



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta mechatroniky, informatiky
a mezioborových studií ■

Studium mezních stavů v procesu plošného tváření

Diplomová práce

Studijní program: N3942 – Nanotechnologie
Studijní obor: 3942T002 – Nanomateriály

Autor práce: **Bc. Michal Tregler**
Vedoucí práce: Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Mechatronics, Informatics
and Interdisciplinary Studies ■

Study of limit states in the process of sheet metal forming

Diploma thesis

Study programme: N3942 – Nanotechnology
Study branch: 3942T002 – Nanomaterials

Author: **Bc. Michal Tregler**
Supervisor: Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Michal Tregler**
Osobní číslo: **M14000222**
Studijní program: **N3942 Nanotechnologie**
Studijní obor: **Nanomateriály**
Název tématu: **Studium mezních stavů v procesu plošného tváření**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Vypracujte literární rešerši na téma: lomová mechanika a mezní stavy materiálu, difrakce zpětně odražených elektronů.
2. Připravte testovací vzorky vybraného materiálu a realizujte tahové deformace.
3. Pomocí dostupných metod (SEM, EBSD, měření nano/mikro tvrdosti) analyzujte vliv geometrie vrubu a míry přetvoření na deformační chování materiálu.
4. Vyhodnoťte výsledky a stanovte závěry.



[Handwritten signature]

Rozsah grafických prací: **dle potřeby**
Rozsah pracovní zprávy: **40 - 60 stran**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**
Seznam odborné literatury:

[1]ANDERSON, T. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. 3rd ed. Boca Raton, FL: Taylor & Francis, 2005, 621 p. ISBN 0849316561.

[2]VELES, Pavol. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov: celoštátna vysokoškolská učebnica pre hutnícke a strojnícke fakulty vysokých škôl*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1985, 401 s.

[3]JAKSH, H. Strain related contrast mechanisms in crystalline materials. In: EMC 2008: 14th European Microscopy Congress 1-5 September 2008, Aachen Germany; Volume 1: Instrumentation and methods. 1st ed. New York: Springer, 2008. ISBN 9783540851547

[4]WRIGHT, Stuart I., Matthew M. NOWELL a David P. FIELD. A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. *Microscopy and Microanalysis* [online]. 2011, 17(03): 316-329. DOI: 10.1017/s1431927611000055.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.**
Konzultant diplomové práce: **Ing. Tomáš Pilvousek**
Škoda Auto
Ostatní konzultanti: **RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.**
Katedra materiálu
prof. Ing. Ladislav Pešek, CSc.
Katedra materiálu
Datum zadání diplomové práce: **2. října 2015**
Termín odevzdání diplomové práce: **16. května 2016**


prof. Ing. Václav Kopecký, CSc.
děkan




prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 2. října 2015

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum: 15.5.2016

Podpis: 

Anotace

Diplomová práce se zabývá deformačním chováním hlubokotažné oceli DC06. Teoretická část primárně pojednává o lomové mechanice spojené se vznikem trhlin a analytické metodě difrakce zpětně odražených elektronů.

V experimentální části byly studovány vzorky s třemi typy poškození. Uměle připraveny byly vzorky provrtané a s vrypy, jejichž účelem byla simulace poškození materiálu při běžné manipulaci. Poslední skupinou byly reálné vzorky s trhlinami pocházejícími z výroby od společnosti Škoda Auto. Všechny připravené zkušební vzorky byly deformovány jednoosým tahem a na základě výsledků získaných z optické a rastrovací elektronové mikroskopie, energiově-disperzní analýzy, difrakce zpětně odražených elektronů a měření gradientů tvrdosti byl studován vliv jednotlivých poškození na deformační chování materiálu.

Klíčová slova

lomová mechanika, plošné tváření, mikroskopie, struktura, EBSD, nanotvrdost

Annotation

This diploma thesis discusses the deformation behaviour of the DC06 deep drawing steel. The theory section focuses primarily on the fracture mechanics and related development of cracks, as well as on the electron backscatter diffraction (EBD) analysis method.

The experimental section details a study of samples demonstrating three types of damaging. Artificially, drilled-through and scratched samples were prepared in order to simulate an ordinary handling damage as may be suffered by the material. The last group included real-life samples with cracks, obtained from the Škoda Auto manufacturing operation. All of the prepared samples were deformed applying a uniaxial drawing strength. The impact of particular damage types on the material deformation behaviour was then studied based on the results yielded by the optical and scanning electron microscopy techniques, energy dispersive analysis, electron backscatter diffraction and hardness gradient measurements.

Key Words

fracture mechanic, metal sheet forming, microscopy, structure, EBSD, nanohardness

Obsah

1	Úvod.....	12
2	Teoretická část.....	13
2.1	Lomová mechanika.....	14
2.1.1	Mezní stav namáhání.....	15
2.1.2	Vývoj lomu v reálných kovech.....	15
2.1.3	Napět'ově-deformační stav.....	16
2.1.4	Faktor intenzity napětí.....	17
2.1.5	Lomová houževnatost K_{IC}	18
2.1.6	Kritické rozevření v kořeni trhliny.....	18
2.1.7	Tvar a velikost plastické zóny na čele trhliny.....	20
2.1.8	Experimentální stanovení tvaru a velikosti PZ v oblasti kořene trhliny.....	21
2.2	Difrakce zpětně odražených elektronů.....	22
2.2.1	Interakce elektronů se vzorkem a jejich využití.....	22
2.2.2	Princip metody EBSD.....	24
2.2.3	Akvizice a vyhodnocení EBSD dat.....	25
3	Materiály a metody použité v experimentu.....	27
3.1	Materiál.....	27
3.2	Příprava vzorků.....	28
3.3	Experimentální metody.....	32
3.3.1	Rastrovací elektronová mikroskopie.....	32
3.3.2	Energiově-disperzní rentgenová analýza.....	33
3.3.3	Difrakce zpětně odražených elektronů.....	33
3.3.4	Měření nanotvrdosti.....	34
3.3.5	Deformační analýza systémem ARGUS.....	35
4	Výsledky.....	36
4.1	Výchozí stav.....	38

4.2	Vzorky s vrypem.....	39
4.3	Vzorky provrtané	41
4.4	Reálné vzorky z lisovny ŠA.....	44
5	Diskuze.....	48
6	Závěr.....	53
7	Doporučení pro další výzkum	54
8	Poděkování	55
9	Bibliografie.....	56
10	Vlastní publikace týkající se problematiky řešené v diplomové práci.....	58

Seznam zkratek

AsB	Detektor zpětně odražených elektronů (Angle selective Backscatter detector)
BCC	Tělesově středěná kubická mřížka (Body Centered Cubic)
BSE	Zpětně odražené elektrony (Backscattered Electrons)
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů (Electron Backscatter Diffraction)
EDS	Energiově-disperzní spektroskopie (Energy-Dispersive Spectroscopy)
WDS	Vlnově-disperzní spektroskopie (Wave-Dispersive Spectroscopy)
FE-SEM	Field Emission Scanning Electron Microscopy
FSD	Forward Scattered Detector
Hm. %	Hmotnostní procenta
IPF	Inverzní pólový obrazec (Inverse Pole Figure)
K_I	Součinitel intenzity napětí [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]
K_{Ic}	kritická hodnota K_I [$\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]
LELM	lineárně-elastická lomová mechanika
EPLM	elasticko-plastická lomová mechanika
OM	Světelná mikroskopie (Optical Microscopy)
MAG	Zvětšení (Magnification)
MPx	Megapixel
PC	Osobní počítač (Personal Computer)
SEM	Rastrovací (skenovací) elektronová mikroskopie (Scanning Electron Microscopy)
WD	Pracovní vzdálenost (Working Distance)
PE	Primární elektron
GB	Grain Boundaries
SBDM	Mapa rozložení úhlů hranic subzrn (Subgrain Boundaries Distribution Map)

LMM	Mapa lokální misorientace (Local Misorientation Map)
ND	normálový směr (Normal Direction)
SD	podélný směr (Strain Direction)
TD	příčný směr (Transversal Direction)
δ	rozevření kořene trhliny [mm]
δ_c	kritické rozevření kořene trhliny [mm]
ϵ_x	poměrná deformace v ose x [%]
ϵ_y	poměrná deformace v ose y [%]
ϵ_z	poměrná deformace v ose z [%]
ν	Poissonovo číslo [-]
σ (σ_N)	napětí, normálové napětí [MPa]
σ_x	napětí ve směru osy x [MPa]
σ_y	napětí ve směru osy y [MPa]
σ_z	napětí ve směru osy z [MPa]
σ_e	napětí u kořene únavové trhliny [MPa]
w	poloměr únavové plastické zóny [mm]
γ	povrchová energie trhliny [J/m ²]
K	faktor intenzity napětí [MPa.m ^{1/2}]
E	modul pružnosti v tahu (Youngův modul) [MPa]
R_e	mez kluzu [MPa]
R_m	mez pevnosti v tahu [MPa]
A_{80}	tažnost min [%]

1 Úvod

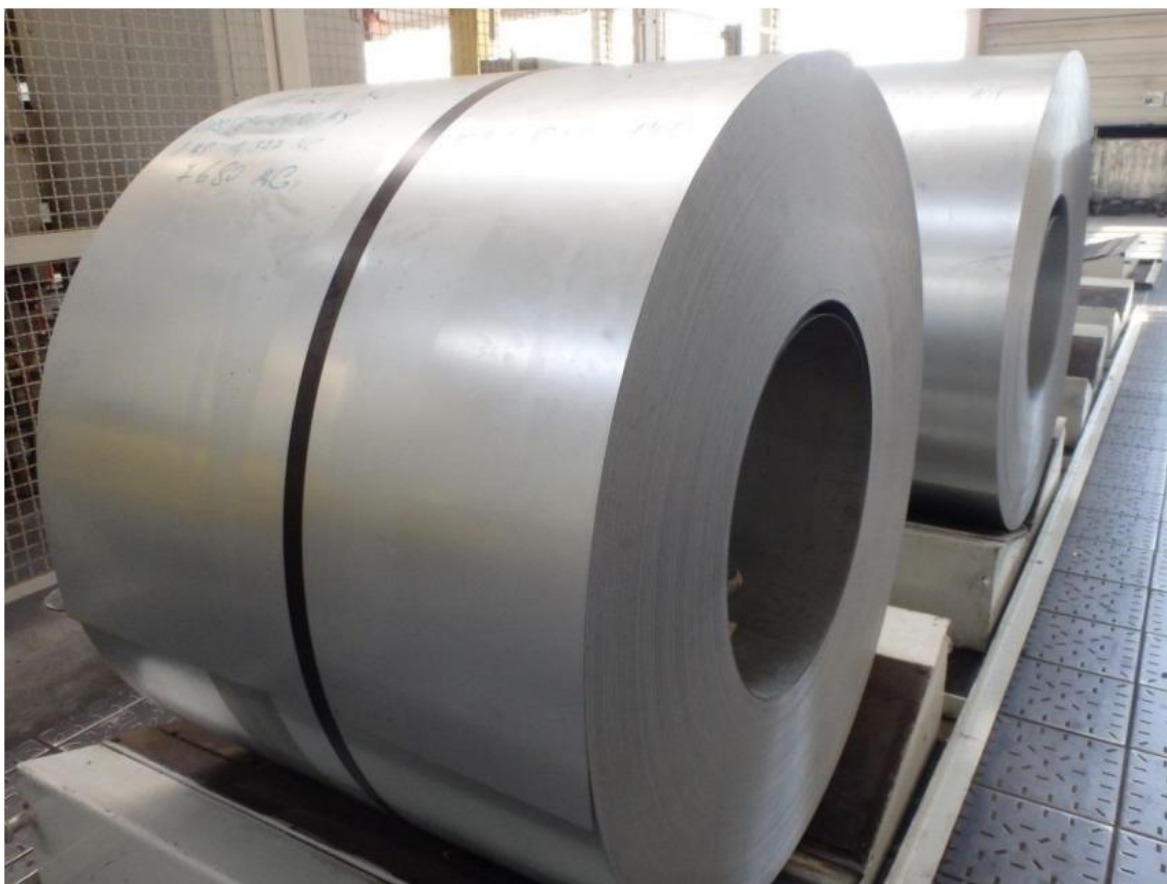
V moderním průmyslu je lomová mechanika nepostradatelný nástroj při zlepšování mechanických vlastností technických materiálů. Zároveň slouží k prevenci proti lomovému porušení konstrukčních součástí, umožňuje odhalit slabá místa, kde by pod daným zatížením mohlo dojít k iniciaci a následnému šíření lomu. Tento směr materiálového výzkumu pracuje především s fyzikou napětí a deformace, konkrétně zaměřenou na teorii elasticity a plasticity. Lomová mechanika se zabývá mikroskopickými krystalografickými vadami, které se běžně vyskytují v reálných materiálech, a také predikcí makroskopických defektů mechanických součástí. K popisu příčin vzniklých vad je často využívána v souvislosti s lomovou mechanikou fraktografie, která nám umožní ověřit teoretické předpoklady pro vznik a rozvoj materiálových vad a identifikovat místo a příčinu vzniku lomu.

Pro hodnocení lomového chování se využívají různá modelová kritéria, tato práce se zabývá možností využití poměrně nové techniky difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD). EBSD je technika založená na analýze difrakčního obrazce vznikajícího při interakci elektromagnetického vlnění (elektronového svazku) s krystalovou mřížkou polykrystalických materiálů. Vyhodnocením těchto obrazců lze získat řadu informací: identifikaci krystalové mřížky a její orientaci, velikost a orientaci jednotlivých zrn v místě iniciace lomu, mapování vzájemných hranic zrn či lokální i celkovou texturu povrchu. Díky těmto postupům jsme schopni detailně popsat mikrostrukturu trhliny, případně najít vztah mezi vlastnostmi a zpracováním materiálu. EBSD data nám poskytují velmi užitečný nástroj při napěťové a deformační analýze. Data jsou dále vyhodnocována řadou rozdílných technik, které jsou v této diplomové práci detailně popsány.

Cílem této diplomové práce je posoudit vliv různých typů vad a míry přetvoření na spolehlivost a jakost v oblasti plošného tváření v karosářském odvětví. Za tímto účelem je využita především metoda EBSD. Snahou je vyvinout a ověřit metodiku využití tohoto mikroanalytického nástroje pro aplikace související s řešením výrobních a technologických problémů v oddělení VFS1 Škoda Auto Mladá Boleslav, se kterým bylo při řešení této DP úzce spolupracováno.

2 Teoretická část

Výroba karoserií je v automobilovém průmyslu spojena s nejpokročilejšími technologiemi a podléhá přísným kvalitativním standardům. Pro výrobu dílčích výlisků jsou převážně používány elektrolyticky (galvanicky) nebo žárově pozinkované plechy. Tyto plechy o délce 2500 až 3500 metrů, šířce od 600 do 1820 mm a tloušťce 0,6 až 1,5 mm jsou dodávány ve formě svitků (obr. 1), jejichž hmotnost se pohybuje v rozmezí od 25 do 28 tun. V současné době je pro výrobu automobilů využíváno 27 různých jakostí ocelí [1].



Obr. 1: Svitky ocelových plechů používané pro výrobu karoserií Škoda Auto.

Lisovna Škoda Auto v Mladé Boleslavi je vybavena deseti lisovacími a dvěma nástřihovými linkami. Vyrábí se zde 378 druhů odlišných výlisků pro 6 modelů automobilů Škoda. Denní produkce činí přibližně 90-100 tisíc výlisků, což dělá v souhrnu přibližně 200 000 tun za rok. Za optimálních podmínek karosárna ŠA vyprodukuje každých 50 sekund jednu karoserii. Vezmeme-li v úvahu, že například každá karoserie

Škoda Octavia je tvořena 410 díly, je zde 4500 až 5500 bodových svarů, celková délka tavných spojů činí 2,5 až 3,5 metrů, celková délka lepených spojů 60 – 90 m a délka laserových spojů činí 6 – 6,5 m, je jasné, že v procesu výroby není prostor pro žádné technologické prostoje zapříčiněné vadami. Měsíčně se destrukčně kontroluje vždy jedna karoserie, na jednotlivých úsecích se pak destrukčně kontroluje jedenkrát za směnu. K tomu je celá řada nedestruktivních zkoušek. Některé spoje se kontrolují pravidelně metalograficky. Výskyt jakékoliv vady je zcela nepřípustný a je vždy nutné jej detailně prostudovat, určit příčinu a učinit opatření, která riziko opětovného vzniku obdobné vady eliminují. Jedním z prostředků, které jsou za tímto účelem využívány, je lomová mechanika.

