovitosti	28
6.3.2 Velikost pórů	33
7 Měření mikrotvrdosti	35
7.1 Úvod	35
7.2 Postup měření	36
7.3 Vlastní měření	36
8 Měření zrna	39
8.1 Úvod	39
8.2 Vlastní měření	39

9	Rozbor výsledků.....	41
10	Závěr.....	42
11	Seznam použité literatury.....	44

Seznam použitých zkratk

<u>Zkratka</u>	<u>Popis</u>	
HSS	Rychlořezná ocel	(High Speed Steel)
SLM	Selektivní laserové tavení	(Selective Laser Melting)
HIP	Izostatické lisování za tepla	(Hot Isostatic Pressing)
SK	Slinutý karbid	
WC	Karbid wolframu	
Co	Kobalt	
TiC	Karbid titanu	
NbC	Karbid niobu	
REP	Proces rotující elektrody	(Rotating Electrode Process)
HV	Tvrдость podle Vickerse	
CAD	Počítačem podporované projektování	(Computer-Aided Design)
hm %	Hmotnostní procenta	
O ₂	Kyslík	
H ₂ O	Voda	
CO ₂	Oxid uhličitý	
CO	Oxid uhelnatý	
N ₂	Dusík	
CH ₄	Methan	
KOH	Hydroxid draselný	
K ₃ [Fe(CN) ₆]	Ferrikyanid draselný	

Seznam obrázků

Obr. 1 Základní principy rozměňování [1].....	11
Obr. 2 Atomizace vodou a plynem [1]	11
Obr. 3 Průběh oboustranného lisování práškové směsi [1]	12
Obr. 4 Změna povrchové energie [2]	13
Obr. 5 Struktura karbidů WC a pojiva Co [3]	14
Obr. 6 Tabulka vlastností WC-Co podle složení [4]	16
Obr. 7 Schématické znázornění pracovního prostoru SLM tiskárny [6].....	18
Obr. 8 Znázornění procesu SLM technologie [6]	19
Obr. 9 Vliv rychlosti skenu na tvorbu kulových částic [7]	20
Obr. 10 Vzorec pro výpočet hustoty energie [6]	21
Obr. 11 Příklad vrstvené struktury [8]	22
Obr. 12 Schéma nádoby pro technologii HIP [11].....	22
Obr. 13 Vzorek model a hotový vzorek	26
Obr. 14 Ukázka průběhu HIP zpracování – vzorek 80H1	26
Obr. 15 Vzorek 120H1 1.Výbrus	29
Obr. 16 Vzorek 120H1 1.Výbrus	29
Obr. 17 Vzorek M2 2.Výbrus.....	30
Obr. 18 Vzorek M2 3.Výbrus.....	31
Obr. 19 Vzorek 120H1 3.Výbrus	31
Obr. 20 Vzorek M2 4.Výbrus.....	32
Obr. 21 Vzorek 120H1 4.Výbrus	33
Obr. 22 Průměrná velikost maximálních průmětů pórů	33
Obr. 23 Vtisk na měření mikrotvrdomosti HV10 u vzorku 80H1	36
Obr. 24 Vtisk na měření mikrotvrdomosti HV0,1 jemnozrné struktury u vzorku M2.....	37
Obr. 25 Vtisk na měření mikrotvrdomosti HV0,1 hrubozrné struktury u vzorku 40H1	38
Obr. 26 Graf rozdílů v mikrotvrdomosti jemnozrné a hrubozrné struktury u vzorků.....	39
Obr. 27 Vzorek 120H1 ukázka jemnozrné struktury	40
Obr. 28 Vzorek 40H1 ukázka hrubozrné struktury	41

Seznam tabulek

Tab. 1 Údaje o práškové směsi [17].....	25
Tab. 2 Proces SLM.....	25
Tab. 3 Způsob Izostatického lisování za tepla	26
Tab. 4 Pórovitost 1.Výbrus	28
Tab. 5 Pórovitost 2.Výbrus	29
Tab. 6 Pórovitost 3.Výbrus	30
Tab. 7 Pórovitost 4.Výbrus	32
Tab. 8 Hodnoty maximálních průmětů pórů 3.Výbrus	34
Tab. 9 Hodnoty maximálních průmětů pórů 4.Výbrus	34
Tab. 10 Mikrotvrdomost HV10.....	36
Tab. 11 Mikrotvrdomost HV0,1 jemnozrná struktura.....	37
Tab. 12 Mikrotvrdomost HV0,1 hrubozrná struktura	38
Tab. 13 Měření zrna průměrná velikost zrn	39
Tab. 14 Měření zrna jemnozrná struktura	39
Tab. 15 Měření zrna hrubozrná struktura.....	40

Úvod

V současné době je jedním z hlavních cílů průmyslu rychlá, efektivní a co nejlevnější výroba strojních dílů a součástí. Z toho důvodu je nutné k jejich výrobě volit vhodné výrobní postupy technologie a nástroje. Mezi běžně používané technologie výroby, do kterých patří technologie odlévání, třískového obrábění či tváření se v poslední době postupně zařazují i technologie aditivní výroby, které jsou známé spíše pod názvem 3D tisk. 3D tisk patří mezi technologie, které umožňují výrobu komplikovaných vnějších a vnitřních tvarů strojních dílů a součástí, kterých lze ostatními technologiemi dosáhnout jen velmi obtížně.

Jednou z oblastí, kde by se tak tyto technologie mohly uplatnit, patří výroba obráběcích nástrojů, na jejichž kvalitu jsou kladeny stále vyšší požadavky. Kromě technologie, která je použita k jejich výrobě, jsou jejich vlastnosti závislé na vlastnostech materiálu, z kterého jsou vyrobeny. Správná volba materiálu a výrobní technologie pak do značné míry ovlivňuje jeho vlastnosti jako je řezivost, odolnost vůči opotřebení či vysokým teplotám. Odolnost vůči vysokým teplotám lze u obráběcích nástrojů zvýšit jejich vhodným legováním.

Jedny z prvních soustružnických obráběcích nástrojů byly vyrobeny z oceli, do které byl za tímto účelem přidán jako legující prvek wolfram. Tento materiál byl označován jako tzv. Mushetova ocel, která byla předchůdcem dnešních rychlořezných ocelí (HSS). Od roku 1915 se pak začalo využívat slévárenských slitin (neželezné slitiny), které obsahovaly kobalt, chrom, wolfram a další prvky v různém poměru. Tyto materiály vynikaly především svou odolností proti vysoké teplotě (udržely svou tvrdost i za 800 °C) a proti abrazivnímu opotřebení, ale byly velmi křehké. Jednalo se o předchůdce dnešních slinutých karbidů, které v současné době patří mezi běžné materiály pro výrobu obráběcích nástrojů. Tyto nástroje jsou vyráběny z práškových směsí, které jsou zpracovávány různými technologiemi lisováním a slinováním. Takto vyrobené nástroje mají téměř 100 % hustotu bez zjevné pórovitosti.

Pórovitost je jedním z problémů, který je potřeba při použití aditivních technologií pro zpracování slinutých karbidů vyřešit. Jednou z možností, jak lze snížit jejich pórovitost, je vhodné nastavení parametrů procesu jejich zpracování a vhodné vlastnosti použité práškové směsi. Tím lze dosáhnout hustoty výrobku, která se pohybuje přes 96 %. Dále je možné zvýšit jejich hustotu použitím vhodné technologie dodatečného zpracování výtisku. Jako jedna z vhodných technologií se k tomuto účelu nabízí technologie izostatického lisování za tepla (HIP).

Konečná hustota výtisku je při použití této technologie závislá na typu pórovitosti výtisku, tj. jedná se o otevřenou pórovitost či uzavřenou pórovitost a parametrech procesu HIP, tj. jeho teplotě, tlaku použité ochranné atmosféře, době procesu a rychlosti ochlazování. Kromě pórovitosti pak zvolené parametry procesu mohou do značné míry ovlivnit mikrostrukturu výtisku.

Tato bakalářská práce se tak ve své teoretické části nejprve zabývá zpracováním slinutých karbidů běžným způsobem. V druhé části jsou pak uvedeny informace a popis technologie selektivního laserového tavení (SLM), která je svým principem vhodná ke zpracování práškových směsí na bázi SK. Poslední kapitola teoretické části práce se zabývá technologií izostatického lisování za tepla (HIP) a jejím uplatněním při zpracování SK. Praktická část práce se pak zabývá analýzou vzorků, které byly zpracovány postupně technologií SLM a HIP. Cílem provedených analýz bylo stanovit rozdíly, které ve struktuře a vlastnostech vzorků vyrobených za shodných parametrů technologií SLM, vyvolá jejich následné zpracování technologií HIP za použití různých tlaků. [1]

Teoretická část

1 Slinuté karbidy

Slinuté karbidy (SK) patří mezi výrobky tzv. práškové metalurgie. Jejich nejznámější aplikací je výroba obráběcích nástrojů, zejména pak vyměnitelných břitových destiček. Tyto materiály se vyznačují vysokou tvrdostí, odolností proti otěru, pevností v tlaku, vysokým modulem pružnosti a dobrou odolností proti korozi. Těchto vlastností dosahují díky své mikrostruktuře. Ta se skládá z karbidů vysokotavitelných kovů (WC, TiC, NbC atd.) a pojící fáze jinak nazývanou pojivem, kterou bývá nejčastěji kobalt. Nejpoužívanějším karbidem je pak karbid wolframu. Důvodem, proč je mikrostruktura SK primárně tvořena kombinací WC a Co, je jejich vysoká vzájemná smáčivost. Díky ní dochází k eliminaci pórů v jejich mikrostruktuře v průběhu procesu jejich slinování. [1]

1.1 Zpracování SK

Zpracováním slinutých karbidů se zabývá obor prášková metalurgie. Proces výroby slinutých karbidů, který zde bude rozebrán, se skládá z několika základních kroků. Nejprve je nutné získat práškové karbidy a pojící materiál nejčastěji kobalt (také v práškové podobě). Po vytvoření práškových karbidů a pojiva se tyto dva druhy prášků smísí ve vhodném poměru v závislosti na požadovaných vlastnostech. Dále se prášková směs vytvaruje do potřebného tvaru a vše propojí následným slinováním. [1]

1.1.1 Výroba prášků

Výsledné vlastnosti práškového materiálu jsou zčásti závislé na stylu výroby prášku, jelikož téměř veškeré materiály lze převést do práškové podoby, jen je nutné použít správnou metodu. Metody výroby prášku se dělí do čtyř základních způsobů:

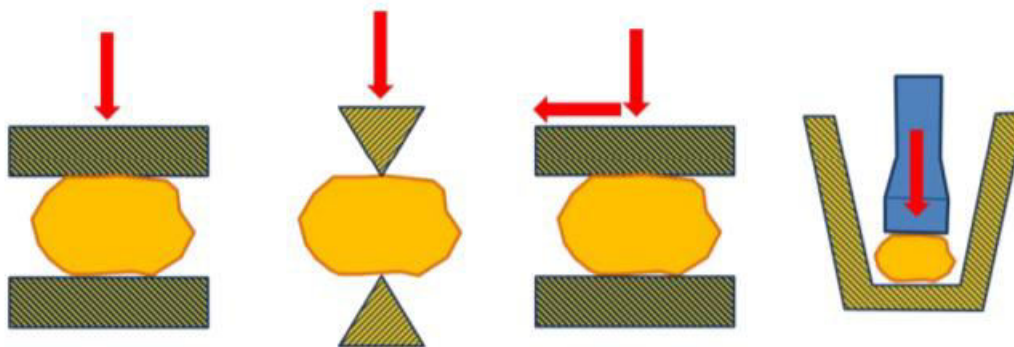
a. Mechanické – Drcení a Mletí

Základem mechanické výroby prášku je předávání pohybové mechanické energie materiálu, ve kterém díky tomu vzniká napětí v krystalové mřížce. To má za následek zvyšování nestability této mřížky dokud, v závislosti na vlastnostech materiálu, nedojde k porušení celistvosti. Dalším působením dochází k deformaci krystalové mřížky a vzniku vakancí či dislokací v práškových částicích, což má v následném slinování velký vliv na míru zhutnění pórovitého materiálu. Mechanické dělení spočívá v pár základních procesech: náraz, stříh, otěr a tlak viz. Obr. 1. Náraz se provádí rychlým úderem materiálu, při otěru se využívá třecího pohybu a stříh, který vytváří štěpný lom. Většinou je použito kombinace těchto procesů.

Drcení se nejčastěji provádí v čelistovém drtiči, který se skládá z pohyblivé a pevné čelisti, mezi kterými se získává hrubý prášek, jde tedy o první stupeň rozmělnování.

Při mletí se využívá vzájemné kolize jednotlivých zrn prášku. Díky jejich vzájemnému působení získáváme menší velikost jednotlivých zrn a jejich povrchové drsnosti, ale zároveň získáváme větší měrný povrch a tvrdost. Dále tímto vzájemným působením zrn prášku získáváme již dříve zmíněný nárůst povrchové energie a s tím spojený vznik vnitřních poruch následovaných zvýšeným vnitřním napětím. Tímto procesem je možné získat částice s minimální velikostí 0,1-1 μm . Nejcharakterističtějším zařízením pro mletí je mlecí mlýn. V mlecím mlýnu probíhá rotace mlecích těles, které svou rotační energii přenášejí na rozmělnovaný

prášek.



Obr. 1 Základní principy rozměňování [1]

b. Fyzikálně-mechanický

Do této kategorie výroby prášku patří hlavně rozstříkávání (atomizace) taveniny. Principem této metody je působení natlakovaného plynu, tekutiny či odstředivých sil ochlazujícími účinky na taveninu, ze které se následným ztuhnutím v tomto prostředí stanou tuhé částičky. Rychlé ochlazování taveniny zabraňuje segregaci a podporuje homogenní strukturu částic.

Rozstříkávání taveniny vodou je velice výhodné hlavně z důvodu veliké produktivity (30 t/h) a ceny vody, která je nižší než cena inertního plynu, nevýhodou však může být vznik páry v místě ochlazování a tím i vznik materiálu s vysokým obsahem kyslíku, což může být nežádoucí třeba při výrobě hliněného prášku a to kvůli možnému samovznícení. V případě použití vody jako chladicího média jsou částice prášku velice nepravidelného tvaru, kdežto při použití plynu mají tvar sférický.

Pro rozstříkávání odstředivou silou se nejčastěji využívá metody REP (Rotating Electrode Process), která je založena na tavení anody elektrickým obloukem, kde anoda je z materiálu, ze kterého vyrábíme prášek. Odtavená slitina se rotací dostává na stěny bubny, který má chlazený plášť. Vniklé částice mají tvar globulitický.



Obr. 2 Atomizace vodou a plynem [1]

c. Chemický – redukce, z plynné fáze, tvrdé materiály

Výroba prášku chemickou redukcí je nejrozšířenější metoda výroby práškové směsi. Touto metodou se vyrábí více než polovina všech práškových směsí. Na rozdíl od tavné metody zde nehrozí znečištění kovu struskou, ale je nutná následná mechanická, magnetická nebo chemická rafinace. Redukce probíhá za zvýšených teplot (kolem 800 °C) a redukčními činidly bývá uhlík, dusík či jejich sloučeniny.

Výroba prášku z plynné fáze se provádí u materiálů, které je možné jednoduše převést do plynné fáze. Výhodou této metody jsou velice jemné částice prášku a možnost získání veliké čistoty materiálu.

