



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI  
Fakulta strojní

# Degradace vlastností vysokopevnostních materiálů vlivem vodíkové křehkosti

Disertační práce

*Studijní program:* P2303 – Strojírenská technologie  
*Studijní obor:* 2303V002 – Strojírenská technologie

*Autor práce:* **Ing. Lukáš Zuzánek**  
*Vedoucí práce:* doc. Ing. Pavel Solfronk, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC  
Faculty of Mechanical Engineering ■

# Degradation of Ultra-high Strength Materials Properties due Hydrogen Embrittlement

Dissertation

*Study programme:* P2303 – Engineering Technology  
*Study branch:* 2303V002 – Engineering Technology  
*Author:* **Ing. Lukáš Zuzánek**  
*Supervisor:* doc. Ing. Pavel Solfronk, Ph.D.



## **Prohlášení**

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

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

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

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

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

Datum:

Podpis:

## Poděkování

Velké poděkování patří mému školiteli doc. Ing. Pavlu Solfronkovi, Ph.D. za všestrannou podporu a odborné rady během celého mého doktorandského studia. Rovněž bych rád poděkoval všem zaměstnancům Katedry strojírenské technologie, kteří mi jakkoliv pomohli s tvorbou této disertační práce, jmenovitě Ing. et Bc. Jiřímu Sobotkovi, Ph.D.

Také bych chtěl poděkovat týmu zaměstnanců Škoda Auto, konkrétně oddělení technického vývoje materiálů (EKZ/3), především Ing. Svatopluku Foučkovi a Ing. Romanu Stránskému za cenné rady a připomínky.

V neposlední řadě děkuji svým rodičům a manželce za dlouholetou podporu a trpělivost při mých studiích.

Tato disertační práce vznikla s podporou projektu SGS 21 121.

## **Anotace**

Disertační práce se zabývá využitím martenzitických ultra-vysokopevnostních ocelí pro stavbu karoserie automobilu. Hlavní důvod použití těchto materiálů spočívá ve snížení hmotnosti karoserie vozu, a tím i snížení emisí výfukových plynů CO<sub>2</sub>, při zachování bezpečnostních požadavků.

Řešení disertační práce je zaměřeno na možné degradační procesy mechanických vlastností důsledkem technologických procesů využívaných při sériové výrobě výlisků. Experimentální část řešení disertační práce se zabývá faktory ovlivňující užité vlastnosti ultra-vysokopevnostních ocelí při sériové výrobě. Jedná se především o degradační procesy materiálu důsledkem vodíkové křehkosti a vznikem tzv. BH efektu (Bake Hardening) u materiálů procházejících tepelnou zátěží při lakování vozu.

Cílem bylo definovat metodiku měření stanovující uvolňovací proces nových vysokopevnostních materiálů do sériové výroby. Jedná se o komplexní postup testování a vyhodnocení sloužící jako rozhodující faktor, zda je, či není materiál vhodný pro sériovou výrobu.

**Klíčová slova:** vodíková křehkost, dlouhodobé zkoušky, vysokopevnostní oceli, strukturní analýza, rentgenová difrakce

## **Annotation**

Dissertation thesis deals with the utilization of martensitic ultra high-strength steels for car-body design. The main reason for utilization of these materials rests in car-body weight reduction, thus also in the carbon dioxide CO<sub>2</sub> emissions reduction at keeping the safety requirements.

Solution of the dissertation thesis was focused on the possible mechanical properties degrading processes due to the technologies used during the serial production of stampings. Experimental part of this dissertation thesis deals with the factors that influence ultra high-strength steels utility properties at serial production. Mostly there are tested degrading processes of material caused by the hydrogen embrittlement and by creation of so-called BH effect (Bake Hardening) at materials passing through the thermal loading during vehicle painting.

As a major aim there was effort to define measurement methodology assigning the releasing process of new ultra high-strength materials into serial production. It is a complex testing procedure and evaluation, which can serve as crucial factor about material usability for serial production

**Keywords:** Hydrogen Embrittlement, Long-term Tests, Ultra High-strength Steels, Structural Analysis, X-ray Diffraction



## Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů.....	- 10 -
1. Úvod.....	- 12 -
2. Oceli tvářené za tepla s následným zakalením přímo v tvářecím nástroji (Press Hardened Steels) .....	- 14 -
2.1. Proces tváření PHS ocelí (Press Hardening Process).....	- 18 -
2.1.1. Přímý a nepřímý proces tváření PHS ocelí .....	- 18 -
2.1.2. Metoda Tailored Tempering (parciální kalení).....	- 22 -
2.1.3. PHS oceli s proměnlivou tloušťkou a svařované přístříhy .....	- 23 -
3. Ochrana povrchu PHS ocelí proti tvorbě okují.....	- 25 -
3.1. Ocelové plechy bez ochranné povrchové vrstvy.....	- 25 -
3.1.1. Ochranná plynná atmosféra .....	- 25 -
3.1.2. Ochranná olejová vrstva .....	- 26 -
3.2. Ocelové plechy s povlakem .....	- 26 -
3.2.3. Al - Si povlaky .....	- 27 -
3.2.4. Zn povlaky .....	- 29 -
3.2.5. Zn - Ni povlaky .....	- 32 -
4. Vodíková křehkost kovů.....	- 33 -
4.1. Vznik a pronikání vodíku do oceli .....	- 34 -
4.2. Působení vodíku v oceli (druhy vodíkové křehkosti v ocelích).....	- 36 -
4.3. Vliv struktury na vodíkovou křehkost.....	- 38 -
4.4. Odstranění vodíkové křehkosti .....	- 38 -
4.5. Povrchové vady vzniklé působením vodíku .....	- 39 -
4.6. Zkoušky vodíkové křehkosti .....	- 42 -
4.6.1. Zkouška tahem.....	- 42 -
4.6.2. Zkoušení součástí s povrchovými úpravami.....	- 44 -
4.6.3. Metody měření vodíku při svařování.....	- 44 -
5. Vliv BH efektu na mechanické vlastnosti materiálu .....	- 46 -



6.	Úvod do teorie lomů .....	- 48 -
6.1.	Tvárný lom .....	- 48 -
6.2.	Křehký lom.....	- 49 -
6.3.	Rozdělení lomové mechaniky .....	- 49 -
6.3.1.	Lineární elastická lomová mechanika (LELM) .....	- 50 -
6.3.2.	Elasticko-plastická lomová mechanika (EPLM) .....	- 50 -
6.4.	Základní principy lineární elastické lomové mechaniky .....	- 50 -
6.4.1.	Napjatost na čele defektu .....	- 51 -
6.4.2.	Velikost napětí při defektu v materiálu.....	- 52 -
6.4.3.	Energetická bilance dle Griffithova modelu .....	- 53 -
6.4.4.	Modifikovaná Griffithova rovnice.....	- 54 -
6.4.5.	Hnací síla trhliny.....	- 54 -
6.4.6.	Rozvoj trhliny .....	- 55 -
6.4.7.	Napěťová bilance v okolí trhliny .....	- 56 -
7.	Rentgenová difrakce .....	- 57 -
7.1.	Druhy zbytkových napětí .....	- 57 -
7.2.	Princip stanovení napětí rtg difrakcí .....	- 58 -
7.3.	Možnosti a omezení rentgenografické difrakční analýzy .....	- 61 -
8.	Experimentální část.....	- 63 -
8.1.	Příprava vzorků .....	- 65 -
8.1.1.	Výroba vzorků technologií dělení laserovým paprskem .....	- 65 -
8.1.2.	Výroba vzorků technologií dělení vodním paprskem.....	- 66 -
8.2.	Zobrazení struktury a povrchové vrstvy u testovaného materiálu .....	- 68 -
8.3.	Analýza mechanických vlastností materiálu v závislosti na přípravě zkušebních vzorků.....	- 69 -
8.3.1.	Zjištění ovlivnění řezné hrany pomocí mikrotvrdosti.....	- 69 -
8.3.2.	Statická zkouška tahem.....	- 71 -





8.3.3.	Vyhodnocení analýzy mechanických vlastností materiálu v závislosti na přípravě zkušebních vzorků .....	- 78 -
8.4.	Vzorky se zvýšeným obsahem vodíku vlivem galvanického pokovení.....	- 78 -
8.5.	Výroba zkušebních přípravků .....	- 80 -
8.5.1.	Přípravek pro tahové zatěžování.....	- 80 -
8.5.2.	Přípravek pro ohybové zatěžování.....	- 84 -
9.	Mechanické zkoušky na vodíkovou křehkost.....	- 85 -
9.1.	Zkoušky na vodíkovou křehkost tahovým namáháním .....	- 85 -
9.1.1.	Tahové zkoušky pro navodíkované vzorky .....	- 88 -
9.2.	Zkoušky na vodíkovou křehkost ohybovým namáháním .....	- 89 -
9.2.1.	Ohybové zkoušky pro navodíkované vzorky.....	- 92 -
9.3.	Vyhodnocení mechanických zkoušek .....	- 93 -
10.	Strukturní analýza lomové plochy .....	- 94 -
10.1.	Lomové plochy pro vzorky po porušení při ohybovém namáhání .....	- 94 -
10.1.1.	Vzorky materiálu bez BH v klimatické komoře .....	- 94 -
10.1.2.	Vzorky základního materiálu s BH v klimatické komoře.....	- 96 -
10.1.3.	Vzorky materiálu po experimentálním difúzním nasycení vodíku v okolním prostředí .....	- 97 -
10.2.	Vyhodnocení fraktografické analýzy lomových ploch .....	- 98 -
11.	Analýza množství obsahu vodíku ve struktuře materiálu .....	- 99 -
12.	Analýza vlivu působení vodíku pomocí rentgenové difrakce .....	- 101 -
12.1.	Hloubkový gradient zbytkových napětí pro různé druhy úpravy materiálu-	102 -
12.2.	Průběh zbytkových napětí při ohybovém zatížení zkušební vzorku .....	- 104 -
12.3.	Vyhodnocení rentgenografické analýzy.....	- 106 -
13.	Závěr .....	- 107 -
	Seznam příloh.....	- 112 -
	Literatura.....	- 144 -
	Publikační činnost.....	- 149 -



## Seznam použitých zkratek a symbolů

Označení	Význam	Jednotky
BH	Bake Hardening	
PHS	Press Hardened Steels	
PHP	Press Hardening Process	
ARA	anizotermický rozpad austenitu	
$R_m$	smluvní mez pevnosti v tahu	MPa
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu	MPa
$A_{80mm}$	tažnost	%
CO <sub>2</sub>	oxid uhličitý	
N	dušík	
Al	hliník	
Si	křemík	
Fe	železo	
HV	tvrdost dle Vickerse	
GA	Galvannealed (způsob zinkování)	
GI	Galvanized (způsob zinkování)	
Zn	zinek	
Ni	nikl	
H	vodík	
H <sub>ads</sub>	adsorbovaný vodík	
H <sub>abs</sub>	absorbovaný vodík	
K	kov	
P	část prostředí	
n	množství částic	
e <sup>-</sup>	elektron	
HIC	Hydrogen-Induced Cracking	
SCC	Sulfide Stress Cracking	
SOHIC	Stress - Oriented Hydrogen-Induced Cracking	
$\delta_c$	rozevření trhliny	mm
LELM	lineární elastická lomová mechanika	
EPLM	elasticko-plastická lomová mechanika	
CTOD	Crack Tip Opening Displacement	
E	Youngův modul pružnosti	MPa
$\gamma_s$	práce absorbovaná meziatomovými silami	J.m <sup>-2</sup>
$a_0$	mřížkový parametr	mm
$\rho$	poloměr čela trhliny	mm
$\sigma_A$	napětí na čele defektu	MPa



Označení	Význam	Jednotky
$\sigma_N$	nominální napětí	MPa
$\sigma_f$	napětí potřebné k rozšíření defektu v elastické oblasti s ostrou trhlinou	MPa
$\gamma_p$	plastická práce	J.m
G	hnací síla trhliny	N.m <sup>-1</sup>
$W_y$	povrchová energie	J
$W_f$	Energie potřebná k šíření defektu	J
KI	lomová houževnatost	MPa.m <sup>1/2</sup>
$\nu$	Poissonova konstanta	-
$\lambda$	vlnová délka	m
d	mřížkový parametr	m
$\theta$	úhel dopadajícího RTG paprsku	°
$\varphi$	směr napětí	°
$\psi$	napěťový úhel	°
ANOVA	Analysis of variance	
KUT	komplexní ukazatel tvažitelnosti	
F	síla	N
$\tau_s$	smykové napětí	MPa
p	tlak	Pa

## 1. Úvod

V současné době se průměrné emisní hodnoty ve výfukových plynech osobního automobilu pohybují okolo 130 g CO<sub>2</sub> na jeden ujetý kilometr. Dle nařízení Evropského parlamentu se mají snížit do roku 2020 na 95 g CO<sub>2</sub> na jeden ujetý kilometr pro kompletní produkci nových automobilů. V případě nedodržení stanovených limitů budou udělovány pokuty za každý překročený gram CO<sub>2</sub>. Poplatek (pokutu) bude muset uhradit výrobce automobilu za každé vozidlo, které nesplní stanovené limity. Toto opatření má za cíl snížit množství celkových emisí vyprodukovaných silniční dopravou, a tím zpomalit oteplování planety. Pro výrobce automobilů se jedná o nelehký úkol a nezbytnost využití moderních technologií. Pod pojmem snižování emisí si lze jednoduše představit snižování spotřeby paliva. Způsobů, jak tohoto požadavku dosáhnout, je celá řada, jako např. snížení aerodynamického odporu karoserie vozu, snížení valivého odporu pneumatik, zvýšení účinnosti spalovacího motoru, snížení odporů přenosu energie poháněného ústrojí (převodovka, funkční části) a v neposlední řadě snížení hmotnosti automobilu. Snahou o snížení hmotnosti karoserie se zabývá tato práce, konkrétně využitím vysokopevnostních materiálů. Během posledních dvaceti let došlo k extrémnímu pokroku ve vývoji nových materiálů tak, že už jsou dnes považované za samozřejmost. Pro další rozvoj a vylepšení stávajících materiálových konceptů je nutné vynaložit vysoké úsilí s cílem navýšení mechanických vlastností. V některých případech se jedná o extrémní hodnoty na hranici vyrobitelnosti, které současně přináší rizika nestability materiálu. Z tohoto důvodu je nutné znát komplexně všechny parametry, mající vliv na finální výrobek (výrobní postup polotovaru, mechanismy ovlivňující strukturu, používané povrchové ochrany, technologie výroby výlisků atd.).

V rámci disertační práce proběhla analýza vysokopevnostní mangan-bórové oceli určené pro tváření za tepla s finální martenzitickou strukturou. Jedná se o vývojový produkt určený pro pevnostní díly karoserie vozu. Hlavní důvod pro využití tohoto materiálu spočívá v požadovaném snížení hmotnosti karoserie automobilu, a tím i snížení emisí výfukových plynů CO<sub>2</sub>. Úspora hmotnosti by byla docílena zmenšením tloušťky, při zachování stejných vlastností konkrétního dílu díky vyšší pevnosti. U těchto materiálů existuje vysoká pravděpodobnost vzniku vodíkové křehkosti, která má devastační vliv na soudržnost materiálu. Fenomén s názvem vodíková křehkost je znám již desítky let.

Pro pochopení a vysvětlení celého děje se provedlo nespočet experimentů a sepsalo hodně výzkumných zpráv. Avšak doposud pro některé případy není zcela zřejmý mechanismus a jednotlivé procesy doprovázející vznik vodíkové křehkosti. Hlavní riziko spočívá v degradaci materiálu, aniž by došlo k překročení meze pevnosti. Vodík může do materiálu proniknout během procesu výroby, tepelného zpracování, nebo i do hotových dílů z okolní atmosféry. Do materiálu proniká difúzí v atomární podobě, kde se následně slučuje s dalšími vodíky v molekulu a vytváří tím vysoké vnitřní pnutí, které může vést až k destrukci. Materiál je konkrétně určen pro výztužné bezpečnostní prvky typu (A, B sloupek, výztuha dveří, výztuha nárazníku atd.), na které jsou kladeny enormní nároky z důvodu ochrany posádky vozu. U těchto dílů není v žádném případě akceptovatelné, aby došlo k předčasnému porušení nebo nestabilnímu chování.

Cílem práce je definovat metodiku měření sloužící jako uvolňovací proces nových materiálů, se snahou nasazení do sériové výroby. Hlavní nebezpečí spočívá ve vzniku vodíkové křehkosti a ztráty stability zkoumaného materiálu. Z tohoto důvodu je nutné detailně popsat chování vysokopevnostní oceli na dílčích vlivech, které jsou obsaženy při výrobě karoserie automobilu. Na základě uskutečněných experimentů a analýz jsou předloženy praktické poznatky popisující vznik vodíkové křehkosti. Jedná se o kompletní postup testování a vyhodnocení sloužící jako rozhodující faktor, zda je či není materiál vhodný pro sériovou výrobu. Konkrétně se jedná:

- stanovení přípravy zkušebních vzorků, aby nedošlo vlivem technologie dělení k ovlivnění základní struktury
- způsob a druh testování materiálu (byly zvoleny dlouhodobé zkoušky, kde bylo nutné navrhnout a vyrobit jednoúčelové přípravky)
- posouzení vlivu BH efektu na mechanické vlastnosti a vznik vodíkové křehkosti (BH efekt vzniká při procesu lakování karoserie vozu)
- vyhodnocení výsledků pomocí fraktografické analýzy
- využití termoevoluční elementární analýzy pro detekci vodíku v oceli
- aplikace rentgenové difrakce pro stanovení vlivu vodíkové křehkosti na zbytková napětí ve struktuře materiálu
- na základě předchozích kroků jasně popsat a definovat výslednou metodiku měření a vyhodnocení s doporučením pro další experimenty

## 2. Oceli tvářené za tepla s následným zakalením přímo v tvářecím nástroji (Press Hardened Steels)

Hlavní využití vysokopevnostních mangan-bórových ocelí (PHS ocelí) nastalo s příchodem technologie tváření za tepla (hot stamping). Bórové oceli patří do kategorie ocelí vhodných pro kalení a popouštění. Nabízejí vynikající vlastnosti pro tváření za tepla a vysokou pevnost po tepelném zpracování – zakalení přímo v tvářecím nástroji. Tato vlastnost materiálu je daná přidavkem malého množství bóru (0,0005—0,005 %) a manganu s cílem zlepšit prokalitelnost. Mikrostruktura bórových ocelí je po tepelném zpracování tvořena martenzitem a zbytkovým austenitem. Pro méně náročné aplikace je přípustný i dolní bainit. Již malé množství bóru postačuje k potlačení nukleace feritu na hranicích austenitických zrn a podporuje tvorbu martenzitu nebo dolního bainitu. Výsledná struktura je charakteristická jemnou stavbou jehlic martenzitu. Aby došlo k projevu účinků bóru, je nutné zabránit reakci s jinými prvky např. dusíkem anebo kyslíkem za pomoci legur titanu a hliníku. Bór jako legující prvek bývá v ocelích částečně rozpuštěn v matici a částečně může být vyloučen jako precipitát na hranicích sekundárních austenitických zrn. V austenitu se dokáže rozpustit až 0,02% bóru, ve feritu zhruba 0,001%. Nahromadění atomů bóru probíhá přednostně na hranicích zrn, kde zpomalují difuzi atomů uhlíku a potlačují vylučování proeutektoidního feritu. Vlivem prodloužení austenitické transformace se zvyšuje prokalitelnost. Oproti ostatním prvkům bór navyšuje prokalitelnost více jak 100 krát. Se stoupajícím obsahem manganu se zpomaluje transformace austenitu v perlitické i bainitické oblasti. Křivky ARA se posouvají doprava, takže se zvyšuje prokalitelnost. Současně s tím se také zvyšuje doba stability austenitu [1]. Ocel v základním stavu (před tepelným zpracováním) vykazuje feriticko-perlitickou strukturu s pevností ( $R_m$  450—550 MPa) a tažností ( $A_{80mm} = \text{min } 20 \%$ ). Při tepelném zpracování je ocel zahřátá na austenitickou teplotu a při řízeném ochlazování se vyloučí struktura převážně ve formě martenzitu, který dává oceli vysokou pevnost ( $R_m$  až 1500 MPa) a tažností ( $A_{80mm} = 4 - 5,5 \%$ ). S vysokou pevností však dochází ke zvýšení křehkosti a oceli tak mají sklon k vytváření trhlin při deformaci.

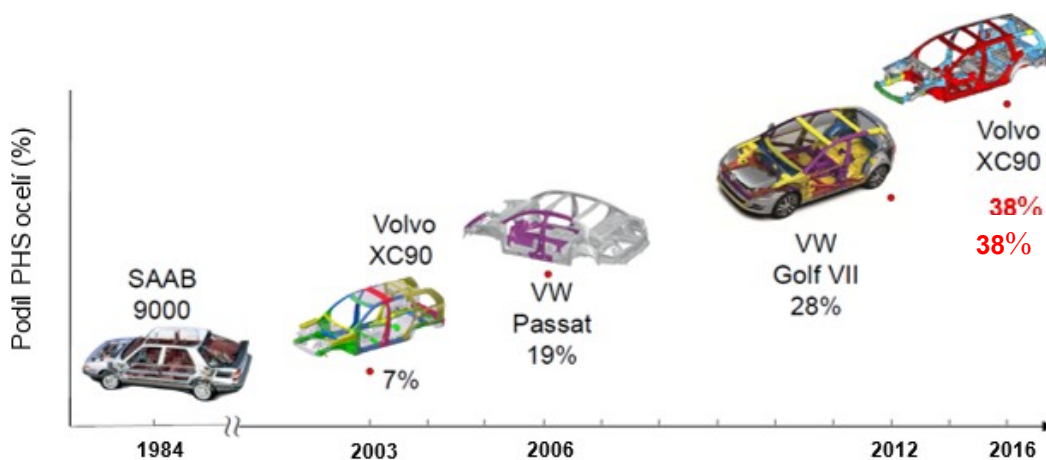
Tento typ ocelí se ve velkém množství využívá v automobilovém průmyslu pro výrobu dílů spojených s ochranou posádky vozu. Musí vykazovat maximální tuhost a pevnost, aby nedošlo k výrazné deformaci a tím vyboulení do interiéru vozu.

Karosářské plechy z vysokopevnostních ocelí se na trhu nabízí pod různými obchodními značkami: USIBOR (ArcelorMittal), MBW (Thyssen Krupp Steel), BTR (Benteler) a Ultraform (Voestalpine). Hlavní podíly legujících prvků jsou uvedeny v tabulce (Tabulka 1). V závislosti na dodavateli a jeho portfoliu jsou materiály dodávány v různých jmenovitých tloušťkách, s různými povrchovými povlaky a specifickými mechanickými vlastnostmi.

Tabulka 1 Chemické složení PHS oceli (hm.%)

C	Si	Mn	Cr	Mo	P	S	Ti	Al	B	Cu
0,2		1,10					0,02	0,02	0,002	
-	≤ 0,5	-	≤ 0,35	≤ 0,35	≤ 0,025	≤ 0,005	-	-	-	≤ 0,2
0,25		1,5					0,05	0,06	0,005	

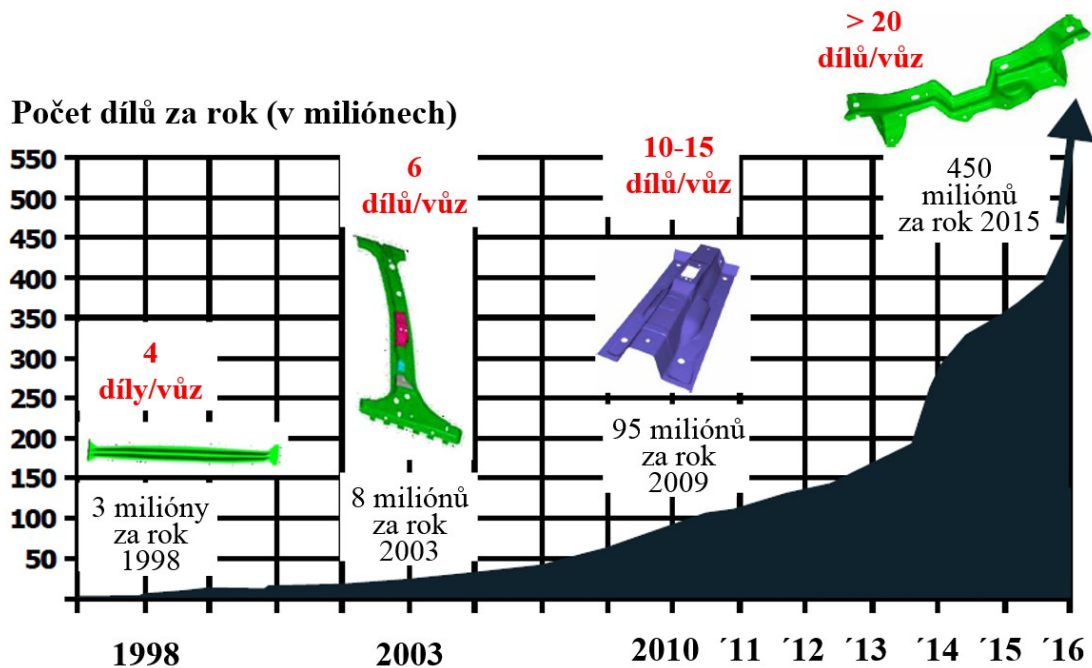
Za posledních 15 let došlo k prudkému nárůstu dílů z PHS ocelí. Jako první přišla s nasazením těchto materiálů automobilka Volvo z důvodu snížení hmotnosti automobilu, zvýšení bezpečnosti posádky a cenové efektivity. V roce 2003 obsahovala karoserie automobilu Volvo XC 90 podíl PHS ocelí o objemu 7% (viz. Obrázek 1). S přibývajícím časem došlo k nárůstu, kde např. v roce 2006 podíl materiálu u vozu VW Passat činil 19%. Modelová řada automobilu Volvo XC90 pro rok 2016 využívá plných 38% materiálu z PHS ocelí [2].



Obrázek 1 Trend využití PHS ocelí při výrobě karoserie vozu [2]

V současné době nárůst už není nijak markantní, ale se zvětšujícími se požadavky na bezpečnost organizací EURO NCAP může dojít k dalšímu využití. Princip spočívá v náhradě dílů tvářených za studena s nižšími pevnostními vlastnostmi za oceli PHS. Z důvodu vysokých hodnot mechanických vlastností lze snížit tloušťku stěny a i tak docílit zvýšení celkové tuhosti dílu a zároveň snížit hmotnost.

Obrázek 2 zobrazuje počet vyráběných dílů z PHS ocelí, kde jsou pro jednotlivé roky (osa x) vyneseny počty dílů v milionech kusů (osa y). Průběh grafu přehledně zobrazuje zvyšující se trend použití komponentů z PHS materiálů v průběhu let. Na počátku nasazení obsahovala karoserie pouze několik dílů, kde se používaly jenom pro vozy vyšší třídy a na tehdejší dobu byly známé svými vysokými bezpečnostními vlastnostmi. V období mezi 1998 a 2003 bylo v průměru použito pouze 4 až 6 dílů. Z důvodu zvýšení nároků na bezpečnostní požadavky ochrany posádky vozu přišel prudký nárůst v roce 2010, kde karoserie automobilu obsahovala již cca 10-15 dílů z této vysokopevnostní oceli. Hlavní důvod nárůstu spočíval v nutnosti nasazení pevnějších materiálů a také v lepším zvládnutí výrobního procesu jak samotné výroby oceli, tak i posléze tváření a zakalení konkrétního dílu. V současné době je v průměru využito kolem 20 dílů na vůz, kde celková produkce představuje 450 milionů dílů vyrobených za rok [3].

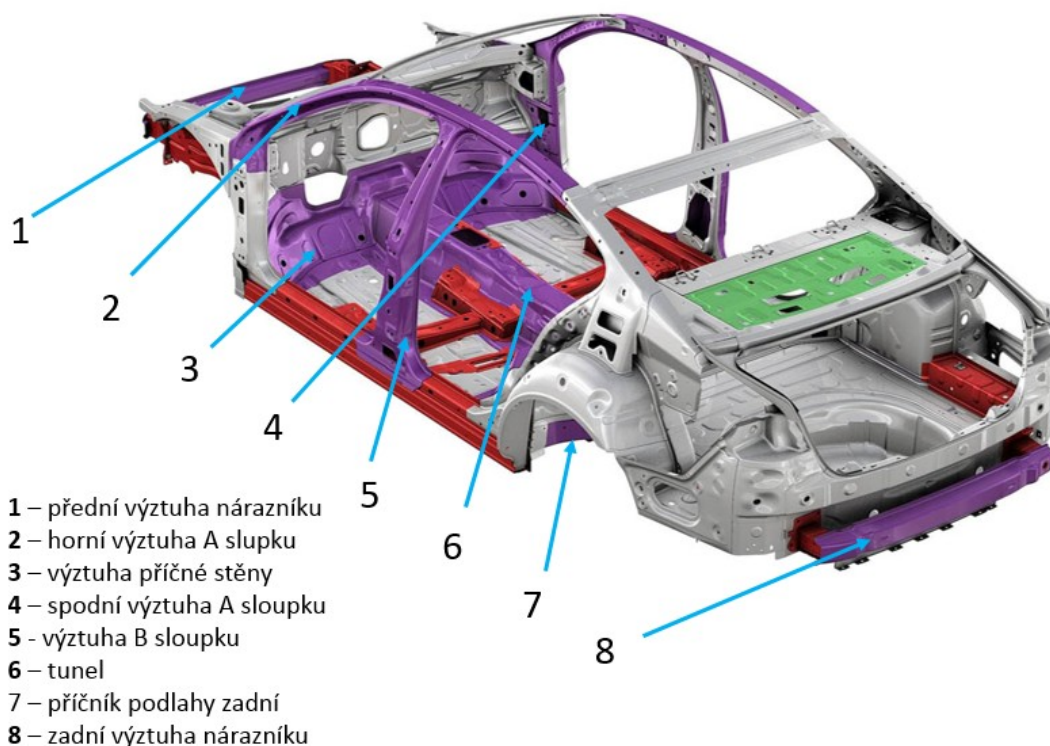


Obrázek 2 Množství dílů karosérie automobilu vyrobené z PHS oceli [3]



Hodnoty četnosti dílů jsou samozřejmě závislé na typu (konkrétní značky) a na třídě vozu (nižší, střední, atd.). S rostoucí třídou se úměrně zvyšuje množství komponentů z PHS oceli z důvodu vyšších požadavků na bezpečnost posádky vozu. Materiál se používá převážně pro výztužné prvky jednotlivých elementů v oblastech, kde při havárii vozu dochází nejčastěji k nárazu.

Obrázek 3 přehledně zobrazuje konkrétní oblasti nasazení dílů z PHS oceli. Jedná se o díly zobrazené fialovou barvou, v některých případech mohou být i zhotoveny díly označené červenou barvou.



*Obrázek 3 Zobrazení PHS dílů na karoserii vozu VW Passat [4]*

Při čelním nárazu se jedná hlavně o přední výztuhu nárazníku (pozice 1), při zadním o zadní výztuhu nárazníku (pozice 8). Oba díly jsou připevněny na karosérii pomocí deformačních prvků, které při kolizi pohlcují energii. Eliminaci bočního nárazu zajišťuje převážně B sloupek (pozice 5) a A sloupek (pozice 2), na které jsou kladeny vysoké nároky. Výztuha B sloupku musí zadržet energii vzniklou od bočního rázu a rozložit ji do dalších elementů ve spodní a horní části karoserie.

Důležitá je především spodní část, kde dochází k deformaci prahové výztuhy a i samotného B sloupku z důvodu pohlcení nárazové energie. V horní oblasti, kde by mohlo dojít ke kontaktu s posádkou vozu, musí výztuha vykazovat vysokou tuhost a pevnost, aby nedošlo k prasknutí a následnému posunutí do vnitřního prostoru. Výztuhy horního a dolního A sloupku (pozice 2 a 4) pozitivně ovlivňují také crashové chování při čelním nárazu. Prvky obsažené ve struktuře podlahové oblasti zajišťují kompletní tuhost karoserie, konkrétně se jedná o tunel, výztuhy příčné stěny a zadní příčník podlahy, které se pozitivně podílí na ochraně osob při havárii. Další využití materiálu se uplatňuje pro výztuhy bočních dveří z důvodu zvýšení bezpečnosti při bočním nárazu (na obrázku nejsou zobrazeny). Nasazením těchto dílů dochází k navýšení bezpečnosti, ale také ke snížení hmotnosti automobilu, což se pozitivně promítne i do hodnot výfukových plynů.

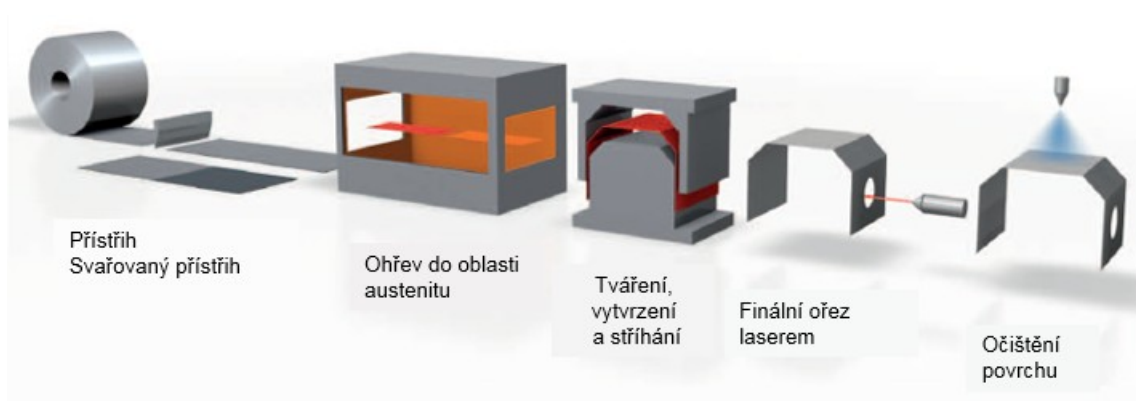
## **2.1. Proces tváření PHS ocelí (Press Hardening Process)**

Výrobní technologie (Press Hardening Proces) umožňuje vyrábět karosářské díly, které docilují tvarů obdobných jako díly z hlubokotažných ocelí, ale zároveň vykazují v současnosti pevnost až 1500 MPa. Hlavní využití nachází při tváření oceli s legurami manganu a bóru, která spojuje výhody tváření za tepla s následným zakalením přímo v nástroji. Při procesu tváření za tepla lze vyrábět komplexní hlubokotažné díly bez většího zpětného odpružení materiálu. Zvýšení pevnosti ocelových materiálů se děje prostřednictvím martenzitické přeměny austenitu. Při ní se mění kubická plošně orientovaná mřížka na tetragonální prostorově orientovanou mřížku. Tváření PHS ocelí je možné provést dvěma způsoby: přímý (Obrázek 4) a nepřímý proces (Obrázek 6).

### **2.1.1. Přímý a nepřímý proces tváření PHS ocelí**

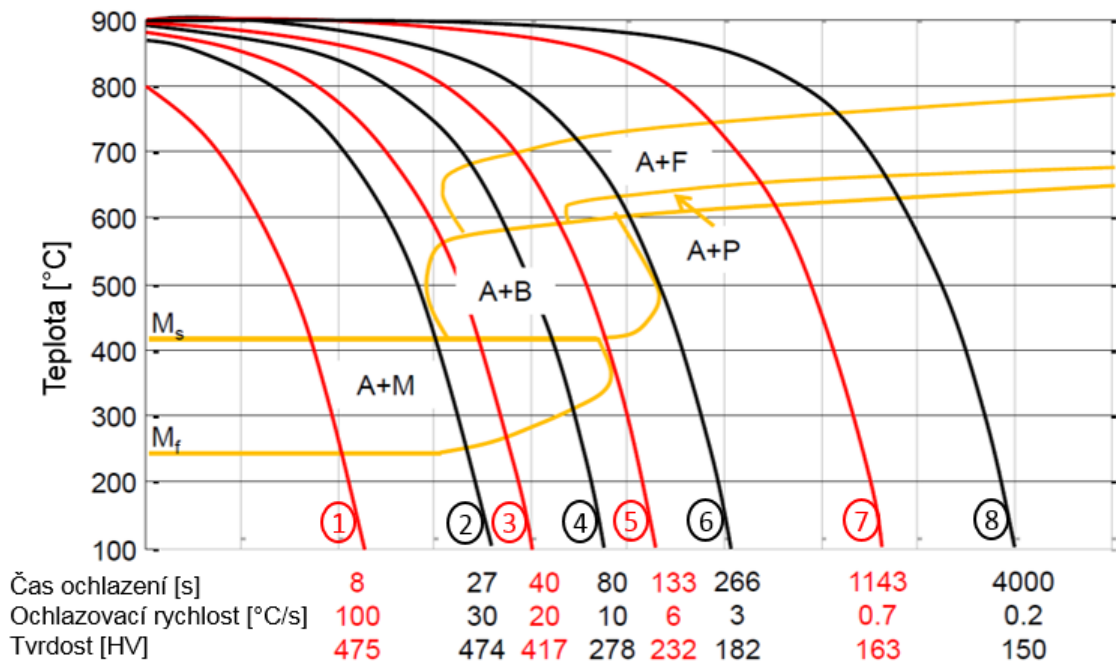
Při první variantě (přímý proces) se ocel nejprve zahřívá v peci na teplotu 880–950 °C (nad teplotu  $A_{C3}$ ), aby struktura materiálu byla plně austenitická. Poté se materiál vloží do nástroje pro lisování, s vnitřním vodním chlazením. Uzavřením nástroje dojde nejprve k tváření dílu a poté v uzavřeném nástroji k jeho zakalení. Podmínkou pro úplnou přeměnu na martenzit je nutnost ochlazení dílu vhodnou rychlostí tak, aby byla překročena kritická ochlazovací rychlost.

Dle příslušného diagramu ARA (Obrázek 5) lze určit kritickou rychlost ochlazení, která se pohybuje zhruba kolem  $30\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , počáteční martenzitická teplota  $M_s$  je v okolí  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  a konečná martenzitická teplota  $M_f$  se pohybuje kolem  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ . V případě, že rychlost ochlazení je příliš nízká, může dojít k vytvoření feritu, bainitu nebo perlitu ve struktuře oceli, což by snížilo celkovou pevnost a tuhost dílu [5,6,9].



*Obrázek 4 Přímý proces technologického postupu lisování s následným kalením v nástroji [7]*

Kritickou rychlostí ochlazení se rozumí průběh, kdy ochlazovací rychlost je nejnižší možná, aby výsledná struktura z velké části obsahovala martenzitickou fázi (Obrázek 5, křivka 2). Tento průběh je energeticky a technologicky výhodný, protože výsledná struktura a mechanické vlastnosti jsou téměř totožné s menšími nároky na ochlazování (jedná se o porovnání křivek 1 a 2). Pokud by průběh ochlazení odpovídal křivce 3, tak by byl nižší obsah martenzitu na úkor horního bainitu, protože martenzitická přeměna neproběhne do konce a zbylý austenit transformuje v oblasti bainitické. Tento jev už není zcela žádaný z důvodu poklesu pevnosti materiálu.



Obrázek 5 Diagram ARA pro PHS oceli [2]

Ohřev materiálu na teplotu 880–950 °C probíhá v peci po dobu v průměru 4-8 minut. Výdrž v peci je nutná z důvodu prohřátí materiálu, aby došlo ke kompletní přeměně na austenitickou strukturu. Při přemístění polotovaru z pece do tvářecího nástroje dochází vlivem okolní atmosféry k ochlazení. Velikost tepelné ztráty se odvíjí od tloušťky materiálu. Při tloušťce 1,5mm je ztráta kolem 15 °C/s, u materiálu o tloušťce 3 mm zhruba 10 °C/s. Aby byla zajištěna austenitizační teplota polotovaru při začátku tváření, je nutné kompenzovat teplotní ztráty. Kvůli tomuto důvodu se polotovar ohřívá na 950°C, to je zhruba o 150 °C více než je teplota  $A_{C3}$  (cca 800 °C). Při nasazení materiálů bez povrchové úpravy je nutné pro ohřev použít vakuové pece nebo pece s ochrannou atmosférou. Při přesunu polotovaru z pece do tvářecího nástroje však dochází k nevyhnutelnému kontaktu s kyslíkem. Z tohoto důvodu je nutný co nejrychlejší přesun polotovaru. [5,6,8]

Tvorbě okují lze zabránit použitím povrchových úprav (popsáno v kapitole 3). Během procesu tváření by mělo být dosaženo maximální plastické tvařitelnosti materiálu. Tepelné ztráty tvářeného dílu musí být co nejmenší, a proto je nutné zajistit co nejvyšší rychlost uzavíracího beranu. Tvářecí operace probíhá v délce cca 1-5 sekund, následuje zakalení v nástroji po dobu zhruba 30 sekund.

Zatímco při běžném tváření jsou žádoucí co nejmenší teplotní přechody z dílu na nástroj, tak tváření s následným kalením naopak vyžaduje po uzavření co největší tepelnou výměnu. Výměna mezi nástrojem a tvářeným dílem je nutná, aby došlo k překročení kritické rychlosti chladnutí a vytvořila se martenzitická struktura. Po tváření zůstane nástroj tak dlouho uzavřený, až dojde k úplnému přetvoření martenzitické struktury. Problém nastává při sériové výrobě, kdy dochází k zahřívání nástroje a je nutné dělat prodlevy mezi jednotlivými cykly. V některých případech když jsou vyžadovány přesné otvory v konečném díle, používá se řezání pomocí laserového paprsku. Následně ještě může dojít k úpravě povrchu z důvodu odstranění okují (pískování, otryskání), pokud je plech opatřen vhodnou povrchovou úpravou, není nutné tuto operaci provádět.

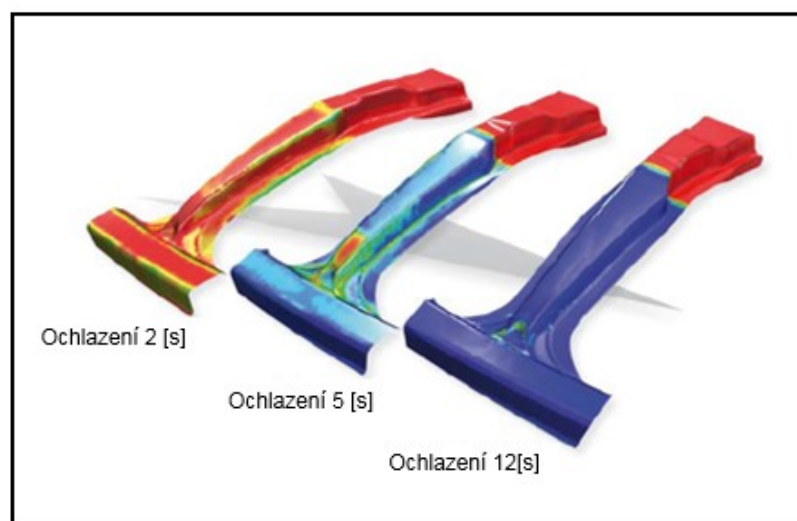
Druhou variantou je nepřímá metoda procesu lisování PHS ocelí. Liší se od přímého procesu v před deformaci materiálu za studena, která se realizuje před tvářecí operací za tepla (Obrázek 6). Další kroky jsou obdobné jako u přímého procesu. Materiál se zahřeje v peci na austenitizační teplotu, přesune se do tvářecího nástroje, ve kterém dojde k dolisování dílu za tepla s následným zakalením. Výhoda spočívá v odpadnutí laserového ořezu finálních kontur, protože byly již vyrobeny při lisování za studena, kde jsou rozměrově přesnější než při tváření za tepla. Tato metoda lze použít pro díly, které nejsou tvarově složité a není potřeba hlubokých tahů. [5,6,9,10]



*Obrázek 6 Nepřímý proces technologického postupu lisování s následným kalením v nástroji [7]*

### 2.1.2. Metoda Tailored Tempering (parciální kalení)

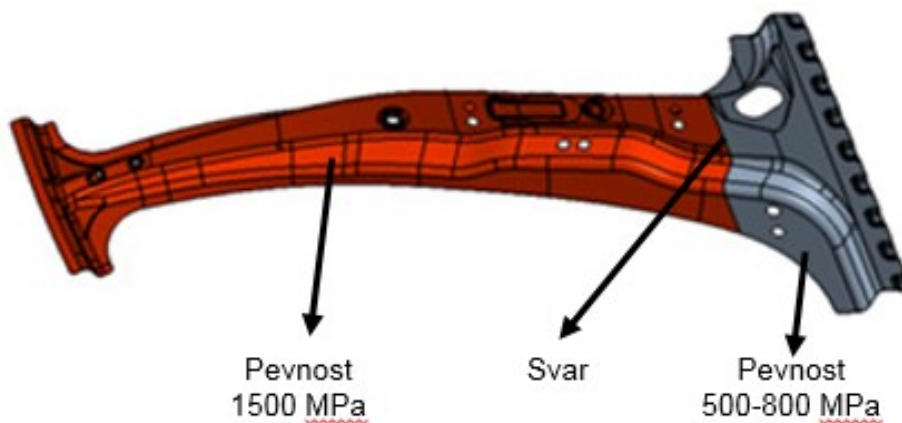
Některé konstrukční případy vyžadují různé mechanické vlastnosti materiálu v jednotlivých oblastech dílu. Typickými díly jsou B sloupky vozidla automobilu. Ve spodní části sloupku se vyžaduje tvárná struktura s menší pevností, jedná se o část schopnou absorbovat energii. Horní část by měla vykazovat vysoké hodnoty pevnosti pro zachování tvaru dílu, aby nedošlo k ohrožení posádky vozu. Technologie na principu Hot Stamping je velice vhodná pro výrobu těchto dílů. Využitím varianty procesu známé jako Tailored Tempering (Obrázek 7), lze zhotovit díl, jehož spodní třetina má pevnost 600 MPa a tažnost 17 %. Zbylá část pak vykazuje pevnost 1 500 MPa s tažností 5 %. Po ohřevu se při tváření naopak využívá zčásti vyhřívané zápustky, kde materiál chladne pomaleji. Vlivem pomalejšího ochlazení nedochází k tvorbě martenzitu, ale utvářejí se méně pevné a tvárnější fáze. Obrázek 7 zobrazuje průběh chladnutí jednotlivých partií a tím i výslednou pevnost materiálu (modrá oblast je rychle ochlazována a vykazuje vysokou pevnost). Výhoda spočívá ve výrobě dílu během jednoho procesu. Využitím této technologie dojde k odstranění svařovacího procesu a problémů s tím spojených, tj. teplotně ovlivněná zóna a změna struktury v blízkosti svaru. Odpadá nutnost tváření dílu ve dvou různě tvarových zápustkách, které se musí následně svařit. V některých případech pro docílení různých pevnostních hodnot jednotlivých částí dílu, se využívá materiálu s různou tloušťkou zhotovený flexibilním válcováním. Metodou Tailored Tempering lze plně nahradit a docílit i lepšího výsledku oproti flexibilnímu válcování [11].