2.1 Lomová mechanika

Lomová mechanika (dále jen LM) je nauka o vzniku lomů z defektů nacházejících se v namáhaném tělese. Představuje přístup k hodnocení chování materiálů při působení vnějších sil. Cílem LM je popis zákonitostí chování trhliny, konkrétně kritické velikosti defektu respektive kritické hodnoty napětí. LM také definuje materiálové vlastnosti, které charakterizují odolnost tohoto materiálů proti náhlému a nestabilnímu šíření trhliny z defektu. LM zavedla do výpočtů fyzikální veličinu s názvem Faktor intenzity napětí K_I a zavádí materiálovou charakteristiku K_{IC} . LM rozdělujeme na [2]:

- a) Lineárně-elastickou lomovou mechaniku (LELM). LELM se využívá při namáhání těles v oblasti elastické deformace. Platí zde Hookův zákon, který popisuje lineární vztah mezi napětím a deformací na čele trhliny. Charakteristická veličina pro tuto oblast je faktor intenzity napětí K_I .
- b) Elasticko-plastickou lomovou mechaniku (EPLM), pomocí které popisujeme namáhání v oblasti elasticko-plastické deformace. Pohybujeme se v oblasti nestabilního růstu trhliny v materiálu s nízkou až střední pevností a k charakterizaci slouží J-integrál a parametr rozevření trhliny δ_c .

2.1.1 Mezní stav namáhání

Mezní stav je stav systému vyjádřený podmínkami činnosti systému, jejichž překročením dojde k dočasnému nebo trvalému porušení vnitřní struktury [3]. Mezní stav je obecně vyvolán překročením mezní hodnoty napětí a dále jej můžeme rozdělit na:

- mezní stav pružné deformace
- mezní stav plastické deformace
- mezní stav porušení

Dále se budeme zabývat pouze mezním stavem porušení.

2.1.2 Vývoj lomu v reálných kovech

V reálných kovech vzniká lom následkem deformace a lokálního porušení na čele pomalu či rychle se šířící trhliny. Lomový proces prochází několika fázemi, které můžeme samostatně popsat [3]:

- a) Vznik trhliny – trhlina může vzniknout již při výrobním procesu, nebo až následným namáháním. Trhlina vzniká v důsledku mechanického, tepelného nebo chemického účinku. Trhlinu lze popsat jako přerušování stávajících atomových vazeb za současného vzniku nových povrchů.
- b) Stabilní růst trhliny – v této fázi dochází k plynulému zvětšování trhliny nízkou rychlostí. Trhlina roste při konstantním či časově proměnném napětí.
- c) Přejícná fáze – šíření trhliny od stabilního k nestabilnímu nastává, když energie elastické napjatosti dosáhne kritických hodnot povrchové energie nově vznikajícího povrchu.
- d) Nestabilní růst trhliny – probíhá při působení nahromaděné elastické energie v tělese při konstantním napětí. Dochází k částečnému či úplnému porušení tělesa. Elastická energie, která není přeměněna na kinetickou energii oddělených částí, se projeví jako zvukový efekt doprovázející porušení.

2.1.3 Napětově-deformační stav

Při napětěvé analýze pevných těles s trhlinou předpokládáme 3 základní způsoby namáhání trhliny a rozdělení materiálu v jejím kořeni (viz obr. 2):

I – otevírání trhliny tahovým napětím, které je kolmé na trhlinu, přičemž v závislosti na tloušťce tělesa mohou v oblasti kořene trhliny nastat dva stavy:

- a) *stav rovinné napjatosti* – popisujeme jej jako stav dvojosé napjatosti, který můžeme znázornit velmi tenkou deskou zatíženou v její rovině reálnými hodnotami σ_x a σ_y , přičemž $\sigma_z = 0$. Deformace ve směru z se nebude rovnat nule, protože platí:

$$\varepsilon_z = \frac{1}{E} [\sigma_z - \nu(\sigma_x + \sigma_y)] \quad (1)$$

To znamená, že pro $\sigma_z = 0$ bude platit

$$\varepsilon_z = -\frac{\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y) \quad (2)$$

Kde ε - poměrná deformace v ose (x, y, z), σ - napětí ve směru osy (x, y, z), ν - Poissonovo číslo a E - modul pružnosti v tahu.

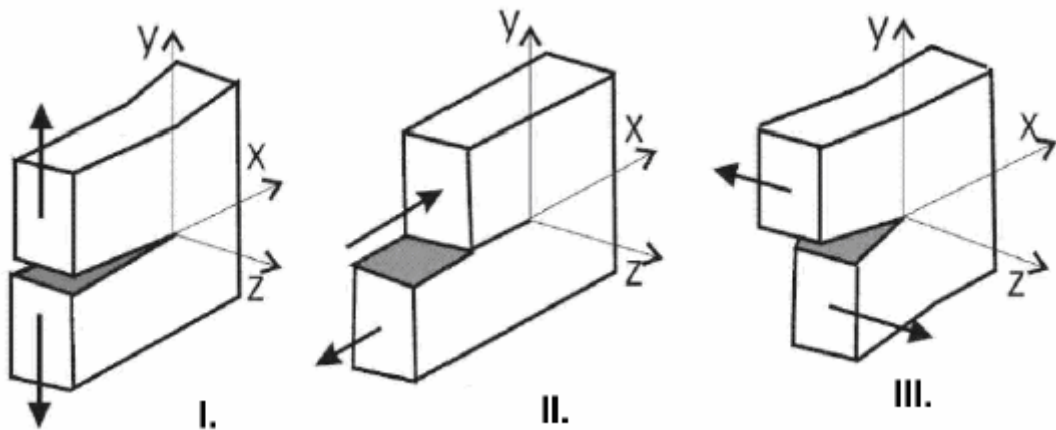
Z rovnice (2) vyplývá, že ve směru kolmém na rovinu desky, bude tato deska deformovaná zápornou hodnotou deformace, tj. stlačením.

- b) *stav rovinné deformace* nastane tehdy, když deformace $\varepsilon_x, \varepsilon_y > 0$, ale ve směru z je deformace $\varepsilon_z = 0$. Je jasné, že obě zbývající deformace působí v jedné rovině. S tímto údajem získáme z rovnice (1) vztah:

$$\varepsilon_z = \nu(\sigma_x + \sigma_y) \quad (3)$$

II – charakteristický rovinnou smykovou deformací způsobenou smykovým napětím, které působí kolmo na čelo trhliny.

III – charakterizovaný smykovým namáháním rovnoběžně s čelem trhliny [3],[4].



Obr. 2: Základní 3 způsoby zatěžování trhliny [4].

2.1.4 Faktor intenzity napětí

V roce 1957 G. R. Irwin zavedl teorii faktoru intenzity napětí. Definoval veličinu K a spolu s ní související lineárně-elastickou mechaniku. Faktor K je možno vyjádřit z Griffithovy rovnice (4) [3]:

$$\sigma_N = \sqrt{\frac{2\gamma_s E}{\pi a}} \quad (4)$$

$$\sigma_N \sqrt{\pi a} = \sqrt{2\gamma_s E} \quad (5)$$

$$\sigma_N \sqrt{\pi a} = \sqrt{GE} \quad (6)$$

Kdy levé strana rovnice (6) představuje faktor intenzity napětí K , který je funkcí dvou parametrů – působícího napětí σ_N a rozměru trhliny a .

$$K = \sigma_N \sqrt{\pi a} \quad (7)$$

Pravá strana rovnice obsahuje materiálové konstanty.

2.1.5 Lomová houževnatost K_{IC}

Lomovou houževnatost K_{IC} lze vyjádřit jako kritickou hodnotu faktoru intenzity napětí K v okamžiku nestabilního šíření trhliny.

$$K = K_{IC} \quad (8)$$

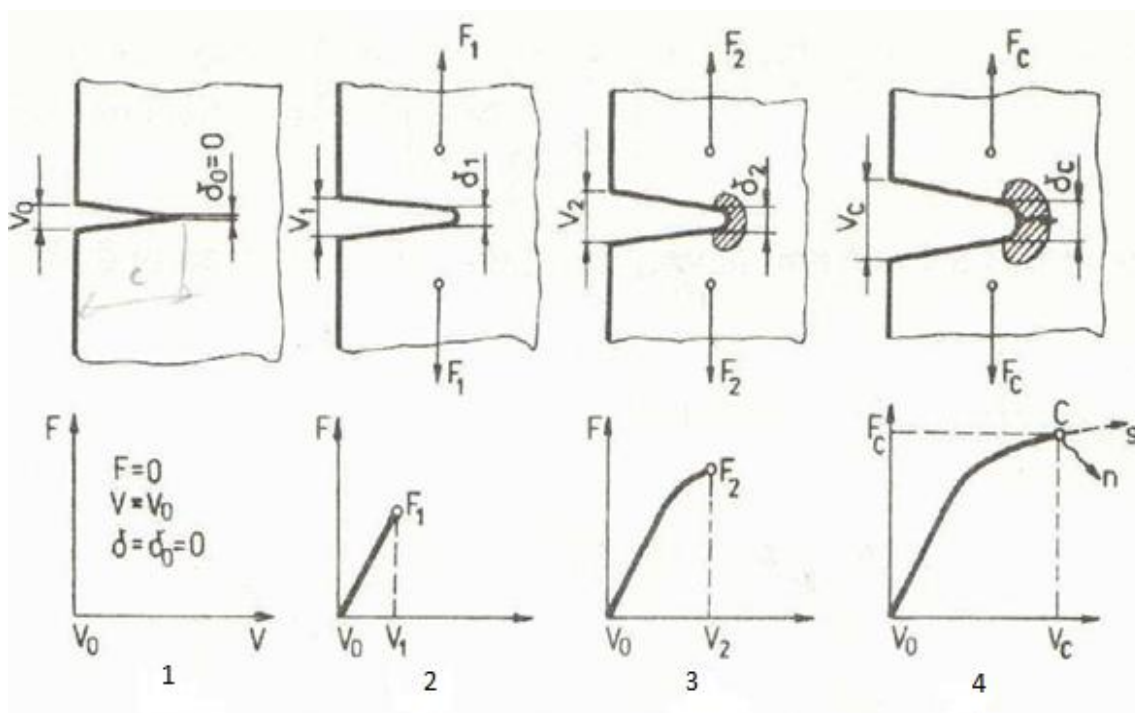
Lomovou houževnatost můžeme definovat v případě, že působením napětí σ_N dosáhneme velikosti trhliny a v tělese, jejíž odpovídající hodnota K překročí odpor materiálu proti nestabilnímu šíření trhliny K_{IC} .

Lomová houževnatost je charakteristická vlastnost materiálu, která závisí hlavně na těchto faktorech [3]:

- chemické složení
- struktura
- tloušťka a tvar tělesa
- teplota
- rychlost deformace

2.1.6 Kritické rozevření v kořeni trhliny

Důležitým poznatkem tohoto kritéria je, že u těles různých velikostí s konstantní délkou trhliny dochází k porušení při stejné hodnotě rozevření trhliny. Dosáhne-li plastická deformace v kořeni trhliny kritické hodnoty faktoru rozevření trhliny δ , dojde k nestabilnímu růstu trhliny. Velikost plastické zóny je úměrná povrchu trhliny. V odborné literatuře je také označována COD (Crack Opening Displacement) [3]. Kritické rozevření v kořeni trhliny je možné principiálně popsat podle obr. 3.



Obr. 3: Diagramy kritického rozevření trhliny [3].

1. Na těleso s ostrou trhlinou nepůsobí síla F , velikost rozevření trhliny na povrchu tělesa má hodnotu V_0 a rozevření trhliny v kořeni je δ_0 .
2. Síla F_1 působí na dané těleso, kořen trhliny se pružně deformuje na hodnotu δ_1 a rozevření při ústí trhliny má hodnotu V_1 .
3. V tomto stavu působí na těleso síla F_2 , při které napětí v kořeni trhliny překročí mez kluzu R_e , oblast kořene se plasticky deformuje na δ_2 . Tato hodnota představuje součet pružné a plastické deformace v kořeni trhliny.
4. Při zatížení silou F_c nastane kritický zlom, kde celková deformace v kořeni dosáhne kritickou hodnotu δ_c při objemu V_c .

Rozevření u kořene trhliny lze vypočítat ze vztahu (9) [5]:

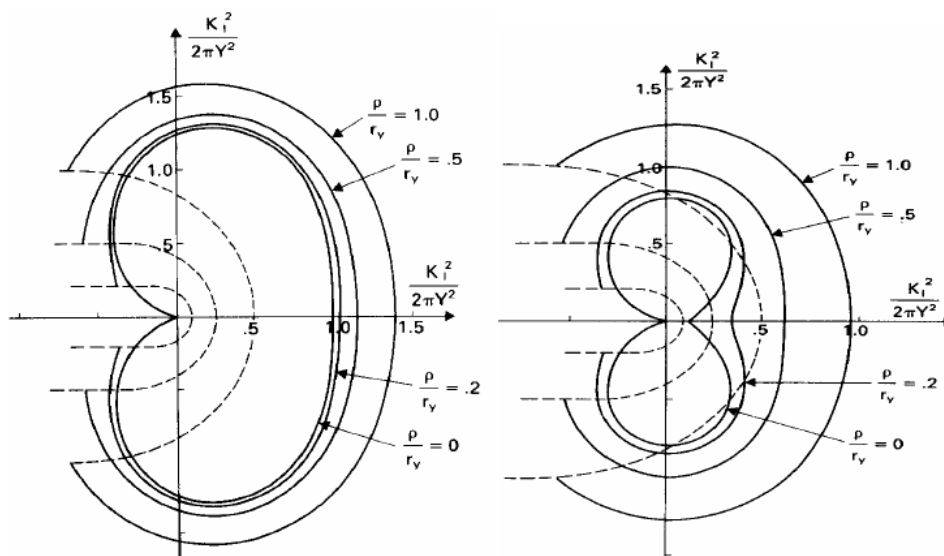
$$\delta = \frac{\sigma^2 \pi a}{2ER_e} \quad (9)$$

2.1.7 Tvar a velikost plastické zóny na čele trhliny

Velikost plastické zóny (dále jen PZ) na čele trhliny je rozhodující pro lomové chování kovových materiálů. Reálný tvar PZ je ledvinovitý, nicméně k postačujícím výpočtům se aproximuje kruhovým otvorem [6]. I tento zjednodušený přístup nám pomáhá určit přibližný tvar trhliny a predikovat další možné chování takových trhlín. Největší vliv na tvar a velikost PZ mají hodnoty poloměru kořene trhliny a způsob otevírání trhliny.

a) Vliv poloměru kořene trhliny

Jak lze pozorovat z obr. 4, zvětšení poloměru kořene trhliny způsobuje zvětšení PZ a současně zmenšení rozevření PZ podélně k ose trhliny. Malé změny poloměru kořene trhliny naproti tomu nemají zásadní vliv na velikost a tvar PZ [6].



Obr. 4: Vliv poloměru kořene trhliny na velikost PZ ve stavu rovinné napjatosti a rovinné deformace [6].

b) Vliv způsobu otevírání trhliny

V DP předpokládáme, že trhlina je vždy otevírána podle modelu I (obr. 2), tzn., že označení tvaru plastické zóny jako poloměru kruhu je dostačující. Tento přehled je doplněn pro úplnost. Při způsobu otevírání trhliny podle modelu II (obr. 2), je poloměr trhliny zhruba třikrát větší než v prvním případě ve stavu rovinné deformace.

2.1.8 Experimentální stanovení tvaru a velikosti PZ v oblasti kořene trhliny

Jak bylo uvedeno v kapitole 2.1.8, velikost a tvar plastické zóny na čele trhliny jsou charakteristické pro jednotlivé materiály, a současně jsou klíčové při popisu lomového chování těchto materiálů, a proto se charakterizace PZ stala předmětem řady výzkumů. Přehled různých metod je uveden například v [7].

a) Metoda měření gradientu tvrdosti

Tato metoda je vhodná pro deformačně zpevňující se materiály (např. ocel). Jedná se o poměrně jednoduchou metodu, která je založena na měření gradientu tvrdosti ve směru od kořene trhliny. Dojde-li k ustálení hodnot tvrdosti, mluvíme o elasticko-plastické hranici [8].

b) Leptací metoda

Při tomto postupu je oblast materiálu obsahující trhlínu leptána vhodným leptadlem. S jednoduchým přístupem, že deformovaná oblast (s vysokou hustotou dislokací) reaguje na leptání odlišně, než oblast nedeformovaná, může být PZ jednoduše pozorována jako světle nebo tmavě naleptaná oblast [9].

c) Měření PZ pomocí Barkhausenova šumu

Při magnetizaci feromagnetických materiálů dochází k natáčení (orientaci) jednotlivých domén podél určitého krystalografického směru. Hranice mezi těmito doménami tvoří tzv. Blochovy stěny, které působením magnetického pole vibrují, a výsledkem je indukce elektrických pulsů v detekční cívice. Samotná hysterezní smyčka charakterizující proces magnetizace, není spojitá, ale složená z malých pulsů. Součtem těchto elektrických impulsů vzniká Barkhausenův šum. Přítomnost elastického napětí ovlivňuje orientaci domén ve směru magnetizace. Výsledkem je možnost nedestruktivního stanovení zbytkových napětí z měření intenzity Barkhausenova šumu [10].

d) EBSD

Tato DP se zaměřuje především na využití techniky EBSD, která oproti ostatním metodám poskytuje vysoké rozlišení, možnost zaměřením se na velmi malou oblast a vizualizaci deformované oblasti. Detailněji je metoda popsána v kapitole 2.2.