Výroba prášku tvrdých materiálů je založena na termomechanických reakcích pevného, kapalného nebo plynného stavu. Jedná se zejména o přípravu karbidů, nitridů

a silicidů, kde se získá hrubozrnný prášek nebo jemné slinované částice. Následuje mechanické rozmělnování reakčních produktů, odstraňování vedlejších reakčních produktů a čištění reakčních produktů.

d. Fyzikálně-chemický – Elektrolyza

Elektrický proud působící jako redukční činidlo a elektrolytem mohou být soli nebo roztoky. Prášky získané touto metodou jsou charakteristické svou čistotou a dendritickou či hubovou strukturou, avšak tato metoda je velice nákladná a používá se pouze, je-li nutné získat elementární prášek. [1] [2]

1.1.2 Míšení prášků

Během tohoto procesu dochází k přípravě směsi karbidů a pojiva. Jedná se o velmi důležitou část, jelikož obsah pojiva velice ovlivňuje výsledné vlastnosti materiálu (tento vliv bude rozebrán v bodu 1.2). Hlavním cílem je dosažení jemnozrnné struktury o požadované velikosti frakce zrn práškové směsi a o rovnoměrném rozložení strukturních fází pojiva a karbidů v míseném objemu. [1]

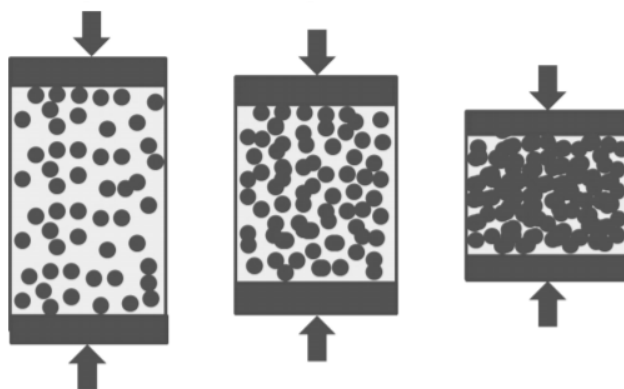
1.1.3 Formování práškových materiálů

Pro dosažení požadovaného tvaru, rozměrů a vlastností je potřeba prášek zhutnit neboli zformovat. Cílem je dosáhnout co nejlepší homogenity zhutnění v celém objemu, minimální pórovitosti slinutého materiálu. [1]

Metody zhutňování práškových materiálů lze rozdělit do dvou základních skupin:

a. Zhutňování pomocí statického nebo dynamického tlaku při pokojové nebo zvýšené teplotě

Jde v podstatě o různé způsoby lisování kovových prášků do zápustek. V průběhu lisování se mění hustota a tím i vlastnosti výlisku viz. Obr. 3. Tato změna vlastností závisí na druhu lisování. S rostoucím tlakem se nejdříve zaplňují dutiny ve formě a dochází k uspořádání částic. Následně se díky plastickým deformacím vyrovnává povrch výlisku. S dále rostoucím tlakem dochází k dalšímu zpevňování a částice s vyčerpanou plasticitou se rozpadají. Velkou roli v míře zhuštění výlisku hraje jednostranné či oboustranné lisování a to kvůli tomu, že k největšímu zhutnění dochází nejbližší u místa lisování a díky oboustrannému lisování dojde k přesunutí nejméně zhutněného místa do středu. [1]



Obr. 3 Průběh oboustranného lisování práškové směsi [1]

b. Beztlaké zhutňování

Všechny metody bez použití tlaku jsou založeny na přidavné nekovové látce, díky které bude vzniklá suspenze buďto tvárná, nebo se dá odlévat. Dalším požadavkem na přídatný materiál je možnost jeho bezezbytkového odebrání a to bez

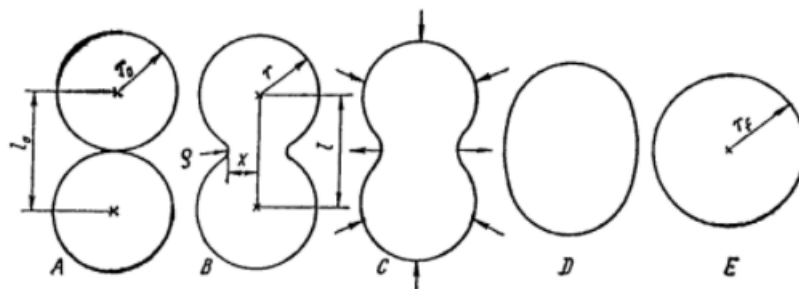
porušení tvaru výrobku před dostatečným slinováním. Velkou výhodou jsou nízké pořizovací ceny vybavení (není třeba koupě lisů). [1]

1.1.4 Slinování

Slinování neboli spékání či sintrace je proces zvětšování soudržnosti výlisku zvětšením styčných ploch mezi částicemi a odstraněním deformačního zpevnění z výroby prášků i zhutňování. Slinování vede tedy ke vzniku kovového tělesa při teplotách pod teplotou tavení prášku. Jde o snížení pórovitosti a zvýšení pevnosti za působení tepla, které je zhruba 0,6 až 0,8 teploty tání prvku s nejvyšší teplotou tání, což může mít za důsledek slinování za vzniku kapalné fáze.

Slinování je buď jednostupňové, nebo vícestupňové, a to v závislosti na požadovaných vlastnostech. Dodatečné zhušťování má za následek zvýšení hustoty, tažnosti a pevnosti. Další upravování může být tepelně-mechanické zpracování či povrchové nebo objemové tepelné zpracování.

Jelikož má prášek velký povrch, má i vysokou povrchovou energii, která je hnací silou celého procesu slinování. Částice prášku mají během slinování snahu o snížení této povrchové energie viz. Obr. 4. Zvýšením teploty začne probíhat difuze povrchová (na hranicích zrn) a následně při vyšší teplotě a delším čase i difuze objemová. Celý proces může být urychlen plastickou deformací. [1] [2]



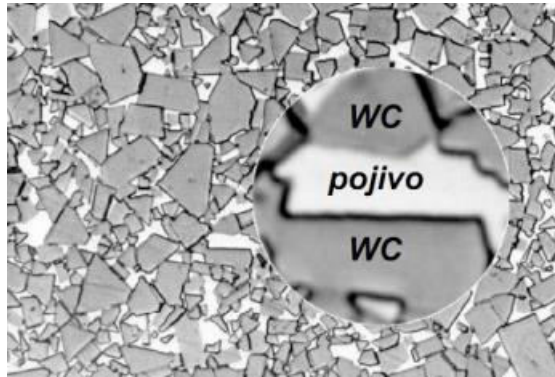
Obr. 4 Změna povrchové energie [2]

1.1.4.1 Slinování WC-Co prášků

Slinování WC-Co prášků je slinování za přítomnosti tekuté fáze, a to z důvodu roztavení pojiva. Pojivo pak díky svému roztavení dokáže proniknout mezi karbidická zrna a vyplní tak prostory mezi nimi. Po následném vychladnutí vzniká struktura znázorněná na Obr. 5.

Proces slinování u systému WC-Co se skládá ze čtyř stádií:

- I. Prvotní ohřev – urychlování difuzního toku
- II. Snižování poréznosti
- III. Rozpouštění a precipitace
- IV. Finální zhutnění



Obr. 5 Struktura karbidů WC a pojiva Co [3]

I. Prvotní ohřev – urychlování difuzního toku

Během této počáteční fáze probíhá slinování bez přítomnosti tekuté fáze. Dochází zde k ohřevu všech částic ve slinovaném prášku, což má za důsledek podporování vzniku difuze v místech vzájemného dotyku částic prášku. Zvyšující se teplotou se difuze přesouvá z pouhého povrchu částic do celého objemu částic. Tento proces je usnadňován vnitřními vadami v krystalové mřížce částic. Vzniklý difuzní tok má za důsledek počáteční spojení částic prášku. Jelikož je difuze závislá na čase a teplotě, počet vzájemně propojených částic stoupá. [3] [4]

II. Snižování poréznosti

Stále zvyšující se teplotou dojde k natavení pojícího materiálu. Toto stádium je již slinování za přítomnosti tekuté fáze. Postupným tavením kobaltu začne tento pojící materiál smáčet hranice karbidických zrn. Smáčená karbidická zrna se vlivem kapilárních sil přibližují, rozpouštějí svůj povrch do pojiva a snižují tak pórovitost výsledného SK. Míra snížení pórovitosti je závislá na úhlu smáčení pojícího materiálu (kobalt má s WC karbidy téměř nulový úhel) a na možném uvězněném plynu v pórech materiálu. [3] [4]

III. Rozpouštění a precipitace

Po začátečním smáčení a rozpouštění hranic karbidických zrn v předchozím stádiu začne ve třetím stadiu docházet k intenzivnějšímu rozpouštění jemnozrné struktury s vyšší povrchovou energií, kterou se systém snaží vyrovnat a docílit tak nízké energetické hladiny. To vede k tomu, že rozpouštěná karbidická fáze migruje pomocí taveniny a následně se precipituje na zrnech s hrubší frakcí. [3] [4]

IV. Finální zhutnění

Finální zhutnění probíhá během snižování teploty slinování. Tam, kde jsou všechna zrna obklopená tekutou fází a tuhnutím této kapalné fáze, dochází k vytvoření skeletární struktury. Po ztuhnutí dochází stále k nárůstu karbidických zrn, čímž vzniká tlakové zatížení na skeletární strukturu a tím dochází k uzavírání dalších pórů. [3] [4]

Na výsledek slinovacího procesu mají velký vliv parametry samotného slinování. Již od začátku slinování závisí na rychlosti ohřevu materiálu, kdy do teploty kolem 300 °C musí být ohřev dostatečně pozvolný, aby bylo umožněno vypařování vosků držících soudržnost práškové směsi do začátku slinovacího procesu. Dalším úsekem je rychlost ohřevu k eutektickému bodu. Tento bod leží na hranici 900 °C a od této teploty je nutné pomalé zvyšování teploty, aby mohlo dojít k rovnoměrnému natavení a rozložení pojiva. Po dosažení pracovní teploty slinování následuje výdrž na této teplotě. Výdrž musí být dostatečně dlouhá,

aby mohlo dojít k homogenizaci struktury (rovnováha mezi tekutou fází, ve které jsou rozpuštěné částice karbidu wolframu, a přebytkem tvrdých částic WC). V případě dlouhé výdrže na pracovní teplotě dochází k nechtěnému hrubnutí karbidického zrna a odpařování pojiva, jenž způsobuje póry. Při ochlazování dochází k vylučování karbidu wolframu z tekuté fáze na krystalech WC. [3] [4]

1.2 Výsledná mikrostruktura WC-Co a vlastnosti

Jak bylo již dříve řečeno slinutý karbid WC-Co je považován především za nástrojový materiál. Z tohoto důvodu byl jeho historický vývoj směřován hlavně směrem k co nejlepší odolnosti proti opotřebení, které závisí zejména na tvrdosti materiálu a ohybové a tlakové pevnosti. Jelikož jsou tyto dvě vlastnosti vzájemně téměř neslučitelné, tak k jejich dosažení je potřeba brát ohled na spoustu faktorů. Těmi nejdůležitějšími jsou složení materiálu, velikost zrn, jejich rozložení, rovnoměrnost mikrostruktury a nečistoty spolu s póry či jinými defekty. [3] [4]

1.2.1 Mikrostruktura WC-Co

SK typu WC-Co jsou tvořeny heterogenní soustavou karbidu wolframu a kobaltu. Tyto SK jsou tvořeny následujícími mikrostrukturami:

- Typy zrna WC:
 - f_1 – drobná nepravidelná nerekrystalizovaná zrna
 - f_2 – pravidelná zrna krystalického tvaru vniklá při slinování rekrystalizací karbidu wolframu
 - f_3 – rekrystalizovaná zrna WC, mají podlouhlý jehlicovitý tvar a jsou větších rozměrů
 - $f_1 + f_2$ – směs zrn rozdílné velikosti i tvaru (nejčastější)
- Fáze γ – malé množství WC rozpuštěného v kobaltu
- Fáze η – podvojný karbid W_3Co_3C s malým obsahem uhlíku, objevuje se u slitin s obsahem uhlíku pod 6,06 % (nežádoucí ojedinělý výskyt)
- Grafit – objevuje se u slitin s obsahem uhlíku větším než 6,12 %

Aby se zabránilo velkému obsahu nechtěných fází éta a gama, musí se obsah uhlíku v materiálu pohybovat v úzkém rozmezí, a to od 6,06 % do 6,12 %. Dále je nežádoucí přílišný výskyt hrubozrnných fází f_2 a f_3 , jelikož ty v kombinaci s jemnozrnnou strukturou, která je naopak vyžadována, narušují rovnoměrné rozložení velikostí zrn, a tudíž i mechanické a fyzikální vlastnosti.

V případě η (eta) fáze jsou známy její dva typy. První s konstantním složením $M_{12}C$ (Co_6W_6C) a M_6C , u které se složení mění od $Co_{3,2}W_{2,8}C$ do Co_2W_4C . V případě typu M_6C dochází v průběhu slinování k její nukleaci a růstu, tím zvyšuje křehkost struktury, jelikož nahrazuje pojivo a snižuje vliv WC na pevnost struktury. Typ $M_{12}C$ se tvoří během ochlazování v podobě malých zrn rozptýlených v matrici. Tento typ má výrazně nižší vliv na zvyšování křehkosti materiálu. [3] [4]

1.2.2 Vlastnosti WC-Co

Celkové vlastnosti WC-Co jsou velice závislé na složení a struktuře. Při odchylkách v obsahu uhlíku se začíná tvořit grafit nebo ternární sloučeniny. V případě výskytu těchto fází dochází k degradaci mechanických vlastností a rezného výkonu. Velice důležitým faktorem je u vlastností SK velikost zrna tvrdé fáze. Z tohoto důvodu se v případě, kdy jsou požadovány velmi dobré vlastnosti, začínají používat prášky s velmi jemnou zrnitostí „nanostrukturální“ prášky. Vliv složení a struktury na vlastnosti WC-Co je možné vidět na Obr. 6 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..** [4]

Složení [hm. %]		Měrná hmotnost [g cm ⁻³]	Tvrdość		Pevnost v ohybu [MPa]	Pevnost v tlaku [MPa] ⁴⁾	Modul pružnosti v tahu [GPa] ¹⁾	Měrná tepelná vodivost [W m ⁻¹ K ⁻¹]	Součinitel délkové roztažnosti [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	Měrný odpor [μΩ cm]
WC	Co		[HRA]	[HV]						
100	-	15,7	92÷94	1800÷2000	300÷500	3000	722	122	5,7 ÷ 7,2	53
97	3	15,1÷15,2	90÷93	1600÷1700	1000÷1200	5900	670	88		
95,5	4,5	15,0÷15,1	90÷92	1550÷1650	1200÷1400	5800	640	84	3,4(0÷300°C) 4,1(300÷600°C)	
94÷94,5 ¹⁾	5,5÷6	14,8÷15,0	90÷91	1500÷1600	1600÷1800	5000	620	80	3,6(0÷300°C) 4,6(300÷500°C)	20
94÷94,5 ²⁾	5,5÷6	14,8÷15,0	91÷92	1600÷1700	1400÷1600	5500	630 ²⁾	80	5	21
91	9	14,5÷14,7	89÷91	1400÷1500	1500÷1900	4800	590	75		
90	10	14,3÷14,5	88,5÷90,5	1350÷1450	1550÷1950	4700	585	71		
89	11	14,0÷14,3	88÷90	1300÷1400	1600÷2000	4600	580	67	3,8(0÷300°C) 4,8(300÷600°C)	18
87	13	14,0÷14,2	87÷89	1250÷1350	1700÷2100	4500	560	59		
85	15	13,8÷14,0	86÷88	1150÷1250	1800÷2200	3900	540		6	
80	20	13,1÷13,3	83÷86	1050÷1150	2000÷2600 ³⁾	3400	500		4,7(0÷300°C) 6,2(300÷600°C)	
75	25	12,8÷13,0	82÷84	900÷1000	2000÷2800 ³⁾	3200	470		5,0(0÷300°C), 6,7(300÷600°C)	
70	30	12,3÷12,5	80÷82	850÷950	1800÷3000 ³⁾	3000	440			
-	100	8,7		125÷250	700÷1200		180	71	5,1	14

Pozn.: 1) hrubozrnná fáze WC, 2÷4 μm; 2) jemnozrnná fáze WC, 0,5-2,0 μm;
3) výrazně závisí na velikosti zrna a změnách v obsahu uhlíku; 4) střední hodnoty

Obr. 6 Tabulka vlastností WC-Co podle složení [4]

1.2.2.1 Fyzikální Vlastnosti

Měrná hmotnost

Její velikost s narůstajícím obsahem Co klesá a její skutečná velikost je nižší než teoretická z důvodu pórovitosti. Další vliv na tuto vlastnost mají nežádoucí přísady a strukturální složky jako je třeba grafit, který také snižuje velikost měrné hmotnosti. Většinou se zde pohybuje v rozmezí mezi 12,3 až 15,2 g/cm³, takže je poměrně vysoká, což je ovlivněno vysokou měrnou hmotností karbidu wolframu.

