

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

**FAKULTA
STROJNÍ**



**DISERTAČNÍ
PRÁCE**

2022

**JAROSLAV
PETR-SOINI**

**Vliv metalurgických faktorů na kvalitu svarového
spoje u vysokopevných ocelových plechů
s povlakem na bázi Al-Si.**

Studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství

AUTOR: Ing. Jaroslav Petr-Soini

ŠKOLITEL: Doc. Ing. Jiří Janovec, CSc.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem dizertační práci na téma *Vliv metalurgických faktorů na kvalitu svarového spoje u vysokopevných ocelových plechů s povlakem na bázi Al-Si* vypracoval samostatně a použil jen pramenů, které cituji a uvádím v příloženém seznamu použité literatury.

V Mladé Boleslavi dne

.....

Podpis autora

Poděkování

Na tomto místě bych rád poděkoval svému školiteli Doc. Ing. Jiřímu Janovci, CSc. za cenné připomínky a vstřícnost při zpracování této práce. Dále děkuji Ing. Milanu Dvořákovi a Ing. Tomáši Pilvousekovi, Ph.D. ze ŠKODA AUTO a.s. za podporu a vytvoření podmínek pro realizaci disertační práce.

Obsah

1. Úvod.....	7
2. Oceli v automobilovém průmyslu	8
3. Vysokopevné martenzitické oceli a jejich zpracování	10
4. Chemické složení ocelí 22MnB5	11
5. Povlaky Al-Si	13
5.1. Vliv povlaků Al-Si na tvařitelnost	18
5.2. Vliv povlaků Al-Si na svařitelnost	21
5.3. Homogenizace povlaku Al-Si	23
6. Oleje	25
7. Současné metody kontroly bodových svarů.....	27
7.1. Destruktivní metody	28
7.2. Nedestruktivní metody	30
7.3. Metoda vířivých proudů	32
8. Hypotéza.....	36
9. Cíle dizertační práce	37
10. Metodika a použité materiály	38
10.1. Změny povlaku v závislosti na změně parametrů tepelného zpracování	38
10.2. Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost.....	39
10.3. Vývoj vhodné vstupní kontroly materiálu a vypracování metodiky posuzování bodové odporové svařitelnosti.....	41
10.4. Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování.....	43
11. Výsledky	48
11.1. Změny struktury povlaku v závislosti na změně parametrů tepelného zpracování	48
11.2. Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost.....	59
11.3. Vývoj vhodné metody vstupní kontroly materiálu a vypracování metodiky posuzování bodové odporové svařitelnosti	73

11.4.	Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování.....	83
12.	Diskuse	90
13.	Závěr.....	93
14.	Literatura	94
15.	Seznam publikační činnosti doktoranda citované v dizertační práci.....	97
16.	Další publikace doktoranda	97

1. Úvod

V posledních letech je v automobilovém průmyslu kladen důraz na neustálé snižování hmotnosti vozu, potažmo spotřeby pohonných hmot za současného zvýšení bezpečnosti posádky. Jednou z možností, jak splnit tyto požadavky, je nahrazení starých materiálů používaných pro výrobu určitých komponentů za nové, pevnější. Díl z pevnějšího materiálu bude tenčí a tudíž i lehčí oproti dílu původnímu, ale současně bude schopen vydržet stejné, nebo i větší namáhání.

Jednou z možností jak docílit vyšší pevnosti, či tuhosti konstrukce je vyztužení dílů pomocí lisovaných žeber, druhou je pak použití vysokopevných materiálů, například martenzitických ocelí.

Tyto díly jsou však tvářeny za tepla a kaleny ve formě, což s sebou nese nutnost ochrany části proti oxidaci. V dnešní době je tato ochrana zajišťována povlakem na bázi Al-Si, který však má negativní vliv na svařitelnost.

Cílem mojí disertační práce je zmapovat vliv těchto povlaků na svařitelnost, prověřit možnosti eliminace nepříznivých účinků povlaku na svařitelnost, vytvořit metodu vstupní kontroly materiálu a simulační model pro svařování vysokopevných ocelí s tímto povlakem.

2. Oceli v automobilovém průmyslu

Automobil je komplexní výrobek spojující v sobě unikátní materiálový mix. Požadavky na mechanické a technologické vlastnosti se výrazně liší díl od dílu v závislosti na jeho funkci. Na jedné straně máme oceli určené k tváření za studena a hliníkové slitiny pro povrchové díly karoserie. Od těchto materiálů je typicky požadována vysoká tažnost, nízká mez kluzu a nízký poměr hodnoty meze kluzu k mezi pevnosti. Zpravidla pak také vysoká jakost povrchu a dobrá korozní odolnost, svařitelnost a lakovatelnost. Typickými představiteli těchto ocelí jsou například feritické oceli DC06.

