



Diplomová práce

Studium vlivu prodlevy na kalící teplotě na strukturu a technologické vlastnosti Al-Si vrstev deponovaných na 22MnB5 ocelích

Studijní program:

N0715A270015 Materiály a technologie

Autor práce:

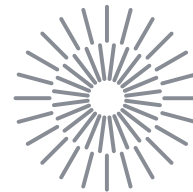
Bc. Adam Hofman

Vedoucí práce:

Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.

Katedra materiálu

Liberec 2023



Zadání diplomové práce

Studium vlivu prodlevy na kalící teplotě na strukturu a technologické vlastnosti Al-Si vrstev deponovaných na 22MnB5 ocelích

<i>Jméno a příjmení:</i>	Bc. Adam Hofman
<i>Osobní číslo:</i>	S22000215
<i>Studijní program:</i>	N0715A270015 Materiály a technologie
<i>Zadávající katedra:</i>	Katedra materiálu
<i>Akademický rok:</i>	2023/2024

Zásady pro vypracování:

1. Zpracujte rešerši zaměřenou na aplikace Al-Si vrstev na manganboridových ocelích a intermetalika na bázi Al-Fe(Si)
2. Připravte vzorky s různou dobou prodlevy na kalící teplotě
3. Vyhodnoťte strukturu povrchových vrstev po zakalení
4. Vyhodnoťte vliv doby prodlevy na kvalitu odporových svarů
5. Vyhodnoťte výsledky, stanovte závěry

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy: 50-70
Forma zpracování práce: tištěná/elektronická
Jazyk práce: čeština

Seznam odborné literatury:

RAGHAVAN, V. Al-Fe-Si (aluminum-iron-silicon). *Journal of Phase Equilibria*. 2002, 23(4), 362-366. ISSN 1054-9714.
MARKER, Martin C.J., et al. Phase equilibria and structural investigations in the system Al-Fe-Si. *Intermetallics*. 2011, 19(12), 1919-1929. ISSN 09669795.
KOLAŘÍKOVÁ, Marie, et al. THE CHARACTERISTICS OF Al-Si COATING ON STEEL 22MnB5 DEPENDING ON THE HEAT TREATMENT. *Acta Polytechnica*. 2019, 2019-08-31, 59(4), 352-358 [cit. 2023-09-19]. ISSN 1805-2363.
KLASSEN, C.M., R.D.L. SMITH a K.J. DAUN. Characterizing the Al Si coating on 22MnB5 steel using Raman spectroscopy. *Materials Characterization*. 2022, 189. ISSN 10445803.

Vedoucí práce: Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.
Katedra materiálu

Datum zadání práce: 9. listopadu 2023
Předpokládaný termín odevzdání: 5. června 2025

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
děkan

L.S.

doc. Ing. Adam Hotař, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, 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 nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

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

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má diplomová práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

Poděkování

Rád bych tímto poděkoval vedoucímu diplomové práce Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ph.D. za věcné připomínky a rady v průběhu tvorby této práce a s tím spojenými experimenty. Dále členům katedry strojírenské technologie a katedry materiálů, jejichž rady a přístup mě směřoval jak v průběhu studia, tak v průběhu psaní této diplomové práce.

Tato práce by nemohla vzniknout bez kolektivu firmy Škoda Auto a.s. především oddělení technického servisu lisoven a svařoven, kde bych rád jmenovitě poděkoval Ing. Jaroslavu Petru-Soini, Ph.D. za vstřícnost a pomoc při řešení otázek spojených s tvorbou závěrečné práce.

Také bych zde rád poděkoval své rodině a blízkým, kteří mě v mém studiu po celou dobu podporovali. Velké dík patří také mé partnerce Mgr. Michaele Malé, která mě vždy nejen podporovala, ale denně se mnou prožívala radosti i strasti studia.

Abstrakt

V diplomové práci je zkoumán vliv tepelného zpracování na strukturu Al-Si povlaku deponovaného na vysokopevnostní martenzitické oceli 22MnB5. Technologické parametry tepelného zpracování u tváření za tepla vycházejí přímo z průmyslové praxe a jejich výsledný vliv byl pozorován v následných operacích. V teoretické části práce jsou obecně představeny základní skupiny materiálů využívaných v automobilovém průmyslu, konvenční způsoby tváření a charakterizace ochranných povlaků vysokopevnostních materiálů. Experimentální část práce je věnována strukturní analýze ochranných povlaků pomocí optické a elektronové mikroskopie s využitím mikroanalýz. V druhé etapě experimentu dochází ke svařování vzorků a následné analýze změn ve struktuře. Svařené vzorky jsou dále podrobeny mechanickým zkouškám a výsledky vyhodnoceny. Strukturní analýza prokázala vznik pásovité struktury, kde vlivem difuze docházelo ke střídání intermetalických fází, především fází Al_5Fe_2 a $AlFe$. Z výsledků mechanických zkoušek nebylo pozorováno takové ovlivnění materiálu, které by mělo zásadní vliv na výslednou únosnost svarového spoje.

Klíčová slova:

Odlehčení vozu, vysokopevnostní oceli, 22MnB5, Al-Si povlak, Al-Si-Mg povlak, tváření za tepla, difuze, intermetalické fáze, struktura

Abstract

This thesis investigates the effect of heat treatment on the structure of an Al-Si coating deposited on high-strength martensitic steel 22MnB5. The technological parameters of heat treatment during hot forming are directly derived from industrial practice, and their resulting influence was observed in the following operations. The theoretical part of the thesis provides a general overview of the basic material groups used in the automotive industry, conventional forming methods, and the characterization of protective coatings for high-strength materials. The experimental part of the thesis focuses on the structural analysis of protective coatings using optical and electron microscopy with microanalysis. The second stage of the experiment involves welding the samples and subsequent analysis of structural changes. The welded samples are further subjected to mechanical tests and the results are evaluated. Structural analysis revealed the formation of a banded structure, where diffusion led to the alternation of intermetallic phases, primarily Al_5Fe_2 and AlFe . The results of mechanical tests did not show any significant influence on the material that would have a fundamental impact on the ultimate strength of the welded joint.

Key words:

Vehicle lightweighting, high-strength steels, 22MnB5 steel, Al-Si coating, Al-Si-Mg coating, hot forming, diffusion, intermetallic phases, structure

Obsah

Seznam jednotek a zkratek	9
Seznam obrázků.....	11
Seznam tabulek.....	13
Seznam grafů	14
1 Úvod	15
2 Teoretická část	16
2.1 Materiály v automobilovém průmyslu	16
2.1.1 Oceli pro stavbu karoserie osobních vozidel.....	18
2.1.2 Materiál 22MnB5	24
2.2 Technologie tváření za tepla a PHS (Press Hardening Process).....	26
2.2.1 Přímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě.....	26
2.2.2 Nepřímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě	27
2.3 Ochrana plechů při výrobě karoserie	28
2.3.1 Ochranné Al-Si povlaky	30
2.3.2 Problematika tvorby Al-Fe, Al-Fe-Si fází po TZ.....	31
2.3.3 Vliv Al-Si povlaků na svařitelnost.....	36
2.3.4 Al-Si-Mg povlaky	37
3 Experimentální postup.....	39
3.1 Zkoumaný substrát a ochranné vrstvy	40
3.2 Analýza povlaků	42
3.3 Odporové svařování.....	45
4 Výsledky	48
4.1 Analýza povrchu	48
4.1.1 Vyhodnocení plošné drsnosti povrchu	49
4.1.2 Chemické složení povrchu	51
4.2 Strukturní a chemická analýza metalografického výbrusu.....	52

4.2.1 Výsledky optické mikroskopie	52
4.2.2 Vyhodnocení EDS analýzy	55
4.2.3 Vyhodnocení EBSD analýzy	61
4.3 Vyhodnocení mechanických zkoušek svarů	62
4.3.1 Statická zkouška únosnosti.....	62
4.3.2 Dynamická zkouška únosnosti	65
4.4 Metalografické vyhodnocení svaru	66
5 Diskuze	68
6 Závěr.....	72
7 Seznam použité literatury	73

Seznam jednotek a zkratek

Zkratka	Význam	Jednotky
$R_{p0,2}$	Smluvní mez kluzu	MPa
R_m	Smluvní mez pevnosti	MPa
A_{80}	Tažnost	%
SEM	Skenovací Elektronová Mikroskopie	
EDS	Energiově Disperzní Spektrometrie	
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů (Electron Backscatter Diffraction)	
TZ	Tepelné zpracování	
T_{AUS}	Teplota austenitizace	
BCC	Tělesově středěná kubická mřížka (Body Centered Cubic)	
AS	Obchodní označení ochranného povlaku Al-Si	
ASPro	Obchodní označení ochranného povlaku Al-Si-Mg	
ŠA	Škoda Auto a.s.	

Sa	Průměrná aritmetická výška (průměrná drsnost 3D povrchu) - ČSN EN ISO 25178	μm
Sz	Maximální výšku povrchu (rozdíl výšek mezi nejnižší prohlubní a nejvyšším výstupkem) - ČSN EN ISO 25178	μm
DIC	Diferenciální interferenční kontrast	

Seznam obrázků

Obr. 1 Druhy oceli využitě pro stavbu karoserie vozu Škoda Octavia IV [23].....	17
Obr. 2 Diagram porovnávající pevnost a tažnost současně využívaných ocelí v automobilovém průmyslu (přeloženo autorem) [24].....	18
Obr. 3 Princip BH efektu (přeloženo autorem) [3].....	19
Obr. 4 Struktura DP oceli (přeloženo autorem) [25]	20
Obr. 5 Struktura CP oceli (přeloženo autorem) [7].....	20
Obr. 6 Struktura TRIP oceli (přeloženo autorem) [8].....	21
Obr. 7 Struktura TWIP oceli ve vyžíhaném stavu a ve stavu po deformaci [9]	22
Obr. 8 B sloupek (tloušťka: 1,85 mm) z martenzitické ocele [26]	23
Obr. 9 ARA diagram oceli 22MnB5 s vyznačenými ochlazovacími křivkami a vlivem legur na posuv strukturních oblastí (přeloženo autorem) [27].....	24
Obr. 10 Struktura oceli 22MnB5 před tepelným zpracováním a po zakalení [12].....	25
Obr. 11 Přímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě (přeloženo autorem) [1].....	26
Obr. 12 Nepřímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě (přeloženo autorem) [1].....	27
Obr. 13 Využití za tepla tvářených dílů firmou Škoda Auto u modelu Octavia [28].....	27
Obr. 14 Povrchové úpravy karoserie vozu Škoda Octavia III [29]	29
Obr. 15 Výbrus Al-Si povlaku na materiálu 22MnB5 [30]	30
Obr. 16 Rovnovážený binární diagram Al-Fe (přeloženo autorem) [15]	31
Obr. 17 Izotermický řez ternární diagramem Al-Fe-Si za teploty 900 °C [31]	32
Obr. 18 Al-Si vrstva po TZ [32]	33
Obr. 19 Snímky z elektronového mikroskopu tvorby fází ve vrstvě Al-Si po TZ o různých délkách prodlevy při $T_{AUS} = 920$ °C (přeloženo autorem) [15].....	34
Obr. 20 Intermetalické fáze na hranici ztavení [13]	36
Obr. 21 Porovnání chemického chování povlaků Al-Si (AS) a Al-Si-Mg (ASPro) [33] ...	38
Obr. 22 Rozměry dodaných vzorků.....	41
Obr. 23 Zbarvení vzorku v závislosti na délce tepelného zpracování	41
Obr. 24 Konfokální mikroskop SENSO FAR S Neox.....	42
Obr. 25 Zeiss Ultra Plus.....	43
Obr. 26 Zeiss Axio Imager M2	43
Obr. 27 Postup zhotovení metalografického výbrusu včetně leptání	44
Obr. 28 Rozměry a vzhled vzorků před svařováním	45
Obr. 29 Svařování vzorků ve Škoda Auto	45

Obr. 30 ASM420 po bodovém odporovém svařování	46
Obr. 31 Statická zkouška tahem s detailem na upnutí vzorku	47
Obr. 32 Řez svařence pro metalografický výbrus a strukturní analýzu.....	47
Obr. 33 Snímky povrchu vzorků ze SEM.....	48
Obr. 34 Snímky povrchu vzorků ze SEM.....	49
Obr. 35 Topografie povrchu vzorků z konfokálního mikroskopu	49
Obr. 36 Metalografický výbrus AS v základním stavu.....	52
Obr. 37 Metalografický výbrus AS 840.....	53
Obr. 38 Změny ve struktuře ochranného Al-Si povlaku v závislosti na délce TZ.....	53
Obr. 39 Měření tloušťky vrstvy	54
Obr. 40 Výsledky EDS mapové analýzy všech zkoumaných vzorků.....	55
Obr. 41 Lokalizace výskytu Mg v závislosti na výskytu kyslíky (ASM840).....	56
Obr. 42 Snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí.....	56
Obr. 43 Spektra z EDS analýzy lokálního chemického složení	57
Obr. 44 Snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí.....	58
Obr. 45 Snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí.....	59
Obr. 46 Detailní snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí (vzorek ASM600)	60
Obr. 47 Určení chemického a fázového složení pomocí EBSD analýzy – vzorek AS420..	61
Obr. 48 Vzorky ASM600 po porušení statickou zkouškou únosnosti.....	64
Obr. 49 Dva majoritní způsoby porušení svarového spoje (detail obr.48)	64
Obr. 50 Metalografický výbrus svařence AS420.....	66
Obr. 51 Metalografický výbrus svařence ASM840 – označení intermetalických fází	66
Obr. 52 Lokalizace oblasti provedené EDS analýzy svařence AS420	67

Seznam tabulek

Tabulka 1 Chemické složení oceli 22MnB5 [12]	25
Tabulka 2 Mechanické vlastnosti oceli 22MnB5 [12].....	25
Tabulka 3 Fáze vyskytující se v Al-Si vrstvě po TZ s přibližným chem. složením z EDS analýzy [15].....	35
Tabulka 4 Parametry tepelného zpracování vzorků a jejich značení.....	40
Tabulka 5 Chemické složení povrchu získané EDS mapou	51
Tabulka 6 Výsledky chemického složení z lokální EDS analýzy vzorku AS420.....	58
Tabulka 7 Výsledky chemického složení z lokální EDS analýzy vzorku AS600.....	59
Tabulka 8 Výsledky chemického složení z lokální EDS analýzy vzorku ASM600	60
Tabulka 9 Výsledky EBSD analýzy vzorku AS420	61
Tabulka 10 Statistické vyhodnocení výsledků statické zkoušky únosnosti.....	63
Tabulka 11 Statistické vyhodnocení výsledků statické zkoušky únosnosti.....	63
Tabulka 12 Výsledky chemického složení získané lokální EDS analýzou svařence	67

Seznam grafů

Graf 1 Plošná drsnost povrchu vzorků (S_a) a vzájemné porovnání	50
Graf 2 Plošná drsnost povrchu vzorků (S_z) a vzájemné porovnání	50
Graf 3 Závislost tloušťky povlaku na době austenitizace.....	54
Graf 4 Grafické shrnutí výsledků statické zkoušky tahem.....	62
Graf 5 Grafické shrnutí výsledků dynamické zkoušky tahem.....	65

1 Úvod

V kontextu boje s globálním oteplováním a snižováním emisí CO₂ je v současné době automobilový průmysl pod neustálým tlakem na inovace a optimalizace v oblasti výrobních procesů a využívání nových progresivních materiálů. Jednou z nejefektivnějších a nejrozšířenějších strategií ke snížení emisí CO₂ je odlehčení vozu a tím dochází k efektivnějšímu využití paliva. Samotné odlehčení vozu musí být ovšem doprovázeno i dodržením stále rostoucích nároků na bezpečnost. Odhaduje se, že 10% snížení hmotnosti vozidla může přinést 6-8% snížení spotřeby paliva [1].

Za účelem snížení hmotnosti vozu začaly být využívány některé nové materiály, jako například hliníkové slitiny s vysokou pevností, kompozitní materiály s uhlíkovými vlákny a v neposlední řadě vysokopevnostní a ultra vysokopevnostní, především mangan-boridové, oceli. S rostoucí pevností materiálů docházelo k problémům především v oblasti tváření za studena, což vyžadovalo vysoké tvářecí síly, přičemž docházelo k vysokým hodnotám odpružení. Proto se přistoupilo k tváření za tepla s následným zakalením přímo v nástroji. To vede k výraznému poklesu tvářecích sil, avšak zahřátý přístřih podléhá vysokoteplotní oxidaci, okujení a difuzi vodíku z okolní atmosféry. Aby se zabránilo silné oxidaci za vysokých teplot, byly vyvinuty ochranné Al-Si povlaky, které tvoří ochrannou oxidickou vrstvu. Za vysokých teplot ovšem probíhá také difuze mezi základním materiálem a tímto ochranným povlakem. Vznikají další intermetalické fáze, které je potřeba blíže zkoumat a dobře jim porozumět, protože ovlivňují především následné technologické operace a tím i funkčnost součásti ve výsledném celku. Cílem této diplomové práce je zdokumentovat vliv doby prodlevy na austenitizační teplotě na strukturu a fázové složení vrstev vznikajících v průběhu procesu tváření za tepla.

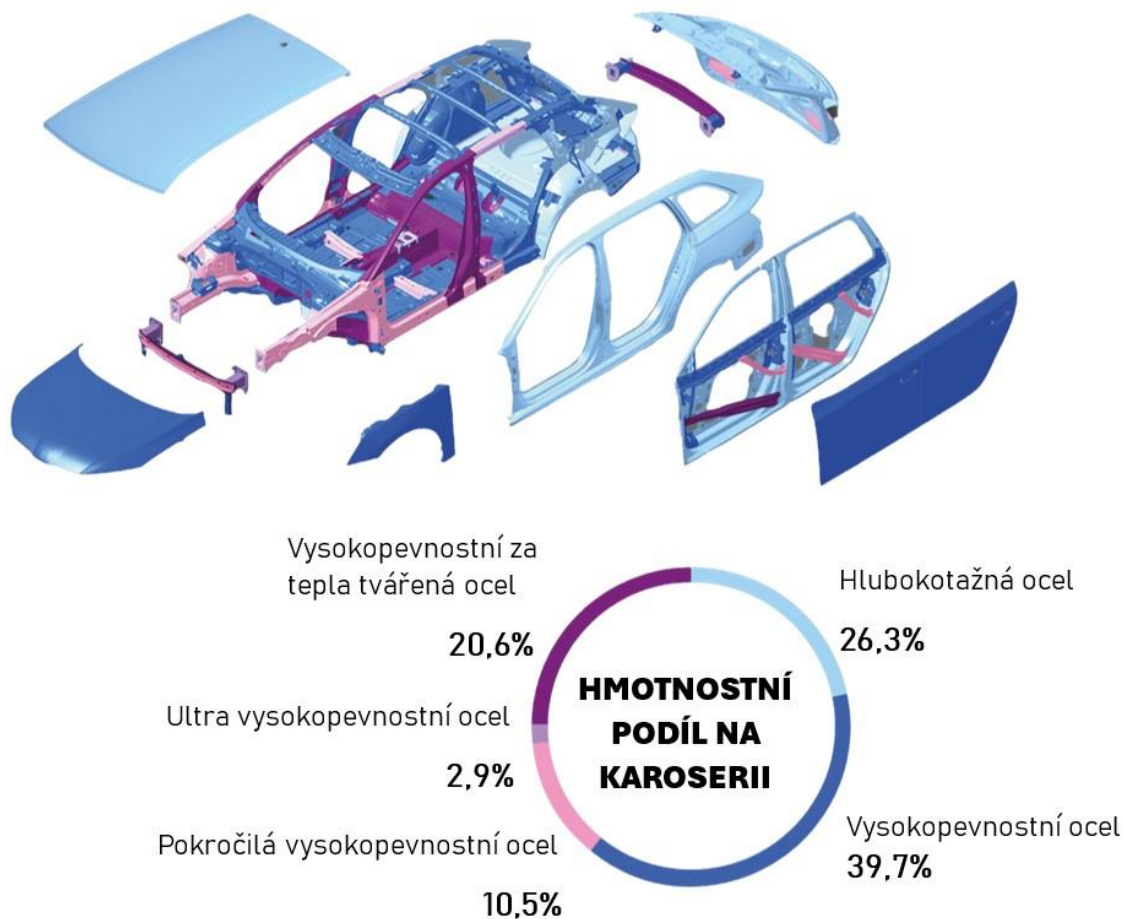
2 Teoretická část

2.1 Materiály v automobilovém průmyslu

V automobilovém průmyslu je dnes využívána široká škála materiálů, přičemž každý materiál má své výhody a nevýhody, které udávají jeho konkrétní využití. Stále nejvíce využívanými materiály jsou kovy, které tvoří nejen základní prvek konstrukce karoserie, ale i jednotlivých strojních součástí. Druhou velkou skupinou jsou plastové díly, které najdeme jak v interiéru, tak exteriéru téměř celého vozu. Dále jsou využívána tvrzená skla, keramické díly, kaučuky a elastomery, textil, kůže či dřevo. Stále větší zastoupení mají také kompozitní materiály s využitím uhlíkových a skelných vláken.

Trendem dnešní doby je snižování hmotnosti výsledného celku, který je zapříčiněn zejména směřováním k nižší spotřebě vozů a tím snižování ekologické stopy. Pro splnění těchto požadavků je jednou z možností využívat moderní materiály, které mohou být tenčí, tedy lehčí, ale nabízejí stejné nebo vyšší mechanické vlastnosti. Při stavbě karoserie vozu se z čistě ocelové konstrukce přistupuje k využití takzvaného materiálového mixu, kde jsou zastoupeny jak neželezné materiály, jako jsou například slitiny hliníku a hořčíku, tak různé druhy ocelí o proměnné tloušťce. Volba použitého materiálu je závislá především na umístění daného dílu a jeho funkci. Budeme mít jiné technologické i pevnostní požadavky pro díly, které jsou nositeli designu daného modelu a na díly, které jsou ukryté uvnitř vozu, kde zastávají nosnou a bezpečnostní funkci. Mezi základní technologické vlastnosti materiálu u karoserie vozu můžeme zařadit svařitelnost či tvářitelnost. U pohledových dílů je dále vyžadována dobrá lakovatelnost. Velký důraz je kladen na korozní odolnost vzniklého celku.

Materiálový mix můžeme vidět na obr. 1, kde je karoserie automobilu Škoda Octavia IV. Zásadní je zde rozložení jednotlivých druhů ocelí, kde musí být karoserie vozu schopna účinně absorbovat energii nárazu v určitých oblastech. Karoserie se tedy musí kontrolovaně deformovat, a přitom být dostatečně pevná, aby ochránila posádku uvnitř vozu.

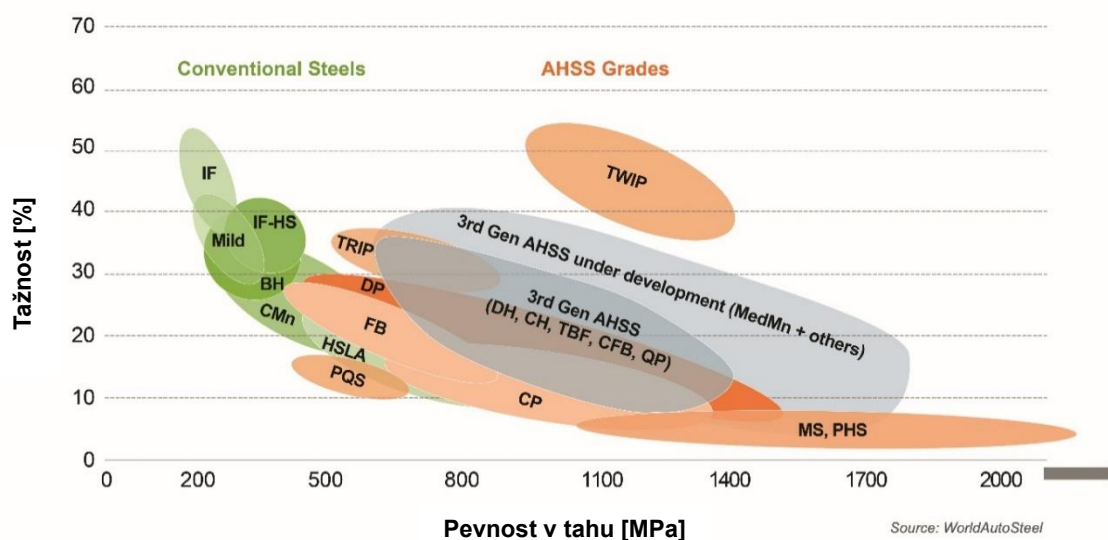


Obr. 1 Druhy oceli využité pro stavbu karoserie vozu Škoda Octavia IV [23]

2.1.1 Oceli pro stavbu karoserie osobních vozidel

Oceli pro stavbu karoserie můžeme rozdělit do dvou velkých skupin. První skupinou jsou oceli hlubokotažné, které nabízejí vysokou tvářitelnost, a z tohoto důvodu jsou využívány pro tvarově složitě díly. Druhou skupinou jsou vysokopevnostní oceli. Využití vysokopevnostních ocelí dovoluje použití tenčích plechů i pro bezpečnostní díly karoserie a tím snižování hmotnosti vozu. Z výše uvedeného rozdělení vyplývá, že vždy hledáme kompromis mezi pevností a tažností materiálu. Porovnání v současné době hojně využívaných ocelí nalezneme v diagramu na obr. 2.

Základní materiálové skupiny budou postupně blíže rozebrány v následujících odstavcích.