Tepelná vodivost

V porovnání s mědí je tepelná vodivost asi třetinová, avšak v porovnání s HSS (rychlořezné oceli) je tepelná vodivost dvakrát až třikrát vyšší. Její hodnota se pohybuje v rozmezí mezi 50 až 105 W/m*K v závislosti na obsahu kobaltu a velikosti zrna, kde s vyšší velikostí zrna roste.

Magnetické vlastnosti

Kobalt je feromagnetická složka, takže svým obsahem výrazně ovlivňuje tuto vlastnost. Díky tomu lze magnetickým sycením měřit obsah kobaltu a eta-fáze. [4]

1.2.2.2 Mechanické Vlastnosti

Tvrdość

Je ovlivněná obsahem kobaltu a velikostí zrna karbidické fáze. Vyšší tvrdość vykazují jemnozrnné SK s nízkým obsahem Co. Tvrdość se pohybuje v rozmezí mezi 780 až 1850 HV, avšak v případě velice jemnozrnné struktury mohou být hodnoty i vyšší. U slinutých karbidů jako nástrojových materiálů je důležité i uchování tvrdości za tepla. Klesání velikosti tvrdości za tepla je výrazně pomalejší u

jemnozrnných materiálů. Velice jemnozrnné materiály si dobrou tvrdost uchovávají i při 800 až 900 °C.

Pevnost v ohybu

Tato vlastnost roste s obsahem pojícího materiálu. Oproti tvrdosti tu však neplatí pravidlo, že s rostoucí či snižující se velikostí zrna se pevnost bude stále snižovat nebo zvyšovat. K tomu dochází pouze v určitých intervalech velikostí, a to v závislosti na obsahu Co. S vyšším obsahem Co dosáhne materiál maxima pevnosti v ohybu u nižší zrnitosti materiálu. Pevnost v ohybu je možné zvýšit pomocí metody HIP. WC-Co dosahuje pevnosti v ohybu v rozmezí mezi 2000 až 4700 MPa.

Pevnost v tlaku

Pevnost v tlaku klesá s rostoucím obsahem pojícího materiálu a s rostoucím zrnem karbidické fáze. WC-Co mají mnohem větší pevnost v tlaku než ostatní technické materiály a dosahují hodnot od 3100 až do 8000 MPa. Svoje vlastnosti si uchovávají až do teploty 800 °C, kde pevnost v tlaku padá pod hranici 3000 MPa.

Modul pružnosti v tahu a smyku

Hodnota klesá s rostoucím obsahem pojícího materiálu. Vyšší hodnoty mají materiály s jemnozrnnou strukturou. Modul pružnosti v tahu je u tohoto karbidu téměř trojnásobný oproti HSS. Modul pružnosti v tahu se pohybuje v rozmezí 440 až 670 GPa a ve smyku 170 až 270 GPa.

Lomová houževnatost

Roste se zvyšujícím se obsahem kobaltu a s rostoucí velikostí zrna. Lomová houževnatost zůstává téměř konstantní až do teploty 700 °C, pak prudce klesá. SK mají nižší lomovou houževnatost než oceli a litiny. Trhliny se šíří převážně po hranicích zrn. S rostoucí velikostí zrna klesá rychlost šíření trhlin. [3] [4]

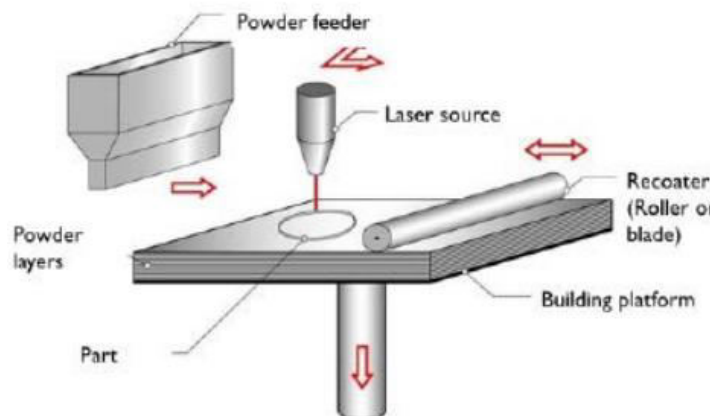
2 Technologie SLM

Jelikož si moderní produkce kovových součástí nevystačí s konvenčními způsoby výroby (obrábění, tváření a odlévání), začíná se rozšiřovat 3D tisk kovů. Základem tohoto procesu je vymodelování CAD modelu, který se rozdělí na vrstvy, po kterých se bude materiál nanášet. Z tohoto rozvrstveného modelu následně probíhá 3D tisk. U této technologie v porovnání s odléváním odpadá tvorba formy, přidávání úkosů a tvorba jader s vtokovou soustavou, což výrazně ušetří čas a finance jinak vynaložené na formovací materiály. Technologie aditivní výroby z práškového materiálu je rozdělena do tří hlavních skupin: powder bed fusion, binder jetting a directed energy deposition.

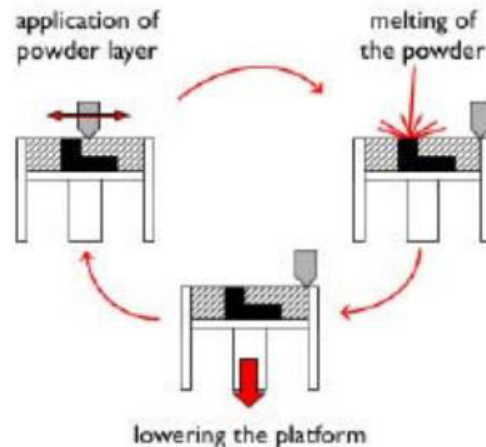
Další podkapitola této práce se zabývá technologií SLM, která patří do skupiny powder bed fusion, technologií aditivní výroby. Důvodem pro její bližší popis je skutečnost, že byla použita k výrobě experimentálních vzorků vyhodnocovaných v rámci experimentální části této práce. [5]

2.1 Princip SLM technologie

Prášek je nejprve pomocí zásobníku a recoateru nanesen v podobě jedné vrstvy na stavěcí desku. Tyto strojní části jsou znázorněny na Obr. 7. Po zhotovení vrstvy, která obvykle má tloušťku v rozmezí mezi 20 až 100 μm , dochází k spékání vrstvy pomocí laseru. K tomuto účelu se používá kontinuální vláknový laser, který předává energii práškové směsi u té dochází k tavení pojiva. Toto zkapalnění Co aktivuje kapilární síly, které následně k sobě vzájemně přibližují WC zrna. V toto stavu je materiál po dobu 0,001 - 0,1 s. Během takto krátké doby však nestihne dojít k řádnému slinovacímu procesu. Po přetavení celé vrstvy sjede stavěcí deska směrem dolů a je opět zahájeno nanášení další vrstvy prášku. Je nutné, aby jednotlivé vrstvy spolu byly propojené, takže je nutná dobrá smáčivost mezi jednotlivými vrstvami. Proces se opakuje, dokud není vytištěna celá součást viz. Obr. 8. [6]



Obr. 7 Schématické znázornění pracovního prostoru SLM tiskárny [6]



Obr. 8 Znáornění procesu SLM technologie [6]

2.2 Použití technologie

Jelikož jsou slinuté karbidy WC-Co v současné době čím dál více využívány (např. k výrobě řezných nástrojů a forem), a to díky svým skvělým vlastnostem (odolnost proti opotřebení, vysoká tvrdost i houževnatost a odolnost proti teplotě a korozi), začínají se zkoumat lepší a efektivnější formy získání výrobků z tohoto materiálu. Obvyklá výroba v podobě lití nebo práškové metalurgie neumožňuje výrobu dostatečně složitých tvarů, které však nabízí aditivní výroba. Díky aditivní výrobě je možné získat geometricky složitější výrobky než předešlé dvě metody. Při lití má vysokou náchylnost k tvoření nežádoucích η fází ($\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$, $\text{Co}_6\text{W}_6\text{C}$) a při práškové metalurgii je velké omezení v tvaru součásti. [8]

2.3 Výhody a nevýhody SLM

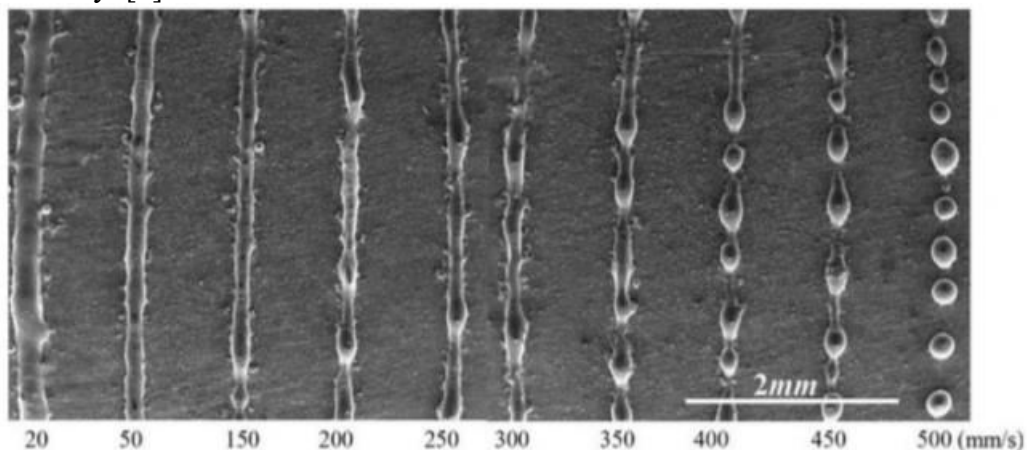
Výhody:

- Možnost výroby tvarově komplexních výrobků z jednoho dílu bez nutnosti následného obrábění, což zároveň umožňuje vyšší využití materiálu, jelikož i přebytečný prášek může být recyklován a znovu využit.
- Stavěcí deska, na které se tiskne výrobek, je z oceli nebo hliníkové slitiny, a to umožňuje rychlý odvod tepla a tím vznik jemnozrnné struktury.
- Jelikož je při tisknutí použita inertní atmosféra, je snížena náchylnost částic prášku k oxidaci. [5]

Nevýhody:

- V určitých případech je nutné použití technologie na snížení pórovitosti (například metodou HIP).
- V některých případech dochází ke snížení obsahu pojícího prvku, což je způsobeno odlišnou teplotou tání pojiva, které se přesune na povrch taveniny a může dojít až k jeho odpaření.
- Tvorba kulových částic (balling efekt). Jedná se o efekt, který vzniká při velké skenovací rychlosti a nízkému výkonu laseru. Je to snaha materiálu dosáhnout optimálního poměru mezi povrchovým napětím a smáčivostí materiálu, což má za následek místo celistvé „cesty“ za laserem vznik přerušované „cesty“ ve tvaru kapek viz. Obr. 9 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..**
- Ve výtiscích se nachází zbytkové napětí, které je způsobeno postupným tuhnutím výtisku a jeho smršťováním. Vzniklé napětí může mít za důsledek vznik trhlin. Trhliny je však možné eliminovat změnou rychlosti tuhnutí.

- Výtisky jsou omezené rozměry tiskárny a mají odlišné vlastnosti v porovnání s odlitky. [5]



Obr. 9 Vliv rychlosti skenu na tvorbu kulových částic [7]

2.4 Požadavky na zpracovávané materiály

Požadavky na zpracovávané materiály se snaží zajistit rovnoměrnou vrstvu prášku a její snadné natavení na stavěcí desce. Klíčové vlastnosti prášků pro aditivní výrobu lze rozdělit do tří hlavních kategorií:

Chemické složení prášku

Tato kategorie ovlivňuje zejména teplotu tání, mechanické vlastnosti, vzájemnou svařitelnost a tepelné vlastnosti.

Distribuce velikosti částic

Velikost částic práškové směsi závisí na používaném zařízení. Velikost částic se z velké většiny používá mezi 10 až 50 μm . V případě použití prášků s nižší velikostí částic by mohlo dojít k nepříznivému ovlivnění tekutosti. Dále dochází k ovlivnění hustoty vrstvy prášku, drsnost povrchu a potřebné energie tisku. Distribuce velikosti částic je udávána v kumulativním rozdělení, kde se vyjadřuje procentní zastoupení částic pod určitou velikostí například D50 25–35 μm udává, že 50 % částic je v daném velikostním rozmezí.

Morfologie prášku

Doporučený tvar prášku je sférický tvar, jelikož je vhodný pro tekutost prášku a napomáhá k vytváření jednotných vrstev. Je nutné se vyvarovat nepravidelným tvarům prášku, například podlouhlým částicím, satelitům, což jsou malá prášková zrna přilepená na povrchu zrn větších dutých částic s uzavřenou nebo otevřenou pórovitostí, jelikož přítomnost velkých pórů nebo pórů se zachyceným plynem negativně ovlivňuje vlastnosti materiálu.

Doplňkové požadavky

Skladování prášku může také výrazně ovlivnit jeho další použitelnost, jelikož v případě nárůstu vlhkosti může dojít k znehodnocení práškové směsi. Během procesu tiskání by došlo k opařování vlhkosti a znehodnocení výrobku například vzniklými plynnými kapsami z odpařené vlhkosti. Proto se doporučuje skladování prášků v ochranné atmosféře. [3] [6]

2.5 Vliv technologie na vlastnosti a strukturu zpracovávaného materiálu

Vlastnosti tištěného materiálu se odvíjí nejen od použití správné práškové směsi, ale i od vhodně nastavené hustoty energie, která se skládá z výkonu laseru, rychlosti skenování, tloušťky vrstvy a rozteče vrstev viz. Obr. 10 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..** V závislosti na těchto parametrech se liší velikost hustoty výrobku. Hustota výrobku je pro aditivní výrobu klíčovým ukazatelem, jelikož s rostoucí hustotou výrobku narůstá i pevnost. Vhodná hustota energie je klíčová pro roztavení zpracovávané vrstvy a jejímu spojení s předchozí vrstvou. V případě nízké hustoty energie by k vzájemnému propojení vrstev nedošlo. Když by byla použita nadměrná hustota energie, může dojít k odpařování materiálu a k s tím spojenému vzniku defektů a snížené hustoty. Vznik trhlin při velké hustotě energie lze eliminovat pomocí přehřátí prášku, které zmírní tepelný šok, a tedy i tendenci vzniku trhlin. [3] [6] [8]

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t}$$

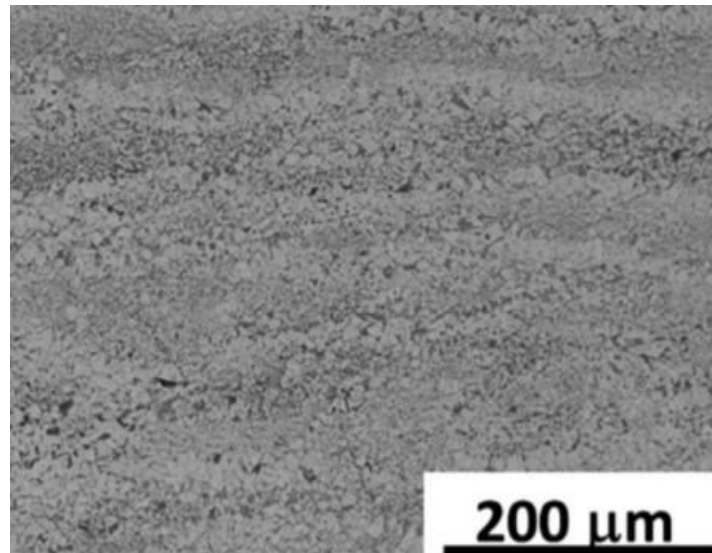
E = energy density
P = power (W)
v = scanning speed (mm/s)
h = hatch spacing (mm)
t = layer thickness (mm)