2.2 Difrakce zpětně odražených elektronů

Zejména v materiálovém inženýrství je pro kvantitativní a kvalitativní analýzu krystalických látek, identifikaci textur, měření vložených i zbytkových napětí či sledování rekryalizačních jevů běžně používána difrakce rentgenového záření a difrakce elektronů [11]. Difrakce zpětně odražených elektronů nastoupila s rozvojem skenovací elektronové mikroskopie ve 40. letech 20. století [12].

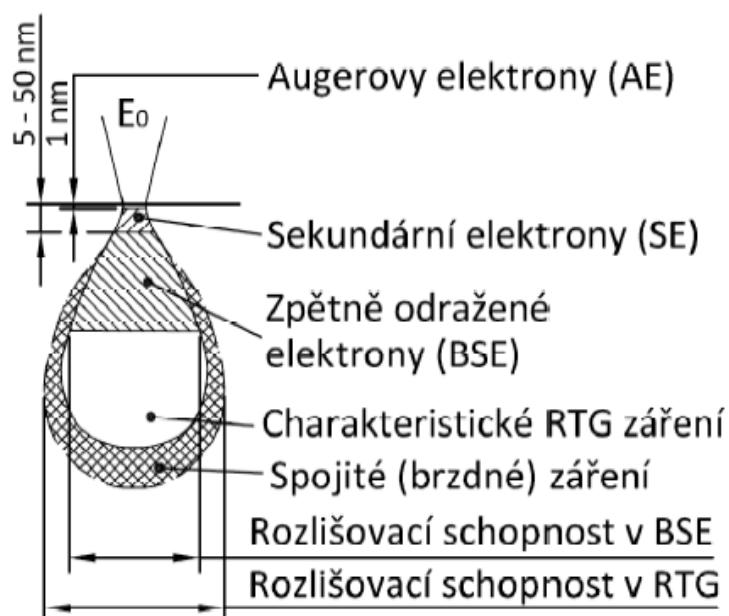
EBSD technika je používána k získání elektronového difrakčního obrazce u polykrystalických materiálů. Tyto obrazce mohou být dále vyhodnocovány a lze z nich získat řadu informací: identifikaci krystalové mřížky a její orientaci, velikost a orientaci jednotlivých zrn v místě vyvolání lomu, mapování vzájemných hranic zrn či lokální i celkovou texturu. Díky této metodě jsme schopni detailně popsat mikrostrukturu trhliny, případně najít vztah mezi vlastnostmi a zpracováním materiálu. EBSD data nám poskytují velmi silný nástroj při napěťové a deformační analýze. Data jsou dále vyhodnocována řadou rozdílných metod, které jsou popsány níže [13].

2.2.1 Interakce elektronů se vzorkem a jejich využití

Dopad primárního elektronového svazku na povrch vzorku má za následek průnik těchto elektronů do tzv. interakčního objemu (obr. 5). Tvar a rozměry interakčního objemu závisí v první řadě na energii primárního elektronu, dále také na průměrném protonovém čísle zkoumaného materiálu a náklonu vzorku. Interakcí primárních elektronů s materiálem vzorku vzniká řada detekovatelných signálů (viz obr. 5), mimo jiné i zpětně odražené elektrony, které jsou významné pro EBSD analýzu. Správná interpretace jednotlivých signálů umožňuje v mnoha ohledech charakterizovat zkoumaný materiál [14].

Při interakci PE s materiálem vzorku mohou nastat dva odlišné jevy. První možností je, že elektron změni směr své trajektorie v důsledku působení pole jádra atomu bez ztráty energie a dochází k tzv. pružnému rozptylu. V druhém případě PE odevzdá část své kinetické energie při srážce s elektronem a nastává rozptyl nepružný [13],[15].

Hovoříme-li o pružném rozptylu, myslíme tím interakci PE s jádry atomů vzorku vlivem coulombovských sil. Úbytek kinetické energie PE vede k emisi fotonu neboli tzv. brzdného RTG záření, jež nabývá energie v rozsahu hodnot od 0 eV až téměř po energii PE. Elektrony vzniklé elastickou interakcí nazýváme zpětně odraženými (BSE) [16].



Obr. 5: Interakční objem a generované signály využívané v SEM [14].

Při nepružných srážkách dochází k interakci primárních elektronů s elektronovým obalem atomů zkoumaného vzorku. PE při interakci předá část své energie obalovému elektronu a pokračuje dál jako SE. Obalový elektron je buď excitován do vyšší energetické hladiny, což však není stabilní stav, proto se téměř ihned vrací, což je doprovázeno emisí fotonu charakteristického RTG záření (ten pak využíváme pro EDS nebo WDS). Druhou možností je, že nedojde k emisi fotonu, nýbrž se energie uvolněná při deexcitaci předá elektronu na vyšší elektronové hladině, který se tímto uvolní (tzv. Augerův elektron). Poslední možností je pak ionizace, kdy zasažený elektron opustí elektronový obal jako SE [16].

2.2.2 Princip metody EBSD

Difrakce zpětně odražených elektronů, neboli EBSD, je fyzikální jev, kdy v důsledku difrakce elektronů na krystalové mřížce zkoumaného vzorku dochází k tvorbě takzvaných Kikuchiho linií na fluorescenčním stínítku detektoru (obr. 6 – EBSD uspořádání v SEM). Pro základní pochopení principu EBSD postačí tzv. dvojinterakční model [17],[18].

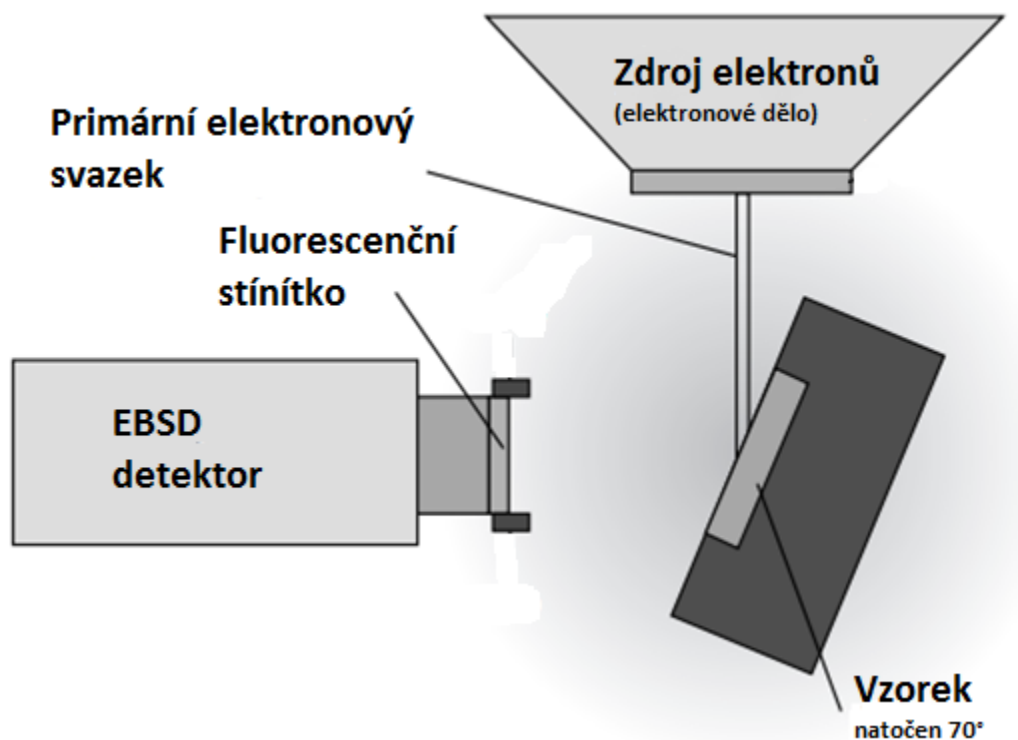
Podle tohoto modelu vznikají EBSD obrazce ve dvou nezávislých fázích. Nejprve proniknou primární elektrony do určité hloubky krystalické látky, kde nastává jejich rozptyl. Vznikají difuzně rozptýlené elektrony, které se šíří hmotou vzorku. Je vysoká pravděpodobnost, že tyto elektrony (BSE) naleznou vhodně orientované systémy krystalových rovin, na nichž bude splněna Braggova difrakční podmínka vyjádřená rovnicí

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (10)$$

Kde n je celé číslo (řád difrakce), λ je vlnová délka difraktovaného elektronu, d_{hkl} je mezivinná vzdálenost dané osnovy krystalových rovin a θ je úhel, pod nímž elektron dopadá na sledovanou osnovu rovin.

Po difrakci vystupují elektrony ze vzorku po přímkových trajektoriích, které tvoří povrchy takzvaných Kosselových kuželů, jež reprezentují všechny varianty prostorového rozložení dopadajícího a difraktovaného paprsku pro daný systém rovin d_{hkl} . Každé osnově rovin přísluší dvojice těchto kuželů. Postavíme-li těmto kuželům do cesty rovinné fluorescenční stínítko, vzniká na něm dvojice difrakčních čar, které reprezentují danou osnovu krystalových rovin.

Takto získaný difrakční obrazec pak nese řadu informací, které lze interpretovat ve vztahu ke krystalografii zkoumaného vzorku. Například úhly mezi difrakčními pásy odpovídají úhlům mezi osnovami zdrojových rovin; šířka difrakčních pásů odpovídá převrácené hodnotě mezivinné vzdálenosti; ostrost hranice difrakčních pásů souvisí s elastickou napjatostí mřížky; kontrast difrakčních pásů vůči pozadí je měřítkem hustoty dislokací; přítomnost difrakčních pásů vyšších řádů je měřítkem plastického přetvoření materiálu apod. [19].



Obr. 6: Schéma umístění vzorku v SEM při EBSD [20].

2.2.3 Akvizice a vyhodnocení EBSD dat

Experimentálně bylo zjištěno, že k optimální generaci Kikuchiho linií dochází při interakci svazku PE o energii 10 až 20 keV s povrchem dokonale a bezdeformačně vyleštěného krystalického vzorku pod náklonem 70° .

Pro dokonalou přípravu povrchu vzorků se osvědčila řada různých metod závisících především na materiálu vzorku. Mezi nejčastěji používané metody patří mechanicko-chemické leštění pomocí koloidních suspenzí, vynikajících výsledků lze také docílit následným bombardováním povrchu vzorků ionty nebo elektrolytickým leštěním (anodickým rozpouštěním materiálu vzorku v elektrolytu).

Moderní mikroanalytické vybavení, jež bývá volitelnou součástí SEM, umožňuje realizaci řady analýz, které umožňují detailní materiálovou charakterizaci.

EBSD bodová analýza v kombinaci s lokální energiově-disperzní analýzou slouží k fázové identifikaci. Na základě zjištěného chemického složení jsou vytipovány fáze

z krystalografické databáze, poté následuje porovnání a přiřazení krystalové struktury odpovídající fáze k získanému EBSD obrazci [13].

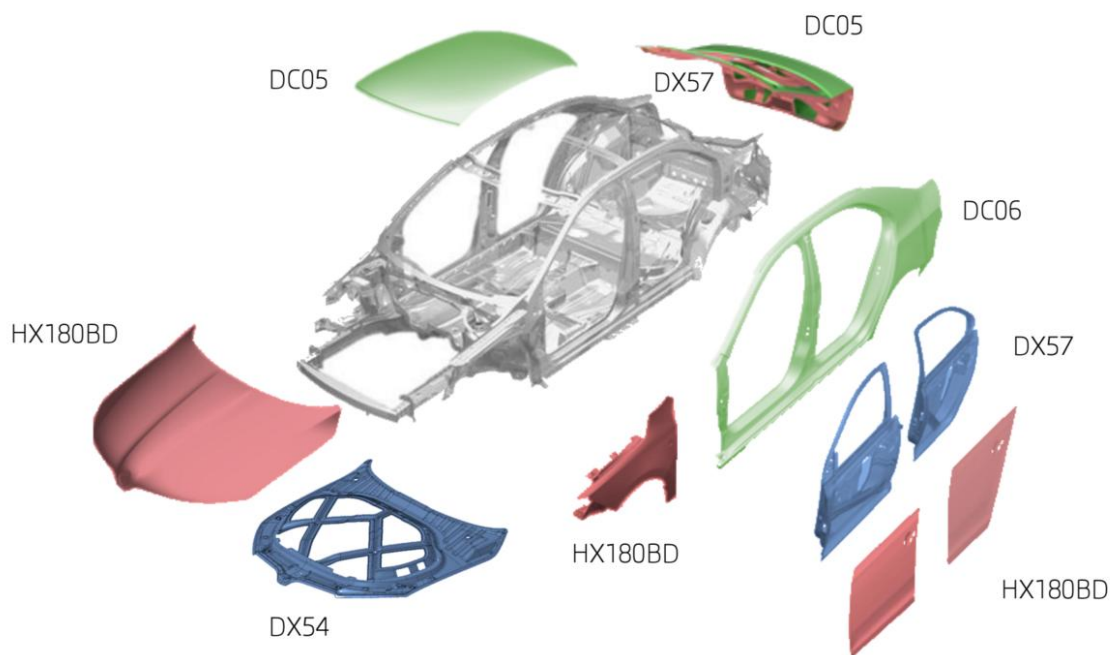
Další možností je EBSD mapování. Při tomto procesu dochází ke skenování krystalografických informací z povrchu vzorku, kdy krok skenování EBSD map volíme jako kompromis mezi dobou skenování a kvalitou zobrazení. K získaným EBSD obrazcům jsou přiřazeny příslušné fáze a jsou určeny jejich orientace. Kromě orientace lze pro mapování využít i další parametry získaných EBSP, jako například jejich kontrast, distorzi či ostrost hranice difrakčních pásů, které nesou informace o deformaci či napjatosti krystalové mřížky. V neposlední řadě lze například porovnávat úhlové změny orientace mřížky se sousedními pixely, čímž získáváme informace o hranicích (sub)zrn v souvislosti s deformací. Příklady použitých technik mapování jsou uvedeny v kap. 4.

Pro hodnocení textury a anizotropie krystalických materiálu lze s výhodou využít pólové a inverzní pólové obrazce. V inverzním pólovém obrazci jsou osy sférické projekce v souladu se směry v krystalu. Vykreslené směry jsou pouze stereografickou projekcí krystalových směrů ve vzorku paralelně buď k ND, SD nebo TD (viz kap. 3.2) [13].

3 Materiály a metody použité v experimentu

3.1 Materiál

Pro experiment byl zvolen materiál DC06, který je využíván v automobilovém průmyslu převážně k výrobě rámu dveří (viz obr. 7) [21]. Jedná se o hlubokotažnou nízkouhlíkovou feritickou ocel, která je mikrolegována titanem s elektrolyticky nanesenou vrstvou zinku. Nominální chemické složení je uvedeno v tabulce 1 a základní mechanické vlastnosti v tab. 2. Materiál je dodáván ve formě svitků s rozměry: tloušťka 0,7 mm a šířka 1610 mm. Hmotnost svitku se pohybuje v rozmezí od 22 000 kg do 27 500 kg. Materiálový list je uveden v příloze 1. Dodavatel oceli DC06 pro experimenty i výrobu je ArcelorMittal a.s.



Obr. 7: Schematicky znázorněné použití různých druhů oceli na jednotlivé části automobilové karoserie.

Tabulka 1: Nominální chemické složení studovaného materiálu [hm. %][21].

C	P	S	Mn	Ti
0,02	0,02	0,02	0,25	0,3

Pozn.: Titan může být nahrazen niobem. Prvky uhlík a dusík by měly být vázány úplně.

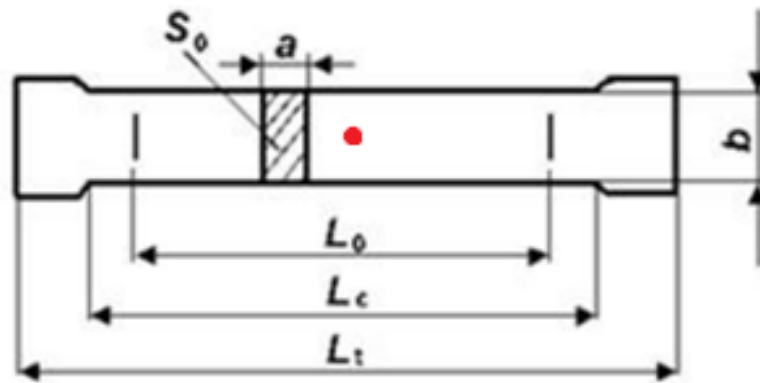
Tabulka 2: Základní mechanické vlastnosti studovaného materiálu [21].

R _e [MPa]	R _m [MPa]	A ₈₀ % min
- / 180	270 - 350	41

3.2 Příprava vzorků

Byly studovány 4 různé typy vzorků. První typ zahrnuje vzorky, jejichž povrch byl záměrně poškozen vrypem vytvořeným pomocí scratchtestu. Účelem tohoto poškození bylo simulovat možné vady povrchu plechu, které mohou vzniknout například při přepravě svitku, či následné manipulaci se svitkem za pomoci jeřábu. Druhý typ vzorků byl poškozen vrtanými otvory, které simulovaly případy, kdy je plech proražen skrz. Zbylé dva typy pochází z defektních dílů přímo z výroby. Jedná se o trhliny nacházející se přímo v ploše deformovaného plechu (obr. 24a,b) a trhliny vycházející z ostré konstrukční hrany na výrobku (obr. 24c).