*Obrázek 7 Metoda Tailored Tempering (parciální kalení) [11]*

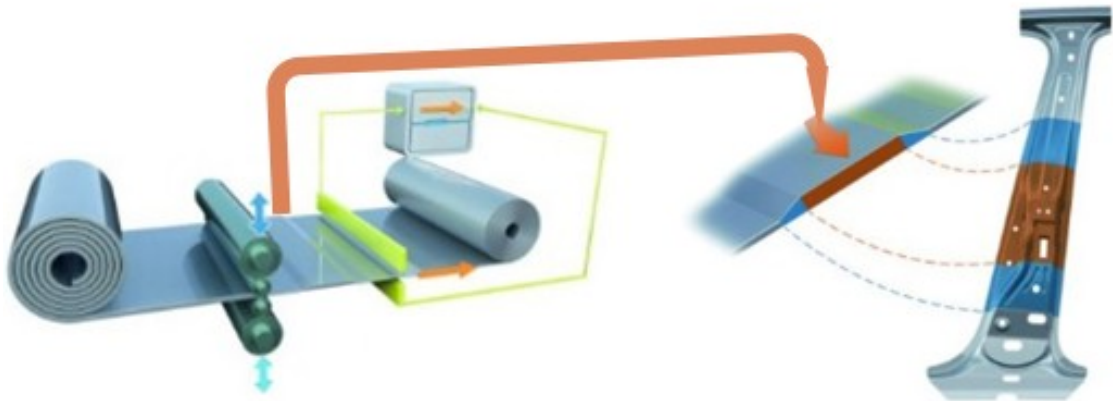
### 2.1.3. PHS oceli s proměnlivou tloušťkou a svařované přístřihy

PHS oceli se vyrábějí také s proměnlivou tloušťkou stěny nebo pomocí svařovaných přístřihů. Hlavní důvod využití těchto metod je obdobný jako u metody parciálního kalení, kde je nutné vytvořit rozdílné materiálové vlastnosti na díle (viz. předchozí kapitola). Svařované přístřihy známé pod označením *Tailored Blanks* (přístřihy šité na míru) se skládají ze dvou či více částí, které se mohou od sebe lišit svou tloušťkou, mechanickými vlastnostmi, jakostí, povrchovými vlastnostmi atd. (Obrázek 8). Nejčastěji se svařuje laserovým vysokofrekvenčním nebo elektronovým paprskem. Samotný proces výroby dílu z PHS oceli je možný realizovat dvěma způsoby, kde první způsob spočívá ve svaření přístřihu před tvářecím procesem. Následně dojde k lisování a zakalení výsledného dílu přímo v nástroji. Druhý způsob je výroba dvou dílů, díl z PHS oceli a díl s menší pevností, které se následně svaří. Pro tento způsob je nutné mít dvě různě tvarové formy [13].



Obrázek 8 Ukázka svařovaného dílu [12]

Metoda flexibilního válcování (Obrázek 9) je řízený způsob válcování s cílem získat proměnnou tloušťku plechu. Plynulé přechody jednotlivých tlouštěk materiálu zjednodušují vlastní proces výroby konečného dílu. Oproti svařovaným přístřihům odpadá teplem ovlivněná oblast, která vykazuje rozdílné fyzikálně-mechanické vlastnosti [13].



*Obrázek 9 Princip flexibilního válcování [14]*

Z důvodu vysokého tlaku na snižování hmotnosti jsou využívány více tyto dvě metody na úkor parciálního kalení, protože je možné docílit stejných tuhostí při snížení hmotnosti.



### **3. Ochrana povrchu PHS ocelí proti tvorbě okují**

Před tvářením za tepla se musí použitý materiál zahřát do oblasti austenitu. Toto se děje ve většině případů v atmosféře obsahující kyslík, která při zvýšené teplotě (880 – 950°C) zapříčiňuje tvorbu okují (oxidaci povrchu) a dochází též k oduhličení povrchu oceli. Vrstva obsahující okuje je drsná a křehká, tvořená různě velikými segmenty. Po lisování s následným kalením následují další procesní kroky jako svařování, lepení a lakování, které jsou silně omezeny vytvořenými okujemi. Rovněž se negativně mění mechanické vlastnosti materiálu. Okuje, které jsou mezi tvářeným materiálem a nástrojem ovlivňují rychlost ochlazování. Mohou se oddělit od plechu a poškodit tvářecí nástroj. V následujících kapitolách budou postupně popsány jednotlivé systémy, které jsou průmyslově používány nebo jsou vyvíjeny pro ochranu PHS plechu před tvorbou okují při ohřevu.

#### **3.1. Ocelové plechy bez ochranné povrchové vrstvy**

Plechy bez jakékoli povrchové ochrany musí být po tváření za tepla následně další operací ošetřeny (např. pískováním nebo kuličkováním). Okuje negativně působí na další technologické postupy při výrobě karoserie vozu. Proti tvorbě okují pro plechy bez povlaku se používají dva způsoby ochrany. První způsob je použití ochranné atmosféry, druhý pomocí olejové vrstvy.

##### **3.1.1. Ochranná plynná atmosféra**

Při každém ohřevu reaguje kyslík s povrchem oceli a dochází k oxidaci. Tato reakce je tím silnější, čím je teplota materiálu vyšší. Při dlouhé výdrži na vyšší teplotě dochází k tvorbě okují (od cca 600°C) a k částečnému nebo úplnému oduhličení povrchu (od cca 780°C). Takto vzniklá vrstva se dá odstranit pouze mechanicky. Z tohoto důvodu je při každém ohřevu od cca 400 °C nutná ochranná atmosféra. Ve většině případů stačí jako ochranný plyn dusík. Pro vyšší teploty se využívá vakuových pecí. Při nasazení ochranné atmosféry by neměla probíhat žádná reakce mezi povrchem oceli a plynným prostředím v peci. Další výhodou plynné atmosféry spočívá v zabránění kontaktu vodíku s povrchem materiálu, kde dochází k eliminaci vniknutí vodíku do struktury, a tím vzniku vodíkové křehkosti která představuje u těchto dílů vysoké riziko.

Složení směsi ochranného plynu se pohybuje v rozmezí 1-5% CO<sub>2</sub>, 90-99% N<sub>2</sub> a 0,05-1% uhlovodíků [15].

Při vyjmutí plechu z pece dochází k nevyhnutelnému kontaktu s kyslíkem. Z tohoto důvodu je nutný co nejrychlejší transport mezi pecí a tvářecím nástrojem. V nástroji se může také využít ochranný plyn, aby se eliminovala tvorba oxidické vrstvy. Použitím ochranné atmosféry se docílí dostatečné kvality povrchové vrstvy, kde není nutná další operace kvůli zaručené svařitelnosti a lakovatelnosti [16].

### **3.1.2. Ochranná olejová vrstva**

Jako ochranná olejová vrstva se používají alkalické oleje s obsahem kyseliny bórové anebo s příměsí fosforu a kalcia. Olej chrání povrch oceli před tvorbou okují. Na povrch oceli se nanáší vrstva oleje, která je posléze vysušena a tím se vytvoří pevný film. Při tepelném zpracování je film v tekutém stavu. Po procesu lisování s následným kalením lze olejový film a zárodky okují odstranit v lázni 10% kyseliny chlorovodíkové o teplotě 70 °C. Při tomto procesu se zvyšuje riziko vodíkové křehkosti, takže použití olejové vrstvy není vhodné při tváření vysokopevnostních materiálů.

## **3.2. Ocelové plechy s povlakem**

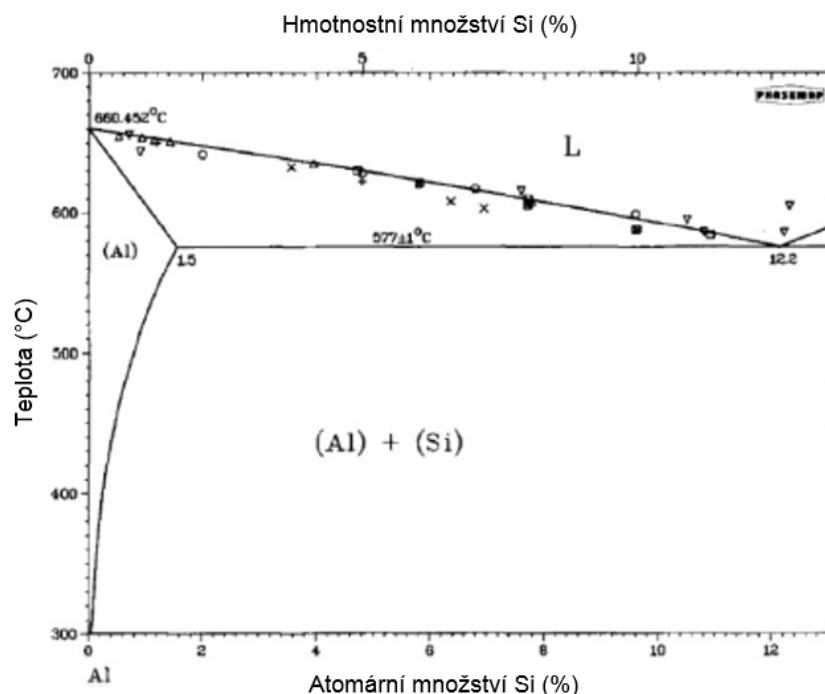
Kapitola se zabývá povlaky využívané při technologickém procesu lisování s následným kalením v nástroji (PHP – proces). Jedná se o povlaky, které většinou trvale zůstávají na plechu.

Požadavky na povlaky určené pro PHS oceli jsou:

- Ochrana proti tvorbě okují při procesu lisování a následném kalení
- Dostatečná ochrana proti tvorbě oxidů při tváření za tepla
- Dobrá tvařitelnost povlaku
- Pasivní korozní ochrana působící jako bariéra
- Aktivní korozní ochrana působící jako obětovaná anoda
- Možnost dalšího zpracování plechu, svařování a lakování
- Naneseň povlaku musí být zahrnuté ve výrobním procesu a ekonomicky dostupné

### 3.2.3. Al - Si povlaky

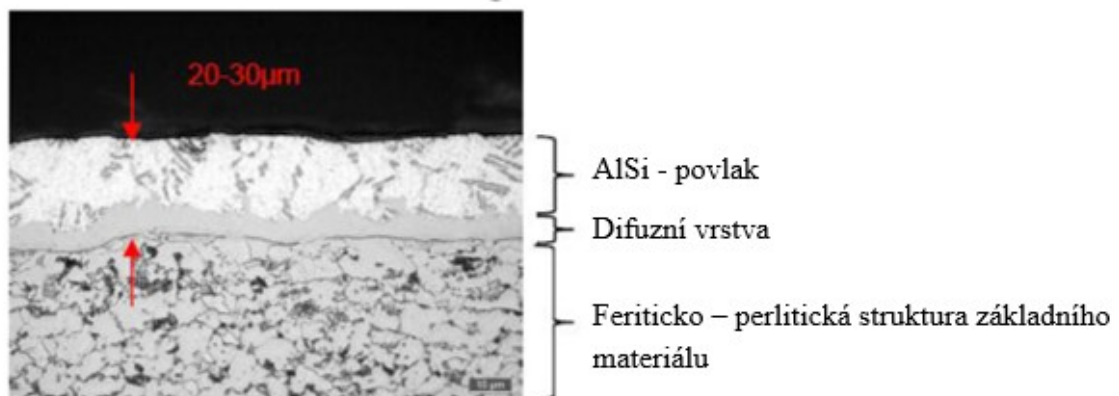
Povlak je na základní materiál nanášen žárově v lázni o teplotě 675 °C o chemickém složení (88% hmot. Al, 9% Si, 3% Fe). Tloušťka vrstvy je v rozmezí 25 – 30 μm [17]. Po tepelném procesu tloušťka povlakové vrstvy dosahuje 30 - 40 μm. Eutektický bod binární soustavy Al-Si se nachází při 12.2% Si (Obrázek 10). Při obsahu křemíku v množství 9% v povlaku se bod tání pohybuje kolem teploty 600 °C [17]. Přísada křemíku vytváří fázi  $Fe_2SiAl_7$ , která zabráňuje tvorbě tvrdé a křehké fáze  $Fe_2Al_5$  mezi povlakem a základním materiálem (Obrázek 12). Vlivem potlačení vzniku fáze  $Fe_2Al_5$  se zvyšuje přilnavost a tvařitelnost vrstvy. Během ohřevu na austenitickou teplotu v procesu lisování s následným kalením vykazuje Al-Si povlak s narůstajícím časem a teplotou zvýšení tloušťky vrstvy vlivem nasycení železem. Dochází k tvorbě více vrstev. Na povrchu se vytváří tenká oxidační vrstva  $Al_2O_3$ , hlouběji se vytváří další intermetalické fáze např.  $Fe_2Al_5$ ,  $FeAl_2$ ,  $Fe_2SiAl_2$ , nebo křemíkem obohacené  $FeAl$  fáze. Intermetalické fáze jsou tvrdé, proto dochází k většímu opotřebení (otěru) lisovacího nástroje. Přechodná oblast mezi základním materiálem je tvořena difuzní vrstvou o tloušťce kolem 15 μm, která vykazuje nárůst obsahu železa (Obrázek 11) [17].



Obrázek 10 Binární diagram Al-Si [18]

Rozdílné teplotní koeficienty roztažnosti jednotlivých fází vedou při procesu lisování s následným kalením k tvorbě trhlin. Difuzní vrstva potlačuje tvorbu a šíření trhlin v povrchu. Během tepelného procesu (austenitizace) dochází k nárůstu vrstvy, takže plechy s žárovým AlSi povrchem nejsou vhodné pro nepřímý proces lisování s následným kalením. Pokud by došlo k tváření za studena (nepřímý proces), vytvořily by se v povlaku trhliny, které v důsledku tenké difuzní vrstvy nemohou být pohlceny. Povlaky se nemusí po procesu lisování s následným kalením očišťovat od kovových nečistot (okují), protože zabraňují jejich vzniku. Plechy s AlSi povlakem nenabízí žádnou aktivní korozní ochranu, ale pouze pasivní protikorozní vrstvu působící jako zábrana. Nepovlakované oblasti jako např. řezná hrana, nebo vady povlaku jsou vůči korozi nechráněny.

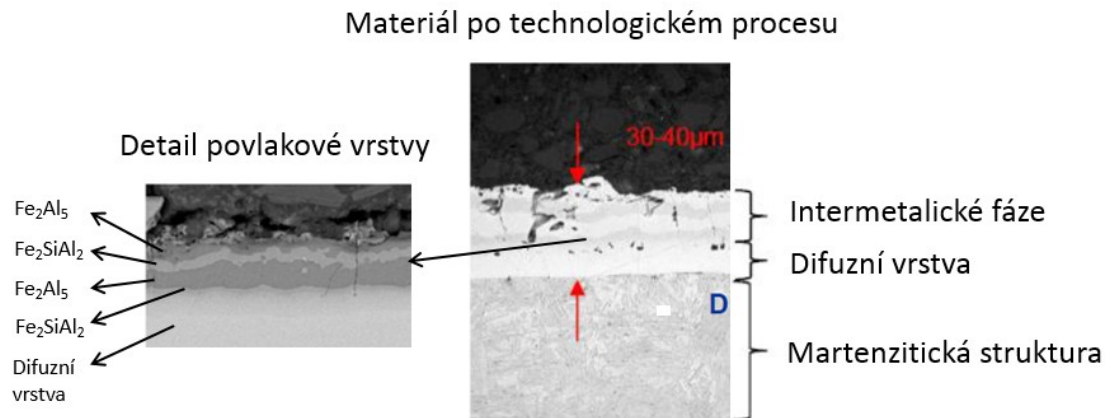
Lakovatelnost je i bez následných operací dobrá na základě hrubého povrchu. Svařitelnost je závislá na tloušťce oxidační, difuzní vrstvy a intermetalických fází. Hlavní vliv na celkovou tloušťku povlaku má teplota v peci, kde dochází k ohřevu materiálu před tvářením. Důležitá je také hodnota času výdrže ponechání materiálu v peci, kde s rostoucím časem dochází k zesílení povlakové vrstvy. Malý, ale nezanedbatelný vliv může mít přesun materiálu z pece do tvářecího nástroje a následné lisování se zakalením od nástroje [19].



*Obrázek 11 Zobrazení AlSi povlaku před tepelným zpracováním [20]*

Pokud je dosažena vrstva povlaku po zakalení v rozmezí 30 až 40μm, svařitelnost vykazuje obdobné vlastnosti, protože nevodivá oxidační vrstva je velmi tenká a vytvořené intermetalické fáze jsou vodivé. S velkou tloušťkou difuzní vrstvy dochází k problémům v oblasti lepení.

Při namáhání lepeného spoje může dojít k odtržení povlakové vrstvy od substrátu, kde není zaručena pevnost na základě vlastností lepidla, ale soudržnosti povlaku a základního materiálu. Z těchto důvodů je velice důležité přesně dodržet technologický postup při technologii kalení v nástroji.



Obrázek 12 Zobrazení AlSi povlaku po tepelném zpracování [20]

Nejčastější používané množství povlaku na základním materiálu je  $150 \text{ g/m}^2$  a  $80 \text{ g/m}^2$ . Tvrdost povrchu pro AlSi povlak se pohybuje okolo 60HV a difuzní vrstva vykazuje hodnotu cca 600HV.

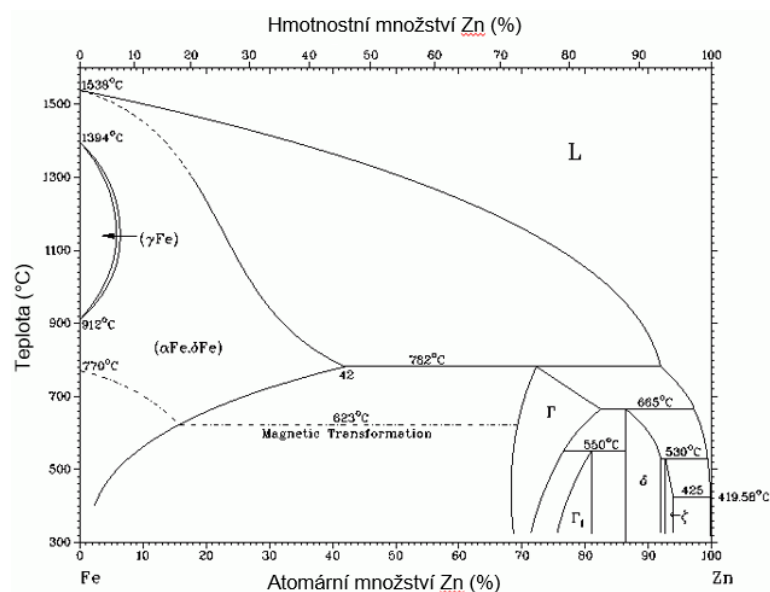
### 3.2.4. Zn povlaky

V dnešní době se žárové zinkování uskutečňuje dvěma způsoby, metodou GI (Galvanized) nebo GA (Galvannealed). Pro technologii tváření s následným kalením v nástroji se používají zinkové povlaky nanášené metodou GA. Oblast samotného nanášení zinkového povlaku je shodná, ale hlavní rozdíl spočívá v tepelném zpracování po vyoření plechu ze zinkové lázně.

U metody GA dochází nejprve pomocí „vzduchového nože“ k redukci povlakové vrstvy, následuje tepelné zpracování spočívající v ohřevu plechu s naneseným Zn povlakem na teplotu  $500 - 560 \text{ }^\circ\text{C}$  trvající cca. 10 vteřin. Prostřednictvím ohřevu dochází k difuzi mezi zinkem a ocelovým podkladem, kde transformací čistého zinkového povlaku vznikne směs intermetalických fází Fe-Zn. Z binárního diagramu prvků Fe-Zn je patrná přítomnost většího množství intermetalických fází, které vykazují vysokou tvrdost (Obrázek 13). Optimální obsah železa v zinkovém povlaku se pohybuje okolo 10-12%.

Nižší obsah železa v povlaku znamená přítomnost většího množství měkké fáze, která způsobuje navýšení koeficientu tření mezi povlakem a lisovním nástrojem. Naopak velké množství obsahu železa vede k růstu tvrdých a křehkých fází na rozhraní povlak-substrát, které způsobují odlupování povlaku od substrátu [21,22]. Důležitým prvkem přidaným do zinkové lázně je hliník.

Při výrobě GI povlaků je obsah hliníku většinou 0,15 – 0,19 %, někteří výrobci používají až 0,2 – 0,25%. Při výrobě GA povlaků je obsah hliníku v lázni snížený na hodnotu 0,12 – 0,14%. Množství hliníku ovlivňuje tvorbu inhibitorové vrstvy  $Fe_2Al_5$  a  $FeAl_3$ , které zpomalují růst intermetalických fází Fe-Zn [23].

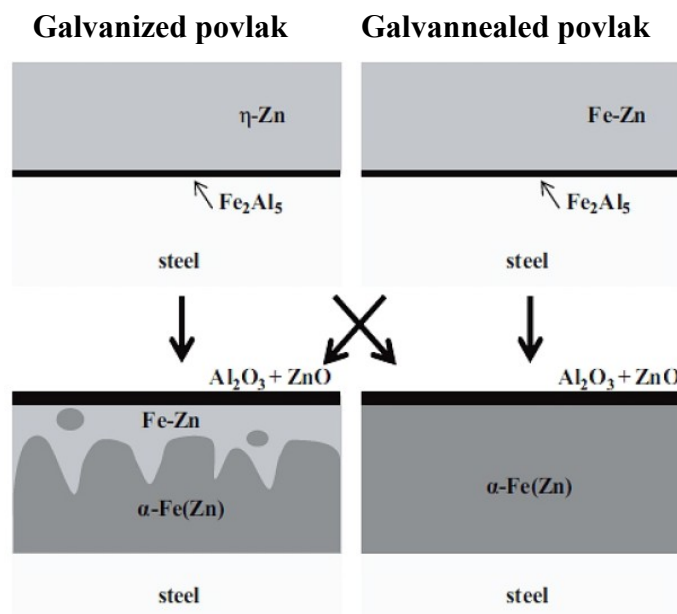


Obrázek 13 Binární diagram Fe-Zn [24]

Povlak se nanáší žárově v roztavené lázni o teplotě 419°C [23]. Je to jeden z mála systémů použitý pro technologii lisování s následným kalením v nástroji, který působí jako katodická korozní ochrana. Během ohřevu (austenitizace při technologii Hot Stamping) dochází k zvýšení obsahu železa v zinkovém povlaku. Tento jev snižuje katodickou korozní ochranu, ale ve srovnání s AlSi povlakem vykazuje přesto lepší korozní odolnost. Tloušťka povlaku se pohybuje pro GI před tvářením 10-15 $\mu$ m, po tvářením za tepla s následným zakalením 20-30  $\mu$ m. Povlaky GA před tvářením 5 $\mu$ m, po tvářením za tepla s následným zakalením 20  $\mu$ m. Při použití čistého zinku vznikají problémy při samotné technologii lisování s následným kalením. Problém je v nízké teplotě tání zinku a jeho sublimaci při teplotě přesahující 900 °C v kyslíkové atmosféře.

Legováním malým množstvím hliníku se vytváří na povrchu tenká oxidická vrstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , která zabraňuje sublimaci zinku a přímému kontaktu s tvářecím nástrojem. Oxidická vrstva však vykazuje špatnou přilnavost (důležitá při procesu lakování), a proto je nutné vrstvu odstranit další operací např. kuličkováním.

Přídavek hliníku způsobí tvorbu vrstvy  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , která je mezi zinkovou vrstvou a základním materiálem zabraňující tvorbě křehkých intermetalických fází. Během ohřevu na austenitizační teplotu dochází k nalegování povlakové vrstvy železem a tím dochází k zvýšení teploty tání (Obrázek 14). Při použití GI povlaků dochází k tvorbě trhlin v základním materiálu, které snižují tažnost samotného dílu. Viskózní zinková fáze vytvořená během ohřevu proniká do základního materiálu a to vede k porušení materiálu vlivem napěťové koroze. GI plechy se z tohoto důvodu pro přímý proces lisování s následným zakalením v nástroji nepoužívají. Tento druh povlaku je možné využít pouze u nepřímého procesu, kde nehrozí porušení materiálu působením viskózního zinku [21,22]. Při použití GA plechů vlivem dodatečného tepelného zpracování při nanášení povlaku, se nevyskytuje tekutý zinek v povlaku, takže nedochází ke snížení tažnosti. U GA plechů nevznikají mikrotrhliny v martenzitické struktuře. Nezávisle na velikosti množství železa v zinkové vrstvě nesmí maximální teplota překročit  $905\text{ }^\circ\text{C}$ , aby se zabránilo sublimaci zinku [21,22].



Obrázek 14 Zobrazení zinkových povlaků GI a GA před a po lisování a následném zakalení [20]

### 3.2.5. Zn - Ni povlaky

Povlaky na bázi zinko - niklové sloučeniny jsou v současné době ve stádiu výzkumu a testování. Vrstva Zn – Ni je nanášena na ocelový plech v tloušťce 10  $\mu\text{m}$ . Tento systém vykazuje vysokou aktivní korozní ochranu, protože korozní potenciál povlaku je negativnější oproti základnímu materiálu. Tento ochranný systém s legurami Zn – Ni vytváří na základním materiálu fáze ve formě  $\gamma\text{-Ni}_5\text{Zn}_{21}$ . Teplota tání povlaku je 881°C. Při teplotě 860 °C dochází k difuzi železa do povrchu, při výdrži 5 minut naroste tloušťka vrstvy na 20 – 25  $\mu\text{m}$ . Uvnitř vrstvy se vytváří železem obohacené intermetalické fáze  $\text{Zn}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_z$ . Na povrchu povlaku dochází k tvorbě oxidické vrstvy ZnO. Oxidická vrstva však vykazuje špatnou přilnavost na Zn-Ni vrstvu, která musí být následně odstraněna [20]. Povlak je z důvodu rozdílných teplot tání jednotlivých složek možné nanášet pouze galvanickým procesem, během kterého může dojít k absorpci vodíku do materiálu a s tím možnému vzniku vodíkového praskání. Z těchto důvodů by bylo nutné podrobit výsledný díl procesu k odstranění vodíku z materiálu zahřátím na teplotu cca 200 °C a výdrží několika hodin. Odvodňování je nutné provést v co nejkratší době z důvodu sloučení na molekuly nebo zachycení ve vodíkových pastech (okolí vměstků, trhlin atd.) znemožňujících jeho odstranění.



## 4. Vodíková křehkost kovů

Vliv vodíku na vlastnosti ocelí je poměrně zásadní problém převážně u materiálů s vysokou pevností. Křehnutí kovů způsobené atomy vodíku je známo více jak sto let. Nebezpečí vzniku vodíkové křehkosti existuje zejména u šroubových součástí a vysokopevnostních dílů zasluhující si vážnou pozornost. K selhání součástí způsobených vodíkovou křehkostí dochází se zpožděním. Porušení nevzniká bezprostředně po výrobním procesu, ale až o několik hodin, nebo dokonce týdnů později v závislosti na způsobu a velikosti zatěžování konkrétního dílu. V současné době, kdy jsou materiály s vysokou pevností hojně využívány, se věnuje mimořádná pozornost studiu vlivu vodíku u konstrukčních materiálů nasazených v automobilovém průmyslu.

Vodíkový atom se skládá z jediného protonu a jediného elektronu, v periodické tabulce prvků zaujímá první místo. V plynné fázi tvoří vodík dvouatomové molekuly  $H_2$ , které za normální teploty a tlaku (až několik desítek MPa) nemají téměř žádný vliv na vlastnosti ocelí. Při zvýšených teplotách a tlaku dochází na povrchu ocelových součástí k disociaci vodíku, kde disociovaný atomární vodík difunduje do materiálu mřížkou, kde způsobuje tzv. vodíkové zkřehnutí materiálů. Difuze vodíku do kovu je umožněna malým rozměrem atomu. S rostoucím tlakem a teplotou postupně stoupá rozpustnost vodíku v železe. Vodík se může do základního materiálu dostat již během výroby nebo v atomární formě difunduje do součástí v průběhu zpracování, např. při procesech povrchových úprav (především při moření v kyselinách při galvanickém pokovení). Při elektrolýze nebo při jakékoliv reakci oceli s vodným prostředím, při níž vzniká vodík, se na povrchu kovu uvolňují jednotlivé atomy vodíku, které se okamžitě slučují na stálou molekulovou formu. Určité množství atomárního vodíku může proniknout do ocelového materiálu a zde se sloučit v molekulu  $H_2$ . Atomy vodíku se nejčastěji shlukují u nepravidelností uvnitř kovu (vměstků, dutin), kde se začnou hromadit, čímž se v místě zvýší tlak, který může vést až k porušení soudržnosti materiálu. Vodík může vnikat do materiálu i při použití nevhodných procesních kapalin (omílání, obrábění), ale i při korozi materiálu [25, 26, 27].

#### 4.1. Vznik a pronikání vodíku do oceli

Podle druhu okolního prostředí rozlišujeme dva mechanismy při pronikání vodíku do oceli. Jedná se o pronikání z plynného anebo kapalného prostředí. V případě pronikání vodíku z plynného prostředí, dochází k disociaci molekul vodíku na povrchu materiálu, kdy může dojít k proniknutí pouze v atomárním stavu [28,29]. Vodík v atomární podobě potřebuje nutně partnera pro vazbu a je proto velice reaktivní. Během doby než narazí na další atom vodíku, je schopen se na povrchu dílu sloučit s atomy železa, kde společně vytvoří vazbu. V tomto případě se mluví o adsorbovaném atomárním vodíku  $H_{ads}$ . Adsorbovaný atomární vodík se může vázat s jiným svého druhu v molekulu  $H_2$ , která nakonec vystoupá v bublinkách plynu a již neznamená žádné nebezpečí pro základní materiál. Adsorbovaný atomární vodík může ale také difundovat do základního materiálu a tam poškodit jeho strukturu [29, 30].

Reakce probíhající při tomto ději lze vyjádřit:



Kde  $H_{ads}$  znamená atom vodíku adsorbovaný na povrchu oceli a  $FeH_{abs}$  vyjadřuje vodík, který již pronikl do materiálu. Souhrnně lze reakci popsat takto:



Výše napsaná reakce je endotermická, kde rozpustnost vodíku v oceli stoupá s rostoucí teplotou. Vodík je v oceli přítomný zejména ve formě protonů v intersticiálních polohách krystalické mřížky. Pronikání vodíku do oceli je zásadně ovlivněno stavem povrchu materiálu a složením plynného prostředí. Přítomnost nečistot a dalších příměsí mohou výrazně ovlivnit množství oblastí, kde může případně dojít k adsorbci vodíku, nebo modifikaci vazebné energie adsorbovaných atomů vodíku.

Princip pronikání vodíku do materiálu v kapalném prostředí je možné uplatnit i v plynných prostředích s vyšším stupněm vlhkosti. Při tomto procesu se uplatňuje elektrochemická koroze a lze ho popsat následujícím způsobem:



nebo



Písmeno K vyjadřuje kov a P část prostředí, které může být redukováno, n značí množství částic. První rovnice popisuje dílčí anodickou reakci, druhá pak reakci katodickou. V některých kyselých vodných prostředích se může uplatnit tzv. vodíková depolarizace zapsána:



V některých případech není vodík přítomen jako proton  $H^{+}$ , ale jako hydroxoniový iont  $H_3O^{+}$ . První etapa obsahuje redukci vodíku a jeho adsorpci na povrchu oceli.



Následující fáze se mohou projevit současně. U většiny adsorbovaných atomů vodíku se projeví chemická a elektrochemická rekombinace vodíku. Vznikají molekuly vodíku, které s vysokou pravděpodobností nemají možnost do materiálu proniknout.



Druhá možná varianta:



Pouze malá část adsorbovaného vodíku pronikne do materiálu, kde děj u oceli vypadá:



Na základě předešlých rovnic lze konstatovat, čím více atomů vodíku se na povrchu sloučí na molekuly, tím méně atomů může proniknout do oceli [29, 30].

#### 4.2. Působení vodíku v oceli (druhy vodíkové křehkosti v ocelích)

Přítomnost vodíku v oceli může vést ke vzniku vodíkové koroze a vodíkové křehkosti. Při působení tlaku za vysokých teplot je možný vstup vodíku do struktury kovu, kde dochází k trvalým vadám. Při teplotách 200 až 480 °C dochází na povrchu oceli k termické disociaci molekulárního vodíku na atomární, který posléze difunduje do oceli. Při difuzi dochází k sloučení uhlíku s vodíkem při současném vývinu metanu, který rozrušuje kov do hloubky. Tvorba metanu zapříčiňuje oduhličení po hranicích zrn. Výše popsaný jev se nazývá vodíková koroze, která se také projevuje vznikem puchýřů. Při teplotách nad 540 °C difunduje uhlík k povrchu oceli, tvoří s termicky disociovaným vodíkem metan a dochází tak k oduhličení povrchu [31,33].

Jevem nazývaným vodíková křehkost rozumíme pokles plastických vlastností materiálu díky působení vodíku. Vodíkovou křehkost je možné charakterizovat jako vnitřní zkřehnutí, které je zapříčiněno působením vodíku pohlčeným v materiálu kovu při výrobě, tepelném zpracování nebo různých technologických operacích bez přítomnosti korozního prostředí. Důležité je také vodíkové zkřehnutí vnější, které je způsobené vnikáním atomárního vodíku do povrchu materiálu z okolního prostředí. Vodíkovou křehkost lze také rozlišit na vratnou a nevratnou. Vratná vodíková křehkost je degradace materiálu, která se projevuje jen po dobu přítomnosti vodíku. Pokud zdroj vodíku přestane působit, dojde po jisté době a za určitých okolností k obnově původních vlastností materiálu vyžiháním. Oproti tomu ovlivnění vodíkovou křehkostí nevratnou přetrvává, i když zdroj vodíku přestane působit a k obnově vlastností materiálu již nedojde [26, 27, 30, 32].

U materiálu za předpětí (např. u předepnutého šroubu) se nejprve vytvoří mikrotrhlina na povrchu. Vysoká koncentrace napětí na vrcholu trhlinky přitahuje atomy vodíku. Trhlinky za působení síly předpětí a působení vodíku se dále zvětšují. Vzniká nová napěťová špička, která způsobuje zkřehnutí materiálu. Po překročení mezního stavu dochází k nestabilnímu šíření trhliny a pokud již zbývající průřez materiálu sílu předpětí neunes, dochází k náhlému lomu [27, 29, 33].

Degradační účinek vodíku na vlastnosti ocelí bývá spojován s působením celé řady mechanismů, např. vznik vysokého aerostatického tlaku v okolí vměstků, trhlín nebo dutin, dále absorpce vodíku spojená s poklesem povrchové energie, snížení kohezivní pevnosti nebo interakce vodíku s dislokacemi. Působení vodíku v materiálu se může projevit vznikem tzv. zbrzděných lomů, které vznikají náhle po určité době zatížení při působení napětí nižším než mez kluzu. Vodík se rekombinuje v příznivých místech kovové matrice, kde vyvolá vysoké pnutí, které může mít za následek vznik trhlín. Pravděpodobnými místy pro rekombinaci vodíku jsou rozhraní nekovových vměstků a kovové matrice, nebo segregační pásy oceli [26, 27, 32]. Vodíková křehkost výrazně snižuje tažnost, ale nijak výrazně neovlivňuje tvrdost. Při velkých rychlostech zatěžování se křehkost při zkoušce tahem neprojeví, ovlivnění meze pevnosti v tahu je pozorovatelné jen při zatěžování nízkými rychlostmi. Při velkém přetvoření se ocel stává více náchylnou na vodíkové křehnutí. Oceli s austenitickou strukturou nejsou náchylné na vodíkovou křehkost. Obecně je prokázáno, že odolnost ocelí vůči vodíkové křehkosti klesá s rostoucí úrovní pevnosti materiálu. Nejvíce náchylné jsou vysokopevnostní oceli, které mají hodnoty pevnosti 1500 MPa a vyšší [26, 27, 31, 32].

S rostoucí teplotou dochází k nárůstu rychlosti prostupu vodíku ocelí a stoupá riziko nahromadění vodíku v dutinách. Pokud se současně s teplotou zvyšuje i tlak, vodík získává schopnost rozkládat některé karbidy kovů, zejména cementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ). Při reakci vodíku s cementitem vzniká metan, jehož molekuly jsou velké, nevejdou se do intersticiálních poloh mřížky a také nejsou schopny difundovat kovem. Ocelový materiál je pak namáhán vysokým tlakem, kde vznikají trhlinky na rozhraní zrn, narušuje se mikrostruktura, ocel ztrácí svoji pevnost a tažnost, až dojde následně k náhlému k prasknutí oceli [27].

### 4.3. Vliv struktury na vodíkovou křehkost

Nejcitlivější strukturní složkou z pohledu studia vodíkové křehkosti je martenzitická fáze, hlavně tetragonální martenzit typický pro nepopuštěný stav. Nebezpečný je také ještě nízkopopuštěný stav (teplota do 200 °C), kdy dochází k rozpadu tetragonálního martenzitu na nízkouhlíkový kubický martenzit a nerovnovážený karbid  $\epsilon$  ( $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ ) s těsně uspořádanou hexagonální mřížkou. Koherentního karbidu  $\epsilon$ , který precipituje přednostně na hranicích útvarů martenzitu, má výrazný vytvrzující účinek, kompenzující z větší části pokles tvrdosti způsobený poklesem intersticiálního zpevnění martenzitu. Nízkoteplotní popuštění martenzitu je tedy doprovázeno mírným poklesem tvrdosti a pevnosti. Struktura popuštěná při teplotách 300 °C a vyšší vykazuje lepší odolnost proti křehnutí způsobené vodíkem. Při popouštění dochází k poklesu vnitřního pnutí v matici způsobující pokles tvrdosti a pevnosti za současného zvýšení tvárnosti a houževnatosti. U vysokopevnostních materiálů lze snížit citlivost oceli k vodíkové křehkosti zejména zjemněním zrna, zjemněním velikosti precipitovaných fází a modifikací vměstků. Rovněž tepelně mechanické zpracování potlačuje citlivost oceli k vodíkové křehkosti [27, 31, 32].

Mezi prvky negativně působící na odolnost oceli vůči vodíkové křehkosti, patří síra, fosfor, kyslík, hliník, uhlík, mangan a nikl. Prvky, které jsou z pohledu materiálu považovány za prospěšné, jsou legující prvky jako chrom, molybden a vanad. Jejich kladný vliv je spojován se schopností vytvářet jemné karbidy, které ve struktuře působí jako neškodné vodíkové pasti (místa se zvýšenou vodíkovou koncentrací) [26, 27, 32].

### 4.4. Odstranění vodíkové křehkosti

Vodík ze struktury oceli lze odstranit vyžiháním po dobu 2—8 hodin na teplotě 200—230 °C. Pokud nedojde k odstranění vodíku do 4 dnů, následné žihání nemusí zaručit kompletní odstranění vodíku. Vlivem shlukování vodíku kolem nečistot, vměstků a vad, dochází k zadržení ve vodíkových pastech nebo přímo k sloučení na molekulu vodíku. V molekulární podobě již nelze vodík z materiálu dostat. Vlivem nárůstu objemu. Některá z opatření k odstranění příčin vodíkové křehkosti při povrchových úpravách jsou např. změna polaritý při elektrolytickém moření, náhrada elektrolytického odmašťování čištěním za pomoci ultrazvuku, omezení doby moření nebo otryskání okují před mořením a žárovým zinkováním [26, 27, 31, 32].

#### 4.5. Povrchové vady vzniklé působením vodíku

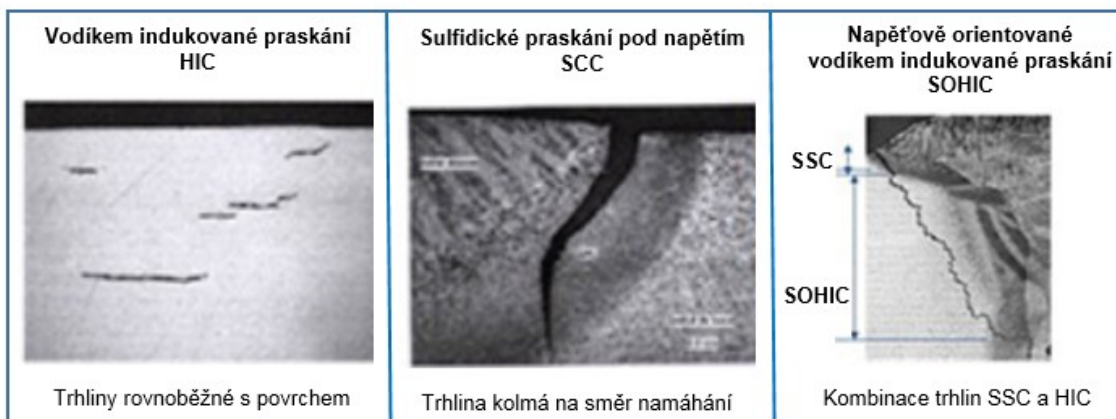
Poruchy vzniklé v oceli působením difundujícího vodíku se projevují tvorbou puchýřů. Jedná se o viditelné narušení oceli, při kterém dochází k tvorbě vypouklých míst na povrchu materiálu v rozsahu až několika milimetrů. Princip vzniku těchto puchýřů spočívá v působení difundujícího vodíku na místa, kde jsou např. zaválcované okraje, vycezeniny nebo jiné vady vzniklé při výrobě oceli. Postupně dojde k nashromáždění takového množství vodíku, že způsobí deformaci v místech nejmenšího odporu a vznikne puchýř (

*Obrázek 16)* [27, 33].

Mělce zaválcované částice okují a jiných cizích látek do povrchu mohou způsobit další dost častou poruchu tzv. červíkovitou korozi. Tato porucha vychází z přítomnosti puchýřů při současném působení chemické koroze [27].

Drobné trhlinky vzniklé na povrchu materiálu narušují soudržnost v nejvíce namáhaných místech zejména u odlitků nebo tlakových nádob. U tlakových nádob trhlinky leží kolmo k povrchu a snižují tak jejich pevnost. V případě odlitků drobné trhlinky vznikají při nehomogenním chladnutí nebo při smrštění materiálu, kde se trhlinky tvoří přes sebe a později dojde k sloučení na větší trhliny [27].