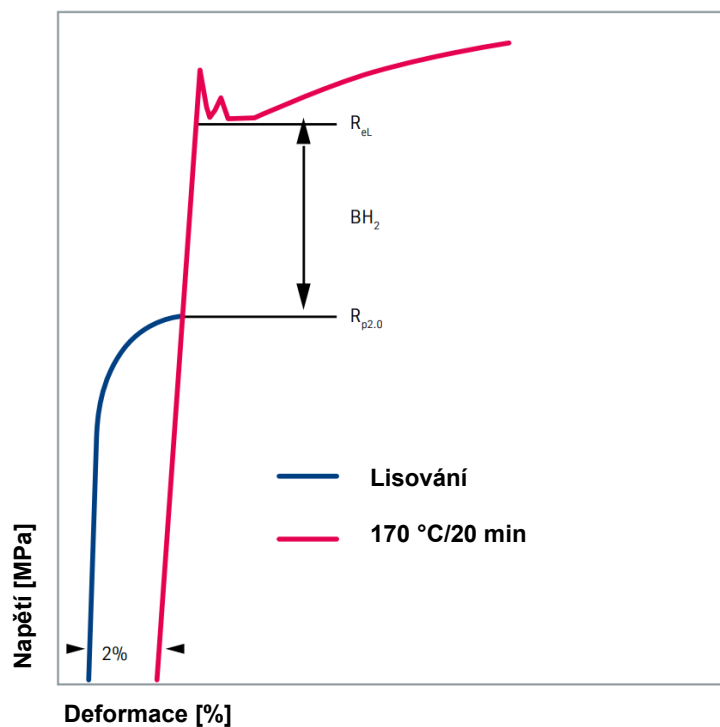
Obr. 2 Diagram porovnávající pevnost a tažnost současně využívaných ocelí v automobilovém průmyslu (přeloženo autorem) [24]

IF Oceli (Interstitial Free Steels)

Za IF oceli jsou označovány materiály, kde je součet intersticiálních atomů C a N menší než 40 ppm. Struktura IF ocelí je čistě feritická a je mikrolegována titanem či niobem nebo jejich kombinací. Mikrolegováním je umožněno vytvoření karbidů a nitridů ze zbytkového obsahu N a C v materiálu, čímž se zvyšuje pevnost materiálu. Obecně se jedná o oceli, které mají vysoké hodnoty tažnosti, a tedy výbornou tvářitelnost. V porovnání s ostatními oceli používanými v automobilovém průmyslu je pevnost IF ocelí nízká, jak můžeme vidět na obr. 2. IF oceli jsou využívány především na složitější pohledové výlisky. [2]

IF oceli s BH efektem (Bake Hardening)

Jedná se o materiály, kde je dosaženo zvyšování meze kluzu pomocí deformace při procesu lisování, kde se standardně doporučuje deformace okolo 2 %, a následného stárnutí za působení tepla. Charakter stárnutí materiálu je navržen tak, aby bylo dosaženo dostatečné teploty i času pro vytvrzení během procesu lakování karoserie (přibližně 170 °C po dobu 20 minut [3]). U materiálů s BH efektem může po vypalování laku dojít k nárůstu meze kluzu o 30-40 MPa. Principem BH efektu je difuze atomů uhlíku k dislokacím vytvořeným předchozím tvářením. Bake Hardening proces je schematicky znázorněn na obr. 3. [3] [4]



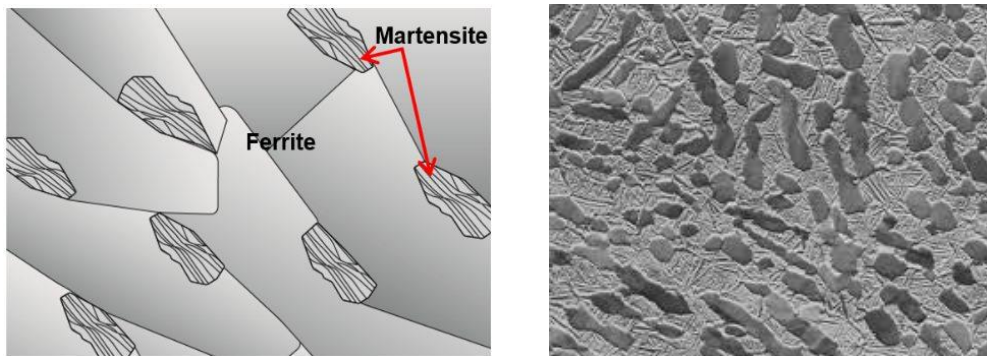
Obr. 3 Princip BH efektu (přeloženo autorem) [3]

HSLA oceli (High-Strength Low-Alloy steels)

HSLA oceli jsou materiály s vysokou pevností a houževnatostí při zachování dobré tažnosti. HSLA oceli jsou mikrolegovány a obsahují převážně uhlík a mangan. Dále mohou obsahovat malé množství dalších prvků, jako jsou například chrom, nikl nebo molybden. Tyto oceli mají pevnost v tahu v rozmezí od 550 MPa do 800 MPa a podle finálního chemického složení můžeme získat ocel s konkrétními vlastnostmi pro konkrétní použití tzv. „ocel na míru“. HSLA oceli mají dobrou odolnost proti korozi a vynikající svařitelnost. [5]

Dvoufázové oceli (DP Steels)

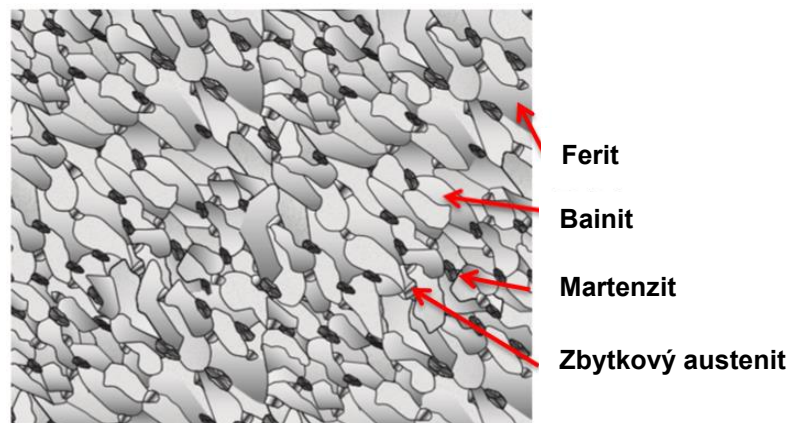
Jedná se o oceli, jež jsou založeny na bázi mangan-křemíkové slitiny, kde se využívá kombinace měkké a tvrdé fáze. Měkká fáze je zde zastoupena ve formě feritické matrice, která obsahuje malé ostrůvky martenzitu, který tvoří tvrdou fázi viz graficky znázorněná struktura na obr. 4. V martenzitických oblastech se může vyskytovat určitý podíl zbytkového austenitu. Díky zbytkovému austenitu může docházet k dalšímu deformačnímu zpevnění materiálu. Množství martenzitu ve struktuře oceli bývá v rozmezí 10–50 % a ovlivňuje výslednou pevnost, zatímco feritická matrice ovlivňuje tažnost materiálu.[6]



Obr. 4 Struktura DP oceli (přeloženo autorem) [25]

Vícefázové oceli (CP – Complex Phase Steels)

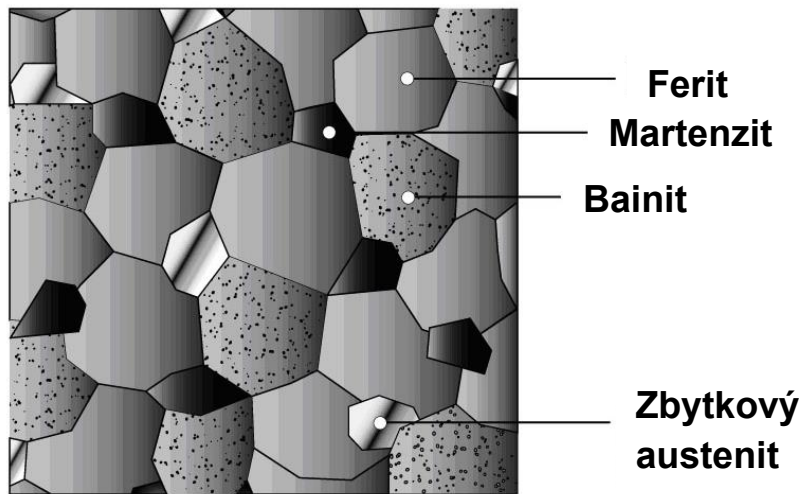
Vícefázové oceli neboli Complex Phase Steels, jsou dalšími konstrukčními materiály karoserie, které jsou vyráběny řízeným ochlazováním s následným válcováním. Tím dochází ke vzniku vícefázové jemnozrné struktury. Tato struktura obsahuje ferit, bainit (horní i dolní), martenzit a zbytkový austenit, viz obr. 5. Díly z CP ocelí mají velmi dobrou rozměrovou stálost, avšak v případě nárazu nemají příliš vysoké hodnoty deformačního zpevnění. Pro podpoření vzniku jemnozrné struktury je materiál dolegován titanem, vanadem a niobem. Tyto prvky také podporují vznik jemných precipitátů, kterými dále zvyšujeme hodnoty mechanických vlastností. [6][7]



Obr. 5 Struktura CP oceli (přeloženo autorem) [7]

TRIP oceli (TRansformation Induced Plasticity)

TRIP oceli jsou materiály, které nabízí velmi dobrý poměr pevnosti a tažnosti. Jejich struktura je v prvopočátku feritická s určitým podílem bainitu, martenzitu a zbytkového metastabilního austenitu (5-15 %), viz obr. 6. Podíl zbytkového austenitu umožňuje, aby při deformaci došlo k transformaci austenitu na martenzit a tím materiál výrazně zpevnil. Oceli jsou legovány primárně Mn, Si a Al, kde především mangan slouží jako austenitotvorný prvek a potlačuje perlitickou transformaci. Teprve spojením vhodných legovacích prvků a termomechanickým zpracováním mohou vznikat oceli s označením TRIP. Tyto oceli následně velmi dobře pohlcují energii, protože jsou využívány především jako bezpečnostní prvky karoserie určené k deformaci v případě nárazu. [6][8]

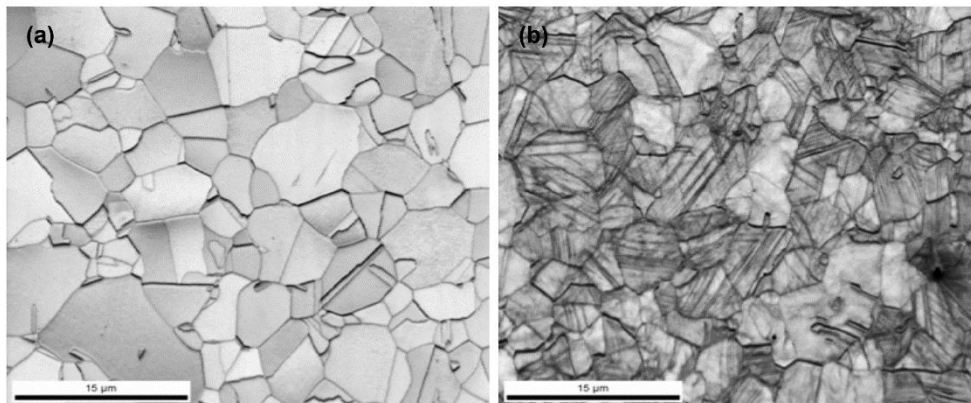


Obr. 6 Struktura TRIP oceli (přeloženo autorem) [8]

TWIP oceli (Twinning Induced Plasticity Steel)

Podobnost v názvech mezi TRIP a TWIP ocelmi není náhodná. Opět jde o materiály legované Mn, Si a Al. Obsah Mn u těchto ocelí je výrazně vyšší, a pokud dosahuje hodnot 20-30 %, matrice oceli je plně austenitická. V závislosti na poměru zmíněných legujících prvků je ovlivněna velikost energie vrstevné chyby. Pokud je energie vrstevné chyby menší než 20 mJ/m^2 , je upřednostňována tvorba martenzitu (TRIP efekt). Oproti tomu při hodnotách větších než 20 mJ/m^2 dochází k potlačení tvorby martenzitu a materiál upřednostňuje systém mechanického dvojčatění (20 až 30 mJ/m^2 je ideální stav, kdy dochází k homogennímu rozložení deformace dvojčatěním). Porovnání struktury ve vyžíhaném stavu a po plastické deformaci dvojčatěním je znázorněno na obr. 7. [6]

TWIP oceli vykazují vysokou pevnost až 1300 MPa a současně extrémní tažnost, která dosahuje až 60 %. S těmito parametry představuje materiál inovaci, neboť se začlenil do obou dříve jasně oddělených kategorií a spadá pod hlubokotažné i vysokopevnostní materiály. Bohužel nevýhodou tohoto materiálu je značně vysoká cena a obtížná svařitelnost standardními metodami. [6][9]



Obr. 7 Struktura TWIP oceli ve vyžíhaném stavu (vlevo) a ve stavu po deformaci (vpravo)[9]

Martenzitické oceli

Jedná se o materiály s vysokou pevností, které dosahují hodnot až 1700 MPa a využití nacházejí především u bezpečnostních dílů karoserie. Typickým představitelem výrobku z martenzitické oceli je například B sloupek na obr. 8. Struktura je tvořena převážně martenzitem s velmi malým množstvím feritu nebo bainitu. Výsledná míra tažnosti závisí na procentuálním obsahu feritu či bainitu v martenzitické základní struktuře z čehož vyplývá, že tažnost u takových ocelí je velmi malá, a proto je u složitějších výlisků nutné přistoupit k tváření za tepla. [6]

K pohlcení energie při nárazu musí docházet pouze v pružném stavu. Martenzitické oceli můžeme dále deformačně zpevňovat pouze v minimální míře a s ohledem na nízkou tažnost by dále docházelo k rychlému porušení materiálu. Martenzitická ocel bývá dolegována prvky, jako jsou Mn, Mo či Cr pro zvýšení prokalitelnosti, viz obr. 9. Významným legujícím prvkem u martenzitických ocelí je bór. Bór oproti ostatním prvkům dokáže zvyšovat prokalitelnost materiálu až stonásobně. Dále již nepatrný podíl bóru v materiálu brzdí difuzi uhlíku, čímž potlačuje nukleaci feritu na hranicích austenitických zrn a podporuje vznik jemných jehlic martenzitu. Rozpustnost B v austenitu je maximálně 0,02 % a ve feritu maximálně 0,001 %. [10]

Jedním ze zástupců martenzitických ocelí je materiál 22MnB5, jenž bude předmětem zkoumání v následující kapitole, stejně jako ve zbytku této diplomové práce.



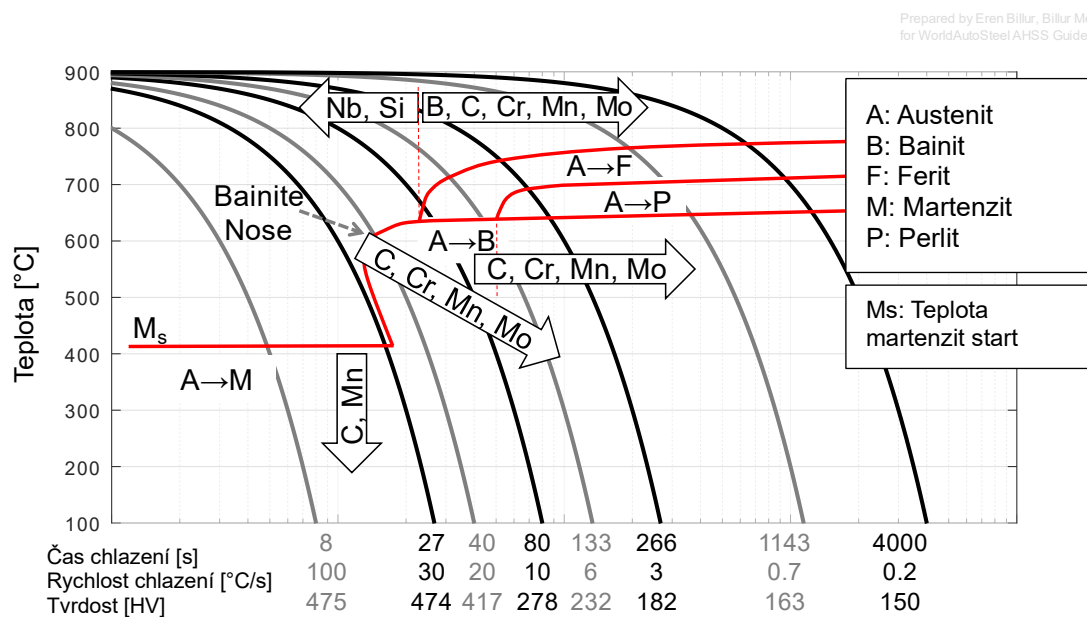
Obr. 8 B sloupek (tloušťka: 1,85 mm) z martenzitické ocele [26]

2.1.2 Materiál 22MnB5

Při konstrukci kritických dílů karoserie, jakou jsou například A-sloupky, B-sloupky, boční výztuhy dveří a prahů je v automobilovém průmyslu hojně využívána ocel 22MnB5. Jedná se o materiál, který je určený k tváření za tepla, po kterém vykazuje mez pevnosti hodnoty okolo 1500 MPa. Při zaměření se na proces tepelného zpracování je možné dle studie Yoshito Takemoto dosahovat pevností až 2000 MPa. [11]

Různí výrobci této oceli používají rozdílná označení. Společnost ArcelorMittal vyrábí ocel určenou k tváření za tepla s označením 22MnB5 nebo také jako Usibor 1500. Další výrobce, ThyssenKrupp, označuje svou ocel jako MBW 1500. Společnost Benteler používá označení zkratkou BTR.

Základní struktura mangan-borové oceli je feriticko-perlitická matrice se specifickým chemickým složením pro zlepšení prokalitelnosti a pozitivní posunutí ARA diagramu směrem k nižším ochlazovacím rychlostem viz obr. 9. Chemické složení materiálu MBW 1500 výrobce ThyssenKrupp je uvedeno v tabulce 1. [11]



Obr. 9 ARA diagram oceli 22MnB5 s vyznačenými ochlazovacími křivkami a vlivem legur na posuv strukturních oblastí (přeloženo autorem) [27]

Tabulka 1 Chemické složení oceli 22MnB5 [12]

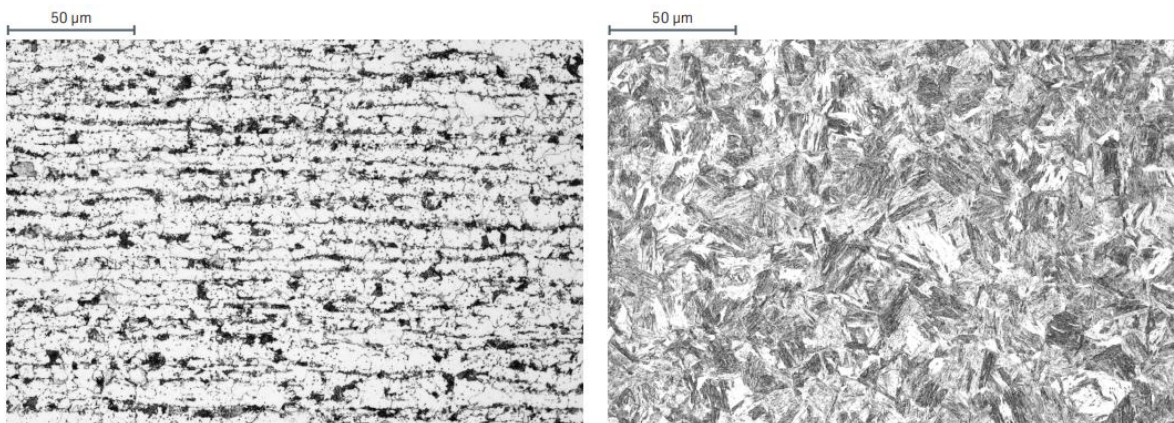
Chemické složení materiálu 22MnB5 [hm. %]									
	C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	Cr + Mo	B
max [%]	0,25	0,40	1,40	0,025	0,010	0,015	0,05	0,50	0,005

V tabulce 2 jsou uvedeny mechanické hodnoty materiálu 22MnB5 v základním stavu a po tvářením za tepla s následným zakalením v nástroji.

Tabulka 2 Mechanické vlastnosti oceli 22MnB5 [12]

Mechanické vlastnosti materiálu 22MnB5			
	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A ₈₀ [%]
Materiál bez TZ	320-620	450-750	12
Materiál po zakalení	1000	1500	5

Na obr. 10 lze pozorovat rozdíl ve struktuře před a po tepelném zpracování, respektive zakalení. Tepelným zpracováním je u materiálu docíleno čistě martenzitické struktury, což zapříčiní výrazný nárůst mechanických hodnot.



Obr. 10 Struktura oceli 22MnB5 před tepelným zpracováním (vlevo) a po zakalení (vpravo) [12]

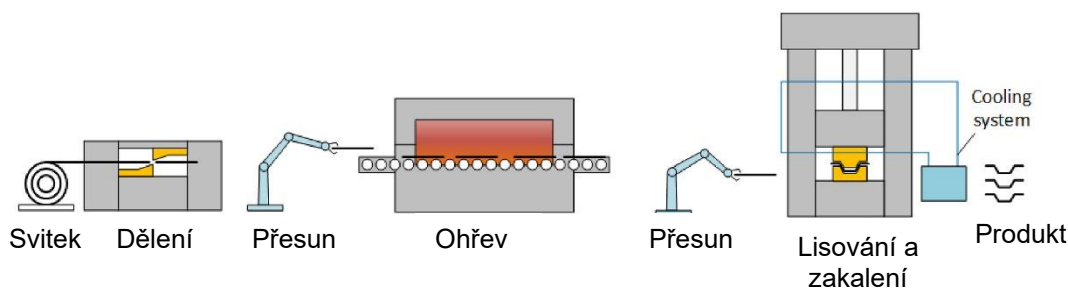
2.2 Technologie tváření za tepla a PHS (Press Hardening Process)

Jak bylo uvedeno v předchozí kapitole, tak pro získání požadovaných mechanických vlastností u martenzitických ocelí je nutné jejich zakalení. Avšak pro jejich zařazení do funkčního celku karoserie je nutné tváření. Pro tváření za studena tyto oceli nenabízejí dostatečnou tažnost a síly pro tváření by byly extrémně vysoké. Z toho důvodu se hojně využívá technologie tváření za tepla, kdy zahřátím ocelového přístříhu dochází ke zvyšování tažnosti materiálu a snižování nároků na potřebnou tvářecí sílu. Následuje zakalení přímo v pracovním nástroji (PHS), čímž vytvoříme přesný, vysokopevnostní díl, který má minimální odpružení.

Metodu tváření za tepla technologií PHS můžeme provést buď přímou nebo nepřímou metodou. [10][1]

2.2.1 Přímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě

U přímé metody, viz obr. 11, je nejdříve ocelový svitek nastříhán dle technologického postupu na potřebné přístříhy, které dále putují do austenitizační pece. Dochází k ohřátí na teplotu v intervalu 900 až 950 °C. Jedná se o teplotu o cca 100 °C vyšší, než je teplota A_{C3} , kvůli ztrátám při manipulaci. V peci jsou polotovary dále izotermicky zahřívány po dobu 5-10 minut, aby mohlo dojít k přeměně původní feriticko-perlitické struktury na plně austenitickou. Následně je zahřátý polotovaz vložen do lisovacího nástroje s vnitřním vodním chlazením. V prvním kroku dochází k vylisování potřebného tvaru a následně při uzavřeném nástroji k zakalení struktury. [10][1]



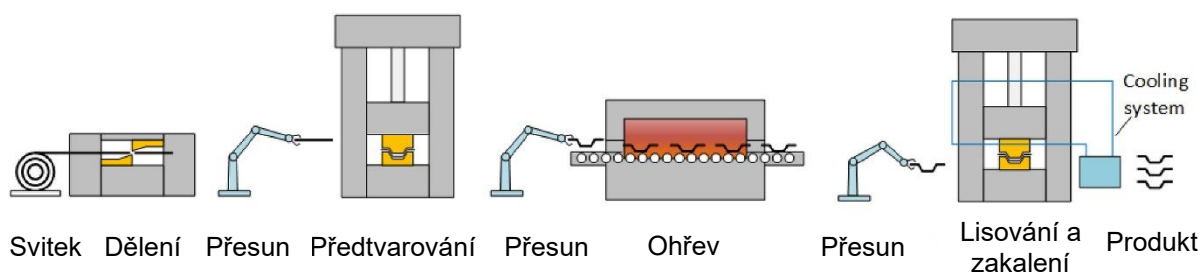
Obr. 11 Přímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě (přeloženo autorem) [1]

Minimální rychlost kalení, kdy dochází ke vzniku plně martenzitické struktury je nazývána „kritická rychlost ochlazování“. Pro materiál 22MnB5 můžeme vyčíst kritickou rychlost ochlazování z příslušného ARA diagramu na obr. 9. Tato rychlost je dle diagramu přibližně 30 °C / s, přičemž pomalejší ochlazování by způsobilo výskyt bainitu, feritu nebo perlitu ve struktuře kaleného dílu. Pokud by se ve struktuře tyto fáze vyskytovaly, zapříčinilo by to snížení pevnosti materiálu.

2.2.2 Nepřímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě

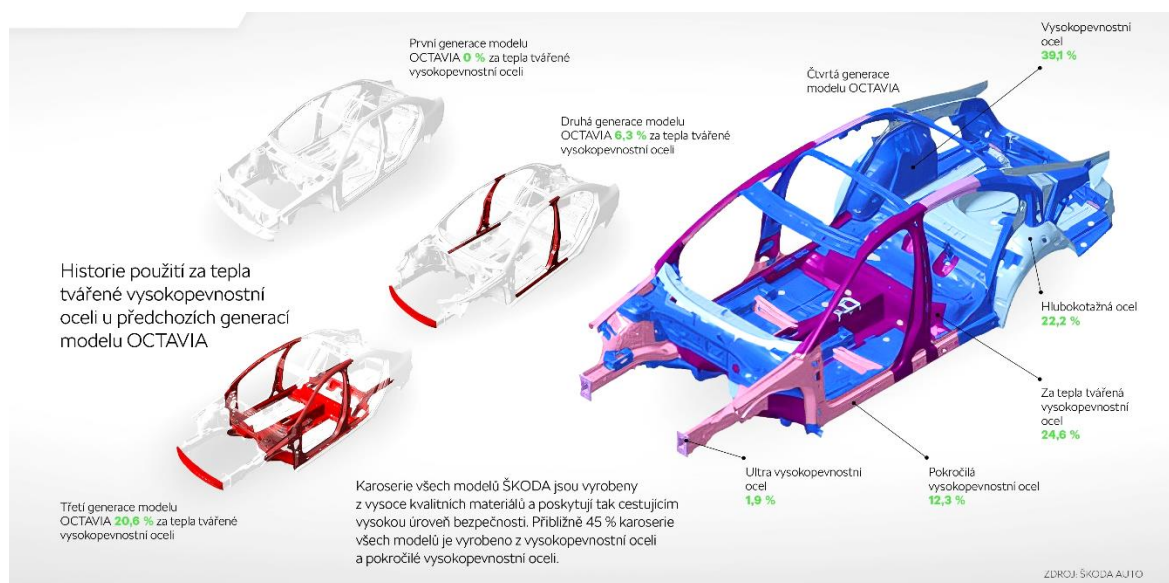
V případě využití nepřímé metody tváření je před zahřátím přístřihu na austenitizační teplotu provedeno tváření za studena za účelem před-tvarování polotovaru viz obr. 12. Následující technologický proces je obdobný jako u přímé metody, kdy dojde k austenitizaci materiálu, tváření za tepla a zakalení v nástroji. Tato metoda je vhodná především pro materiály, které jsou zinkově povlakovány, nebo pro součásti o složité geometrii. Naopak ji nelze využít u materiálů s Al-Si ochranným povlakem, neboť ve srovnání se základním stavem vstupního materiálu (feriticko-perlitická struktura) má takový povlak mnohem nižší tvářitelnost. [13]

Nepřímá metoda přináší své výhody, ale jedná se o výrazně dražší a složitější technologii, ve které jsou použity dva lisy a dvě sady nástrojů. [1]



Obr. 12 Nepřímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě (přeloženo autorem) [1]

Na obr. 13 můžeme vidět zastoupení za tepla tvářených dílů u karoserií vozů Škoda Octavia napříč výrobními generacemi. Od první generace vozu, kde nebyl použit žádný za tepla tvářený díl, až po poslední (čtvrtou) generaci modelu Octavia, kde je téměř čtvrtina dílů karoserie vyrobena metodou tváření za tepla.