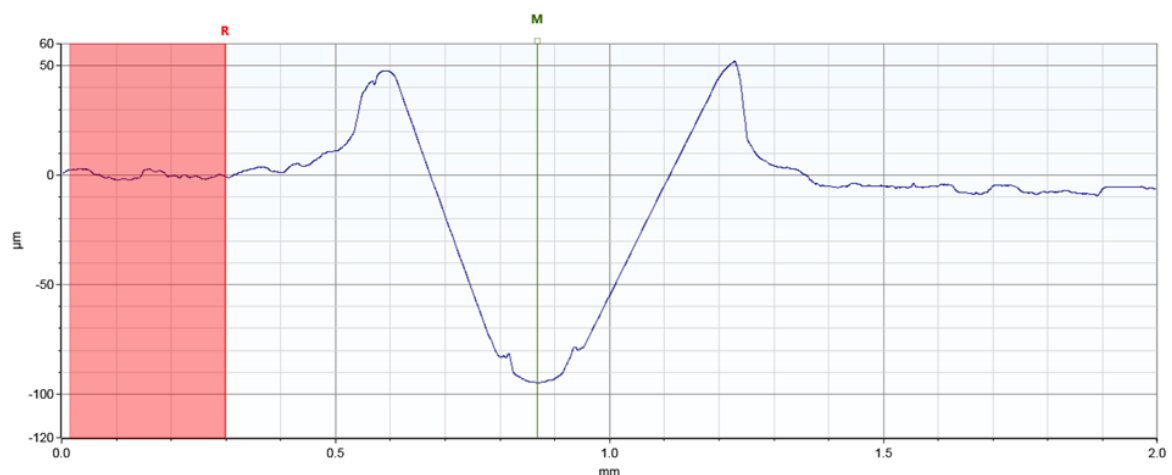
Pro simulované poškození byly připraveny vzorky podle technické normy pro zkoušku tahem ČSN EN ISO 6892-1 (obr. 8a). Vzorky byly nastříhány v technické laboratoři oddělení Svařoven a lisoven (VFS1).



Obr. 8a: Schéma testovaných vzorků. $L_0 = 80 \text{ mm}$; $L_c = 120 \text{ mm}$; $L_t = 220 \text{ mm}$; $a = 0.7 \text{ mm}$; $b = 20 \text{ mm}$; Místo poškození je označeno červenou značkou.

Vryp

U prvních typů vzorků byly za pomoci scratchtestu (osazen Rockwellovým hrotem, CETR Apex / Bruker) připraveny vruby o délce 5 mm pod zatížením 100 N, což odpovídalo hloubce 100 μm (měřeno pomocí mechanického profilometru Bruker Dektak XT – viz obr. 8b), pro posouzení morfologie vrypu posloužil optický mikroskop Zeiss Axio Imager M2m.



Obr. 8b: Profil vrypu získaný pomocí mechanického profilometru. Hloubka je průměrně 100 μm , délka 5 mm a šířka 400 μm nepočítaje pile-up jev.

VRTÁNÍ Ø

Vzorky druhého typu byly navrtány za pomoci ocelového vrtáku s průměrem 1,5 mm. Na tyto vzorky byla následně elektrochemicky nanesena síť za účelem 3D optického měření deformace (ARGUS).

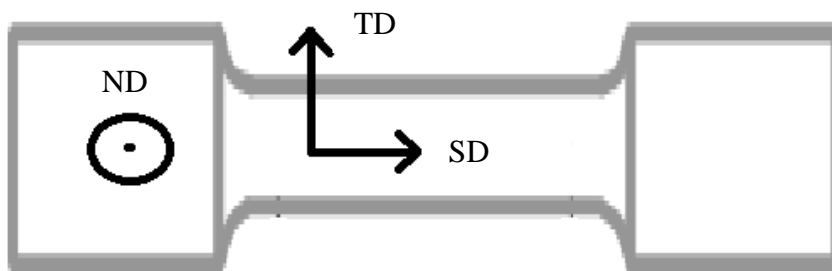
Vzorky vrtané a s vrypem byly deformovány statickou zkouškou tahem na trhačce INSTRON (KMT-TUL, ŠA MB). Zvoleny byly následující míry deformace: vryp - 0, 25 a 50 %, vrtané vzorky - 0, 10 a 20 %.

Kombinací výše uvedených parametrů získáváme celkem 8 různých testovacích vzorků, jejichž označení je uvedeno v tabulce 3.

Tabulka 3: Značení vzorků

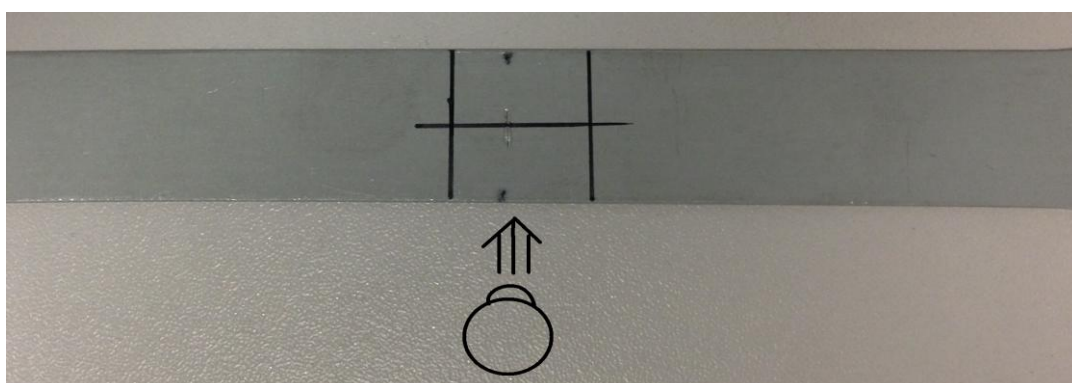
označení	Deformace ε [%]	popis
S0	0	výchozí stav, vryp – 5 mm, 100 N,
S25	25	20 mm tahové prodloužení, vryp – 5 mm, 100 N,
S-P	50	Do přetržení vzorku (při deformaci 40 mm), vryp – 5 mm, 100 N,
V0	0	výchozí stav, vrt Ø 1,5 mm,
V20a	20	16 mm tahové prodloužení, vrt Ø 1,5 mm, elektrolyticky leštěno
V20b	20	16 mm tahové prodloužení, vrt Ø 1,5 mm, mechanicky leštěno
Reálné vzorky z výroby ŠA		
P1		vzorek s trhlinou vycházející z konstrukční hrany
P2		vzorek s trhlinou vyskytující se v ploše

Pro správné vyhodnocení výsledků experimentu je zapotřebí zavést jednotné značení referenčního systému. V této práci bylo zavedeno označení dle obr. 9, [13].



Obr. 9: Zavedené značení souřadného systému. SD (strain direction) – osa rovnoběžná se směrem tahového zatížení; ND (normal direction) – normálový směr obvykle kolmý k nejtenčímu rozměru vzorku; TD (transverse direction) – osa v příčném směru, kolmá k ostatním dvěma.

Následně byla z každého deformovaného vzorku odebrána část pro přípravu metalografických výbrusů. Způsob odběru je zřejmý z obr. 10. Výjimkou byl vzorek V20, kde byla oblast šířící se trhliny studována ve směru ND. Vzorky pro metalografický rozbor byly připraveny standardním způsobem, jejich struktura byla pro optickou a elektronovou mikroskopii zviditelněna elektrolytických leštěním či mechanicko-chemickým leštěním zásaditou koloidní suspenzí OP-S (Struers).



Obr. 10: Způsob odběru vzorku pro metalografický rozbor. Jsou zde vyznačeny linie, které značí řezy metalografickou pilou. Většina vzorků byla studována v řezu plechu kolmo na směr tažení SD.

3.3 Experimentální metody

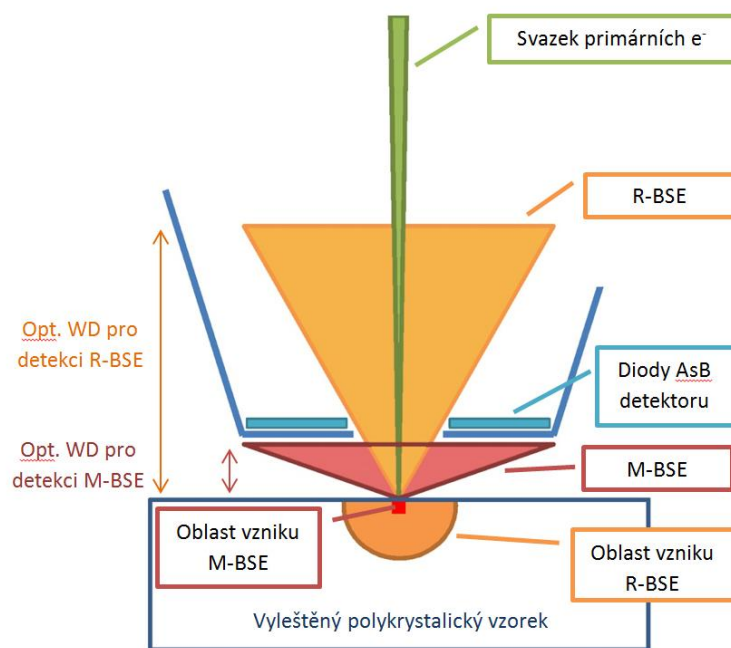
Pro vyhodnocení experimentů byly použity následující přístroje a metody.

3.3.1 Rastrovací elektronová mikroskopie

Detailní studium struktury bylo realizováno na rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) Carl Zeiss ULTRA Plus (obr. 11). K zobrazení struktury zkoumaných materiálů se ukázalo výhodné využívat signál nesený zpětně odraženými elektrony (BSE). K detekci BSE byl FE-SEM vybaven čtyř-kvadrantovým AsB detektorem instalovaným na ústí tubusu. Dle zvolené pracovní vzdálenosti lze pomocí AsB detektoru zobrazit kontrast závisející na chemickém složení (R-BSE – žlutý kužel) nebo na různé orientaci krystalové mřížky (Mott-BSE – červený kužel) – viz obr. 12. Analýzy byly provedeny v Laboratoři analytických metod Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace, TUL.



Obr. 11: Rastrovací elektronový mikroskop (SEM) Carl Zeiss ULTRA Plus – Laboratoř analytických metod Ústavu pro nanomateriály TUL



Obr. 12: Separace signálu neseného BSE změnou pracovní vzdálenosti. Při větší pracovní vzdálenosti převládá chemický kontrast pocházející od rozdílného protonového čísla, zatímco při menší pracovní vzdálenosti je kontrast důsledkem změn orientace krystalové mřížky [13].

3.3.2 Energiově-disperzní rentgenová analýza

Energiově disperzní analýzy (EDS) byly prováděny na FE-SEM Zeiss Ultra Plus, který disponoval EDS detektorem OXFORD X-Max 20 ovládaným prostřednictvím SW AZtec. Pro kvalitativní a kvantitativní analýzy lokálního chemického složení byly využity módy bodové, liniové a mapovací analýzy.

3.3.3 Difrakce zpětně odražených elektronů

Pro krystalografickou a napěťově-deformační charakterizaci byl využit FE-SEM Zeiss ULTRA Plus osazený EBSD detektorem OXFORD Nordlys Nano ovládaný SW Chanell 5 a AZtec. EBSD analýzy byly prováděny na vyleštěných metalografických výbrusech pod náklonem 70° vůči primárnímu elektronovému svazku (viz obr. 6 – kap. 2.2.2). Pro náhled struktury nakloněných vzorečků byl využíván čtyř diodový detektor dopředu odražených elektronů (FSD). Pomocí FSD detektoru lze získat náhled na strukturu v chemickém (horní pár diod) či topografickém (dolní pár diod)

kontrastu. Pro realizaci EBSD analýz byly využity databáze EBSP HKL a NIST. Pro stanovení orientace zrn byl využit režim mapování s následnou generací Eulerových map, IPF map či pólových obrazců. Orientace mřížek fází jsou udávány pomocí Eulerových úhlů.

3.3.4 Měření nanotvrlosti

Ověřování získaných dat z EBSD map měřením gradientů tvrdosti probíhalo v Tribologické laboratoři při oddělení přípravy a analýzy nanostruktur, CxI TUL. Tyto gradienty byly měřeny pomocí přístroje CMS Instruments Indentation tester s nanotvrdoměrem NHTX S/N: 01-03880 (obr. 13). Jako indentor byl použit Berkovichův diamantový hrot BL 25. Gradienty tvrdosti v oblasti trhliny byly měřeny na metalografických výbrusech ve 40 bodech vzdálených od sebe 50 μm při maximálním zatížení 10 mN. Rychlost sestupu a výstupu hrotu byla nastavena na 2000 nm/min s prodlevou 10 s mezi zatížením a uvolněním. Naměřená tvrdost byla SW přepočítána na HV.



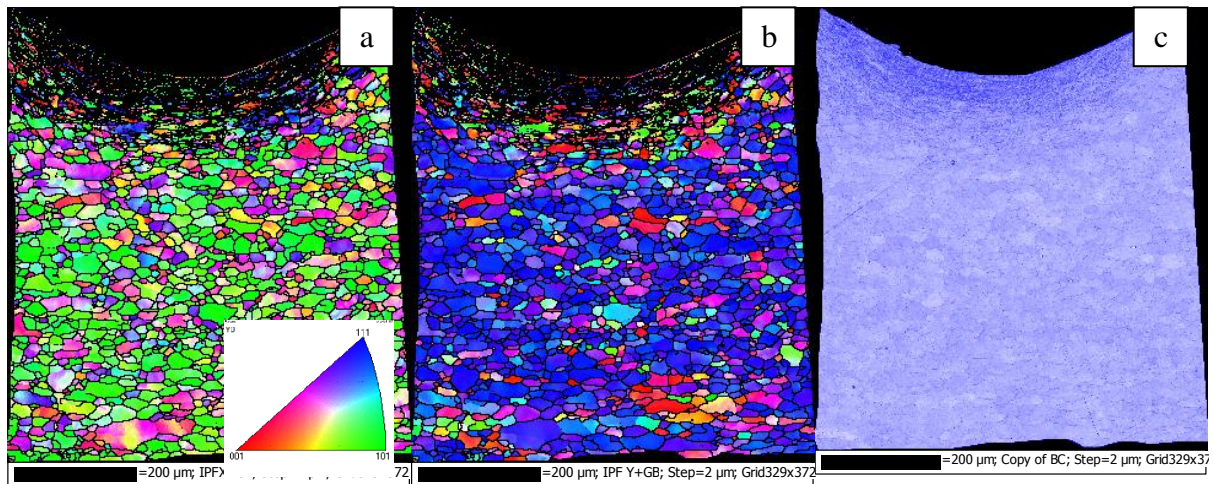
Obr. 13: Přístroj pro měření gradientu tvrdosti – CMS Instruments Indentation tester s nanotvrdoměrem NHTX S/N: 01-03880.

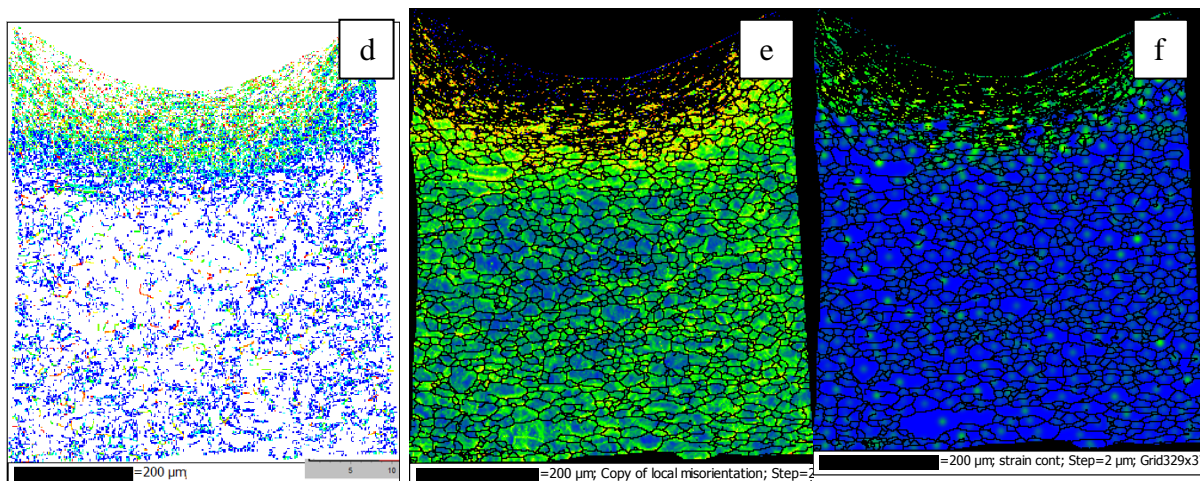
3.3.5 Deformační analýza systémem ARGUS

Pro průmyslové měření hodnot přetvoření u reálných vzorků se s úspěchem využívá optického měřicího systému Argus. Systém se skládá z fotoaparátu s vysokým rozlišením a pokročilého softwaru. Na povrchu nedeformovaných vzorků je elektrochemicky nanесena definovaná síť měřících bodů, která je po tváření zaměřena a vyhodnocena [22].