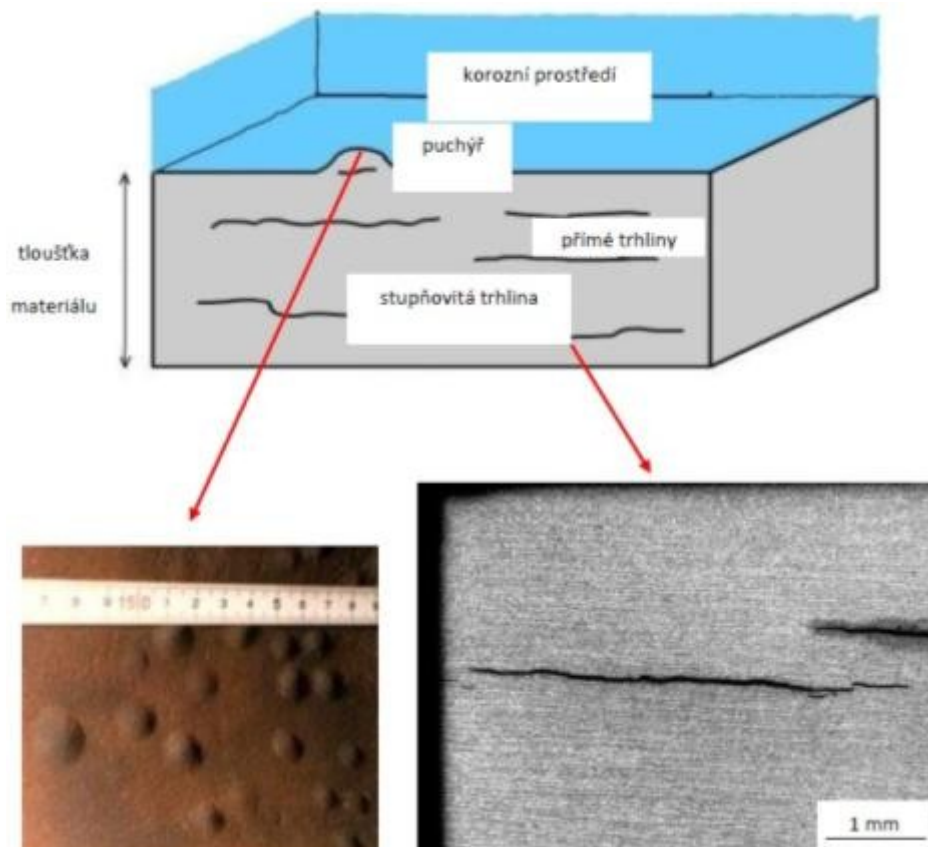
U ocelí jsou známy tři základní typy degradačních mechanismů, probíhajících v prostředí obsahujícím obecně vodík nebo sulfan  $H_2S$  (Obrázek 15 a Obrázek 17) [33].



*Obrázek 15 Druhy trhlín způsobené působením vodíku [33]*

**a) Vodíkem indukované praskání HIC (Hydrogen-Induced Cracking)**

Toto praskání je nejběžnějším druhem vady zapříčiněné působením vodíku. Dochází k porušení vnitřní struktury, aniž by na materiál působila vnější zatěžovací síla. Pokud dojde v blízkosti povrchu ke vzniku trhliny, mohou se vytvořit puchýře na povrchu materiálu. V některých případech se tento druh porušení nazývá jako stupňovitá praskání z důvodu charakteru trhlín, které mohou vytvořit v materiálu jednotlivé stupně [33].

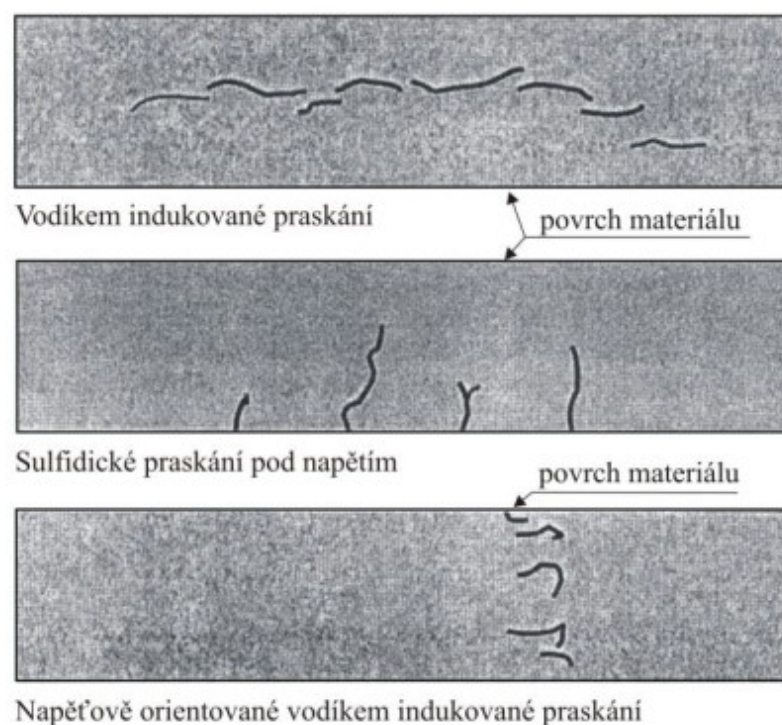


*Obrázek 16 Ukázka poruch způsobených vodíkem [33]*



**b) Sulfidické praskání pod napětím SSC (Sulfide Stress Cracking)**

Vzniká při působení napětí a je typické pro materiály se střední a vyšší pevností, které jsou namáhány vnějším zatížením. Poškození vzniká za současného působení napětí a prostředí obsahující sulfan. Charakteristickým projevem degradace kovových materiálů při současném spolupůsobení vodíku a vnějšího zatěžování je vznik tzv. „rybích ok“. Jedná se o okrouhlé oblasti, v jejichž středu se nachází nebo nacházel, nekovový vměstek, který inicioval poškození materiálu. Náchylnost k sulfidickému praskání roste s nárůstem pevnosti materiálu [27, 33].



*Obrázek 17 Charakter trhlin pro jednotlivé typy vodíkové křehkosti [33]*

**c) Napětově orientované vodíkem indukované praskání SOHIC**

(Stress - Oriented Hydrogen-Induced Cracking)

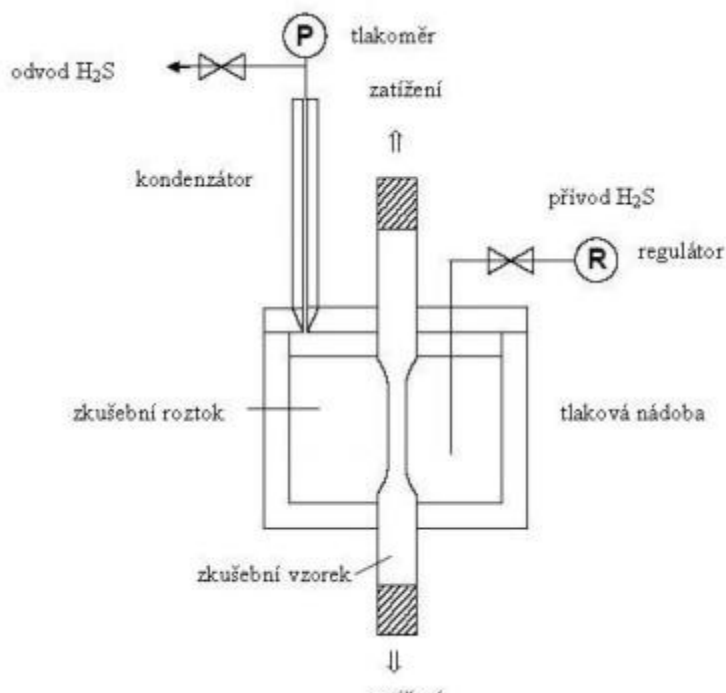
Jedná se o zvláštní typ vodíkové křehkosti, který se objevuje především v tepelně ovlivněných oblastech svarových spojů. Typickým znakem je přítomnost trhlin rovnoběžných s povrchem, které jsou v řadě nad sebou a někdy dochází částečně k propojení kolmo k povrchu materiálu. Tento typ vodíkové křehkosti se může projevit i u kvalitních ocelí, které jsou jako základní materiály odolné vůči vodíkem indukovanému praskání [27, 33].

## 4.6. Zkoušky vodíkové křehkosti

Pro zjištění náchylnosti materiálu na křehkost způsobené působením vodíku se využívá řada zkoušek. Nejčastěji se využívají zkoušky na mechanickém principu, kde hlavní výsledek spočívá v přetržení anebo výdrži zkušebního tělesa. Již prvotní tvorba trhlin značí náchylnost na křehnutí. Projevy vodíků na soudržnost materiálu za vysokých rychlostí nejsou významně znatelné, hlavní význam zkoušek spočívá v dlouhodobějším zatěžování. Difuzní vodík se v materiálu, který je pod stálým napětím, přesouvá pomocí dislokací větší rychlostí oproti nezatíženému stavu a způsobí urychlené spojení v molekulární podobu nebo k tvorbě metanu. U vzorků s velkou pevností, které jsou bohatě nasyceny vodíkem, se na ploše lomu vytvoří tzv. „rybí oka“, tj. lesklá místa, na nichž je zřejmé, že porušení soudržnosti kovu vzniklo uvnitř vzorku dříve, než proběhl lom. Projevy vodíkové křehkosti, které mohou být vratné a nevratné se nejčastěji experimentálně studují technikami měření podmínek potřebných pro vznik předčasných lomů a technikami měření parametrů lomové houževnatosti za spolupůsobení vodíku. Pro zjištění míry velikosti zkřehnutí kovu, se používají běžná zkušební tělíska pro zkoušku jednoosým tahem (možné použít tělísko s vrubem pro přesně definované kritické místo) nebo jednoduché ocelové pásky pro zkoušení ohybem. Vyhodnocení vodíkové křehkosti se běžně provádí pomocí zkoušek mechanických vlastností, vizuálními zkouškami, analytickými metodami a především statickými zkouškami namáhání [26, 27, 33].

### 4.6.1. Zkouška tahem

Základní zkouškou pro zjištění působení vodíku na materiál je tahová zkouška. Na základě velikosti síly potřebné k přetržení, časového intervalu zkoušky a analýzy lomové plochy, je možné rozpoznat nestabilní chování materiálu, které může určit vodíkovou křehkost. Hlavním příznakem je tvorba křehkého lomu při zatížení nižším, než je pevnost v tahu nebo dokonce nižším, než je mez kluzu zkoušeného materiálu. Hodnocení odolnosti ocelí vůči praskání pod tahovým napětím spočívá v konstantním zatěžování zkušebního tělesa s vrubem v roztoku nasyceném např. sulfanem (Obrázek 18). Zatížení je o velikosti minimálně  $0,8 R_e$  a doba zkoušky bývá standardně 30 dní. Během této zkoušky nesmí dojít k porušení tělesa nebo k iniciaci poruch na povrchu vzorku [26, 33, 34].



*Obrázek 18 Princip zkoušky tahem ve vodíkovém prostředí [35]*

Norma ČSN EN 2832 (Vodíková křehkost ocelí – zkouška tahem na zkušebním tělese s vrubem) definuje zkoušku, která je podobná výše uvedenému testování. V normě je popsána metoda k určení vodíkové křehkosti ocelí během chemických nebo elektrolytických povrchových úprav. Zkušební těleso musí obsahovat vrub a je zatěžováno tahovým namáháním. Zkušební vzorek musí být zatížen po dobu 200 hodin při okolní teplotě na hodnotu 75 % pevnosti v tahu zkoušeného materiálu. Zkušební vzorek lze definovat jako odolný vůči vodíkové křehkosti, když se během 200 hodin neobjeví trhliny, nebo nedojde k přetržení [35].

Další možností zatěžování je ohybové, kde se plošné vzorky testují v ohýbacích přípravcích. Je možné použít tři nebo čtyř bodový ohyb. Vyhodnocení je obdobné jako u zkoušky tahem. Zkušební vzorek nesmí po dané době vykazovat příznaky trhlín nebo dokonce samotného přetržení.

#### 4.6.2. Zkoušení součástí s povrchovými úpravami

Při procesech povrchových úprav, především při moření v kyselinách nebo při galvanických procesech, vzniká následkem chemických, resp. elektrochemických procesů vodík, jehož určitá část může difundovat do materiálu. Těmito procesy prochází při své výrobě i spojovací materiál, proto tyto součásti mohou být velmi často napadeny vodíkovou křehkostí. Norma ČSN ISO 15330 (Spojovací součásti – zátěžová zkouška pro zjištění vodíkové křehkosti – metoda rovnoběžné opěrné plochy) stanovuje zátěžovou zkoušku, která umožní zjistit výskyt vodíkové křehkosti u spojovacích součástí při pokojové teplotě. Je vhodná pro šrouby, matice a podložky vyrobené z oceli a namáhány tahem. U spojovacích součástí se stanoví tzv. testovací utahovací moment. Součásti jsou vystaveny napětí v pásmu meze kluzu po dobu alespoň 48 hodin. Každých 24 hodin jsou spojovací součásti povoleny a znovu dotaženy na hodnotu testovacího napětí a kontrolovány, zda se u nich neobjeví porušení vlivem vodíkové křehkosti. Zkouška musí být provedena nejdéle 24 hodin po poslední výrobní operaci [32, 36].

#### 4.6.3. Metody měření vodíku při svařování

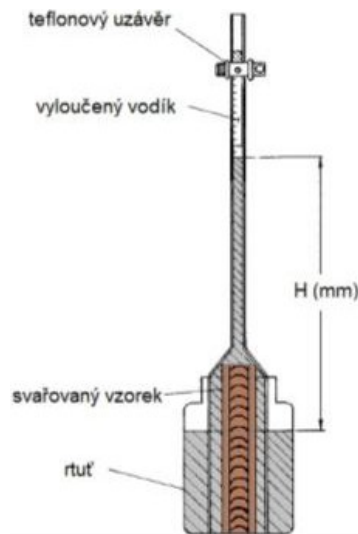
Vodíkem způsobené praskání svarových spojů je závislé na chemickém složení materiálu, způsobu svařování, použitých přídavných materiálech a na stavu napjatosti. Nejčastějším zdrojem vodíku ve svaru bývá atmosférická vlhkost, vlhkost z tavidel nebo z obalu elektrod. Použitím předehřevu lze předcházet nebezpečí vodíkového praskání. Pokud po svařování bude součást udržována na teplotě 150 °C několik hodin, dojde ke snížení obsahu vodíku difúzí vodíku do okolní atmosféry [37].

Pro analýzu přítomnosti difuzního vodíku ve svarovém kovu a v tepelně ovlivněné zóně se používají různé metody. Jedná se o plynchromatickou metodu zkoušení, rtuťovou metodu nebo glycerinovou zkoušku na obsah difuzního vodíku ve svarovém kovu. Tyto metody jsou poměrně časově náročné a drahé [37].

Při rtuťové zkoušce se vzorek po svařování v měděném přípravku ihned ponoří do nádoby s rtutí. Difuzní vodík opouští vzorek a stoupá vzhůru, hladina rtuti v připojené skleněné kalibrované trubici na měření objemu plynů naopak klesá.

Až se hladina rtuti v trubici ustálí na hodnotě  $H$  (mm), lze na trubici se stupnicí odečíst objem právě vydifundovaného vodíku ze vzorku.

Tato metoda může trvat i několik dní, protože vodík se při pokojové teplotě vylučuje z kovu velmi pomalu, viz Obrázek 19 [37].



Obrázek 19 Princip rtuťové zkoušky [37]

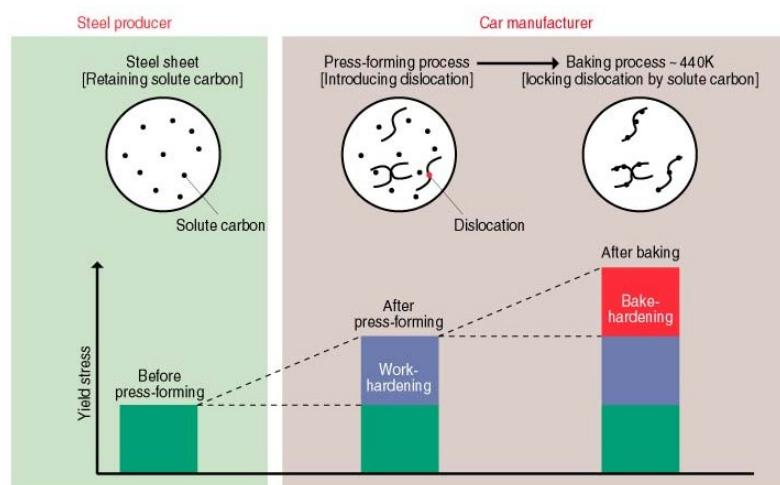
**Plynochromatická metoda** testování obsahu vodíku je založena na přesunutí vzorku ihned po svařování do tenké propustné komory, kde se vzorek dále zahřívá pro urychlení vyloučení vodíku ze vzorku. Následně je komora spojena s plynovým analyzérem k měření celkového množství přítomného vodíku. Mezi výhody tohoto postupu patří schopnost rozlišení ostatních plynů, možnost změřit pouze obsah vodíku a také doba testu, který trvá pouze několik hodin. Nevýhoda je vysoká cena zkušebního zařízení [37].

Pro svářované díly se také používají destruktivní zkoušky, které umožňují zjistit negativní působení vodíku. Při těchto zkouškách dojde k porušení testované součásti a následně se analyzuje, zda materiál obsahoval trhlinu. Mezi nejčastější metody patří zkouška praskavosti za studena, Implant test, Lehigh zkouška nebo např. Tekkenova zkouška [37].

## 5. Vliv BH efektu na mechanické vlastnosti materiálu

Při lakování karoserie vozu dochází několikrát k sušení karoserie, a to jak po procesu KTL, tak i po lakování obou vrstev laku. Jedná se o teploty cca 170°C po dobu 20 minut. Z tohoto důvodu zvýšené teploty během lakovacího procesu je nutné znát vliv lakování na konečné vlastnosti použitého materiálu. Hlavní změna mechanických vlastností je způsobena jevem nazývaným se BH efekt (Bake Hardening efekt). Využívá se u nízkouhlíkových ocelí, kde základní struktura je převážně tvořena měkkou feritickou maticí, ve které je záměrně ponecháno větší množství uhlíku a dusíku (tzv. BH oceli).

Hlavní výhoda BH ocelí spočívá v nízké hodnotě meze kluzu ( $R_e = 200\text{--}300\text{ MPa}$ ) a vysoké tažnosti (20—35 %), zajišťující kvalitní tvařitelnost. Během procesu lakování dochází k deformačně tepelnému zpevnění, způsobující nárůst meze kluzu o 30 – 70 MPa. Proces zpevňování je průvodním jevem po lisování a vypalování laku, které vychází z deformačního stárnutí za tepla. Mechanismus zpevnění je založen na difúzi atomů uhlíku a dusíku do okolí dislokací vytvořených v průběhu lisování (Obrázek 20). Díly karoserie vyrobené z BH ocelí mají poté dovolené vyšší maximální zatížení a vyšší odolnost vůči škrábancům, rýhám a otlacení. Z tohoto důvodu se používají na pohledové části karoserie vozu jako jsou kapoty, střechy nebo dveře. Nežádoucím průvodním jevem doprovázejícím tuto změnu mechanických vlastností je tvarová nestabilita výrobků projevující se torzí a rozměrovou dilatací [38, 39].



Obrázek 20 Zpevnění BH ocelí [40]

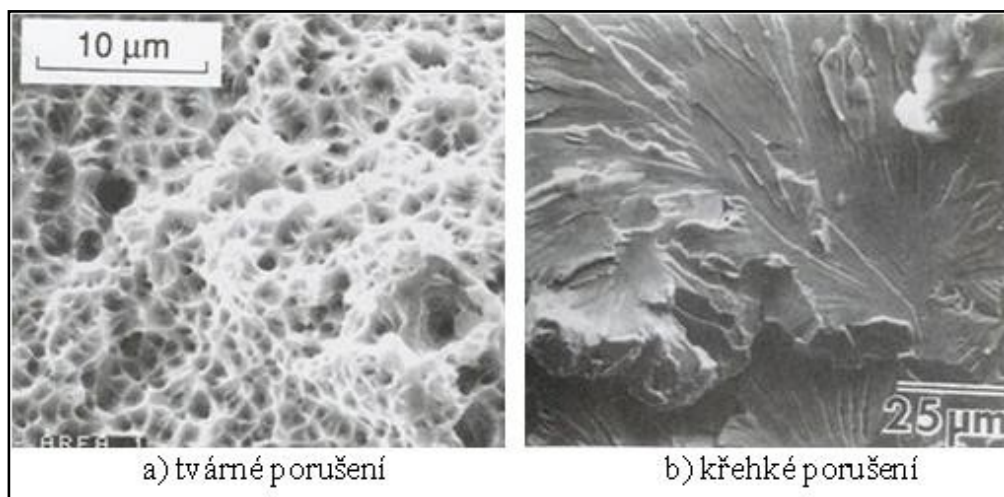
Proces zpevňování a zvyšování meze kluzu probíhá jako dvojstupňový proces stárnutí. V prvním stupni se BH efektu dosahuje interakcí intersticií a dislokací za tvorby Cottrelovy atmosféry vytvořené v okolí dislokací, které interagují s intersticiálními atomy uhlíku, dusíku a přitahují je k dislokační čáře. Tímto procesem dojde k ukotvení (omezení v pohybu) dislokace. Ve druhém stupni se BH efektu dosahuje precipitačním zpevněním od přítomných mikrolegujících prvků. Za dominantní mechanismus pro tvorbu BH efektu se považuje difuze atomů uhlíku do napětových pásem dislokací [38, 39].

Difuze atomů dusíku ve feritu při teplotách okolí je poměrně vysoká, takže dochází k neřízenému a rychlému stárnutí oceli. Pro eliminaci neřízeného stárnutí oceli se používají legury hliníku (případně titanu), ocel se pak nazývá jako uklidněná. Prvky hliníku tvoří vazbu s dusíkem, kde výrazně snižují stárnutí a také zpevnění tuhého roztoku. Jiná možnost snížení volného dusíku spočívá v příměsi bóru, který vytváří stabilní nitridy bóru. Snížením teploty ohřevu v procesech tváření za tepla je možné dosáhnout nižší rozpustnosti dusíku. Difuze atomů uhlíku ve feritu je při pokojových teplotách výrazně menší oproti dusíku. Z tohoto důvodu lze poměrně dobře řídit proces stárnutí pomocí termické aktivace atomů uhlíku rozpuštěných v deformovaném feritu. Za vhodné se považuje obsah volného uhlíku v rozmezí 0,003 - 0,005 %, teplota pro optimální podmínky urychleného stárnutí se pohybuje okolo 180 °C. Doba výdrže materiálu v peci se pohybuje v čase 20 minut [38, 39, 41].

Stádium zpevnění závisí na množství rozpuštěného uhlíku drženého v matici původní oceli. Maximální nárůst meze kluzu vlivem Cottrelovy atmosféry se pohybuje u nízkouhlíkových ocelí okolo 30 MPa. Uvedený nárůst meze kluzu je nízký, a proto je nutno realizovat kroky pro další přírůstek BH zpevnění. Toho lze dosáhnout dvěma způsoby, buď zvětšením velikosti zrna během kontinuálního žíhání nebo zvýšením rychlosti ochlazování okamžitě po realizaci kontinuálního žíhání. Různá velikost zrn ovlivňuje distribuci uhlíku mezi vnitřní částí zrna a jeho hranicí vlivem měnícího se počtu segregačních míst na hranicích zrn. S rostoucí velikostí zrn se snižuje plocha hranic zrn. Celkové množství uhlíku, které může být koncentrováno na hranicích zrn, se při srovnání s maticí s jemnozrnnou strukturou snižuje. To má za následek nárůst zvýšení rozpuštěného uhlíku v matici (uvnitř zrn). Zvýšením rychlosti ochlazování ze žíhací teploty se zabrání difúzi uhlíkových atomů na hranice zrn, a tím se udrží zvýšená saturace uhlíku v kovové matici [38, 39, 41].

## 6. Úvod do teorie lomů

Lomová mechanika komplexně analyzuje jednotlivá kritéria, která určitou měrou ovlivňují tvorbu lomů. Pro tento obor je velice důležitý pojem lomová houževnatost, který charakterizuje odpor materiálu vůči vzniku a následnému růstu trhliny. Z praktického hlediska lze houževnatost popsat jako schopnost materiálu pohlcovat energii před porušením neboli před dosažením mezního stavu. Podstata rozvoje trhliny spočívá v mikromechanismu, kde dochází ke ztrátě atomových vazeb na čele trhliny. Způsob tvorby povrchu trhliny určuje mikromechanismus porušení soudržnosti, který se projevuje typickou morfologií ploch. Na základě energetické závislosti a morfologie povrchu se lomy rozdělují na tvárné a křehké (viz. Obrázek 21).



Obrázek 21 Příklad morfologie tvárného a křehkého porušení [42]

### 6.1. Tvárný lom

Tvárný lom se nazývá také houževnatý, a je oproti křehkému lomu více energeticky náročný a vzniká vždy po předchozí plastické deformaci. V materiálu se objevují skluzové mechanismy, které jsou typické pro tvářené (deformované) materiály. Samotný model porušení je založen na tvorbě dutinek ve struktuře materiálu, kde jejich vznik iniciují cizí částice nebo nedokonalosti (poruchy) krystalografické struktury. Se zvětšujícím se objemem dutin dochází ke zmenšení můstků, které spojují jednotlivé dutiny. S postupující deformací můstky zaniknou a nastává porušení materiálu. Morfologie povrchu lomové plochy vykazuje převážně transkrystalický charakter, ale může se objevit i interkrystalický.



Za transkrystalické tvárné porušení se považují lomy s jamkovou (dutinovou) morfologií. Růst trhliny je zprostředkováván plastickou deformací matrice, vyústováním lokálních skluzů na povrch defektu [43,44, 45].

Interkrystalické tvárné porušení je způsobeno nukleací, růstem a koalescencí mikroporuch lokalizovaných do oblasti hranic zrn. Základní příčinu tvoří přítomné částice sekundárních fází nadkritické velikosti anebo soustavy apriorních defektů na hranicích zrn [43,44, 45].

## 6.2. Křehký lom

Křehký lom nazýváme také jako štěpný, a oproti tvárnému lomu potřebuje menší množství energie. Nastává při napětí, které je blízké mezi kluzu, bez zřetelné plastické deformace. Vznik křehkého lomu závisí na mnoha faktorech. Nejvýznamnějšími jsou nízká teplota, rychlost zatěžování, tloušťka materiálu, výskyt vrubu či vad, ale i jakost materiálu. Další rozvoj lomové trhliny ovlivňuje velikost krystalitů, fázová a strukturní heterogenita, případně charakter dislokační substruktury. S rostoucí rychlostí zatěžování se materiál stává křehkým, protože není schopen takové množství energie absorbovat jako při pomalém zatěžování.

Hlavní úkol lomové mechaniky spočívá v objasnění a následně v zabránění vzniku křehkého lomu. První část se zabývá tranzitním chováním, které popisuje vliv tranzitní teploty na porušení materiálu. K tvorbě lomu nedoje, když konstrukce pracuje v oblasti nad tranzitní. Druhá část je obsažena v koncepci samotného zabránění iniciaci lomu [43,44, 45].

## 6.3. Rozdělení lomové mechaniky

Pro určení lomové houževnatosti jsou zavedeny materiálové charakteristiky, které rozdělují lomovou mechaniku do dvou hlavních směrů. Jedná se o lineární elastickou lomovou mechaniku, kde se využívá napěťová nebo energetická analýza. Druhým oborem je elasto-plastická lomová mechanika, která zavedla veličiny pro kritické rozevření v kořeni trhliny  $\delta c$  a kritickou hodnotu  $J-I$ . [45, 46, 47].

### 6.3.1. Lineární elastická lomová mechanika (LELM)

Nejstarším oborem lomové mechaniky je lineární elastická lomová mechanika, která utváří základ pro všechny pozdější lomové teorie. Název lineární vychází ze vzájemného poměru napětí a deformace, kde se předpokládá lineární závislost. Na základě tohoto předpokladu se v oblasti blízko kořene trhliny uplatňuje Hookův zákon, proto název elastická. Za určitých předpokladů je LELM schopna popsat napěťové deformační poměry u kořene trhliny i při existenci malé plastické zóny. Hlavní metodou výpočtu je koncepce faktoru intenzity napětí  $K$  [45, 46, 47].

### 6.3.2. Elasticko-plastická lomová mechanika (EPLM)

Při tvorbě trhliny u reálných materiálů nedochází pouze k elastickému chování, tak jak počítá metoda LELM, ale dochází k tvorbě i plastické zóny. Z tohoto důvodu byla zavedena metoda elasticko - plastické lomové mechaniky, která se používá hlavně u houževnatých materiálů. V oblasti kořene trhliny je jejich porušení doprovázeno vznikem alespoň malé plastické deformace. Čím větší je velikost plastické zóny před kořenem trhliny, tím menší je přesnost výsledků LELM. V případě velkého nárůstu plastické oblasti je nutné, použít metodu EPLM. Princip je založen na energetické bilanci a využívá k tomu hlavně metod křivkového  $J$ -integrálu nebo koncepce rozevření trhliny  $\delta c$  (CTOD – Crack Tip Opening Displacement), případně s využitím  $J$ - $R$  křivky [45, 46, 47].

## 6.4. Základní principy lineární elastické lomové mechaniky

V následující kapitole budou shrnuty základní principy lineární lomové mechaniky, které slouží k objasnění vzniku a následného šíření lomu. Jedná se o samotný vznik trhliny vlivem defektu ve struktuře a napjatosti na jejím čele, kde vlivem hnací síly dochází k dalšímu rozvoji. Mechanismus porušení je také závislý na velikosti a tvaru plastické zóny na čele trhliny. Rozlišujeme stabilní a nestabilní růst lomu, který ovlivňuje proces porušení [46, 47].

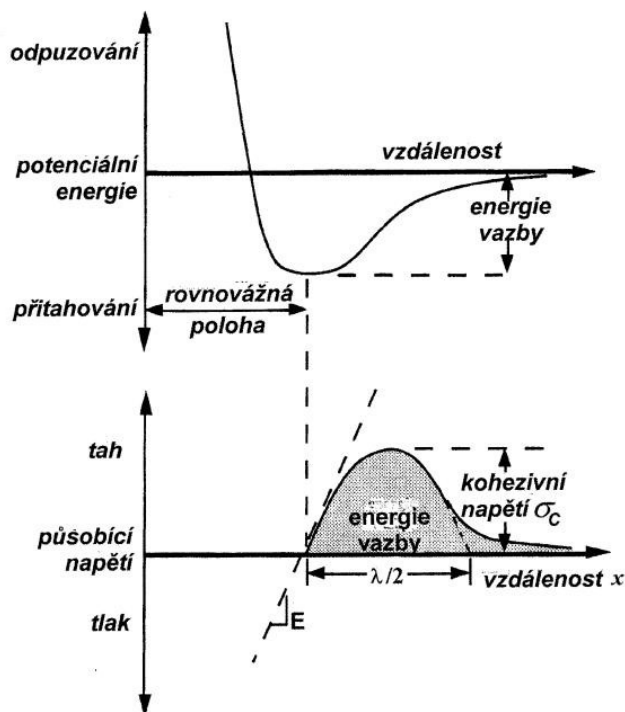
### 6.4.1. Napjatost na čele defektu

V roce 1913 přinesl první poznatky ohledně koncentrace napětí u defektu vědec E.Inglis. Ve své teorii popsal, že nezáleží jenom na délce defektu, ale i na poloměru čela ostré trhliny ve struktuře materiálu [46].

V okolí čela defektu tak vzniká největší koncentrace napětí. Pokud se na tvorbu lomu podíváme z atomárního hlediska, dojdeme k závěru, že při namáhání materiálu s trhlinou či vrubem, mohou být koncentrace napětí větší než kohezní pevnosti sil mezi atomy. Pokud dojde k porušení těchto vazeb, následně se rozšíří mikrotrhliny ve struktuře materiálu (viz. Obrázek 22). Kohezní pevnost je definována rovnicí [47]:

$$\sigma = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_s}{a_0}} \quad (11)$$

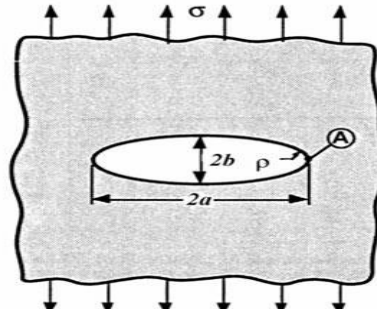
Kde  $\gamma_s$  je práce absorbovaná meziatomovými silami při vzniku nového jednotkového povrchu,  $E$  je modul pružnosti a  $a_0$  je mřížkový parametr [46, 47].



Obrázek 22 Kohezní pevnost materiálu na základě představy materiálové charakteristiky [48]

#### 6.4.2. Velikost napětí při defektu v materiálu

Obrázek 23 znázorňuje materiál s trhlinou, na kterém si lze udělat představu o koncentraci napětí v kritickém místě trhliny eliptického tvaru. Předpoklad vychází z Inglisovy teorie.



Obrázek 23 Eliptická trhlina materiálu [45]

Pokud předpokládáme, že šířka trhliny  $b$  bude mnohonásobně menší oproti délce  $a$ , poté se elipsa mění v ostrou trhlinu s poloměrem čela  $\rho$ , který je definován jako:

$$\rho = \frac{b^2}{a} \quad (12)$$

Maximální napětí  $\sigma_A$  na čele defektu se vypočítá z nominálních napětí. Hlavní napětí v eliptické trhlině je ve směru  $a$ , vedlejší ve směru poloosy  $b$ .

$$\sigma_A = \sigma_N + \sigma_N \left( \frac{2a}{b} \right) = \sigma_N \left( 1 + \frac{2a}{b} \right) \quad (13)$$

Při dosazení rovnice (12) do (13) získáme závislost napětí na poloměru zakřivení defektu:

$$\sigma_A = \sigma_N \left( 1 + \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (14)$$

Pokud se bude poloměr čela trhliny zmenšovat a bude se přibližovat k nule, bude se maximální napětí zvyšovat až k nekonečnu. Ve skutečnosti tento případ nastat nemůže, protože v tomto případě by se materiál porušil vlivem napětí při velmi malém zatížení. Materiál vykazuje vlivem pohybu dislokací plastickou deformaci, takže se původní ostrá trhlina zaoblí.

Materiály, u kterých nedochází k plastické deformaci mají poloměr kořene trhliny roven mřížkovému parametru  $\rho = .a_0$ . Zavedením mřížkového parametru dostaneme vztah [46]:

$$\sigma_A = \sigma_N \left( 1 + \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (15)$$

Aby došlo k rozšíření defektu a porušení vazeb mezi atomy, musí napětí dosáhnout kohezní pevnosti. To znamená, že dosadíme do rovnice (15) rovnici (11) a dostaneme vztah pro napětí potřebné k rozšíření defektu v elastické oblasti s ostrou trhlinou.

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_s}{4a}} \quad (16)$$

kde  $a$  je velikost defektu,  $\sigma_A$  kritické lomové napětí,  $E$  a  $\gamma_s$  jsou materiálovými charakteristikami [45, 46, 47].

### 6.4.3. Energetická bilance dle Griffithova modelu

Griffithova bilance vychází z prvního zákona termodynamiky, neboli ze zákona zachování energie. Na základě této energetické bilance je možné určit rovnovážný stav. Jedná se o stav kritické trhliny, kde energie systému zůstává neměnná. Matematickým vyjádřením dostaneme rovnici:

$$W = W_{elo} - \Delta W_{el} + \Delta W_\gamma \quad (17)$$

Po dosazení a úpravách získáme rovnici lomového napětí dle Griffitha  $\sigma_f$ :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2\gamma_s \cdot E}{\pi \cdot a}} \quad (18)$$

Potřebnou energii pro vznik nových povrchů vyjadřuje  $\Delta W_\gamma$ ,  $W_{elo}$  představuje elastickou deformační energii bez trhliny, která je namáhaná nominálním napětím a  $\Delta W_{el}$  značí elastickou energii akumulovanou v tělese a také uvolněnou energii vlivem rozšíření trhliny o  $\Delta a$  [48, 49].

#### 6.4.4. Modifikovaná Griffithova rovnice

Rovnice (18) platí pouze pro ideálně křehké těleso. V případě kovů je však pevnost tělesa s trhlinou i v případě křehkých lomů mnohem vyšší než předpovídá Griffithova teorie. Z tohoto důvodu došlo k modifikaci rovnice Irwinem a Orowanem (nezávisle na sobě), kteří sestavili energetický model, jenž zahrnul do výpočtu další energetickou veličinu. Jedná se o plastickou práci  $\gamma_p$  zapříčiněnou pohybem dislokací, která je potřebná pro vytvoření nové lomové plochy. Modifikovaný výraz je zapsán [48, 49]:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E \cdot (\gamma_s \cdot \gamma_p)}{\pi \cdot a}} \quad (19)$$

Lomová energie při šíření trhliny kovovým materiálem může být ovlivněna několika dalšími faktory, jako například zakřivováním nebo větvením trhliny. Z tohoto důvodu dochází k zvyšování energie  $w_f$ . Výsledný vztah lze zapsat ve tvaru: [48, 49]:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E \cdot w_f}{\pi \cdot a}} \quad (20)$$

#### 6.4.5. Hnací síla trhliny

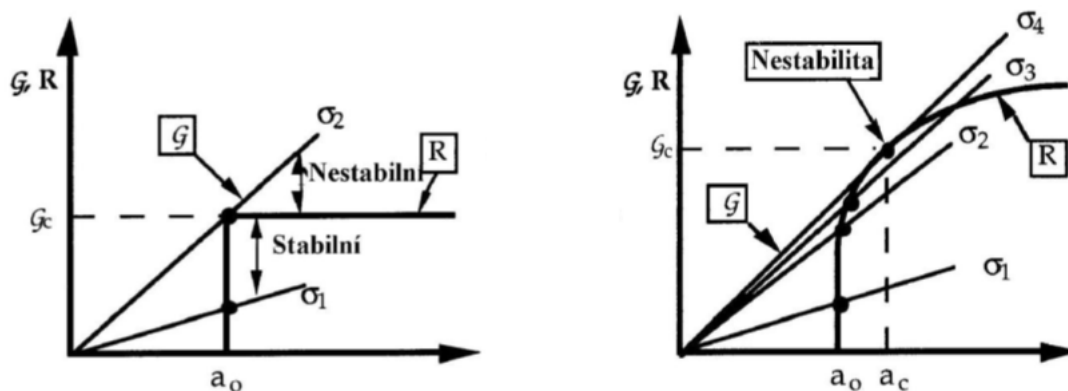
V roce 1956 Irwin definoval veličinu  $G$ , která značí rychlost uvolňování energie, která představuje energii potřebnou k malému (inkrementálnímu) přírůstku trhliny.

$$G = \frac{dW_y}{da} = 2W_f = R \quad (21)$$

$G$  je získáno derivací energie, kde má význam síly a tato veličina se jmenuje hnací síla trhliny. Na pravé straně rovnice je obsažena podmínka popisující šíření trhliny a její kritickou hodnotu. Značí se písmenem  $R$  a vyjadřuje odpor tělesa proti nestabilnímu šíření trhliny. K lomu tělesa tak dojde, když platí nerovnost  $G \geq G_c$ . Hodnota  $G_c$  definuje mezní hodnotu, při které přechází šíření trhliny ze stavu stabilního do stavu nestabilního [45, 46, 47, 49].

#### 6.4.6. Rozvoj trhliny

Šíření trhliny může probíhat dvěma způsoby stabilním a nestabilním růstem (Obrázek 24). Rozhodující faktor je hnací síla a velikost odporu proti růstu trhliny v závislosti na změně velikosti rozměru trhliny [47, 49].



Obrázek 24 Diagram průběhu lomu, pro křehký materiál (vlevo), tvárný materiál (vpravo) [48]

#### Stabilní rozvoj trhliny

Obrázek 24 graficky znázorňuje stabilní růst trhliny, hlavním prvkem grafu je R-křivka (podobná křivce zpevnění). Z průběhu lze konstatovat, že při růstu trhliny narůstá odpor proti jejímu šíření, protože dochází k zvětšení plastické oblasti na čele trhliny. Pokud bude materiál zatěžován napětím  $\sigma_1$ , tak nedojde k dalšímu rozvoji. Při nárůstu napětí na hodnotu  $\sigma_3$ , trhlina zvětší svůj rozměr, konkrétně délku  $a$ . Pokud nastane podmínka  $G < R$ , růst trhliny se zastaví a bude mít stále stabilní charakter, kdy ještě nedojde k lomu materiálu. Pokračující nárůst zatížení na  $\sigma_4$  změní charakter růstu, kdy dojde k postupné změně ze stabilního na nestabilní a vzniku lomu. Přejímová hodnota napětí je typická svojí tečností na R křivku [45, 46, 47, 49].

#### Nestabilní rozvoj trhliny

U nestabilního růstu není odpor  $R$  závislý na změně velikosti trhliny. Pokud se bude materiál zatěžovat napětím o velikosti  $\sigma_1$ , nedojde ke zvětšení trhliny, která zůstane stabilního charakteru. Avšak při napětí  $\sigma_2$  se dosáhne kritického stavu, kde se trhlina začne šířit samovolně, aniž by na materiál působilo další namáhání viz. Obrázek 24. Odpor proti šíření trhliny  $R$  není závislý na velikosti, toto chování je typické pro křehké lomy [45, 46, 47, 49].

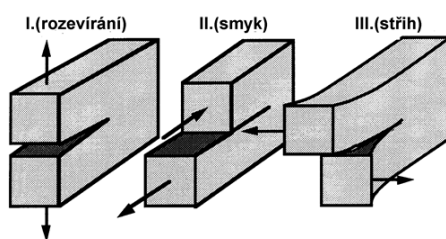
### 6.4.7. Napěťová bilance v okolí trhliny

Pro určení velikosti plastické oblasti na čele trhliny je nutné použít teorii založenou na faktoru napětí, protože Griffithova teorie je těžko použitelná v praxi. Z tohoto důvodu definoval Irwin faktor  $K$ , který vychází z Griffithovi rovnice ve tvaru:

$$G = \frac{K_I^2}{E} = \frac{1 - \nu}{E} \cdot K_I^2 \quad (22)$$

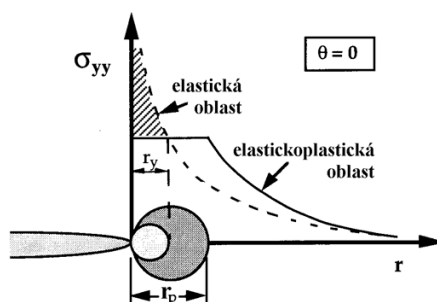
V tomto vzorci  $G$  vyjadřuje hnací sílu trhliny,  $K_I$  faktor intenzity napětí,  $E$  modul pružnosti a  $\nu$  je Poissonova konstanta závislá na druhu materiálu.

V závislosti na druhu zatěžování (módu) se k faktoru intenzity napětí dolním indexem dopisuje římskou číslicí. Obrázek 25 zobrazuje jednotlivé druhy zatěžování, kde  $K_I$  znázorňuje tahový mód (rozevirání),  $K_{II}$  vyjadřuje mód smykový a  $K_{III}$  stříhové zatěžování.



Obrázek 25 Druhy zatěžování [48]

Skutečný průběh napětí v oblasti čela trhliny je poněkud odlišný než uvažuje elastické řešení. Protože z důvodu rovnováhy vnějších a vnitřních sil, dojde k přerozdělení napětí. Obrázek 26 názorně zobrazuje reálný průběh rozdělení napětí na čele trhliny. Velikost jednotlivých oblastí je závislá na druhu napjatosti v blízkosti trhliny a velikosti tělesa [45, 46, 47, 48, 49].



Obrázek 26 Rozložení napětí v oblasti čela trhliny [48]



## 7. Rentgenová difrakce

Experimentální metody využívající rentgenové elektronové nebo neutronové záření mají velký význam při výzkumu a studiu struktury hmoty a jejich vlastností. Samotné rentgenové záření objevil W.K.Röntgen v roce 1895. Další pokrok přišel s objevením RTG difrakce. Při ozáření krystalu modré skalice RTG svazkem bylo objeveno, že energie rozptýlená od krystalu se šíří pouze v určitých směrech, zatímco v jiných vyhasíná. [50] Tento objev vedl ke vzniku nové analytické techniky RTG strukturní krystalografie.

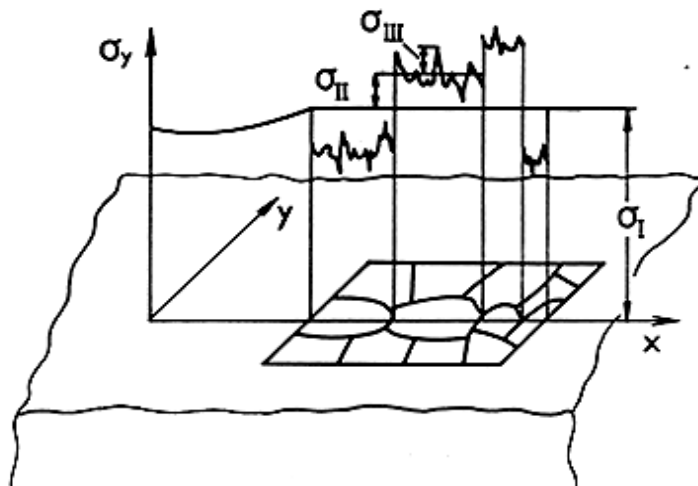
### 7.1. Druhy zbytkových napětí

Zbytková napětí mohou být jak užitečná, tak škodlivá. K užitečným náleží tlaky působící v povrchových vrstvách kovů a slitin, kde zvyšují mez únavy a korozní odolnost. Negativní účinky zbytkových zpravidla tahových napětí se projeví vznikem trhlin, korozi pod napětím, poklesem meze únavy. Napětí existující v tělesech při účinku vnějších sil nebo jiných (nemechanických) příčin nazýváme vložena. Zbytková napětí jsou přítomna v tuhých tělesech, na která nepůsobí žádné vnější síly, ani momenty a v nichž neexistují žádné teplotní gradienty. V zásadě nejsou žádná reálná tuhá tělesa zcela bez zbytkových napětí. Zpravidla se vyskytuje větší počet různých druhů zbytkové napjatosti zároveň. U polykrystalických látek je účelné rozlišovat zbytková napětí I., II. a III. Druhu [50, 51]:

**Napětí I. druhu.** Předpokládáme je ve velkých oblastech přibližně homogenní, tj. konstantní co do směru i velikosti. Zbytková napětí I. druhu, nazývaná také makroskopická, dosahují rovnováhy v celém objemu objektu.