Obr. 13 Využití za tepla tvářených dílů firmou Škoda Auto u modelu Octavia [28]

V průběhu technologie tváření za tepla je ve většině případů materiál v kontaktu s okolní atmosférou, čímž dochází k oxidaci povrchu (tvorbě okují) přibližně od 600 °C a oduhličení povrchu přibližně nad 780 °C. Tvorba okují je pro technologii tváření nežádoucí a negativně ovlivňuje i následující technologické operace, jakou jsou svařování, lepení a lakování vzniklých dílů karoserie. Z tohoto důvodu je využíváno různých metod ochrany povrchu. [10]

Pozornost je věnována i přítomnosti vodíku v oceli. Martenzitické oceli jsou náchylnější k vodíkové křehkosti, a to především v důsledku zahřátí přístřihu na teplotu austenitu, kdy vysoká teplota podporuje difuzi veškerých prvků včetně vodíku. Rozpustnost vodíku v austenitu výrazně roste a po následném zakalení vzniká tetragonální struktura s vysokým počtem dislokací. Tato struktura přispívá k zachycení více atomů vodíku, které difundují dál do krystalové mřížky. Vodík bývá nejčastěji absorbován ze vzdušné vlhkosti v průběhu celého technologického zpracování. Přítomnost vodíku v materiálu způsobuje vznik „ostrých“ mikrotrhlin, které jsou hlavním koncentrátorem napětí ve struktuře. Mikrotrhliny snižují dynamickou únosnost dílů, jejich houževnatost a množství spotřebované nárazové práce. [1]

2.3 Ochrana plechů při výrobě karoserie

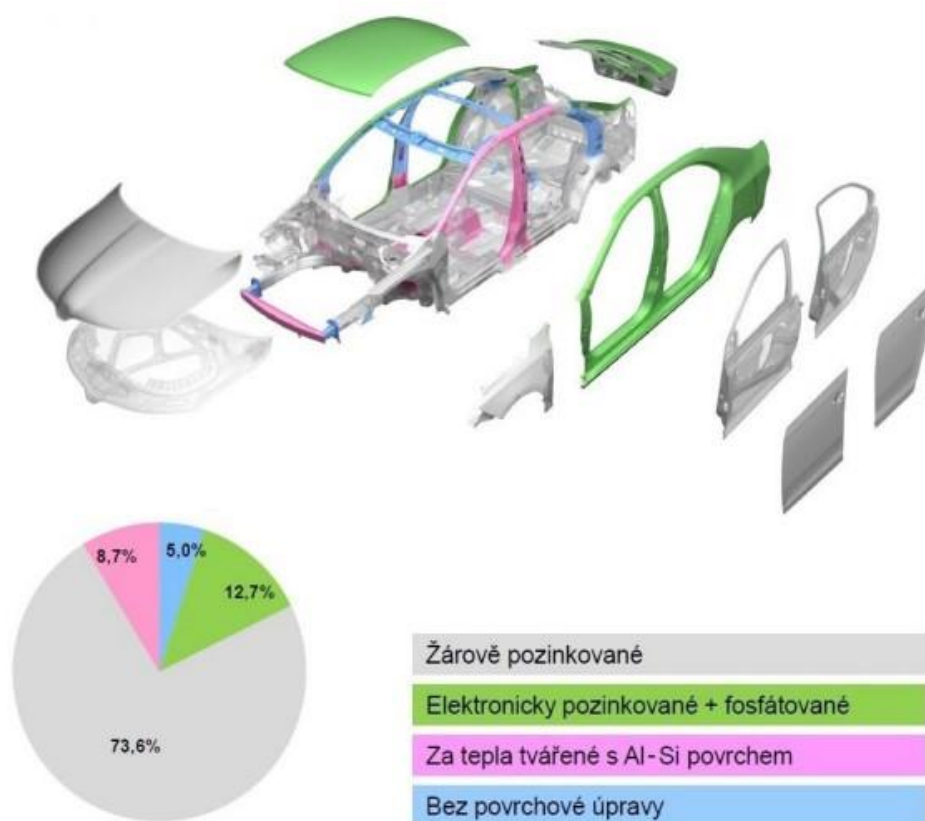
Pro ochranu plechu v průběhu austenitizace, následného zpracování a životnosti vozu je možné využít vícero metod. Můžeme se setkat s ocelovými plechy bez ochranné povrchové vrstvy či s ochrannou povrchovou vrstvou. U metod bez povrchové vrstvy je využita inertní plynná atmosféra. Nejčastěji se jako ochranný plyn využívá dusík. V případě vysokých teplot může být pec vakuována. Obě metody zabraňují tvorbě okují, oduhličení a přístupu vodíku. Konstrukce zařízení a náklady na takový proces jsou však značně vysoké, proto tato technologie není hojně využívána a spíše se přistupuje k jiným metodám ochrany.[10]

Jednou z progresivních metod ochrany povrchu je využití olejové vrstvy. Nejedná se o vrstvu, která by byla na povrchu přítomna trvale, jako tomu bude v následující kapitole u ochranných povlaků, ale o olejovou vrstvu, ze které po vysušení vznikne pevný ochranný film. Tím je plech opatřen před vložením přístřihu do pece, kde funguje jako bariéra před oxidací i v kapalném stavu za vysokých teplot. Po tváření je nutné olejový film z povrchu součásti odstranit. Odstranění této vrstvy probíhá v 10% kyselině fosforečné o teplotě 70 °C. Získáváme tak čistý povrch základního materiálu, což je značná výhoda oproti trvalým povlakům pro následující operaci svařování.

Nevýhodou této metody v průmyslové praxi jsou náklady spojené s odstraňováním olejového filmu a zvýšené riziko vodíkové křehkosti.[10][14]

Ochranné povlaky jsou v současnosti nejvíce využívanou metodou ochrany dílů pro zvýšení jak korozní odolnosti vozu v průběhu jeho provozu, tak ochrany před atmosférickými vlivy v průběhu zpracování za tepla tvářených vysokopevnostních dílů. Jako ochrana pro díly více náchylné ke korozi se začalo využívat žárově a elektrolyticky pozinkovaných plechů, které se dnes využívají pro většinu dílů karoserie vozu, viz obr. 14. Pro za tepla tvářené díly, které jsou předmětem této závěrečné práce, jsou využívány především ochranné Al-Si povlaky.

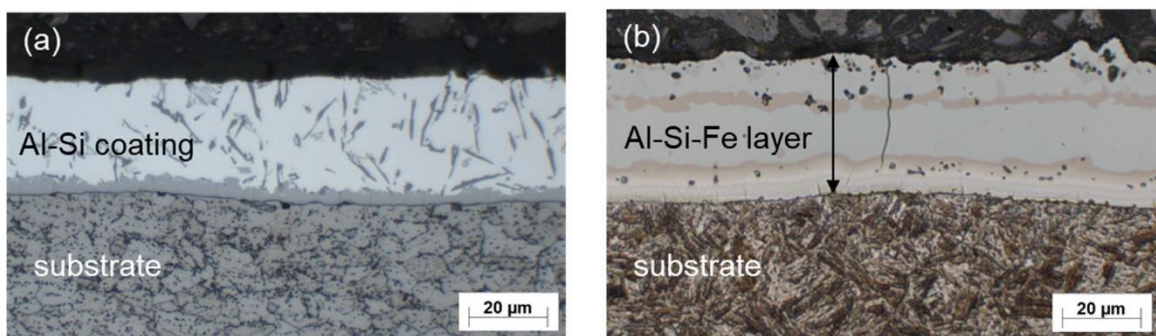
Využití povlaků a ochranných vrstev ovlivňuje většinu technologických operací při výrobě karoserie. Na tento vývoj je třeba reagovat u procesů tváření, svařování, lepení a lakování, což vyžaduje důkladné porozumění ochranné vrstvě a následnou úpravu technologického procesu.



Obr. 14 Povrchové úpravy karoserie vozu Škoda Octavia III [29]

2.3.1 Ochranné Al-Si povlaky

Al-Si povlaky jsou v dnešní době nejvíce využívanou ochrannou vrstvou před vysokoteplotní oxidací a oduhličením dílů určených k tváření za tepla s následným zakalením ve formě. Povlak je na základní materiál nanášen žárovým pokovováním v lázni, která má nejčastěji chemické složení 87 % Al, 10 % Si a 3 % Fe. Tloušťka ochranné vrstvy (povlaku) je 9-35 μm , přičemž jak chemické složení, tak tloušťka vrstvy, jsou pouze orientační a záleží na výrobcí a technologických podmínkách výroby. Povlak je na základní feriticko-perlitickou matrici navázán difuzní vrstvou, která má tloušťku 4 až 10 μm . V průběhu tepelného zpracování dochází k difuzi Fe ze základního materiálu do vrstvy a tím tloušťka povlaku roste, jak je vidět při porovnání vzorku před (obr. 15a) a po (obr. 15b) tepelném zpracování. Dochází ke vzniku intermetalických fází na bázi Fe-Al. V průmyslové praxi se takto žárově pokovené plechy označují zkratkou AS, ke které přibude číselně označené množství, resp. hmotnost naneseného povlaku v g/m^2 například AS150, AS080. Ochranu základního materiálu před oxidací zajišťuje tenká Al_2O_3 oxidická vrstva na povrchu povlaku. [13][15][16]

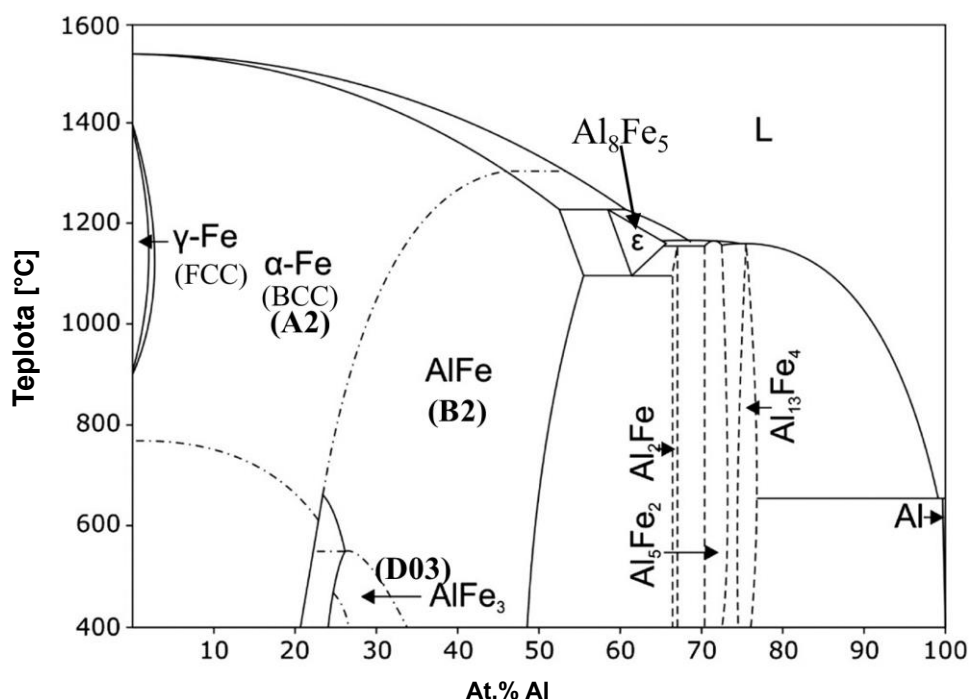


Obr. 15 Výbrus Al-Si povlaku na materiálu 22MnB5 a) před tepelným zpracováním; b) po tváření za tepla (930 °C, 360 s) [30]

2.3.2 Problematika tvorby Al-Fe, Al-Fe-Si fází po TZ

V důsledku potřeby tváření za tepla a následného zakalení hotového konstrukčního dílu prochází substrát s Al-Si povlakem austenitizací za teplot okolo 900-950 °C. Za těchto teplot probíhají významné difuzní pochody všech přítomných prvků, přičemž dochází ke tvorbě celé řady nových fází. [1]

S ohledem na tříložkový systém Al-Fe-Si je nezbytné využívat ternární diagramy k podrobnému popisu chemického složení. Jako úvod do ternárních systémů nám poslouží rovnovážný binární diagram Al-Fe na obr. 16, pomocí kterého můžeme odvodit fáze vznikající ve vrstvě v důsledku difuze Fe do ochranné vrstvy.

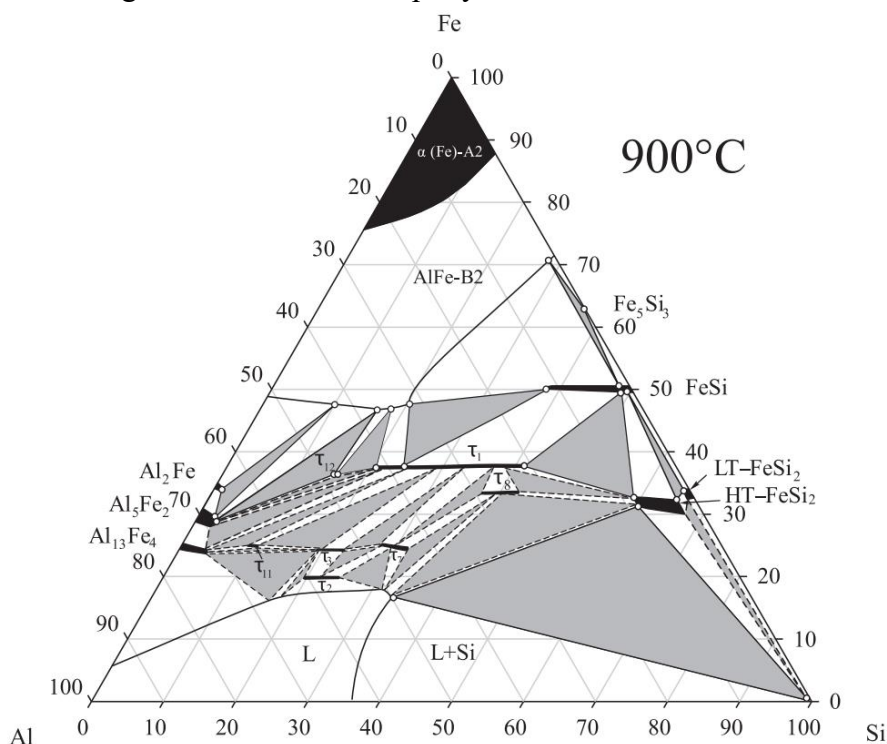


Obr. 16 Rovnovážný binární diagram Al-Fe (přeloženo autorem) [15]

Základními složkami ve struktuře ochranného povlaku po tepelném zpracování jsou tvrdé a křehké intermetalické fáze AlFe (B2), AlFe₃ (D0₃) a Al₅Fe₂. Zatímco Al-Si povlak má teplotu tání podle binárního diagramu přibližně 600 °C, AlFe a Al₅Fe₂ mají teplotu tání vyšší, cca 1150-1350 °C. Dříve bylo obecně přijímanou teorií, že dostatečně pomalý ohřev na austenitizační teplotu umožní difuzi Fe ze základního materiálu a vytvoří výše zmíněné fáze AlFe a Al₅Fe₂, které zabrání úplnému roztavení a zkapalnění ochranného povlaku. Tuto teorii ovšem ve své sérii experimentů vyvrátil Grauerem a spol. [17]. Podle jeho závěrů i velmi pomalý ohřev na austenitizační teplotu nezabrání roztavení určitého objemu povlaku v průběhu procesu. [13][16][18]

Dalším efektem austenitizace, resp. Difuze, je vznik ternárních fází. Vznikají ternární Al-Fe-Si intermetalické fáze, viz ternární diagram na obr. 17. Vzniklé fáze tento povlak dále charakterizují. Jedním z pozitivních efektů křemíku v povlaku Al-Si je tvorba fáze $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ neboli τ_5 (v některých zdrojích označováno také jako $\text{Al}_7\text{Fe}_2\text{Si}$), která zpomaluje tvorbu křehké fáze Al_5Fe_2 . Další ze vznikajících ternárních fází je fáze $\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_3$ (τ_1), která vzniká na hranicích zrn Al_5Fe_2 v důsledku snižujícího se obsahu Al v oblasti hranice povlaku a základního materiálu. [13][16][18]

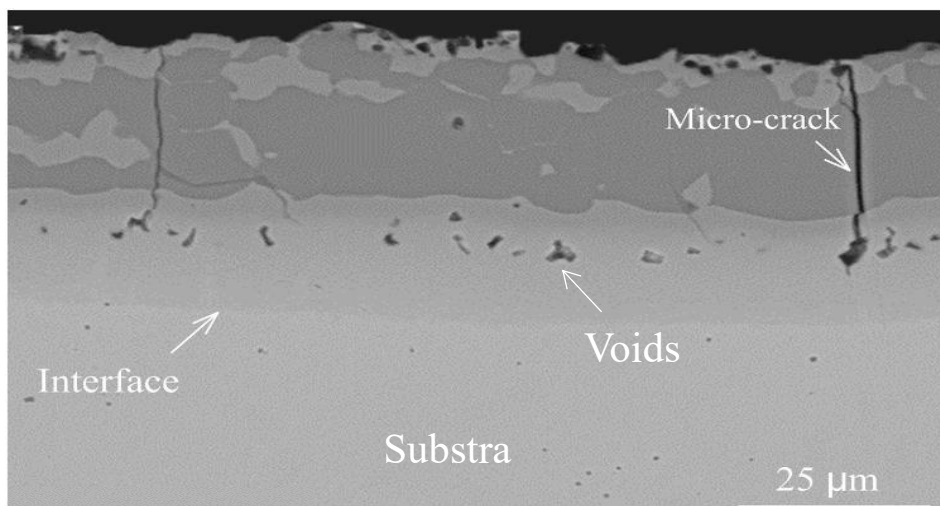
U fázových přeměn v ternárním systému je výrazně ovlivňujícím faktorem teplota. Vzhledem ke zvolené austenitizační teplotě v experimentální části této práce byl volen izotermální řez diagramem Al-Si-Fe za teploty 900 °C.



Obr. 17 Izotermický řez ternární diagramem Al-Fe-Si za teploty 900 °C [31]

Po TZ je vrstva výrazně nehomogenní viz obr.18. Na obrázku vidíme výrazné póry (v obr. anglický výraz "voids") ve spodní polovině Al-Si vrstvy. Jedná se o tzv. Kirkendallové póry. Ke Kirkendallovu jevu dochází, difundují-li dva prvky s odlišným difuzním koeficientem opačným směrem. V tomto případě se jedná o difuzi Al do základního materiálu a Fe do ochranné vrstvy. [16]

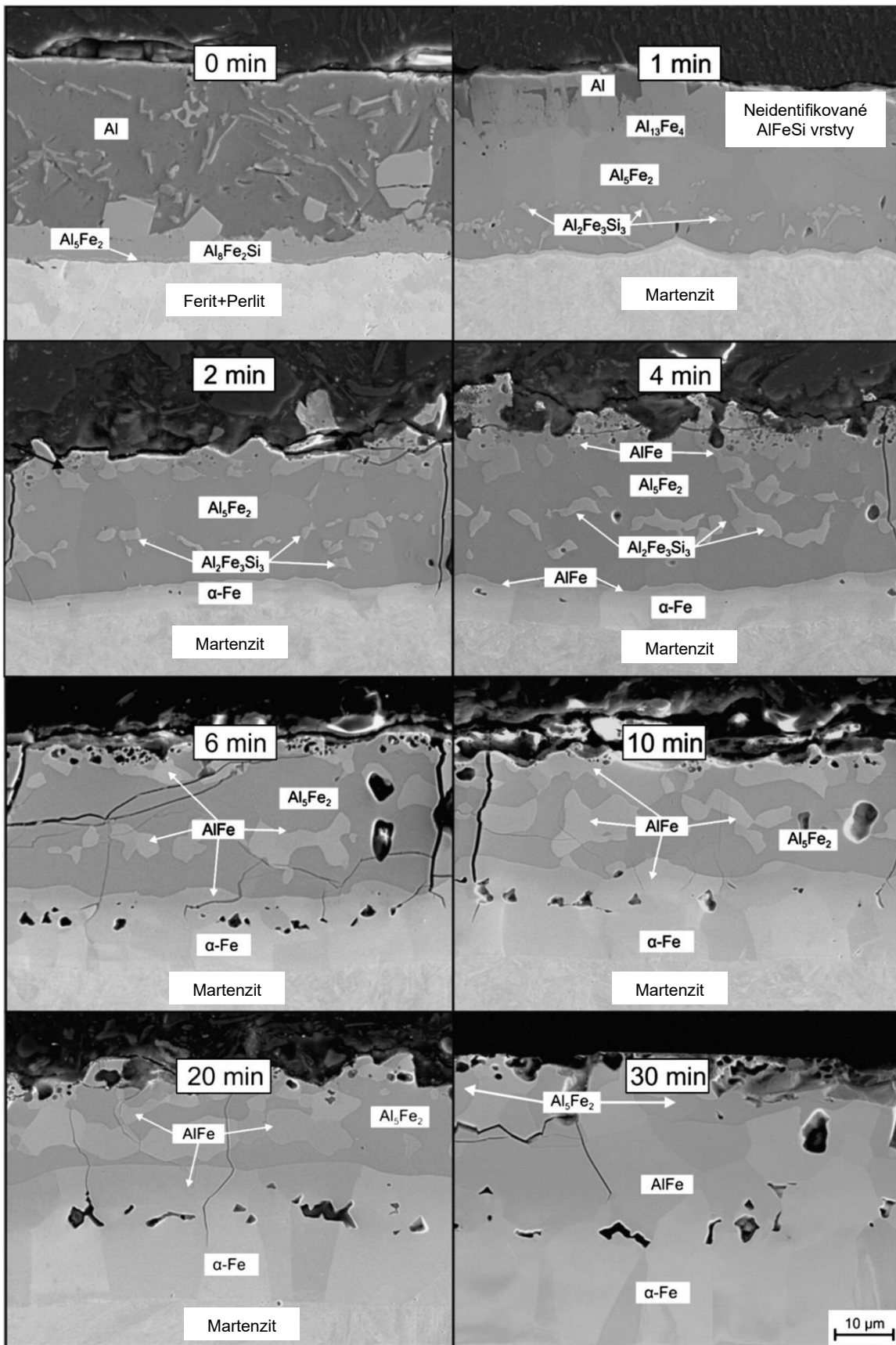
V neposlední řadě si můžeme na obr. 18 všimnout trhlin vznikajících a šířících se kolmo k povrchové vrstvě. Tyto trhliny jsou zapříčiněny především křehkou intermetalickou fází Al_5Fe_2 , která, jak již bylo řečeno, vzniká v průběhu austenitizace. Trhliny vznikají vlivem rozdílu v koeficientech tepelné roztažnosti nově vzniklých fází, vzniku napětí v průběhu tváření a kalení ve formě. Tyto trhliny šířící se povlakem jsou následně zastaveny difuzní vrstvou αFe , která je dostatečně tažnou, aby zamezila dalšímu šíření do substrátu. [18]



Obr. 18 Al-Si vrstva po TZ [32]

Podle výzkumu Al-Si povlaku na oceli 22MnB5 M. Windmanna [15] můžeme pozorovat závislost vzniku jednotlivých fází na délce austenitizace, které jsou zaznamenány na snímcích z elektronového mikroskopu na obr. 19. Lze pozorovat, že v závislosti na době austenitizace dochází k difuzi Fe směrem k povrchu a tím i ovlivnění vznikajících fází. Vyšší obsah křemíku zároveň podporuje transformace intermetalických fází bohatých na hliník typu Al_5Fe_2 a $Al_{13}Fe_4$ na fáze bohatší na železo typu AlFe (B2) případně již zmiňované ternární fáze. [15]

Vzniklé fáze M. Windmann blíže specifikoval v tabulce 3. Určil jejich krystalografickou soustavu, přibližné chemické složení v atomárních procentech a dobu výdrže na austenitizační teplotě jakožto podmínku vzniku. Chemické složení je pro potřeby porovnání v experimentální části této práce pouze orientační a je třeba k němu takto přistupovat. Ačkoliv M. Windmann využívá obdobný vstupní materiál i tepelné zpracování, tak vzhledem k dalším vlivům, jako jsou laboratorní podmínky práce, interakční objem při využití EDS analýzy apod., je vhodnější definovat jednotlivé fáze dle binárních a ternárních diagramů jako intervaly jednotlivě zastoupených chemických prvků.