Obr. 10 Vzorec pro výpočet hustoty energie [6]

Kromě celkové hustoty energie má výrazný vliv na výsledný produkt i skenovací rychlost. Když je použita nízká skenovací rychlost, dochází k tvorbě kulových pórů o velikosti <100 μm, které se tvoří zachyceným plynem z odpařované taveniny. V případě vysoké skenovací rychlosti dochází ke vzniku velkých nepravidelných defektů (> 100 μm), které jsou způsobeny částečným roztavením částic. [3] [6] [8]

2.5.1 Vliv na mikrostrukturu

Během SLM procesu WC-Co prášek ve střední oblasti laserového paprsku absorbuje více energie než prášek po hranách, což způsobuje vysokou středovou teplotu a překročení bodu varu Co. To má za následek odpařování Co, které je následováno rozstříkáním a redukcí Co a následným vytvořením velmi křehké ternární fáze. Vysoká teplota může způsobovat i ztrátu uhlíku, což vede k transformaci na η fázi (Co₃W₃C, Co₆W₆C). Tato fáze má sice vyšší tvrdost, ale způsobuje výrazné zkřehnutí. Jelikož je SLM proces výroby, který vrství materiál dochází k tvorbě vrstvené struktury viz. Obr. 11 (střídání hrubozrnné a jemnozrnné části) způsobené opakovaným zahřátím horní části vrstvy. Mikrostrukturu lze tedy výrazně ovlivnit hustotou energie skenu. S vysokou hustotou vzniká křehká jemnozrnná struktura a s nízkou hustotou vzniká houževnatá hrubozrnná struktura. [8]

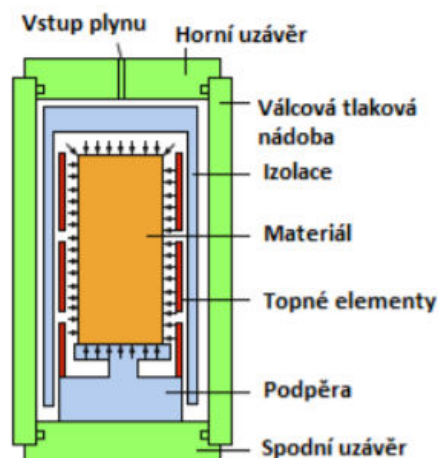


Obr. 11 Příklad vrstvené struktury [8]

3 HIP technologie

3.1 Princip technologie

Proces izostatického lisování za tepla začíná uzavřením tlakové nádoby viz. Obr. 12. Z této nádoby je posléze odstraněn vzduch, který je následně nahrazen používaným plynem. Nejčastěji se pro tuto technologii používá argon, ale ve speciálních případech může být nahrazen jiným plynem nebo směsí plynů. Plnění vzduchem probíhá pomocí kompresoru. Během plnění plynem dochází i ke zvyšování teploty, což napomáhá dalšímu nárustu tlaku plynu (tepelná roztažnost plynu). Po dosažení požadovaného tlaku a teploty následuje výdrž na těchto hodnotách po předem určený čas (může jít o 1 až 6 hodin v závislosti na používané teplotě a tlaku). Teplota procesu se pohybuje kolem 0,8 teploty solidu, pokud není vyžadována přítomnost kapalné fáze. Pro teploty do 1350 °C se používají molybdenové pece a do teploty 2200 °C se používají pece z uhlík-grafit/wolframu. Po výdrži dochází k postupnému snižování teploty a tlaku. Systémy mohou používat technologii rovnoměrného rychlého ochlazování, která cirkulací plynu s nižší teplotou způsobuje výrazně rychlejší ochlazování až o 80 %. Tato technologie rychlého ochlazování se nazývá HIP kalení a kombinuje technologii HIP s tepelným zpracováním. [9] [10]



Obr. 12 Schéma nádoby pro technologii HIP [11]

3.2 Použití technologie

Technologie je využívána k velké škále procesů. Jedním z nich je spojení práškových směsí, kde se prášková směs umístí do plechové formy požadovaného tvaru, která následně přenáší působící tlak i teplotu na směs. U té díky teplotě a tlaku dochází k aktivaci slinovacích procesů a k vytvoření celistvého výrobku s velkou škálou tvarů a přesnými tolerancemi. Z tohoto důvodu v mnohých případech nejsou nutné další úpravy, což výrazně ušetří čas na kusovou výrobu. Z důvodu vyřazení plechové formy je možné před tuto metodu umístit lisování za studena. To zhutní výrobek a ten může být následně izostaticky lisován za tepla bez použití plechové formy.

Dalším použitím této metody je nanášení povlakových vrstev. U tohoto použití metody je vzorek potažen tenkou vrstvou práškového kovu, který po spojení touto metodou vytvoří ochrannou vrstvu konstantní tloušťky. Velkou výhodou povlakování touto metodou je možnost aplikace povlakové vrstvy jen v určitých požadovaných místech.

Izostatické lisování za tepla také umožňuje kvalitní zpracování titanových slitin, které bylo dříve velice obtížné odlít bez výskytu pórů. Dále se tímto zpracováním zlepšují optické i mechanické vlastnosti technického skla nebo se používá k dodatečnému zhutnění implantátů kloubů ve zdravotnictví, kde se odstraněním pórovitosti zlepši mechanické vlastnosti materiálů a jeho leštivost. [9] [10]

3.3 Vliv technologie na vlastnosti a strukturu zpracovávaného materiálu

Touto metodou je možné zpracovávání široké škály materiálů a jsou možné i její různé použití, jak bylo uvedeno v kapitole 3.2. V experimentální části této práce se však pracuje se vzorky vyrobenými z materiálu WC-Co, tudíž se popisovaný vliv této technologie vztahuje převážně na tento materiál.

3.3.1 Vliv tlaku

Pro izostatické lisování za tepla se používají převážně tlaky mezi 100 až 150 MPa. Tlaky se však mohou používat i nižší, například od 5 do 50 MPa. Velikost použitého tlaku ovlivňuje kontakt mezi částicemi a zlepšuje mechanismy zhušťování během slinování, jako je difuze po hranicích zrn, mřížková difuze a viskózní tok. Úroveň použitého tlaku může také způsobit aktivaci plastické deformace. Vlivem použití velkého tlaku spouští vytváření hranic zrn pod vzájemně nižším společným úhlem, což spouští migraci hranice zrna, která se shlukují a vytvářejí tak masivní nárůst zrn. V přítomnosti tekuté fáze může vlivem tlaku docházet k jejímu vytlačování z prostorů mezi zrny WC, a tak k jejich snadnějšímu vzájemnému interagování. [12] [13]

3.3.2 Vliv teploty

Při zpracovávání WC-Co metodou HIP má výše používané teploty vliv na to, zda pojivo v případě tohoto materiálu kobalt bude během procesu v kapalně nebo tuhé fázi. Jelikož má kobalt eutektickou teplotu kolem 1330 °C, je tedy velký rozdíl ve vlastnostech zpracování pod a nad touto teplotou. V případě, kdy je teplota nad eutektickým bodem kobaltu, dochází k účinnějšímu odstraňování pórovitosti, a to zejména u velkých pórů. Tyto velké póry způsobují snižování lomové pevnosti a ohybové pevnosti. Lomová pevnost je v případě teplot nad 1330 °C o 30 až 50 % větší. Kapalná fáze napomáhá mechanismům sekundárního přeskupování a spolu s použitým tlakem přímo vyplňuje póry materiálu. V případě tvrdosti materiálů dochází s rostoucí teplotou k jejímu snižování. Tento efekt souvisí s růstem zrn založeným na Ostwaldově zrání. Ostwaldovo zrání vede k rozpuštění menších pevných zrn, difúzi rozpuštěné látky kapalinou a opětovnému vysrážení pevné látky na velká zrna. Čistým výsledkem je právě výše zmíněný růst zrnitosti. [13] [14]

3.3.3 Vliv ochranné atmosféry

V případě ochranné atmosféry je velice důležitá čistota používaného plynu. V případě znečištění plynu jinými plyny dochází k oduhlíkování a tvorbě eta-karbidů (znečištění O₂, H₂O, CO₂), nebo k nitridaci (znečištění N₂), či k nauhličení povrchové vrstvy (znečištění CO, CH₄). Z tohoto důvodu je požadováno, aby obsah nečistot byl pod 5 mg/kg, kdy je zabráněno výše zmíněným nepříznivým vlivům.

Nejčastěji používanými plyny na ochrannou atmosféru jsou argon a helium. Původně bylo používáno převážně helium, a to kvůli své nižší hustotě a větší tepelné vodivosti. Vyšší tepelná vodivost umožňuje rovnoměrnější rozložení teploty v pracovním prostoru a její lepší regulaci. Vyšší hustota argonu vede k většímu přenosu tepla konvekcí plynů, což může způsobit nerovnoměrné teploty horké zóny a nepravidelný tok tepla izolací. Nicméně argon je nyní plynem převážně používaným jako tlakové médium, a to především z důvodu nákladů. [14] [15]

3.4 Vývoj struktury

Jak již bylo dříve vícekrát zmíněno, zařazením této metody do zpracování výtisků je získávána nižší pórovitost, jejíž snížení narůstá s vyšší teplotou a s přítomností kapalné fáze, kde kapalná fáze nejen napomáhá mechanismům sekundárního přeskupování, ale také díky použití tlaku vyplňuje póry. Tento jev je však účinný pouze v případě vnitřní pórovitosti. Co se týče vnější, tak její odstranění není touto metodou možné.

V případě mikrostruktury zpracováním metodou HIP dochází k nárůstu objemu eta-fáze, která svým nárůstem přispívá k zhutňování výrobku a také dochází k hrubnutí alfa-fáze. Tento vzrůst má na svědomí rozklad WC fáze. [16]

Experimentální program

V rámci experimentální části této bakalářské práce je posuzován vliv HIP technologie na vzorky tištěné SLM procesem. Zkoumán je především vliv velikosti použitého tlaku při této technologii na pórovitost, tvrdost, mikrotvrdost a velikost zrna.

4 Použité vzorky

Pro experimentální část této bakalářské práce byly použity čtyři vzorky stejného složení, ale rozdílného způsobu úpravy. Všechny vzorky byly tištěné metodou selektivního laserového tavení (selective laser melting zkráceně SLM) za stejných podmínek (výkon laseru, skenovací rychlost a atmosféry), ale pouze tři z nich byly následně dále upraveny pomocí metody izostatického lisování za tepla (hot isostatic pressing zkráceně HIP).

4.1 Materiál

Na výrobu vzorků byla použita prášková směs s označením AM WC701. Tato prášková směs se zařazuje mezi směsi s označením WC-12 % Co z jednoduchého důvodu, a to je její obsah kobaltu, který, jak už označení ukazuje, se pohybuje kolem 12 hm. %. Co se týče obsahu uhlíku, tak jeho množství obsažené ve směsi je přibližně 5,4 hm. %. Z Tab. 1 je možné vyčíst výrobcem udávané vlastnosti práškové směsi. Prášek má průměrnou velikost částic 25 μm , dobré tokové vlastnosti a objemovou hustotu 6,25 g/cm^3 . [17] [18]

Tab. 1 Údaje o práškové směsi [17]

AM WC701	
Objemová hustota	4 – 8 g/cm^3
Průtok	< 20 s/50g
D10	10 – 25 μm
D50	20 – 30 μm
D90	> 30 μm

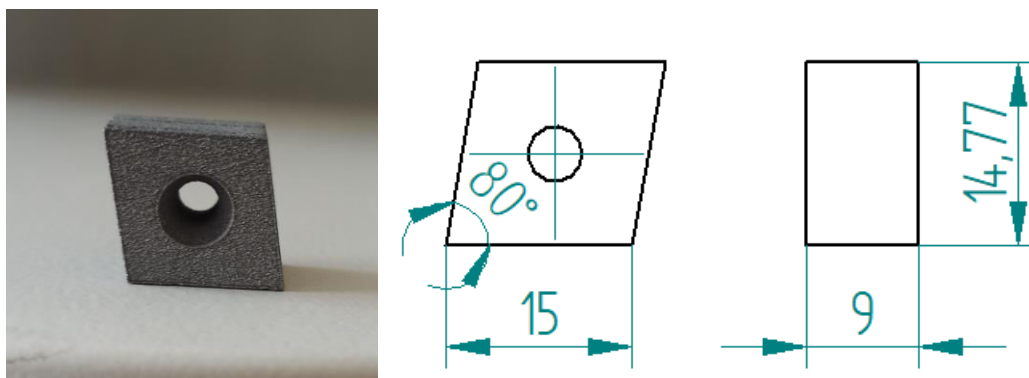
4.2 Proces SLM tištění

Proces SLM tištění probíhal na stroji SLM 280 HL ve spolupráci s TUL Liberec. Byl použit Kontinuální vláknový laser. Jednotlivé údaje o tištění jsou uvedeny v Tab. 2.

Tab. 2 Proces SLM

SLM 280 HL	
Výkon laseru	40 W
Vzdálenost mezi vektory laseru	0,1 mm
Výška vrstvy prášku	0,04 mm
Rychlost skenování	136 mm/s

Materiál byl tímto způsobem tištěn do tvaru podobné břitové destičce viz. Obr. 13 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..** Tento vytištěný vzorek má rozměry 15x15x9

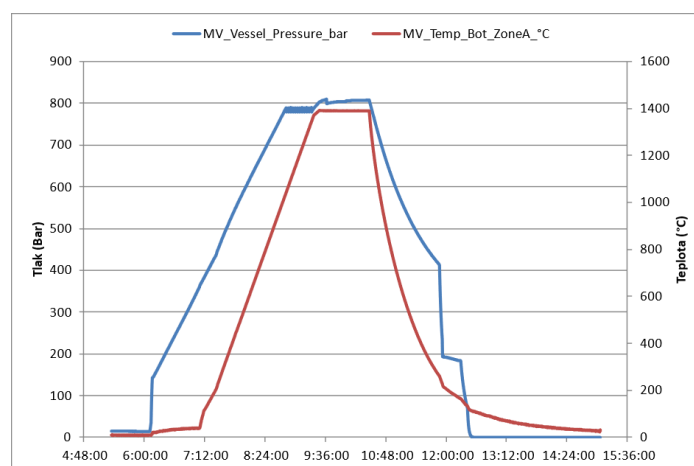


Obr. 13 Vzorek model a hotový vzorek

4.3 HIP zpracování

Narozdíl od předchozí kapitoly u tohoto zpracování nebyly všechny vzorky zpracovávány za stejných podmínek. Jeden ze vzorků touto metodou vůbec zpracován nebyl a zpracování zbylých třech se lišilo ve velikosti tlaku, při kterém izostatické lisování za tepla probíhalo.

Vysokoteplotní izostatické lisování probíhalo na stroji od firmy EPSI ve spolupráci s VŠB Ostrava. Tento stroj pracuje při teplotách až 1500 °C s maximálním tlakem 200 MPa. Pracovní prostor stroje má rozměry 152x300 mm. Ochrannou atmosférou při zpracování byl Argon. [3]



Obr. 14 Ukázka průběhu HIP zpracování – vzorek 80H1

Tab. 3 Způsob Izostatického lisování za tepla

Vzorek	Velikost tlaku	Teplota	Výdrž
M2	X	X	X
40H1	40 MPa	1390 °C	60 min
80H1	80 MPa	1390 °C	60 min
120H1	120 MPa	1390 °C	60 min

Z výše uvedených informací lze vyčíst, že proces probíhal při teplotě 1390 °C, tedy nad eutektickou teplotou. Po dosažení této teploty následovala výdrž na této teplotě, která byla rovněž shodná u všech upravovaných vzorků, a to po 60 minut, která je pro tuto velikost teploty a tlaků doporučována.

5 Metalografický výbrus

Z důvodu snazší manipulace bylo nutné vzorek upravit do podoby puku. K tomuto účelu byl použit stroj CitoPress-15 od firmy Struers. Tímto strojem byl vzorek zalisován za tepla do materiálu PolyFast. Lisování se provádělo za teploty 180 °C a tlaku 25 MPa po dobu 10 minut. S takto upraveným vzorkem bylo možné přejít na jeho broušení.