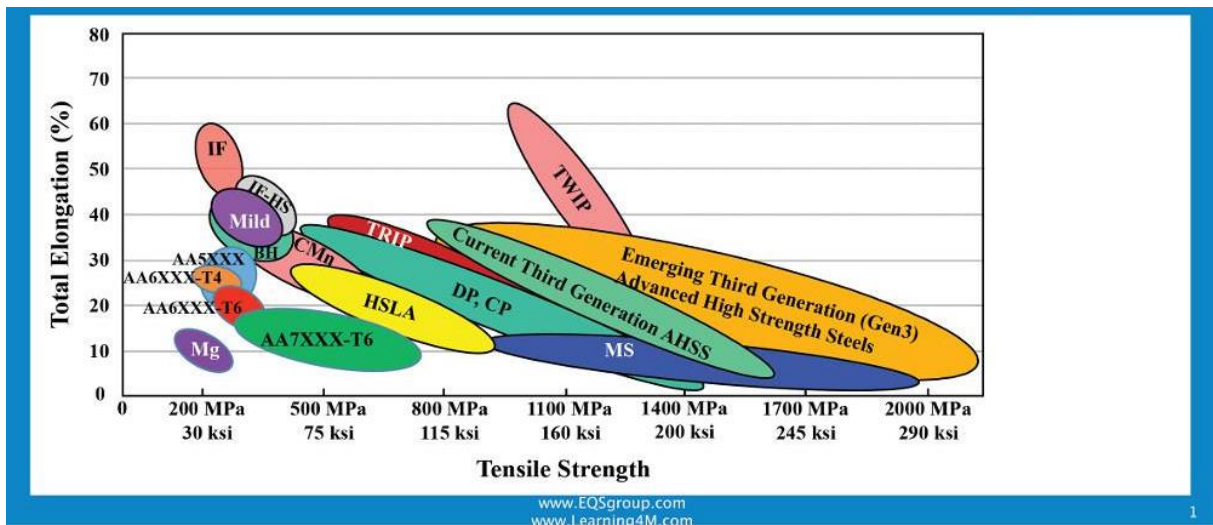
Zatímco povrchové díly z feritických ocelí mají hlavní přínos především v oblasti designu vozu a protikorozní ochrany, pro zajištění bezpečnosti posádky vozu při zachování rozumné hmotnosti vozu je nutné využít pevnější materiály.

První skupinou jsou BH oceli, které jsou využívány pro výrobu vnitřních i vnějších částí panelových dílů. Skupina těchto ocelí je využívána především pro výlisky dílů, u nichž není možné využít čistě feritických plechů z důvodu ohrožení rozměrové stability výlisku v důsledku jeho velikosti. Díly z BH ocelí se lisují za studena, avšak konečných vlastností dosahují až po zahřátí dílů během procesu lakování, kdy se intersticiální prvky navážou na dislokace.

Druhou jsou dvojfázové DP oceli. U DP ocelí se nejčastěji využívá kombinace feriticko-martenzitické. Ferit tvoří hlavní matici oceli, zajišťující příznivé vlastnosti z pohledu tvařitelnosti. Martenzit je poté vyloučen ve formě izolovaných oblastí ve feritické matici a je v kombinaci s jemnozrnnou strukturou feritu nositelem vyšší meze pevnosti. V závislosti na procentuálním obsahu martenzitu pak rostou pevnostní charakteristiky. Mezi hlavní představitele patří oceli DP500, DP800 a DP1000. V současnosti je vzhledem k nepolevujícímu tlaku na snižování emisí potažmo hmotnosti vozu reálná vyhlídka rozšíření DP ocelí na povrchové díly karoserie, kde by postupně nahradily čistě feritické oceli. Díly z DP ocelí jsou podobně jako u feritických ocelí vyráběny technologií tváření za studena. Hlavním polem využití těchto ocelí jsou zatím výztuhy, díly přenášející značné síly při případné havárii vozu. DP oceli jsou vzhledem k velkému rozpětí mechanických vlastností, které jsou vzhledem k proměnnému obsahu martenzitu schopny logickým přechodem mezi feritickými plechy a nejpevnějšími částmi karoserie, které jsou vyrobeny z martenzitických ocelí.

Martenzitické oceli jsou využívány na výrobu nejpevnějších a v případě havárie nejexponovanějších dílů karoserie. S výzkumem těchto ocelí je spojena většina mé dizertační práce, tudíž jsou popsány v porovnání s ostatními oceli podrobněji v samostatné kapitole.