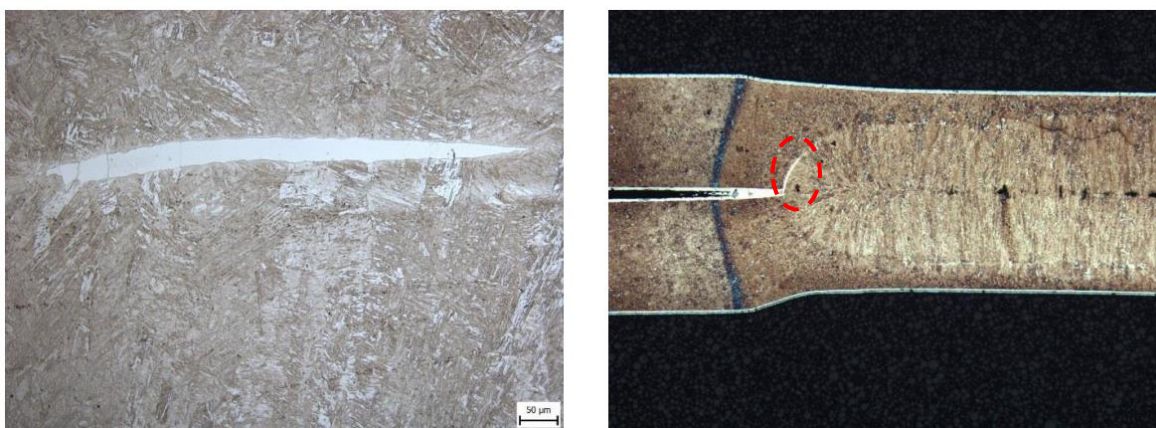
Obr. 19 Snímky z elektronového mikroskopu tvorby fází ve vrstvě Al-Si po TZ o různých délkách prodlevy při $T_{\text{AUS}} = 920 \text{ }^\circ\text{C}$ (přeloženo autorem)[15]

Tabulka 3 Fáze vyskytující se v Al-Si vrstvě po TZ s přibližným chem. složením z EDS analýzy [15]

Fáze	Krystalová mřížka	Výdrž na teplotě [min]	Al [at%]	Fe [at%]	Si [at%]	O [at%]
Al_2O_3	–	6	31.6	5.3	0.9	62.2
Si-bohaté oxidy	–	6	1.6	15.4	28.9	54.0
$\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$	Hexagonální	0	64.9	21.0	14.1	–
$\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_3$ (τ_1)	Triklinická	1	41.0	34.8	24.2	–
$\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$	Monoklinická	1	71.4	23.3	5.3	–
Al_5Fe_2	Orthorombická	1	65.1	28.8	6.1	–
Al_2Fe	Romboedrická	6	62.5	33.6	3.9	–
AlFe	BCC	6	44.7	43.1	12.2	–
$\alpha\text{-Fe}$	BCC	6	17.6	76.6	5.8	–

2.3.3 Vliv Al-Si povlaků na svařitelnost

Svařitelnost martenzitických ocelí je sama o sobě problematická především kvůli vzniklé tepelně ovlivněné oblasti, kde dochází k lokálnímu žihání a vzniku bainiticko-feritické struktury. Tyto oblasti pak přímo ovlivňují pevnostní charakteristiky svařovaných dílů. Jak bylo popsáno v kapitole 2.3.1, vzniklá vrstva po zakalení narůstá vlivem difuze Fe a stává se výrazně nehomogenní. Oba tyto důsledky komplikují proces svařování. Nehomogenita způsobuje nestabilitu svařovacího procesu, protože tok svařovacího proudu mezi elektrodami přestává být přímý. Zároveň v povrchové vrstvě dochází k roztavení Al a Si, čímž při tuhnutí vznikají křehké intermetalické fáze Al-Fe na hranici ztavení, které jsou na obr. 20 zvýrazněny červeně. Vlivem těchto intermetalických fází výrazně klesá rázová houževnatost. [13]



Obr. 20 Intermetalické fáze na hranici ztavení [13]

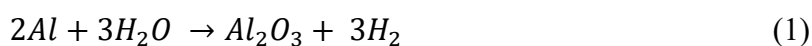
Pro samotný proces svařování je rovněž důležitá tloušťka vrstvy. Pokud je tloušťka vrstvy po zakalení do 40 μm, můžeme předpokládat nízkou tloušťku nevodivé oxidické vrstvy na povrchu dílu. Druhým ovlivňujícím parametrem je rozdílný elektrický odpor ochranného povlaku a základního materiálu. Odpor v Al-Si vrstvě je 1860 μΩ. Oproti tomu má základní materiál a difuzní vrstva nižší elektrický odpor (1750 μΩ) a začínají se tavit až po natavení povlaku. Ten může být elektrodami vytlačován po obvodu svarové čočky. S rostoucím elektrickým odporem narůstá i teplota a může docházet k nežádoucímu rozstříku materiálu. Rozstřík materiálu vede ke zmenšení bodového svaru a tím ke snížení jeho pevnosti. [10][13][19]

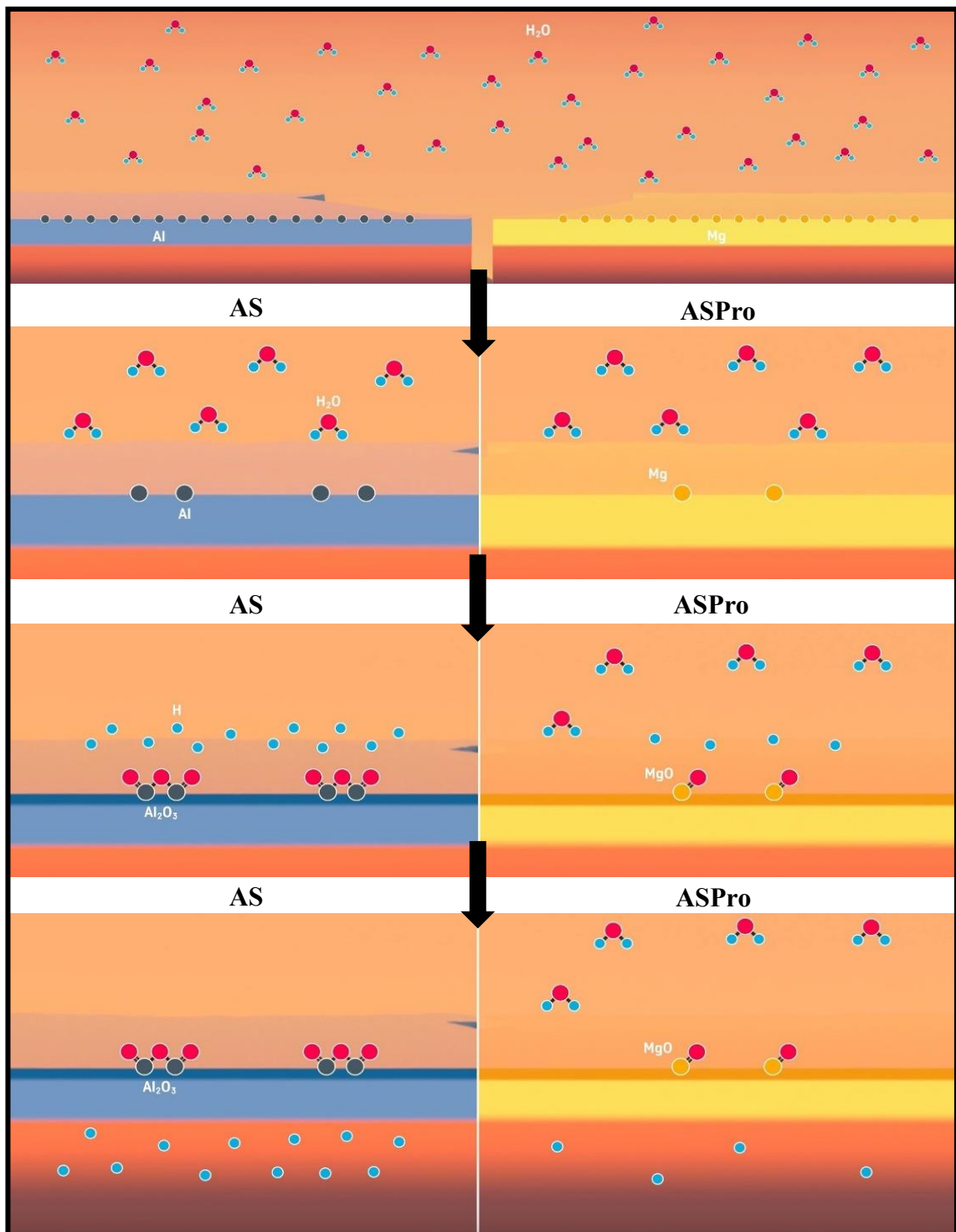
U technologie lepení je tloušťka jednotlivých vrstev ještě důležitější, neboť právě tloušťka vrstev má výraznější vliv než použitý druh lepidla. Právě v Al-Si povlaku dochází k delaminaci povlaku na rozhraní intermetalické a difuzní vrstvy. Ve většině případů je kohezní pevnost lepidla větší než pevnost povlaku. Lepené spoje rovněž vykazují vyšší pevnost vlivem mikrotrhlin jdoucích od povrchu až k difuzní vrstvě. Do těchto trhlin se lepidlo snáze zachytává. [20]

2.3.4 Al-Si-Mg povlaky

Jak bylo uvedeno v kapitole 2.2.2, velká pozornost je věnována výskytu vodíku ve struktuře oceli, čímž mohou klesat mechanické a tím pádem i užitné vlastnosti sériově vyráběných dílů. K selhání těchto dílů přitom nedochází bezprostředně po výrobním procesu, ale se zpožděním několika hodin až týdnů v závislosti na konkrétním způsobu a intenzitě zatěžování dílu. V plynné fázi se vyskytuje vodík ve formě dvouatomových molekul H_2 . Při normální teplotě a tlaku mají tyto molekuly minimální vliv na vlastnosti oceli. Avšak při zvýšení teploty u tváření za tepla začne povrch reagovat s vodní párou a dochází k disociaci vodíku na povrchu součásti. Tento proces vede k uvolnění atomárního vodíku, který následně difunduje do materiálu a způsobuje tzv. vodíkovou křehkost. S rostoucí teplotou a tlakem stoupá i rozpustnost vodíku v Fe, což celý proces umocňuje. Atomární vodík se nejčastěji shlukuje v okolí vměstků a dutin, kde se nahromadí, čímž zvýší tlak, který může překročit kritické hodnoty a tím dochází ke zmiňovanému porušení součásti. [10]

Za účelem snížení obsahu vodíku ve struktuře vyvinula společnost Thyssenkrupp Al-Si povlak s přídavkem hořčíku, tedy Al-Si-Mg povlak s obchodním označením ASPro. Mg je v Beketově řadě oproti Al méně ušlechtilým kovem, tudíž tvoří na povrchu materiálu oxidickou vrstvu přednostně. V porovnání s Al-Si povlaky, kde je tvořeným oxidem Al_2O_3 , je u povlaků Al-Si-Mg oxidická vrstva MgO . Rovnice (1) a (2) ve spojení s obr. 21 popisují tvorbu oxidických vrstev a názorně demonstrovují počet uvolněných atomů H. Uvolněné atomy za vysoké teploty následně mohou difundovat do zpracovávaného dílu. Z porovnání je zřejmé, že oxidická reakce MgO uvolňuje pouze dva atomy vodíku oproti Al_2O_3 , která uvolňuje atomů šest. To vede ke snížení množství uvolněného, případně absorbovaného, vodíku do zpracovávané součásti a následného rizika vodíkové křehkosti dílu.





Obr. 21 Porovnání chemického chování povlaků Al-Si (AS) a Al-Si-Mg (ASPro) [33]

3 Experimentální postup

Experimentální část diplomové práce byla zpracována ve spolupráci s firmou Škoda Auto a.s. a vzhledem ke stanoveným cílům věnována analýzám mangan-borové oceli 22MnB5 s Al-Si povlakem využívané především pro bezpečnostní prvky karoserie. V souvislosti s aktuálním vývojem ochranných povlaků byla do experimentální části zahrnuta také analýza ochranného povlaku na bázi Al-Si-Mg.

Experimentální část byla rozdělena do několika na sebe navazujících etap. V první části jsme charakterizovali ochranné vrstvy a definovali změny ve struktuře povlaku v závislosti na tepelném zpracování, přičemž obdobná analýza vzorků proběhla po následném bodovém odporovém svařování. V dalším kroku byly svařené vzorky podrobeny mechanickým zkouškám na Technické Univerzitě v Liberci a na dopravní fakultě Jana Pernera na Pardubické Univerzitě. Jednalo se o statickou a dynamickou zkoušku únosnosti bodových svarů. Naměřená data Al-Si a Al-Si-Mg vrstev byla vzájemně porovnána.

3.1 Zkoumaný substrát a ochranné vrstvy

Zkoumanému materiálu mangan-borové oceli 22MnB5 byla věnována kapitola 2.1.2 v teoretické části této práce. V tabulce 1 bylo uvedeno chemické složení materiálu dle dokumentů společnosti Thyssenkrupp a tabulce 2 mechanické hodnoty před a po tepelném zpracování.

Společností Škoda Auto a.s. bylo dodáno celkem 8 sad vzorků, přičemž se jednalo o vzorky s Al-Si a Al-Si-Mg povlakem v základním stavu a po třech variantách tepelného zpracování. Tepelné zpracování probíhalo vždy při austenitizační teplotě 920 °C, což je běžně využívaná austenitizační teplota v průmyslové praxi s rozdílem ve výdrži na této teplotě, viz tabulka 4. V tabulce 4 je také uvedeno značení vzorků, které bude používáno v dalších částech diplomové práce. Po austenitizaci byly vzorky kaleny na experimentální lince a dodány výrobcem v zakaleném stavu.

Tabulka 4 Parametry tepelného zpracování vzorků a jejich značení

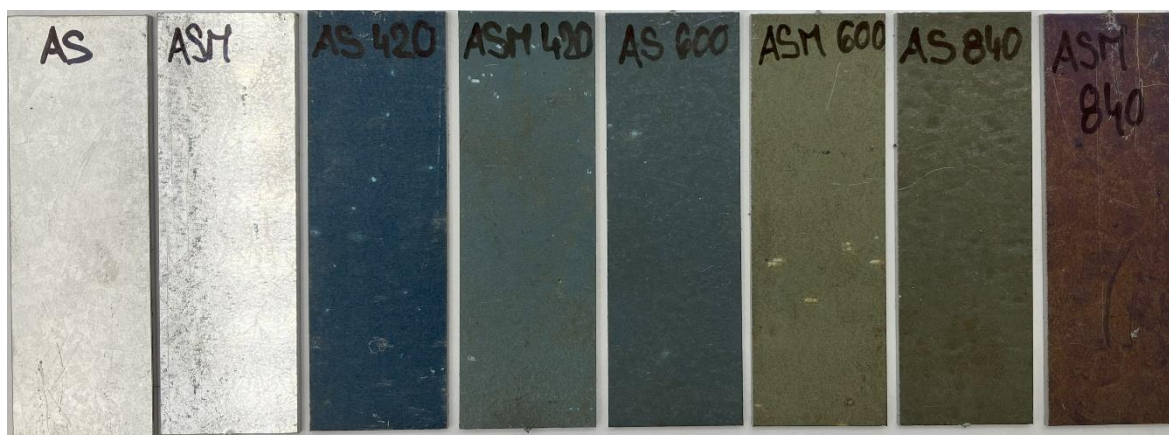
Materiál	22MnB5							
Vrstva	Al-Si				Al-Si-Mg			
Teplota [°C]	-	920			-	920		
Výdrž na teplotě [s]	-	420	600	840	-	420	600	840
Značení vzorku	AS	AS420	AS600	AS840	ASM	ASM420	ASM600	ASM840

Vzorky byly dodány ve formě laserem vyřezaných plechů o rozměrech $55 \times 18 \times 1,5$ mm vyznačených na obr. 22. Laserové vyřezávání je dostatečně rychlým a přesným procesem, při kterém nedochází k tepelnému ani mechanickému ovlivnění samotných vzorků. Rozměry vzorku byly voleny s ohledem na požadavky Univerzity Pardubice, kde probíhalo následné testování dynamické únosnosti svarů.



Obr. 22 Rozměry dodaných vzorků

Na obr. 23 je zachycena změna zbarvení povrchu vzorku v závislosti na délce tepelného zpracování a druhu použitého povlaku. Rozdíly mezi odstíny vzorků jsou ovlivněny především rozdílem ve vznikajících oxidech na povrchu součásti a době, po kterou mohla probíhat difuze a oxidace povrchu.



Obr. 23 Zbarvení vzorku v závislosti na délce tepelného zpracování

3.2 Analýza povlaků

V prvním kroku byl blíže pozorován a zdokumentován povrch součásti a rozdíly v plošné drsnosti vzorků v závislosti na proměnných parametrech TZ. K tomu byl využit konfokální mikroskop, kterým disponuje Katedra materiálů TUL. Jedná se o zařízení SENSOFAR S Neox, který je na obr. 24. Pro snímání byl využit objektiv Nikon EPI 20.

Měření probíhalo dle normy ČSN EN ISO 25178 a byly určovány parametry plošné drsnosti povrchu. Plošná drsnost je zapisována písmenem velké S (popřípadě V), které je dále doplněno o dodatkové písmeno v závislosti na měřeném parametru. V této práci byly měřeny parametry Sa (definován jako průměrná aritmetická výška neboli průměrná drsnost 3D povrchu) a parametr Sz, který definuje maximální výšku povrchu (rozdíl výšek mezi nejnižší prohlubní a nejvyšším výstupkem).



Obr. 24 Konfokální mikroskop SENSOFAR S Neox

K následné metalografické strukturní analýze vzorků ve výchozím stavu a po teplem zpracování byly využity optický mikroskop Zeiss Axio Imager M2m – obr. 25 a skenovací elektronový mikroskop Zeiss Ultra Plus – obr. 26, který byl vybaven mikroanalytickými detektory EDS (Oxford X-Max20) a EBSD (Oxford Norlys Nano). Skenovací elektronový mikroskop byl rovněž využit pro pozorování povrchu vzorků před vyhotovením metalografického výbrusu. Za pomoci detektoru sekundárních elektronů byly pozorovány rozdíly v topografii jednotlivých vzorků. Pozorování povrchu probíhalo při 250násobném přiblížení a při urychlovacím napětí 10 kV.

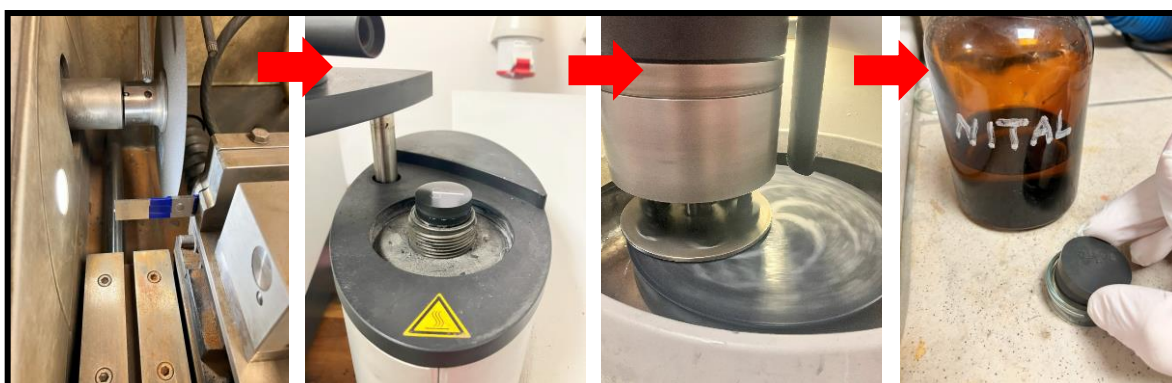


Obr. 25 Zeiss Axio Imager M2



Obr. 26 Zeiss Ultra Plus

Pro možnost strukturní analýzy a měření tloušťky vrstev bylo zapotřebí zhotovit metalografické výbrusy všech vzorků. Metalografické výbrusy byly zhotoveny konvenčními metodami znázorněnými na obr. 27. s finálním leštícím krokem za použití suspenze s koloidním křemíkem. Při využití koloidního křemíku (Struers OP-S) dochází k chemické reakci mezi suspenzí a leštěným vzorkem, čímž dochází k prvotnímu naleptání struktury. K zalisování byla použita bakelitová pryskyřice s uhlíkovým plnivem (PolyFast), která je vodivá a vhodná pro požití v elektronovém mikroskopu. Před pozorováním svarového spoje pomocí optického mikroskopu byla struktura zviditelněna naleptáním pomocí 4% Nitalu.

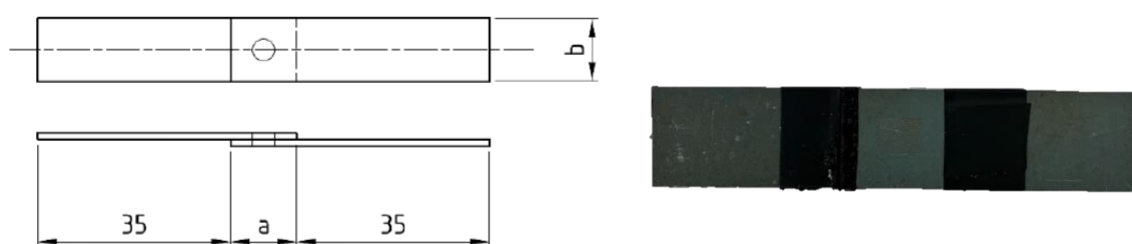


Obr. 27 Postup zhotovení metalografického výbrusu včetně leptání

Výbrus povrchové vrstvy byl nejprve zdokumentován pomocí optického mikroskopu. Bylo použito zvětšení 500× a režim bright field, v některých případech bylo použito polarizované světlo – režim DIC. Následné zpracování snímků a měření tloušťky vrstvy probíhalo pomocí softwaru Zeiss ZEN Core. Elektronovým mikroskopem byl metalografický výbrus pozorován a zdokumentován při zvětšení 1000× až 2500× a urychlovacím napětí 10 kV.

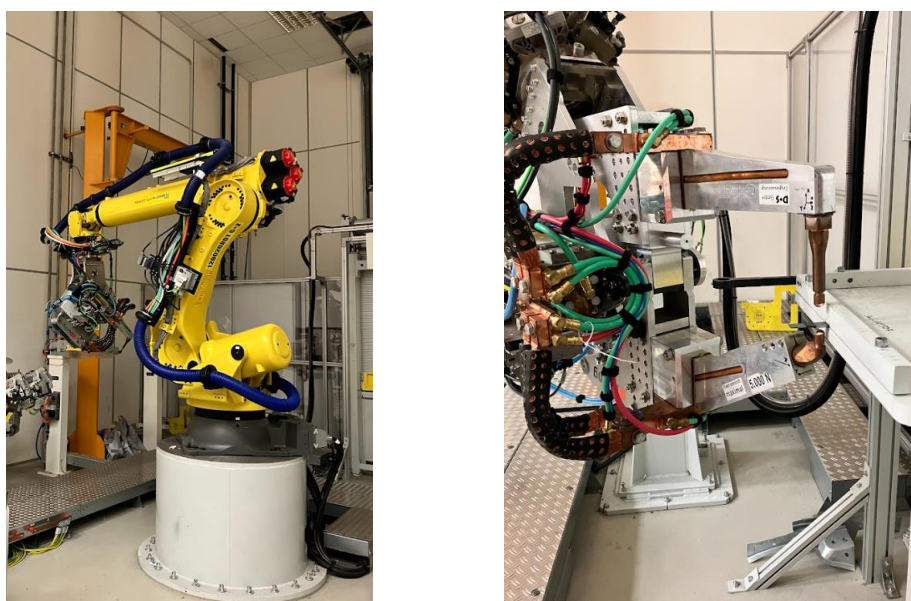
3.3 Odporové svařování

V následující části diplomové práce byly vzorky připraveny k bodovému svařování. Původním záměrem bylo využití invertorového odporového svařovacího stroje TECNA – typ 6124, který se nachází v laboratoři progresivních průmyslových technologií na TUL. Bohužel přes veškeré snahy a vícero pokusů k nalezení optimálních svařovacích parametrů nebylo docíleno odpovídající jakosti svarového spoje dosahovaného při výrobě ve ŠA. Z toho důvodu bylo přistoupeno ke svařování vzorků přímo v závodě ŠA. Vzorky byly připraveny a svařeny v závislosti na rozměrových požadavcích Univerzity Pardubice viz obr. 28.

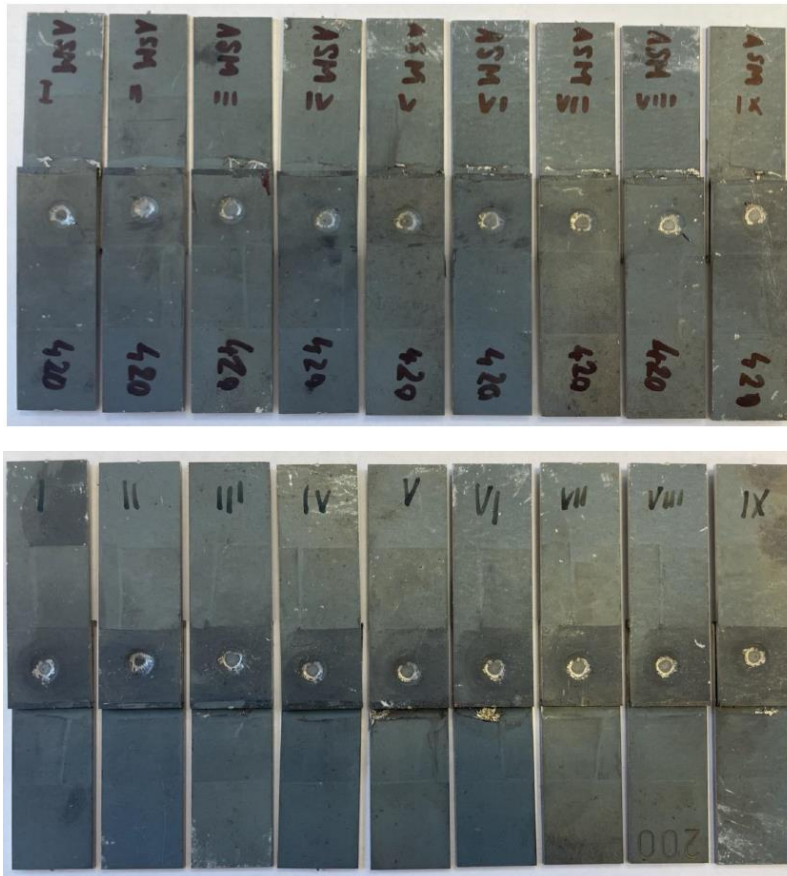


Obr. 28 Rozměry a vzhled vzorků před svařováním

Svařování probíhalo na robotizovaném pracovišti svařovny, kde za pomoci přípravku došlo k uložení polotovaru do definované polohy a kusovému svařování jednotlivých vzorků viz obr. 30. Svařování probíhalo dle interního technologického postupu a procesních parametrů ŠA. Mezi každou sadou vzorků došlo k ofrézování svařovacích čepiček. Na obr. 29 je vidět proces svařování robotem Fanuc R-2000iC/210L se svařovacími kleštěmi výrobce Düring.