**Napětí II. druhu** definujeme stejně jako I. druhu. Rozdíl je pouze v tom, že objemy, v nichž uvažujeme napětí homogenní, jsou dány velikostí jednotlivých krystalků. Ve více fázových soustavách mohou být krystalky různých fází napjaty opačně.

**Napětí III. Druhu.** Napětíová pole doprovázející mřížkové poruchy v reálných krystalech jsou nehomogenní i v rozsahu několika meziatomových vzdáleností.



Obrázek 27 Schématické znázornění zbytkových napětí I., II. a III. druhu u  
jednofázového polykrystalického materiálu

Obrázek 27 zobrazuje jednotlivé druhy napětí, kde napětí I. druhu jsou střední hodnotou zbytkových napětí působících v mnoha krystalech. Podstata jejich vzniku spočívá v inkompatibilitě deformací makroskopických objemů. Zbytkové napětí II. druhu představuje odchylky mezi zbytkovým napětím I. druhu a středními hodnotami zbytkových napětí v jednotlivých krystalech. Celkové zbytkové napětí v určitém bodě je vždy superpozicí všech tří druhů. [51, 52]

## 7.2. Princip stanovení napětí rtg difrakcí

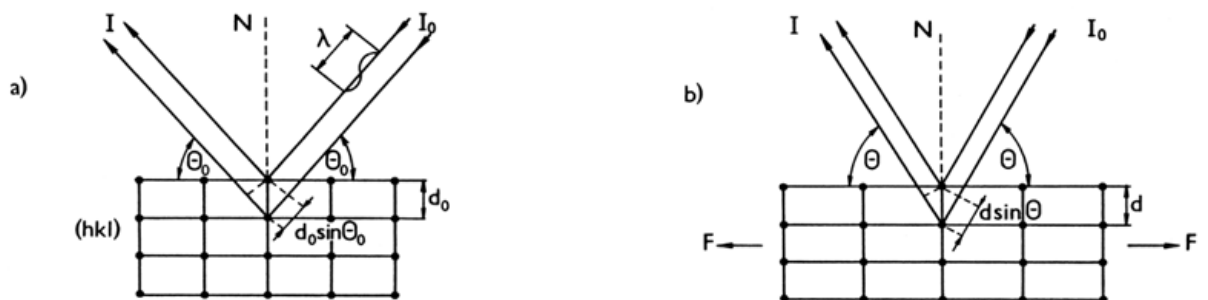
Zdrojem rentgenového záření je rentgenka, ze které pochází paprsek primárního záření s vlnovou délkou  $\lambda$  dopadající pod určitým úhlem  $\theta$  na měřený vzorek. Podstatou rentgenové tenzometrie je využití rozptylu (difrakce) rentgenových paprsků na krystalech k měření změn vzdáleností atomových mřížkových rovin vyvolaných napětím. Vzdálenost sousedních atomových rovin typu  $(hkl)$  se značí písmenem  $d$ . Stanovené deformace pak přepočteme na napětí pomocí vztahů teorie elasticity. Rozptyl záření na sousedních mřížkových rovinách vede ke vzniku interferenčního maxima ve směru  $\theta$ , pokud je rozdíl drah obou paprsků celočíselným násobkem vlnové délky použitého záření, tj. platí-li Braggova podmínka [50, 51]

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (23)$$

Působením mechanického napětí se změní jak mezivrstevná vzdálenost  $d$ , tak i úhlová poloha  $\theta$ . Diferencováním (23) dostaneme vztah

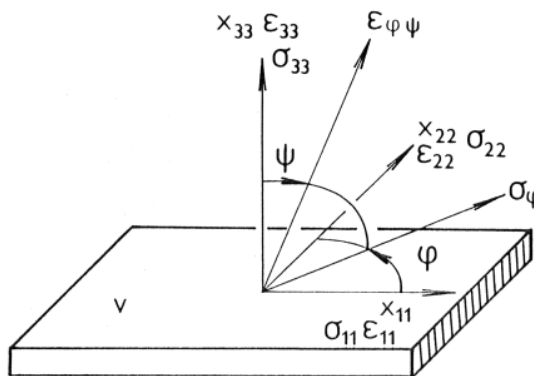
$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = -\cot\theta_0(\theta - \theta_0) \quad (24)$$

mezi mřížkovou deformací  $\varepsilon$  v napjatém krystalu a úhlovým posunem interferenčního maxima  $(\theta - \theta_0)$ ;  $d_0$  a  $\theta_0$  jsou hodnoty  $d$  a  $\theta$  odpovídající nenapjatému krystalu. Obrázek 28 znázorňuje změnu úhlové polohy interferenčního maxima v závislosti na změně vzdáleností mřížkových rovin ( $hkl$ ).



Obrázek 28 Systém atomových rovin a) nenapjatý stav, b) změny vyvolané silou  $F$

Uvažujeme-li soustavu souřadnic spojenou se vzorkem (Obrázek 29) a označíme  $\sigma_{ij}$  složky tenzoru napětí působícího na objemový element vzorku, který splňuje podmínky lineární teorie elasticity [2], lze mřížkovou deformaci  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  v libovolném směru  $\varphi$  a  $\psi$  vyjádřit vztahem (25) [50, 51, 52].



Obrázek 29 Souřadnicový systém spojený se vzorkem[1]

Úhel  $\varphi$  charakterizuje směr napětí  $\sigma_\varphi$  vzhledem k ose  $x_{11}$ ,  $\psi$  je úhel mezi osou  $x_{33}$  (normálou k povrchu) a směrem deformace  $\varepsilon_{\varphi\psi}$ .

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{\nu+1}{E} = (\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \quad (25)$$

$$+ \frac{\nu+1}{E} (\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi + \frac{1}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}),$$

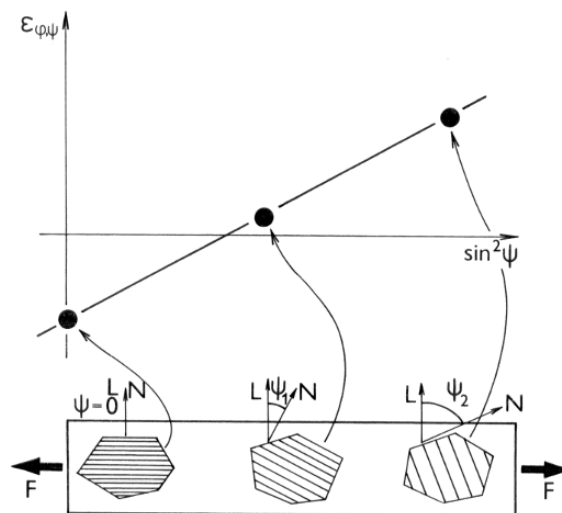
kde  $E$  a  $\nu$  jsou elastické konstanty (Youngův modul a Poissonovo číslo) analyzovaného materiálu. Následující vztahy vyjadřují rentgenografické elastické konstanty  $s_1$ ,  $1/2s_2$  měřeného materiálu pro systém rovin  $(hkl)$ .

$$1/2s_2 = \left( \frac{\nu+1}{E} \right)_{\text{rig}}, \quad s_1 = \left( -\frac{\nu}{E} \right)_{\text{rig}} \quad (26)$$

Za předpokladu dvojosého stavu napjatosti, kdy  $\sigma_{i3} = 0$ , po dosazení získáme konečný stav:

$$\sigma_\varphi = -\frac{E}{\nu+1} \cot g \theta_0 \frac{\partial \theta_{\varphi\psi}}{\partial \sin^2 \psi} \quad (27)$$

Pro rentgenografické stanovení složky  $\sigma_\varphi$  se využívá metody " $\sin^2\psi$ " která vyžaduje dostatečně přesné určení úhlové polohy  $\theta_{\varphi\psi}$  interferenčních linií získaných difrakcí záření na vhodných systémech  $\{hkl\}$  v azimutální rovině  $\varphi = \text{konst.}$  při různých hodnotách úhlu  $\psi$ . Princip metody " $\sin^2\psi$ " je schématicky znázorněn na Obrázek 30, kde směrnice přímky  $\varepsilon_{\varphi\psi}(\sin^2\psi)$  je dána elastickými konstantami  $E$ ,  $\nu$  a působícím napětím  $\sigma_\varphi$ . [50, 51, 52].



Obrázek 30 Princip měření napětí metodou " $\sin^2\psi$ " [3]

### 7.3. Možnosti a omezení rentgenografické difrakční analýzy

Rentgenografické měření zbytkových napětí má některé specifické rysy, kterými se odlišuje od jiných metod experimentální analýzy napětí:

- Možnost volby různých směrů měření deformace mezirovinných vzdáleností vzhledem k povrchové normále zkoumaného objektu připouští v mnoha případech stanovit napětí bez znalosti struktury nenapjatého materiálu. Metoda má pak nedestruktivní charakter.
- Selektivní povaha difrakce záření dává možnost stanovit napětí na jednotlivých složkách vícefázových soustav.
- Makroskopická napětí se projevují na difrakčních diagramech změnou polohy difrakčních linií. Vznik mikroskopických napětí je doprovázen rozšířením linií. Difrakční metodou se proto dají napětí I. a II. druhu navzájem separovat.

- Z povahy difrakčního experimentu ovšem vyplývá omezení tenzometrického výzkumu jen na krystalické (polykrystalické) materiály. Přesnost a spolehlivost tohoto způsobu analýzy napětí klesá s rostoucími rozměry krystalitů a jejich přednostní orientací ve zkoumaném objektu.
- Použijeme-li experimentální uspořádání s úzkým svazkem paprsků dopadajících na zkoumaný povrch materiálu (ozářena plocha může být menší než  $1 \text{ mm}^2$ ), lze analyzovat značně nehomogenní napěťová pole.
- Protože se vzdálenost rovin v krystalické mřížce mění pouze elastickou deformací a nikoliv deformací skluzem, detektuje rentgenová tenzometrická metoda spolehlivě pouze změny mezirovinných vzdáleností odpovídající mechanickým napětím.

Další prakticky významná zvláštnost rentgenové tenzometrie spočívá v tom, že povrch zkoumaného materiálu není třeba před vlastním měřením speciálně upravovat. Běžná drsnost, s níž se obvykle po opracování nebo tváření setkáváme, není na závadu. Vždy je však třeba uvážit, jaké důsledky má pro řešení dané úlohy nepatrná hloubka vnikání používaných rentgenových paprsků [50, 51, 52, 53].

## 8. Experimentální část

Experimentální část se zabývá degradací mechanických vlastností vysokopevnostních PHS ocelí vlivem vodíkové křehkosti. Z důvodu enormních tlaků na snižování hmotnosti automobilu, probíhá intenzivní vývoj nových moderních materiálů. Do této kategorie se řadí i mangan – bórová ocel používaná pro bezpečnostní prvky karoserie vozu. Ocel se vyznačuje vysokým podílem martenzitické fáze, která vzniká řízeným procesem po tváření za tepla s výslednou pevností až 2000 MPa. Vysoké riziko spočívá v degradaci materiálu a nestabilním chování vlivem působení vodíku, který může do materiálu proniknout během procesu výroby v hutích, při výrobě samotných dílů nebo z okolní atmosféry. Vznik vodíkové křehkosti narůstá se zvyšující se mezí pevnosti, kde testovaný materiál spadá do vysoce rizikové skupiny. Pro možnou aplikaci a využití v sériové výrobě je nezbytně nutné stanovit kritéria a metodiku prověřování, aby byla zaručená stabilita nového materiálu. Ocel je určena pro hlavní výztuhy vozu (výztuhy dveří, nárazníků, A a B sloupků), na které jsou kladeny extrémní nároky z důvodu ochrany posádky vozu. Analyzovaný materiál v sobě skrývá velký potenciál z hlediska úspory hmotnosti, ale z důvodu rizika vodíkové křehkosti není uvolněn pro sériovou výrobu. Jedním z důležitých faktorů, který byl v práci analyzován, je vliv BH efektu na vznik vodíkové křehkosti. Experiment této práce postupně popisuje a uskutečňuje jednotlivé kroky testů a analýz, které mají zřetelně objasnit, zda materiál podléhá vodíkové křehkosti.

Přehled konkrétních zkoušek a analýz, které byly při experimentu provedeny:

- 1) příprava vzorků a materiálová analýza v závislosti na použité technologii výroby zkušebních vzorků

Z důvodu vysoké pevnosti martenzitické struktury materiálu bylo nutné použít nekonvenční technologie dělení pro přípravu vzorků. Cílem bylo stanovit přesnou přípravu zkušebních vzorků, která neovlivní mechanické vlastnosti testovaného materiálu a tím i následný experiment. Vyhodnocení probíhalo na základě statické zkoušky tahem, mikrotvrdosti a mikroskopie. Současně proběhla analýza vlivu BH efektu na změnu mechanických vlastností.

Z důvodu objasnění chování materiálu při vysokém obsahu vodíku, došlo u sady vzorků k umělému nasycení difuzním vodíkem při galvanickém procesu. Vzorky byly následně podrobeny materiálové analýze.

## 2) Výroba zkušebních přípravků

Návrh a samotná výroba speciálních přípravků pro dlouhodobé zkoušky testovaného materiálu. Jedná se o přípravky sloužící pro tahové a ohybové zatěžování.

## 3) Dlouhodobé zkoušky na vodíkovou křehkost

Samotná realizace dlouhodobých zkoušek na tahové a ohybové namáhání. Zatížení zkušebních vzorků trvá po dobu 100 hodin. Při namáhání na ohyb byly provedeny experimenty v klima komoře se zvýšenou teplotou a vlhkostí.

## 4) Morfologie lomové plochy

Vzorky po dlouhodobých zkouškách, u kterých došlo k porušení, byly podrobeny analýze lomové plochy pro konkrétní identifikaci vzniku trhliny.

## 5) Detekce množství vodíku ve struktuře zkušebních vzorků

Pomocí termoevoluční elementární analýzy bylo stanoveno množství vodíku ve struktuře materiálu. Analýza proběhla na vzorcích, které byly v předchozím kroku dlouhodobě zatěžovány na ohyb. Výsledkem je vliv konkrétních parametrů (velikost síly, teplota, vlhkost, BH efekt) na množství vodíku v materiálu.

## 6) Rentgenová difrakce

Využití rentgenové difrakce pro stanovení vlivu vodíku ve struktuře kovu na základě změny velikosti zbytkových napětí.

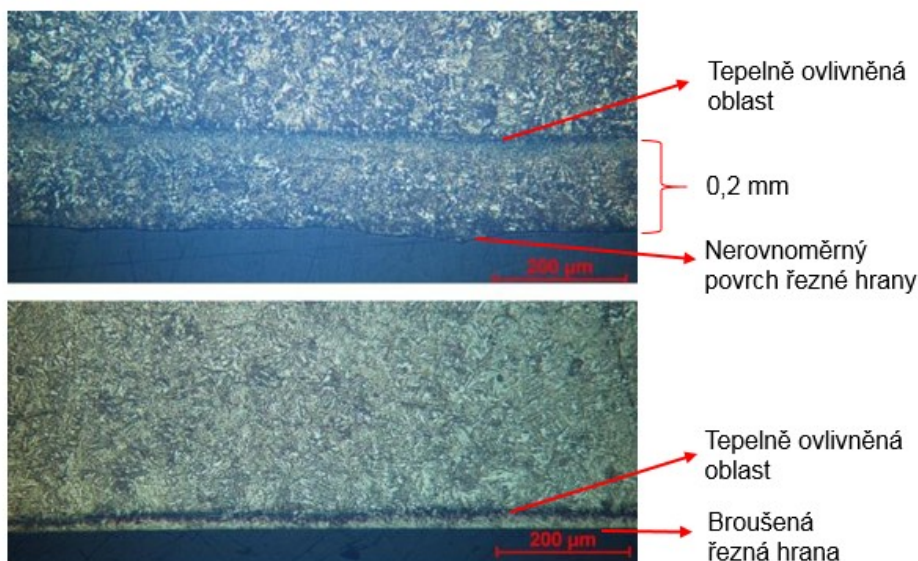


## **8.1. Příprava vzorků**

V rámci disertační práce byl prováděn výzkum chování mangan – bórové oceli, která je charakteristická převážně martenzitickou strukturou o pevnosti 1900 -2000 MPa. Analyzovaný materiál je v současné době vývojový produkt a proto není možné uvádět konkrétní název a výrobce. Dodán byl ve formě plechů po tepelném zpracování o velikosti formátu A4. Tepelné zpracování probíhalo v laboratoři přímo u výrobce plechu se snahou dosažení podobného stavu, který vykazují reálné díly při sériové výrobě. Z důvodu vysoké pevnosti nebylo možné k dělení materiálu použít standartní technologii stříhání, ale musely se použít nekonvenční technologie, mezi které patří laserový a vodní paprsek.

### **8.1.1. Výroba vzorků technologií dělení laserovým paprskem**

Řezání laserem je v současné době velmi rozšířená technologie dělení materiálů. Fokusem laserový svazek fotonů ohřívá při dopadu na materiál místo kontaktu na teplotu varu a okolní materiál je v úzké zóně nataven. Dělení materiálu je způsobeno odpařením materiálu z místa řezu pomocí pracovního plynu, který je přiváděn pod vysokým tlakem [54]. Hlavní výhody jsou v přesnosti, kvalitě řezu, rychlosti a tvarové flexibilitě. Při dělení martenzitické oceli laserovým paprskem dochází k tepelnému ovlivnění řezné hrany. V některých případech je nutné následně hrany brousit z důvodu eliminace možného ovlivnění vzorků např. zkušební vzorky pro statickou zkoušku tahem. Pro lepší zobrazení řezné hrany a určení velikosti ovlivnění základního materiálu byly vytvořeny snímky pomocí optického mikroskopu. Pro zajištění kvalitních snímků bylo nutné vytvořit metalografické výbrusy. Vzorky zalité v dentakrylu byly zbaveny povlaku pomocí metalografické brusky. Pro zvýraznění struktury se musel na povrch nanést roztok nitalu (3% roztok kyseliny dusičné). Roztok naleptá hranice zrn, které jsou následně pod mikroskopem lépe identifikovatelné.



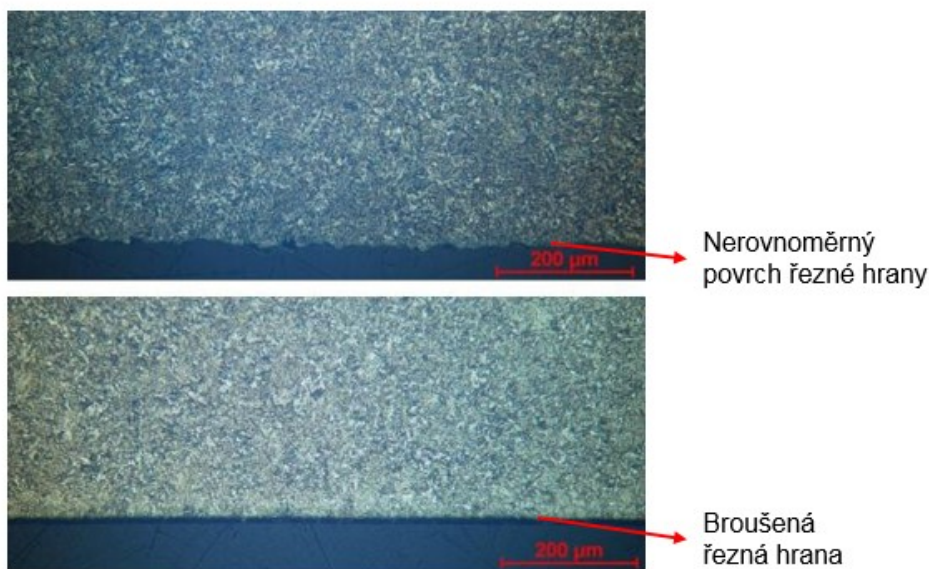
*Obrázek 31 Zobrazení řezné hrany materiálu při použití laserového paprsku*

Obrázek 31 zobrazuje řeznou hranu při použití laserového paprsku. Snímky jsou vytvořeny kolmo na plochu materiálu. Vznikla zde tepelně ovlivněná oblast, která je zřetelně viditelná na mikroskopickém snímku ve formě černé linie (horní obrázek). Oblast se vyskytuje ve vzdálenosti cca. 0,2 mm od řezné hrany, kde zřejmě došlo k ovlivnění martenzitické struktury s výsledným poklesem tvrdosti. Na nebroušené hraně jsou zřetelně viditelné nerovnosti. Po broušení je hrana rovná bez jakýchkoliv propadů (spodní obrázek). V tomto případě se broušením odebrala vrstva o velikosti 0,15 mm a stále je viditelná popuštěná oblast. Takže pro zaručení odstranění tepelně ovlivněné oblasti je potřeba odebrat vrstvu 0,3 mm.

### **8.1.2. Výroba vzorků technologií dělení vodním paprskem**

Princip dělení materiálů paprskem kapaliny je založen na vysoké rychlosti kapaliny, která překračuje rychlost zvuku. Při dopadu vodního paprsku na povrch děleného materiálu dochází k akumulaci vysokého tlaku na velmi malé ploše. Vlivem rázových vln vznikají mikrotrhliny, které se rychle šíří materiálem a tím dochází k rozrušování děleného materiálu. Vodní paprsek o průměru 0,7 – 1,5 mm obsahuje příměs abrazivních částic, aby se docílilo lepší účinnosti [54].

Při použití této technologie nedochází k tepelnému ovlivnění v oblasti řezu, ale dochází zde k deformačnímu zpevnění. Metoda se vyznačuje poměrně dobrou přesností a rychlostí řezu při minimálních prořezech. Mezi hlavní nevýhody patří kontakt děleného materiálu s vodou, kde hrozí nebezpečí vzniku koroze. Další nevýhoda je v podkosení řezné hrany s výraznými stopami od řezného paprsku, které zvyšují drsnost povrchu řezné plochy.

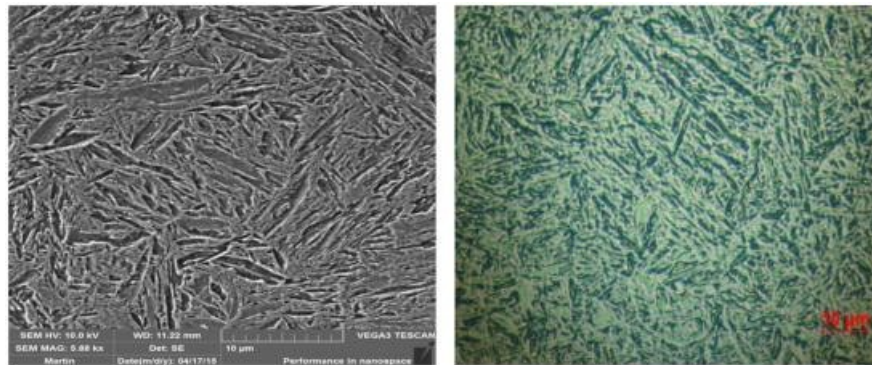


*Obrázek 32 Zobrazení řezné hrany materiálu při použití vodního paprsku*

Strukturu a tvar řezné hrany zobrazuje Obrázek 32, jedná se opět o pohled kolmo na plochu plechu. Na horním snímku je patrná neucelená hrana vzniklá rozrušováním materiálu vodním paprskem, která je typická pro tuto technologii. Vzniklé rýhy mohou působit jako zárodek trhliny a ovlivnit tím výslednou pevnost materiálu. Na spodním snímku je řezná hrana zabroušena s celkovým úběrem třísky 0,3mm.

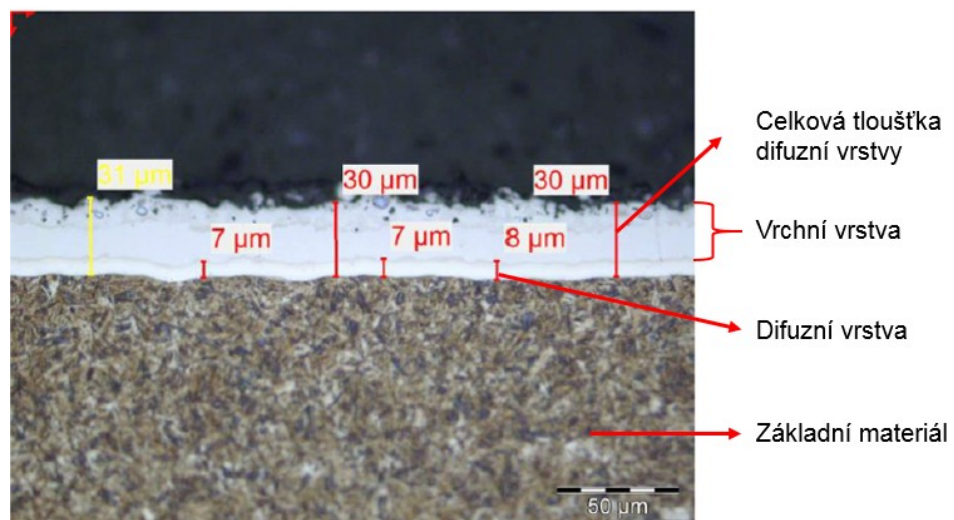
## 8.2. Zobrazení struktury a povrchové vrstvy u testovaného materiálu

Obrázek 33 znázorňuje reálnou strukturu analyzovaného materiálu. V levé části snímek pořízený pomocí elektronového mikroskopu a v pravé části snímek z optického při 100 násobném zvětšení. Struktura vykazuje v celém průřezu martenzitickou strukturu tvořenou jemnými jehlicemi. Jehličky jsou rovinného tvaru a tvoří pravidelné obrazce.



*Obrázek 33 Snímky struktury analyzovaného materiálu*

Materiál je opatřen povrchovou vrstvou o chemickém složení 88% hliníku, 9% křemíku a 3 % železa (zobrazuje Obrázek 34). Povrch se dle normy značí AS 30/30 nebo AS 60/60 v závislosti na tloušťce povlaku. Zjišťuje se celková tloušťka a tloušťka difuzní vrstvy, která má důležitý vliv na adhezi povlaku se základním materiálem. Dle normy TL 4225 splňuje požadavek na maximální tloušťku. Velikost difuzní vrstvy je závislá na teplotě a její délce při samotném lisování s následným kalením v nástroji (viz. kapitola 3.2.3). Naměřené hodnoty pro kompletní vrstvu jsou 30  $\mu\text{m}$  a pro difuzní 8  $\mu\text{m}$ .



*Obrázek 34 Vrstva AlSi povlaku na testovaném materiálu*

### **8.3. Analýza mechanických vlastností materiálu v závislosti na přípravě zkušebních vzorků**

Na základě předchozí kapitoly, která prokázala vliv technologie přípravy zkušebních vzorků na strukturu materiálu v oblasti řezné hrany, proběhla analýza pro zjištění základních mechanických vlastností pro jednotlivé druhy přípravy (dělení laserem, nebo vodním paprskem). Konkrétně se provedly zkoušky na měření mikrotvrdomosti v oblasti řezné hrany a statická zkouška tahem. Zkušební vzorky byly vždy ve čtyřech úpravách:

- bez úpravy řezné hrany
- bez úpravy řezné hrany s BH efektem
- se zabroušenou řeznou hranou
- se zabroušenou řeznou hranou a s BH efektem

BH efekt se vytvořil vložením zkušebních vzorků do vyhřáté komory na 180 °C po dobu 20 minut. Jedná se o simulaci části procesu lakování karoserie vozu, konkrétně sušky kataforézy. Při této teplotě a výdrži dochází ke změnám mechanických vlastností.

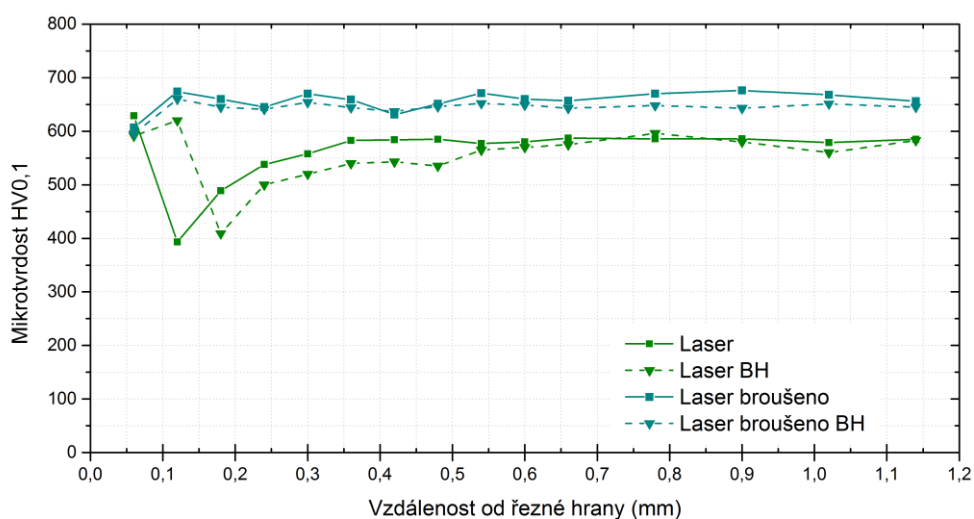
#### **8.3.1. Zjištění ovlivnění řezné hrany pomocí mikrotvrdomosti**

Analýza tvrdosti byla měřena dle Vickerse v oblasti řezné hrany a v neovlivněné zóně. Princip a metodika měření je dána normou ČSN EN ISO 6507-1. Měření probíhalo za okolní pokojové teploty, při zatížení 0,98 N po dobu 5 sekund, jedná se tedy o zkoušku mikrotvrdomosti. Naměřené hodnoty se dle normy označí HV 0,1/5. Hodnoty byly získány pomocí mikrotvrdoměru Qness Q30A (viz. Obrázek 35) se softwaru Qpix Control. Pomocí programu se nastaví požadované parametry, který následně kontroluje dodržování předpisů dle normy ČSN EN ISO 6507-1. Jedná se o minimální vzdálenosti středu dvou sousedních vtisků (3krát velikost úhlopříčky), vzdálenost prvního vpichu od okraje vzorku (2,5krát velikost střední úhlopříčky vtisku) a také ověřuje rozdíl délky úhlopříček vtisku, který nesmí přesáhnout 5 %. Z důvodu minimální chyby měření proběhlo několik sérií vpichů.



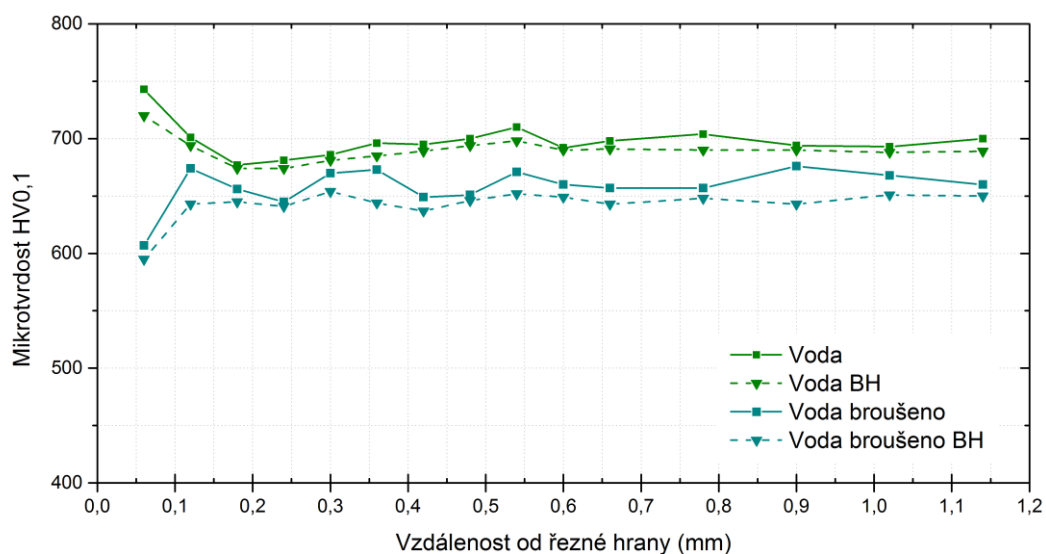
Obrázek 35 Mikrotvrdoměr Qness Q30A s automatickým pojezdem a volitelným rozsahem zatížení v rozmezí 0,001 kg - 31,25 kg

Obrázek 36 znázorňuje průběh tvrdosti pro konkrétní druhy výroby vzorků od řezné hrany směrem do středu materiálu. Pokud neměly vzorky zabroušenou hranu, hodnoty tvrdosti byly nižší pro všechny měřené body. Vlivem tepelného zatížení je patrný výrazný pokles hodnot ve vzdálenosti 0,1 - 0,2 mm od řezné hrany pro nebroušené vzorky. Tento pokles je způsoben popuštěním struktury od laserového paprsku. Pokud byla řezná hrana zabroušená, a tím odstraněna tepelně ovlivněná zóna, nedochází k výrazné změně tvrdosti v blízké oblasti řezu. Malý pokles může být způsoben technologií broušení, kde při úběru materiálu dochází k odvodu tepla do materiálu. Pokles může být také ovlivněn popuštěním při řezání. Vliv BH efektu je pro oba průběhy obdobný, dochází k poklesu tvrdosti pro všechny měřené body.



Obrázek 36 Průběhy tvrdosti HV 0,1/5 pro vzorky dělené laserem

Průběh tvrdosti pro vzorky dělené vodním paprskem znázorňuje Obrázek 37. Zde jsou patrné rozdíly v těsné blízkosti řezné hrany. Pokud vzorky nebyly broušeny, došlo u řezné hrany k nárůstu tvrdosti. Tento jev je pravděpodobně způsoben plastickou deformací od vodního paprsku a následnému zpevnění. K ustálení hodnot došlo ve vzdálenosti 0,15 mm od řezné hrany. Broušené vzorky vykazují v těsné blízkosti hrany pokles tvrdosti, způsobený pravděpodobně technologií broušení, kde se vlivem předaného tepla do materiálu popustila martenzitická struktura. K ustálení hodnot došlo ve vzdálenosti 0,15 mm od hrany. BH efekt se projevil stejně jako u vzorků řezaných laserem, pro všechny naměřené hodnoty došlo k poklesu tvrdosti.



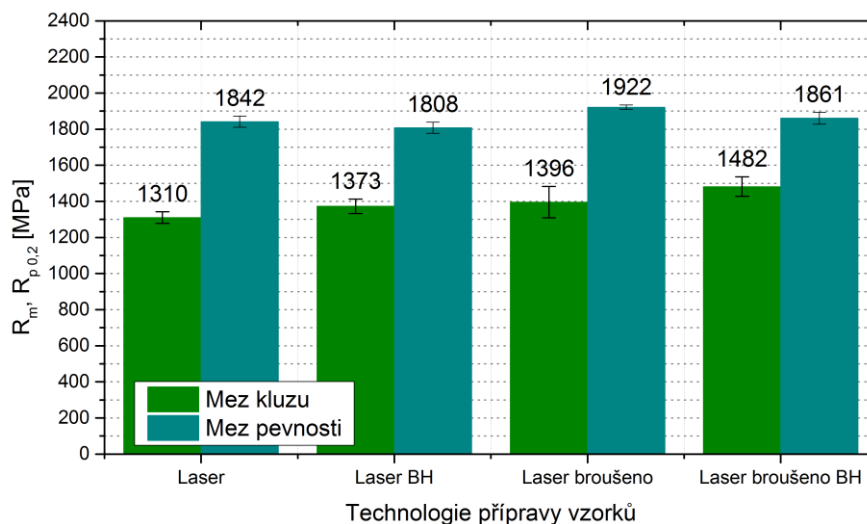
Obrázek 37 Průběhy tvrdosti HV 0,1/5 pro vzorky dělené vodním paprskem

### 8.3.2. Statická zkouška tahem

Pro zjištění základních mechanických vlastností materiálu byla použita statická zkouška jednoosým tahem. Metodika provádění a vyhodnocení zkoušky byla volena v souladu s normou ČSN EN ISO 6892-1. Norma udává základní podmínky jako jsou teplota, rychlost a rozměr zkušebních vzorků. Výsledkem je smluvní tahový diagram v souřadnicích  $R - \epsilon$ .

Obrázek 38 zobrazuje porovnání meze kluzu  $R_{p0,2}$  a meze pevnosti  $R_m$  pro vzorky dělené laserovým paprskem a pro vzorky, u kterých byly následně zabroušeny řezné hrany s úběrem materiálu 0,3 mm.

Každá sada vzorků byla podrobená tepelné úpravě simulující proces vypalování kataforézy při lakování karoserie automobilu tzv. BH efekt. Pro jednotlivou sadu vzorků bylo použito 13 kusů (protokoly ze statické zkoušky tahem jsou v příloze 1).



*Obrázek 38 Porovnání meze pevnosti a kluzu pro vzorky dělené laserem*

Pro určení, zda jednotlivý proces přípravy vzorků skutečně ovlivňuje výsledné vlastnosti, byla provedena analýza rozptylu pomocí programu Exel (ANOVA). Detailní analýza je níže provedena pro určení vlivu BH efektu u vzorků s nezabroušenou hranou. Obrázek 39 zobrazuje výsledek pro mez kluzu  $R_{p0,2}$ . Pomocí funkce ANOVA dojde k vypočtení a porovnání velikostí odchylek pro konkrétní naměřenou veličinu. Rozhodující hodnoty jsou  $F$  a  $F_{crit}$ , zakroužkované červeně. Pokud je  $F_{crit} < F$  může se konstatovat, že ověřovaný parametr v tomto případě BH efekt má vliv na mez kluzu  $R_{p0,2}$ , konkrétně  $4,26 < 74,92$ .



Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$

SUMMARY				
Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	13	17849	1373	102,6667
Column 2	13	17030	1310	586

ANOVA						
Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	25798,5	1	25798,5	74,92304	7,61E-09	4,259677
Within Groups	8264	24	344,3333			
Total	34062,5	25				

Obrázek 39 Analýza rozptylu vlivu BH efektu u laserem řezaných vzorků bez zabroušené hrany pro  $R_{p0,2}$

Stejným způsobem proběhla analýza rozptylu pro mez pevnosti.  $R_m$ . Pomocí statistického testu ANOVA bylo ověřeno, zda vliv BH efektu na změnu mechanických vlastností konkrétně meze pevnosti je významný. Obrázek 40 zobrazuje jednotlivé výsledky analýzy, kde  $F_{crit} < F$ . Na základě tohoto výsledku je možné konstatovat, že BH efekt ovlivňuje změnu hodnot meze pevnosti.

Anova: Single Factor  $R_m$

SUMMARY				
Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	13	23946	1842	335,3333
Column 2	13	23504	1808	83,33333

ANOVA						
Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	7514	1	7514	35,8949	3,48E-06	4,259677
Within Groups	5024	24	209,3333			
Total	12538	25				

Obrázek 40 Analýza rozptylu vlivu BH efektu u laserem řezaných vzorků bez zabroušené hrany pro  $R_m$

Obdobně proběhla analýza rozptylu pro tažnost  $A_{50mm}$ , k ověření zda dojde působením BH efektu k změnám naměřených hodnot. Obrázek 41 detailně zobrazuje výsledky analýzy, kde  $F_{crit} < F$ , konkrétně  $4,26 < 10,10$ . Takže BH efekt má vliv na tažnost, ale oproti předchozím analýzám (pro mez kluzu a pevnosti) je nejméně výrazný, protože hodnoty pro  $F_{crit}$  a  $F$  vykazovaly nejmenší rozdíl.

Anova: Single Factor  $A_{50mm}$

SUMMARY

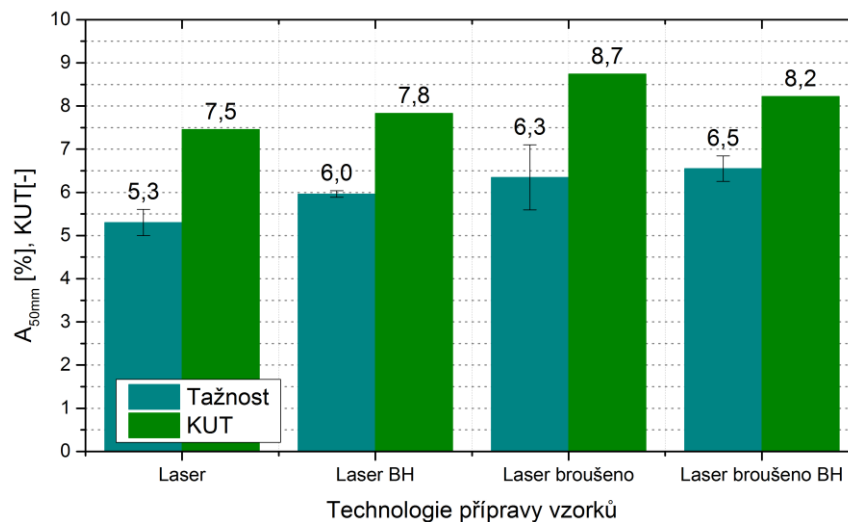
Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	13	68,9	5,3	0,628083
Column 2	13	78,5	6,038462	0,073764

ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	3,544615	1	3,544615	10,10081	0,004049	4,259677
Within Groups	8,422169	24	0,350924			
Total	11,96678	25				

Obrázek 41 Analýza rozptylu vlivu BH efektu u laserem řezaných vzorků bez zabroušené hrany pro  $A_{80mm}$

Na základě naměřených hodnot a analýzy rozptylu lze vyvodit závěr. Vzorky řezané laserem bez zabroušení hran vykazují nižší hodnoty meze kluzu i pevnosti oproti vzorkům, kde řezná hrana byla zabroušená. Konkrétně pro mez kluzu je rozdíl okolo 6% (cca 86 MPa) a pro mez pevnosti zhruba 4% (cca 80 MPa). Vliv BH efektu je významný pro oba způsoby výroby vzorků (viz. Tabulka 2), kde má podobný průběh. U meze kluzu dojde k nárůstu v řádu 4 – 6%, ale současně poklesne mez pevnosti o 2 – 4%.

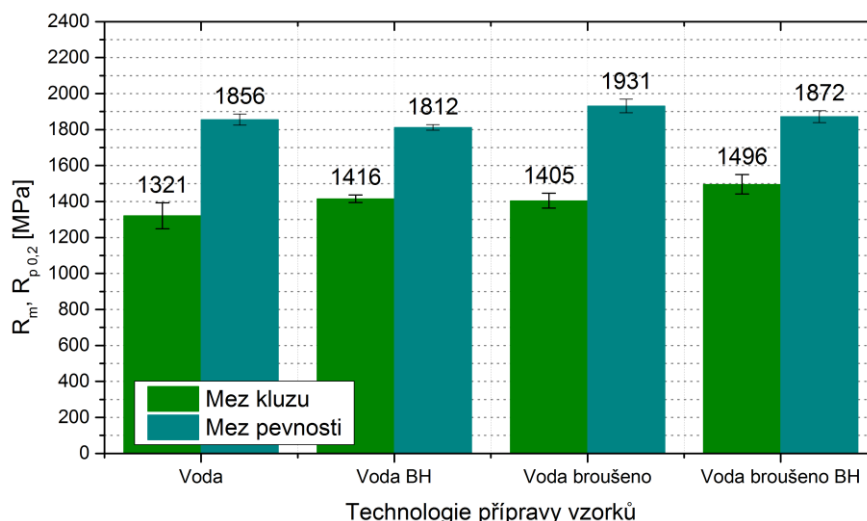


Obrázek 42 Porovnání tažnosti a KUT pro vzorky dělené laserem

Obrázek 42 znázorňuje hodnoty tažnosti  $A_{50\text{mm}}$  a komplexní ukazatel tvařitelnosti KUT. Vzorky řezané laserem bez zabroušení hran vykazují nižší hodnoty tažnosti i KUT oproti vzorkům, kde řezná hrana byla zabroušená. Rozdíl tažností je zhruba 15% a pro KUT se pohybuje okolo 14%. Vliv BH efektu pro oba způsoby výroby vzorků má podobný charakter, kde po zahřátí vzorků a výdrži na dané teplotě dochází k navýšení tažnosti o 4 – 12%. Analýza rozptylu potvrdila vliv BH efektu na změnu tažnosti pro vzorky s nezabroušenou hranou. Vzorky se zabroušenou hranou BH efekt neovlivňuje, protože  $F_{\text{crit}} > F$  z důvodu velkých odchylek naměřených hodnot (viz. Tabulka 2). Komplexní ukazatel tvařitelnosti vychází z podílu meze pevnosti  $R_m$  a meze kluzu  $R_{p0,2}$  následně vynásobený tažností  $A_{50\text{mm}}$  (30). V tomto případě je uveden spíše pro porovnání, ale není to hlavní ukazatel pro hodnocení.

$$KUT = \frac{R_m}{R_{p0,2}} \cdot A_{50\text{mm}} \quad (28)$$

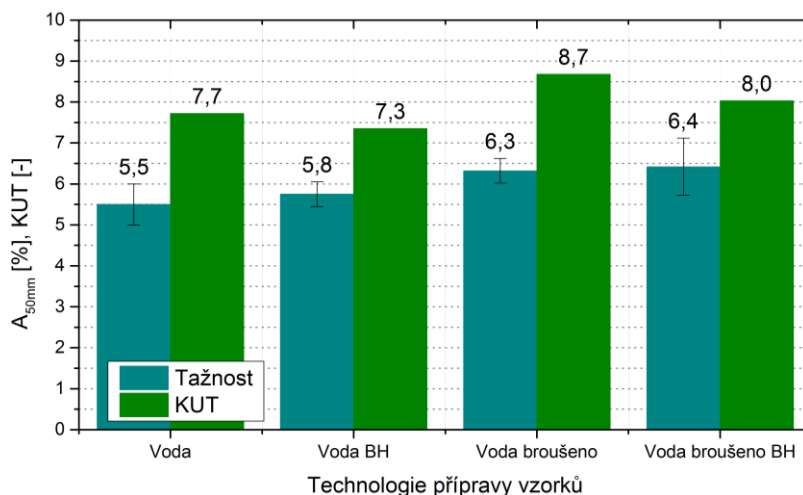
Obdobným způsobem jako pro vzorky dělené laserem proběhla analýza pro vzorky dělené vodním paprskem. Jedna sada neměla zabroušené řezné hrany a druhá je měla s úběrem materiálu o velikosti 0,3 mm.