4 Výsledky

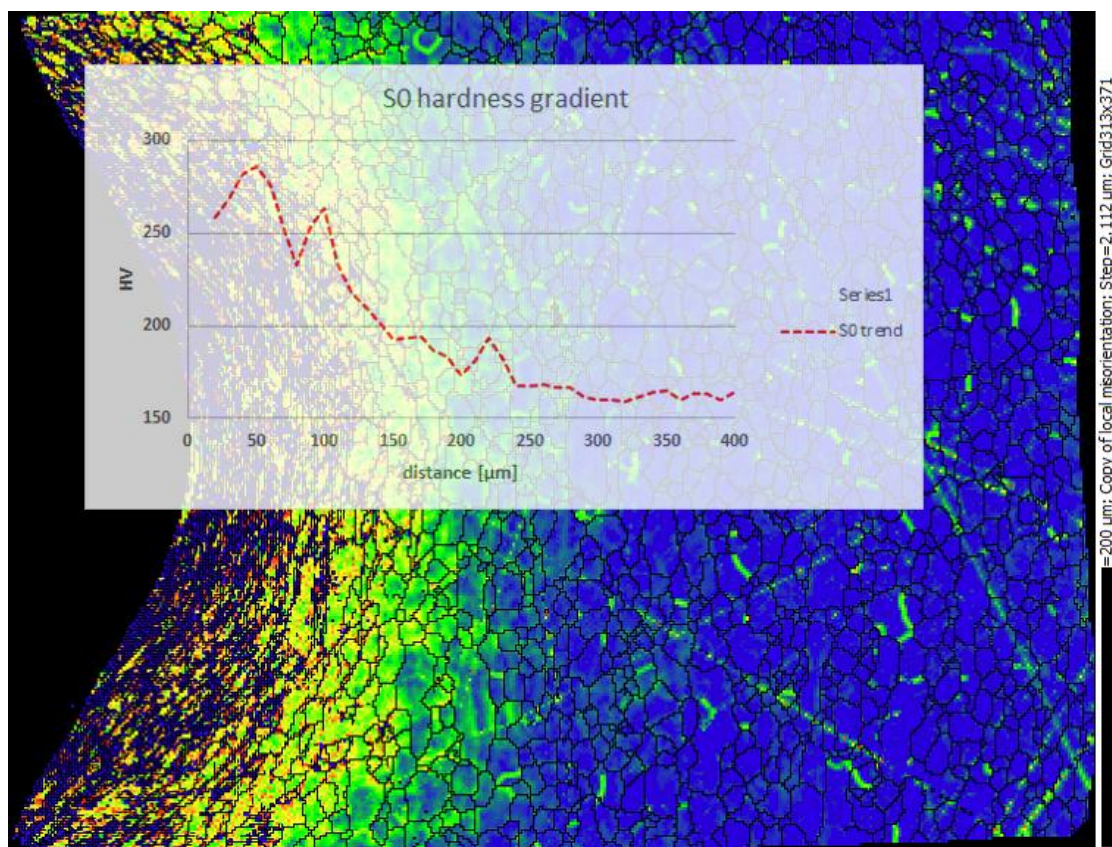
V této DP jsme k vyhodnocení získaných EBSD dat používali pět technik. První technikou je generování IPF map (obr. 14a,b), které graficky znázorňují orientaci krystalové mřížky ve vztahu ke zvolenému souřadnicovému systému. Druhým použitým přístupem je EBSD mapa kvalitativní (Band Contrast Map - obr. 14c), která využívá fakt, že v oblastech s vysokou hustotou dislokací difrakční obrazce ztrácí svou ostrost a kontrast. Třetí z metod je mapa zobrazující rozložení úhlů hranic subzrn ve vzorku (Subgrain Boundary Distribution Maps - obr. 14d). To znamená, že deformované oblasti obsahují větší koncentraci subzrn s malými hraničními úhly ($<10^\circ$). Čtvrtá metoda, zvaná mapa lokálních misorientací (Local Misorientation Map - obr. 14e), zobrazuje deformaci malých oblastí. Spočítá průměrnou dezorientaci mezi každým naměřeným bodem a jeho osmi sousedy. Tyto mapy tedy zobrazují deformaci malých oblastí nezávisle na velikosti zrna. Jiné nastavení těchto map zvané deformační kontrast (Strain Contouring Maps - obr. 14f), využívá posunu Kikuchiho linií od jednotlivých pixelů v závislosti na změnu orientace krystalové mřížky. V průběhu posledního kroku je konstruována mapa celé oblasti s rozdílnou barevnou škálou pro gradient napětí [13],[23]. Jednotlivé přístupy zpracování EBSD dat jsou ilustrovány na obr. 14a-f.





Obr. 14: Vzorek S25, příklady technik zpracování EBSD dat do map. a) IPF X mapa, b) IPF Y mapa, c) EBSD mapa kvalitativní, d) SBD mapa, e) LM mapa, f) Mapa deformačního kontrastu.

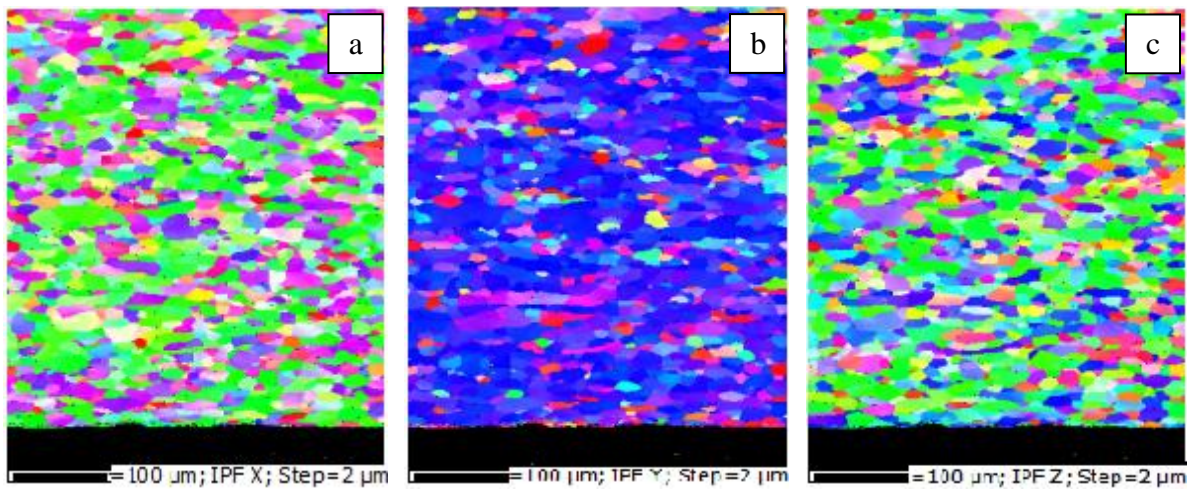
Hodnověrnost získaných map byla ověřena pomocí měření gradientů tvrdosti. Byla prokázána shoda mezi oběma metodami viz obr. 15.



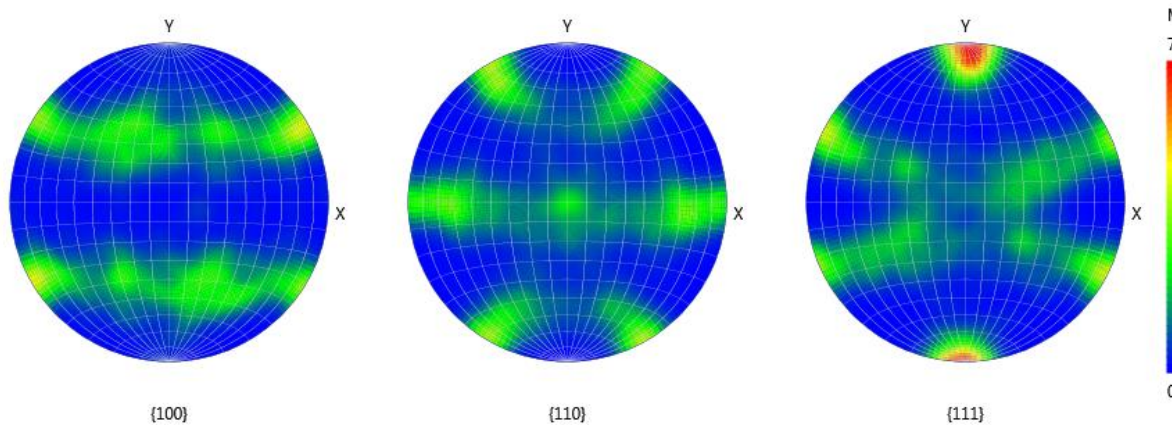
Obr. 15: Porovnání výsledku EBSD LM mapy a měření gradientu nanotvrdosti. V grafu jsou vyneseny získané hodnoty v kombinaci s mapou LM.

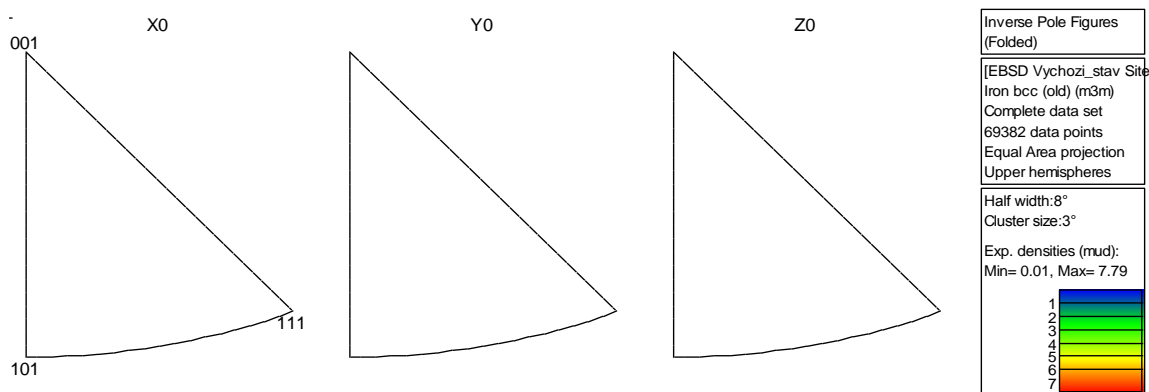
4.1 Výchozí stav

Struktura materiálu ve výchozím stavu je zřejmá z IPF map na obr. 16. Zrno je rovnoměrné, mírně prodloužené v důsledku válcování. Převažující modrá barva v IPF Y mapě značí dominantní orientaci, kdy tělesová úhlopříčka BCC je paralelní k ND ($\langle 111 \rangle \parallel \text{ND}$). Válcovací textura je také dobře zřejmá z pólových a inverzních pólových obrazců (obr. 17). Současně lze pomocí těchto obrazců pozorovat drobnou anizotropii mezi směry SD (X0) a TD (Z0).



Obr. 16: Inverzní pólové mapy nedeformovaného materiálu.



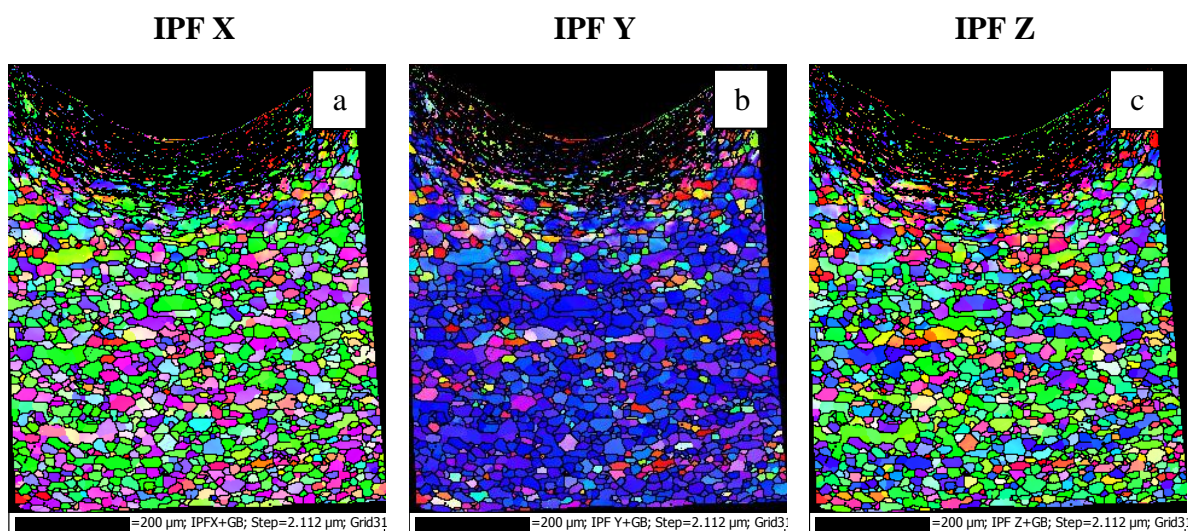


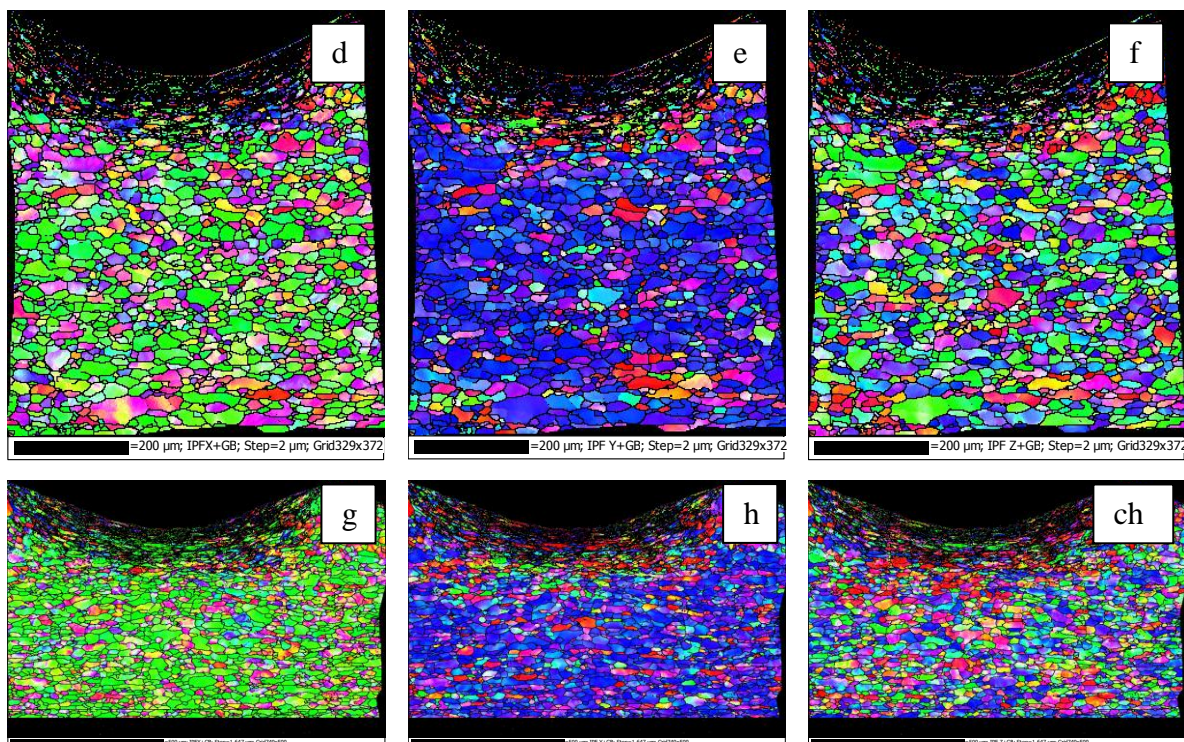
Obr. 17: Pólové a inverzní pólové obrazce nedeformovaného materiálu.

4.2 Vzorky s vrypem

Na této sadě vzorečků byly pomocí scratchtestu vytvořeny vrypy, jejich účelem bylo simulovat možné poškození povrchu např. při přepravě. Vzorky byly následně deformovány jednoosým tahem ($\epsilon = 25$ a 50 %), jeden vzorek byl ponechán tahově nedeformovaný – referenční.

Vliv vrypu a tahové deformace na strukturu vzorků je zřejmý z obrázků 18 a 19. Vryp se projevuje poklesem úspěšnosti indexace, zploštěním a zjemněním zrna v bezprostřední blízkosti vrypu.





Obr. 18: IPF mapy s vyznačenými hranicemi zrn ($GB > 10^\circ$), a-c) S0; d-f) S25; g-ch) S50.