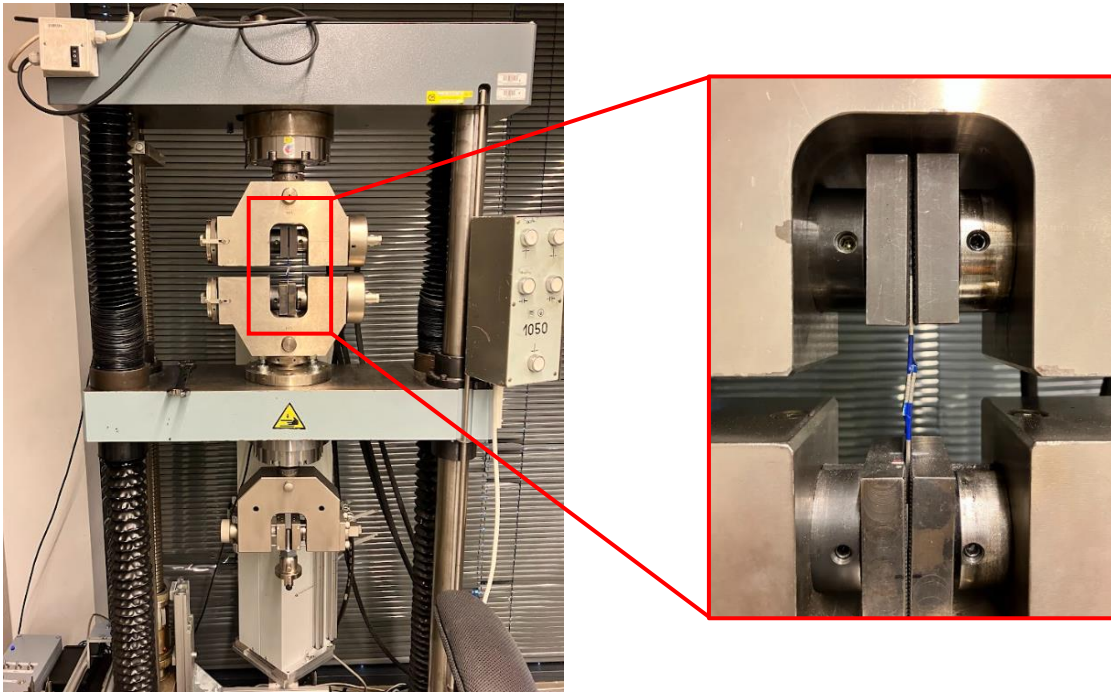


Obr. 29 Svařování vzorků ve Škoda Auto



Obr. 30 ASM420 po bodovém odporovém svařování

U každé sady vzorků bylo vyhotoveno 22 svařených kusů, které byly následně rozděleny podle dalšího způsobu testování. Vzorky určené k dynamické zkoušce únosnosti byly odeslány na Univerzitu Pardubice, resp. výukové a výzkumné centrum v dopravě, kde proběhlo testování za pokojové teploty při jednotné rychlosti zatížení 10 m/s. Uvedená rychlost zatížení představuje hodnotu dosahovanou v okamžiku nárazu úderníku do zkušebního vzorku (resp. volnoběžného členu tahového stroje). Další sada vzorků zůstala na KST TUL a pod vedením doc. Ing. Pavla Solfronka, Ph.D. byla realizována statická zkouška únosnosti v jednoosém tahu. Měření probíhalo za běžných laboratorních podmínek na trhacím zařízení TIRA test 2300 za konstantní rychlosti zatěžování 20 mm/min. Zařízení TIRA test 2300 a uchycení testovaného kusu je vidět na následujícím obr. 31. Z naměřených dat proběhlo statistické vyhodnocení výsledků, které spočívalo jak v popisné statistice, kdy byla určena průměrná hodnota a směrodatná odchylka, tak v testování hypotéz pomocí dvou-
výběrového t-testu s rovností rozptylů. Tento statistický test určuje na hladině významnosti 5 %, zda rozdíl v naměřených hodnotách je či není statisticky významný. Statistické porovnání výsledků měření mezi povlaky AS a ASM bylo nutné především ke správné interpretaci naměřených dat.



Obr. 31 Statická zkouška tahem s detailem na upnutí vzorku

Poslední sada vzorků byla použita k přípravě metalografického výbrusu a analýzy mikrostruktury po technologii svařování. Strukturní analýza opět proběhla na optickém mikroskopu Zeiss Axio Imager M2m a skenovacím elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus. Volba řezu vzorku pro metalografický výbrus je názorně zobrazena na obr. 32.



Obr. 32 Řez svařence pro metalografický výbrus a strukturní analýzu

4 Výsledky

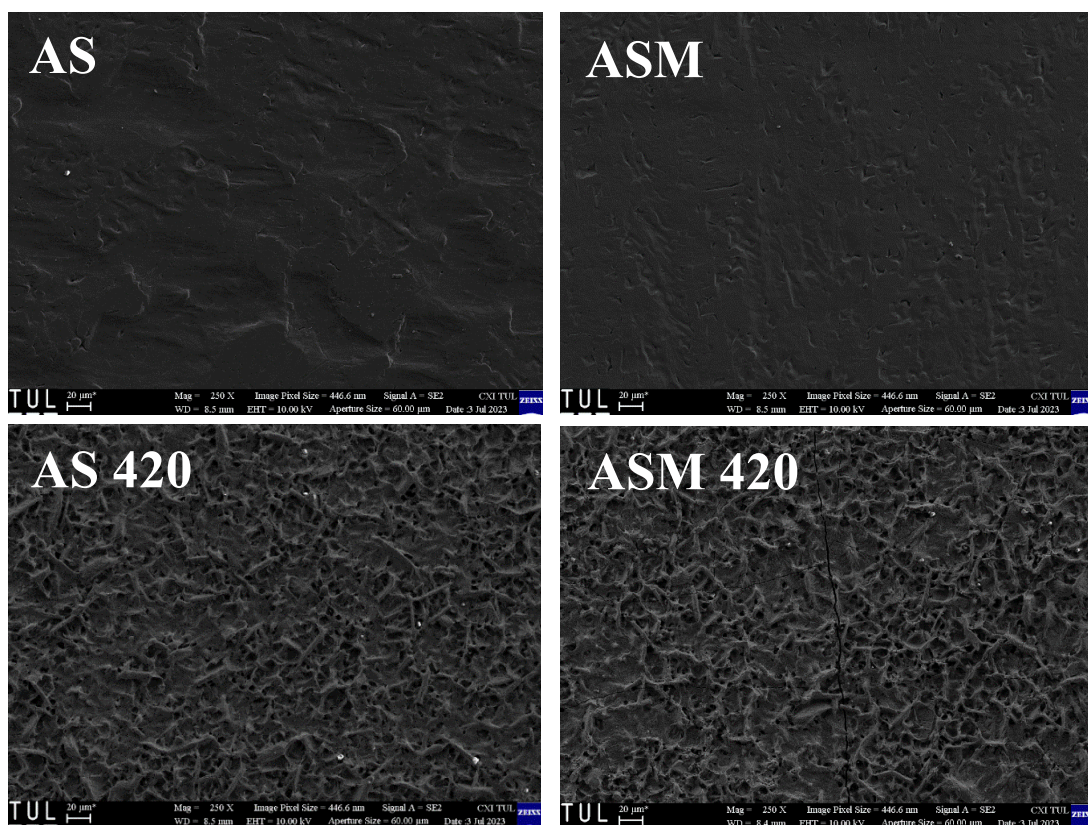
V této kapitole budou představeny výsledky experimentální části této práce. Výsledky budou prezentovány chronologicky, dle kap. 3 „Experimentální postup“ a podle logické návaznosti prováděných analýz a experimentů.

4.1 Analýza povrchu

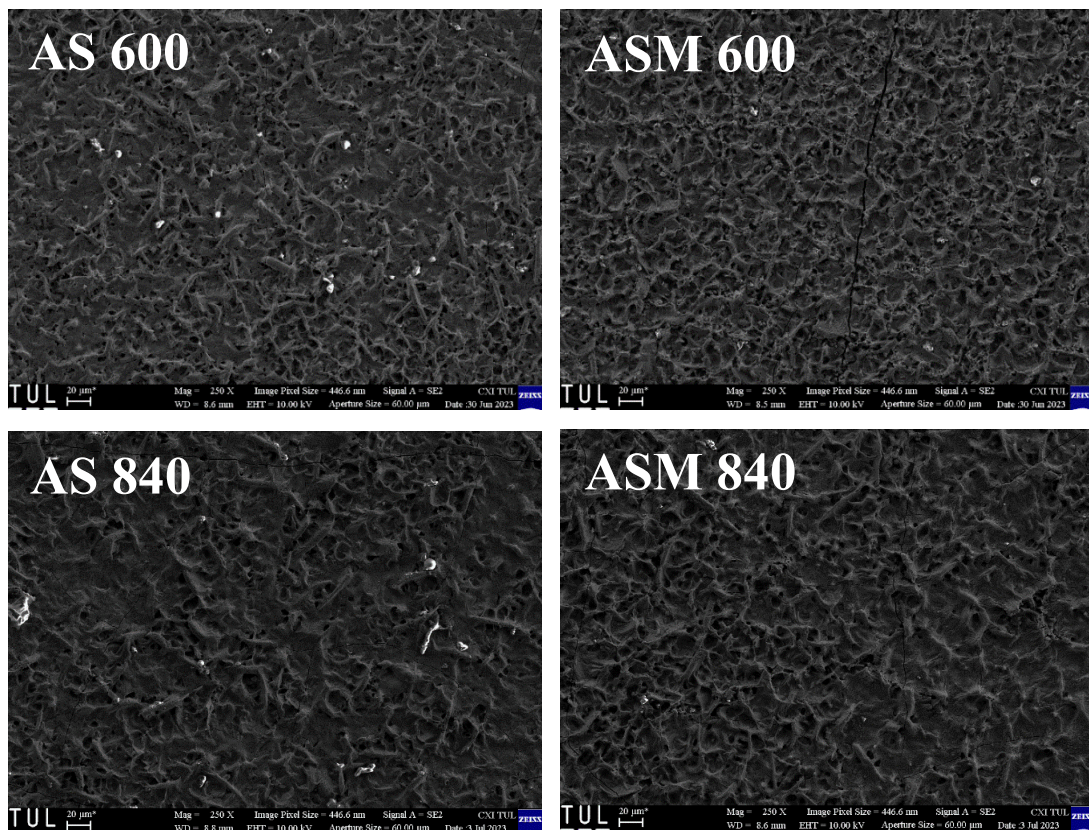
Topografie povrchu byla zaznamenána pomocí SEM a detektoru sekundárních elektronů. Výsledky pozorování můžeme vidět na obr. 33 a obr. 34. Ze vzájemného porovnání jednotlivých snímků můžeme pozorovat velký rozdíl v topografii a drsnosti povrchu mezi vzorky před tepelným zpracováním a po něm.

Je patrné, že povrch tepelně neovlivněných vzorků je výrazně hladší. U obou ochranných povlaků došlo po tepelném zpracování k výraznému nárůstu členitosti povrchu.

U ASM povlaků dochází po tepelném zpracování k většímu praskání povlaku už při nejkratším čase TZ (420 s). U AS povlaků pozorujeme rovněž vznik trhlin, ovšem mnohem jemnějších při porovnání s povlakem ASM.



Obr. 33 Snímky povrchu vzorků ze SEM

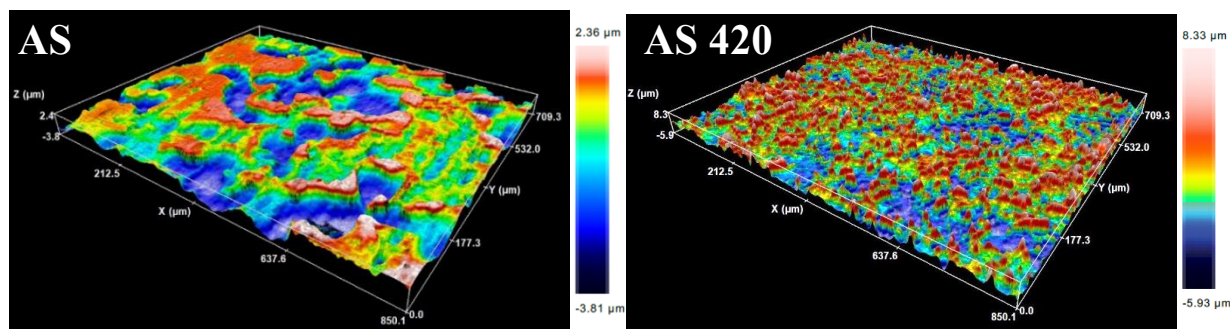


Obr. 34 Snímky povrchu vzorků ze SEM

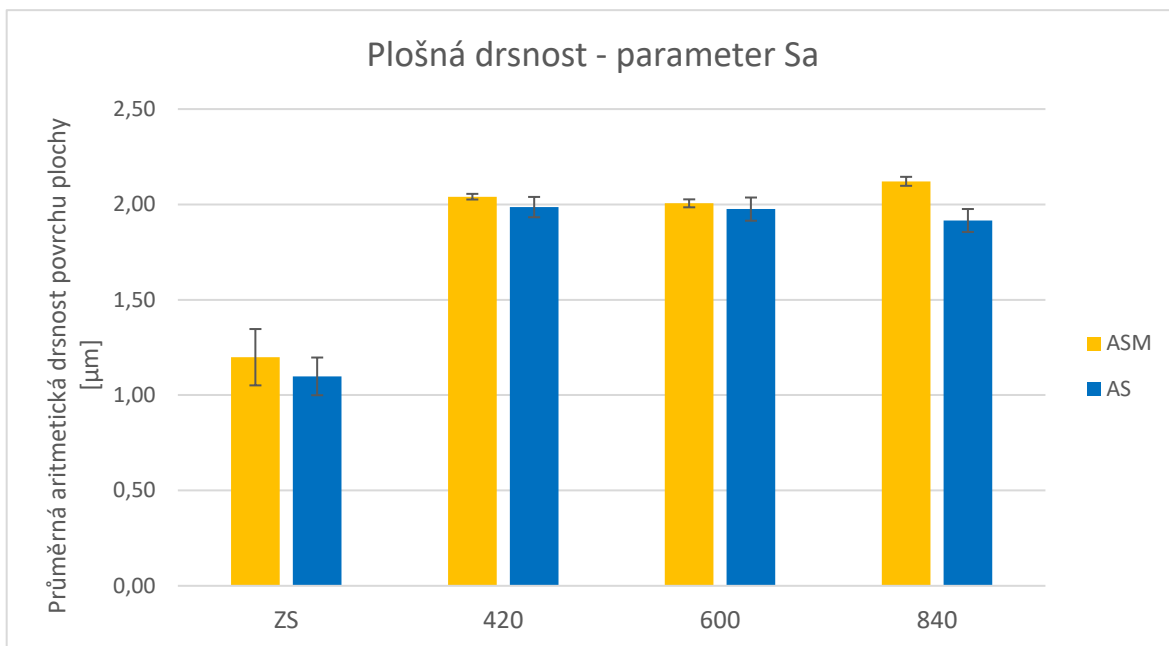
4.1.1 Vyhodnocení plošné drsnosti povrchu

Pro přesnější charakterizaci plošné drsnosti povrchu bylo provedeno měření konfokálním mikroskopem a vyhodnocení parametrů S_a a S_z . Měření probíhalo na pěti náhodně zvolených místech povrchu vzorku a výsledky z těchto měření byly zpracovány a vyneseny do grafu 1 a grafu 2.

Příklady snímků z konfokálního mikroskopu, jež jsou zdrojem pro měření plošné drsnosti, jsou viditelné na obr. 35. Jedná se o 3D rekonstrukci povrchu vzorku v základním stavu a po výdržu na T_{AUS} 420 vteřin.

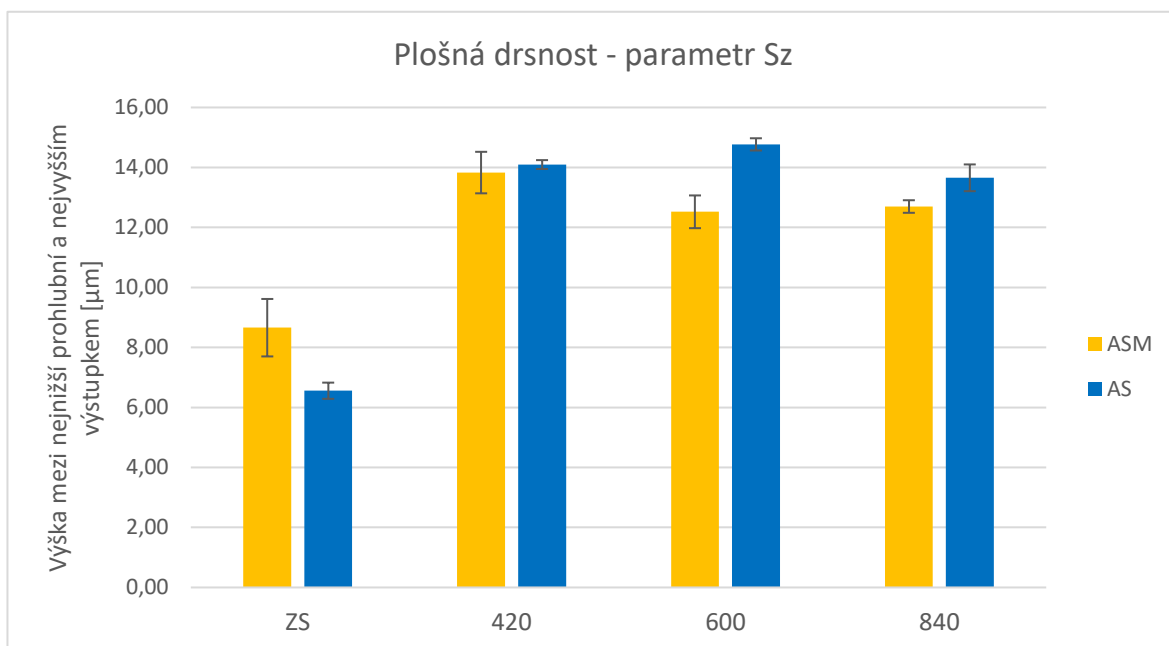


Obr. 35 Topografie povrchu vzorků z konfokálního mikroskopu



Graf 1 Plošná drsnost povrchu vzorků (Sa) a vzájemné porovnání

V grafu 1 můžeme pozorovat, že průměrná hodnota drsnosti povrchu (Sa) byla s ohledem na nejistotu měření u obou druhů povlaku víceméně shodná okolo 1,15 μm . Po TZ následoval nárůst drsnosti téměř o 75 % na hodnoty okolo 2 μm . U měření parametru Sa byla u všech zakalených vzorků nízká směrodatná odchylka, v řádu jednotek setin, a můžeme tedy tvrdit, že v intervalu námi testovaných průběhů TZ se průměrná hodnota drsnost povrchu výrazně nemění.



Graf 2 Plošná drsnost povrchu vzorků (Sz) a vzájemné porovnání

Graf 2 shrnující výsledky měření výšky mezi nejnižší prohlubní a nejvyšším výstupkem (Sz) ukazuje výraznější rozdíl mezi povlaky AS a ASM, kdy v základním nezpracovaném stavu vykazuje vzorek AS parametr Sz 6,56 μm , zatímco vzorek ASM hodnotu 8,66 μm . Po TZ dochází opět k nárůstu drsnosti v průměru o 85 % a vyrovnání rozdílu mezi povlaky. Při delší výdrži na T_{AUS} můžeme na grafu pozorovat opět rozdíl mezi povlaky AS a ASM, přičemž u povlaku s přidavkem hořčíku pozorujeme nižší rozdíl mezi nejnižším a nejvyšším bodem povrchu.

4.1.2 Chemické složení povrchu

Všechny vzorky byly podrobeny plošné EDS analýze, ze které jsou k dispozici následující data povrchového chemického složení sumarizované v tabulce 5. EDS složení bylo měřeno ve třech oblastech o rozměrech 1000 x 750 μm , v tabulce je uvedena vždy průměrná hodnota z provedených měření.

S rostoucí dobou austenitizace můžeme pozorovat mírný nárůst podílu kyslíku, což svědčí o intenzivnější oxidaci povrchu. Současně si můžeme povšimnout, že po TZ dochází k nárůstu podílu Mg, což je zapříčiněno jeho difuzí k povrchu a následnou tvorbou oxidů.

Tabulka 5 Chemické složení povrchu získané EDS mapou

	O [at%]	Al [at%]	Si [at%]	Fe [at%]	Mg [at%]
AS	2,7	79,7	16,4	1,2	-
ASM	2,5	79,0	17,0	0,7	0,9
AS420	38,6	47,2	1,7	12,5	-
ASM420	38,7	35,4	1,8	10,9	13,2
AS600	42,6	44,8	1,9	10,7	-
ASM600	42,2	34,2	1,2	8,7	13,7
AS840	46,8	44,8	1,5	6,9	-
ASM840	41,0	38,0	1,1	10,5	9,4

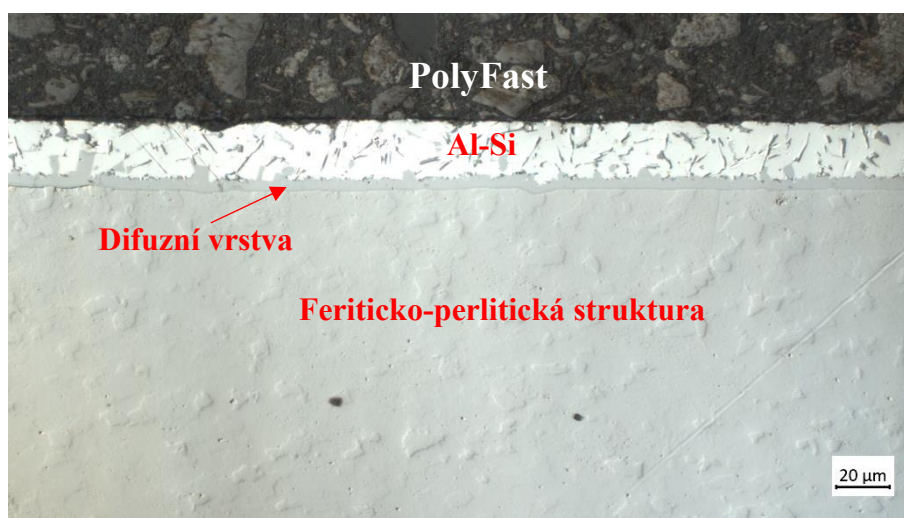
4.2 Strukturní a chemická analýza metalografického výbrusu

4.2.1 Výsledky optické mikroskopie

Na obr. 36 je metalografický výbrus vzorku AS pořízený optickým mikroskopem s pětisetnásobným přiblížením za využití cirkulárního diferenciálního interferenčního kontrastu. Základní materiál je zde feriticko-perlitická matrice, která by byla výraznější po naleptání vzorku, ovšem pro námi pozorovanou ochranou Al-Si vrstvu je příprava vzorku dostačující. Na obr. 36 můžeme dále pozorovat zřetelnou difuzní vrstvu, kterou je povlak na matrici navázán. V Al-Si vrstvě lze pozorovat homogenně rozmístěné ostrůvky Si, jež jsou na výbrusu viditelné tmavou barvou. Převládající bílá barva povlaku je převážně Al (viz. EDS mapa vzorku AS na obr. 40).

Obr. 37 ukazuje strukturu vzorku AS840. Po zakalení je v matrici jehlicovitá martenzitická struktura. U Al-Si povlaku pozorujeme výrazně pásovitou strukturu, kde dochází ke střídání jednotlivých fází. Ve spodní polovině povlaku se vyskytují Kirkendallové póry (voids) zmiňované v teoretické části práce (kap. 2.3.2). Dále můžeme pozorovat vznik trhlin jdoucích od povrchu vzorku přibližně do úrovně pórů, v některých případech trhliny končí přímo v jednom z pórů.