Obrázek 43 Porovnání meze pevnosti a kluzu pro vzorky dělené vodním paprskem

Obrázek 43 zobrazuje porovnání meze kluzu  $R_{p0,2}$  a meze pevnosti  $R_m$ . Vzorky, které nebyly následně zabroušeny, vykazují nižší hodnoty meze kluzu i pevnosti.

Pro mez kluzu je rozdíl okolo 6% (cca 84 MPa) a pro mez pevnosti zhruba 4% (cca 80 MPa). Vliv BH efektu pro oba způsoby výroby vzorků má podobný průběh, u meze kluzu dojde k nárůstu zhruba 7%, ale současně poklesne mez pevnosti o 3%. Z analýzy rozptylu vyplývá vliv BH efektu pro mez kluzu a pevnosti, naopak pro tažnost je změna naměřených hodnot nevýznamná a nemá vliv (viz. Tabulka 2).



Obrázek 44 Porovnání tažnosti a KUT pro vzorky dělené vodním paprskem

Pro lepší přehled vlivu BH efektu pro jednotlivé druhy výroby zkušebních vzorků na mechanické vlastnosti materiálu, byla zhotovena Tabulka 2. Na základě analýzy rozptylu jsou zde zaznamenány konkrétní hodnoty parametrů  $F_{crit}$  a  $F$ , které určují, zda dochází k ovlivnění nebo naopak.

Tabulka 2 Přehled analýzy rozptylu v závislosti vlivu BH efektu na mechanické vlastnosti testovaného materiálu

Úprava vzorků	Parametr hodnocení	Výsledek ( $F_{krit}$ , $F$ )
<b>Laser</b> <b>Laser BH</b>	$R_{p0,2}$	$4,26 < 74,92 \Rightarrow$ má vliv
	$R_m$	$4,26 < 35,89 \Rightarrow$ má vliv
	$A_{50mm}$	$4,26 < 10,10 \Rightarrow$ má vliv
<b>Laser broušeno</b> <b>Laser broušeno BH</b>	$R_{p0,2}$	$4,15 < 226,08 \Rightarrow$ má vliv
	$R_m$	$4,15 < 143,41 \Rightarrow$ má vliv
	$A_{50mm}$	$4,18 < 0,20 \Rightarrow$ nemá vliv
<b>Voda</b> <b>Voda BH</b>	$R_{p0,2}$	$4,25 < 253,58 \Rightarrow$ má vliv
	$R_m$	$4,25 < 30,12 \Rightarrow$ má vliv
	$A_{50mm}$	$4,25 < 1,48 \Rightarrow$ nemá vliv
<b>Voda broušeno</b> <b>Voda broušeno BH</b>	$R_{p0,2}$	$4,25 < 157,81 \Rightarrow$ má vliv
	$R_m$	$4,25 < 93,56 \Rightarrow$ má vliv
	$A_{50mm}$	$4,25 < 0,13 \Rightarrow$ nemá vliv

Obdobnou funkci jako předchozí Tabulka 2 plní Tabulka 3. Jedná se o posouzení vlivu broušené řezné hrany na výsledné mechanické vlastnosti materiálu pomocí analýzy rozptylu. Zde lze jednoznačně konstatovat pro všechny měřené vlastnosti (mez kluzu, pevnosti a tažnosti), že zabroušená hrana má vliv na výsledné chování zkušebních vzorků.

*Tabulka 3 Přehled analýzy rozptylu v závislosti vlivu zabroušené řezné hrany na mechanické vlastnosti testovaného materiálu*

Úprava vzorků	Parametr hodnocení	Výsledek
<b>Laser</b> <b>Laser broušeno</b>	$R_{p0,2}$	$4,16 < 104,22 \Rightarrow$ má vliv
	$R_m$	$4,16 < 140,80 \Rightarrow$ má vliv
	$A_{50mm}$	$4,16 < 4,59 \Rightarrow$ má vliv
<b>Voda</b> <b>Voda broušeno</b>	$R_{p0,2}$	$4,26 < 125,08 \Rightarrow$ má vliv
	$R_m$	$4,26 < 82,78 \Rightarrow$ má vliv
	$A_{50mm}$	$4,26 < 9,00 \Rightarrow$ má vliv

Tabulka 4 obsahuje informace ohledně porovnání druhu technologie dělení materiálu. U vzorků s nebroušenou hranou se neprokázal vliv technologie dělení na mechanické vlastnosti materiálu. Stejným výsledkem lze prezentovat vliv vzorků se zabroušenou hranou.

*Tabulka 4 Přehled analýzy rozptylu v závislosti vlivu použité technologie dělení na mechanické vlastnosti testovaného materiálu*

Úprava vzorků	Parametr hodnocení	Výsledek
<b>Laser</b> <b>Voda</b>	$R_{p0,2}$	$4,26 < 1,68 \Rightarrow$ nemá vliv
	$R_m$	$4,26 < 2,64 \Rightarrow$ nemá vliv
	$A_{50mm}$	$4,26 < 0,45 \Rightarrow$ nemá vliv
<b>Laser broušeno</b> <b>Voda broušeno</b>	$R_{p0,2}$	$4,16 < 0,34 \Rightarrow$ nemá vliv
	$R_m$	$4,16 < 0,34 \Rightarrow$ nemá vliv
	$A_{50mm}$	$4,16 < 1,02 \Rightarrow$ nemá vliv

### 8.3.3. Vyhodnocení analýzy mechanických vlastností materiálu v závislosti na přípravě zkušebních vzorků

Na základě předchozích zkoušek a výsledků lze konstatovat, že pro přípravu vzorků je ve všech případech nutné řeznou hranu zbrousit o úběr 0,3mm. Pokud by se hrana nebrousila, dojde k poklesu mechanických vlastností materiálu, který by negativně ovlivňoval celkový experiment. BH efekt ve většině případů ovlivňuje změnu mechanických vlastností materiálu. Konkrétně u meze kluzu dojde k nárůstu hodnot, naopak pro mez pevnosti k poklesu. Tažnost se navýšila, ale analýza rozptylu udává nevýznamný vliv z důvodu velkých odchylek naměřených hodnot. Výsledné hodnoty mechanických vlastností pro vzorky dělené laserovým a vodním paprskem nevykazují významný rozdíl hodnot. Pro další přípravu vzorků se zvolila technologie dělení laserovým paprskem. Hlavním důvodem byla dostupnost a urychlení experimentu. Oproti vodnímu paprsku nedochází ke kontaktu materiálu s vodou a tím se eliminuje možné riziko následné koroze a ovlivnění experimentu.

### 8.4. Vzorky se zvýšeným obsahem vodíku vlivem galvanického pokovení

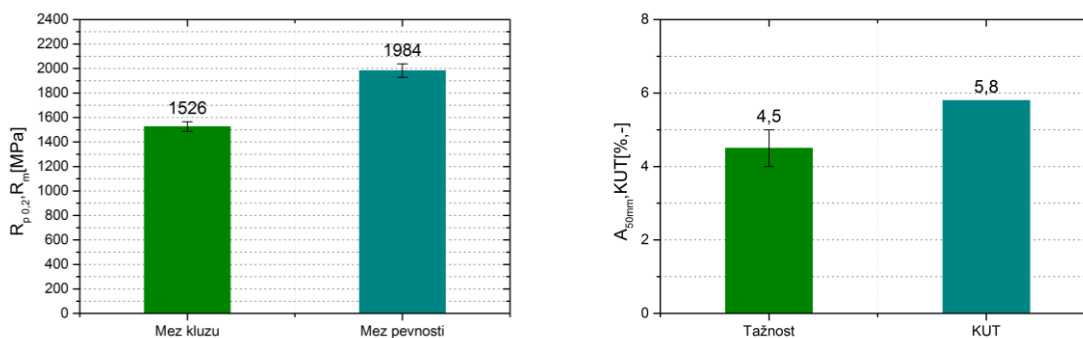
Pro přesnější následnou analýzu na průvodní jevy vodíkového křehnutí, byly zkušební vzorky cíleně navodíkovány pomocí galvanického procesu (viz. Obrázek 45). Konkrétně se jednalo o pokovení zinkovou vrstvou. Obecně je znám negativní vliv elektrolytického nanášení povlaku na substrát s vysokou pevností. Toto je velký problém u pevnostních šroubů a všeobecně u materiálů s mezí pevnosti nad 1000 MPa.

Při samotném galvanickém procesu dochází během přípravy a konečného pokovení k vývoji vodíku, který může následně difundovat do struktury materiálu. Nejkritičtější část při pokovení je v procesu kyselinového moření, kde dochází k velkému vývoji vodíku (viz. kapitola 4). Za účelem posouzení možného vzniku vodíkové křehkosti se provedl kompletní galvanický proces (parametry procesu jsou znázorněny v příloze 3).



*Obrázek 45 Zkušební vzorek po elektrolytickém pokovení zinkem (se zvýšeným obsahem vodíku ve struktuře) při jednoosé zkoušce tahem*

Zkušební vzorky, které se následně pokovily (navodíkovaly) byly vyrobeny na základě předchozích zkoušek laserovým paprskem, kde došlo k zabroušení řezných hran do hloubky 0,3 mm. Mechanické vlastnosti zjištěné základní tahovou zkouškou jsou zobrazeny na Obrázek 46.



*Obrázek 46 Hodnoty mechanických vlastností pro navodikované vzorky (pozinkované)*

Pro lepší porovnání výsledků slouží Tabulka 5. Zde je patrný nárůst meze kluzu a pevnosti oproti základnímu materiálu. Naopak hodnoty tažnosti jsou nižší. Po elektrolytickém povlakování zinkovou vrstvou došlo ke změnám mechanických vlastností. Statistický test analýzy rozptylu potvrdil vliv zvýšeného množství vodíku ve struktuře na změnu mechanických vlastností materiálu.

Zde by to mohl být vstupní parametr pro detekci vysokopevnostního materiálu, který obsahuje zvýšené množství vodíku.

*Tabulka 5 Hodnoty mechanických vlastností pro vzorky řezané laserem se zabroušenou hranou (s BH, bez BH, navodíkované)*

Vzorky	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A_{50mm}$ (%)
Vzorky bez BH	1396	1922	6,3
Vzorky s BH	1482	1861	6,5
Navodíkované vzorky	1526	1984	4,5

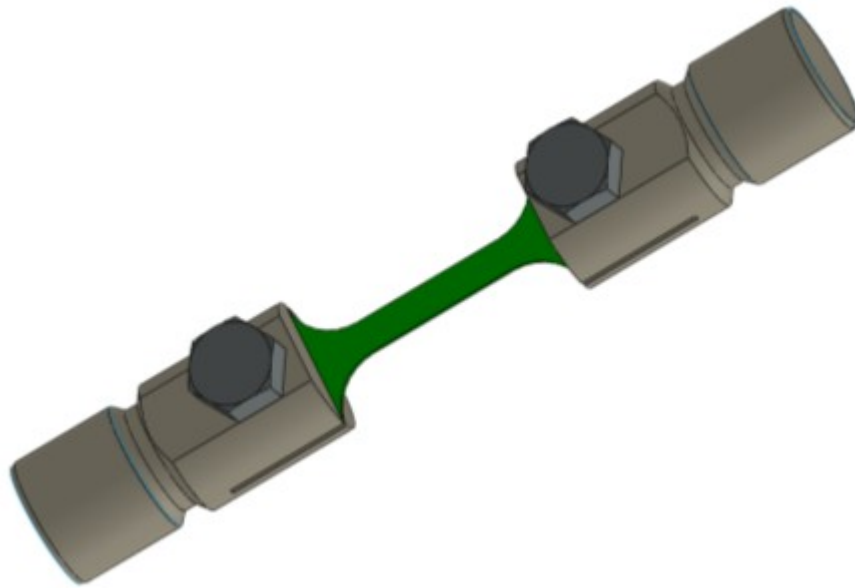
## 8.5. Výroba zkušebních přípravků

Pro kompletní analýzy bylo nutné zhotovit jednoúčelové přípravky sloužící převážně pro dlouhodobé zkoušky. Jedná se o přípravek pro jednoosé tahové namáhání a v druhém případě o třibodové ohybové namáhání. V případě přípravku pro tahové zatěžování se jedná o konstrukci a výrobu čelistí, které zajišťují jednoduché a stabilní upevnění vzorků. Doba zatížení se pohybuje v řádu desítek až stovek hodin, proto je nutné, aby vzorky byly bezpečně upnuty a nedošlo k jejich uvolnění. Přípravek pro ohybové namáhání je navržen tak, aby nepotřeboval další strojní zařízení pro realizaci testů. Díky tomu je přípravek mobilní a lze ho vložit i do klimatické komory pro ověření náchylnosti na vodíkovou křehkost při změně okolního prostředí. Před samotnou výrobou přípravků bylo nutné provést patřičné pevnostní výpočty z důvodu funkčnosti a bezpečnosti.

### 8.5.1. Přípravek pro tahové zatěžování

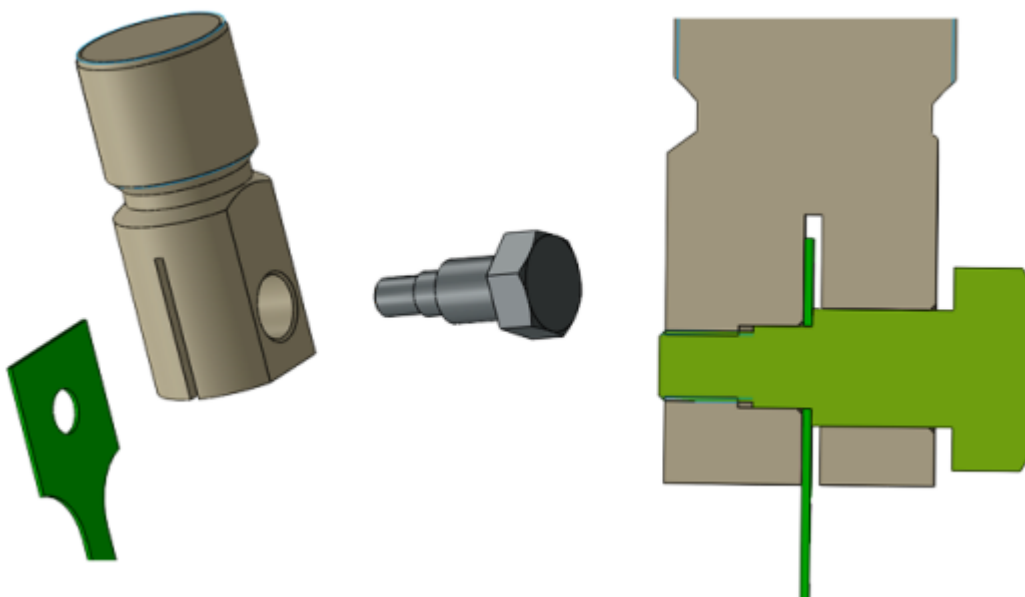
Přípravek pro tahové namáhání (Obrázek 47) byl zkonstruován tak, aby se mohl upnout do zařízení Zwick Amsler 100 HFP 5100. Přípravek je upnut do zařízení pomocí závitové části o průměru 42mm. Hlavní požadavky spočívaly v jednoduché konstrukci a ve snadném upínání zkušebních vzorků.





*Obrázek 47 Kompletní přípravek pro tahové namáhání*

Přípravek se skládá ze dvou částí, upínací čelist a upevňovací šroub, který má funkci i jako středící prvek (Obrázek 48). Zkušební vzorek musí být opatřen otvorem, který slouží k uchycení. Vzorek se zasune do čelisti, skrz otvor v čelisti a zkušební vzorek se prostrčí šroub, který se pomocí závitu M12 dotáhne. Z důvodu rizika vysokého otláčení šroubu od tenkého plechu (zkušebního vzorku) byl šroub zakalen a popuštěn na tvrdost 50 HRC. Další prvek pro eliminaci otláčení je osazení šroubu na větší průměr, které slouží jako přitlačná plocha vzorku na upínací čelist (výkresová dokumentace je v příloze 4).



*Obrázek 48 Rozložený pohled a řez přípravku pro tahové namáhání*

Z důvodu bezpečnosti a funkčnosti bylo nutné provést základní výpočet šroubu na stříh a otláčení.

V prvním kroku je nutné zjistit velikost zatěžující síly  $F$ , kterou budou vzorky dlouhodobě zatěžovány jednoosým tahem. Průřez zkušebního tělíska  $S$  vychází z rozměrů, šířky 12,5 mm a tloušťky 1,5 mm. Přípravek je určen pro testování materiálu o pevnosti až 2000 MPa. Hodnota meze pevnosti  $R_m$  vychází z normy ČSN EN 2832 (Vodíková křehkost ocelí – zkouška tahem na zkušebním tělese s vrubem) a normy ČSN ISO 15330 (Spojovací součásti – zátěžová zkouška pro zjištění vodíkové křehkosti), kde se do výpočtu zatěžující síly uvažuje 75% meze pevnosti. Na základě předchozích experimentů uskutečněných pro tento druh materiálu se volí 90% meze pevnosti (při 75% nedošlo nikdy porušení materiálu). Po dosazení do vzorce níže vychází zatěžující síla 33 750N.

$$F = S \cdot R_m = (12,5 \cdot 1,5) \cdot 1800 = 33\,750\text{N} \quad (29)$$

Základní výpočet pro smykové namáhání šroubu:

$$\tau_S = \frac{F}{S} \leq \tau_{S,Dov} \quad (30)$$

Zatěžující síla  $F$  byla vypočtena v předchozím výpočtu, jedná se o hodnotu 33 750N. Pod písmenem  $S$  je myšlen průřez šroubu, který je namáhán na stříh o průměru 14mm. Po úpravě a dosazení jednotlivých hodnot získáme smykové namáhání působící na upínací šroub:

$$\tau_S = \frac{2F}{\pi \cdot d^2} = \frac{2 \cdot 33750}{\pi \cdot 14^2} = 110\text{ MPa} \leq \tau_{S,Dov} \quad (31)$$

$$\tau_S \leq \tau_{S,Dov} \rightarrow 110 \leq 130 \quad (32)$$

Upínací šroub je zhotoven z materiálu 12050 o dovolené mezi pevnosti ve stříhu 130 MPa, která je vyšší než smykové namáhání vyvozené od zatěžovaného zkušební vzorku. Šroub vyhovuje.

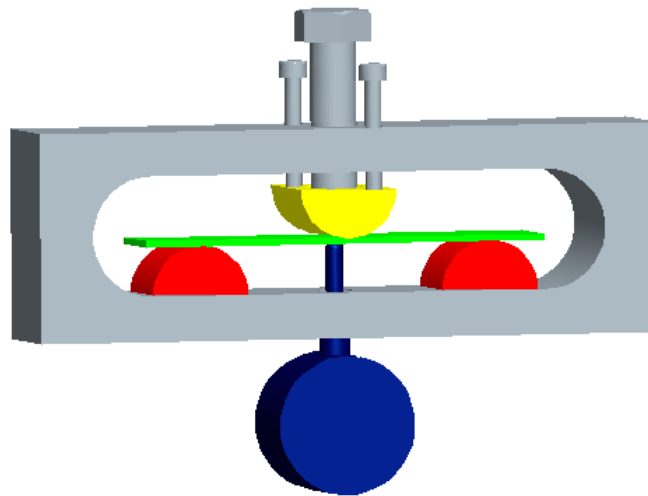
Výpočet otláčení šroubu od zkušební vzorku vychází ze zatěžující síly  $F$ , průměru šroubu  $d$  a tloušťky styčné plochy  $t$  (v tomto případě se jedná o tloušťku zkušební vzorku):

$$p = \frac{F}{S} = \frac{F}{d \cdot t} = \frac{37500}{14 \cdot 1,5} = 1785 \text{ MPa} \leq \tau_{S,Dov} \quad (33)$$

Výsledné otláčení výrazně převyšuje hodnotu dovoleného (dovolené otláčení se pohybuje v rozmezí 120-170MPa), ale v tomto případě to není rozhodující parametr. Rozhodující je kontrola na stříh, pokud dojde k otláčení od zkušební vzorku do upínacího šroubu, tak to neovlivní funkci ani celkový průběh zkoušky. K eliminaci slouží osazení upínacího šroubu, které přitlačí zkušební vzorek na čelisti přípravku, kde dojde ke snížení výsledného otláčení.

### 8.5.2. Přípravek pro ohybové zatěžování

Přípravek určený pro zatěžování zkušebních vzorků ohybem znázorňuje Obrázek 49. Jedná se o přípravek, který nepotřebuje k vyvození zatěžující síly na zkušební materiál žádné další zařízení. Ohybová síla vychází od šroubu M16x1, kde se velikost průhybu zkušebního vzorku nastaví pomocí utahování šroubu. Všechny funkční části jsou navrženy jako vyměnitelné z důvodu možného opotřebení a nutnosti demontáže (jedná se o díly s červenou a žlutou barvou), které jsou uchyceny pomocí šroubového spoje. Funkční části jsou vyrobeny z materiálu 12 040, následně zakaleny a popuštěny na tvrdost 45 HRC. Důvod zakalení spočívá v přímém kontaktu se vzorky, kde dochází vlivem zatěžování k otěru povrchu. Další důvod, kdy je nutné vyměnit funkční části je při umístění přípravku do klima komory z nutnosti simulace okolního prostředí s vysokou vlhkostí, kde může dojít ke korozi a narušení povrchu. Ve spodní části je modře znázorněn úchylkoměr, který zobrazuje přesnou hodnotu průhybu zkušebního vzorku (výkresová dokumentace je v příloze 5).



Obrázek 49 Přípravek pro ohybové namáhání

## 9. Mechanické zkoušky na vodíkovou křehkost

Základní zkoušky pro testování materiálu na vodíkovou křehkost spočívají v dlouhodobém zatěžování. Nejpoužívanější způsob zatěžování je jednoosý tah, anebo ohyb (může být tří, anebo čtyř bodový). Hlavní ukazatel je v porušení zkušební vzorku, pokud materiál vydrží stanovené napětí po stanovenou dobu, tak lze konstatovat odolnost materiálu vůči vodíkem indukovanému praskání.

### 9.1. Zkoušky na vodíkovou křehkost tahovým namáháním

Dlouhodobé zkoušky tahovým namáháním byly uskutečněny na zařízení Zwick Amsler 100 HFP 5100 (viz. Obrázek 50). Využívá se pro zkoušení únavových vlastností materiálů nebo konstrukčních součástí. Jedná se o stroj, umožňující dlouhodobě zatěžovat zkušební vzorky, které jsou základem tohoto experimentu. Zatěžování může být tahové, tlakové, anebo střídavé, kde maximální zatěžující síla je 100 kN.



*Obrázek 50 Zkušební zařízení Zwick Amsler 100 HFP 5100*

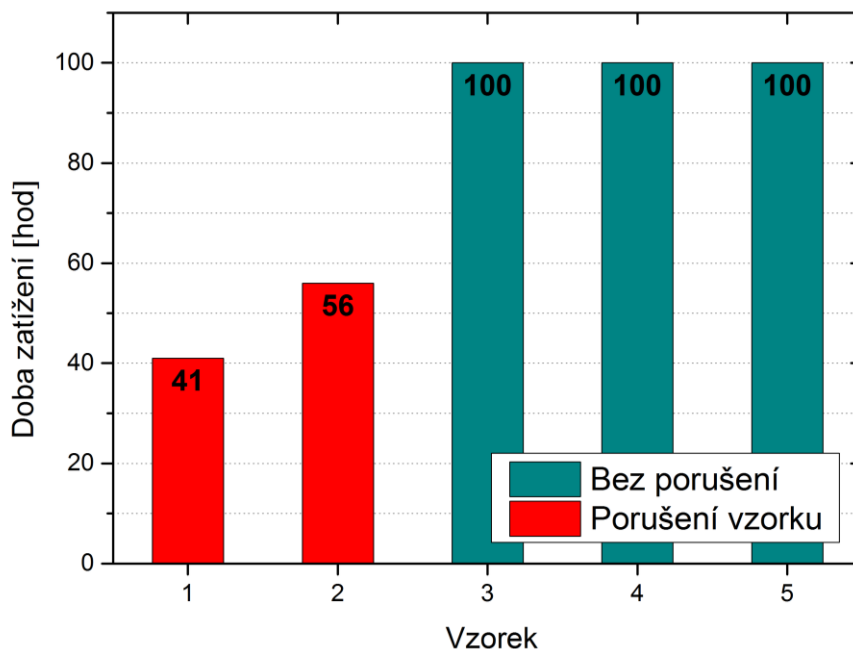
Zkušební vzorky jsou uchyceny pomocí speciálního přípravku (Obrázek 51). Zatěžující síla je vypočítána z konkrétní pevnosti materiálu a průřezu vzorku.

Vzorek je uprostřed opatřen vrubem tvaru V z důvodu přesně definované oblasti možného porušení. Vrub byl zhotoven technologií broušení do hloubky 1,5 mm, kde úhel rozevření tvaru V byl 60°. Na zkušební vzorek v oblasti vrubu se aplikoval 5% roztok NaCl z důvodu zvýšení možného rizika vodíkového křehnutí. Roztok se aplikoval jednou denně po dobu trvání zkoušky. Tento proces vychází ze zkušeností výrobců vysokopevnostních ocelí, kteří mají bohaté zkušenosti z testováním a analýzou materiálu na vodíkovou křehkost.



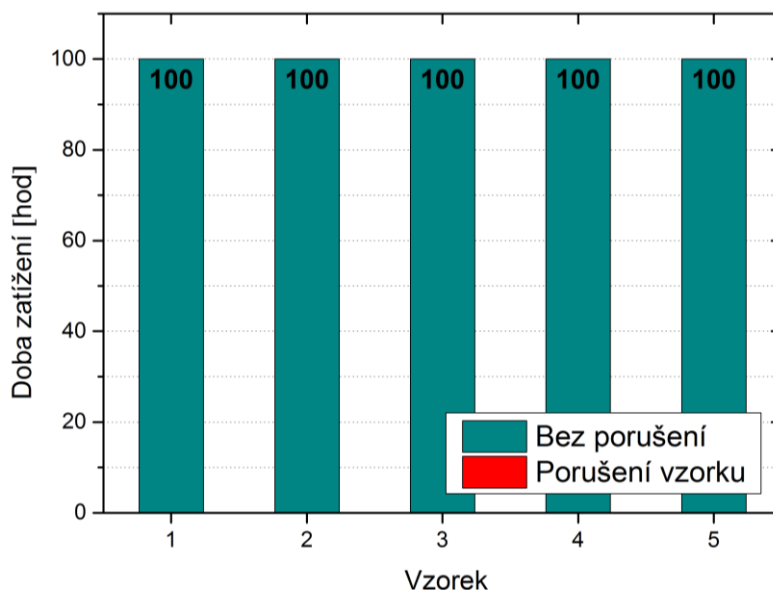
*Obrázek 51 Zkušební vzorek uchycený v přípravku*

Na základě tahových zkoušek provedených v kapitole 8.3.2 se vypočítala zatěžující síla. Pro zkušební vzorek o pevnosti 1922 MPa (do výpočtu se bere 90% meze pevnosti), šířce 9,7 mm (šířka vzorku v oblasti vrubu) a tloušťky 1,5 mm je zatěžující síla 25,2 kN. Doba zatěžování pro jednotlivý vzorek je 100 hodin a počet vzorků je 5 kusů. Docílení zatěžující síly probíhalo s postupným náběhem, aby nedošlo k předčasnému přetržení vzorku. Testy se uskutečnily na třech sadách zkušebních vzorků ze základního materiálu, s BH efektem a experimentálně nasycené vodíkem.



*Obrázek 52 Zobrazení průběhu zkoušek při tahovém namáhání pro základní materiál*

Obrázek 52 znázorňuje výsledky dlouhodobých zkoušek po tahovém zatěžování pro základní materiál. Z pěti vzorků dva praskly a zbylé zůstaly bez porušení. Porušení vzorků vzniklo u prvního po 41 hodinách a u druhého po 56 hodinách. Ostatní vydržely po dobu 100 hodin bez známek porušení, nebo případných povrchových trhlin. Vzorky u kterých došlo k destrukci, byly následně podrobeny strukturní analýze lomu (popsáno v následujících kapitolách).

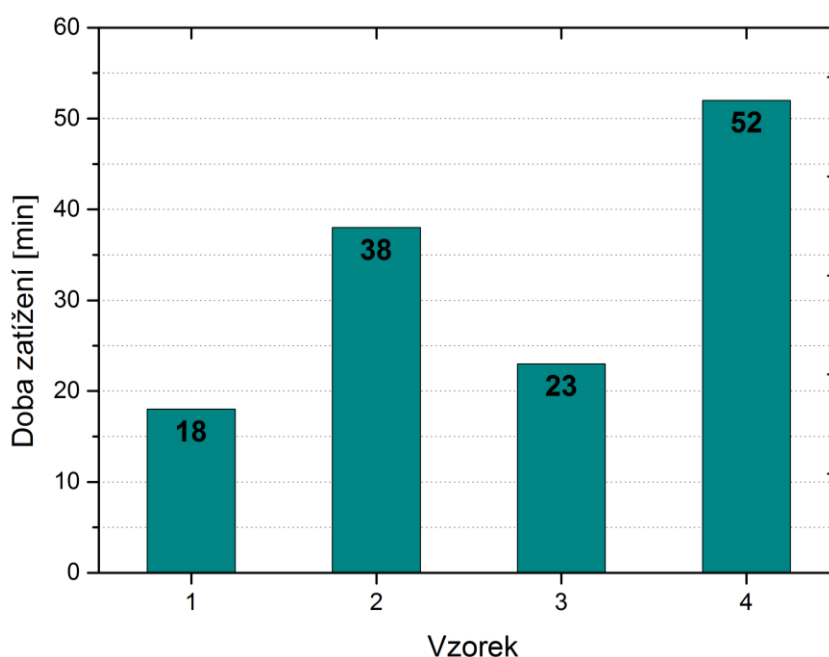


*Obrázek 53 Zobrazení průběhu zkoušek při tahovém namáhání pro vzorky s BH*

Vzorky s BH efektem byly podrobeny stejné zkoušce. Z důvodu BH efektu jsou vzorky podrobeny tepelnému procesu (při teplotě 180°C po dobu 20 minut), kde dojde k poklesu meze pevnosti viz. kapitola 8.1. Na základě těchto hodnot byla vypočítána zatěžující síla na hodnotu 24,4 kN. Z pěti vzorků nepraskl ani jeden (viz. Obrázek 53). Možné vysvětlení může být způsobeno nízkoteplotním popuštěním během tepelného procesu (BH efektu), kde došlo ke snížení vnitřního napětí v martenzitické struktuře.

### 9.1.1. Tahové zkoušky pro navodikované vzorky

Stejnou metodikou proběhly zkoušky vzorků, které byly experimentálně nasyceny difúzním vodíkem při galvanickém procesu. Obrázek 54 reprodukuje výsledky zkoušek při tahovém zatížení. Všechny čtyři vzorky praskly v krátkém časovém horizontu v řádech minut. Nejdříve k porušení vzorku došlo v čase 18 minut, nejdéle po 52 minutách. Při těchto zkouškách lze prokazatelně konstatovat vliv vodíku na soudržnost materiálu při dlouhodobém zatížení.

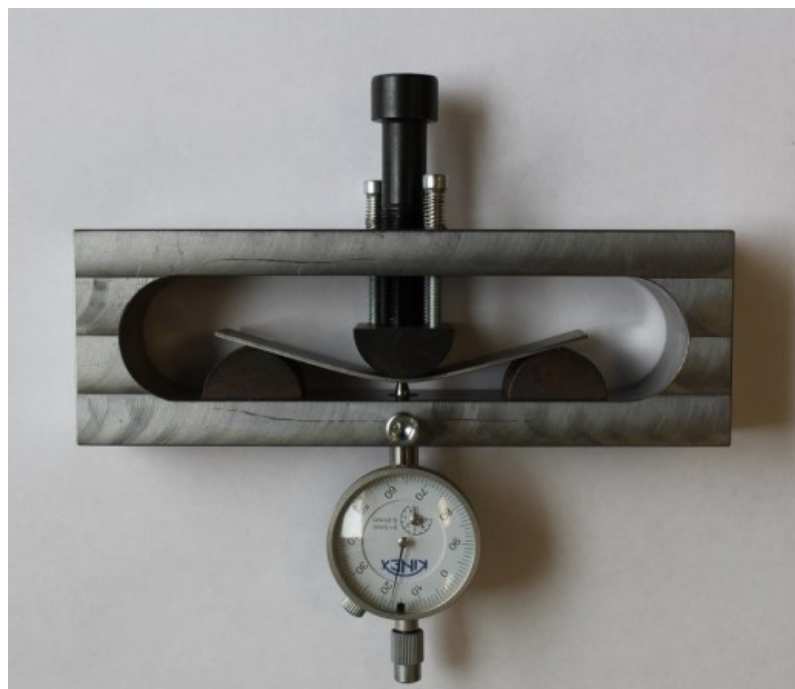


*Obrázek 54 Zobrazení průběhu dlouhodobých zkoušek při tahovém namáhání pro vzorky experimentálně nasycené vodíkem (zobrazuje dobu, kdy došlo k porušení materiálu)*



## 9.2. Zkoušky na vodíkovou křehkost ohybovým namáháním

Dalším druhem zkoušek, u kterých dochází k dlouhodobému zatížení zkušební vzorku, jsou ohybové zkoušky. V tomto případě se jedná o tříbodový ohyb pomocí speciálního přípravku viz. Obrázek 55. Princip testování je obdobný jako u tahového zatěžování. Zkušební vzorek je namáhán definovanou silou po dobu 100 hodin, kdy nesmí dojít k prasknutí nebo viditelnému porušení. Zkoušky probíhaly jak v klasické atmosféře (pokojová teplota a vlhkost), tak i v klima komoře se zvýšenou teplotou a vlhkostí z důvodu možné difuze atomárního vodíku do struktury materiálu. Hodnota zatěžující síly se pro jednotlivé zkoušky měnila v závislosti na velikosti průhybu zkušební vzorku.



*Obrázek 55 Přípravek se vzorkem pro ohybové namáhání*

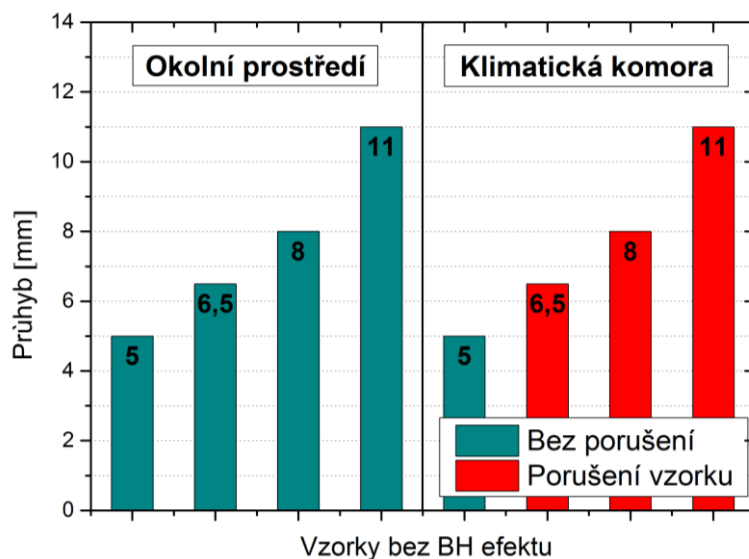
Pro kontrolu velikosti zatížení zkušební vzorku silou vyvozenou šroubovým spojem byl zkonstruován a vyroben přípravek, do kterého lze implementovat siloměr (Obrázek 56). Spodní oblast, kde dochází k upnutí vzorku a následnému zatěžování pomocí tříbodového ohybu je shodná s přípravkem bez siloměru (viz. Obrázek 55). Průhyb je obdobně odečten z úchylkoměru umístěného ve spodní části a velikost síly zaznamenána pomocí siloměru do řídicí jednotky.

Výsledná závislost síly a průhybu, která se získala pomocí tohoto přípravku, se aplikovala pro jednodušší přípravku bez siloměru. Důvodem jsou další experimenty, které probíhaly v klimatické komoře, a mohlo by dojít k porušení komponentů siloměru.



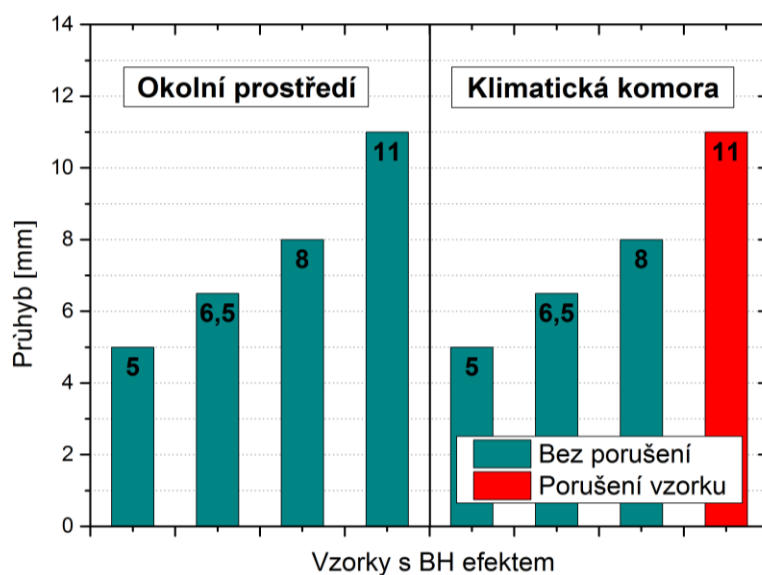
*Obrázek 56 Přípravek pro ohybové namáhání se siloměrem*

První testy proběhly na vzorcích, u kterých byl materiál v základním stavu, tedy nedošlo u nich k tepelnému procesu (k BH efektu). Zkoušky probíhaly v okolní atmosféře (při pokojové teplotě) a v klimatické komoře. Velikost průhybů byla nastavena na 5; 6,5; 8 a 11 mm. Doba zatížení byla pro všechny průhyby stejná 100 hodin. Obrázek 57 znázorňuje všechny zkoušky na vzorcích z materiálu v základním stavu. Při pokojové atmosféře nedošlo k porušení zkušební vzorku ani při maximálním průhybu 11 mm. Při realizaci zkoušek v klimatické komoře při teplotě 80°C a relativní vlhkosti 95% došlo již u řady vzorků k porušení soudržnosti materiálu. Při průhybu 5 mm nevykazoval materiál žádné příznaky povrchových trhlin, avšak při postupném zvyšování hodnoty průhybu na 6,5; 8 a 11 mm. došlo u všech vzorků k prasknutí materiálu. Možná příčina tohoto jevu je v difuzi atomárního vodíku z vlhkého okolního prostředí do struktury materiálu.



Obrázek 57 Výsledky zkoušek při tříbodovém ohybovém zatížení pro vzorky v základním stavu (bez BH efektu)

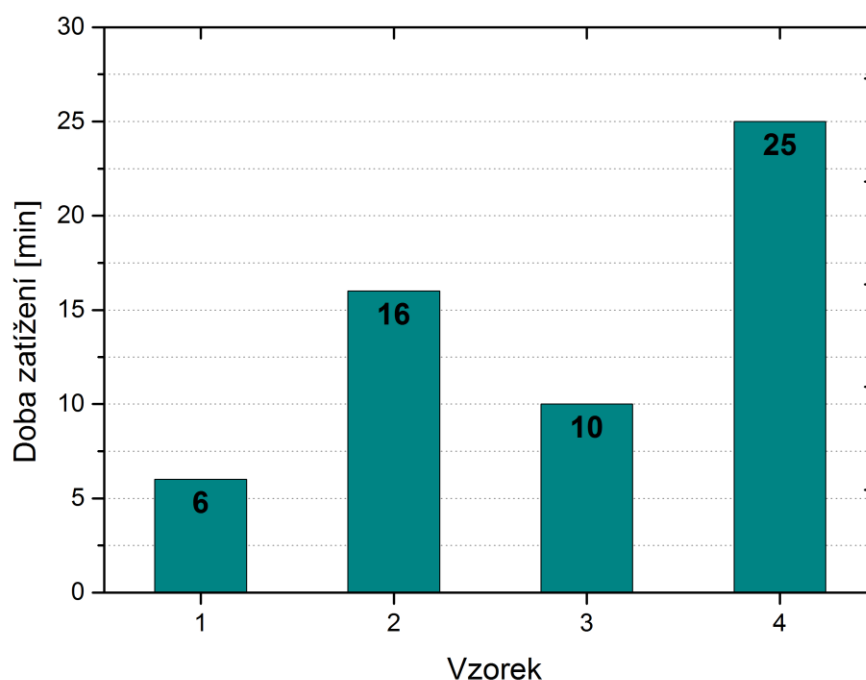
V dalším kroku došlo ke stejné zkoušce, ale použily se vzorky, které prošly tepelným zatížením tzv. simulace BH efektu, který vzniká při průchodu karoserie lakovnou. Velikost průhybů se opět pohybovala v rozmezí 5 až 11 mm. Při pokojové atmosféře nedošlo k porušení materiálu ani při maximálním průhybu 11mm. V klimatické komoře vzorky o průhybu 5 až 8 mm, nevykazovaly známky porušení nebo tvorbu trhlin na povrchu. K porušení a následné destrukci zkušební vzorku došlo pouze při maximálním průhybu 11 mm (viz. Obrázek 58).



Obrázek 58 Výsledky zkoušek při tříbodovém ohybovém zatížení pro vzorky po tepelném zpracování (s BH efektem)

### 9.2.1. Ohybové zkoušky pro navodíkové vzorky

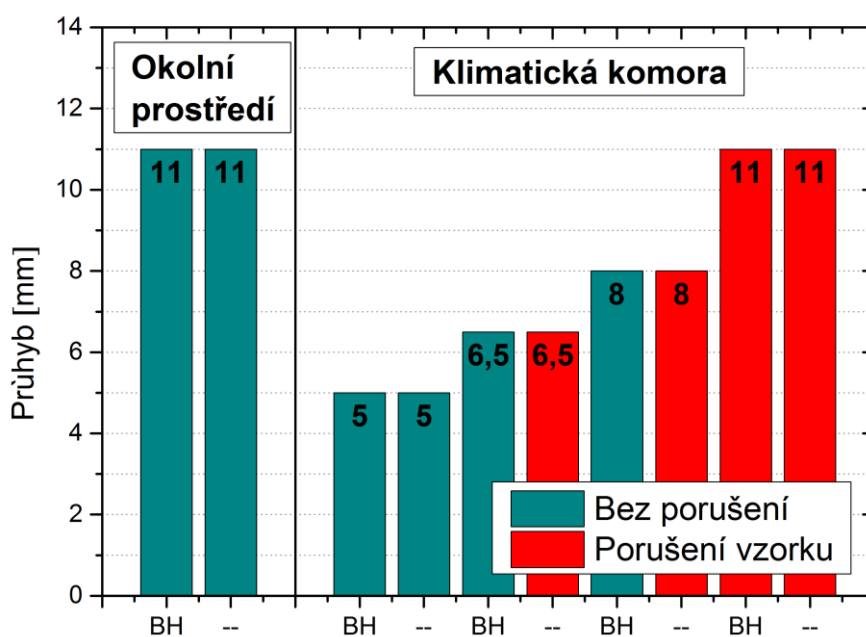
Stejnou metodikou proběhly zkoušky vzorků, které byly experimentálně nasyceny difúzním vodíkem při galvanickém procesu. Obrázek 59 reprodukuje výsledky zkoušek při ohybovém zatížení na okolním prostředí. Velikost průhybu byla stanovena na 11 mm. Hodnota průhybu vychází ze zkoušek pro vzorky v základním stavu při okolní atmosféře, kdy nedošlo ani v jednom případě k porušení materiálu. Z tohoto důvodu se volil velký průhyb, aby došlo k zaručenému porušení vzorků vlivem vodíkové křehkosti. Všechny čtyři vzorky praskly v krátkém časovém horizontu v řádech minut. Hned po docílení požadovaného průhybu docházelo k zvukovým efektům předcházejícím konečnému porušení. Nejdříve k porušení vzorku došlo v čase 6 minut, nejdéle po 25 minutách. Při těchto zkouškách lze prokazatelně konstatovat vliv vodíku na soudržnost materiálu.