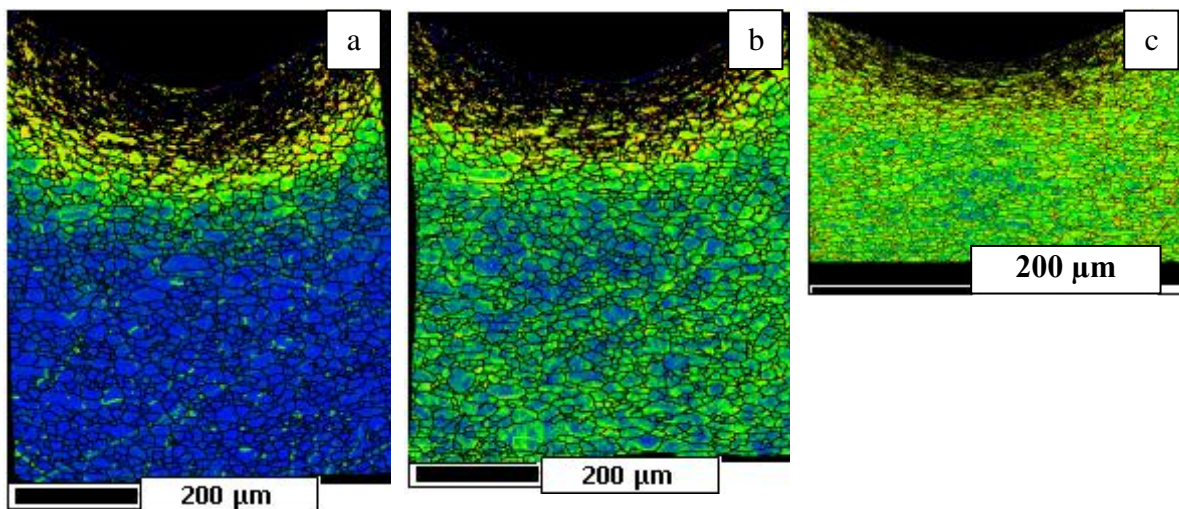
Na mapách IPF X (obr. 18a,d,g) je dobře vidět, že s rostoucí mírou deformace roste i počet krystalových zrn orientovaných stěnovou úhlopříčkou BCC paralelně ke směru tažení ($\langle 110 \rangle \parallel SD$).

Naopak, původně převažující orientovanost tělesových úhlopříček BCC paralelně k ND ($\langle 111 \rangle \parallel ND$) na mapách IPF Y (obr. 18b,e,h) s rostoucí tahovou deformací klesá.

Na orientaci krystalových BCC zrn ve směru TD nebyl očekáván větší vliv tahové deformace, což nám potvrzují mapy IPF Z (obr. 18c,f,ch).

Na obrázku 19 jsou mapy lokální misorientace znázorňující vliv míry tahové deformace. Na tahově nedeformovaném vzorku je zřetelně vidět, že materiál byl v důsledku vrypu přetvořen do hloubky přibližně 270 μm . Deformace vykazuje silně gradientní charakter. S postupující mírou tahové deformace můžeme pozorovat změny také v objemu materiálu pod vrypem (zelená barva). Za povšimnutí stojí méně deformovaná oblast (modrá) v oblasti pod vrypem (obr. 19b,c). Lze usuzovat, že je zde míra plastické

deformace nižší v důsledku deformačního zpevnění materiálu v blízkosti vrypu, kdy tento materiál převzal většinu zatížení.

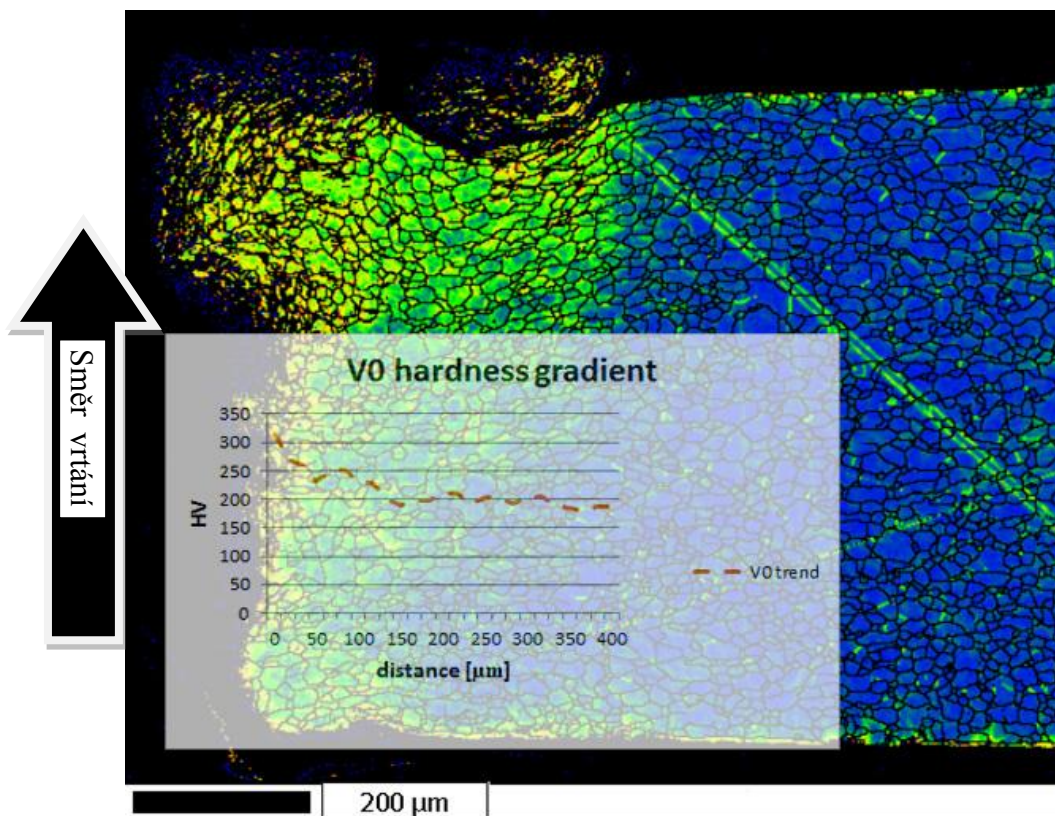


Obr. 19: S: a) S0, b) S25, c) S50; Materiál v oblasti vrypu - vliv míry deformace zobrazený pomocí map lokální misorientace. S tahovou deformací přibývá deformace v objemu.

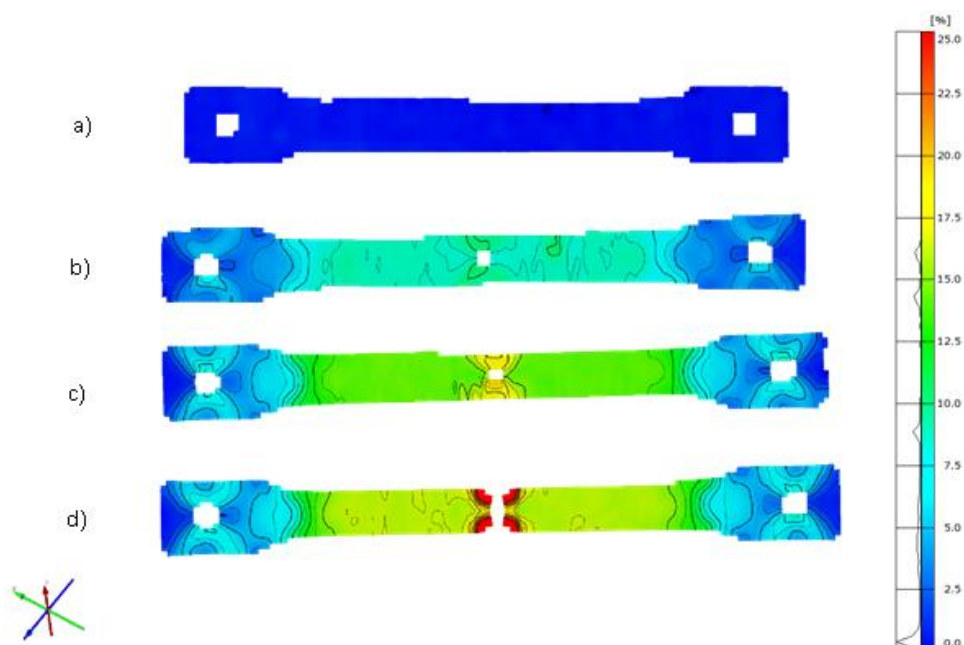
4.3 Vzorky provrtané

Vzorečky použité v tomto experimentu byly provrtány přes šablonu pomocí ocelového vrtáku ($d = 1,5 \text{ mm}$). Účelem takového poškození byla snaha modelovat situaci, kdy je ocelový plech proražen či protržen. Deformace v okolí vrtu je dobře viditelná z obr. 20 a její vliv bylo ověřen naměřeným gradientem tvrdosti. Je zřejmé, že s hloubkou vrtu se postupně rozšiřuje plasticky deformovaná oblast. Zatímco v počátku vrtu byl materiál přetvořen do hloubky přibližně $200 \mu\text{m}$, ve spodní části vzorku zasahuje deformace $540 \mu\text{m}$ do materiálu.

Vzorky byly následně opět deformovány jednoosým tahem ($\varepsilon = 10, 15$ a 20%), jeden vzorek byl ponechán tahově nedeformovaný – referenční. Průběh deformace byl sledován pomocí SW Argus (obr. 21) ze kterého je patrné, že k největšímu přetvoření dochází v bezprostřední blízkosti provrtaného místa, kde dochází ke tvorbě krčků (lokalizaci plastického přetvoření) a následnému šíření trhliny ve směru TD.

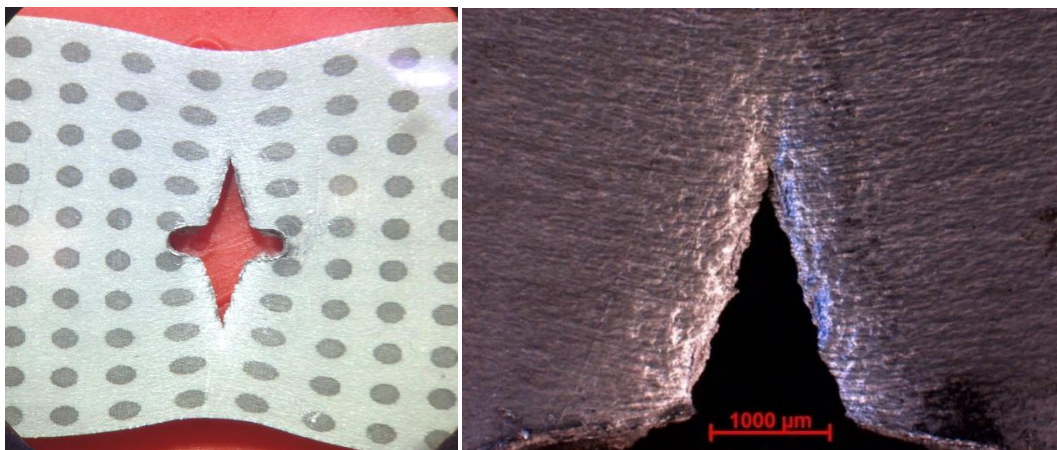


Obr. 20: Řez vzorkem V0 – Local Misorientation mapa. Šipkou je označen směr vrtání.

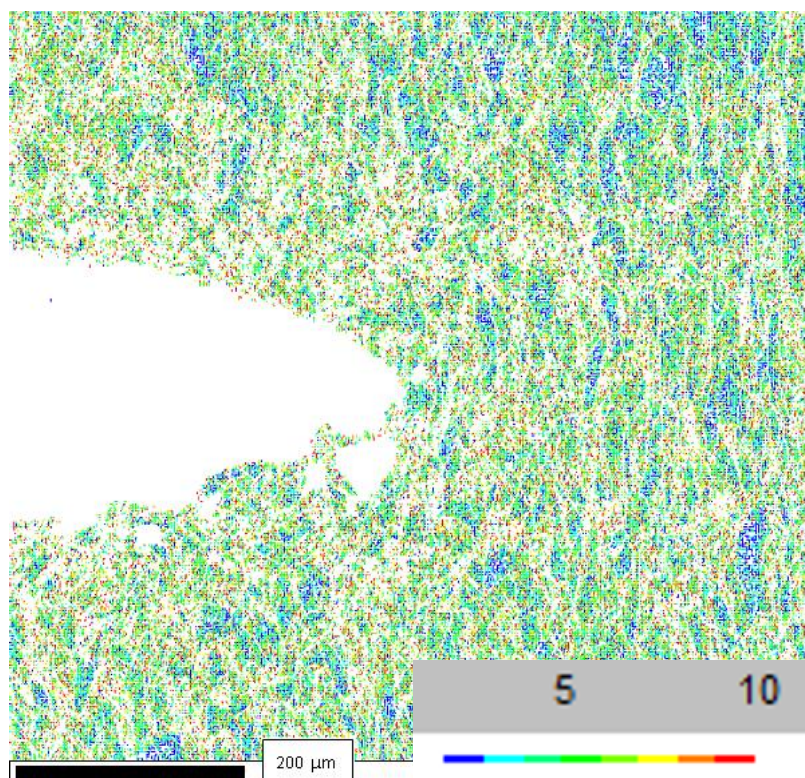


Obr. 21: Grafický výstup optické analýzy ARGUS; a) V0, b) V10, c) V15, d) V20 Barevně je vyznačen procentuální stupeň přetvoření.

V průběhu tahové deformace docházelo postupně k tvorbě krčků (obr. 22) a šíření trhliny kolmo na SD. Při dosažení 20 % přetvoření byla vyčerpána plasticita materiálu a veškerá energie byla dále využita na rozevírání trhliny resp. kinetickou energii oddalujících se částic. Tento jev je dobře patrný na Subgrain boundaries mapě (obr. 23).



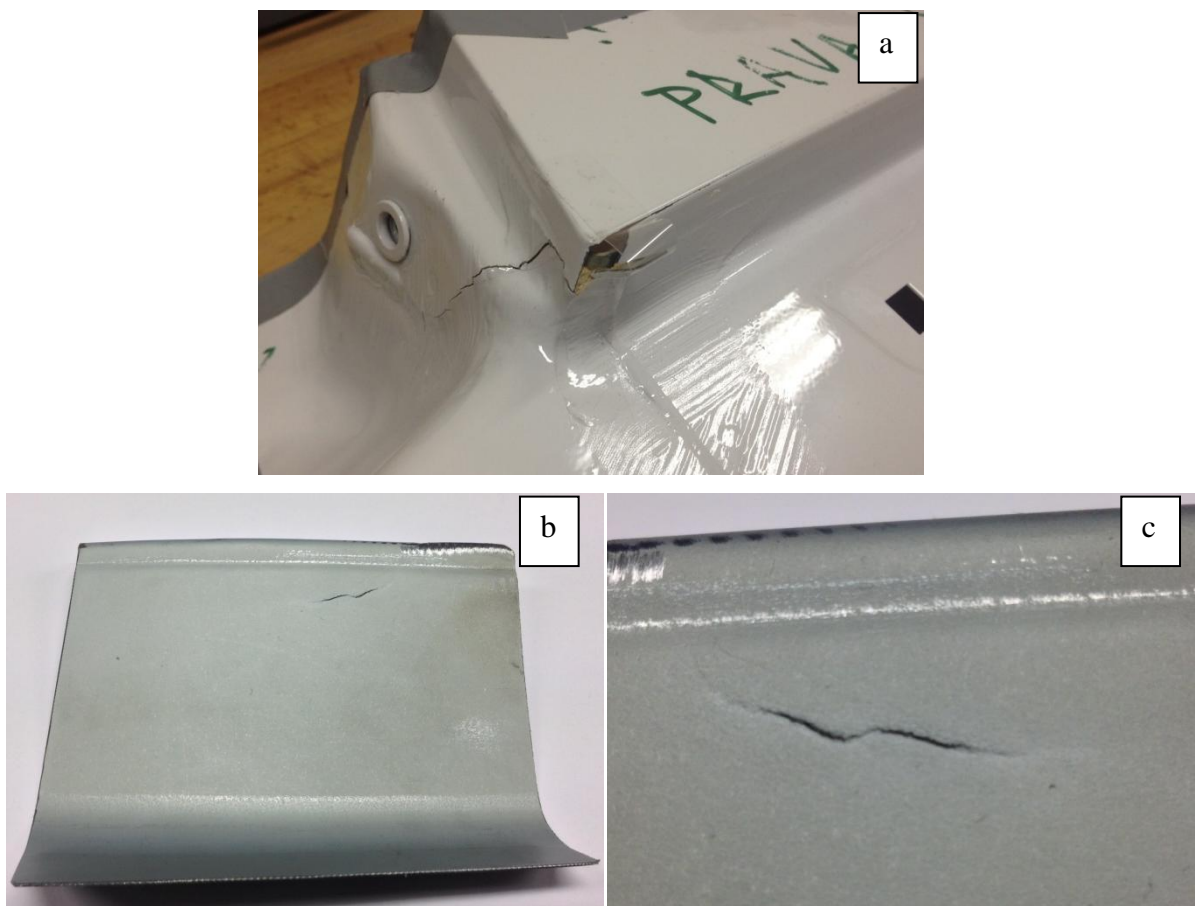
Obr. 22: V20 - OM: Přehledový a detailní snímek trhliny šířící se z místa vrtu kolmo k SD vzorku po 20 % deformaci.



Obr. 23: Subgrain boundaries mapa, V20 – oblast kořene trhliny. Z velkých úhlů hranic subzrn je zřejmé, že v celé oblasti je vysoká míra plastické deformace.