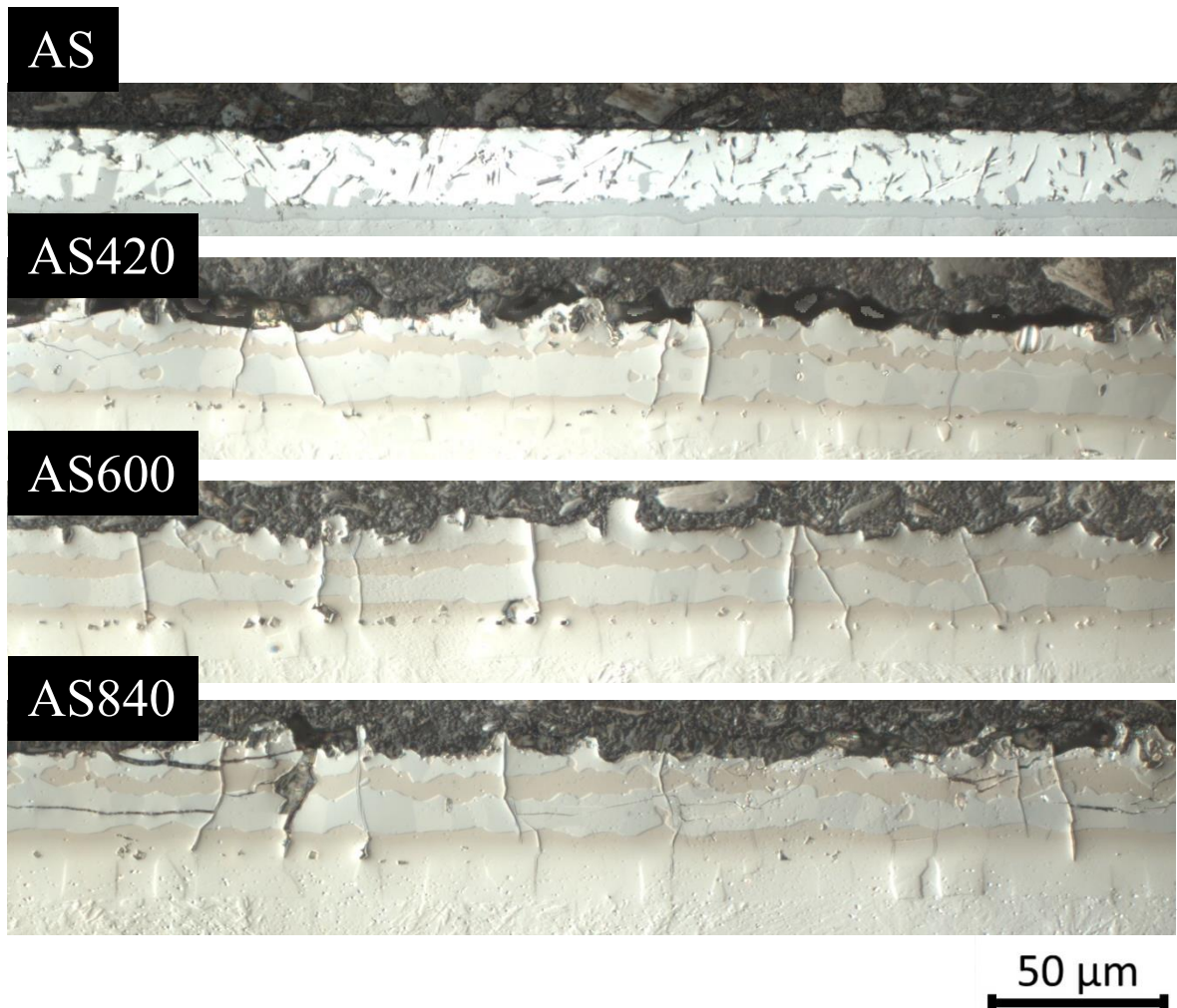
Rozdíly ve struktuře povlaku vlivem prodloužení doby výdrže na T_{AUS} lze pozorovat na obr. 38. Jak bylo zmíněno v teoretické části, vlivem difuze Fe narůstá tloušťka povlaku, což lze pozorovat právě na obr. 38, který dále poukazuje na změnu zastoupení jednotlivých fází v pásovitě struktuře v závislosti na čase (pozorujeme rozšiřování tmavších oblastí – pásů ve struktuře na úkor světlejší fáze). S rostoucí délkou austenitizace také významně narůstá množství trhlin a pórů v povlaku.



Obr. 36 Metalografický výbrus AS v základním stavu

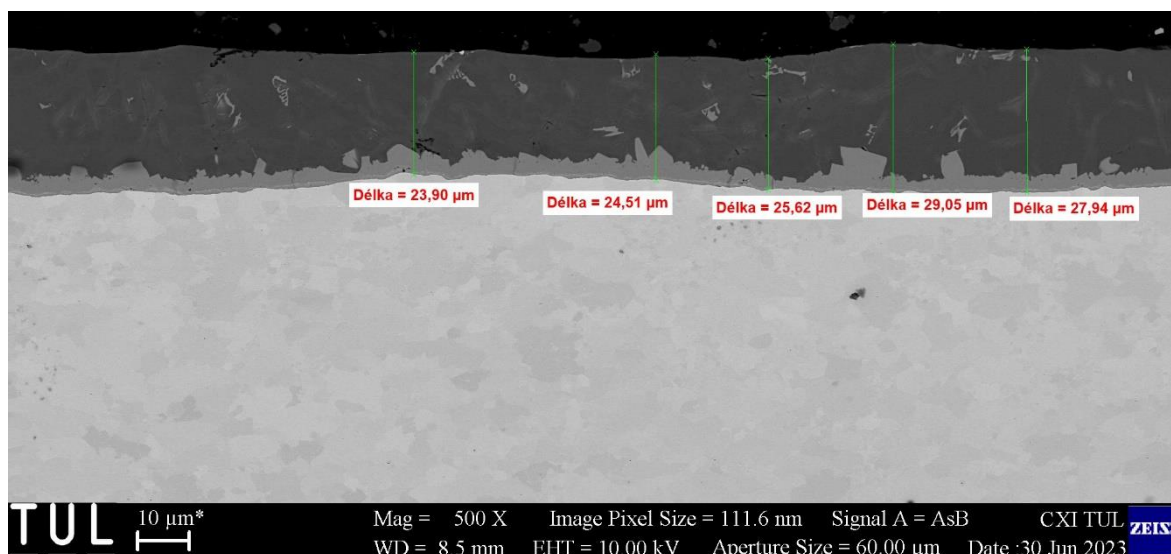


Obr. 37 Metalografický výbrus AS 840

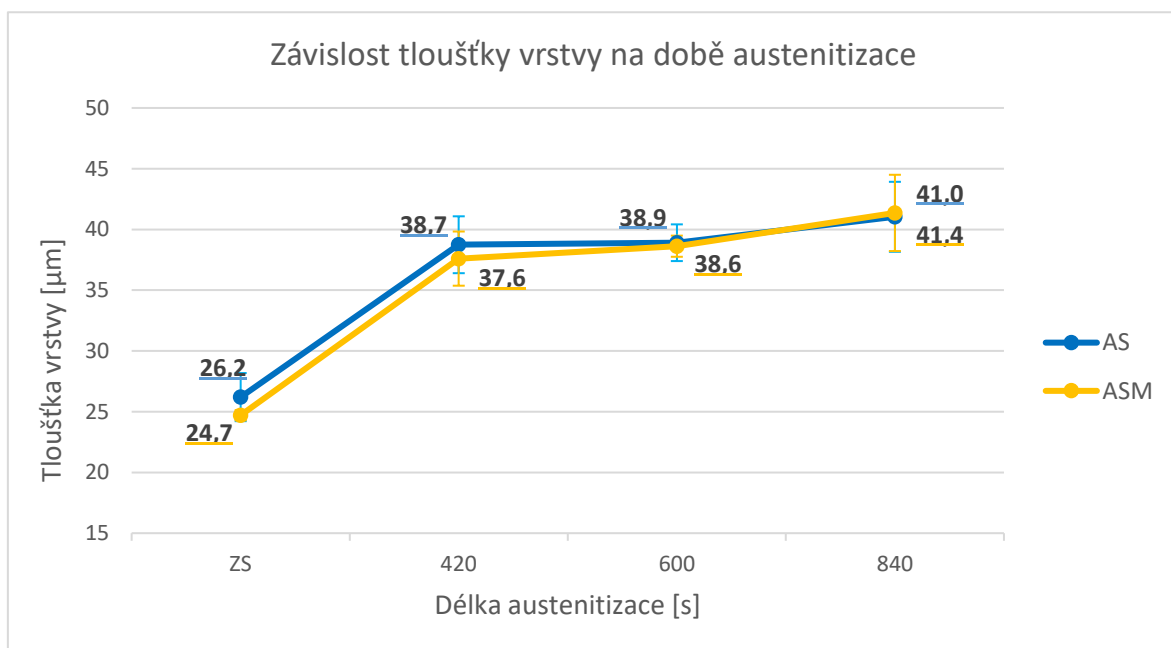


Obr. 38 Změny ve struktuře ochranného Al-Si povlaku v závislosti na délce TZ

Změna tloušťky povlaku v závislosti na TZ byla změřena ze snímků optického i elektronového mikroskopu. Na obr. 39 je snímek z elektronového mikroskopu s vyznačenými kótami měřícími tloušťku Al-Si povlaku u vzorku AS. Tloušťka povlaku je v nevytvrzeném stavu přibližně 25 μm , viz graf 3. Při nejkratší variantě tepelného zpracování tloušťka vzroste k hodnotám téměř 39 μm a následný nárůst tloušťky povlaku je s výdrží na T_{AUS} pozvolnější. S rostoucí dobou TZ roste i proměnlivost tloušťky povlaku, což má za následek vyšší nejistotu měření.



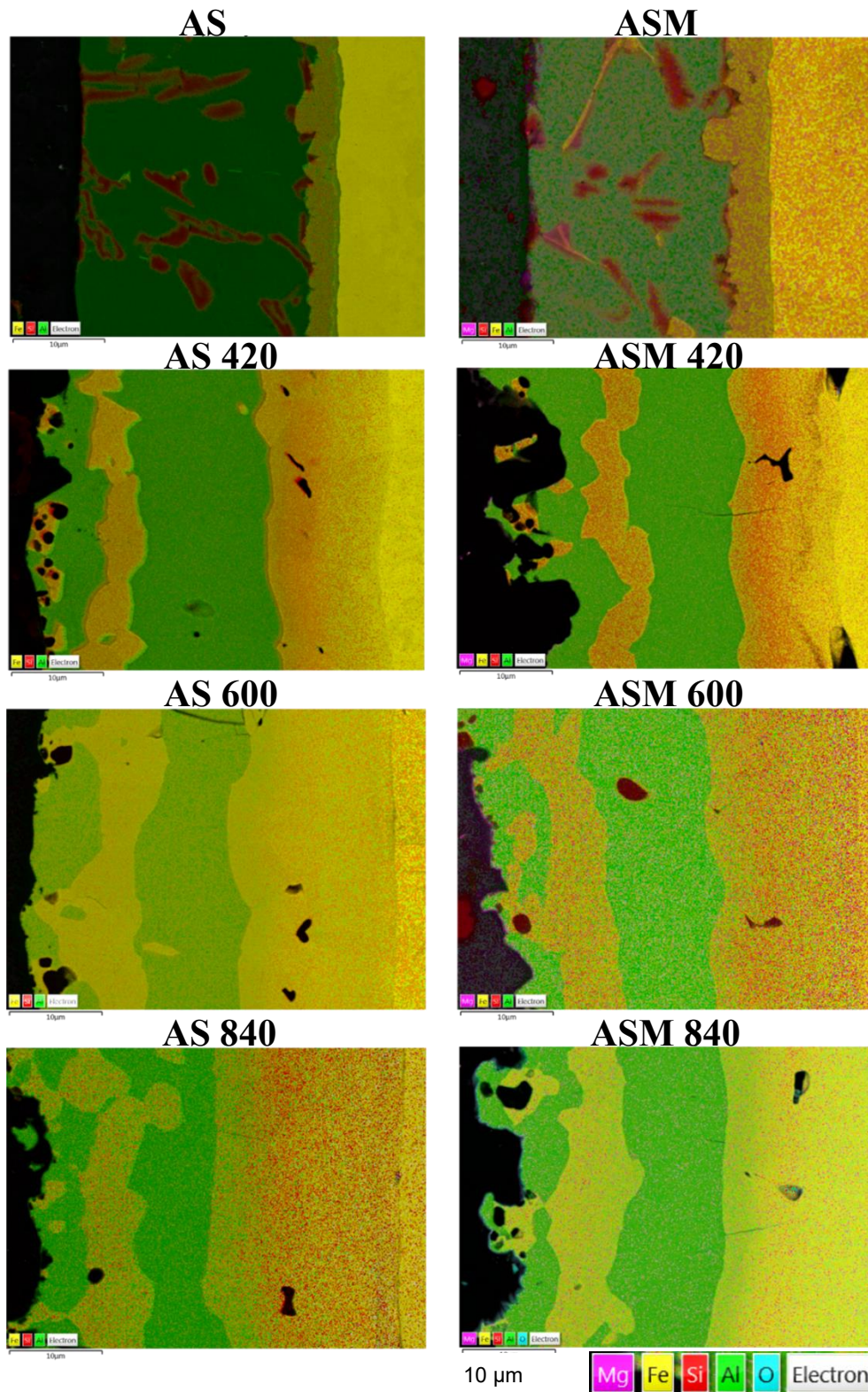
Obr. 39 Měření tloušťky vrstvy



Graf 3 Závislost tloušťky povlaku na době austenitizace

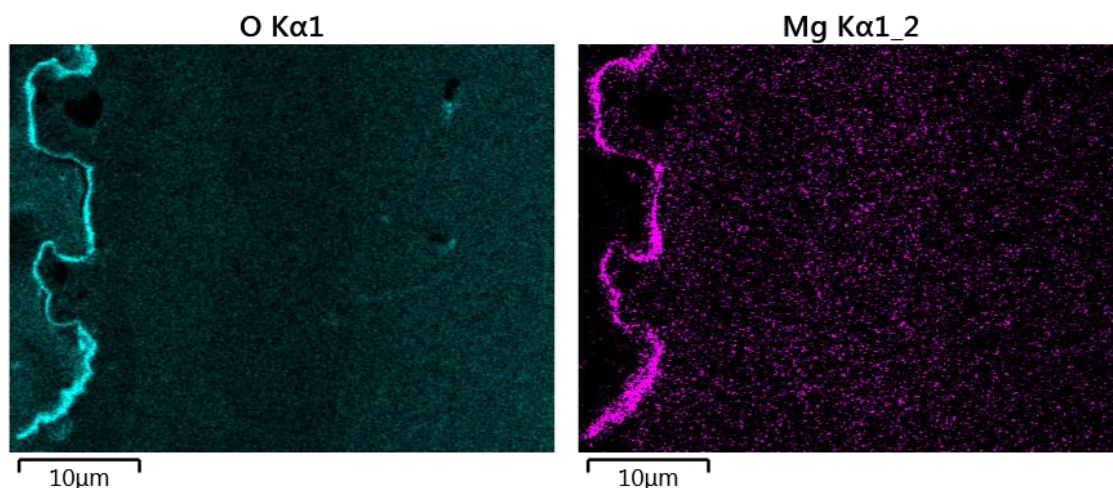
4.2.2 Vyhodnocení EDS analýzy

Chemické složení strukturních částí bylo analyzováno energiově-disperzní rentgenovou spektrometrií (EDS). Pro veškeré vzorky byla vytvořena EDS mapa viz obr. 40 se žlutě vyznačeným Fe, zeleně Al, červeně Si a růžově Mg.



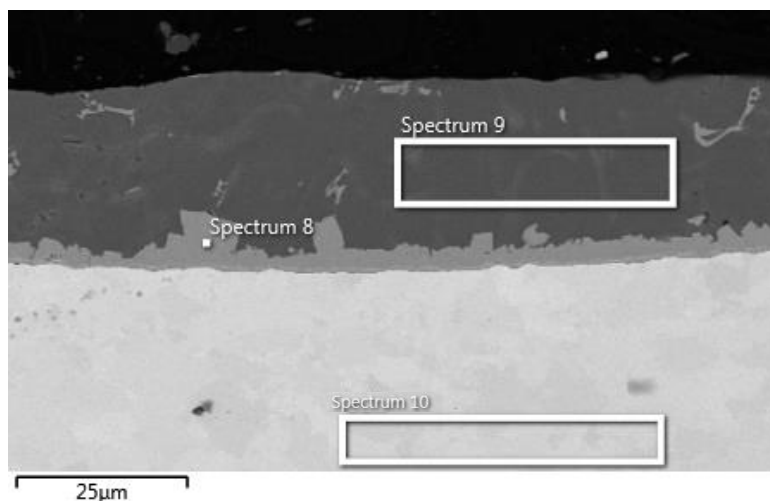
Obr. 40 Výsledky EDS mapové analýzy všech zkoumaných vzorků

Dle teoretické části této práce jsme u vzorků s ochranným povlakem Al-Si-Mg předpokládali primárně výskyt a tvorbu oxidů MgO u povrchu vzorku. Pro ověření tohoto tvrzení byla vytvořena EDS mapa pouze pro sledování výskytu hořčíku v závislosti na výskytu kyslíku viz obr. 41, kde je vidět zvýšená koncentrace Mg a O na povrchu.

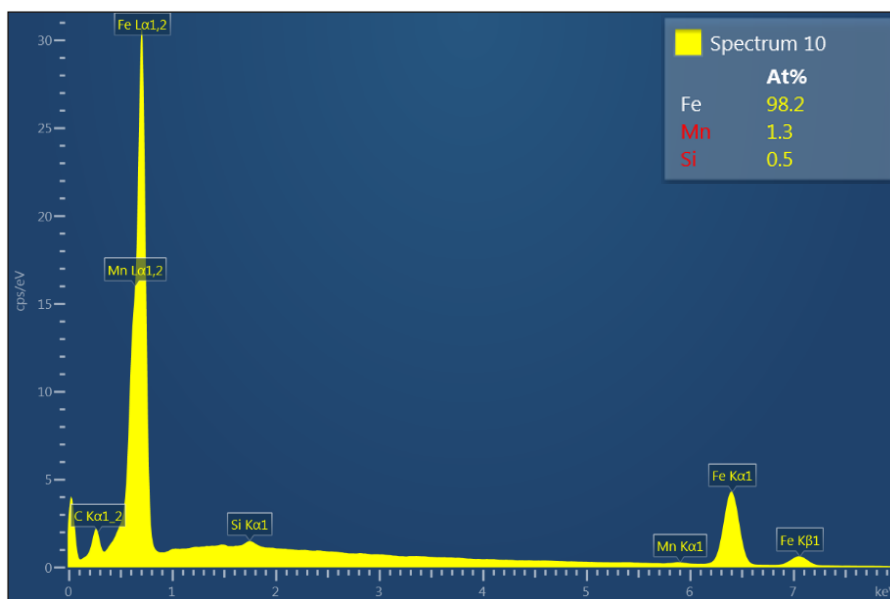
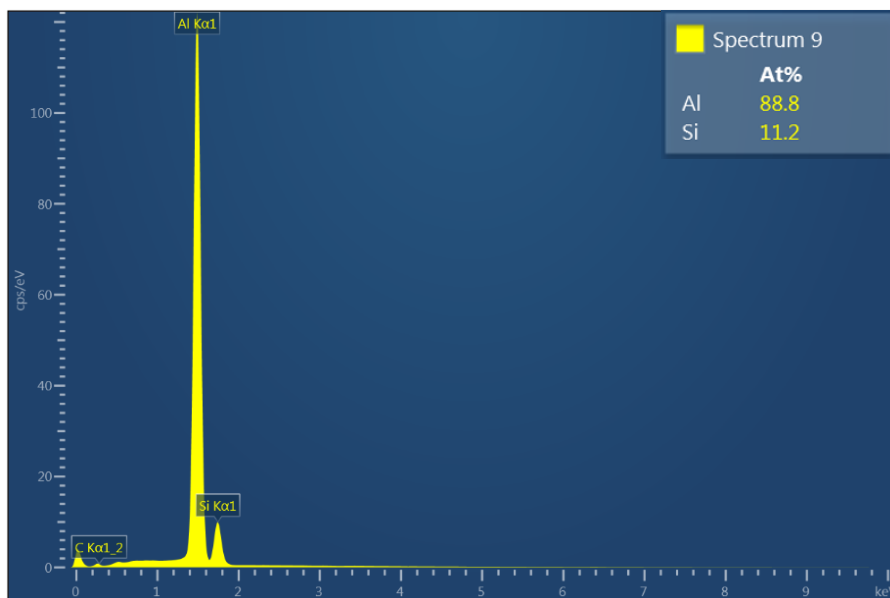
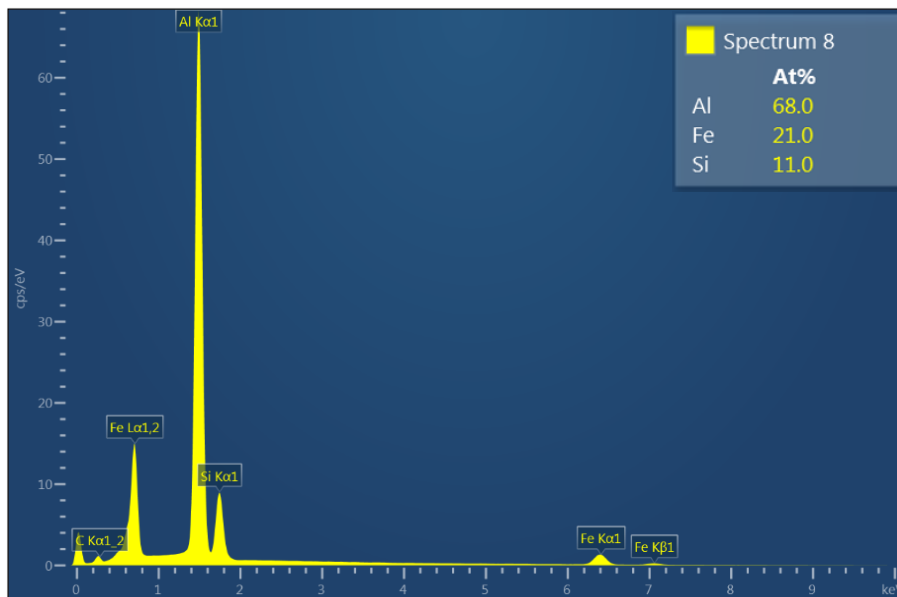


Obr. 41 Lokalizace výskytu Mg v závislosti na výskytu kyslíku (ASM840)

Na následujících snímcích a tabulkách budou představeny výsledky z lokální EDS analýzy, která se vždy zaměřovala pouze na specifickou oblast či místo, resp. fázi daného vzorku. Pro každý z uvedených vzorků bude představen snímek z elektronového mikroskopu s vyznačenými oblastmi/body, odkud byla získána spektra lokálního chemického složení (pro vzorek AS se jedná o obr. 42). Pro první ze vzorků, vzorek AS, jsou zobrazena i samotná spektra (obr. 43), která jsou přímým výstupem z EDS analýzy. Další vzorky budou mít pro zvýšení přehlednosti tato spektra vyjádřena pomocí tabulek ukazujících kvantitativní chemické složení stanovené pomocí EDS analýzy.

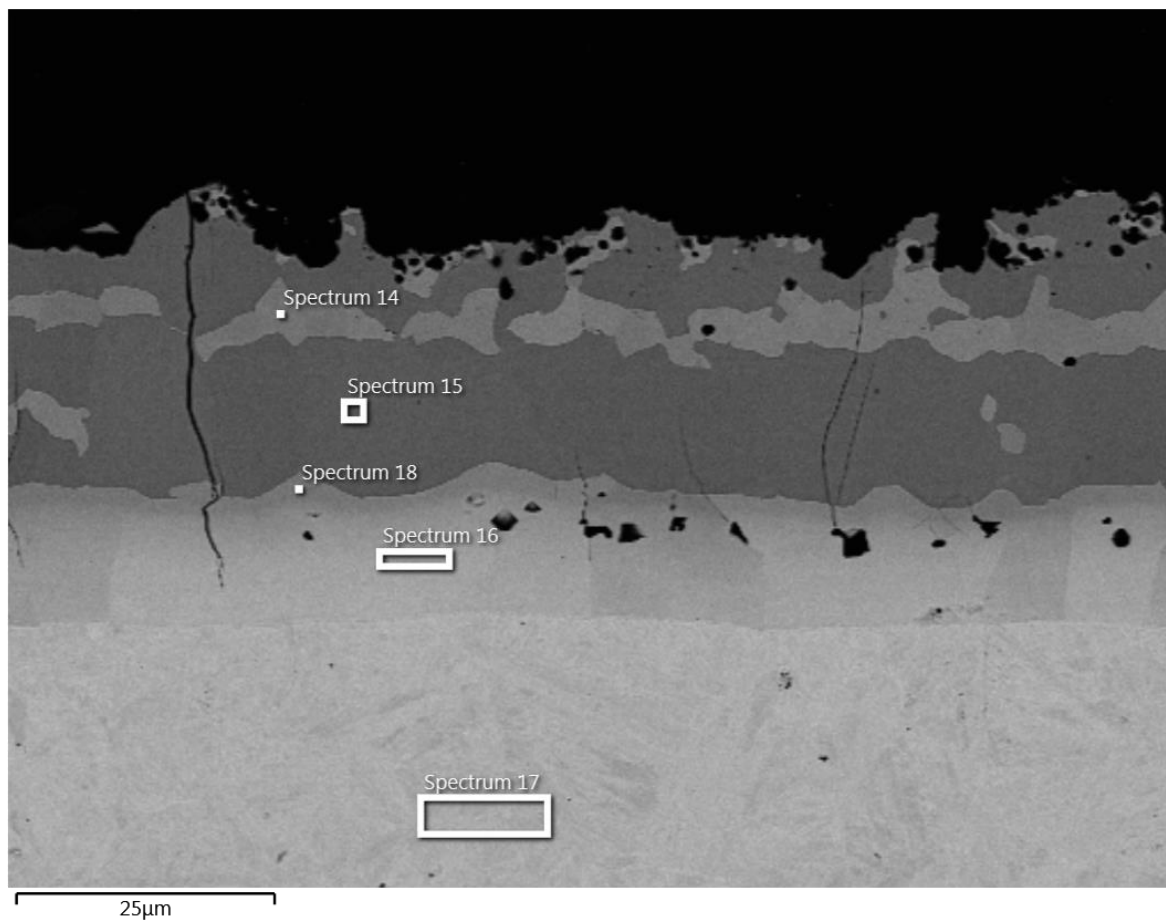


Obr. 42 Snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí (vzorek AS)