*Obrázek 59 Zobrazení průběhu dlouhodobých zkoušek při ohybovém namáhání pro vzorky experimentálně nasycené vodíkem (zobrazuje dobu, kdy došlo k porušení materiálu)*

### 9.3. Vyhodnocení mechanických zkoušek

Mechanické zkoušky na analýzu projevů vodíkové křehkosti při zatížení prokázaly jistou nestabilitu testovaného materiálu. Velký vliv na křehnutí způsobené vodíkem má tepelný proces (BH efekt), díky kterému dojde ke snížení vnitřních pnutí a meze pevnosti, částečně eliminující porušení materiálu. Tento jev se projevil pro oba způsoby zatěžování jak, při tahovém, tak i ohybovém. Při tahovém zatížení došlo k prasknutí dvou vzorků materiálu v základním stavu a při BH efektu nedošlo k prasknutí ani jednoho vzorku z pěti.



Obrázek 60 Porovnání výsledků zkoušek při třibodovém ohybovém zatížení pro vzorky s BH efektem a bez BH efektu

Obrázek 60 souhrnně zobrazuje výsledky ohybových zkoušek pro vzorky s BH efektem a bez BH efektu. Při okolním prostředí (pokojová teplota) pro oba případy nedošlo k porušení materiálu ani při maximálním zatížení 11 mm. Hlavní změna chování zkušebních vzorků v závislosti na BH efektu nastala při zkouškách se zvýšenou vlhkostí a teplotou. Zde se zřetelně projevilo nízkoteplotní popuštění během vzniku BH efektu (zahřátí vzorků po dobu 20 minut při teplotě 180 °C), kde vzorky dokázaly snést větší zatížení. Konkrétně průhyby až do 8 mm oproti materiálu v základním stavu, který bez známek porušení vydržel do průhybu 5mm. Zkoušky zřetelně prokázaly vliv vodíku ve struktuře materiálu, kde pro oba způsoby zatěžování došlo k poměrně rychlému porušení zkušebních vzorků.

## 10. Strukturní analýza lomové plochy

Z důvodu podrobnější identifikace možných příčin porušení materiálu byla provedena fraktografická analýza lomové plochy testovaných materiálů. Na základě charakteru lomu je možné definovat konkrétní důvody vzniku a následného šíření. Pro vytvoření snímků byl použit rastrovací elektronový mikroskop TESCAN. Hlavní část snímků vznikla ve spolupráci výzkumného ústavu Univerzity Jana Pernera v Pardubicích a Technické univerzity v Liberci. Analýze byly podrobeny vzorky ze všech předchozích zkoušek, u kterých došlo k jejich porušení.

### 10.1. Lomové plochy pro vzorky po porušení při ohybovém namáhání

Zkoušky na tříbodový ohyb se uskutečnily na vzorcích v základním stavu, s BH efektem a se zvýšeným množstvím vodíku vlivem elektrolytických procesů. Probíhaly v okolním prostředí nebo v klima komoře při zvýšené teplotě 80°C a relativní vlhkosti 95%.

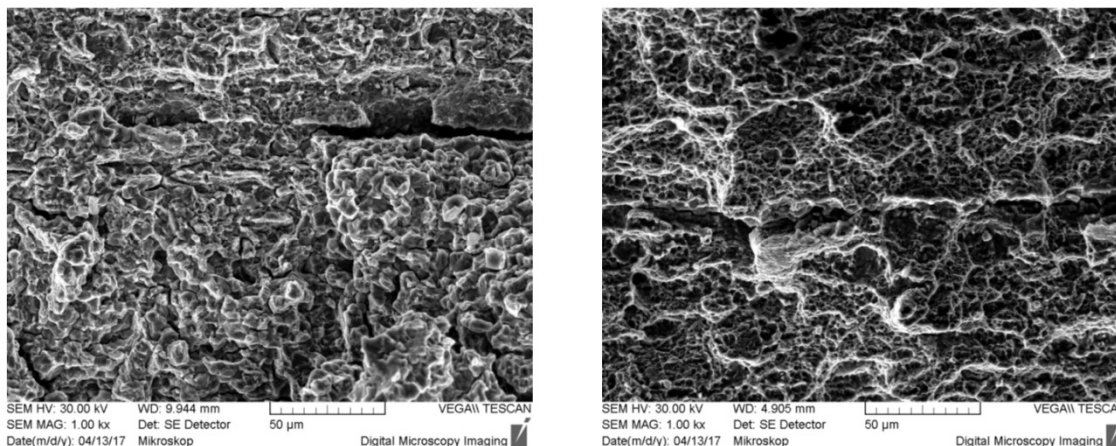
#### 10.1.1. Vzorky materiálu bez BH v klimatické komoře

Na lomové ploše vzorků, která vznikla vlivem tříbodového ohybu v klimatické komoře, byla provedena fraktografická analýza. Tvar lomu v celém průřezu vzorku zobrazuje Obrázek 61



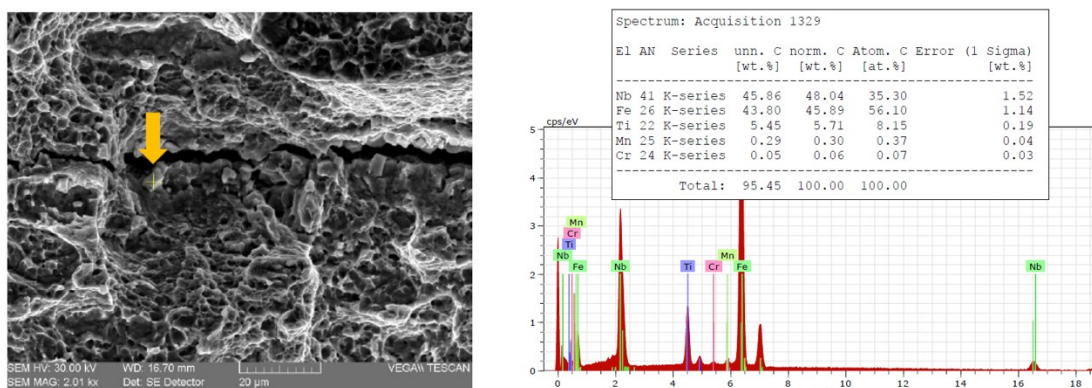
*Obrázek 61 Celkový lom na vzorku namáhaný na tříbodový ohyb v klimatické komoře bez BH*

Obrázek 62 znázorňuje lomovou plochu, kde byl zjištěn výskyt defektního interkrystalického lomu v podpovrchové oblasti. Současně byly pozorovány výchozí nespojitosti souběžné s povrchem vzorků (více snímku v příloze 6.1).



*Obrázek 62 Lomová plocha z povrchové oblasti (snímek vlevo) a ze střední části vzorku (snímek vpravo)*

Při studiu lomové plochy se objevily řádky inkluzí. Tyto inkluze mohou vytvářet tzv. vodíkové pasti, kde dochází ke koncentraci vodíku. Pokud dojde k překročení kritické koncentrace, vzniká defekt. Na vznik vodíkové křehkosti má významný vliv velikost a počet inkluzí. V případě hrubších částic o menším výskytu dochází v okolí inkluze k nahromadění velkého množství vodíku a vzniku trhliny. Pokud je ve struktuře více neželezných vměstků menších rozměrů, může dojít k rovnoměrnému rozložení vodíku a tím se odolnost oceli vůči vodíkové křehkosti sníží. Detailní zobrazení vměstků znázorňuje Obrázek 63, kde se provedla i prvková analýza jednotlivé vady. Hlavní chemický prvek vměstku je niob, v menším množství se vyskytuje titan.



*Obrázek 63 Prvková analýza vměstku*

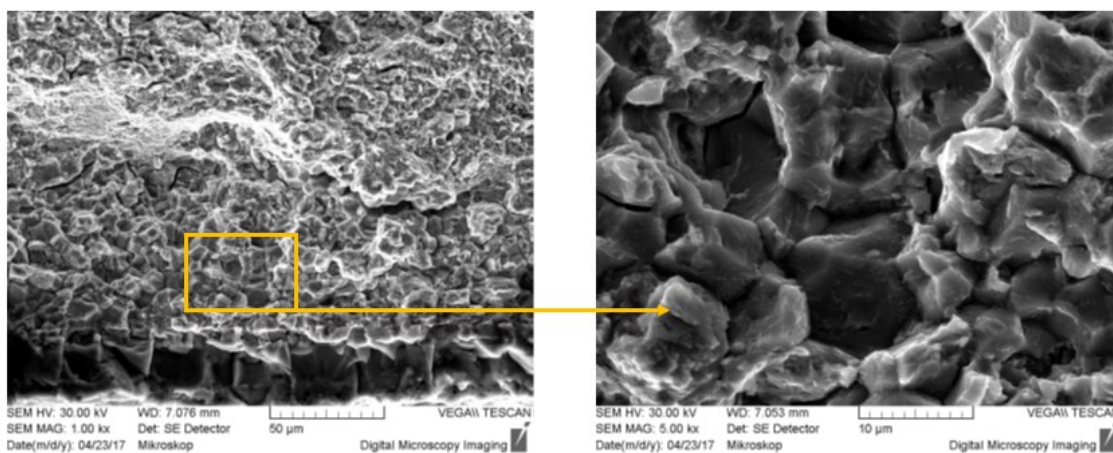
### 10.1.2. Vzorky základního materiálu s BH v klimatické komoře

Na lomové ploše vzorků, která vznikla vlivem tříbodového ohybu v klimatické komoře, byla provedena fraktografická analýza. Tvar kompletního lomu je zobrazen na Obrázek 64. Zkušební vzorek byl tepelně upraven (180°C po dobu 20 minut) kvůli vzniku BH efektu.



*Obrázek 64 Celkový lom na vzorku namáhaný na tříbodový ohyb v klimatické komoře s BH*

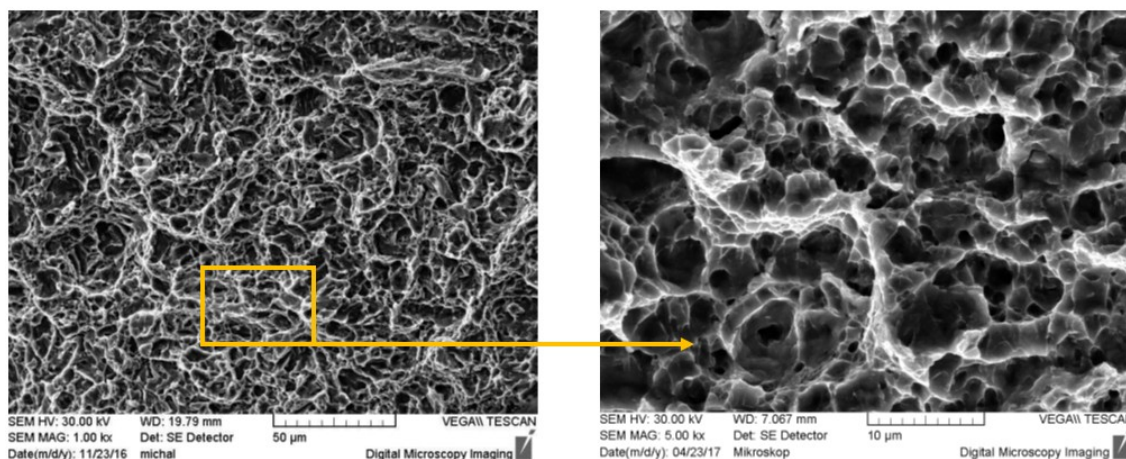
Obrázek 65 dokumentuje charakteristickou morfologii lomové plochy vzorku. Zde byl pozorován defektní interkrystalický lom převažující v podpovrchovém pásmu (v pásmu iniciace lomu i finálním pásmu lomu). Souběžně s povrchem byly pozorovány výchozí nespojitosti (více snímku v příloze 6.2).



*Obrázek 65 Lomová plocha v povrchové oblasti (obrázek vlevo) a detail pásma iniciace lomu (obrázek vpravo)*



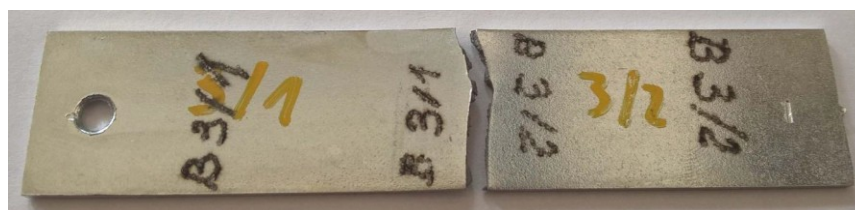
Středové pásmo lomové plochy vykazovalo vysoký podíl tvárného mechanismu lomu. V této oblasti došlo ke stabilnímu šíření trhliny typické svojí důlkovou morfologií (viz. Obrázek 66).



*Obrázek 66 Lomová plocha ve střední části vzorku (v pravé části detail)*

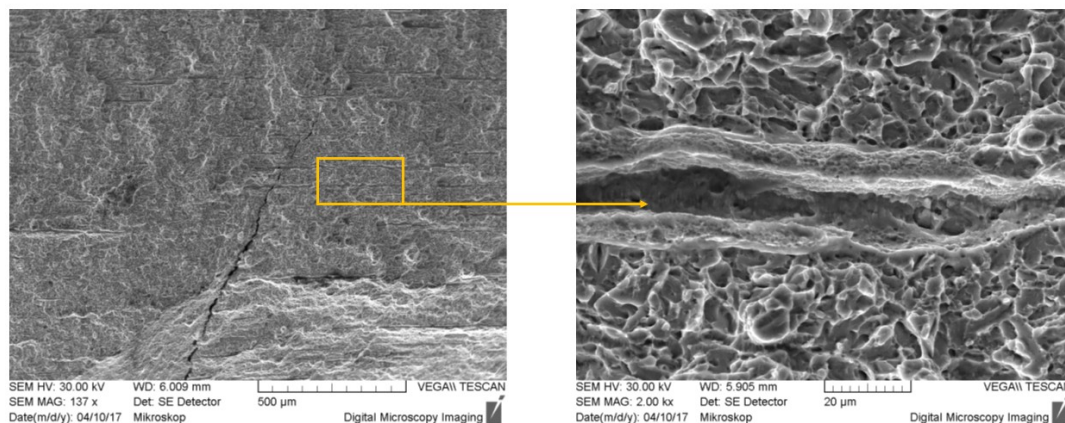
### 10.1.3. Vzorky materiálu po experimentálním difúzním nasycení vodíku v okolním prostředí

Analyzovaný vzorek byl experimentálně nasycen difúzním vodíkem během elektrolytického procesu pokovení zinkovou vrstvou. Během procesu pokovení dochází k velkému uvolnění vodíku, který může proniknout do povrchové oblasti struktury materiálu. Vzorek po ohybovém namáhání při okolním prostředí znázorňuje Obrázek 67.



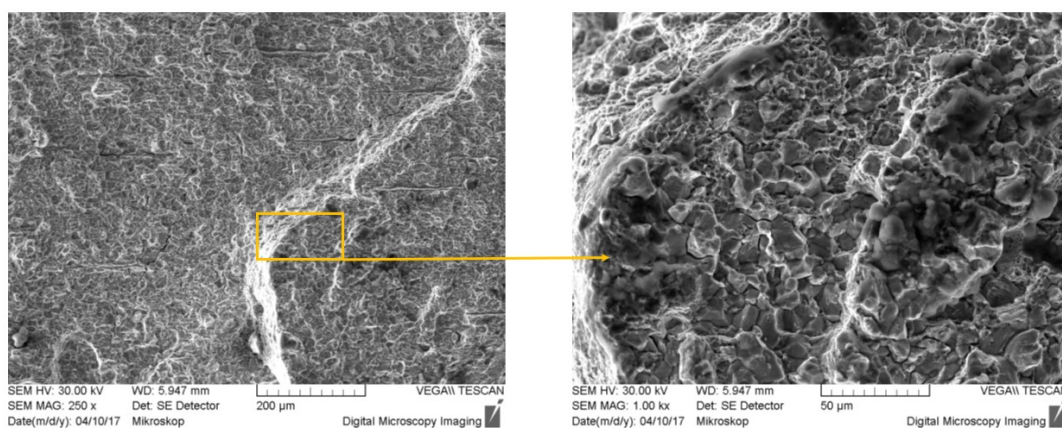
*Obrázek 67 Celkový lom na vzorku namáhaný na třibodový ohyb na vzorcích nasycených vodíkem*

Pro tyto vzorky lze zjištěné efekty lomové plochy přisuzovat působení vodíku. Na lomové ploše se objevují podélné (souběžně s povrchem plechu) orientované stopy (viz. Obrázek 68). V detailech je dokumentována charakteristická orientace stříhových můstků uvnitř těchto útvarů souběžně s rovinou lomu. Jedná se tedy o výchozí nespojitosti, kopírující směr tváření, kdy při zkoušce ohybem docházelo k finálnímu odtržení pouze částečně propojených povrchů (více snímku v příloze 6.3).



*Obrázek 68 Lomová plocha s orientovanými stopy souběžně s rovinou lomu*

Charakter lomové plochy dokumentuje Obrázek 69. Vyskytují se zde oblasti interkrystalického lomu v kombinaci s tvárným mechanismem lomu. Oblasti tvárného lomu byly typické relativně plytkými stříhovými důlky.



*Obrázek 69 Lomová plocha vzorku nasyceného vodíkem*

## 10.2. Vyhodnocení fraktografické analýzy lomových ploch

Na základě snímků z elektronového mikroskopu při zvětšení 250 až 2000 krát lze vyvodit možné typické jevy způsobené působením vodíku ve struktuře materiálu. Všechny vzorky, u kterých došlo ke tvorbě lomu, vykazují převážně v podpovrchové oblasti interkrystalické porušení. Vzorky bez BH mají větší podíl interkrystalického lomu oproti vzorkům s BH. Vlivem popuštění během BH procesu došlo k poklesu pevnosti a nárůstu tažnosti, kde takto popuštěná struktura je stabilnější při vzniku křehkého lomu. Vzorky s experimentálním nasycením vodíkem vykazovaly největší podíl interkrystalického lomu. Na lomové ploše se objevují podélné stopy, které jsou orientované s povrchem zkušebního vzorku.

## 11. Analýza množství obsahu vodíku ve struktuře materiálu

Vodík se v ocelích vyskytuje pouze v malých koncentracích, ale přesto výrazně ovlivňuje mechanické vlastnosti oceli. Množství lze stanovit různými technikami, např. optickou emisní spektrometrií, ale nejpoužívanější a také nejcitlivější je metoda termoevoluční elementární analýza pevných látek. V současné době se pro tuto metodu také používá označení fúze v inertním plynu. Vzorek umístěný v grafitovém kelímku je odporově zahříván v peci, kterou proudí nosný inertní plyn, např. helium. Velikost analyzovaného vzorku se pohybuje v jednotkách gramů, kde by měl být povrch ošetřen, aby nedošlo ke zkreslení výsledků. Při ohřevu vzorku na vysoké teploty (nad 2000°C) dochází k jeho roztavení. Uvolňují se přitom plyny, které vstupují do proudu nosného plynu a jsou analyzovány. Vodík se uvolňuje v elementární formě jako H<sub>2</sub>. Detekce je prováděna na základě změny tepelné vodivosti nosného inertního plynu. V tepelně vodivostním detektoru (Thermal Conductivity – TC) se analyzovaný plyn vede přes žhavené vlákno, které se tím ochlazuje. Intenzita ochlazování závisí na tepelné vodivosti plynu a tedy i na jeho složení. TC detektory nejsou na rozdíl od IČ detektorů selektivní, a tedy každá složka směsi přispívá k její celkové tepelné vodivosti. Proto se stanovuje pouze jeden plyn a ostatní plyny se z původní směsi musí odstranit. Například k oddělení vodíku a dusíku se používají molekulová síta [55]. Naměřené výsledné hodnoty jsou v řádech jednotek ppm. Analýza proběhla ve spolupráci s Báňskou univerzitou v Ostravě, konkrétně s ústavem materiálového inženýrství. Zařízení, na kterém měření probíhalo, znázorňuje Obrázek 70.



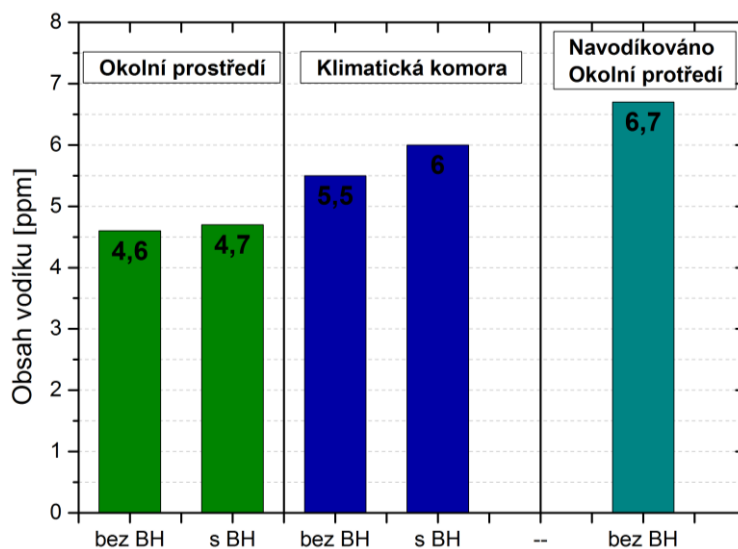
- 1 Hlavní vypínač
- 2 Spodní těleso pícky
- 3 Horní těleso pícky
- 4 Vsyp vzorku
- 5 Podstavec spalovacího kelímku
- 6 Lapače a katalyzátory
- 7 Měřiče tlaku

*Obrázek 70 Analyzátor vodíku ELTRA ONH 2000 [55]*

Analyzované vzorky byly použity z předchozích testů (po ohybových zkouškách), aby bylo možné nalézt příčinu nestejnorožného chování vzorků.

Z výsledků jasně vyplývá, že při umístění vzorků v klimatické komoře dochází k difúzi vodíku do materiálu (viz.

Obrázek 71). Oproti standartnímu prostředí (pokojová teplota) došlo k nárůstu o cca 1 až 1,3 ppm. Rozdíl v obsahu vodíku pro vzorky s BH efektem a základním stavem je při umístění ve standartním prostředí nevýznamný. V klimatické komoře však vzorky s BH vykazují nárůst o 0,5 ppm. Největší podíl vodíku vykazuje vzorek, který byl experimentálně nasycen vodíkem při galvanickém procesu. Materiál absorbuje při elektrolitickém procesu (hlavně při operacích moření v kyselinách) vodík, který následně zůstává uchycen ve struktuře materiálu. Se zvýšeným výskytem vodíku narůstá riziko vzniku vodíkové křehkosti doprovázené nestabilním chováním materiálu.



Obrázek 71 *Vliv prostředí a tepelné úpravy zkušebního vzorku na množství vodíku v materiálu*

## 12. Analýza vlivu působení vodíku pomocí rentgenové difrakce

Působení vodíku ve struktuře materiálu může zapříčinit vnitřní napjatost, která negativně ovlivňuje výsledné chování materiálu. Z tohoto důvodu bylo využito difrakční rentgenografické metody pro detekci zbytkových napětí. Difrakční měření byla provedena pomocí difraktometru *PROTO iXRD COMBO* v uspořádání tzv.  $\omega$ -goniometru se zářením rentgenky s chromovou anodou (viz. Obrázek 72) při napětí 20 kV a proudu 4 mA. Analýza proběhla na difrakčních rovinách  $\{211\}$  fáze  $\alpha$ -Fe, kterým při použití záření  $CrK\alpha$  odpovídá difrakční maximum  $2\theta \approx 156,4$ . Hodnoty zbytkových napětí byly vypočteny z mřížkových deformací stanovených na základě experimentálních závislostí  $2\theta(\sin^2\psi)$  za předpokladu dvojosého stavu zbytkové napjatosti ( $\theta$  je difrakční úhel,  $\psi$  – úhel mezi povrchem vzorku a difraktujícími mřížkovými rovinami). Závislosti  $2\theta^{211}(\sin^2\psi)$  byly měřeny ve dvou azimutech  $L$  a  $T$ . Difraktované záření bylo zaznamenáváno dvěma lineárními detektory, které jsou umístěny na obou stranách kolimátoru a zpracováno pomocí software *XRD Win 2000*.

Určení hodnot makroskopických zbytkových napětí proběhlo za pomoci softwaru *XRD Win 2000*. Difrakční úhel  $2\theta^{211}$  byl stanoven jako těžiště difraktovaného dubletu  $CrK\alpha$  na mřížkových rovinách  $\{211\}$  fáze  $\alpha$ -Fe autokorelační metodou. Při výpočtu napětí byly použity rentgenografické elastické konstanty  $\frac{1}{2}s_2 = 5,75 \text{ TPa}^{-1}$ ,  $s_1 = -1,25 \text{ TPa}^{-1}$ . Experimentální chyba uvedená u jednotlivých naměřených hodnot je směrodatnou odchylkou dle algoritmu výpočtu zbytkových napětí metodou “ $\sin^2\psi$ ”.



*Obrázek 72 Difrakční zařízení Proto IXRD Combo,*

- 1 - optické kabely, 2- rentgenka, 3- detektory, 4 - pracovní stůl, 5 - lineární posuvy v ose x a y, 6 - rotační posuv, 7 - převodník, 8 - posuv v ose z, 9 - pc pro vyhodnocování dat, 10 - ruční ovládání

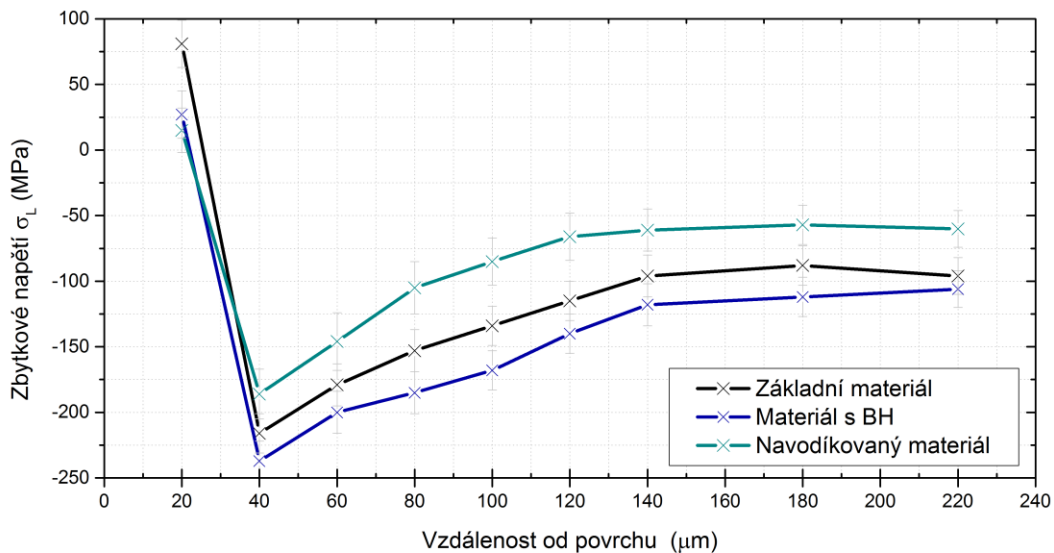
Parametry měření:

- doba expozice 1 s,
- 15 expozic na jedno naměřené difrakční maximum,
- použití cylindrického kolimátoru o průměru 2 mm
- oscilace zdroje napětí v rozsahu  $\pm 3^\circ$ ,
- měřeno při 13 náklonech, tzn. celkem získáno 13 difrakčních maxim.

## **12.1. Hlubkový gradient zbytkových napětí pro různé druhy úpravy materiálu**

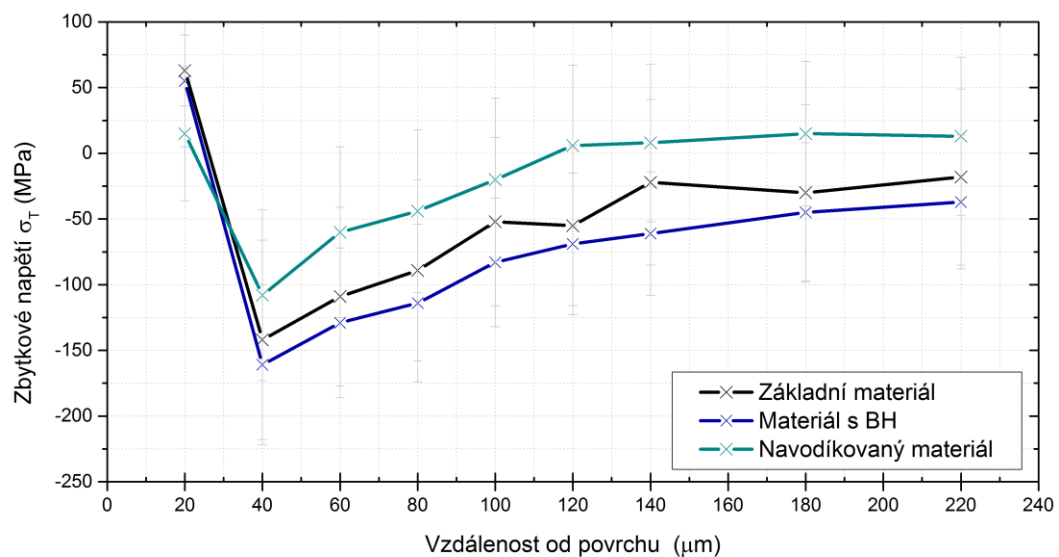
Pro průběhy jednotlivých zbytkových napětí v závislosti na hloubce od povrchu proběhla analýza pro zjištění napěťového hlubkového gradientu. Tato analýza proběhla pro základní materiál, materiál s BH a pro experimentálně nasycený materiál vodíkem (elektrolyticky zinkován).

Pro zjištění hloubkového gradientu bylo nutné postupně odebírat povrchovou vrstvu a v dané hladině provést měření pomocí rentgenové difrakce. Aby nedošlo k ovlivnění zbytkových napětí vlivem úběru materiálu, byla použita technologie beznapěťového leštění. Pomocí elektrolytu a elektrického proudu dojde k rozrušení povrchové vrstvy a následně k její odstranění. V prvním kroku bylo nutné odebrat povrchovou vrstvu AlSi, aby měření probíhalo na základním substrátu. Obrázek 73 znázorňuje průběhy pro jednotlivé druhy úprav materiálu v longitudinálním směru. Gradient je zaznamenán v hloubkách od 20 po 220  $\mu\text{m}$ . Na hladině 20  $\mu\text{m}$  se naměřily hodnoty v tahovém módu, kde tato nestabilita oproti ostatním hodnotám je zřejmě způsobena v nízké hodnotě odstranění povrchové vrstvy. Zbytková vrstva AlSi mohla ovlivnit měření, protože v dřívější analýze povlaku pomocí optického mikroskopu byla naměřena tloušťka okolo 30  $\mu\text{m}$ . První reprezentativní hodnota je tedy v hloubce 40  $\mu\text{m}$ , která se pohybuje v rozmezí -160 až -240 MPa v závislosti na úpravě materiálu. Celkově lze pozorovat podobný průběh, kde dochází při zvětšující se hloubce k poklesu hodnot tlakových zbytkových napětí. Nejnižše položená křivka je pro základní materiál s BH. Vyšší hodnoty vykazuje průběh pro materiál bez BH a nejvyšší zbytková napětí byla naměřena u navodíkových vzorků. K ustálení hodnot došlo zhruba ve hloubce 140  $\mu\text{m}$ , tento trend byl pozorován pro všechny průběhy.



Obrázek 73 Hloubkový gradient zbytkového napětí ve směru podélném se zkušební vzorkem (směr L)

Obrázek 74 znázorňuje průběhy pro jednotlivé druhy úprav materiálu v transverzálním směru. Trend průběhu napětí je obdobný jako u longitudinálního směru, ale všechny hodnoty jsou posunuty blíže směrem do kladných napětí. Nejnižší napětí bylo zaznamenáno opět v hloubce 40  $\mu\text{m}$  o velikosti -160 – 115 MPa. S narůstající hloubkou od povrchu materiálu se hodnoty zbytkových napětí blížily ke kladnému módu. Pro vzorky v navodíkováném stavu došlo k zaznamenání i malých kladných hodnot. K ustálení došlo v hloubce 140  $\mu\text{m}$  shodně pro všechny tři testované materiály. Nejvyšší tlaková napětí, byla naměřena obdobně jako v longitudinálním směru u vzorků s BH.



Obrázek 74 Hloubkový gradient zbytkového napětí ve směru kolmém se zkušební vzorkem (směr T)

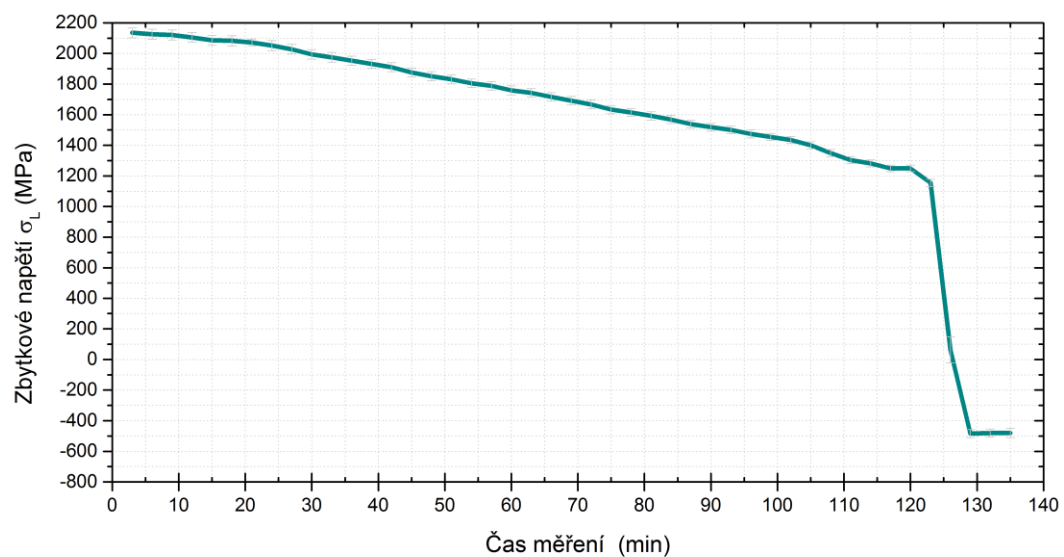
## 12.2. Průběh zbytkových napětí při ohybovém zatížení zkušební vzorku

Z důvodu objasnění průběhu makroskopických zbytkových napětí v materiálu při zatížení a následném porušení zkušební vzorku, proběhla rentgenografická analýza při stálém zatížení. Experimentálně nasycený vzorek vodíkem byl ve speciálním příslušenství difrakčního zařízení pro čtyřbodový ohyb deformován o průhybu 8mm (viz. Obrázek 76). Při tomto průhybu došlo k měření na vrchní ploše do doby, než se materiál porušil.

Obrázek 75 podrobně zobrazuje konkrétní průběh hodnot zbytkových napětí v závislosti na čase. Časový inkrement mezi jednotlivými body je zhruba 3 minuty, které vyjadřují interval pro měření jednoho bodu.

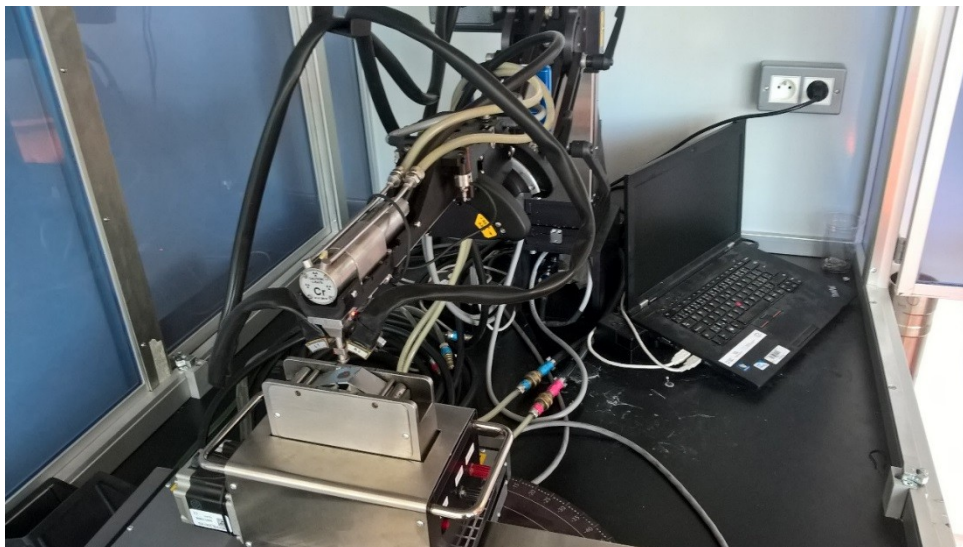


Nejvyšší zaznamenaná hodnota je v prvním bodě o velikosti 2130 MPa. S přirůstajícím časem až na malé výkyvy dochází rovnoměrně k poklesu napětí. Zlom přichází v čase 130 minut, zde došlo skokově k velkému propadu, z důvodu destrukce materiálu. Klesající trend hodnot je výsledkem postupného rozvoje mikrotrhlin ve struktuře materiálu, kde vznikající dutinky pohlcují tahové zbytkové napětí. Tento jev probíhal tak dlouho, než se vzorek zlomil a došlo tím kompletně k relaxaci napětí. Proto hodnoty po porušení vykazují záporné – tlakové napětí.



Obrázek 75 Průběh makroskopických napětí při stálém ohybovém zatížení

Obrázek 76 zobrazuje upnutí vzorku v ohybovém zařízení, které je umístěné v difraktometru Proto. Svazek rentgenografických paprsků dopadá na odleštěnou kruhovou oblast. Analýza probíhala v hloubce 40-60  $\mu\text{m}$ , jedná se o hloubku kde, je už pouze základní materiál. Z předchozích poznatků se prokázalo působení vodíku převážně v podpovrchové oblasti, proto byla snaha provést měření co nejvíce u povrchu, kde již nejsou zbytky povlakové vrstvy ovlivňující výsledné hodnoty.



*Obrázek 76 Zkušební vzorek upnutý v zařízení pro čtyřbodový ohyb umístěný v difrakčním zařízení*

### 12.3. Vyhodnocení rentgenografické analýzy

Z hlediska soudržnosti materiálu se požadují makroskopická zbytková napětí tlakového charakteru, která eliminují tvorbu vnitřních mikrotrhlin a jejich šíření. Oproti tomu napětí tahového druhu napomáhají k porušení vnitřní struktury a možnému vzniku lomu. Na základě výsledků gradientu zbytkových napětí pro jednotlivé druhy vzorků lze konstatovat prokazatelný vliv vodíku na napětí vyskytující se na povrchu materiálu. Všechny hodnoty u navodíkováného vzorku vykazují hodnoty bližší tahovým napětím, které reprodukuje větší náchylnost vzniku lomu při zatížení. Největší tlakové napětí bylo naměřeno u vzorku s BH efektem, kde tento jev byl způsoben nízkoteplotním popuštěním během tepelného procesu. Z tohoto hlediska je nejvíce odolný vůči porušení.

Hodnoty naměřené při stálém ohybovém zatížení vypovídají o klesajícím charakteru hodnot směrem k tlakovým napětím. Velikost zbytkových napětí ve struktuře materiálu může být maximálně na mezi kluzu. Naměřené hodnoty jsou však vyšší, mez kluzu pro testovaný materiál je zhruba 1500 MPa, ale maximální naměřená hodnota zbytkového napětí je 2120 MPa. Důvod spočívá ve výpočtu výsledného napětí, který vychází z rozdílu mřížkového parametru, kde se jako výchozí bere ideální mřížka. Dalším parametrem ovlivňující zbytková napětí při plastické deformaci může být textura. Výsledná křivka popisuje postupnou relaxaci napětí vlivem rozvoje mikrotrhlin, kdy se při vzniku lomu skokově změní mód napětí z tahového na tlakový.

### 13. Závěr

Předkládaná disertační práce se zabývá možným využitím martenzitických ultra-vysokopevnostních ocelí pro stavbu karoserie automobilu. Z pohledu současného výzkumu a vývoje konstrukce karoserie, který je cíleně zaměřen především na zvyšování bezpečnosti posádky automobilu při současném snižování hmotnosti vozu, je téma disertační práce více než aktuální. Pro výzkum prováděný v rámci řešení disertační práce byla využita (vývojová) mangan-bórová ocel určená pro tváření za tepla s dosažitelnou mezí pevnosti v tahu až 2200 MPa. Uvedený materiál je v současné době stále ve fázi vývoje a probíhá optimalizace chemického složení a tepelného zpracování s cílem odstranění všech nežádoucích jevů bránících jeho sériovému nasazení v průmyslové výrobě. Z důvodu vysokého podílu martenzitu ve struktuře materiálu je jedním z problémů degradace mechanických vlastností vlivem vodíkové křehkosti. Analyzovaný materiál je primárně vyvíjen pro nejexponovanější výlisky zajišťující bezpečnost posádky automobilu. Z hlediska návrhu, kontroly i technologické stability výroby jsou na tyto díly kladeny enormní nároky. Řešení disertační práce je zaměřeno na možné degradační procesy mechanických vlastností důsledkem technologických procesů využívaných při sériové výrobě výlisků. Z mnoha faktorů ovlivňujících užité vlastnosti ultra-vysoko pevnostních výlisků při sériové výrobě byla experimentální část řešení disertační práce zaměřena především na degradační procesy materiálu důsledkem vodíkové křehkosti a vznikem tzv. BH efektu (Bake Hardening) u materiálů procházejících tepelnou zátěží při lakování vozu. Pro lepší porozumění řešené problematice byly v teoretické části detailně popsány procesy výroby, zpracování, způsoby nanášení ochranných povlaků a s tím souvisejících vysvětlení možného vzniku vodíkové křehkosti u ultra-vysoko pevnostních materiálů tvářených za tepla (tzv. PHS ocele).

Podstatou práce bylo stanovit metodiku provádění a vyhodnocení experimentálních testů s cílem kvantifikace degradačních procesů PHS ocelí vlivem vodíkové křehkosti a BH efektu, na základě kterých by bylo možné následně zavádět tento typ ocelí do výroby.

Úvodní část experimentu byla věnována metodice přípravy zkušebních vzorků pro mechanické testy. Testovány byly dvě technologie, které se standardně používají pro dělení těchto typů ultra-vysokopevnostních ocelí a to technologie řezání laserem a technologie dělení vodním paprskem.

Možné ovlivnění řezné hrany bylo stanoveno na základě statické zkoušky tahem, měření mikrotvrdomosti dle Vickerse a metalografických výbrusů v oblasti řezné hrany. Z výsledků, výše uvedených mechanických zkoušek prezentovaných v textové části disertační práce, je patrné, že řezání laserem i vodním paprskem negativně ovlivňuje testovaný materiál. Na základě těchto zjištění byla zvolena jako nejvhodnější technologie přípravy vzorků technologie řezání laserovým paprskem s následným broušením řezných hran s hloubkou úběru 0,3 mm. Z metalografických snímků řezné plochy je vidět, že zvolená velikost úběru by pro danou tloušťku testovaného materiálu měla zaručit úplné odstranění tepelně ovlivněné vrstvy. Tento postup přípravy vzorků byl následně použit pro všechny prováděné testy mechanických vlastností i degračních procesů.

Případná degradace mechanických vlastností testovaných materiálů důsledkem vodíkové křehkosti se ve většině případů projevuje při dlouhodobém zatížení. Z tohoto důvodu bylo nutné navrhnout a vyrobit jednoúčelové přípravky pro tento typ dlouhodobých zkoušek, na základě kterých byl hodnocen možný vznik vodíkové křehkosti u testovaného materiálu. Pro experimenty prováděné v rámci řešení disertační práce byly zvoleny zkoušky jednoosým namáháním a zkouška tříbodovým ohybem. S ohledem na technické vybavení pracoviště byla zkouška jednoosým tahem prováděna na zařízení pro cyklické namáhání, kde bylo nutné zkonstruovat přípravek pro upínání zkušebních vzorků. Konstrukce druhého přípravku pro testy tříbodovým ohybovým namáháním vycházela z předpokladu dlouhodobého zatížení vzorku a možnosti umístění přípravku s testovaným vzorkem do klimatické komory. Přípravek byl proto navržen tak, aby vyvození zatěžující síly probíhalo nezávisle na dalším strojním zařízení a jeho velikost umožňovala umístění do klimatické komory. Korektní technický návrh a funkčnost navrženého přípravku prokázaly následné zkoušky ohybem prezentované v disertační práci.

Pomocí navržených přípravků byly realizovány dlouhodobé zkoušky při tahovém a ohybovém zatížení, na základě kterých byla vyhodnocována náchylnost materiálu na vodíkovou křehkost. U zatížení jednoosým tahem byly podmínky voleny tak, aby napětí vyvolané ve vzorku odpovídalo 90% meze pevnosti v tahu. Tato metodika vychází z normy ČSN EN 2832. Hodnotící kritérium zkoušky spočívá v odolnosti proti porušení nebo tvorbě trhlin na zkušebním vzorku pod zatížením po dobu minimálně 100 hodin.