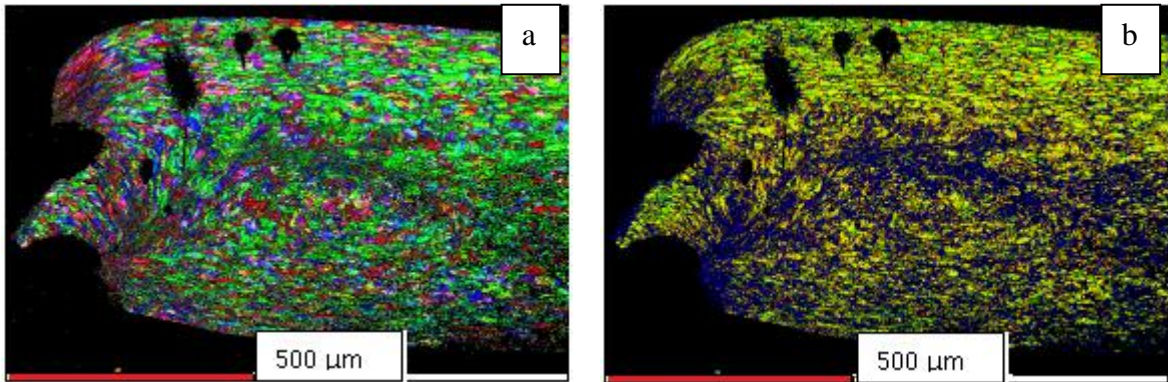
4.4 Reálné vzorky z lisovny ŠA

V této kapitole je snaha přiblížit reálnou analýzu vzorků s trhlinami, jež pocházejí přímo z výroby Škoda Auto, a poukázat tak na využitelnost EBSD metodiky v praxi. Na obr. 24a,c vidíme dvě trhliny, které byly iniciovány odlišným způsobem.

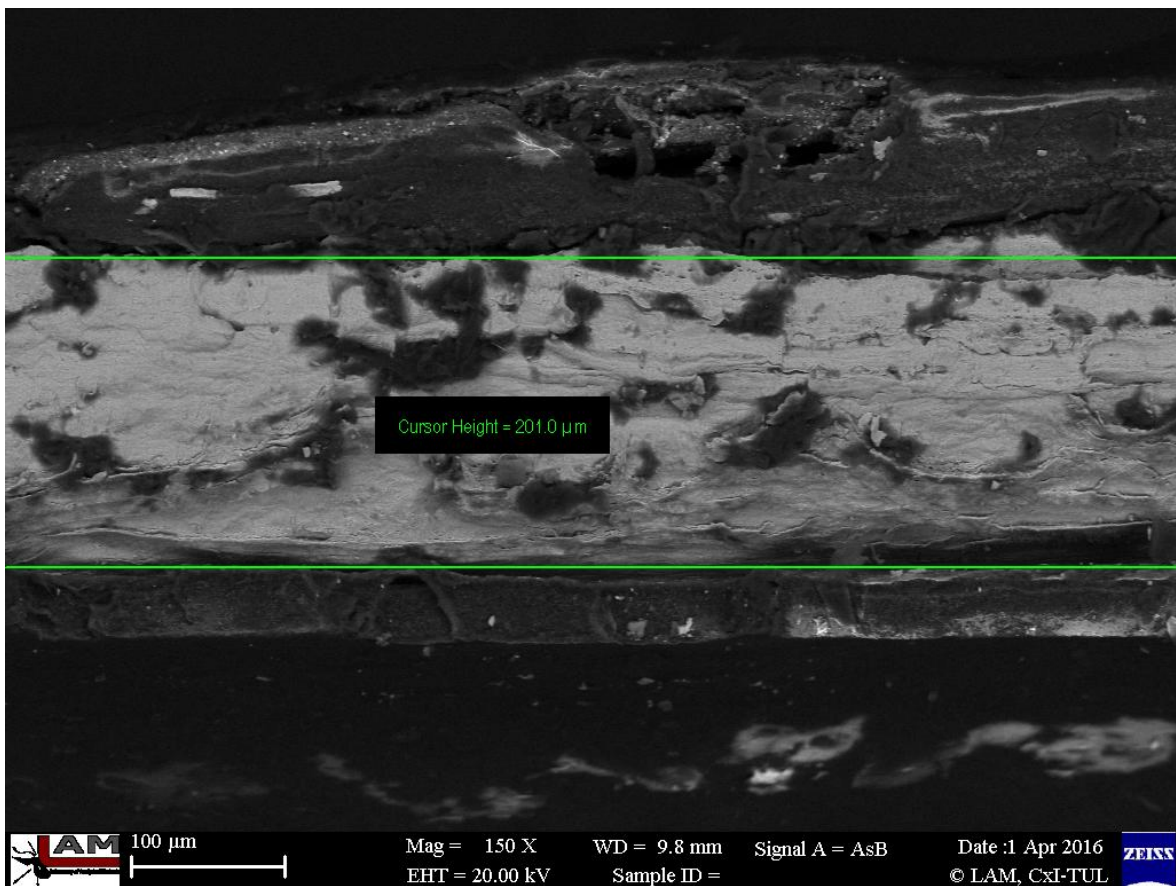


Obr. 24: a) P1 – trhlina vzniklá na ostré hraně bočnice; b) P2 – trhlina v ploše tvářeného materiálu; c) P2 – detail.

Průřez oblastí iniciace lomu z bočnice (obr. 24a) je vidět na obrázku 25. Tyto dvě mapy (obr. 25a,b) nás informují o nadměrném přetvoření materiálu a jeho následném prasknutí v místě, kde došlo k vyčerpání plasticity. Tloušťka materiálu se po přetvoření snížila ze 700 na 200 μm (obr. 26). Takto extrémní přetvoření v kombinaci s malým poloměrem zaoblení prokazatelně způsobilo oslabení materiálu, které vedlo k lomovému porušení.



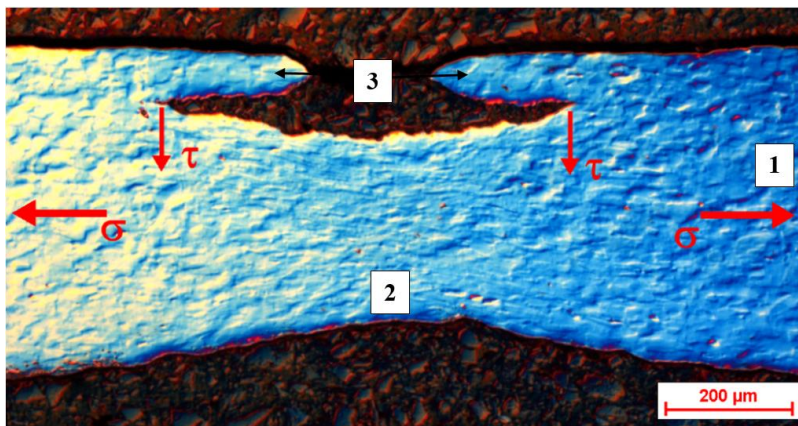
Obr. 25: P1 - oblast iniciace lomu, bočnice, průřez a) IPF X mapa; b) LM mapa.



Obr. 26: P1 – tloušťka deformovaného plechu v místě vzniku trhliny.

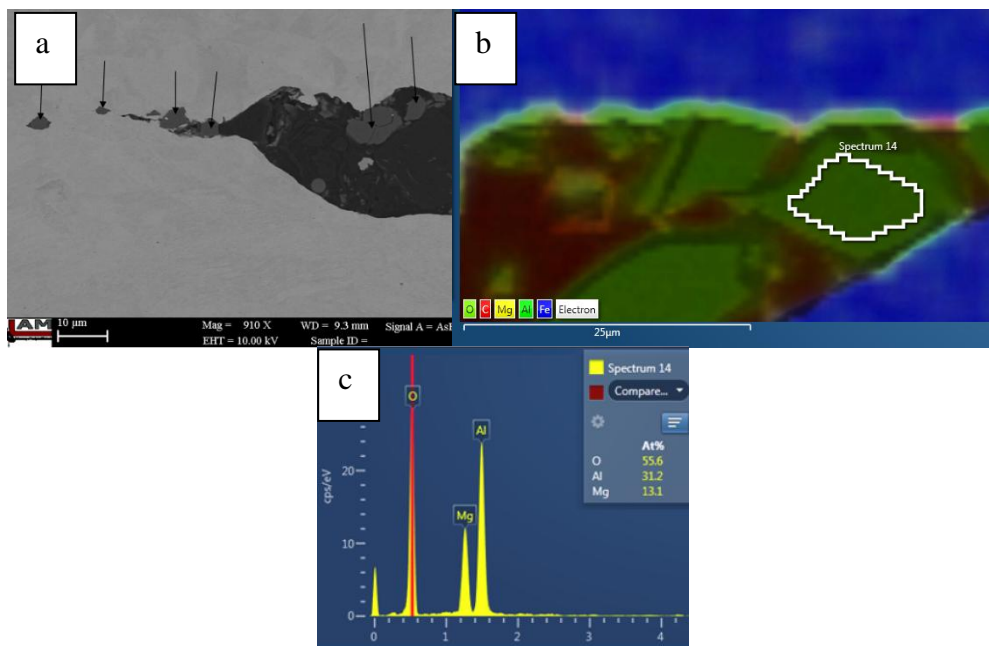
Na snímku 27 vidíme průřez trhlinou podobného charakteru jako na obr. 24b,c. Pro lepší porozumění jsou označeny směry hlavního tahového a smykového napětí. Počáteční tloušťka materiálu byla 0,7 mm. Tvářením se tloušťka materiálu snížila na 0,51 mm (redukce 27 %). Tloušťka v oblasti krčku byla vlivem silné lokální deformace

0,28 mm (za předpokladu, že límeček je nedeformován se dostaneme přibližně na ztenčení 55 %).

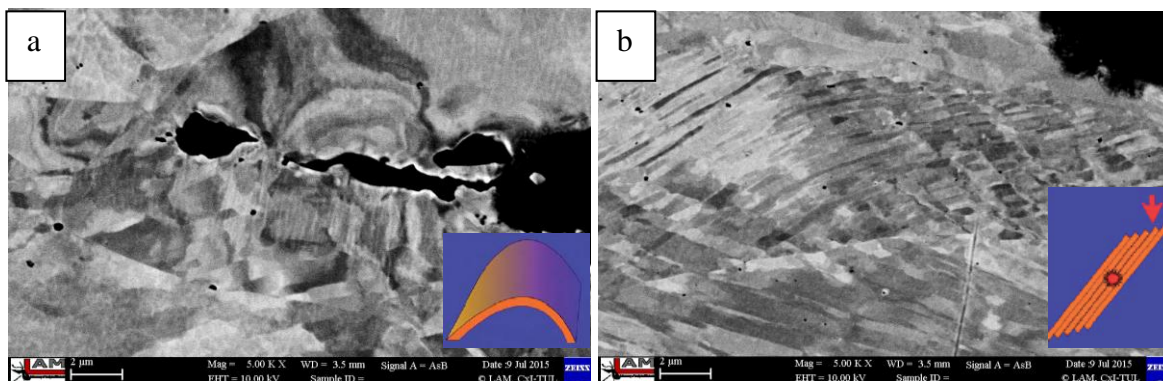


Obr. 27: P2 - průřez trhlinou nalezenou v rámu dveří. Dobře rozpoznatelné části trhliny: okolní plech (1), krček (2) a límeček (3). σ - směr hlavního tahového napětí, τ - směr smykového (tečného) napětí [24].

Obr. 28a zobrazuje chemický kontrast levého kořene trhliny. Uvnitř trhliny a jejím okolí byly nalezeny vměstky (označeny šipkami). Částice byly identifikovány na základě lokální chemické EDS analýzy (obr. 28b,c) jako $MgAl_2O_4$ a získaný EBSP odpovídal BCC krystalové mřížce. Z BSE snímku v orientačním kontrastu (obr. 29) je zřejmé, že přítomné tvrdé částice působí jako koncentrátoři napětí a způsobují iniciaci a šíření trhlin v průběhu tváření.

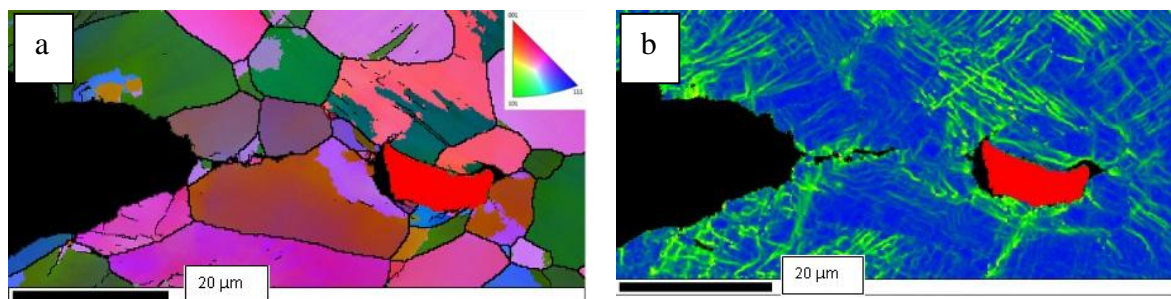


Obr. 28: P2 - a) SEM BSE snímek kořene trhliny. Částice odlišné fáze jsou označeny šipkami. b) EDS mapa znázorňující rozložení prvků. c) Získané ED spektrum a kvantitativní výsledky.



Obr. 29: P2 - Použitím BSE v orientačním kontrastu můžeme snadno sledovat a rozlišit oblasti se zbytkovým napětím a plastickou deformací. a) Elastické pnutí v kořeni trhliny a okolo vměstků viditelné jakožto stínování; b) skluzové deformační pasy vzniklé vlivem tahového namáhání.

Výsledky detailního EBSD mapování jsou zobrazeny na obr. 30. Eulerova mapa (obr. 30a) odhaluje strukturu zrn a je viditelné, že kořen trhliny se šíří po hranicích zrn. Na druhou stranu LMM (obr. 30b) stejného místa trhliny jasně ukazuje vysokou míru napětí v okolí kořene trhliny i okolo přítomných částic. Oblasti s vysokou hustotou dislokací jsou znázorněny světle zelenou barvou.



Obr. 30: P2 - detailní EBSD mapy pravé části trhliny (obr. 27), cizorodá částice je zvýrazněna červenou barvou – značí naprosto odlišnou orientaci vůči původnímu materiálu. a) Eulerova mapa, ze které je zřejmé šíření trhliny po hranici zrn; b) LM mapa zobrazuje napětěvé pole v okolí trhliny a částice – lze si povšimnout šíření kořene trhliny přímo ve směru částice.

Pozorované oblasti s vysokou mírou misorientace v nejbližším sousedství cizích částic potvrzují, že částice působí jako koncentrátor napětí, které vede k prasknutí materiálu v průběhu deformace.

5 Diskuze

Z výše uvedených výsledků a provedených experimentů zasluhují zvýšenou pozornost následující informace.

Příprava vzorků

Aby bylo možné získat dostatečně kvalitní EBSD obrazce, je nutné řádně připravit vzorky (tzv. metalografický výbrus). Ze zkoumaného materiálu jsou nejprve pomocí metalografické pily odebrány jednotlivé vzorky. Tyto vzorky jsou dále zality do vodivé pryskyřice, jejíž největší význam spočívá v odvádění náboje z povrchu. Při použití nevodivé pryskyřice vlivem nahromaděného náboje dochází ke vzniku obrazových artefaktů. Postup leštění připravených vzorků byl optimalizován (menší přítlak, delší časy) tak, aby nedocházelo k vnášení další deformace do vzorku (tab. 4). Alternativní metodou pro přípravu EBSD vzorků je využití elektrolytického leštění. Výhodou tohoto postupu je jednoznačně rychlost, nicméně může docházet k nerovnoměrnému leštění povrchu. Výhodným se ukázalo být finální doleštění fokusovaným iontovým svazkem. Tímto způsobem odstraníme rezidua po mechanickém leštění a oplachu a docílíme tak vyšší kvality EBSP.

Tabulka č. 4 – Upravený postup pro broušení a leštění vzorků pro EBSD

povrch	Piano220 + voda	Largo (9 μm)	Dac (3 μm)	Mol (1 μm)	Nap (1/4 μm)	MD-Chem OP-S (<20 nm)
Přítlak [N]	35	30	30,20	15	10	5
Čas [min]	2	6:30	2 \times 4:30	4:30	2:30	8 min

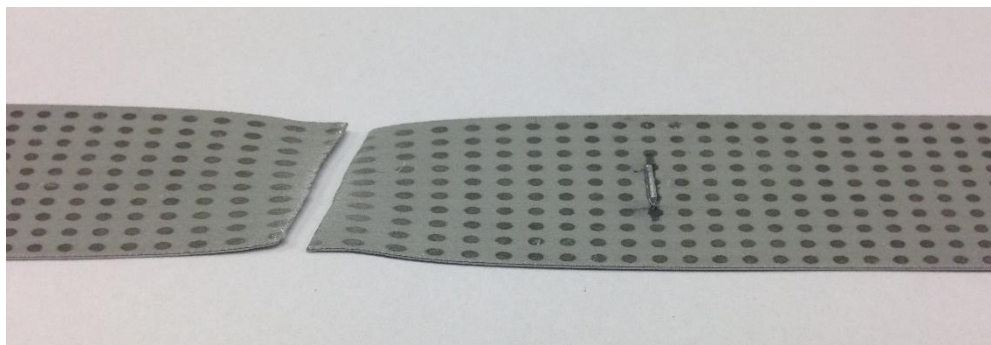
Nastavení parametrů EBSD

Parametry EBSD analýzy byly nastaveny s přihlédnutím ke kvalitě EBSD obrazců a zároveň k potřebnému akvizičnímu času. Nejčastěji byl volen krok 2 μm . Pro mapování se jeví optimální nastavit binning (slučování pixelů) 4x4, což umožnilo skenování větší plochy při zachování jemného kroku.