Obr. 43 Spektra z EDS analýzy lokálneho chemického složení

- Lokální EDS analýza vzorku AS420

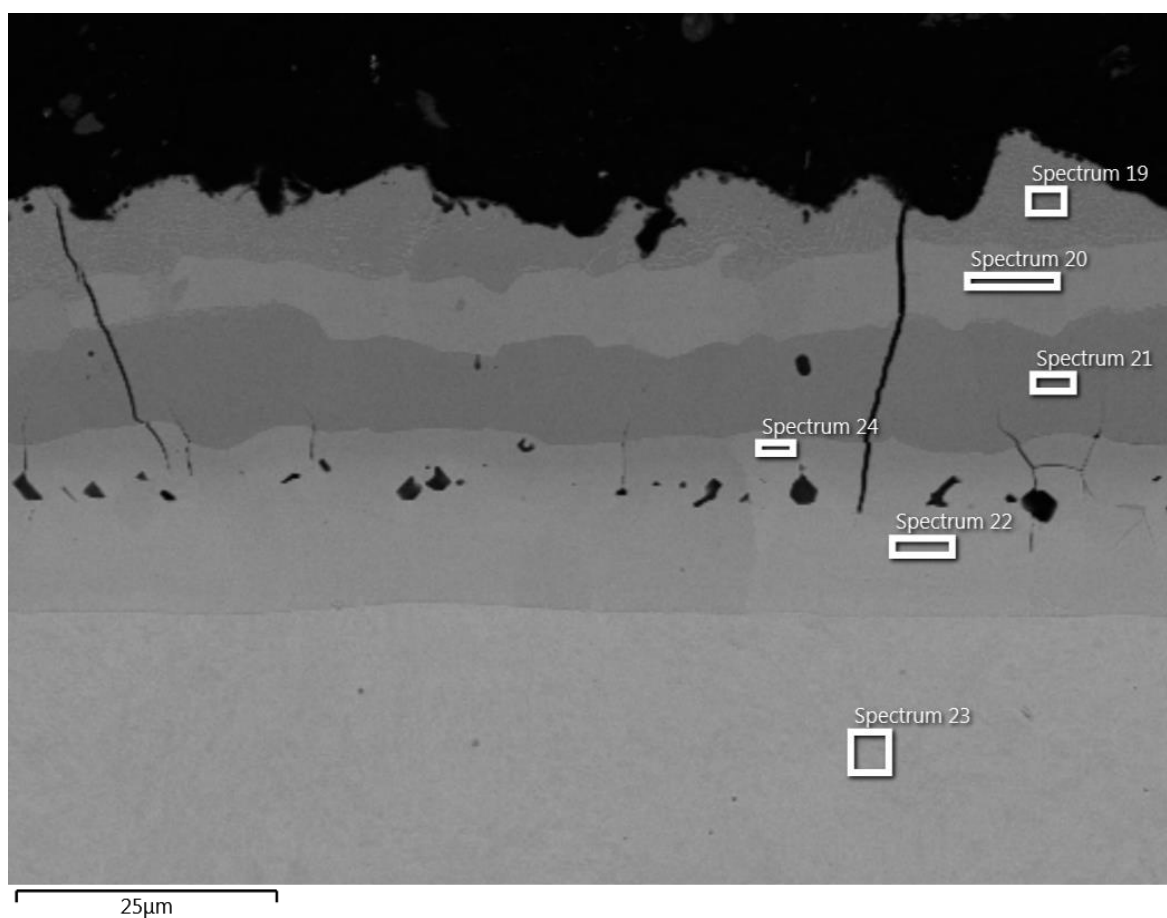


Obr. 44 Snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí (vzorek AS420)

Tabulka 6 Výsledky chemického složení z lokální EDS analýzy vzorku AS420

AS420	Al [at%]	Fe [at%]	Si [at%]	Mg [at%]	Fáze
Spektrum 14	37,6	49,5	12,9	-	AlFe
Spektrum 15	65,7	32,0	2,3	-	Al ₅ Fe ₂
Spektrum 16	15,3	79,8	4,9	-	AlFe ₃
Spektrum 17	-	99,4	0,6	-	Martenzit
Spektrum 18	37,3	50,5	12,1	-	AlFe

- Lokální EDS analýza vzorku AS600

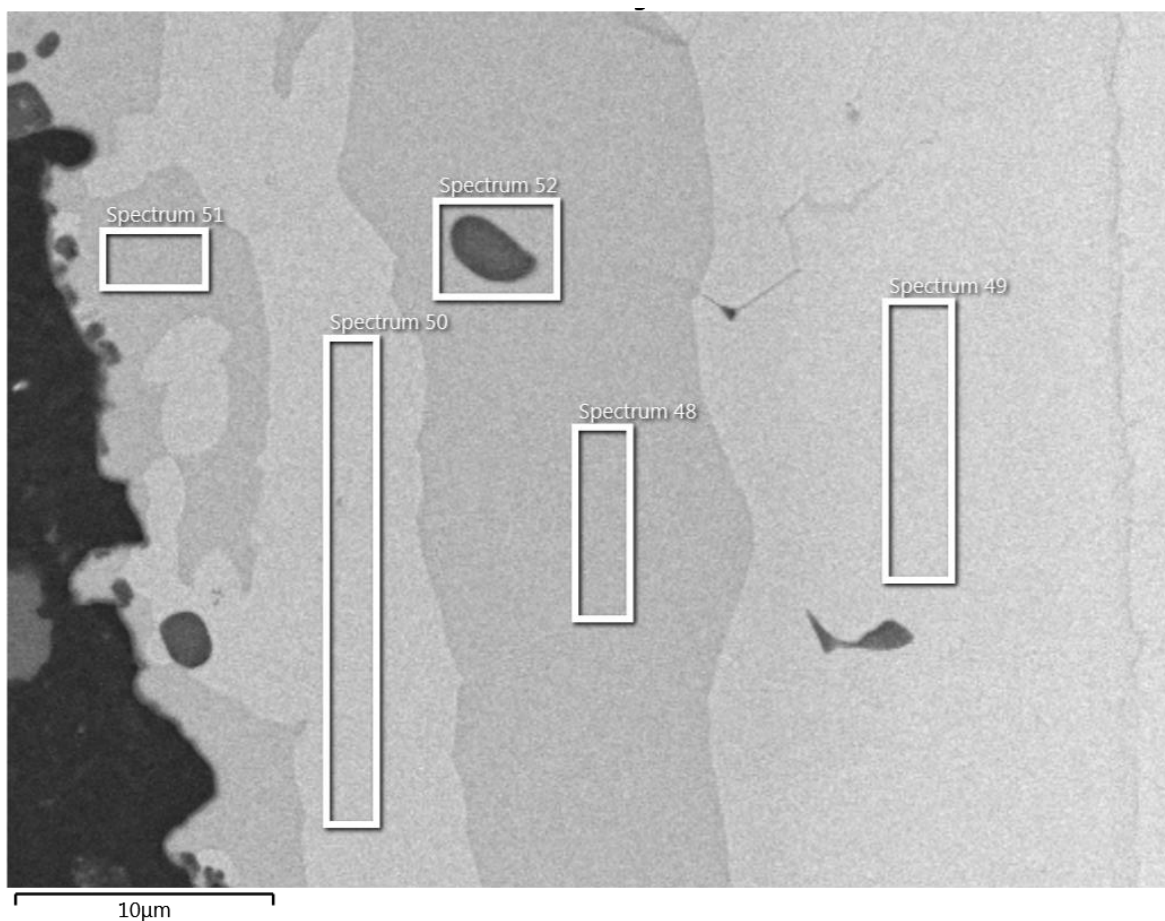


Obr. 45 Snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí (vzorek AS600)

Tabulka 7 Výsledky chemického složení z lokální EDS analýzy vzorku AS600

AS600	Al [at%]	Fe [at%]	Si [at%]	Mg [at%]	Fáze
Spektrum 19	59,4	37,1	3,4	-	Al ₅ Fe ₂
Spektrum 20	40,0	49,9	10,1	-	AlFe
Spektrum 21	67,3	32,7	-	-	Al ₅ Fe ₂
Spektrum 22	14,2	82,2	3,6	-	AlFe ₃
Spektrum 23	-	99,4	0,6	-	Martenzit
Spektrum 24	41,7	51,5	6,8	-	AlFe

- Lokální EDS analýza vzorku ASM600



Obr: 46 Detailní snímek z elektronového mikroskopu s označením analyzovaných oblastí (vzorek ASM600)

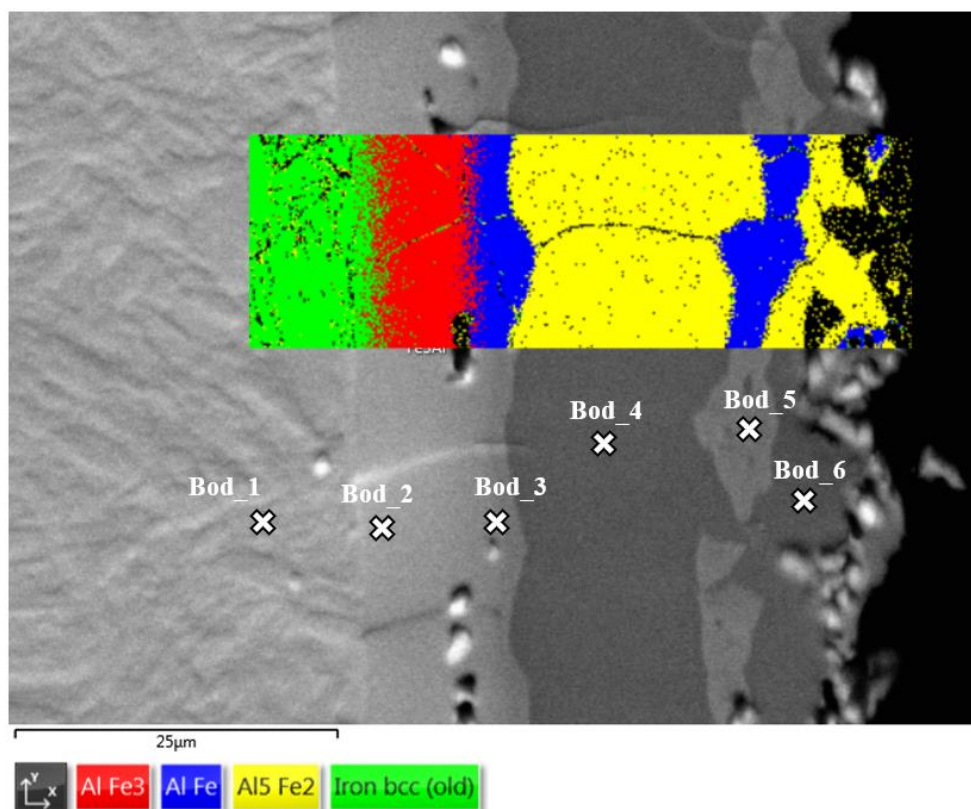
Tabulka 8 Výsledky chemického složení z lokální EDS analýzy vzorku ASM600

ASM600	Al [at%]	Fe [at%]	Si [at%]	Mg [at%]	Fáze
Spektrum 48	66,6	33,4	-	-	Al ₅ Fe ₂
Spektrum 49	17,4	76,5	6,1	-	AlFe ₃
Spektrum 50	41,6	47,8	10,4	0,2	AlFe
Spektrum 51	64,4	33,6	1,6	0,4	Al ₅ Fe ₂
Spektrum 52	55,3	26,9	17,8	-	Al ₅ Fe ₂

4.2.3 Vyhodnocení EBSD analýzy

Za účelem podrobnějšího vyhodnocení struktury povlaku byla využita také EBSD analýza, která doplňuje výsledky EDS analýzy o krystalografická data a konkrétně pojmenovává jednotlivé fáze vyskytující se v povlaku.

Na obr. 47 je vzorek AS420 s vykreslenou fázovou mapou a body 1 až 6, které reprezentují lokální EBSD analýzu, ze které jsou výsledky uvedeny v tabulce 9.



Obr. 47 Určení chemického a fázového složení pomocí EBSD analýzy – vzorek AS420

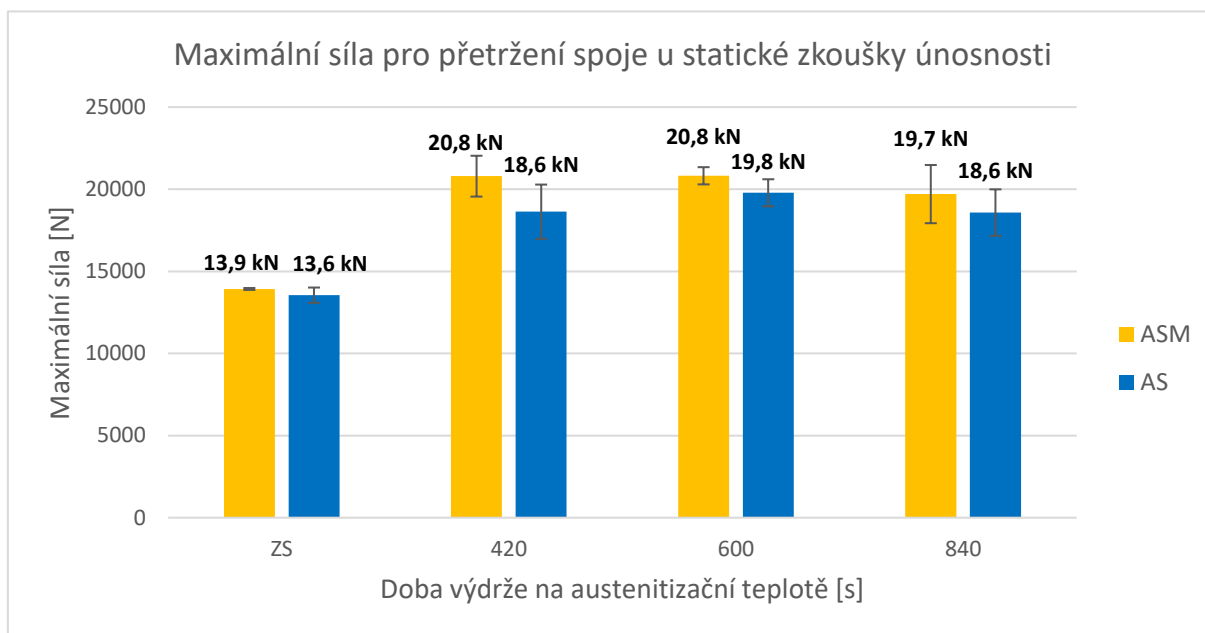
Tabulka 9 Výsledky EBSD analýzy vzorku AS420

AS420	Al [at%]	Fe [at%]	Si [at%]	Mn [at%]	Krystalová mřížka	Fáze
Bod_1	-	98	0,7	1,3	BCC	Martenzit
Bod_2	12,9	83,3	3,8	-	Kubická	AlFe ₃
Bod_3	33,6	53,2	13,1	-	Kubická	AlFe
Bod_4	70,8	29,2	-	-	Ortorombická	Al ₅ Fe ₂
Bod_5	41,6	43,3	15,1	-	Kubická	AlFe
Bod_6	69,5	27,7	2,7	-	Ortorombická	Al ₅ Fe ₂

4.3 Vyhodnocení mechanických zkoušek svarů

Výsledky v následujících kapitolách popisují mechanické zkoušky odporově svařených vzorků. Graf 4 prezentuje výsledky tahové zkoušky a vzájemně porovnává jak jednotlivé způsoby TZ, tak vliv chemického složení povlaku na únosnost svarového spoje.

4.3.1 Statická zkouška únosnosti



Graf 4 Grafické shrnutí výsledků statické zkoušky tahem

Dle výsledků v grafu 4 dosahuje povlak ASM v průměru mírně vyšších hodnot pevnosti, ovšem jak bylo uvedeno v kapitole 3.3, tak pro jednoznačnější interpretaci výsledků zkoušky únosnosti bylo nutné přistoupit k využití statistických metod, respektive k ověření hypotézy, zda má chemické složení povlaku vliv na maximální sílu, kdy dojde k porušení spoje. Obdobná analýza byla provedena pro posouzení vlivu TZ na únosnost spoje. Z pohledu TZ můžeme pozorovat, že měřené vzorky se stejným povlakem vykazují podobné hodnoty maximální únosnosti.

U vzorků v základním stavu došlo vždy k porušení v tepelně ovlivněné oblasti a svar zůstal bez zjevného porušení.

Tabulka 10 Statistické vyhodnocení výsledků statické zkoušky únosnosti – vliv povlaku na únosnost

Porovnání AS420 a ASM420			Porovnání AS600 a ASM600			Porovnání AS840 a ASM840			Porovnání AS a ASM		
Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů			Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů			Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů			Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů		
	Soubor 1	Soubor 2		Soubor 1	Soubor 2		Soubor 1	Soubor 2		Soubor 1	Soubor 2
Stř. hodnota	20795,17	18631	Stř. hodnota	20819,5	19781,17	Stř. hodnota	19703,67	18579,83	Stř. hodnota	13927,17	13548,17
Rozptyl	1855219	3281807	Rozptyl	330632,3	820759,4	Rozptyl	3765153	2402014	Rozptyl	4101,367	261323,4
Pozorování	6	6	Pozorování	6	6	Pozorování	6	6	Pozorování	6	6
Společný rozptyl	2568513		Společný rozptyl	575695,8		Společný rozptyl	3083583		Společný rozptyl	132712,4	
Hyp. rozdíl stř. hodnot	0		Hyp. rozdíl stř. hodnot	0		Hyp. rozdíl stř. hodnot	0		Hyp. rozdíl stř. hodnot	0	
Rozdíl	10		Rozdíl	10		Rozdíl	10		Rozdíl	10	
t Stat	2,34		t Stat	2,37		t Stat	1,11		t Stat	1,80	
P(T<=t) (1)	0,02		P(T<=t) (1)	0,02		P(T<=t) (1)	0,15		P(T<=t) (1)	0,05	
t krit (1)	1,81		t krit (1)	1,81		t krit (1)	1,81		t krit (1)	1,81	
P(T<=t) (2)	0,04		P(T<=t) (2)	0,04		P(T<=t) (2)	0,29		P(T<=t) (2)	0,10	
t krit (2)	2,23		t krit (2)	2,23		t krit (2)	2,23		t krit (2)	2,23	

Z naměřených dat únosnosti svarového spoje (graf 4) jsme na hladině významnosti 5 % **prokázali**, že nové složení povrchové vrstvy vede ke zvýšení maximální síly potřebné k porušení svaru u vzorků s výdrží na austenitizační teplotě 420 vteřin a 600 vteřin.

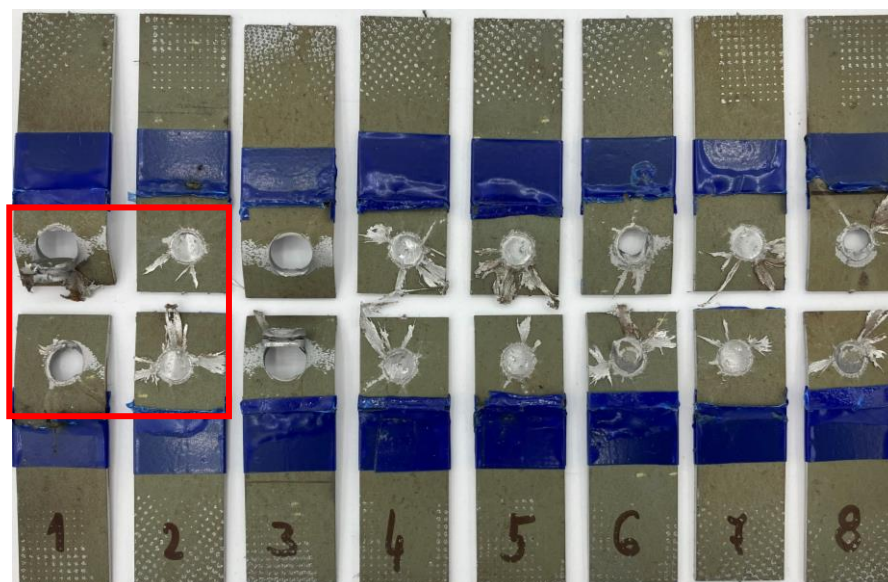
Na hladině významnosti 5 % **nebyl** prokázán vliv složení povlaku na pevnost svarového spoje u tepelně nezpracovaných vzorků (AS, ASM) a vzorků s výdrží na austenitizační teplotě 840s (AS840, ASM840).

Tabulka 11 Statistické vyhodnocení výsledků statické zkoušky únosnosti – vliv prodlevy na únosnost

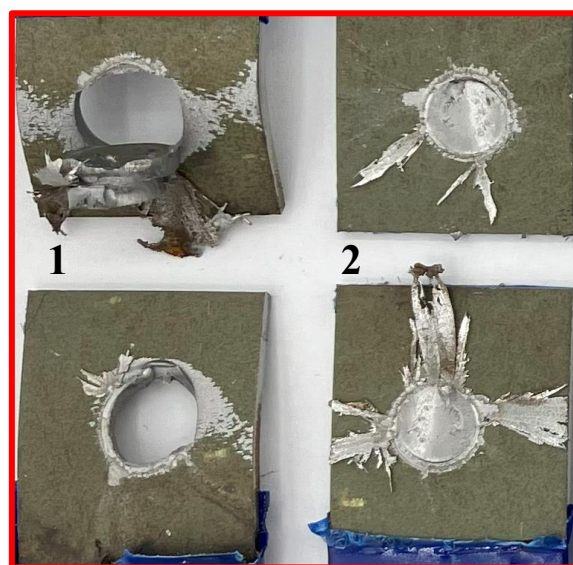
Porovnání ASM600 a ASM840			Porovnání AS420 a AS600			Porovnání AS600 a AS840		
Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů			Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů			Dvouvýběrový t-test s rovností rozptylů		
	Soubor 1	Soubor 2		Soubor 1	Soubor 2		Soubor 1	Soubor 2
Stř. hodnota	20819,5	19703,67	Stř. hodnota	18631	19781,17	Stř. hodnota	19781,17	18579,83
Rozptyl	330632,3	3765153	Rozptyl	3281807	820759,4	Rozptyl	820759,4	2402014
Pozorování	6	6	Pozorování	6	6	Pozorování	6	6
Společný rozptyl	2047893		Společný rozptyl	2051283		Společný rozptyl	1611387	
Hyp. rozdíl stř. hodnot	0		Hyp. rozdíl stř. hodnot	0		Hyp. rozdíl stř. hodnot	0	
Rozdíl	10		Rozdíl	10		Rozdíl	10	
t Stat	1,35		t Stat	-1,39		t Stat	1,64	
P(T<=t) (1)	0,10		P(T<=t) (1)	0,10		P(T<=t) (1)	0,07	
t krit (1)	1,81		t krit (1)	1,81		t krit (1)	1,81	
P(T<=t) (2)	0,21		P(T<=t) (2)	0,19		P(T<=t) (2)	0,13	
t krit (2)	2,23		t krit (2)	2,23		t krit (2)	2,23	

Z naměřených dat únosnosti svarového spoje (graf 4) **nebyl** na hladině významnosti 5 % prokázán vliv doby výdrže na T_{AUS} na pevnost spoje.

Obr. 48 zobrazuje vzorky ASM600 po porušení statickou zkouškou únosnosti. Porušení svarových spojů proběhlo výhradně dvěma způsoby, viz detail vzorků 1 a 2 na obr. 49. U vzorku 1 pozorujeme jednostranné vytržení svarové čočky, zatímco u vzorku 2 došlo ke smykovému porušení ve svarové čočce.



Obr. 48 Vzorky ASM600 po porušení statickou zkouškou únosnosti

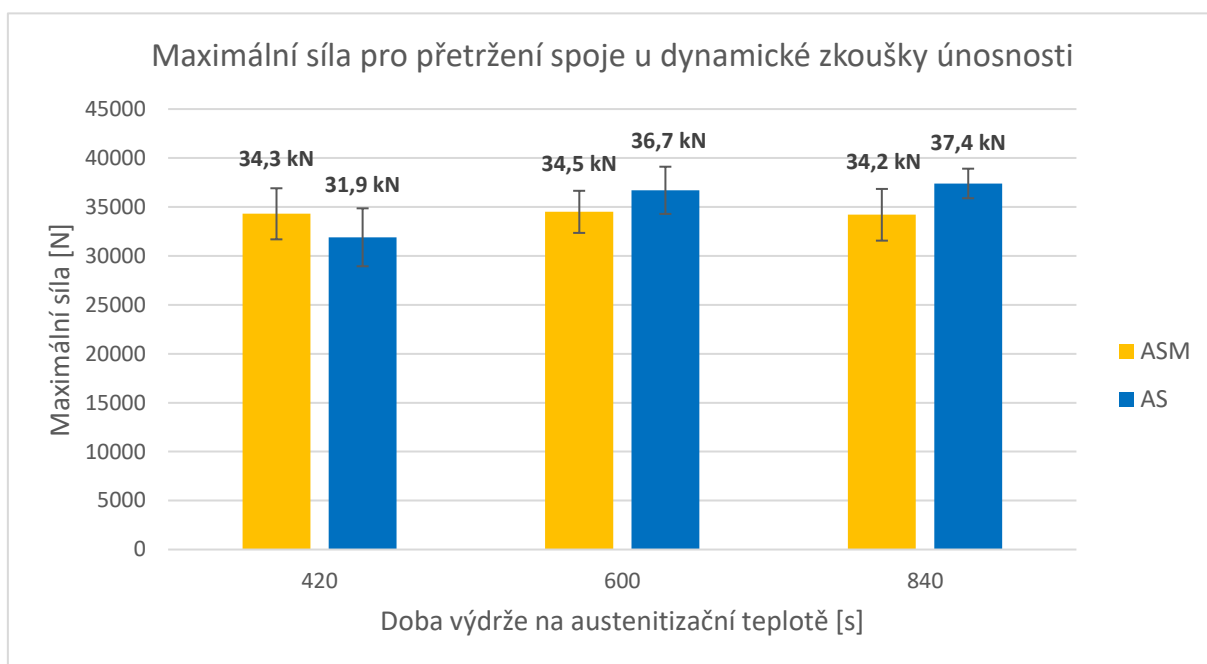


Obr. 49 Dva majoritní způsoby porušení svarového spoje (detail obr.48)

4.3.2 Dynamická zkouška únosnosti

Výsledky dynamické zkoušky únosnosti, které jsou zde prezentovány vycházejí z dat z naměřených na Dopravní fakultě Jana Pernera v Pardubicích.

Můžeme pozorovat, že vzorky s ASM ochranným povlakem dosáhly průměrně velmi podobných hodnot dynamické únosnosti s podobnými rozptyly. Varianty AS600 a AS840 dosáhly průměrně vyšších hodnot dynamické únosnosti než všechny varianty ASM. Varianta AS840 dosáhla průměrně nejvyšších a nejstabilnějších hodnot – 37,4 kN s nejnižším rozptylem.