Pokud dojde k porušení zkušební vzorku v kratším časovém úseku než 100 hodin, indikuje výsledek zkoušky nebezpečí působení vodíkové křehkosti. V rámci experimentu byly testovány tímto způsobem dvě sady vzorků, a to vzorky bez tepelného zatížení a vzorky s tepelným procesem simulujícím lakování plechu (plechy s BH efektem). Všechny testované vzorky po tepelné zátěži (s BH efektem) při tahovém zatížení 90%  $R_m$  po dobu 100 hodin nevykázaly známky vzniku makro ani mikro trhliny. Naopak u dvou z pěti vzorků bez tepelného zatížení (bez BH efektu) došlo v průběhu zatížení jednoosým tahem k porušení v celém průřezu. Při testech materiálu pomocí tříbodového ohybu byly použity dvě prostředí. V prvním případě byly vzorky testovány při podmínkách označovaných jako RT (Room Temperature), kdy vlhkost vzduchu ani teplota nebyla nijakým způsobem regulována a pohybovala se v rozmezí běžných hodnot. V druhém případě byly vzorky exponovány v klimatické komoře při teplotě 80°C a vlhkosti 95%. Při ohybovém zatížení byly voleny 4 úrovně zatížení (průhybů) vzorků tak, jak je popsáno v textové části disertační práce. Při podmínkách označovaných jako RT nedošlo k porušení u žádného vzorku z obou testovaných skupin (vzorky s a bez tepelného zatížení, s a bez BH efektu) vystavených ohybovému napětí. Zkoušky v klimatické komoře pro základní materiál (bez BH efektu) prokázaly vliv zvýšené teploty a vlhkosti na degradační procesy mangan-bórové ocele, kdy k porušení došlo u všech vzorků, s výjimkou vzorků zatížených nejmenším průhybem 5 mm. Vzorky s BH efektem vykazovaly porušení pouze pro maximální hodnotu průhybu 11mm. Na základě dlouhodobých zkoušek lze prokazatelně pozorovat pozitivní vliv BH efektu na degradační procesy mangan-bórové ocele a negativní vliv zvýšené teploty a vlhkosti na náchylnost materiálu k vodíkové křehkosti.

Z důvodu prokázání náchylnosti materiálu k degradaci mechanických vlastností důsledkem vodíkové křehkosti bylo nutné sadu vzorků experimentálně nasytit difuzním vodíkem. Pro tento účel byla použita metoda galvanického pokovení, při které dochází k difúzi vodíku do testovaného materiálu. Na rozdíl od většiny konvenčně používaných ocelí, kde tento proces negativním způsobem degraduje plastické vlastnosti materiálů, nedošlo u testované mangan-bórové oceli ke zhoršení mechanických vlastností (při statické zkoušce tahem), ale naopak k pozitivním změnám. Při realizaci dlouhodobých zkoušek však vzorky vykazovaly nestabilní chování, kdy došlo k porušení ve všech případech v krátkém časovém horizontu.

Vzorky po dlouhodobých zkouškách, u nichž došlo k porušení, byly podrobeny analýze lomové plochy pro konkrétní identifikaci vzniku trhliny. Všechny analyzované vzorky vykazovaly převážně v podpovrchové oblasti interkrystalické porušení. Vzorky bez tepelného zatížení (bez BH efektu) vykazují vyšší podíl interkrystalického lomu oproti vzorkům s BH efektem. Z lomových ploch je patrné, že obsah vodíku zvyšuje podíl interkrystalického lomu a negativně tak ovlivňuje mechanické vlastnosti ultra-vysokopevnostních ocelí. Pomocí termoevoluční elementární analýzy bylo stanoveno množství vodíku ve struktuře materiálu. Analýza proběhla na vzorcích, které byly v předchozím kroku dlouhodobě zatěžovány na ohyb. Největší obsah vodíku byl v souladu s provedeným experimentem naměřen u vzorků, které byly pomocí galvanického pokovení nasyceny vodíkem. Nejnižší množství naopak u vzorků testovaných při podmínkách označovaných jako okolní prostředí (pokojeová teplota, standardní vlhkost prostředí). Zvýšený obsah vodíku u vzorků z klimatické komory je důsledek difúze vodíku z vlhkého prostředí klimatické komory při zvýšené teplotě. Na základě provedených výzkumů lze stanovit jako kritickou hodnotu obsahu vodíku ve struktuře testovaného materiálu na 4,5 ppm. Vyšší obsah vodíku než uvedená hodnota vede k zvýšenému nebezpečí degradace materiálu důsledkem vodíkové křehkosti.

V rámci řešení disertační práce byla dále testována možnost identifikace vodíkové křehkosti pomocí nedestruktivní zkoušky zbytkových napětí zjišťovaných metodou rentgenové difrakce. Uvedená metodika identifikace vodíkové křehkosti vychází z předpokladu, že množství vodíku ve struktuře bude ovlivňovat velikost napětí v martenzitické struktuře testovaného materiálu. Provedené analýzy prokázaly správnost navrženého postupu a přímou souvislost velikosti zbytkových napětí se vznikem vodíkové křehkosti u testovaného materiálu. Vzorky podrobené tepelnému zatížení (vzorky s BH efektem) vykazují nejvyšší hodnotu zbytkových tlakových napětí, které mají ovšem z pohledu kinetiky vzniku lomu pozitivní efekt. Výsledky difrakčních analýz proto plně potvrzují závěry formulované na základě mechanických zkoušek v tahu a ohybu. Je patrné, že rentgenovou difrakční metodu pro detekci zbytkových napětí v materiálu je možné využít jako ukazatel náchylnosti materiálu na vodíkovou křehkost.

Přínos disertační práce spočívá ve stanovení prakticky využitelné metodiky hodnocení vodíkové křehkosti pro výlisky z ultra-vysokopevnostních ocelí tvářených za tepla (PHS oceli) s výslednou martenzitickou strukturou s využitím standardních i vysoce sofistikovaných materiálových testů. Byla stanovena metodika výroby zkušebních vzorků s důrazem na eliminaci tepelného ovlivnění a zachování původních mechanických vlastností materiálu. Pro dlouhodobé materiálové testy identifikace vodíkové křehkosti byly navrženy, zhotoveny a funkčně testovány dva druhy přípravků pro vyvození tahové a ohybové napjatosti. Na základě výsledků byly definovány parametry ovlivňující výsledky zkoušek a stanoveny hodnotící kritéria pro posuzování nebezpečí vzniku vodíkové křehkosti u ultra-vysokopevnostních martenzitických materiálů. Součástí práce je i návrh možného využití rentgenové difrakce jakožto možné sofistikované metody pro stanovení náchylnosti materiálu na vodíkovou křehkost. Potenciál uvedené metody je možné spatřovat v nedestruktivním způsobu prokázání náchylnosti materiálu k vodíkové křehkosti. Touto metodou by se mohly výrazným způsobem zkrátit procesy vedoucí ke konečnému nasazení těchto v současné době vývojových materiálů do sériové výroby.

Z pohledu provedených testů, na základě kterých byly formulovány závěry předkládané disertační práce, doporučuji výzkum rozšířit i na ostatní vysokopevnostní oceli v kombinaci s různou tloušťkou materiálu a různým tepelným zpracováním, které má rozhodující vliv na konečné užité vlastnosti materiálu. Problematika výroby a zpracování ultra-vysokopevnostních ocelí představuje komplexní problematiku v oblasti materiálového inženýrství, technologií a dalších odvětví strojírenského průmyslu a jsem si vědom, že předkládaná práce řeší jen jednu z mnoha dílčích částí dané problematiky. I přes výše uvedené se domnívám, že pro další prohloubení poznatků a výzkum v této oblasti by se mohla detailněji uplatnit rentgenografická analýza, která by mohla být využita jako stěžejní metodika pro nedestruktivní hodnocení vodíkové křehkosti.



## **Seznam příloh**

1. Protokoly ze statické zkoušky tahem
2. Statistický test analýzy rozptylu pro jednotlivé parametry
3. Proces galvanického zinkování
4. Výkresová dokumentace přípravku pro tahové namáhání
5. Výkresová dokumentace přípravku pro ohybové namáhání
6. Zobrazení lomové plochy



## Příloha 1

### 1.1 Protokol statické zkoušky tahem pro materiál řezaný laserem se zabroušenou hranou bez BH efektu

# Zwick / Roell

Standardní protokol

**Zk. parametry:**

Zákazník  
Zkoušel(a)  
Norma  
Materiál : 100  
Snímač síly : GTM 250KN  
Průtahoměr, snímač dráhy: Zwick/Roell BTC-EXMULTI.010  
Upínací čelisti : Zwick/Roell B8803.00.00  
Zkušební systém : Řízení v.č.: 173358  
Příčnik v.č.: 173358  
Síla v.č.: 173359 250 kN  
MultiXtens v.č.: 173363

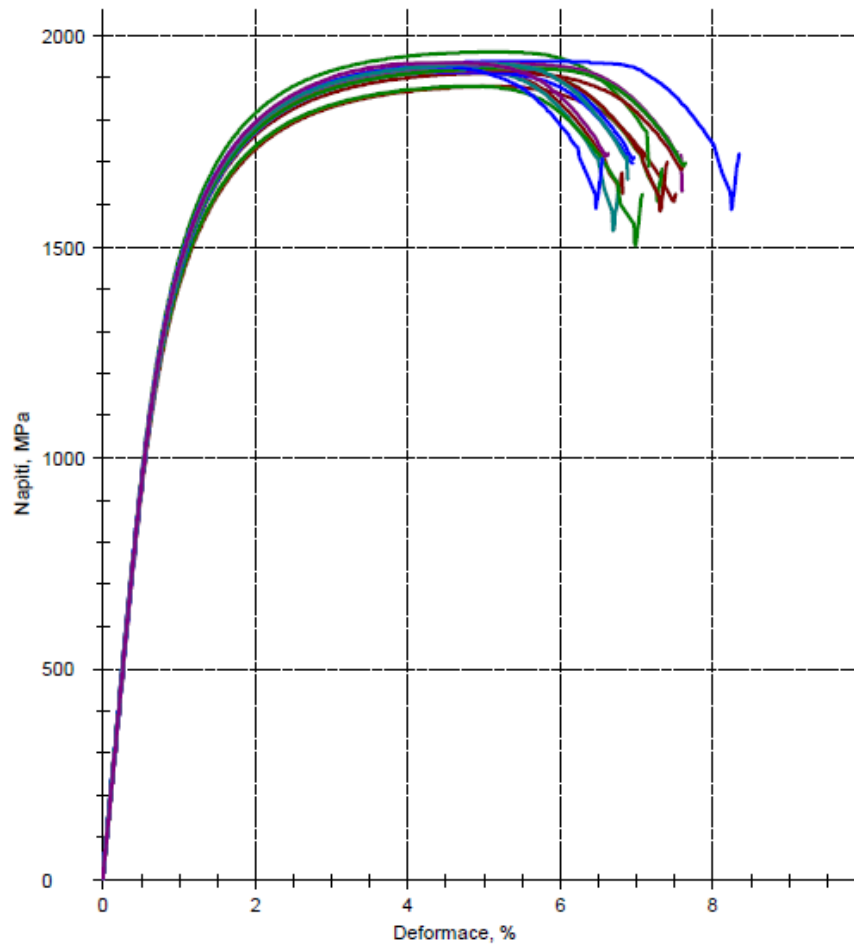
**Výsledky:**

Legenda	Nr	a0 mm	b0 mm	S0 mm <sup>2</sup>	L0 mm	E GPa	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A <sub>50</sub> mm %	A <sub>80</sub> mm %
	1	1,49	12,25	18,25	50,00	189,7	1348,18	1879,44	4,12	6,66	5,71
	2	1,47	12,24	17,99	50,00	192,9	1430,01	1961,61	4,12	6,29	5,47
	3	1,49	12,23	18,22	50,00	192,5	1406,27	1939,26	4,57	7,46	6,38
	±4	1,49	12,23	18,22	50,00	187,1	1435,32	1948,11	3,28	3,83	3,62
	5	1,49	12,24	18,24	50,00	191,3	1398,68	1933,76	3,98	6,75	5,71
	6	1,5	12,24	18,36	50,00	191,9	1383,18	1915,43	3,58	5,98	5,08
	7	1,5	12,24	18,36	50,00	191,8	1393,71	1917,86	3,93	6,49	5,53
	8	1,49	12,26	18,27	50,00	190,3	1396,93	1928,20	3,76	6,08	5,21
	9	1,5	12,26	18,39	50,00	188,2	1397,26	1917,94	3,74	5,90	5,09
	±10	1,49	12,23	18,22	50,00	187,4	1408,25	1915,55	3,29	4,06	3,77
	11	1,49	12,23	18,22	50,00	189,3	1391,15	1911,73	4,22	6,72	5,79
	12	1,49	12,23	18,22	50,00	194,7	1343,24	1879,88	3,87	6,24	5,35
	13	1,5	12,24	18,36	50,00	194,1	1369,19	1914,69	3,61	6,09	5,16
	±14	1,48	12,23	18,10	50,00	189,2	1427,25	1948,48	3,39	4,02	3,78
	15	1,49	12,25	18,25	50,00	185,6	1423,49	1932,09	4,38	6,61	5,77
	16	1,5	12,25	18,38	50,00	189,3	1407,19	1918,88	3,98	6,50	5,56
	17	1,5	12,25	18,38	50,00	191,1	1388,50	1922,70	4,33	6,76	5,85
	18	1,5	12,27	18,41	50,00	187,5	1423,32	1926,98	3,38	5,65	4,80
	19	1,49	12,27	18,28	50,00	188,5	1412,62	1932,85	3,99	6,01	5,25
	20	1,49	12,27	18,28	50,00	189,7	1412,96	1936,61	3,40	5,72	4,85

# Zwick / Roell

## Standardní protokol

Grafické záznamy zkoušek:



Statistika:

n = 17	a0 mm	b0 mm	S0 mm <sup>2</sup>	L0 mm	E GPa	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A <sub>50 mm</sub> %	A <sub>80 mm</sub> %
$\bar{x}$	1,493	12,25	18,29	50,00	190,5	1395,64	1921,76	3,94	6,35	5,44
s	0,007717	0,0138	0,10	0,00	2,4	24,37	19,89	0,34	0,46	0,41
v	0,52	0,11	0,55	0,00	1,26	1,75	1,04	8,54	7,28	7,45

strana 2/2



## 1.2 Protokol statické zkoušky tahem pro materiál řezaný laserem se zabroušenou hranou s BH efektem



### Zk. parametry:

Zákazník  
Zkoušel(a)  
Norma  
Materiál  
Snímač síly : GTM 250KN  
Průtahoměr, snímač dráhy : Zwick/Roell BTC-EXMULTI.010  
Upínací čelisti : Zwick/Roell B8803.00.00  
Zkušební systém : Řízení v.č.: 173358  
Příčnick v.č.: 173358  
Síla v.č.: 173359 250 kN  
MultiXtens v.č.: 173363

### Výsledky:

Legenda	Nr	S0 mm <sup>2</sup>	L0 mm	E GPa	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A50mm %	A90mm %
■ ■ ■	1	18,83	50,00	195,2	1505,89	1846,77	3,65	6,59	5,49
■ ■ ■	2	18,95	50,00	194,6	1517,20	1862,75	<del>2,60</del>	<del>2,87</del>	<del>2,77</del>
■ ■ ■	3	18,70	50,00	192,8	1507,85	1852,27	3,50	6,26	5,23
■ ■ ■	4	18,83	50,00	194,6	1518,06	1863,46	3,61	6,11	5,17
■ ■ ■	5	18,68	50,00	195,0	1521,28	1860,06	<del>2,68</del>	<del>2,27</del>	<del>2,22</del>
■ ■ ■	6	18,81	50,00	194,0	1487,88	1843,90	3,60	5,52	4,80
■ ■ ■	7	18,95	50,00	200,2	1485,13	1843,21	3,68	6,66	5,54
■ ■ ■	8	18,83	50,00	195,5	1501,44	1851,81	3,69	6,04	5,16
■ ■ ■	9	18,95	50,00	193,5	1513,92	1874,65	3,53	5,88	5,00
■ ■ ■	10	18,83	50,00	194,4	1507,74	1848,58	3,38	5,64	4,79
■ ■ ■	11	18,98	50,00	196,0	1509,11	1850,51	3,64	5,89	5,04
■ ■ ■	12	18,98	50,00	194,8	1506,04	1851,56	3,76	6,58	5,52
■ ■ ■	13	18,84	50,00	193,1	1521,73	1865,05	<del>2,60</del>	<del>2,24</del>	<del>2,16</del>
■ ■ ■	14	18,84	50,00	195,4	1500,75	1857,36	3,76	6,27	5,33

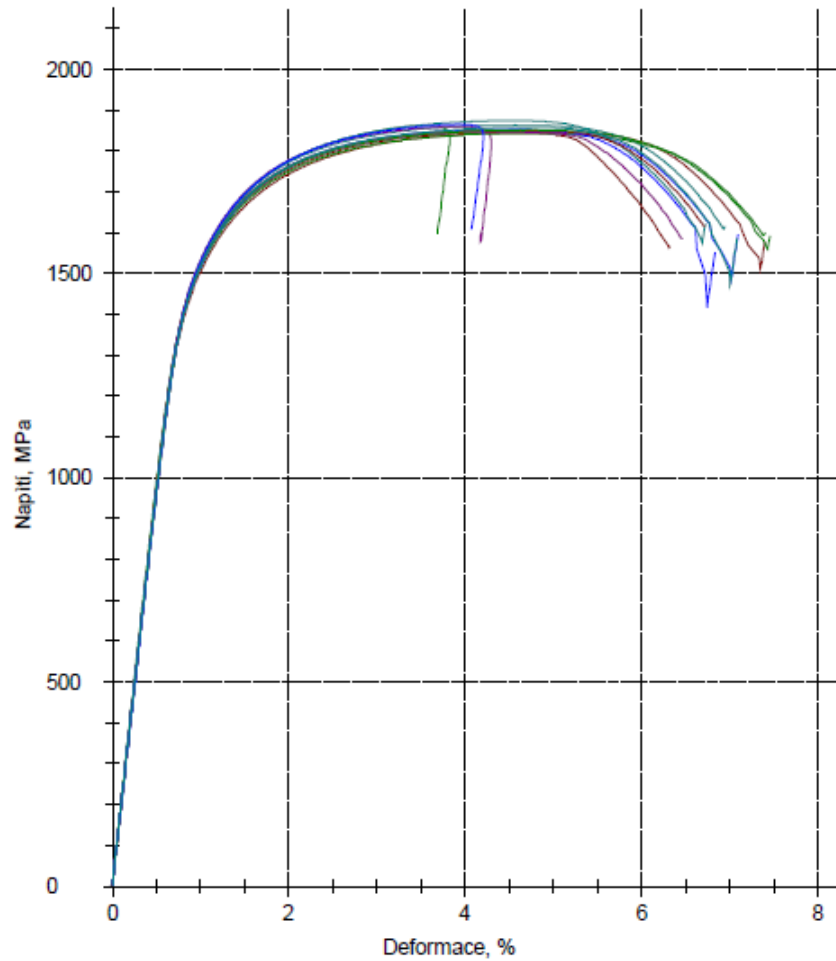
### Statistika:

Série n = 14	S0 mm <sup>2</sup>	L0 mm	E GPa	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A50mm %	A90mm %
x	18,86	50,00	194,9	1507,43	1855,14	3,62	6,13	5,19
s	0,10	0,00	1,8	11,14	9,07	0,11	0,38	0,27
v	0,51	0,00	0,90	0,74	0,49	3,16	6,26	5,14

# Zwick / Roell

Standardní protokol

Grafické záznamy zkoušek:



strana 2/2

### 1.3 Protokol statické zkoušky tahem pro materiál řezaný laserem se zabroušenou hranou, který byl experimentálně nasycen difuzním vodíkem



Zk. parametry:

Zákazník  
Zkoušel(a)  
Norma  
Materiál  
Snímač síly : G1m ZENITH  
Průtahoměr, snímač dráhy : Zwick/Roell BTC-EXMULTI.010  
Upínací čelisti : Zwick/Roell B8803.00.00  
Zkušební systém : Řízení v.č.: 173358  
Příčnik v.č.: 173358  
Síla v.č.: 173359 250 kN  
MultiXtens v.č.: 173363

Výsledky:

Legenda	Nr	S0 mm <sup>2</sup>	L0 mm	E GPa	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A50 mm %	A80 mm %
■	1	17,40	50,00	204,2	1518,81	1994,32	<del>3,33</del>	<del>3,70</del>	<del>3,56</del>
■	2	17,30	50,00	204,3	1539,12	1996,39	<del>2,66</del>	<del>2,60</del>	<del>2,68</del>
■	3	17,42	50,00	203,8	1513,62	1990,24	4,03	5,17	4,74
■	4	17,27	50,00	206,0	1515,34	1983,52	2,80	2,85	2,83
■	5	17,37	50,00	204,9	1533,92	1998,82	<del>3,38</del>	<del>3,47</del>	<del>3,44</del>
■	6	17,55	50,00	201,9	1535,29	1946,40	2,27	2,35	2,32

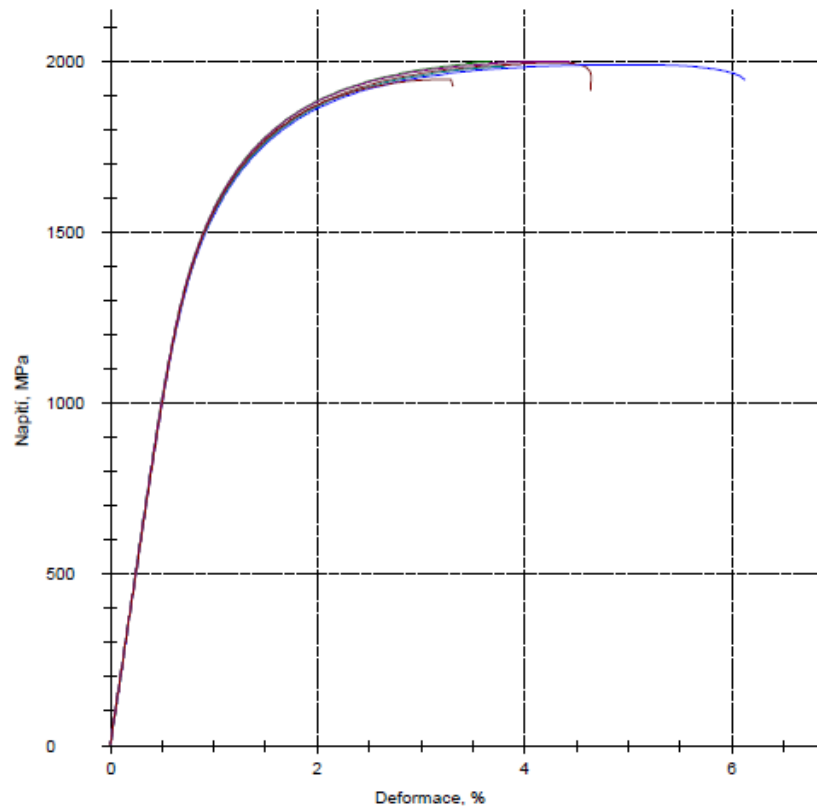
Statistika:

Série n = 6	S0 mm <sup>2</sup>	L0 mm	E GPa	Rp 0,2 MPa	Rm MPa	Ag %	A50 mm %	A80 mm %
x	17,39	50,00	204,2	1526,02	1984,95	3,03	3,46	3,30
s	0,10	0,00	1,4	11,31	19,63	0,90	1,51	1,28
v	0,59	0,00	0,66	0,74	0,99	29,80	43,52	38,72

# Zwick / Roell

Standardní protokol

Grafické záznamy zkoušek:



## Příloha 2

### Statistický test analýzy rozptylu pro jednotlivé parametry

#### Analýza rozptylu

##### Vliv BH: Laser x Laser BH

Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$

###### SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	13	17849	1373	102,6667
Column 2	13	17030	1310	586

###### ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	25798,5	1	25798,5	74,92304	7,61E-09	4,259677
Within Groups	8264	24	344,3333			
Total	34062,5	25				

Anova: Single Factor  $R_m$

###### SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	13	23946	1842	335,3333
Column 2	13	23504	1808	83,33333

###### ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	7514	1	7514	35,8949	3,48E-06	4,259677
Within Groups	5024	24	209,3333			
Total	12538	25				

Anova: Single Factor  $A_{50mm}$ 

## SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	13	68,9	5,3	0,628083
Column 2	13	78,5	6,038462	0,073764

## ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	3,544615	1	3,544615	10,10081	0,004049	4,259677
Within Groups	8,422169	24	0,350924			
Total	11,96678	25				

**Vliv BH: Laser broušeno x Laser broušeno BH**Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$ 

## SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Column 1	20	27996,7	1399,835	625,2637
Column 2	14	21104,02	1507,43	124,1751

## ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	95337,4	1	95337,4	226,0806	4,65E-16	4,149097
Within Groups	13494,29	32	421,6965			
Total	108831,7	33				



Anova: Single Factor  $R_m$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	38482,05	1924,103	403,6245
<u>Column 2</u>	14	25971,94	1855,139	82,34227

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	39167,25	1	39167,25	143,4154	2,31E-13	4,149097
<u>Within Groups</u>	8739,314	32	273,1036			
<u>Total</u>	47906,57	33				

Anova: Single Factor  $A_{50mm}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	119,82	5,991	0,939304
<u>Column 2</u>	11	67,44	6,130909	0,147229

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	0,138916	1	0,138916	0,208528	0,651326	4,182964
<u>Within Groups</u>	19,31907	29	0,666175			
<u>Total</u>	19,45799	30				

## Vliv BH: Voda x Voda BH

Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$

### SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	18408	1416	116
<u>Column 2</u>	13	17173	1321	346,6667

### ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	58662,5	1	58662,5	253,5843	2,93E-14	4,259677
<u>Within Groups</u>	5552	24	231,3333			
<u>Total</u>	64214,5	25				

Anova: Single Factor  $R_m$

### SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	24128	1856	627,8333
<u>Column 2</u>	13	23556	1812	207,6667

### ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	12584	1	12584	30,12328	1,21E-05	4,259677
<u>Within Groups</u>	10026	24	417,75			
<u>Total</u>	22610	25				

Anova: Single Factor  $A_{50mm}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	71,5	5,5	0,516883
<u>Column 2</u>	13	75,4	5,8	0,271683

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	0,585	1	0,585	1,483705	0,235036	4,259677
<u>Within Groups</u>	9,4628	24	0,394283			
<u>Total</u>	10,0478	25				

**Vliv BH: Voda broušeno x Voda broušeno BH**Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	18265	1405	386,6667
<u>Column 2</u>	13	19448	1496	295,5

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	53826,5	1	53826,5	157,8104	4,82E-12	4,259677
<u>Within Groups</u>	8186	24	341,0833			
<u>Total</u>	62012,5	25				



Anova: Single Factor  $R_m$

SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	25103	1931	255,5
<u>Column 2</u>	13	24336	1872	228,1667

ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	22626,5	1	22626,5	93,56237	9,38E-10	4,259677
<u>Within Groups</u>	5804	24	241,8333			
<u>Total</u>	28430,5	25				

Anova: Single Factor  $A_{50mm}$

SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	81,9	6,3	0,406933
<u>Column 2</u>	13	83,2	6,4	0,555567

ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	0,065	1	0,065	0,135065	0,716458	4,259677
<u>Within Groups</u>	11,55	24	0,48125			
<u>Total</u>	11,615	25				

**Vliv zabroušení hran: Laser x Laser broušeno**Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	27996,7	1399,835	625,2637
<u>Column 2</u>	13	17030	1310	586

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	63584,4	1	63584,4	104,2256	1,95E-11	4,159615
<u>Within Groups</u>	18912,01	31	610,0649			
<u>Total</u>	82496,41	32				

Anova: Single Factor  $R_m$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	38482,05	1924,103	403,6245
<u>Column 2</u>	13	23946	1842	335,3333

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	53109,49	1	53109,49	140,8033	4,64E-13	4,159615
<u>Within Groups</u>	11692,86	31	377,1892			
<u>Total</u>	64802,36	32				

Anova: Single Factor  $A_{50\text{mm}}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	68,9	5,3	0,628083
<u>Column 2</u>	20	119,82	5,991	0,939304

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	3,761972	1	3,761972	4,594316	0,040034	4,159615
<u>Within Groups</u>	25,38378	31	0,818832			
<u>Total</u>	29,14575	32				

**Vliv zabroušení hran: Voda x Voda broušeno**Anova: Single Factor  
 $R_{p0,2}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	18265	1405	386,6667
<u>Column 2</u>	13	17173	1321	346,6667

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	45864	1	45864	125,0836	5,29E-11	4,259677
<u>Within Groups</u>	8800	24	366,6667			
<u>Total</u>	54664	25				



Anova: Single Factor  $R_m$

SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	25103	1931	255,5
<u>Column 2</u>	13	24128	1856	627,8333

ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	36562,5	1	36562,5	82,78302	3,01E-09	4,259677
<u>Within Groups</u>	10600	24	441,6667			
<u>Total</u>	47162,5	25				

Anova: Single Factor  $A_{50mm}$

SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	81,9	6,3	0,406933
<u>Column 2</u>	13	71,5	5,5	0,516883

ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	4,16	1	4,16	9,006116	0,006191	4,259677
<u>Within Groups</u>	11,0858	24	0,461908			
<u>Total</u>	15,2458	25				

## Vliv použité technologie: Laser x Voda

Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$

### SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	17173	1321	346,6667
<u>Column 2</u>	13	17030	1310	586

### ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	786,5	1	786,5	1,686562	0,206395	4,259677
<u>Within Groups</u>	11192	24	466,3333			
<u>Total</u>	11978,5	25				

Anova: Single Factor  $R_m$

### SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	23946	1842	335,3333
<u>Column 2</u>	13	24128	1856	627,8333

### ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	1274	1	1274	2,64544	0,116908	4,259677
<u>Within Groups</u>	11558	24	481,5833			
<u>Total</u>	12832	25				



Anova: Single Factor  $A_{50mm}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	13	68,9	5,3	0,628083
<u>Column 2</u>	13	71,5	5,5	0,516883

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	0,26	1	0,26	0,454162	0,506805	4,259677
<u>Within Groups</u>	13,7396	24	0,572483			
<u>Total</u>	13,9996	25				

**Vliv použité technologie: Laser broušeno x Voda broušeno**Anova: Single Factor  $R_{p0,2}$ 

## SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	27996,7	1399,835	625,2637
<u>Column 2</u>	13	18265	1405	386,6667

## ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	210,1842	1	210,1842	0,394413	0,534588	4,159615
<u>Within Groups</u>	16520,01	31	532,9036			
<u>Total</u>	16730,19	32				



Anova: Single Factor  $R_m$

SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	38482,05	1924,103	403,6245
<u>Column 2</u>	13	25103	1931	255,5

ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	374,8373	1	374,8373	1,08245	0,306197	4,159615
<u>Within Groups</u>	10734,86	31	346,286			
<u>Total</u>	11109,7	32				

Anova: Single Facto  $A_{50mm}$  r

SUMMARY

<u>Groups</u>	<u>Count</u>	<u>Sum</u>	<u>Average</u>	<u>Variance</u>
<u>Column 1</u>	20	119,82	5,991	0,939304
<u>Column 2</u>	13	81,9	6,3	0,406933

ANOVA

<u>Source of Variation</u>	<u>SS</u>	<u>df</u>	<u>MS</u>	<u>F</u>	<u>P-value</u>	<u>F crit</u>
<u>Between Groups</u>	0,752275	1	0,752275	1,02598	0,318946	4,159615
<u>Within Groups</u>	22,72998	31	0,733225			
<u>Total</u>	23,48225	32				

## Příloha 3

### Proces galvanického zinkování

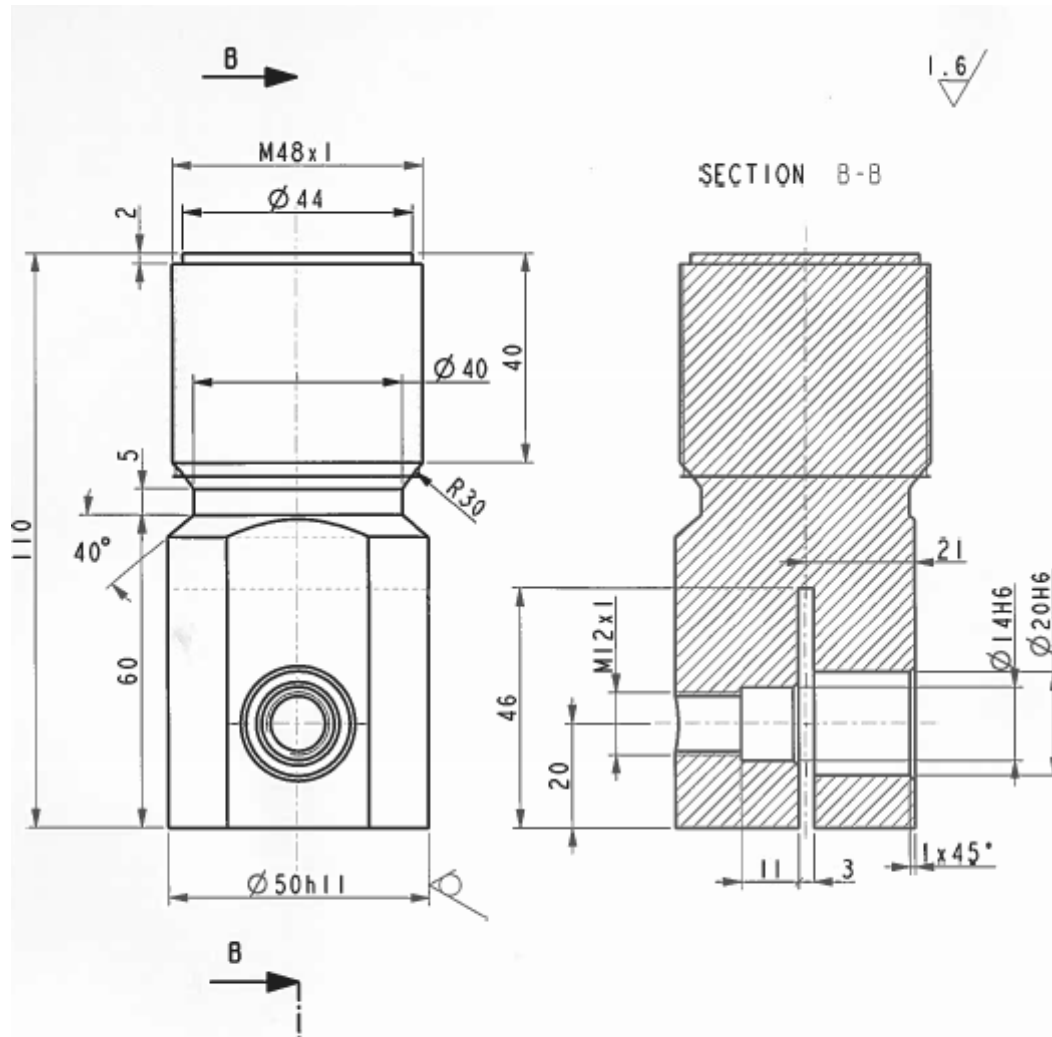
Pof. číslo	156	Plocha dílu (dm <sup>2</sup> )	4.00		
Kód výrobku	9999997	Jízdní řád			
Počet kusů na plnou KT	75	Typ programu	Zn		
Počet závěsů na plnou KT	2	Postup, průvodka	23690177		
Datum vstupu	21.04.2016	Čas vstupu	13.11	Číslo stojanu	1
Datum výstupu	21.04.2016	Čas výstupu	15.26	Čas na stojanu	11.05
Pozice	Čas (skut.)	Čas (zad.)	Prošlé Ah	Teploty	Fun.vana
P.24 Chem. odmaštění	04:23	03:30		55	
P.25 Chem. odmaštění	03:56	03:00		61	
P.26 Oplach po chem. odmaš.	02:46	00:05			
P.27 2* stud.oplachu po mořen	04:22	00:05			
P.29 Odkládací pozice	18:17	15:00	<b>SILNĚ MOČIČKA</b>		
P.30,31 Moření 1,2	00:00	04:00			0
P.28 1* stud.oplachu po mořen	01:53	00:05			
P.33 Reverzní odmaštění	00:00	00:00		0	
Katodický cyklus	00:00	00:00	0		
Anodický cyklus	00:00	02:30	0		
P.34 Anodické odmaštění	03:13	02:15	34	60	
P.35 Oplach po anod. odma.	01:42	00:15			
P.36 2* SO po Zn/ZnNi	00:00	00:05			
P.41/46 Ekon. oplach po Zn	01:02	00:15			41
P.39,40 ZnNi	00:00	00:00	0	0	0
P.42-45 Zn	29:25	29:00	344	24	42
P.37 Dekap	00:00	00:30			
P.38 Oplach po dekapu	00:30	00:15			
P.32 3* SO po Zn/Zn-Ni	03:05	00:10			
P.23 Tenká pasivace	00:38	00:40		0	
P.22 Pasivace SC	00:00	02:00			
P.21 1* SO po ten./tlus. pasiv.	00:11	00:10			
P.20 2* SO po ten./tlus. pasiv.	02:43	00:05			
P.19 Tlustá pasivace	00:00	01:00		0	
P.18 oplach DEMI	00:00	00:00			
P.15 2* SO po žl. chromátu	00:00	00:00			
P.17 Žlutý chromát	00:00	00:00			
P.16 1* SO po žl. chromátu	00:00	00:00			
P.47 Silikátové utěsnění	00:31	00:30			
P.13 Silikátové utěsnění	00:00	01:00		0	
P.12 Teplý oplach	00:00	00:00		0	
P.11 Gardoclean	00:00	00:00			
P.10 Ofuk	03:08	02:00			
P.6-9 Sušení	15:09	15:00			2
P.5 Chlazení	00:00	00:00			
Číslo dílu	ProšléAh p39-Ni				
400A/každ.10ks=100A	0				
Název dílu					
Zn m.chr.sealer					

3 x 18'  
HCl 180g/l

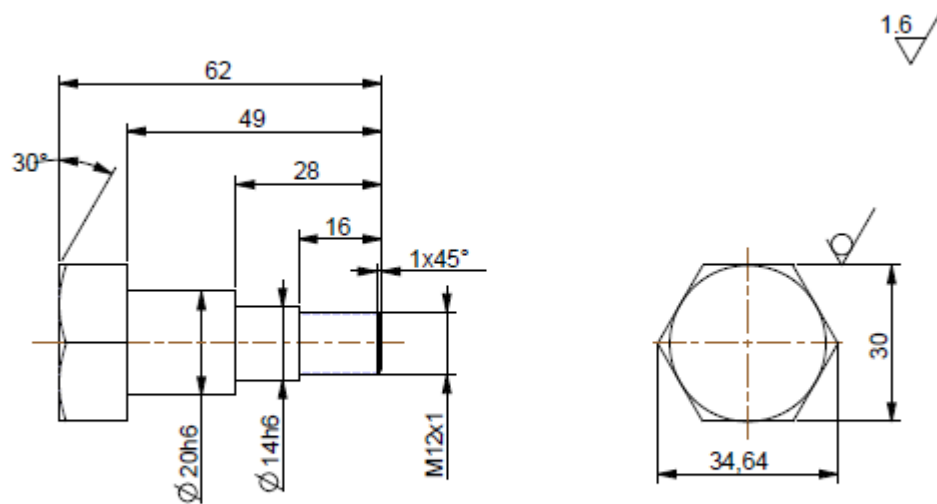
-3 x 29'

## Příloha 4

### Výkresová dokumentace přípravku pro tahové namáhání



Číslo kresby	Název - rozměr	Palcovař	Mat. kategorie	Mat. výkres	T. odp.	C. hmot.	Br. hmot.	Číslo výkresu	Pos.					
		d)	PROHÍTÁNÍ			Materiál II 523								
		c)				Palcovař KR 50h11 ČSN 42 5510.12								
		b)				Číslo hmotnosti			kg					
		a)												
	Změna	Datum	Index	Podpis	<b>TUL Liberec</b>									
M4851	Poznámka	Navrhl								<b>CELIST</b>				
1,000		Kreslil	Zažádal	NOZer										
C. sestava		Technologie			<b>0-CELIST-001</b>									
C. sestavy		Normalizace								CSs. výkres				
Starý výkres		Schválil												
Nový výkres		Datum	08-Apr-15		List 1/2									



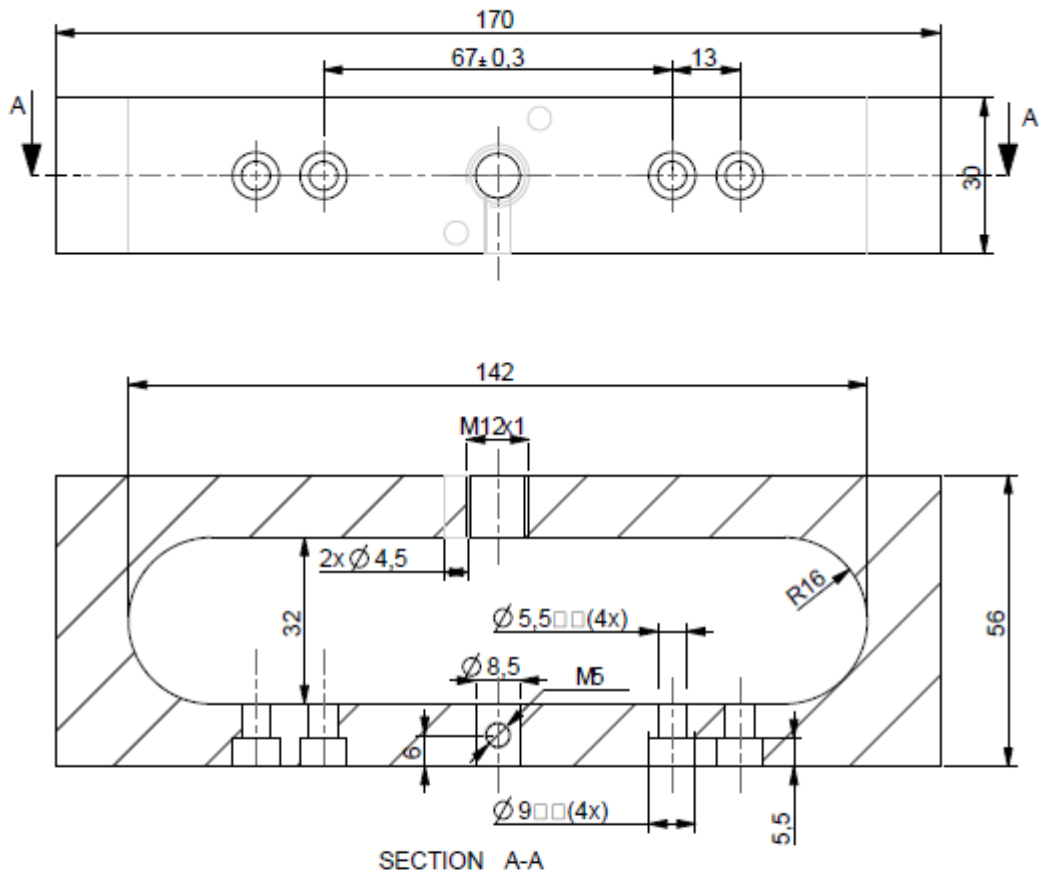
ZUSLECHTIT 1100 + 150 MPa

Počet kusů	Název - rozměr	Pokřovár	Mat. konečný	Mat. výchozí	T. odp.	C. hmot.	H. hmot.	Číslo výtisku	Pos.
		d)		PROMITANI		Material	15 260		
		c)				Pokřovár	SHR 30h11 GSN 42 6530.12		
		b)				C. tola hmotnost			kg
		a)							
	Změna	Datum	Index	Podpis					
Měřtko	Poznámka	Návrh							
1,000		Kreslil	ZUZÁNEK		Název	SROUB M20x62			
		Projektant							
C. sestavy		Technolog			Typ				
C. sestavy		Nomalizace			Číslo výtisku	***			
Stav výtisk		Schválil							
Isřj výtisk		Datum	08-Apr-15						List 1 / 1