Získaná EBSD data z mapování byla zpracovávána pomocí SW modulu Tango. Pro deformační analýzy jsou přednostně určeny tři typy map: BC, LMM a SC mapa. Dále bylo vytvořeno makro pro mapování distribuce hranic subzrn přiřazením barevného přechodu úhlovým změnám od 2 do 9° (viz obr. 23). Pro vyhodnocení deformace se ukázaly nejvhodnější LMM a SGBM, které vykazují odpovídající výsledky a jsou schopny zachytit i malý stupeň přetvoření. Jejich výhodou je současně možnost rychlé akvizice dat při využití binningu, jelikož jsou kalkulovány z natočení Kikuchiho obrazců. SC mapa dobře znázorňuje oblasti s vyšší mírou přetvoření, nicméně je málo citlivá na menší přetvoření. Citlivost SD map se s použitím binningu významně snižuje. Nepříliš vhodné se ukázaly BC mapy, které jsou nejvíce citlivé na přípravu vzorku a deformované oblasti jsou nejobtížněji identifikovatelné.

Vzorky s vrypem

Tahová deformace pro vzorky poškozené za pomoci scratchtestu byla zvolena 0, 25 a 50 %. U výchozího stavu S0 (obr. 18a,b,c; obr. 19a) je dobře viditelný vliv vrypu na mikrostrukturu materiálu, stejně jako hloubka, do které je materiál ovlivněn. Při 50 % tahové deformaci (vzorek S50) došlo k přetržení vzorku. Jak je však zachyceno na obrázku 31, k přetržení nedošlo v místě vrypu. Vryp tohoto druhu vytvořil v místě poškození deformačně zpevněnou oblast (obr. 19c). Již při 25 % prodloužení je na mapách lokální misorientace (obr. 19b) dobře patrné místo s menší mírou plastické deformace v oblasti pod vrypem. Z obr. 8b je zřejmé, že použitý hrot scratchtestu měl příliš velký rádius pro vytvoření vrypu dostatečně ostrého pro iniciaci trhliny. Z tohoto pozorování vyplývá, že drobná poškození povrchu plechu vzniklá při přepravě nemají zásadní vliv na tvářitelnost plechů při výrobě karoserií. Stanovení maximálního rádiusu hrotu pro iniciaci trhliny by mohlo být předmětem dalších experimentů.



Obr. 31: Přetržený vzorek S50. Jak je zřejmé, ke tvorbě krčku a následnému přetržení vzorku došlo mimo oblast vrypu.

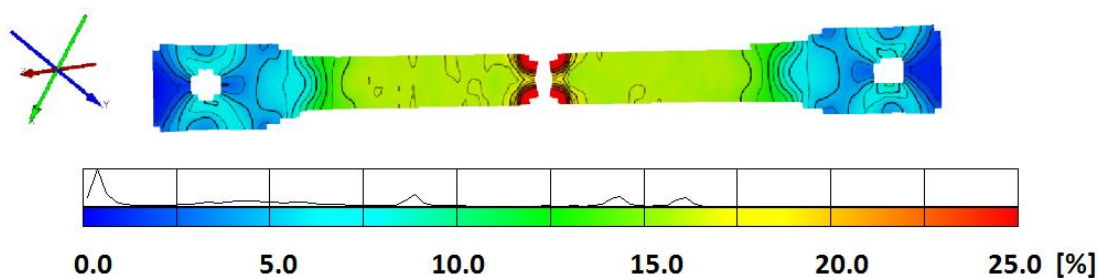
Spolu s tahovou deformací docházelo ke změně přednostní orientace zrn (obr. 18a-ch). V některých případech jsme tak schopni na základě změn orientovanosti struktury před a po tváření určit míru deformace.

Vzorky vrtané

U vrtaných vzorků stojí za povšimnutí výsledná mapa optického měřicího systému Argus pro vzorek V20 (obr. 32). Tento vzorek nebyl zcela přetržen a jeho tahová deformace dosahovala 20 %, nicméně v oblasti trhliny je přetvoření významně vyšší. Program Argus není schopen většího rozlišení, což je spojeno se špatnou indexací v oblasti trhliny. Pro přesnější kvantifikaci míry lokálního přetvoření by bylo vhodné zjemnit bodovou síť a využít například měřicího systému Aramis.

Deformační mapy oblasti vrtu zobrazují gradientní charakter přetvoření materiálu. S rostoucí hloubkou vrtu zasahuje přetvoření hlouběji do materiálu (obr. 20).

Na rozdíl od vzorků s vrypem bylo u provrtaných vzorků pozorováno, že tento typ poškození má zásadní vliv na tvářitelnost materiálu, což je zřejmé i z Hookova zákona (lokální nárůst σ v důsledku zmenšení nosného průřezu S).



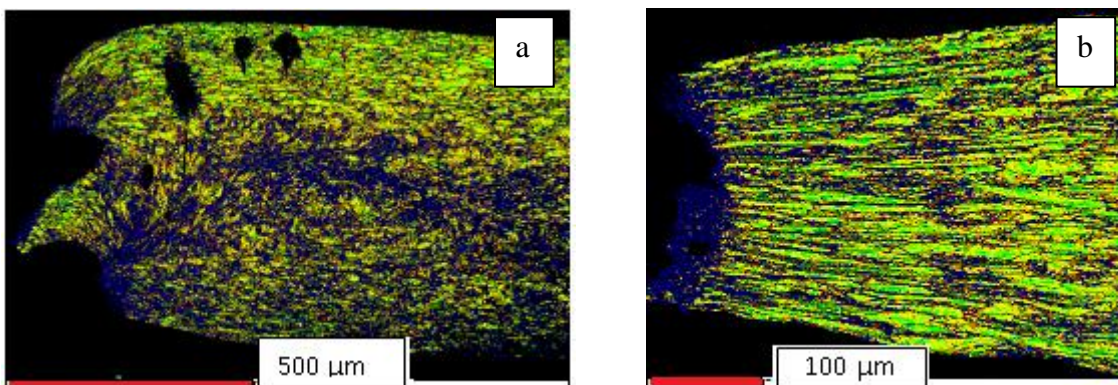
Obr. 32: V20; Výsledek 3D optické analýzy Argus. Míra deformace v okolí vrtu přesáhla indexační možnosti softwaru Argus.

Defektní vzorky z výroby ŠA

Relativně vysoký podíl vzorků z provozu dodaných za účelem stanovení příčiny vzniku defektu byly vzorky typu P2. Tyto vzorky se povětšinou vyznačovaly charakteristickou morfologií trhliny vyskytující se v ploše tvářeného vzorku (obr. 24b,c). Pomocí metalografické analýzy těchto trhlín byly objeveny cizí částice,

které se vyskytovaly v rovině trhliny. EDS analýzou byly tyto vměstky chemicky identifikovány jako $MgAl_2O_4$ (obr. 28). U materiálu dochází vlivem tahového napětí k tvorbě krčku, zatímco současně působící smykové napětí otevírá trhlínu paralelně s rovinou plechu (obr. 27) [24]. Jak je zřejmé z obr. 30a, trhlína se intergranulárně (po hranicích zrn) šíří směrem k dalším částicím, na nichž je patrná koncentrace napětí (obr. 30b). Na obr. 29a (orientační kontrast pomocí BSE) jsou napěťové zóny v okolí tvrdých částic a okolo kořene trhliny dobře viditelné. Je jasné, že za tento typ vady nese plnou zodpovědnost výrobce materiálu.

V menší míře se vyskytující, ale o to závažnější jsou trhliny typu P1. Na obrázku 33 jsou k porovnání dvě mapy lokální misorientace, kde první mapa LMM (obr. 33a) zachycuje dvě hlavní lomová ohniska na reálném vzorku P2 ze ŠA. Stojí za povšimnutí, že materiál je v těchto místech téměř amorfizován, a to dokonce ve větší míře než v místě přetrhu simulovaného vzorku S50 (obr. 33b), který byl přetržen při tahové zkoušce. Z obr. 33a je také zřejmé, že ke vzniku vady typu P1 došlo v důsledku extrémního přetvoření materiálu.



Obr. 33: a) P2 bočnice - LMM b) S50 - LMM v místě přetržení.

Za výskyt podobných defektů jsou zodpovědní především designéři resp. nedostatečná komunikace mezi designéry a technologi v otázce agresivních tvarů a tváritelnosti materiálu.

Hodnocení reálných vzorků s trhlinami ve vztahu dodavatel vs. Škoda Auto

Účelem zavádění nových přístupů k hodnocení deformace jsou v drtivé většině případů spory o finanční náhradu poškozeného materiálu. Experimentální výsledky prokázaly, že důslednou studií těchto defektů lze vznik podobných trhlin objasnit, nebo dokonce predikovat a zabránit.

Metodika vyvíjená v této DP se osvědčila a na základě toho byla využita i pro řešení zakázek z externích firem např: napětím iniciovaná lokální koroze; nestabilita PVD procesu při naprašování tenkých vrstev; stanovení původu deformace střešních nosníků apod.

6 Závěr

V rámci této DP byla úspěšně zavedena a optimalizována metodika využití EBSD pro studium deformačního chování hlubokotažných plechů ve spolupráci s oddělením lisovny Škoda Auto Mladá Boleslav.

EBSD technika umožňuje studovat jemné deformační struktury, malouhlové rozložení hranic subzrn a i velmi malé oblasti (řádově desítky nanometrů) s výskytem dislokací.

Struktura zrn a textura byla pozorována skrze IPF mapy, které jasně ukazují orientaci krystalové mřížky ve vztahu k osám vzorku.

Zpracování EBSD dat do map umožňuje zobrazit deformační a napěťový stav v materiálu. Deformace byla zobrazena použitím odlišných EBSD map. Pro deformační studie se ukázalo nejvýhodnější využít map lokálních misorientací a map rozložení úhlů hranic subzrn.

Měření gradientu nanotvrdosti dobře koreluje se získanými EBSD daty. Tato skutečnost nám potvrdila vhodnost EBSD techniky pro budoucí studium deformačního chování materiálu.

Výsledky DP byly průběžně publikovány na mezinárodních konferencích a v odborných časopisech.

7 Doporučení pro další výzkum

Kvantifikace zbytkového napětí pomocí RTG difrakce.

Simulace ostrého řezu/vrubu pomocí vodního paprsku nebo laseru.

Podrobnější studium deformace za pomoci 3D optického měření ARAMIS.

Korelace výsledků s dalšími metodami např. již zmiňovaný Berghausenův šum.

8 Poděkování

Velmi rád bych touto cestou poděkoval všem mým blízkým a kolegům, kteří mi pomohli dokončit tuto práci. Za všechny chci zejména jmenovat vedoucího diplomové práce pana doktora Ing. Pavla Kejzlara, Ph.D., a dále také konzultanty DP pani doktorku RNDr. Věru Vodičkovou, Ph.D. a pana Ing. Tomáše Pilvouseka ze společnosti Škoda Auto.

Děkuji také ostatním zaměstnancům TUL, kteří mi věnovali svůj čas a usíli. Jmenovitě děkuji panu Ing. Lukáši Voleskému, paní Ing. Zuzaně Andršové, Ph.D. a panu docentu Ing. Pavlu Solfronkovi, Ph.D.

Děkuji také firmě ŠA MB, bez které by tato práce nemohla vzniknout a projektům SGS a NPU za finanční podporu při prezentaci dosažených výsledků na konferencích.

9 Bibliografie

1. ŠKODA Auto – interní dokumentace
2. ALAXIN, Ján. *Fyzikální metalurgie I. Vyd. 2.* Liberec : Vysoká škola strojní a textilní, 1987.
3. VELES, Pavol. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov. 1.vyd.* Bratislava : Alfa, 1985.
4. NÁHLÍK, L. a HUTAŘ, P.,. *Únava a lomová mechanika : Základy lomové mechaniky.* [online], 2007 [23.2.2016].
Dostupné z http://student.chytrak.cz/unava/08%20zaklady_LM.pdf.
5. Karol, Kálna. *Úvod do lomovej mechaniky.* Bratislava: WELDTECH, 1996.
6. BANKS T. M., GARLICK A. The form of crack tip plastic zones. *Engineering fracture mechanics.* Elsevier, 1984, vol. 19, no3, pp. 571-581 (14 ref.), Sv. ISSN 0013-7944.
7. UGUZ, A a John W. MARTIN. Plastic zone size measurement techniques for metallic materials: Lecture Notes from the 2nd ERCOFTAC Summerschool hel in Stockholm, 10-16 june, 1998. *Materials Characterization.* 1996, 37(2-3), 105-118. DOI: 10.1016/S1044-5803(96)00074-5. ISSN 10445803.
Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580396000745>
8. C. Bathias, R. M. Pelloux. Fatigue crack propagation in martensitic and austenitic steels. *Metallurgical Transactions.* 1973-05, Sv. ISSN: 1543-1916, DOI: 10.1007/BF02644521, stránky Volume 4, Issue 5, pp 1265-1273.
9. M. Clavel, D. Fournier, A. Pineau. Plastic zone sizes in fatigued specimens of INCO 718. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 1975-12, Sv. ISSN: 1543-1940, DOI: 10.1007/BF02818660.
10. M. Neslušán, R. Farda, K. Kolařík, J. Čapek. *Barkhausen Noise Emission in Case – Hardened Bearing Steels.* Manufacturing Technology, Vol. 16, No. 1, 2016-02. ISSN: 1213-2489.
11. Doc. RNDr. IVO KRAUS, CSc. *Úvod do strukturní rentgenografie.* Praha : Academia, 1985. 21-014-85.
12. MAITLAND, Tim a SITZMAN, Scott. *Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples.* Berlin : Springer, 2007.
13. *EBSD Oxford Instruments* [online]. Abingdon, Oxfordshire OX13 5QX United Kingdom: Oxford Instruments Plc, 2016 [cit. 2016-03-08]. Dostupné z: <http://www.ebsd.com/>
14. PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I.* Brno : CERM, 2001. ISBN 80-7204-193-2.

- 15.** Račanský, D. Scintilační detektor sekundárních elektronů pro VP SEM. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 50s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc..
- 16.** REIMER, L. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. ISBN 0387135308. : Springer-Verlag, 1985. 457 s. ISBN 0387135308..
- 17.** Zhou, Weilie, Wang. *Scanning microscopy for nanotechnology: techniques and applications*. New York : Springer,, 2007. ISBN 0-387-33325-8.
- 18.** MAN, O. Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materialovém inženýrství. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 129 s. Vedoucí dizertační práce prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.
- 19.** SCHWARTZ, Adam J, Mukul KUMAR a B ADAMS (eds.). *Electron backscatter diffraction in materials science*. New York : Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. ISBN 0-306-46487-X.
- 20.** Day, A. P. et al. Channel 5 User Manual. *HKL Technology A/S*. 2001.
- 21.** NORMA, TECHNICKÁ. *Electrolytically zinc coated cold rolled steel flat products for cold forming*. Technical delivery conditions. English version of DIN EN 10152:2009-07.
- 22.** ARGUS - Optical Forming Analysis. GOM MBH [online]. 2009 [cit. 2012-05-06]. Dostupné z: <http://www.gom.com/metrology-systems/sheet-metal-forming.html>
- 23.** WRIGHT, Stuart I., Matthew M. NOWELL a David P. FIELD. A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction: Erbbaurechtsverordnung. *Microscopy and Microanalysis*. 2011, 17(03), 316-329. DOI: 10.1017/S1431927611000055. ISSN 1431-9276.
Dostupné z: http://www.journals.cambridge.org/abstract_S1431927611000055
- 24.** Kejzlar P., Pilvousek T. a Tregler M. *Determination of DC06+ZE sheet crack cause*. Liberec : Local mechanical properties, 2015., ISSN 1012-0386, doi 10.4028.

10 Vlastní publikace týkající se problematiky řešené v diplomové práci

- 1) Kejzlar P., Pilvousek T. a Tregler M.: *Determination of DC06+ZE sheet crack cause*. Liberec : Local mechanical properties, 2015., ISSN 1012-0386, doi 10.4028.
- 2) Tregler M., Kejzlar P., Pilvousek T., Andršová Z., Voleský L.: *The Study of Deformation Behaviour of DC06 Deep Drawing Steel*. Manufacturing Technology, Vol. 16, No. 1, pp 284-289, 2016-02. ISSN: 1213-2489.
- 3) Kejzlar P., Andršová Z., Švec M., Tregler M.: *Possibilities of usage of EBSD for study of DC06 steel deformation*. In: 16th International Symposium on Metallography and Materials science. 20.-22.th April Stará Lesná, Slovak republic.