Broušení a leštění probíhalo v poloautomatické univerzální brusce Tegramin 20 od firmy Struers. Během brusného procesu byly použité brusné kotouče MD-Piano s označením 200, 500, 1200 a 2000. Vzorky byly v případě broušení první a druhé vrstvy (dále označovány jako 1. a 2. výbrus) přitlačovány konstantní silou 150 N, tuto sílu bylo posléze z důvodu nedokonalého výbrusu snížit na 40 N. Rychlost otáčení kotouče byla 150 ot/min a na každém kotouči byly broušeny po dobu 5 minut. Leštění probíhalo na téže stroji s lešticími kotouči MD-Mol a emulzí DiaPro Mol. Přitlačná síla byla v tomto případě 10 N a otáčky byly použity stejné jako u broušení, ale proces trval 7 minut.

Takto připravený výbrus byl nejdříve použit na měření pórovitosti a tvrdosti materiálu a následně byl leptán. Leptání probíhalo v leptadle s obchodním názvem Murakami (skládá se z 10 g hydroxidu draselného KOH, 10 g ferrikyanidu draselného $K_3[Fe(CN)_6]$ a 100 ml destilované vody H_2O).

6 Měření pórovitosti

6.1 Pórovitost u slinutých karbidů

Jelikož pórovitost slinutých karbidů negativně ovlivňuje mechanické vlastnosti, je cílem jí co nejvíce eliminovat. Pórovitost může být způsobena nedokonalým zhutněním materiálu, zbytkovou vlhkostí práškové směsi a parametry SLM tištění. K jejímu snížení by mělo výrazně přispět upravení materiálu metodou HIP. Cílem této části je zjistit vliv velikosti tlaku u této metody na pórovitost.

6.2 Postup měření

U každého vzorku byly postupně analyzovány čtyři výbrusy. Cílem bylo zachytit to, jakým způsobem se vyvíjí pórovitost vzorků od jejich hrany do jejich objemu (středu). Důvodem pro tento krok byla skutečnost, že z boku výtisku zůstávají zachyceny částice prášku, které mohou být chybně interpretovány jako pórovitost, pokud je výbrus prováděn od hrany výtisku. Metalografické snímky pro tuto analýzu byly pořízeny pomocí invertovaného světelného mikroskopu Zeiss Vert.A1, v režimu světlého pole, s použitím 2,5 x objektivu a následně vyhodnoceny s použitím softwaru NIS Elements.

Měření probíhalo ve více vrstvách z důvodu zachycení více relevantních výsledků. Jelikož vrchní vrstva vzorku nemusí mít z důvodu SLM tištění a následného upravování metodou HIP stejné vlastnosti jako vrstvy víc vzdálené od povrchu. Jelikož během SLM tištění dochází vždy k natavení nanesené vrchní vrstvy materiálu pomocí laseru, jsou průstupem tepla nepřímo zahřívány i vrstvy pod tou právě natavovanou. Z důvodu tohoto nepřímého nahřívání dochází k pozměnění struktury nepřímo nahřívané vrstvy. Kvůli tomuto jevu bylo nutné zhotovení více výbrusů, jelikož se mohla pórovitost vrchní vrstvy značně lišit od ostatních vrstev.

Obrazová analýza neboli segmentace obrazu dělí obrazové pole do více fází a následně vymezení objekty, které jsou určeny k dalšímu zpracování. Segmentace se může provádět právě prahováním, jako tomu bylo v této práci. Prahování probíhá tak, že se vybere určitý interval intenzit nebo barevných odstínů. Program následně vybere pixely s intenzitou v daném intervalu. Vybrané objekty jde dále transformovat do tvaru, jenž nejlépe sedí ke skutečnosti. V případě tohoto experimentu bylo použito prahování podle intenzity. Nejprve byla fotografie

převedena do černobílého stavu, ve kterém byly pro systém nejnadhěji identifikovatelné póry materiálu, pak bylo nastaveno rozmezí intenzity tak, aby se vybraná plocha shodovala s tvarem i velikostí pórů.

6.3 Vlastní měření

K rozboru pórovitosti materiálu byly využity dvě různé veličiny. První veličinou je plocha pórovitosti materiálu. Ta veličina, která byla získána již dříve uvedenou metodou prahování, nám popisuje procento nafocené plochy, jenž je tvořena póry. Druhá zde uvedená veličina je maximální průmět póru, která vyjadřuje maximální vzdálenost dvou bodů v rámci nasnímaného objektu (póru).

6.3.1 Plocha pórovitosti

Jak bylo již výše uvedeno, plocha pórovitosti udává procentní zastoupení pórů v materiálu, v tomto případě procento zastoupení pórů na fotce nenaleptaného metalografického výbrusu. Na prvotním výbrusu bylo pořízeno deset fotek pomocí dříve uvedeného světelného mikroskopu. U dalších výbrusů bylo nafoceno pouze sedm fotek, jelikož tento počet fotek byl dostačující na zachycení celého výbrusu materiálu.

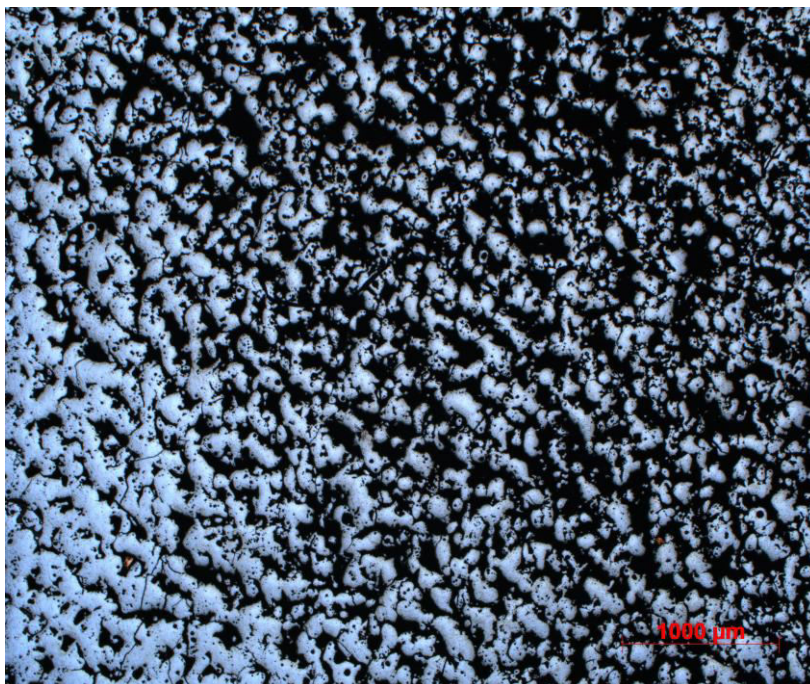
Tab. 4 Pórovitost 1. Výbrus

Vzorek [%]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	8. Fotka	9. Fotka	10. Fotka	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	28,2	29,9	29,4	28,2	30,4	27,2	30,1	30,1	29,0	27,3	28,98	1,19
40H1	35,3	27,1	26,9	19,4	22,2	16,4	27,7	29,5	31,1	23,7	25,93	5,63
80H1	22,4	14,5	14,9	25,1	24,9	32,4	19,1	11,1	19,1	22,8	20,63	6,24
120H1	33,2	39,1	39,3	22,9	14,0	31,7	43,4	44,0	38,3	31,3	33,72	9,41

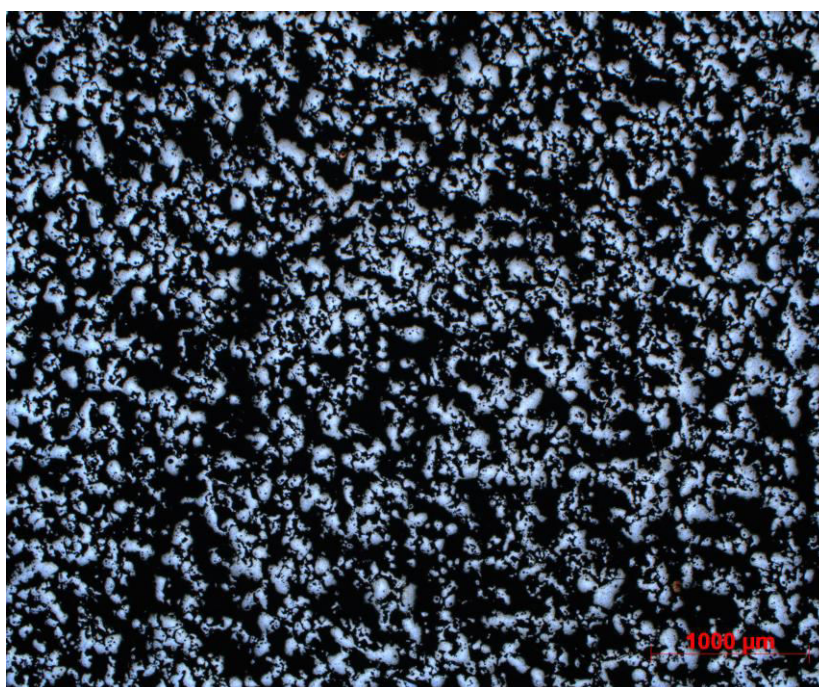
Jak lze vyčíst z Tab. 4 jsou u tohoto výbrusu v rámci jednotlivých vzorků veliké rozdíly v pórovitosti. Jako příklad si můžeme vzít vzorek 120H1, který má nejvyšší směrodatnou odchylku, a tudíž i nejvyšší rozptyl výsledků u jednotlivých fotek.

Při bližším zaměření se na jednotlivé extrémy u tohoto vzorku je možné vidět na Obr. 15 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, že 14 % pórovitost je zde způsobena deformací rohu na broušeném povrchu. Tímto rozbroušením rohu došlo k prudkému úbytku procentuální pórovitosti a nelze tudíž tento výsledek použít. Tato rozbroušená plocha bude nejspíše způsobena vylomenými částicemi materiálu, které se následně usadily v jednotlivých pórech materiálu a byly následným broušením zatlačeny hlouběji do pórů a pak rozbroušeny.

Opačným extrémem zobrazuje Obr. 16 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, který má pórovitost 44 %. Tento extrém je nejspíše způsoben dříve uvedeným vylamováním materiálu během broušení.



Obr. 15 Vzorek 120H1 1.Výbrus



Obr. 16 Vzorek 120H1 1.Výbrus

Tab. 5 Pórovitost 2.Výbrus

Vzorek [%]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	14,4	15,5	16,2	14,7	30,2	23,2	17,2	18,77	5,86
40H1	22,5	28,8	29,5	30,8	30,0	31,0	27,7	28,61	2,93
80H1	15,1	21,4	18,4	17,0	16,9	17,1	16,3	17,46	2,00
120H1	28,0	21,7	17,1	15,9	16	21,8	32,0	21,79	6,23

U 2. výbrusu si můžeme v Tab. 5 všimnout velmi nízké pórovitosti u vzorku M2, což je vzhledem k tomu, že jako jediný nebyl upravován pomocí izostatického lisování za tepla, velmi neočekávané. Při bližším rozboru **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.** můžeme vidět

podobný jev jako u Obr. 15 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.** Zde je akorát zabroušený materiál v celém zachyceném povrchu a ne pouze na stranách vzorku jako tomu bylo v předešlém případě.

Dále můžeme v Tab. 5 znovu vidět, že směrodatná odchylka u vzorku 120H1 přesahuje hranici 6 %, což je vzhledem k průměrné pórovitosti 21,79 % příliš velká hodnota.



Obr. 17 Vzorek M2 2.Výbrus

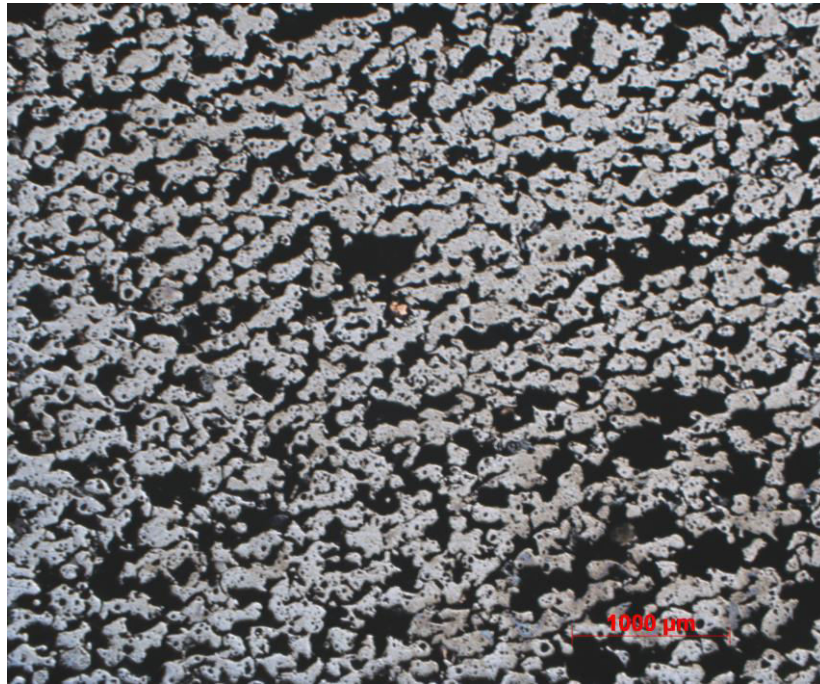
Tab. 6 Pórovitost 3.Výbrus

Vzorek [%]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	30,6	27,3	24,7	26,3	25,3	29,7	24,7	26,94	2,39
40H1	23,9	22,9	24,5	25,0	24,3	23,9	24,4	24,13	0,66
80H1	22,9	21,3	22,7	22,9	22,3	22,9	22,3	22,71	0,58
120H1	20,1	18,6	19,2	19,4	18,3	20,3	19,8	19,38	0,75

Veličiny jednotlivých vzorků naměřené u 3.výbrusu, které jsou uvedené v Tab. 6 mezi sebou mají oproti předešlým výbrusům mnohem menší směrodatné odchylky, kde pouze v případě vzorku M2 překračují hranici 1 %. Vzhledem k této skutečnosti a tomu, že na jednotlivých fotkách vzorků nejsou dříve uvedené deformace, lze tyto hodnoty brát za směrodatnější, než jak tomu je v případě prvního a druhého výbrusu.

Z Tab. 6 lze vyčíst, že u vzorků upravovaných HIP procesem ani v jednom případě nepřekročila pórovitost hranici 25 %, kdežto u pouze tištěného vzorku M2 se v případě první fotky hodnota pórovitosti přehoupla přes 30 %.

Kromě tohoto je možné vidět klesající tendenci procenta pórovitosti se zvyšujícím se použitým tlakem při HIP zpracování.



Obr. 18 Vzorek M2 3. Výbrus

Na Obr. 18 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.** je 1. fotka 3. výbrusu vzorku M2. Se svými 30,6 % má tato fotka nejvyšší pórovitost z celé Tab. 6. Je zde možné sledovat velikost jednotlivých pórů, které v porovnání s Obr. 19 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, jenž zachycuje fotku naopak s nejnižší pórovitostí z Tab. 6, jsou nekolikanásobně větších rozměrů. Z tohoto důvodu je na těchto fotkách možné sledovat vliv HIP procesu právě na velikost pórovitosti i na její četnost.

Na těchto obrázcích je možné dále sledovat vliv HIP procesu na celkovou strukturu tištěného vzorku. Jelikož i přes úpravu metodou HIP je možné sledovat, že materiál je stále orientovaný ve směru, ve kterém probíhalo SLM tištění. Z tohoto poznatku lze usuzovat, že tato metoda nemá na tento faktor přílišný vliv.