## Příloha 5

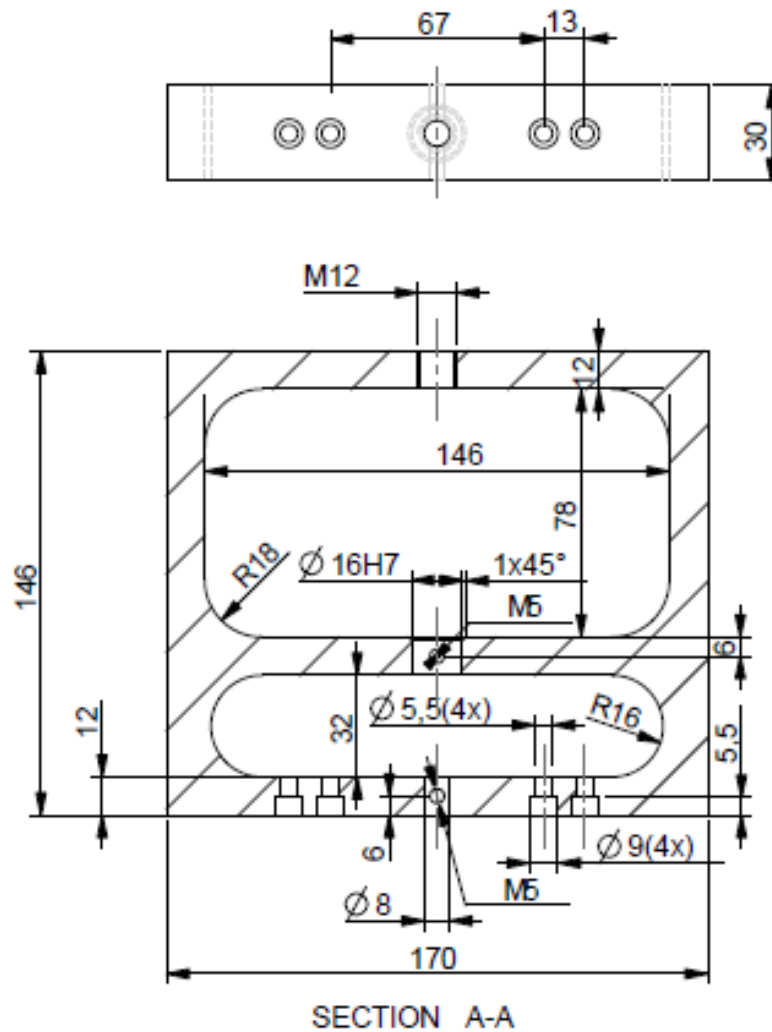
### Výkresová dokumentace přípravku pro ohybové namáhání

6.3

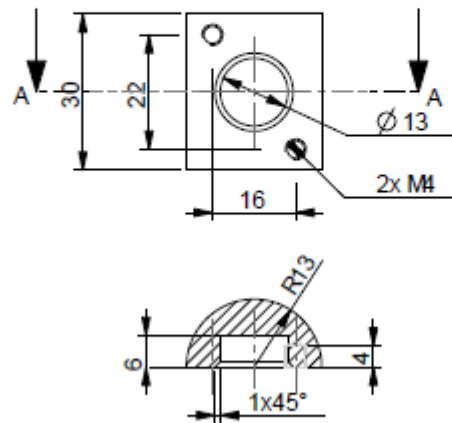


6	PLO 60x30	CSN 425522									
Počet kusů	Název - rozměr	Položka	Mat. kore.	[n]	Mat. výchozí	T.ods.	C. Jmol.	Hč.jmol.	C. slo.výkresu	Pos.	
		d)	PROMÍTÁNÍ				Material	11500			
		c)					Položka	PLO 60x30			
		b)					C. slo.hmotnost		kg		
		a)									
	Změna	Datum	Index	Podpis							
Měřtko	Poznámka	Návrh	Kresil	Zuzánek	Název	RAM					
1,000		Technolog			Typ						
C. sestav		Normalizace			C. s. výkresu	1 - 01					
Stav výkres		Schválil									
Návrh výkres		Datum	20-Nov-15			List 1 / 1					

6.3



1	PLO 150x30	CSN 425522									
Počet kusů	Název - rozměr	Polotovár	Mat. koneč. l. n.	Mat. v. chod	T. odp.	C. hmot.	H. hmot.	C. číslo v. kresu	Pos.		
		d)		PROMÍTÁNÍ			Material	11500			
		c)					Polotovár	PLO 150x30			
		b)					Celá hmotnost			kg	
		a)									
	Změna	Datum	Index	Podpis							
0,500	Merkito	Navrhl			Název	RAM_SIL					
		Kresil	Zuzánek		Typ						
		Průzkoušel			C. s. v. kresu	2 - 01					
	C. sestavy	Technolog									
	C. sestavy	Namálčace									
	Stroj v. kres.	Schválil									
	Nový v. kres.	Datum	20-Nov-15			List 1 / 1					



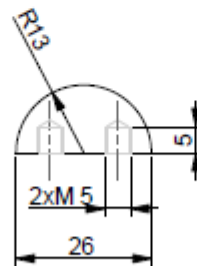
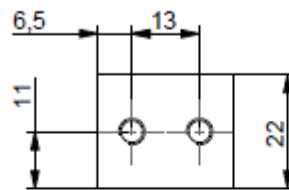
SECTION A-A

ZAKALENO NA TVRDOST 45.HRC

10	KR Ø 30	CSN 4255 10								
Počet kusů	Název - rozměr	Položka	Mat. kón.   rj	Mat. výchoz	T. odp.	C. Jmot.	H. Jmot.	C. číslo výkresu	Pos.	
		d)	PROMITÁNÍ				Material	12040		
		c)					Položka	KR Ø 30		
		b)					C. číslo hmotnosti		kg	
		a)								
	Změna	Datum	Index	Podpis						
Měřtko	Poznámka	Návrh	Kreslil	Zuzánek	Název	OPERA_VALC				
1,000										
C. sestavy		Technologie			Typ					
C. sestavy		Normalizace			C. číslo výkresu	1 - 03				
Starý výkres		Schválil								
Nový výkres		Datum	20-Nov-15			List 1 / 1				



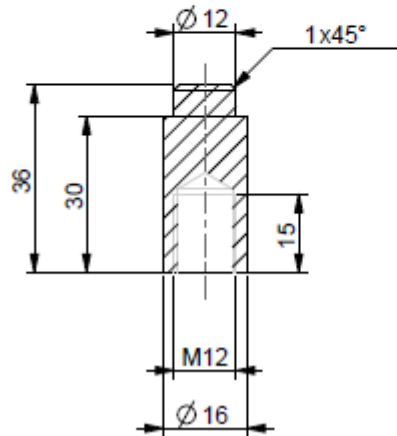
6.3



ZAKALENO NA TVRDOST 45.HRC

18	KR Ø 30	CSN 425510								
Počet kusů	Název - rozměr	Pokřovár	Mat. kone. I/nj	Mat. výchozí	T.odb.	C. Jmot.	Hr./hmot.	C. iso výtřesu	Pos.	
		d)		PROMÍTÁNÍ			Materiál	12040		
		c)					Pokřovár	KR Ø 30		
		b)					C.ista hmotnost		kg	
		a)								
	Změna	Datum	Index	Podpis						
Měřtko	Poznámka	Navrhil								
1,000		Kreštil	Zuzánek		Název					
		Průzkusil								
C. sazura		Technolog			Typ					
C. sazby		Normalizace			C. k. výtřesu					
Štěr výtř.		Schválil								
Novj výtř.		Datum	20-Nov-15							List 1 / 1

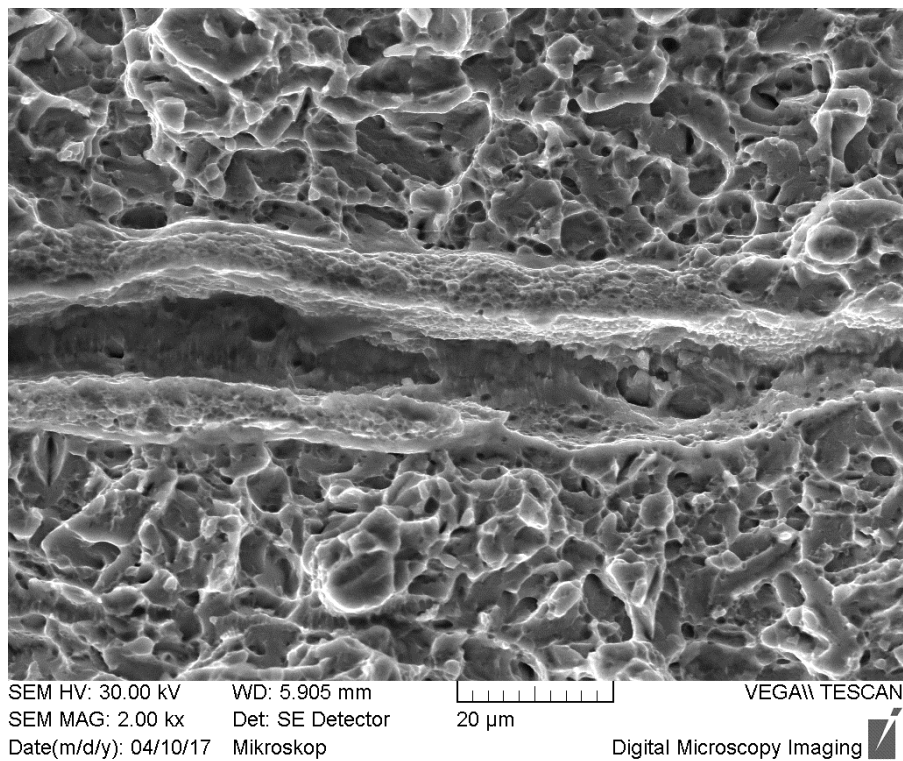
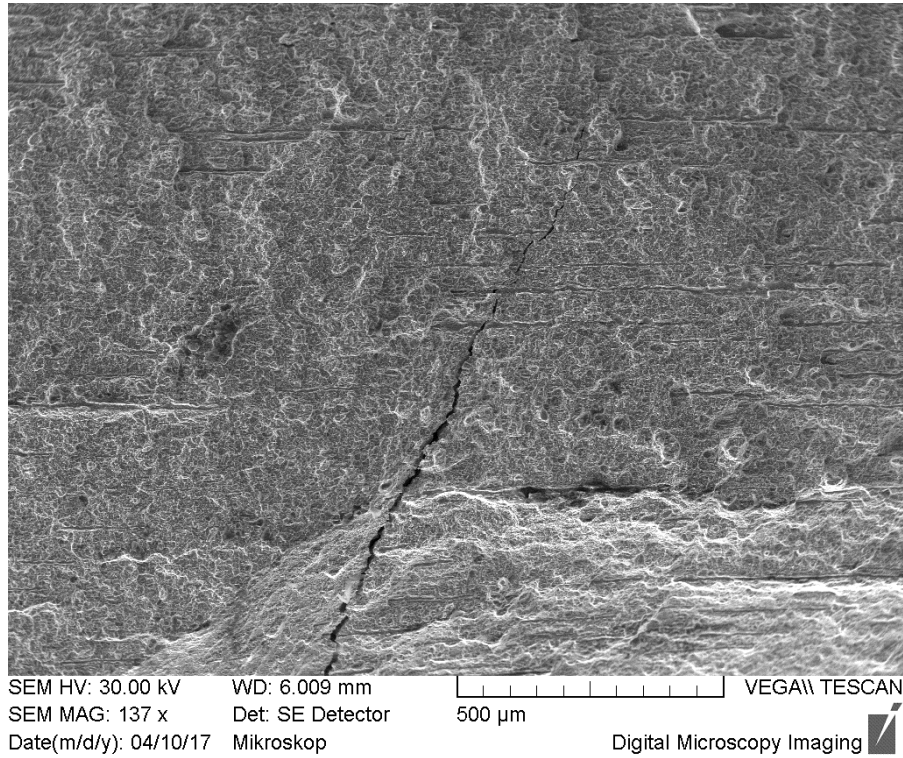
6.3

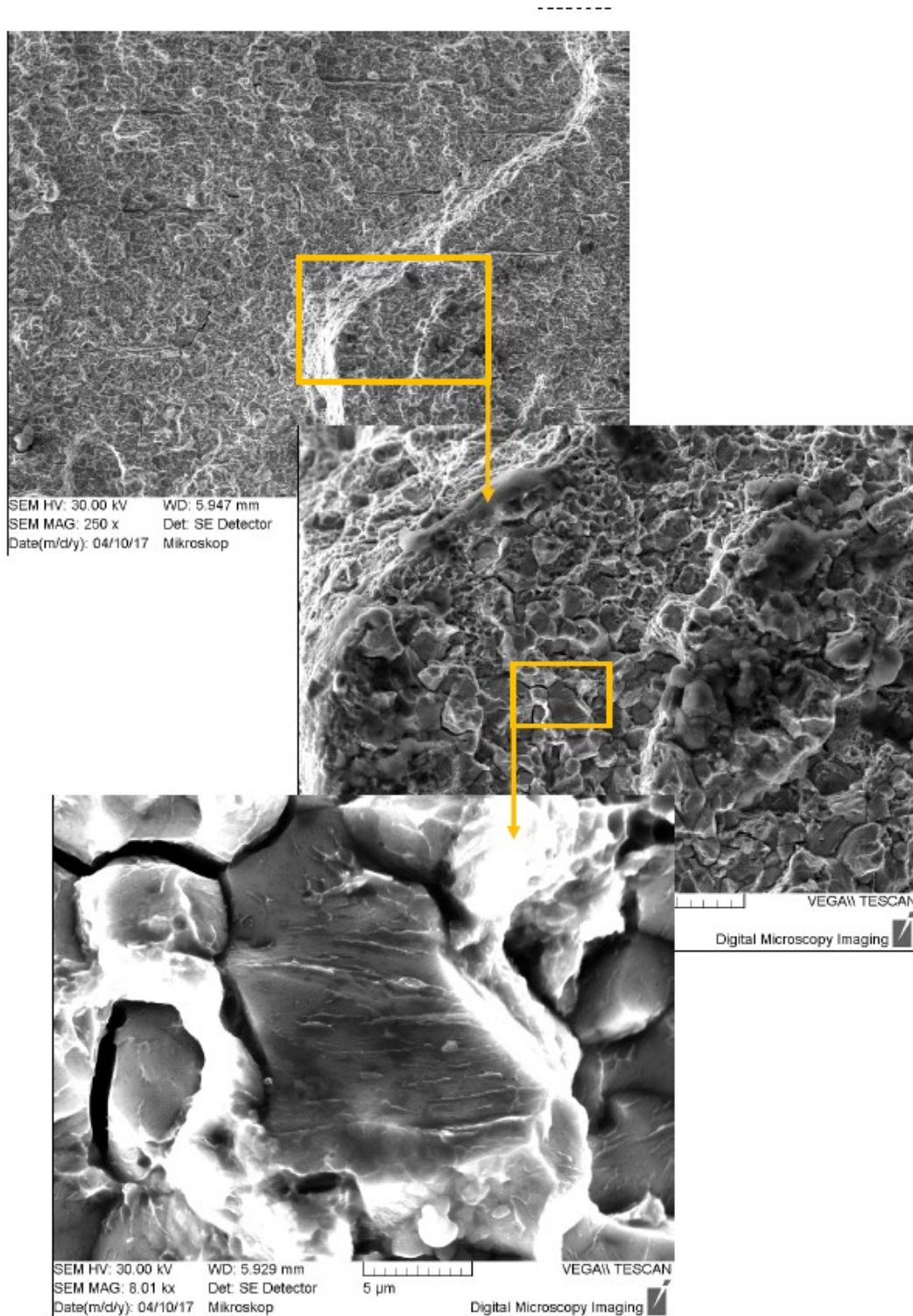


1	KR Ø 20 - 40	CSN 425510								
Počet kusů	Název - rozměr	Pokřovár	Mst. kone.   nj	Mst. výchozí	T.odp.	C. Jmot.	Hr./mot.	C. Islo výkresu	Pos.	
		d)	PROMITÁNÍ			Materiál	11500			
		c)				Pokřovár	PLO 150x30			
		b)				C. Islo hmotnost			kg	
		a)								
	Změna	Datum	Index	Podpis						
Měřtko	Poznámka	Navrh								
1,000		Kreslil	Zuzánek		Název	<b>MEZIKUS</b>				
		Technolog			Typ					
C. sestav		Namítace			C. s. výkresu	<b>2 - 02</b>				
Islo výkres		Schválil								
Naj výkres		Datum	20-Nov-15							List 1 / 1

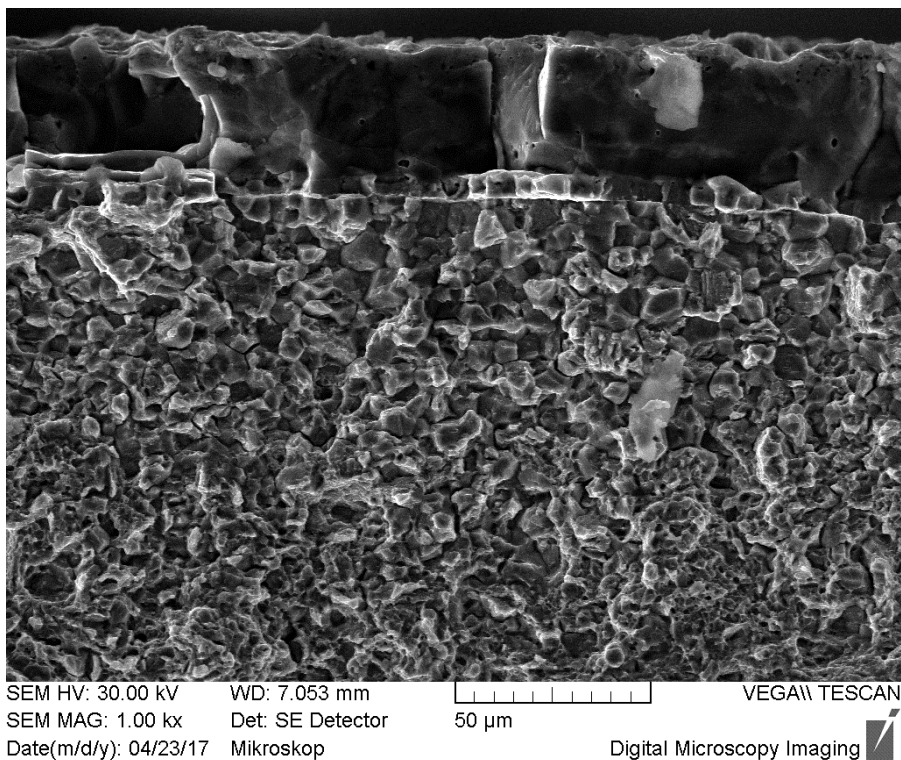
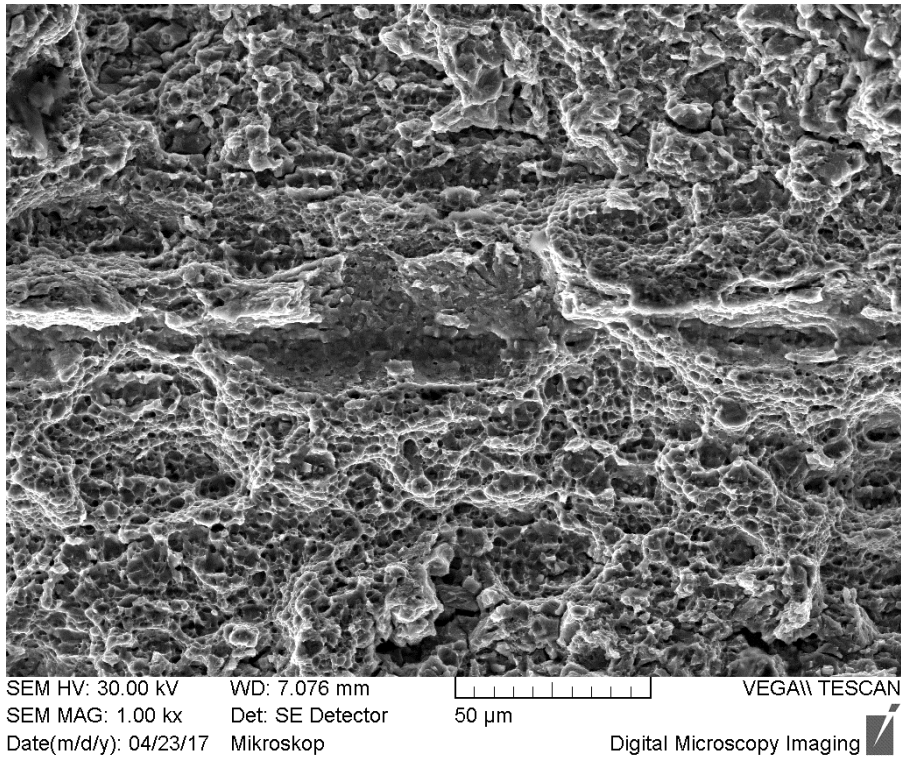
## Příloha 6

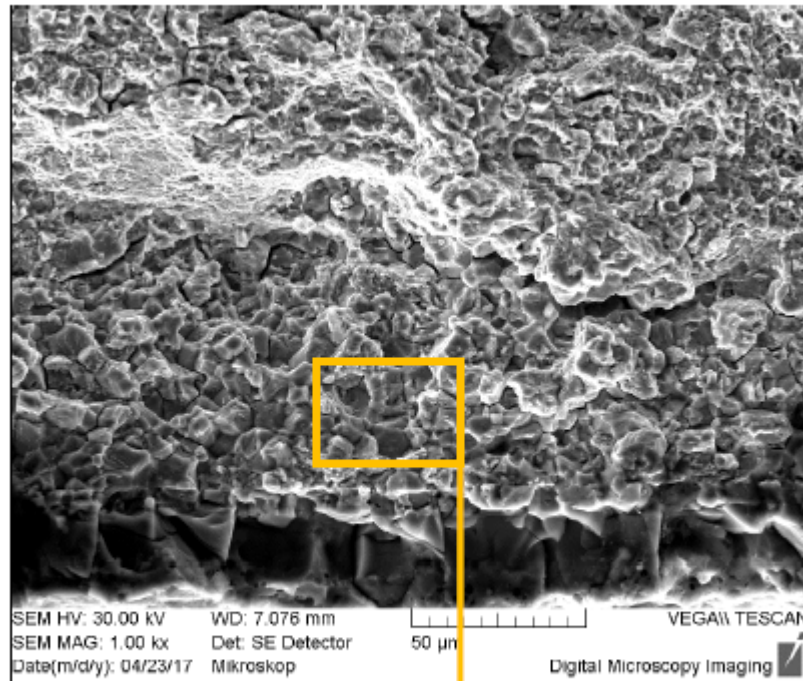
### 6.1 Lomová plocha pro vzorky bez BH



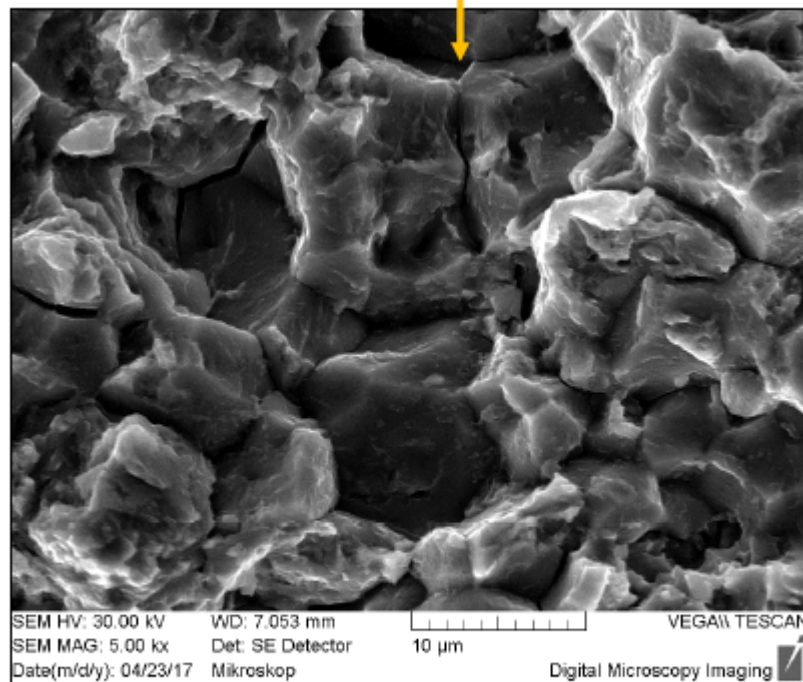


## 6.2 Lomová plocha pro vzorky bez BH



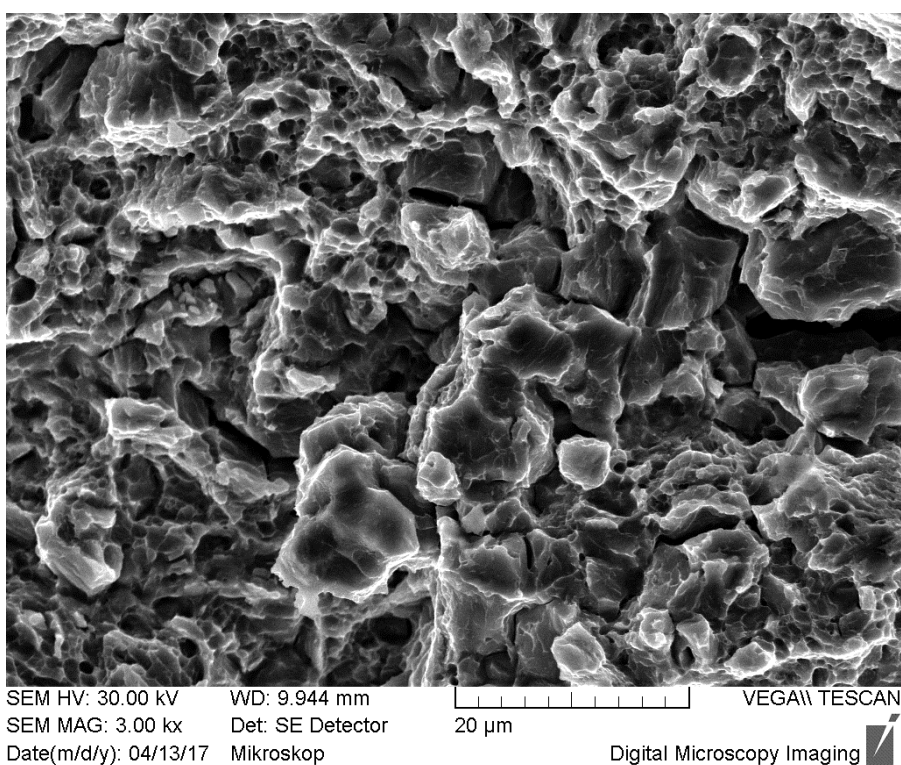
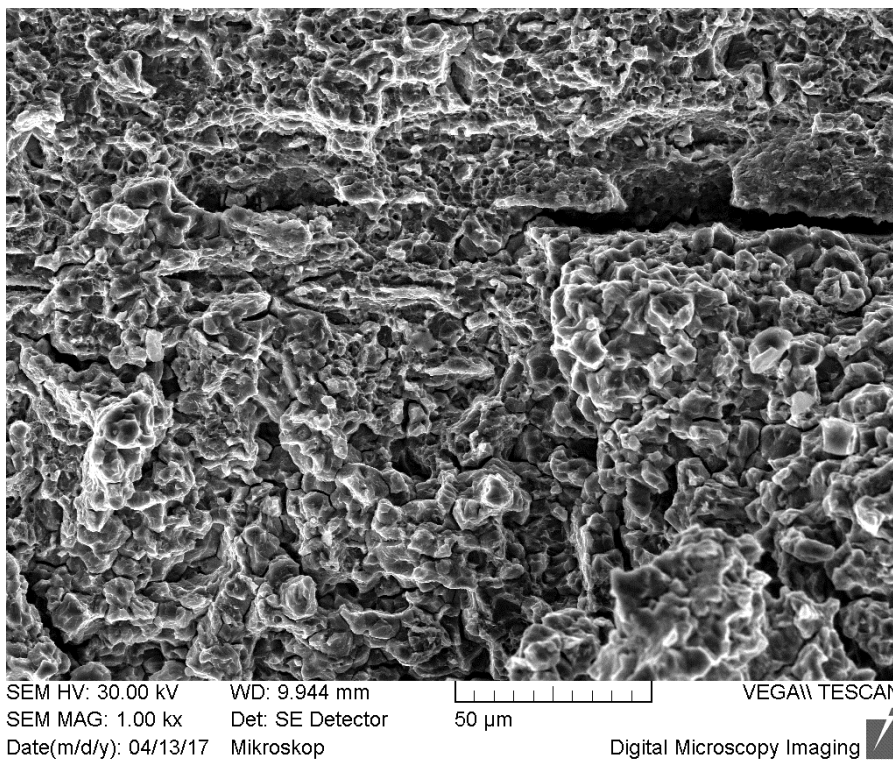


**Obr.P1-18**  
*Vzorek č.2-1; pásno počátku lomu*



**Obr.P1-19**  
*Vzorek č.2-1; pásno počátku lomu*

### 6.3 Lomová plocha pro vzorky s BH



## Literatura

- [1] GIRMAN, V., HRABÁČOVÁ, V. *Kovové materiály automobilových konstrukcí – karoséria a karosarske plechy*. *Materials Engineer* 2012, ISSN 1337 - 8953
- [2] BILLUR, E. Scientific Outlook, Presented at AP-T Future Forming Seminar, March 25<sup>th</sup>, 2015
- [3] BILLUR, E., ALTAN, T. *Hot Stamping of Boron Steels*, Workshop on Advanced Sheet Metal Forming and Stamping Technology 2015
- [4] ENRIGUE, C., Internetový článek *Volkswagen Passat (2015)* [online]. [cit. 2016-02- 11] Dostupné z: <https://www.km77.com/01/volkswagen/passat/2015/tecnicamotores-materiales-312441-p.html>
- [5] LABUDDE, T., BLECK, W., *Presshärten - Entwicklungstrends für den Leichtbau*. Tagungsband 26. Aachener Stahlkollquium, 19. und 20. Mai 2011
- [6] MERKLEIN, M., LECHLER, J., STÖHR, T., SVEC, T., *Herstellung von funktionsoptimierten Bauteilen im Presshärtprozess*. *Stahl und Eisen*, Vol. 130, Nr. 6, S. 51-57, 2010
- [7] VOESTALPINE, *Hot-dip galvanized steel strip*. Data sheet, March 2017, [cit. 2016- 02- 11] Dostupné z: <http://www.voestalpine.com/thinkzinc/phs-ultraform-R/Prozess>.
- [8] *Inovativní technologie v automobilovém průmyslu. 2007*. MM spektrum [online]. [cit. 2016-06-14]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/inovativni-technologie-v-automobilovem-prumyslu.html>
- [9] LEHMANN, H., *Rollenherdöfen für die Wärmebehandlug beim Presshärten*, Praxishandbuch Thermoprozesstechnik, 2. Auflage, Vol. II, Vulkan-Verlag Essen, S. 455-476, 2011
- [10] LEHMANN, H., *Developments in the Field of Schwartz Heat Treatment Furnaces for Press hardening Industry*, Proceedings of the 3rd International Conference of Hot sheet metal forming of high-performance steel, Kassel, 2011
- [11] AutoForm Engineering GmbH, *Effiziente Simulation von Hotforming und Abschreckprozessen*, Zürich, August 2011
- [12] Internetový článek *ArcelorMittal: Hot Stamped B-pillar solution*, [online]. [cit. 2016-08- 01] Dostupný z: <http://automotive.arcelormittal.com/tailoredblanks/1830/1836/1844>



- [13] ŘÁDA, Aleš. 2010. *Návrh nástroje pro výrobu tvarových přístřihů* Brno  
Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [14] Internetový článek: *Karosserie 1*, [online].[cit. 2017-07- 09]. Dostupné z:  
<http://www.kfz-tech.de/Biblio/Karosserie/Karosserie01.htm>
- [15] WIBERG, S., LAUMEN, C., *Method for press hardening of metals*, Europa Patent  
EP2088213A1, 12. August 2009
- [16] Schwartz GmbH, *Leichter und steifer dank Presshärten*, [Online]. [cit. 2016- 08-  
01]. Dostupné z: [www.industrie-forum.net](http://www.industrie-forum.net). [Abgerufen Oktober 2012]
- [17] . DOSDAT, L., PETITJEAN, J., VIETORIS, T., CLAUZEAU, O., *Corrosion  
Resistance of different metallic coatings on press-hardened steels for Automotive*,  
Steel Research International, Vol. 82, S. 726-733, 2011
- [18] . MURRAY J., *The Al-Si (Aluminum-Silicon) Systém*, Bulletin of Alloy Phase  
Diagrams, Vol. 5, Nr. 1, 1984
- [19] FAN, D., COOMAN B., *State-of-the-Knowledge on coating systems for hot  
stamped parts*, Steel Research international, Vol. 83, S. 412-433, 2012.
- [20] SCHVEDLER, O., JÜTTNER, S., *Formhärten im Automobilbau*, Institut für  
Werkstoff und Fügetechnik, Wolfsburg, Autouni 2013
- [21] TRPČEVSKÁ, J., MRAŽIKOVÁ, A., KOLLÁROVÁ, M., HEIKINHEIMO, E.,  
*Influence of Annealing on the Phase Composition of Hot Dip Galvanized Steel  
Coatings*, Hutnické listy č. 1/2009 – Povrchová ochrana kovů
- [22] ZIMOVCÁK, P., *Vývoj žárove pozinkovaných plechů pro automobilový průmysl*.  
In: Sborník přednášek, 14. konference žárového zinkování, Třebíč, 2008, s 95 – 107
- [23] KOLLÁROVÁ, M., ZMRZLÝ, M., SCHNEEWEISS, S., PARILÁK, L.,  
ĎURIŠIN, J., *Characterization of Phase Composition in The Coatings of  
Galvanized Steel Sheets*, Metal 2007, Hradec nad Moravicí
- [24] REB Research Blog, *Much of the chemistry you learned is wrong*, [online].[cit.  
2018-20- 05]. Dostupné z: <http://www.rebresearch.com/blog/much-of-the-chemistry-you-learned-is-wrong/#comments>
- [25] LICHOROBIEC, V., *Vliv vodíku na pevnost a svařitelnost vysokopevných  
martenzitických ocelí pro automobilové aplikace*[online], [cit. 2016-05-15].  
Dostupné z:  
[http://dspace.upce.cz/bitstream/10195/37122/1/LichorobiecV\\_Vodikvysokopevneo\\_celi\\_ES\\_2010.pdf.pdf](http://dspace.upce.cz/bitstream/10195/37122/1/LichorobiecV_Vodikvysokopevneo_celi_ES_2010.pdf.pdf). Bakalářská práce 2010. Univerzita Pardubice.

- [26] PTÁČEK, L., *Nauka o materiálu II*. Brno2002: Akademické nakladatelství CERM. ISBN 80-7204-130-4
- [27] FRIDRICH, R., *Vodíková koroze a křehkost kovů*. Praha1963: Státní nakladatelství technické literatury.
- [28] Wang M., Akiyama E., Tsuzaki K. *Effect of Hydrogen on the Fracture Behavoir of highstrength Cr-Mo Steel*. Trans Tech Publications, Switzerland, 2006, 7 s. Dostupné [www.scientific.net/MSF.512.5](http://www.scientific.net/MSF.512.5)
- [29] ŠINDELKA, V. 2011. *Vodíková křehkost spojovacích šroubů* [online]. [cit. 2016-06-15]. Brno Dostupné z: [https://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=42434](https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=42434). Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [30] JANSEN, R., PREIKSCHAT, P., *Vodíkové křehnutí*, Sur Tec – Technické informace
- [31] HYSPECKÁ, L., SOJKA, J., .. *Kvantitativní hodnocení vodíkové křehkosti u konstrukčních ocelí*. 2002 [online]. [cit. 2016-06-15]. Dostupné z: [http://konsyst.tanger.cz/files/proceedings/metal\\_02/papers/185.pdf](http://konsyst.tanger.cz/files/proceedings/metal_02/papers/185.pdf)
- [32] *Povrchová úprava: Negativní vlivy povrchových úprav na konstrukční materiály* [online]. [cit. 2016-05-15]. 2006, ISSN 1801-707X. Dostupné z: <http://www.povrchovauprava.cz/uploads/assets/casopisy/pu-2006-04.pdf>
- [33] MATOCHA, K., JONŠTA, P., *Speciální zkušební metody* [online]. Ostrava 2013 [cit. 2016-06-15]. ISBN 978-80-248-3375-0. Dostupné z: [http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin\\_Animace/Opory/03\\_Materialov%C3%A9\\_inzenyrstvi/03\\_Specialni\\_zkusebni\\_metody/Matocha\\_Specialni\\_zkusebni\\_metody.pdf](http://katedry.fmmi.vsb.cz/Modin_Animace/Opory/03_Materialov%C3%A9_inzenyrstvi/03_Specialni_zkusebni_metody/Matocha_Specialni_zkusebni_metody.pdf)
- [34] NAYAR, A.,. *Testing of metals*. India: Tata McGraw-Hill Publishing. 2005 ISBN 978-0-07-058164-7.
- [35] ČSN EN 2832. *Vodíková křehkost ocelí - zkouška tahem na zkušebním tělese s vrubem*. 1995. Praha: Český normalizační institut.
- [36] ČSN EN ISO 15330. *Spojovací součásti - Zátěžová zkouška pro zjištění vodíkové křehkosti - Metoda rovnoběžné opěrné plochy*. 2000. Praha: Český normalizační institut.
- [37] KOU, S., *Welding metallurgy*. New Jersey 2002: A Wiley-Interscience publication. ISBN 0-471-43491-4.
- [38] SOLFRONK, P.,. *Numerická podpora výroby výlisků z plechu*. Liberec 2012. Habilitační práce. Technická univerzita v Liberci.

- [39] KVAČKAJ, T.. *Výskum BH-efektu u ocelových plechov pre automobilový priemysel* [online]. Košice 2002 [cit. 2016-06-27]. Dostupné z: [http://www.ams.tuke.sk/data/ams\\_online/2002/number2/mag02/mag02.pdf](http://www.ams.tuke.sk/data/ams_online/2002/number2/mag02/mag02.pdf)
- [40] *Obrázek zpevnění BH ocelí*, [online]. [cit. 2016-06-27]. Dostupné z: [http://www.jfe-21st-cf.or.jp/chapter\\_1/1b\\_2\\_img.html](http://www.jfe-21st-cf.or.jp/chapter_1/1b_2_img.html)
- [41] KVAČKAJ, T.. *Výskum ocelových materiálov pre ultraľahkú karosériu osobných automobilov*, 2005 [online]. [cit. 2016-06-28]. Dostupné z: [http://www.ams.tuke.sk/data/ams\\_online/2005/number4/mag01/mag01.pdf](http://www.ams.tuke.sk/data/ams_online/2005/number4/mag01/mag01.pdf)
- [42] Internetový článok: *Křehký a tvárný lom, lineární a elastoplastická lomová mechanika* [online]. [cit. 2016-08-16]. Dostupné z: <http://slideplayer.cz/slide/3075432/>
- [43] KOUTSKÝ, J.; JANDOŠ, F.; KAREL, V. *Lomy ocelových částí*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1976.
- [44] KUNZ, J.: *Aplikovaná lomová mechanika*. 4. přeprac. vyd. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2005, 1991. 272 s. ISBN: 80-01-03306-6
- [45] ANDERSON T.L.: *Fracturemechanics, Fundamentals and Applications*, CRCPress, 6, 1995
- [46] VELES, P., *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*: Celoštátna vysokoškolská učebnica pre hutnícké a strojárské fakulty vysokých škôl. 2. vyd. Bratislava: Alfa, 1989
- [47] PUŠKÁR, A., *Medzné stavy materiálov a súčastí*: celoštátna vysokoškolská príručka prestrojárske a stavebné fakulty vysokých škôl. 1. vyd. Bratislava: Veda, 1989.
- [48] VLACH, R., *Základy lomové mechaniky*, VUT FSI, Ústav Materiálových Věd a Inženýrství, 13 s. [online], [cit. 2017-01-15], Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/GS0/06%20-%20Lomova%20mechanika.doc>
- [49] KOSEK, L., *Lomová houževnatost kovových materiálů a její zkoušení*, Bakalářská práce, VUT v Brně
- [50] KRAUS, I., GANEV, N., *Technické aplikace difrakční analýzy*, Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2004. ISBN 80-01-03099
- [51] KRAUS, I., GANEV, N., *Residual Stress and Stress Gradients*, In: *Industrial Applications of X-Ray Diffraction*. New York: Marcel Dekker, 2000, s. 793-811.
- [52] KRAUS, I., GANEV, N., *Difrakční analýza mechanických napětí*. České vysoké učení technické v Praze, 1995. ISBN 80-01-01366



- [53] HAUK V., *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Elsevier, 1997
- [54] HORÁČEK, L., *Využití nekonvenčních paprskových technologií (LASER/vodní paprsek) ve strojírenství* [online]. Brno 2008 [cit. 2018-01-09]. Dostupné z: [http://www.vutbr.cz/www\\_base/zav\\_prace\\_soubor\\_verejne.php?file\\_id=5663](http://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=5663).  
Diplomová práce - Vysoké učení technické v Brně.
- [55] PRAUS, P., VONTOROVÁ, J., *Analytická chemie II*. 1. vyd., Ostrava: VŠB – Technická Univerzita Ostrava, 2015, 158 s., ISBN 978-80-248-3734-5.

## Publikační činnost

- [1] ZUZÁNEK, L., SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., *Influence of Hydrogen on the Behaviour of 22MnB5 Steel*. In: 2nd EAI International Conference on Management of Manufacturing Systems. Starý Smokovec, TUK Košice. ISBN 978-1-63190-158-4
- [2] ZUZÁNEK, L., SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., *Impact Test of Aluminum Honeycomb*. In: METAL 2017 26th International conference on Metallurgy and Materials. Brno. ISBN 978-80-87294-79-6
- [3] ZUZÁNEK, L., SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., *Influence of the dynamic loading on the mechanical properties of the ultra-high strength material*. In: METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. Brno. s. 513-517. ISBN 978-80-87294-67-3
- [4] KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., *Influence of the BH effect on the high-strength materials*. In: METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. Brno. s. 1090-1095. ISBN 978-80-87294-67-3
- [5] SOLFRONK, P., SOBOTKA, J., KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., *Influence of the computational models for the spring-back prediction at stamping*. In: METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. Brno. s. 488-493. ISBN 978-80-87294-67-3
- [6] SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., *Utilization of the high-speed cameras for monitoring deformation behaviour at the bending impact test* In: METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. Brno. s. 482- 487. ISBN 978-80-87294-67-3
- [7] ZUZÁNEK, L., ŘIDKÝ, O., GANEV, N., KOLAŘÍK, K., *X-ray diffraction analysis of steel with oxidised surface layer*. In: Defect and Diffusion Forum 2016. Trans Tech Publication. ISBN 978-3-03835-720-9
- [8] ZUZÁNEK, L., *Náchylnost vysokopevnostních ocelí na vodíkové křehnutí*. In: SVOČ 2016. TU v Liberci. s. 175-179. ISBN 978-80-7494-275-4
- [9] ZUZÁNEK, L., *Vodíková křehkost vysokopevnostních ocelí*. In: Spojování plechů v hromadné výrobě, ČSVZP, ČVUT v Praze 2016. ISBN 978-80-87583-18-0
- [10] SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., *Temperature Influence on the Change of the Sandwich Material Adhesive Properties*. In: MM Science Journal. 2016. MM publishing Ltd. s. 1009-1013. ISSN 1803-1269



- [11] SOLFRONK, P., SOBOTKA, J., KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., *Spring-back Prediction for Stampings from the Thin Stainless Sheets*. In: MM Science Journal. 2016. MM publishing Ltd. s. 1090-1094. ISSN 1803-1269
- [12] KOLNEROVÁ, M., SOBOTKA, J., SOLFRONK, ZUZÁNEK, L., *Influence of Material Cutting on the Cyclic Fatigue of TRIP Steel*. In: METAL 2015 Conference Proceedings. Brno. s. 704-709. ISBN 978-80-87294-62-8
- [13] ZUZÁNEK, L., ŘÍDKÝ, O., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., SOBOTKA, J., GANEV, N., *X-ray diffraction analysis of Zn-Mg coating in dependence on deformation*. In: Materials Science Forum. Switzerland. Trans Tech Publications Ltd. s. 11-14. ISBN 9783038354697
- [14] SOLFRONK, P., SOBOTKA, J., KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., *Influence of deformation on the damage of Zn-Mg based protective coating*. In: Materials Science Forum. Switzerland. Trans Tech Publications Ltd. s. 57-60. ISBN 9783038354697
- [15] KOLNEROVÁ, M., SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., ZUZÁNEK, L., *Sheets with Surface Coating of Zn/Mg/Al for Adhesive Bonding Application in the Automotive Industry – Comparison of Producers*. In: METAL 2015 Conference Proceedings. Brno. s. 1118-1123. ISBN 978-80-87294-62-8
- [16] SOBOTKA, J., SOLFRONK, P., KOLNEROVÁ, M., ZUZÁNEK, L., *Input Material Data for Advance Computational Models for Forming Stainless Material*. In: METAL 2015 Conference Proceedings. Brno. s. 421-426. ISBN 978-80-87294-62-8
- [17] SÍS, J., KOLAŘÍK, K., ŘÍDKÝ, O., ZUZÁNEK, L., GANEV, N., *An effect of residual stresses and internal defects on fatigue crack initiation of laser welded sheets*. In: EAN 2015 - 53rd Conference on Experimental Stress Analysis. Český Krumlov, ISBN: 978-1-5108-0967-3
- [18] ZUZÁNEK, L., GANEV, N., ŘÍDKÝ, O., KOLAŘÍK, K., *Rtg difrakční tenzometrická analýza oxidovaných povrchových vrstev*. In: Strojírenská technologie číslo 2, červen 2014. ISSN 1211-4162