Graf 5 Grafické shrnutí výsledků dynamické zkoušky tahem

4.4 Metalografické vyhodnocení svaru

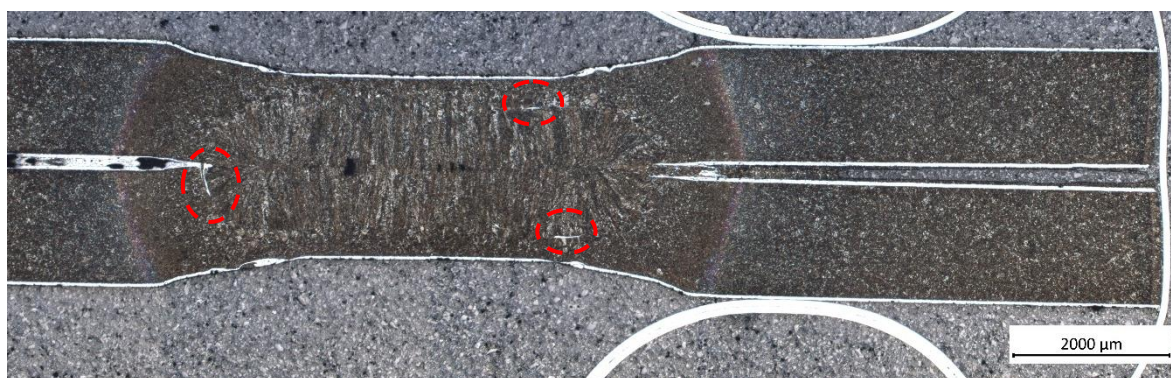
V rámci metalografického vyhodnocení svaru proběhla příprava metalografického výbrusu s finálním naleptáním pro zvýraznění struktury svarů. Následovala analýza svaru pomocí optického mikroskopu viz obr. 50.

Na obr. 50 vidíme vzorek AS420, kde můžeme pozorovat oblast svarové čočky s růstem zrn směrem největšího teplotního gradientu, zřetelně ohraničenou tepelně ovlivněnou oblast a vzniklé staženiny ve svaru. Staženiny se vyskytují v oblastech, kde byl nejdéle tekutý kov. Jedná se o běžný doprovodný jev odporového svařování.



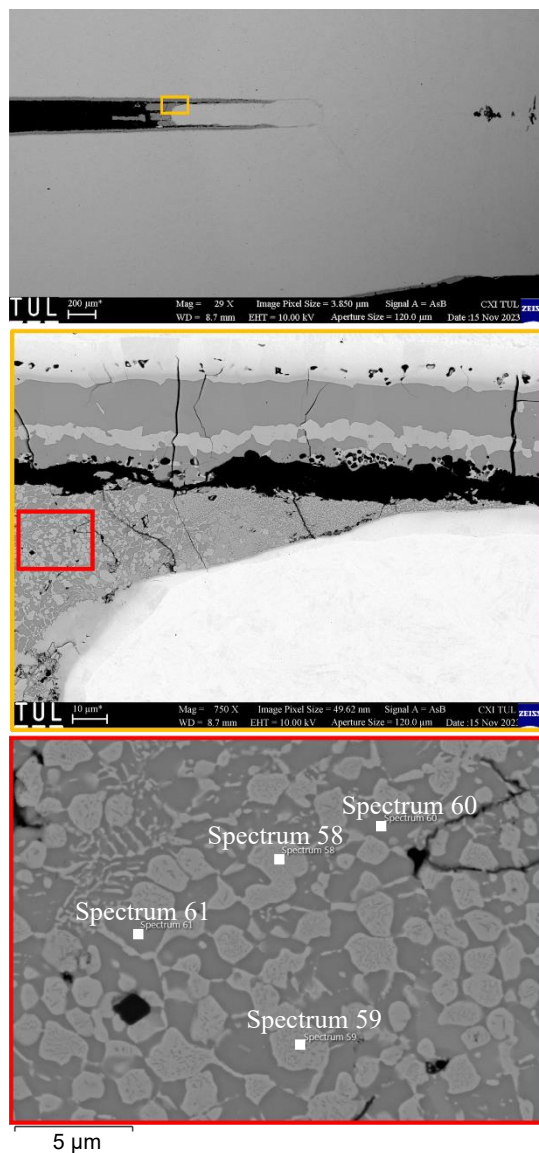
Obr. 50 Metalografický výbrus svařence AS420

V teoretické části (kap. 2.3.3) byly popisovány křehké intermetalické fáze vznikající na hranici ztavení, které se vyskytovaly i u pozorovaných vzorků v této experimentální části. Intermetalické fáze byly nejvýraznější u vzorku ASM840, který je na obr. 51 a intermetalické fáze jsou označeny červeně.



Obr. 51 Metalografický výbrus svařence ASM840 – označení intermetalických fází

Metalografická analýza svařence proběhla také na elektronovém mikroskopu, kde byla na vzorcích opět provedena lokální EDS analýza. Na obr. 52 je vidět přesná lokalizace snímaného místa. Jedná se o okrajovou oblast svaru, kde v průběhu svařovacího procesu dochází k natavení ochranného povlaku, ale už neproběhne svařování základního materiálu.



Obr. 52 Lokalizace oblasti provedené EDS analýzy svařence AS420

Tabulka 12 Výsledky chemického složení získané lokální EDS analýzou vzorku svařence AS420

AS420 (svar)	Al [at%]	Fe [at%]	Si [at%]	Mn [at%]	Fáze
Spektrum 58	47,5	45,9	6,0	0,6	AlFe
Spektrum 59	46,7	47,1	5,8	0,4	AlFe
Spektrum 60	66,8	31,3	1,8	0,3	Al ₅ Fe ₂
Spektrum 61	66,5	31,6	1,8	0,2	Al ₅ Fe ₂

5 Diskuze

V úvodu experimentální části byl zkoumán povrch dodaných vzorků se zaměřením na změny v topografii v závislosti na tepelném zpracování. Z výsledků pozorování a měření lze tvrdit, že již při nejkratší výdrži na austenitizační teplotě dochází k výraznému nárůstu plošné drsnosti a tvorbě prasklin v povlaku. Hodnoty plošné drsnosti vzrostly průměrně o 75–85 % a následně s prodlužováním výdrže na austenitizační teplotě zůstávají konzistentní. Předpokládanou příčinou zvýšení plošné drsnosti a vzniku mikrotrhlin šířící se povlakem je tvorba intermetalických fází (AlFe_3 , AlFe , Al_5Fe_2), s nízkou lomovou houževnatostí, respektive vysokou křehkostí, v průběhu ohřevu. Nově vzniklé fáze vykazují různé koeficienty tepelné roztažnosti a tím vzniká tepelné pnutí, které lokálně převyšuje pevnost povlaku a dochází tedy k jeho porušení, jak je uvedeno například v práci [21].

Následující část práce se věnovala studiu vlivu prodlevy na austenitizační teplotě na strukturní změny v Al-Si povlaku za pomoci optické a elektronové mikroskopie. Zakalením došlo k transformaci feriticko-perlitické struktury oceli 22MnB5 na strukturu martenzitickou. Analýzy dále potvrdily probíhající fázové přeměny zapříčiněné difuzí prvků napříč základním materiálem a povlakem, které byly blíže popsány v rešeršní části práce vycházející například z již zmiňované studie [15]. Vlivem difuze Fe do Al-Si povlaku došlo k nárůstu tloušťky povlaku, která rostla s dobou prodlevy na austenitizační teplotě. Delší prodleva na T_{AUS} umožnila difuzi většího množství Fe do povlaku a tím nárůst tloušťky. Po zakalení vznikla výrazná pásovitá struktura, kde docházelo především ke střídání fází Al_5Fe_2 a AlFe . S rostoucí dobou prodlevy docházelo především k nárůstu podílu fáze AlFe na úkor Al_5Fe_2 fáze uprostřed povlaku. V důsledku velikostní podobnosti atomů Al a Si můžeme předpokládat vzájemnou substituci prvků při tvorbě vznikajících fází.

Ve spodní polovině povlaku vznikaly Kirkendallové póry. Difuzní vrstva byla v základním stavu pomocí EDS analýzy určena jako fáze $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ (τ_5) a po zakalení již nebyla jednoznačně ohraničena. Difuzní vrstva se po zakalení skládá ze dvou základních fází AlFe_3 (D0_3) a αFe , které se vzájemně prolínají. Prodlužující výdrži na T_{AUS} tloušťka difuzní vrstvy narůstá. Fáze AlFe_3 byla určena pomocí funkce True Phase využívající kombinaci dat z EDS a EBSD analýzy a její výskyt v difuzní vrstvě je uváděn rovněž v práci [22]. Fáze vyskytující se v difuzní vrstvě mají oproti zbytku povlaku vyšší tažnost a lomovou houževnatost, proto můžeme pozorovat zastavení trhlin právě v oblasti difuzní vrstvy.

V mnoha z citovaných prací nebyl výskyt fáze AlFe_3 v oblasti difuzní vrstvy zmíněn, jednou z možných příčin by mohla být značná podobnost krystalových mřížek D03 (AlFe_3) a B2 (AlFe), které jsou následně hůře rozlišitelné.

V povlacích obsahujících Mg (ASM) nebyl pomocí EDS analýzy hořčík pozorován jako prvek tvořící fáze, nýbrž jako prvek, který vždy v průběhu austenitizace difundoval k povrchu součásti, kde dle předpokladů vytvářel oxidickou vrstvu MgO .

Aby mohl být zhodnocen vliv tepelného zpracování Al-Si, resp. Al-Si-Mg, povlaku na následující technologickou operaci svařování, byly vzorky bodově svařeny dle interních technologických parametrů v závodě ŠA. U všech vzorků se vyskytoval rozstřík v meziplechovém prostoru a docházelo především ke dvěma způsobům porušení vzorku. Jedním ze způsobů bylo jednostranné vytržení svarové čočky a druhým smykové porušení svaru v meziplechové rovině. Z námi provedených měření nelze jednoznačně tvrdit, že některý ze způsobů porušení přinesl lepší výsledky z pohledu únosnosti svaru.

Výsledky ze statické zkoušky únosnosti prokázaly, že ochranný povlak obsahující Mg má pozitivní vliv na výslednou pevnost svarového spoje u vzorků s výdrží na kalící teplotě 420 a 600 vteřin. U vzorků s nejdelším tepelným zpracováním pozitivní vliv Mg na výslednou pevnost prokázán nebyl. Při interpretaci výsledků byl rovněž sledován vliv délky TZ na výslednou pevnost (porovnávány vzorky se stejným ochranným povlakem), kdy pro námi testované vzorky nebyla délka prodlevy na kalící teplotě ovlivňující. Je nutné zohlednit, že naměřené výsledky maximální síly jsou zatíženy značnou nejistotou a uvedená tvrzení vyplývají ze statistických hypotéz. Pro přesnější posouzení vlivu chemického složení ochranného povlaku na únosnost svaru by bylo vhodné provést experiment s větším počtem vzorků.

Dynamická zkouška únosnosti přinesla opačné výsledky o vlivu chemického složení na výslednou únosnost svaru. Z naměřených dat vyplývá vyšší únosnost právě u vzorků bez přídavku Mg do ochranného povlaku. U vzorků s výdrží na kalící teplotě 600 a 840 vteřin byla dynamická únosnost vyšší právě u povlaku Al-Si, přičemž nejlepších hodnot dosáhly vzorky AS840. Z výsledků je možné pozorovat, že u povlaku Al-Si pevnost roste s rostoucí výdrží na kalící teplotě, oproti povlaku Al-Si-Mg, kde délka TZ neovlivňuje výslednou maximální sílu potřebnou k přetržení a výsledky jsou v tomto případě konstantní.

Na základě předchozích tvrzení lze vyvodit, že z výsledků statických zkoušek únosnosti vychází jako vhodnější svary s povlakem Al-Si-Mg, zatímco z dynamické zkoušky únosnosti lépe vycházejí svary s povlakem Al-Si. Je však nutné podotknout, že ani u jedné z provedených zkoušek nebyla žádná z testovaných variant nevyhovující a rozdíly mezi únosnostmi povlaků byly vzhledem k dalšímu zpracování a využití zanedbatelné.

Vyhotovením metalografických výbrusů svařenců bylo možné pozorovat tepelně ovlivněnou oblast a výraznou hranici ztavení, na které se u některých vzorků vyskytovaly intermetalické fáze obdobně jako v práci [13]. Tyto křehké fáze pak působí jako kritické místo pro vznik trhlin a následné selhání svaru. Největší výskyt těchto intermetalických fází byl u vzorku ASM840.

Metalografický výbrus svařence byl obdobně jako samotný povlak vyhodnocován za použití elektronové mikroskopie a EDS analýzy. Pozornost byla věnována především meziplechovému prostoru, kde došlo k natavení ochranného Al-Si povlaku při zachování základního materiálu v tuhém stavu. V této oblasti vznikaly ochlazováním dvě hlavní fáze, fáze AlFe a Al₅Fe₂, které se rovnoměrně střídaly ve tvaru jemných „ostrůvků“. Došlo k potlačení pásovitě struktury, kterou povlak vykazoval před svařováním a vzniklo homogennější rozložení fází.

Na základě výsledků získaných v rámci řešení této práce lze říci, že ve sledovaném rozsahu doby austenitizace 420 až 840 sekund sice dochází k ovlivnění struktury a fázového složení povlaků, nicméně nebylo pozorováno takové ovlivnění materiálu, které by mělo zásadní vliv na výsledné mechanické vlastnosti svarového spoje. Naopak, u vzorků AS840 byla pozorována nejvyšší průměrná únosnost svaru při dynamickém zatížení.

Zařazení modifikované varianty povlaku Al-Si-Mg do výroby je zatím diskutabilní a vyžaduje realizaci dalších testů. Ze získaných výsledků lze říci, že dochází k mírnému navýšení statické pevnosti svarového spoje, zatímco dynamickou únosnost svaru mírně zhoršuje. Je pravděpodobné, že na přídavek Mg do povlaku by bylo vhodné současně reagovat optimalizací technologických parametrů svařování. Také je třeba zmínit, že nebyl hodnocen vliv přídavku Mg do povlaku na pevnost lepených spojů, jejichž podíl v karoseriích stále narůstá.

V rámci výzkumu navazujícího na tuto diplomovou práci by dále bylo přínosné se zaměřit na homogenizaci ochranných povlaků a tím zlepšit následný proces odporového svařování. Navazující výzkum by mohl hledat vhodné metody tepelného zpracování povlaku, čímž by docházelo k jeho homogenizaci. Pro průmyslové podniky a tedy koncového zpracovatele ocelí (automobilky) by mohl být ovšem přínosnější výzkum zabývající se možností legování povlaku dalšími prvky a tím docílení homogennějšího povlaku po konvenčním tepelném zpracování bez navazujících technologických mezioperací.

6 Závěr

Předkládaná diplomová práce se zabývá vlivem tepelného zpracování na strukturu a technologické vlastnosti Al-Si, respektive Al-Si-Mg povlaku deponovaném na martenzitické ultra-vysokopevnostní oceli 22MnB5. Struktura práce byla koncipována na základě stanovených cílů.

V rešeršní části práce byly představeny materiály využívané v konstrukci karoserie automobilů se zaměřením na martenzitické oceli, technologie spojené s jejich zpracováním a způsoby ochrany polotovaru před účinky vysokopecní atmosféry. Rešeršní část práce dále představuje Al-Si povlaky a charakterizuje jejich strukturu v závislosti na tepelném zpracování.

Experimentální část práce obsahuje srovnání tří rozdílných prodlev na kalící teplotě a dvou ochranných povlaků, celkem tedy šesti sad vzorků. Z provedených analýz vyplývá, že délka tepelného zpracování má zásadní dopad na topografii a strukturu povlaku, zatímco vlastnosti základního materiálu neovlivňuje. V obou variantách ochranného povlaku vzniká nehomogenní pásovitá struktura obsahující křehké intermetalické fáze s rozdílným elektrickým odporem oproti základnímu materiálu – AlFe , Al_5Fe_2 , AlFe_3 . Vliv povlaků na následující technologickou operaci svařování byl porovnáván pomocí statických a dynamických mechanických zkoušek.

V rámci zpracování diplomové práce byly splněny veškeré cíle stanovené v zadání této práce.

- Byla vyhotovena rešerše se zaměřením na aplikace Al-Si vrstev na manganboridové oceli a intermetalika na bázi Al-Fe(Si)
- Byly připraveny vzorky materiálu 22MnB5 s Al-Si a Al-Si-Mg ochrannými povlaky s různou dobou prodlevy na austenitizační teplotě.
- Byla vyhodnocena struktura povrchových vrstev po zakalení.
- Proběhlo vyhodnocení vlivu doby prodlevy na kalící teplotě na kvalitu odporových svarů zejména z pohledu jejich statické a dynamické únosnosti.
- Proběhlo vyhodnocení provedených zkoušek a analýz, na základě kterých byly stanoveny závěry.

7 Seznam použité literatury

- [1] LI, Jiaqi, Chenpeng TONG, Ruiqiang ZHANG, Zhusheng SHI a Jianguo LIN. A data-informed review of scientific and technological developments and future trends in hot stamping. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture* [online]. 2023 [cit. 2024-01-04]. ISSN 25888404. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijlmm.2023.11.003
- [2] SARKAR, B., Anjana DEVA, S. MUKHOPADHYAY, BK JHA, D. MUKERJEE a AS MATHUR. *Processing and Application of Interstitial Free (IF) Grade Steel*. 2010. Dostupné také z: https://www.researchgate.net/publication/268226160_Processing_and_application_of_interstitial_freeIF_grade_steel_Prospects_in_SAIL
- [3] Bake-hardening steels BHZ. *Thyssenkrupp Steel Europe AG* [online]. 2016, 2-10 [cit. 2023-11-18]. Dostupné z: https://www.thyssenkrupp-steel.com/media/content_1/publikationen/produktinformationen/bhz/thyssenkrupp_bhz_product_information_steel_en.pdf
- [4] HICKEY, Kate. Bake Hardenable. *AHSS Guidelines* [online]. 2021 [cit. 2023-11-18]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/ahss/bake-hardenable-steel/>
- [5] HICKEY, Kate. High Strength Low Alloy Steel. *AHSS Guidelines* [online]. 2021 [cit. 2023-11-18]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/high-strength-low-alloy-steel/>
- [6] SOBOTKA, Jiří. *Hodnocení mechanických vlastností nových vysokopevnostních materiálů*. Technická Univerzita v Liberci, 2008. Dostupné také z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/38965>

- [7] ERHART, Angela. Complex Phase. In: *AHSS Guidelines* [online]. 2021 [cit. 2023-11-17]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/complex-phase-steel/>
- [8] HICKEY, Kate. Transformation Induced Plasticity (TRIP). In: *AHSS Guidelines* [online]. 2021 [cit. 2023-11-17]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/3rdgen-ahss/transformation-induced-plasticity-trip/>
- [9] HICKEY, Kate. Twinning induced plasticity. In: *AHSS Guidelines* [online]. 2021 [cit. 2023-11-17]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/ahss/twinning-induced-plasticity/>
- [10] ZUZÁNEK, Lukáš. *Degradace vlastností vysokopevnostních materiálů vlivem vodíkové křehkosti* [online]. Liberec, 2019-10-14T09:17:15Z [cit. 2023-11-23]. Dostupné z: <https://dspace.tul.cz/handle/15240/153883>. Disertační práce. Technická univerzita v Liberci.
- [11] MORI, K., P.F. BARIANI, B.-A. BEHRENS, A. BROSIUS, S. BRUSCHI, T. MAENO, M. MERKLEIN a J. YANAGIMOTO. Hot stamping of ultra-high strength steel parts. *CIRP Annals* [online]. 2017, (2), 755-777 [cit. 2023-11-17]. ISSN 00078506. Dostupné z: doi:10.1016/j.cirp.2017.05.007
- [12] THYSSENKRUPP. MBW - Manganese-boron steels for hot forming. *Thyssenkrupp Steel Europe AG* [online]. 2021, s. 4-10 [cit. 2023-11-12]. Dostupné z: <https://www.thyssenkrupp-steel.com/en/products/sheet-coated-products/manganese-boron-steel-for-hot-forming/mbw-manganese-boron-steel-for-hot-forming/?fbclid=IwAR2oqITHXTnbh6OuScrL-2btTK5DsXuqeNAqeql-71zJ6d3wZFMW-DFEzJ4>
- [13] PETR-SOINI, Jaroslav. *Vliv metalurgických faktorů na kvalitu svarového spoje u vysokopevných ocelových plechů s povlakem na bázi Al-Si*. Praha, 2022. Disertační práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Doc. Ing. Jiří Janovec, CSc.

- [14] MORI, K. a D. ITO. Prevention of oxidation in hot stamping of quenchant steel sheet by oxidation preventive oil. *CIRP Annals* [online]. 2009, **58**(1), 267-270 [cit. 2024-01-05]. ISSN 00078506. Dostupné z: doi:10.1016/j.cirp.2009.03.055
- [15] WINDMANN, M., A. RÖTTGER a W. THEISEN. Phase formation at the interface between a boron alloyed steel substrate and an Al-rich coating. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2013, **226**, 130-139 [cit. 2024-01-08]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2013.03.045
- [16] KOLAŘÍKOVÁ, Marie, Rostislav CHOTĚBORSKÝ, Monika HROMASOVÁ a Miloslav LINDA. THE CHARACTERISTICS OF Al-Si COATING ON STEEL 22MnB5 DEPENDING ON THE HEAT TREATMENT. *Acta Polytechnica* [online]. 2019, 2019-08-31, **59**(4), 352-358 [cit. 2024-01-05]. ISSN 1805-2363. Dostupné z: doi:10.14311/AP.2019.59.0352
- [17] GRAUER, S.J., E.J.F.R. CARON, N.L. CHESTER, M.A. WELLS a K.J. DAUN. Investigation of melting in the Al–Si coating of a boron steel sheet by differential scanning calorimetry. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. 2015, **216**, 89-94 [cit. 2024-01-05]. ISSN 09240136. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.09.001
- [18] KUCERA, Vojtech, Marcello CABIBBO, Filip PRUSA, Jaroslav FOJT, Jaroslav PETR-SOINI, Tomas PILVOUSEK, Marie KOLARIKOVA a Dalibor VOJTECH. Phase Composition of Al-Si Coating from the Initial State to the Hot-Stamped Condition. *Materials* [online]. 2021, **14**(5) [cit. 2024-01-05]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma14051125
- [19] AFZAL, Ali, Mohsen HAMEDİ a Chris Valentin NIELSEN. Effects of Al-Si Coating on Static and Dynamic Strength of Spot-Welded Hot-Stamping Steel Joints. *Metals* [online]. 2021, **11**(6) [cit. 2024-01-09]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met11060976
- [20] MICHAELA, Kolnerová, Sobotka JIŘÍ, Koreček DAVID, Solfronk PAVEL a Schiffmann TOMÁŠ. *Strength of the adhesive joints at the car-body parts from the ahss with al-si coating*. MM publishing, 2018-09-25T12:14:20Z. Dostupné z: doi:10.17973/MMSJ.2017_11_201750

- [21] GUI, ZhongXiang, WeiKang LIANG a YiSheng ZHANG. Enhancing ductility of the Al-Si coating on hot stamping steel by controlling the Fe-Al phase transformation during austenitization. *Science China Technological Sciences* [online]. 2014, **57**(9), 1785-1793 [cit. 2024-04-02]. ISSN 1674-7321. Dostupné z: doi:10.1007/s11431-014-5576-3
- [22] FAN, Dong Wei a Bruno C. DE COOMAN. State-of-the-Knowledge on Coating Systems for Hot Stamped Parts. *Steel research international* [online]. 2012, **83**(5), 412-433 [cit. 2024-04-02]. ISSN 1611-3683. Dostupné z: doi:10.1002/srin.201100292
- [23] ŠKODA, Auto. ŠKODA OCTAVIA – Tisková mapa, Infografiky. *Škoda Storyboard* [online]. [cit. 2024-01-05]. Dostupné z: <https://www.skoda-storyboard.com/cs/tiskove-mapy/skoda-octavia-tiskova-mapa-2/infografiky/>
- [24] Defining Steels. In: *World Auto Steel* [online]. 2021 [cit. 2023-11-17]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/defining-steels/>
- [25] HICKEY, Kate. Dual Phase. In: *AHSS Guidelines* [online]. 2021 [cit. 2023-11-17]. Dostupné z: <https://ahssinsights.org/metallurgy/steel-grades/ahss/dual-phase/>
- [26] Steels for hot stamping - Usibor® and Ductibor®. In: *Arcelor Mittal* [online]. [cit. 2023-11-17]. Dostupné z: https://automotive.arcelormittal.com/products/flat/PHS/usibor_ductibor
- [27] BILLUR, E. Hot formed steels. In: *Automotive Steels* [online]. Elsevier, 2017, s. 387-411 [cit. 2023-11-17]. ISBN 978-0-08-100638-2. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-100638-2.00012-2
- [28] ŠKODA, Auto. Tradice pěti hvězdiček: Bezpečnost má ve ŠKODA AUTO prioritu. *Škoda Storyboard* [online]. [cit. 2024-01-05]. Dostupné z: <https://www.skoda-storyboard.com/cs/tiskove-zpravy-archiv/tradice-peti-hvezdicek-bezpecnost-ma-ve-skoda-auto-prioritu/>
- [29] PILVOUSEK, T. *Interní dokument ŠKODA AUTO a.s.: Technologie ve výrobě karoserie*. 2015.

- [30] SHEREPENKO, Oleksii, Omid KAZEMI, Paul ROSEMANN, Markus WILKE, Thorsten HALLE a Sven JÜTTNER. Transient Softening at the Fusion Boundary of Resistance Spot Welds: A Phase Field Simulation and Experimental Investigations for Al–Si-coated 22MnB5. *Metals* [online]. 2020, **10**(1) [cit. 2024-01-29]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met10010010
- [31] MARKER, Martin C.J., Barbara SKOLYSZEWSKA-KÜHBERGER, Herta S. EFFENBERGER, Clemens SCHMETTERER a Klaus W. RICHTER. Phase equilibria and structural investigations in the system Al–Fe–Si. *Intermetallics* [online]. 2011, **19**(12), 1919-1929 [cit. 2024-01-08]. ISSN 09669795. Dostupné z: doi:10.1016/j.intermet.2011.05.003
- [32] WANG, Kai, Yongming JIN, Bin ZHU a Yisheng ZHANG. Investigation on cracking characteristics of Al–Si coating on hot stamping boron steel parts based on surface strain analysis. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, **309**, 282-294 [cit. 2024-01-29]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2016.11.046
- [33] THYSSENKRUPP. AS Pro – the next generation of hot forming. *Thyssenkrupp* [online]. [cit. 2024-01-11]. Dostupné z: <https://www.thyssenkrupp-steel.com/en/industries/automotivetrucks/hot-forming-excellence/as-pro/as-pro.html>