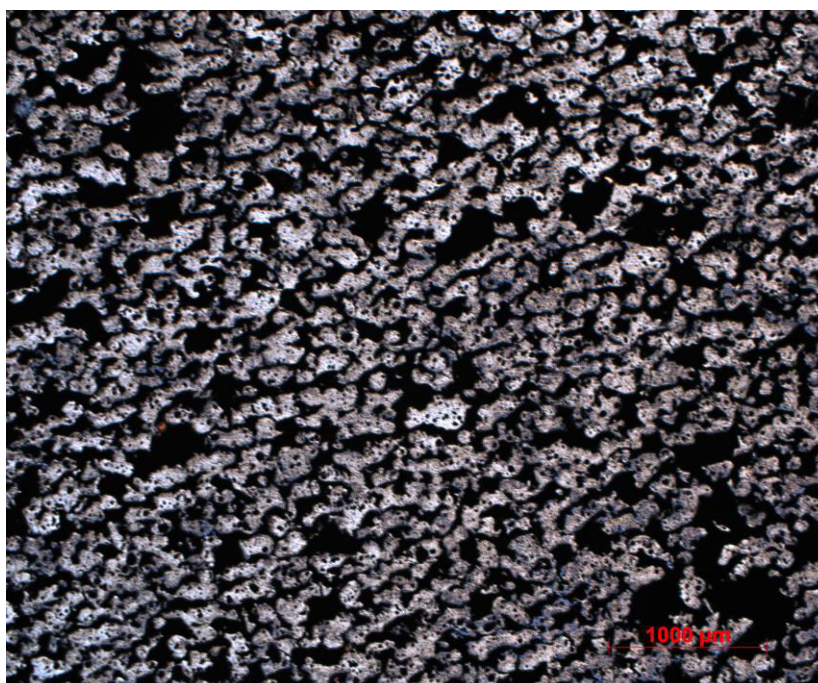


Obr. 19 Vzorek 120H1 3.Výbrus

Tab. 7 Pórovitost 4.Výbrus

Vzorek [%]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	29,0	28,6	31,9	31,1	30,3	29,3	30,0	30,03	1,18
40H1	20,8	21,7	20,6	22,3	22,7	24,7	24,0	22,40	1,54
80H1	22,1	21,1	20,8	20,8	21,4	20,2	21,7	21,16	0,63
120H1	19,5	20,7	19,9	17,4	18,9	18,0	20,0	19,20	1,17

U čtvrtého výbrusu je z Tab. 7 znatelný ještě větší rozdíl mezi pórovitostí pouze tištěného vzorku oproti vzorkům izostaticky lisovaným za tepla. Na Obr. 20 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.** zachycující nejvyšší naměřenou pórovitost vzorku M2 (31,9 %) jsou znatelné velké póry nepravidelného tvaru, které se naopak u Obr. 21 nevyskytují. Největšími póry tohoto snímku jsou pouze póry výrazně pravidelnějšího neboli kulovějšího tvaru, které jsou nejspíše způsobeny vypařujícími se plyny.



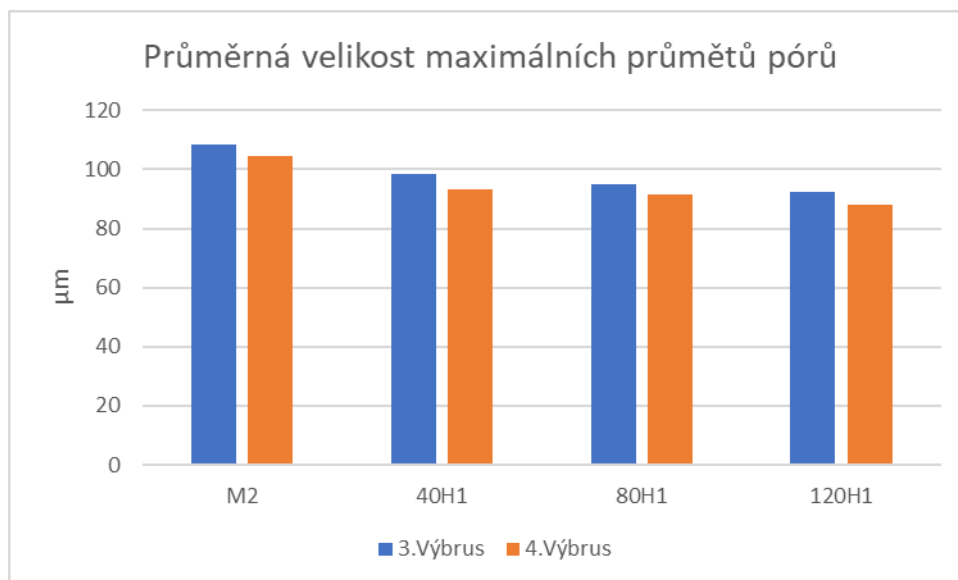
Obr. 20 Vzorek M2 4.Výbrus



Obr. 21 Vzorek 120H1 4.Výbrus

6.3.2 Velikost pórů

Vedle procentuálního obsahu pórů v měřené ploše se z prahování snímků vzorků získaly také informace o velikosti pórů. Údaje uvedené v tabulkách níže jsou dvojího typu. První nazvané průměrný rozměr vyjadřují celkovou průměrnou velikost všech měřených pórů na jednotlivých snímcích. Druhým údajem uváděným v tabulkách jsou největší rozměry pórů. Tento největší rozměr vyjadřuje rozměr průmětu největšího póru na snímku. Všechny údaje jsou rozměry nazvané maximální průměty. Maximální průměty jsou vlastně údaje o největší vzdálenosti dvou bodů v rámci jednoho póru. Velikost těchto průmětů se pohybovala v rozmezí od desítek do stovek μm .



Obr. 22 Průměrná velikost maximálních průmětů pórů

Tab. 8 Hodnoty maximálních průmětů porů 3. Výbrus

Vzorek	μm	1.Fotka	2.Fotka	3.Fotka	4.Fotka	5.Fotka	6.Fotka	7.Fotka
M2	Průměrný rozměr	111,05	106,10	106,92	108,78	105,99	113,09	106,06
	Střední odchylka	84,40	77,21	75,61	82,03	77,92	87,00	75,26
	Největší rozměr	642,44	512,98	747,82	722,28	820,74	726,63	564,93
40H1	Průměrný rozměr	97,44	93,10	100,92	100,80	96,52	99,85	101,04
	Střední odchylka	65,53	62,67	62,69	63,17	63,57	63,73	63,03
	Největší rozměr	601,59	439,80	432,19	383,57	411,52	432,55	397,98
80H1	Průměrný rozměr	94,65	94,43	96,32	94,11	92,39	95,47	96,22
	Střední odchylka	59,88	60,46	65,01	66,19	61,38	61,89	60,20
	Největší rozměr	479,43	446,49	512,70	482,34	502,63	555,93	391,03
120H1	Průměrný rozměr	92,52	91,08	91,51	91,47	90,28	94,04	95,31
	Střední odchylka	64,08	60,77	59,69	60,50	57,26	61,81	62,02
	Největší rozměr	691,91	442,80	380,80	568,83	397,24	518,75	434,44

Tab. 9 Hodnoty maximálních průmětů porů 4. Výbrus

Vzorek	μm	1.Fotka	2.Fotka	3.Fotka	4.Fotka	5.Fotka	6.Fotka	7.Fotka
M2	Průměrný rozměr	101,08	108,80	103,43	104,75	102,38	103,37	106,87
	Střední odchylka	81,44	87,66	83,99	86,51	78,60	78,28	84,94
	Největší rozměr	721,07	1117,11	920,86	971,09	829,80	729,51	1064,85
40H1	Průměrný rozměr	95,12	94,80	91,18	90,40	92,32	93,86	94,92
	Střední odchylka	59,03	61,36	58,18	58,73	58,62	62,26	62,07
	Největší rozměr	354,93	401,48	431,57	333,68	333,44	463,72	493,12
80H1	Průměrný rozměr	90,20	91,17	92,22	87,83	94,24	90,85	93,70
	Střední odchylka	61,31	60,11	60,77	58,34	59,38	55,45	57,07
	Největší rozměr	512,26	564,18	422,49	454,33	394,58	403,59	367,44

120H1	Průměrný rozměr	89,51	92,10	89,21	82,69	86,63	85,06	90,86
	Střední odchylka	57,01	61,63	60,39	56,42	57,20	56,26	58,43
	Největší rozměr	357,11	465,59	467,48	540,89	479,77	420,47	491,01

Nejprve je nutné poznamenat, že v rámci získaných údajů o velikosti maximálních průmětů jednotlivých pórů byly získány, vedle údajů o největším rozměru a celkovém průměrném rozměru póru, i údaje o rozměru nejmenších pórů, avšak tyto veličiny se v rámci jednotlivých snímků a v rámci jednotlivých vzorků příliš neliší, vždycky se tyto rozměry pohybovaly v rozmezí od 8 μm do 13 μm. Nebyly tudíž závislé na použitém tlaku u procesu HIP. Toto je možné připisovat zvětšení, ve kterém byly snímky pořízeny, jelikož byly snímky pořízeny při použití zvětšovacího objektivu 2,5x. V případě použití většího zvětšení by bylo možné lépe změřit i velikost pórů menších, ale nebylo by snadné zachycení velkých pórů.

V případě průměrných hodnot velikostí průmětů jednotlivých pórů uvedených v Tab. 8 a Tab. 9 je možné rozpoznat klesající tendenci se zvyšujícím se použitým tlakem u metody HIP. Rozdíl v tomto údaji, který je možné vidět na grafu na Obr. 22, je mezi vzorkem M2 a vzorkem 40H1 je 10 μm, a to v rámci obou řešených výbrusů. Klesající tendence průměrné velikosti pórů je velice podobná s procentuální pórovitostí vzorků. Jako u procentuální pórovitosti je velikost pórů menší, čím větší byl použit tlak.

Podobně jako u průměrného rozměru pórů je v tabulkách výše možné vidět i údaje o zaznamenaných největších pórech v rámci každého snímku. U těchto velikostí je velice výrazný rozdíl mezi pouze tištěným vzorkem a vzorkem zpracovaným HIP metodou. Jelikož největší naměřený pór u vzorku M2 je velký 1171,11 μm a u ostatních vzorků tato hodnota zřídka překračuje hodnotu 600 μm.

Snížení jak maximální velikosti póru, tak snížení průměrné velikosti póru je jako u procentuální pórovitosti způsobeno plastickou deformací způsobené použitým tlakem a difuzí probíhající z důvodu zvýšené teploty.

7 Měření mikrotvrdomosti

7.1 Úvod

K měření mikrotvrdomosti byla použita zkouška podle Vickerse. Tuto zkoušku popisuje evropská norma ČSN EN ISO 6507-1. Indentorem je čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem stěn 136°. Tento jehlan je usazen do objektivu. Je nutno poznamenat, že naměřené mikrotvrdomosti jsou vždy větší než makrotvrdomosti, jelikož je zde mnohem výraznější podíl elastické deformace po odlehčení.

Výsledná hodnota tvrdosti se určí pomocí vzniklých uhlopříček vtisku. Z těchto dvou uhlopříček se vypočítá velikost průměrné uhlopříčky a ta se dosadí do následujícího vztahu:

$$HV = 0,189 \frac{F}{u^2}$$

F – zátěžná síla [N], u – průměrná hodnota uhlopříčky [mm]

Měření mikrotvrdomosti bylo provedeno na plno automatickém tvrdoměru DuraScan 50 G5 od společnosti EmcoTest v programu jménem Ecos Workflow

7.2 Postup měření

Nejprve bylo nutné vzorky upnout do již dříve uvedeného tvrdoměru. K tomuto účelu bylo využito šestimístního upínacího stojánu. Následně bylo v ovládacím programu zadefinované místo, kde se jednotlivé vzorky nacházejí a jaké se na nich bude provádět měření. Následně bylo nutné vybrat vhodné body, ve kterých bude měření probíhat. Tento výběr probíhal pomocí zvětšovacího objektivu se zvětšením o velikosti 50x.

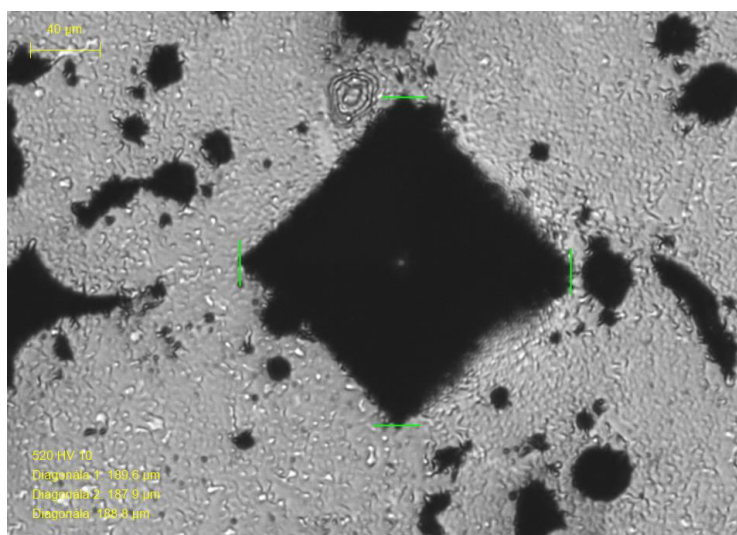
Samotné měření bylo rozděleno do tří fází. V první fázi se měřila tvrdost nenaleptaného materiálu. V tomto měření bylo cílem získání tvrdosti HV10. Měření HV10 bylo velice problematické z důvodu pórovitosti materiálu. U vzorku M2 bylo obtížné natolik, že bylo nemožné zde tuto tvrdost naměřit. Ve druhé a třetí fázi se měřila tvrdost HV0,1. Měření probíhala po naleptání materiálu. V tomto stavu bylo možné rozlišit hrubozrnnou a jemnozrnnou oblast a provést tak naměření tvrdosti u těchto oblastí a zjištění vlivu HIP procesu na tvrdost těchto struktur.

7.3 Vlastní měření

Jak již bylo v předchozí kapitole zmíněno byly provedeny tři druhy měření. Nejprve se zde zaměříme na první, tedy měření HV10, které bylo provedeno, aby bylo možné porovnat vliv zhutnění HIP metodou za rozdílného tlaku na výslednou tvrdost materiálu. Jak je možné vidět na tabulce níže, na každém materiálu bylo provedeno pět vtisků, které byly pak vzájemně porovnávány.

Tab. 10 Mikrotvrdot HV10

Vzorek	1.Vtisk	2.Vtisk	3.Vtisk	4.Vtisk	5.Vtisk	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	x	x	x	x	x	x	x
40H1	295	420	334	407	362	363,6	51,6
80H1	520	310	375	491	381	415,4	87,4
120H1	373	404	329	433	573	422,4	92,6



Obr. 23 Vtisk na měření mikrotvrdoti HV10 u vzorku 80H1

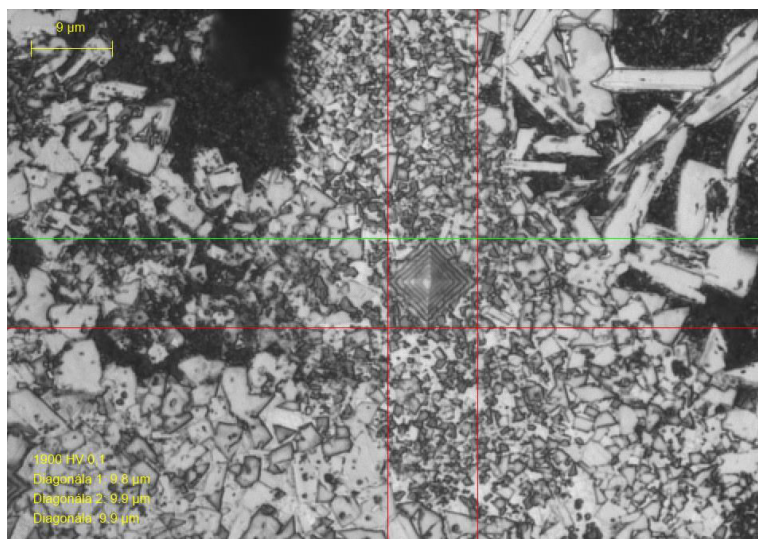
Jak můžeme z Tab. 10 vypočítat největší naměřená tvrdost byla na vzorku 120H1, tedy na vzorku s nejvyšším použitým tlakem. Tento vzorek měl i nejvyšší průměrnou tvrdost ze všech zkoušených vzorků, což by bylo možné připisovat nejvyššímu teoretickému zhutnění a plastické deformaci vzniklé vlivem HIP procesu. Toto zhutnění by mělo mít za následek

zmenšení pórovitosti a s tím i této tvrdosti, jelikož je pak nižší pravděpodobnost ovlivnění výsledku pórem.