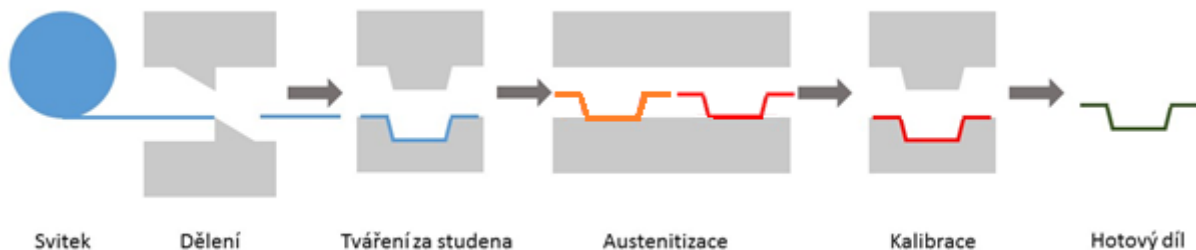
Oceli a materiály využívané v automobilovém průmyslu pro stavbu karoserií jsou nejčastěji hodnoceny dle dvou hlavních kritérií. Prvním z nich je tažnost a druhým mez pevnosti. Na základě těchto parametrů je pak vytvořena materiálová mapa Obr. 1.



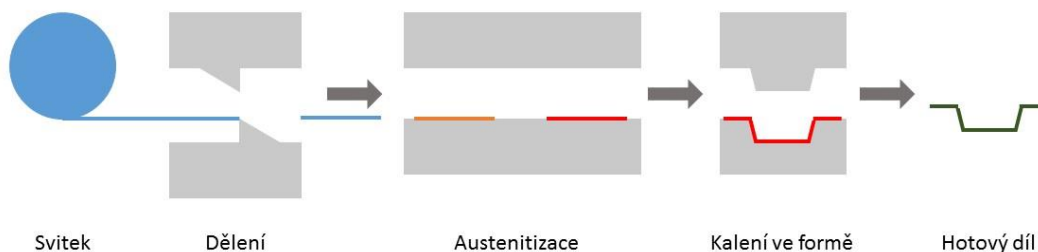
Obr. 1 – Přehled materiálů užívaných v automobilovém průmyslu 12. IF – interstitial free oceli (oceli bez intersticiál), IF-HS – intersticial free se zvýšenou pevností, Mild – nízkouhlíkové oceli, BH – bake hardening oceli, HSLA – nízkolegované oceli se zvýšenou pevností, DP/CP – dvou/vícefázové oceli, TRIP – transformation induced plasticity, oceli s deformací řízenou fázovou přeměnou, AHSS – pokročilé vysokopevné oceli, TWIP – oceli s plasticitou indukovanou dvojčatením, MS – martenzitické oceli

3. Vysokopevné martenzitické oceli a jejich zpracování

Martenzitické oceli 22MnB5 a 37MnB4 vynikají vysokou pevností (až 1500 MPa), které dosahují díky čistě martenzitické struktuře. S takto vysokou mezí pevnosti jsou však spojeny značné potíže při výrobě konečného tvaru dílů. Síly potřebné při tváření za studena by byly obrovské, navíc martenzitická ocel nedisponuje dostatečnou tažností. Z toho důvodu je nutné použít tzv. metodu hot forming die quenching (HFDQ) a to buď přímou, nebo nepřímou. U nepřímé varianty je součást nejdříve tvářena za studena, pak převedena do austenitického stavu zahřátím a následně zkalibrována a zakalena v chlazené formě Obr. 2. U přímé varianty nedochází k předtváření za studena, nýbrž celá operace tváření včetně kalení probíhá v chlazené formě [1] Obr. 3.