V Tab. 10 chybí údaje o tvrdosti HV10 u vzorku M2, to je způsobeno jeho příliš velkou pórovitostí. Mikrotvrdoměr sice vyrobí na vzorku vtisk, ale ten již není možné změřit metodou jako je tomu na Obr. 23 výše. Důvodem k tomu je, že hrany vtisku zmizí v póru a není možné je rozeznat, tudíž ani není možné změřit uhlopříčky a vypočítat tvrdost. Možností jak tvrdost, která by nebyla ovlivněna čistě jemnozrnnou nebo hrubozrnnou strukturou, získat je použití jiného měření HV, které by zanechalo větší vtisk, jenž by snad bylo později možné přeměřit, a nebo použít zcela jinou metodu měření tvrdosti.

Tab. 11 Mikrotvrdost HV0,1 jemnozrnná struktura

Vzorek	1.Vtisk	2.Vtisk	3.Vtisk	4.Vtisk	5.Vtisk	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	1900	1803	2043	1988	1900	1926,8	92,2
40H1	1900	1713	1742	1603	1835	1758,6	114,5
80H1	1727	1787	1819	1757	1698	1759,6	46,3
120H1	1742	1803	1742	1803	1616	1741,2	76,3



Obr. 24 Vtisk na měření mikrotvrdosti HV0,1 jemnozrnné struktury u vzorku M2

Jelikož by během měření mikrotvrdosti HV0,1 v nenaleptaném stavu došlo k získání hodnot výrazně ovlivněných typem struktury, na které by bylo měření použito, bylo nutné vzorek před měřením nejprve naleptat. V tomto stavu lze již rozeznat jednotlivé hrubozrnné a jemnozrnné struktury, a tudíž provést měření na každé této struktuře zvlášť.

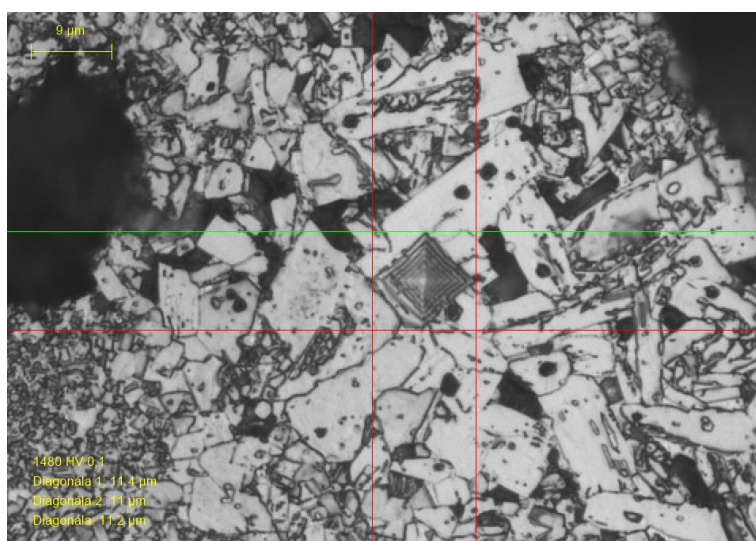
V závislosti na získaných údajích uvedených v Tab. 11 je možné dojít k závěru, že vzorek s nejvyšší tvrdostí jemnozrnné struktury je vzorek neupravený metodou HIP. Tento výsledek je způsoben nárůstem velikosti zrn v jemnozrnné struktuře. To je důsledkem právě působícího tlaku používaného při této úpravě. Působením tlaku a zároveň teploty zde dochází k opětovnému zahájení procesu slinování, kde pomocí Oswaldova zrání, což znamená rozpouštění malých zrn, která se precipitují na zrna větší.

Tab. 12 Mikrotvrdotost HV0,1 hrubozrnná struktura

Vzorek	1.Vtisk	2.Vtisk	3.Vtisk	4.Vtisk	5.Vtisk	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	1742	1457	1423	1434	1468	1504,8	133,8
40H1	1515	1480	1434	1503	1503	1487,0	32,2
80H1	1370	1434	1423	1339	1339	1381,0	45,3
120H1	1272	1350	1360	1350	1434	1353,2	57,4

V případě hrubozrnné struktury jsou naměřené hodnoty tvrdosti nižší než jaké jsou u jemnozrnné oblasti, jelikož má jemnozrnná struktura více krystalografických rozhraní, které lépe odolávají vnikání cizích těles.

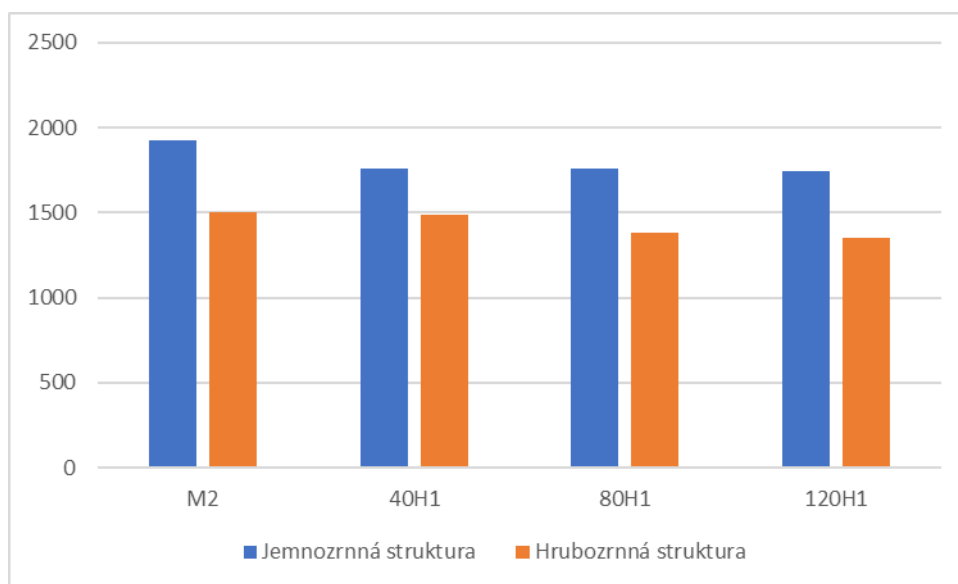
Kromě snižující se tvrdosti v případě hrubozrnné struktury můžeme opět sledovat klesání tvrdosti s rostoucím použitým tlakem při izostatickém lisování za tepla. Toto klesání tvrdosti je opět způsobeno nárůstem velikosti zrna vlivem tlaku a teploty.



Obr. 25 Vtisk na měření mikrotvrdotosti HV0,1 hrubozrnné struktury u vzorku 40H1

Z grafu na Obr. 26 je možné vyčíst změnu tvrdostí v rámci jednotlivých vzorků a zároveň porovnat rozdíly v mikrotvrdotostech mezi vzorky. Lze zde zjistit klesající tvrdost jemnozrnné struktury se zvyšujícím se tlakem u HIP procesu a stejný jev je na grafu zachycen i v případě hrubozrnné struktury. Jak již bylo dříve zmíněno, tato klesající tendence je dána zvyšující se velikostí zrna během procesu HIP, který svým tlakem a teplotou aktivuje slinovací proces, během kterého dochází k Oswaldovu zrání a difuzi.

Dále je na grafu zobrazená i rozdílná tvrdost hrubozrnné a jemnozrnné oblasti, což je (jak je výše uvedeno) způsobeno více krystalografickým rozhraním u jemnozrnné struktury. Přejít přes více těchto rozhraní způsobuje obtížnější vnikání tělesa do vzorku, proto jsou hodnoty naměřené u jemnozrnné struktury výrazně vyšší. Tento jev popisuje Hall-Petchův vztah, který popisuje rostoucí pevnost s klesající velikostí zrna



Obr. 26 Graf rozdílů v mikrotvrdości jemnozrné a hrubozrné struktury u vzorků

8 Měření zrna

8.1 Úvod

V této kapitole je sledována změna velikosti zrna vzhledem k použitému tlaku během HIP procesu. To je sledováno na naleptaném vzorku. Na každém vzorku bylo vyhodnoceno osm fotek. Tyto fotky byly pořízeny na 2. a 3. výbrusu. K pořízení těchto fotek byl použit invertovaný světelný mikroskop Zeiss Vert.A1 Axio se zvětšovacími objektivy 100x. Na každé fotce bylo ručně změřeno 60 zrn z toho 30 z hrubozrné struktury a 30 ze struktury jemnozrné. Toto měření probíhalo v programu Axiovision SE64. Zrna byla měřena ve dvou na sebe kolmých směrech a velikosti jsou udávány v μm .

8.2 Vlastní měření

Tab. 13 Měření zrna průměrná velikost zrn

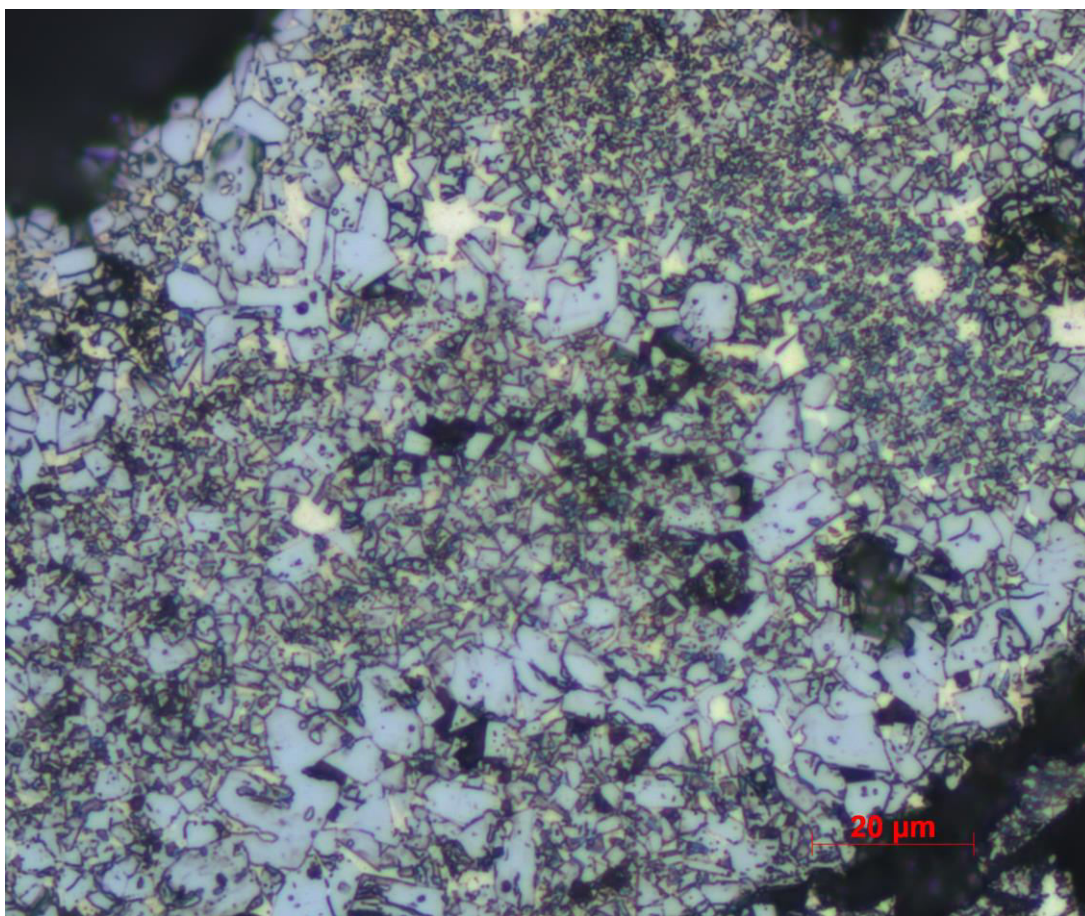
Vzorek [μm]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	8. Fotka	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	26,20	23,60	33,05	35,29	19,10	32,62	18,38	44,40	29,08	8,90
40H1	64,61	23,47	43,57	49,03	46,69	39,43	36,88	32,02	41,96	12,31
80H1	26,68	47,39	27,42	58,02	55,43	57,31	54,91	38,01	45,65	13,22
120H1	34,79	47,65	23,66	40,70	35,99	37,28	44,01	64,75	41,10	11,93

Tab. 13 zobrazuje celkovou průměrnou hodnotu velikosti všech změřených zrn, a to bez ohledu na to, zda se jednalo o zrna z hrubozrné či jemnozrné struktury. Z uvedených hodnot lze vyčíst, že nejmenší průměrnou velikost zrn byla naměřena u vzorku pouze tištěného SLM metodou.

Tab. 14 Měření zrna jemnozrná struktura

Vzorek [μm]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	8. Fotka	Průměrná hodnota	Směrodatná odchylka
M2	0,89	1,00	0,84	0,86	0,76	0,65	0,76	1,69	0,93	0,32
40H1	1,03	0,90	0,80	0,78	0,71	0,67	0,72	0,98	0,82	0,13
80H1	0,68	0,92	0,63	1,80	1,56	1,38	1,18	1,12	1,16	0,41
120H1	0,82	0,83	0,99	0,97	0,96	0,66	0,54	0,54	0,79	0,19

Velikosti zrn v jemnozrnné struktuře u WC-Co jsou většinou velice malé a velikostně se pohybují pod 1 μm . To se nám při pohledu na Tab. 14 podařilo potvrdit, avšak jak bylo již v Měření mikrotvrdomosti zmíněno, měla by velikost zrn jemnozrnné struktury vzrůstat spolu se zvyšujícím se tlakem u metody HIP. Tento jev se však ve výsledcích v Tab. 14 nepodařilo zachytit. To může být způsobeno příliš malým zvětšením nebo nízkou kvalitou pořízených fotografií, na kterých pak nebylo možné s dostatečnou přesností změřit velikosti tak malých zrn, či nevhodně zvolenou metodou měření. Obtížnost naměření velikosti zrn je možné vidět na Obr. 27 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, kde i přes nejvyšší možné použité zvětšení, které používaný mikroskop nabízí, jsou zrna jemnozrnné struktury velice drobná se špatně rozeznatelnými okraji.



Obr. 27 Vzorek 120H1 ukázka jemnozrnné struktury

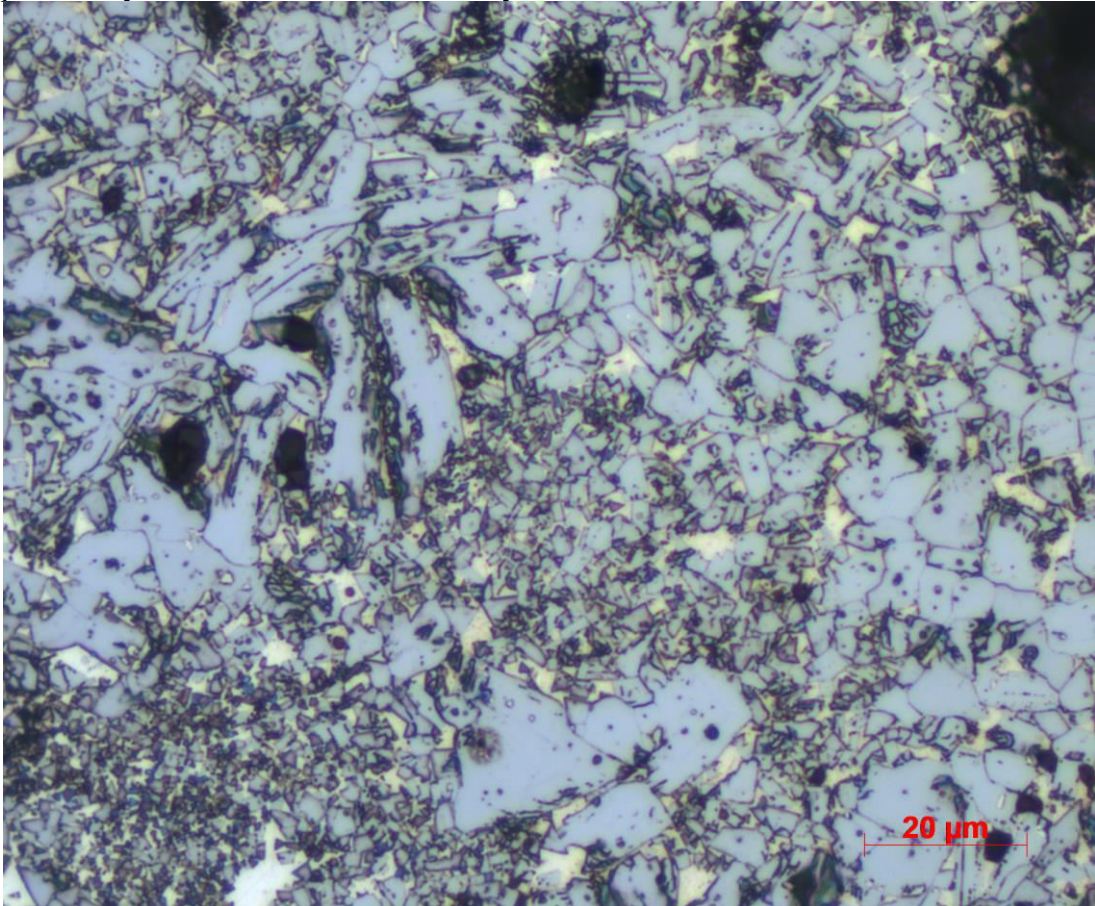
Tab. 15 Měření zrna hrubozrnná struktura

Vzorek [μm]	1. Fotka	2. Fotka	3. Fotka	4. Fotka	5. Fotka	6. Fotka	7. Fotka	8. Fotka	Průměrná hodnota
M2	51,52	46,19	65,25	69,72	37,45	64,59	36,00	87,12	57,23
40H1	128,19	46,03	86,34	97,28	92,67	78,19	73,04	63,06	83,10
80H1	52,68	93,86	54,21	114,24	109,29	113,24	108,64	74,90	90,13
120H1	68,76	94,47	46,32	80,44	71,02	73,89	87,47	128,97	81,42

U výsledků z měření velikostí zrn hrubozrnné struktury je oproti předešlé jemnozrnné struktuře jasně rozeznatelná tendence nárůstu velikosti zrna. Tento jev je způsobený HIP zpracováním, kde se díky působící teplotě a tlaku aktivují difuzní procesy, které hrubnutí zrna podporují. V teoretickém případě by vzrůstání mělo být tím větší, čím větší tlak byl použit,

jelikož ten díky většímu zhutňování materiálu napomáhá k vzájemnému přibližování zrn a tím ke snadnějšímu vzájemnému difundování a také k jejich vzájemnému prolnutí viz. Obr. 28 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**

Oproti teoretickému případu je možné v Tab. 15 vidět, že k nejvyššímu nárůstu došlo u vzorku 80H1. Toto odlišení se od teoretického případu může být způsobeno příliš malým počtem proměřených zrn z hrubozrnné struktury.



Obr. 28 Vzorek 40H1 ukázka hrubozrnné struktury

9 Rozbor výsledků

První zkoumanou vlastností vzorků byla pórovitost. U pórovitosti byly měřeny dvě veličiny. Procentuální zastoupení pórů ve výbrusu a velikost daných pórů. V závislosti na teoretické části této práce se dalo uvažovat, že se bude z důvodu plastické deformace způsobené tlakem a aktivací slinovacího procesu způsobené teplotou nad eutektickým bodem kobaltu procento pórovitosti a velikost pórů postupně snižovat. Tento předpokládaný jev v podobě procentuální pórovitosti lze sledovat v Tab. 6 a Tab. 7, kde se zvětšující se velikostí tlaku klesá tato hodnota a dochází k většímu zhutnění materiálu vzorku. V případě vzorku M2, který není upravován procesem HIP, je pórovitost výbrusů 27-30 %, kdežto u vzorku 120H1, kde byl použit nejvyšší tlak je pórovitost okolo 19 %. Podobný efekt má zpracování metodou HIP i na velikost jednotlivých pórů. U vzorku M2 je možné nalézt některé póry přesahující velikost 1000 μm , kdežto u vzorku 120H1 měl největší nalezený pór velikost 692 μm , že toto snížení velikosti není pouze ojedinělé je možné vyčíst z grafu na Obr. 22 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů.**, kde jsou průměrné hodnoty všech změřených pórů v rámci jednotlivých vzorků. I zde je možné pozorovat klesající velikost pórů se zvyšujícím se tlakem.

Druhou zkoumanou vlastností byla mikrotvrдость. Mikrotvrđosti byly měřené u tří druhů: první HV10, druhá HV0,1 jemnozrnné struktury a třetí HV0,1 hrubozrnné. Mikrotvrđost

HV10 pouze tištěného vzorku nebylo možné dostupnou metodou zjistit z důvodu velké pórovitosti, která zabránila změření vtisku. U vzorků upravených metodou HIP byla zjištěna stoupající tendence tvrdosti spolu s narůstajícím použitým tlakem. Tento jev je možné připisovat velikosti plastické deformace způsobené tlakem. Tento tlak zároveň zhutnil materiál, jak je uváděno v kapitole pórovitosti a tím způsobil navýšení této tvrdosti. V případě mikrotvrdosti HV0,1 jemnozrnné a hrubozrnné oblasti se tvrdost naopak se stoupajícím tlakem snižuje a největší tvrdost je u vzorku pouze tištěného. To je možné připisovat Oswaldovu zrání probíhajícího během izostatického lisování za tepla. Tato metoda působící teplotou nad eutektickým bodem kobaltu umožní přítomnost kapalně fáze, ve které se rozpouští malé částice, jenž následně precipitují na hrubší zrna. Souvislost mezi hrubnutím zrna a klesající tvrdostí lze získat z Hall-Petchova vztahu, který popisuje závislost pevnosti na velikosti zrna, ale je ho možné aplikovat i tvrdosti. Z toho plyne, že s rostoucí velikostí zrna klesá plocha hranice zrn, která brání vnikání cizího tělesa (zkušebního Vickersova indentoru). Rozdíl v tvrdosti jemnozrnné struktury mezi vzorkem M2 a vzorkem 120H1 dle Tab. 11 je roven téměř 200 HV0,1. V rámci vzorků zpracovaných HIP metodou není skok v mikrotvrdosti jemnozrnné struktury tak razantní jako mezi vzorkem neupraveným a těmi upravovanými, z tohoto důvodu lze dojít k závěru, že tato veličina není tak závislá na velikosti použitého tlaku, ale převážně je ovlivněna právě teplotou u této metody. Co se týče hrubozrnné oblasti je rozdíl v mikrotvrdosti HV0,1 u vzorku M2 a 120H1 opět velice razantní (150 HV0,1 viz. Tab. 12), avšak oproti jemnozrnné oblasti je u té hrubozrnné velký viditelný rozdíl i mezi vzorky zpracovanými izostatickým lisováním za tepla. K tomu, že tento rozdíl je viditelný pouze u hrubozrnné struktury, přispělo výraznější Oswaldovo zrání v rámci hrubých zrn, na kterých probíhala precipitace ve větší míře. Rozdíl ve způsobu, jakým byla tvrdost HV10 a HV0,1 ovlivněna lze vysvětlit tím, že u tvrdosti HV10 má na výsledek vliv velikost zhutnění vzorku a celková plastická deformace. U zkoušky HV0,1 byla však zkoušena pouze tvrdost jednotlivých struktur, na které zhutnění vzorku nemělo vliv.

Poslední zkoumanou vlastností ovlivněné HIP metodou byla velikost zrna. Velikost zrna souvisí právě s dříve probíranou mikrotvrdostí a má velký vliv na celkové vlastnosti slinutých karbidů. Průměrná velikost naměřených zrn vzorku pouze tištěného a vzorku upraveného HIP metodou se s použitím této metody zvýšila. Tento nárůst byl způsoben již dříve probíranými slinovacími procesy aktivovanými touto metodou. Oproti teoretickému očekávání je nejvyšší nárůst zachycen u vzorku 80H1, který byl upraven nižším tlakem než vzorek 120H1, u kterého byl očekáván nejvyšší nárůst. Tento rozdíl je nejspíše způsoben nedostatečným počtem změřených zrn či chybně zvolenou metodou měření.

10 Závěr

V rámci teoretické části byla rozebrána výroba slinutých karbidů WC-Co. Nejprve byl probírán konvenční způsob výroby běžnými slinovacími procesy. U toho byly popsány vlastnosti, mikrostruktura a slinovací procesy materiálu WC-Co. Následně byla probírána aditivní výroba pomocí SLM technologie a její vliv na strukturu materiálu. V poslední kapitole teoretické části byl probrán proces HIP. U procesu HIP byly rozebrány vlivy velikosti tlaku, teploty a ochranné atmosféry na strukturu a vlastnosti materiálu.

V rámci toho experimentu bylo cílem ověřit vliv parametrů použitých při izostatickém lisování za tepla. Převážně byl zkoumán vliv velikosti tlaku. Tento vliv byl testován na pórovitosti vzorku, tvrdosti HV10, mikrotvrdosti HV0,1 a na velikosti zrna.

Jak bylo již v předchozí kapitole shrnuto, pórovitost vzorků klesá s rostoucí velikostí použitého tlaku. Tento pokles pórovitosti má pozitivní vliv na vlastnosti jako je lomová houževnatost a na tvrdost HV10, u které byla naměřená vzrůstající tvrdost s narůstajícím použitým tlakem. V případě velikostí zrna jednotlivých vzorků byla naměřena nejnižší velikost u vzorku pouze tištěného. Jelikož s rostoucí velikostí zrna u slinutých karbidů WC-

Co klesají vlastnosti jako tvrdost, pevnost v tlaku, pevnost v tahu a modul pružnosti v tahu a smyku, naopak dochází k nárůstu lomové houževnatosti. Zde je nutné poznamenat, že i přes rostoucí tvrdost HV10 došlo k výraznému snížení tvrdosti jemnozrnné i hrubozrnné struktury, nárůst tvrdosti HV10 je tedy nejspíše způsoben pouze zhutněním a plastickou deformací vniklou během procesu HIP. Jelikož jsou SK převážně nástrojové materiály, je důležitá i tepelná vodivost, která klesá s klesající velikostí zrn. Nižší tepelná vodivost má příznivý vliv na tepelné zatížení nástroje, protože vznikající teplo je ve větší míře odváděno obrobkem.

V rámci experimentální části tedy došlo k ověření popisovaných vlivů procesu HIP uváděných v teoretické části této práce. Byl potvrzen příznivý vliv teploty a tlaku na pórovitost. Tento vliv lze z velké části připsat teplotě, která aktivovala slinovací procesy rozebírané v teoretické části. Jak bylo dále uváděno v teoretické části, slinovací procesy způsobují nárůst zrna, který byl v rámci experimentu také zachycen. Tento nárůst zrna měl následně negativní vliv na mikrotvrdost struktur, což je ve shodě s popisovaným vlivem velikosti zrna na mikrotvrdost u materiálu WC-Co v teoretické části.

K dalšímu zlepšení vlivu HIP procesu by teoreticky mohlo dojít zapojením růstových inhibitorů zrna, které by měly zabránit nárůstu velikosti zrna a tím zabránit poklesu mikrotvrdosti. Zkoumání jejich vlivu ovšem není součástí této práce.

11 Seznam použité literatury

- [1] SKOTNICOVÁ, Kateřina. Prášková metalurgie: studijní opory: učební text, scénáře, testy. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [2] KRÍŽ, A., et al. Prášková metalurgie [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: [.ateam.zcu.cz/praskova_metalurgie.pdf](http://ateam.zcu.cz/praskova_metalurgie.pdf).
- [3] BRICÍN D., Vlastnosti slinutých karbidů. ZČU, Fakulta strojní, Katedra materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie, 2019. Disertační práce, Vedoucí práce KRÍŽ A.
- [4] HUMÁR, A. Materiály pro řezné nástroje. (2008) Praha. MM Publishing. ISBN 978-80-254-2250-2
- [5] MEJTIL, L., Využití technologie aditivní výroby v průmyslové praxi: Bakalářská práce, ZČU, Fakulta strojní, 2018, Vedoucí práce: EDL M.
- [6] EUROPEAN POWDER METALLURGY ASSOCIATION. Introduction to Additive Manufacturing Technology [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: <https://www.epma.com/epma-free-publications/product/introduction-to-additivemanufacturing-brochure>
- [7] VAŠÁKOVÁ, K., Mechanické vlastnosti materiálů připravovaných pomocí procesu SLM. Brno, 2019. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství; Ústav materiálových věd a inženýrství, Vedoucí práce PANTĚLEJEV, L.
- [8] Yang, Y., Zhang, C., Wang, D. et al. Additive manufacturing of WC-Co hardmetals: a review. Int J Adv Manuf Technol [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05389-5>
- [9] EPMSA Hot Isostatic Pressing (HIP) [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: <https://www.epma.com/hot-isostatic-pressing>
- [10] BOCANEGRA-BERNAL, M. H. Hot Isostatic Pressing (HIP) technology and its applications to metals and ceramics. Journal of Materials Science [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: doi:10.1023/B:JMASC.0000044878.11441.90
- [11] SKOTNICOVÁ, Kateřina. Prášková metalurgie: studijní opory: učební text, scénáře, testy. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [12] GUILLON, Olivier, Jesus GONZALEZ-JULIAN, Benjamin DARGATZ, Tobias KESSEL, Gabi SCHIERNING, Jan RÄTHEL a Mathias HERRMANN. Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: Mechanisms, Materials, and Technology Developments. Advanced Engineering Materials [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: doi:10.1002/adem.201300409

- [13] MEHMETI, Aldi, Donal LYNCH, Pavel PENCHEV, et al. The Effect of Hot Isostatic Pressing on Surface Integrity, Microstructure and Strength of Hybrid Metal Injection Moulding, and Laser-Based Powder Bed Fusion Stainless-Steel Components. Applied Sciences [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: doi:10.3390/app11167490
- [14] BOCANEGRA-BERNAL, M. H. Hot Isostatic Pressing (HIP) technology and its applications to metals and ceramics. Journal of Materials Science [online]. 2004, 39(21), 6399-6420 [cit. 2022-04-21]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1023/B:JMSC.0000044878.11441.90
- [15] Azcona, I., Ordóñez, A., Sánchez, J.M. et al. Hot isostatic pressing of ultrafine tungsten carbide-cobalt hardmetals. Journal of Materials Science 37, 4189–4195 (2002). [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: <https://doi.org/10.1023/A:1020048105585>
- [16] BRICÍN, David, Michal ACKERMANN, Zdeněk JANSÁ, Dana KUBÁTOVÁ, Antonín KŘÍŽ, Zbyněk ŠPIRIT a Jiří ŠAFKA. Development of the Structure of Cemented Carbides during Their Processing by SLM and HIP. Metals [online]. [cit. 2022-10-02]. Dostupné z: doi:10.3390/met10111477
- [17] Prášky pro Additive Manufacturing | Global Tungsten & Powders Corp.. 301 Moved Permanently [online]. Dostupné z: <https://www.globaltungsten.com/cs/vyrobky/powders-for-additive-manufacturing.html> [cit. 2022-04-15].
- [18] Ravi K. Enneti, Kevin C. Prough, Thomas A. Wolfe, Andrew Klein, Nick Studley, Juan L. Trasorras, Sintering of WC-12%Co processed by binder jet 3D printing (BJ3DP) technology, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263436817304705?via%3Dihub> [cit. 15.04.2022].
- [19] Zařízení pro izostatické lisování za tepla (Hot Isostatic Press). [online]. Dostupné z: <https://www.fmt.vsb.cz/share/static/fmt/virtualni-prohlidka/zarizeni-pro-izostaticke-lisovani-za-tepla.html> [cit. 2022-04-15].