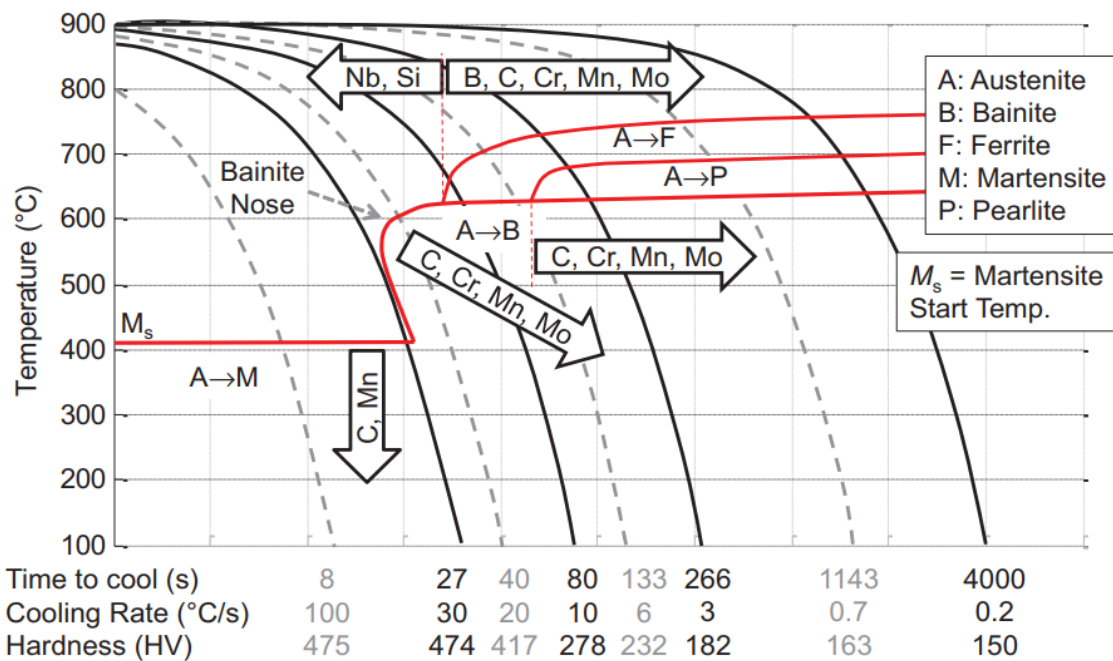


Obr. 2 – Nepřímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě.



Obr. 3 – Přímá metoda tváření za tepla s kalením ve formě.

Ocel 22MnB5, která se užívá ke konstrukci B sloupků, dílů podlahy a různých výztuh, není možno tvářet za studena. Je nutné ji tvářet přímou variantou metody HFDQ. Přístřih z feriticko-perlitické oceli o mezi pevnosti 600 MPa je zaustenitizována po dobu 5 minut při teplotách nad 900°C. Tvářením a rychlým ochlazením ve formě je pak dosaženo martenzitické transformace v rozmezí teplot mezi 425 a 280°C. Legující prvky Mn a Cr po kalení nemají výrazný vliv na hodnotu meze pevnosti, nicméně mají pozitivní vliv na prokalitelnost [1]. Typický ARA diagram pro ocel 22MnB5 je na Obr. 4.



Obr. 4 – ARA diagram oceli 22MnB5 s vyznačenými ochlazovacími křivkami a vlivem legur na posuv strukturních oblastí [10].

Tvářením za tepla je tedy možné dosáhnout požadovaného tvaru a pevnosti dílu. Nicméně při austenitizaci přístřihu dochází při styku jeho povrchu se vzduchem k oxidaci a oduhličení. Za účelem prevence tohoto jevu jsou materiály určené ke tváření za tepla povlakovány ochrannými vrstvami, většinou na bázi Al-Si [1].

4. Chemické složení ocelí 22MnB5

Chemické složení této oceli se může mírně lišit v závislosti na výrobci, orientační chemické složení pro produkty firmy Thyssenkrupp je uvedeno v tabulce 1.

Tab. 1. Chemické složení oceli 22MnB5 firmy Thyssenkrupp [10].

	C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	Cr	B
min.	0,20	0,20	1,10			0,020	0,020	0,15	0,0008
max.	0,25	0,40	1,40	0,025	0,010	0,060	0,050	0,35	0,0050

V oceli se vyskytují jak prvky doprovodné, tak legující. Mezi doprovodné z uvedených patří síra, fosfor. Během procesu se však do oceli dostávají i další doprovodné prvky jako vodík, kyslík a dusík. Tyto prvky pak mají nežádoucí vliv na mechanické vlastnosti oceli a je proto nutné jejich obsah v materiálu sledovat. Za prospěšné doprovodné prvky jsou označovány křemík a mangan [10].

Vliv jednotlivých prvků:

Uhlík

podstatně ovlivňuje vlastnosti ocelí, jejich pevnost, tvrdost, kalitelnost (se zvyšujícím se obsahem C stoupá pevnost, ale plasticita a houževnatost se zhoršují). Určitý obsah uhlíku je nutný k umožnění martenzitické fázové přeměny, tzn. za účelem reálné kalitelnosti a prokalitelnosti [9].

Křemík

deoxidační prvek, zvyšuje hodnoty pevnosti a tvrdosti při vysokých i nízkých teplotách za současného zhoršování tvařitelnosti spolu s elektrickou a tepelnou vodivostí [11].

Mangan

zvyšuje hodnoty pevnosti a tvrdosti při malém snížení tažnosti. Má vynikající deoxidační vlastnosti (afinita k O), je obsažen ve všech ocelích. Má rovněž dobrou afinitu k síře, čehož se využívá při svařování ocelových součástí za účelem eliminace tvorby sulfidů železa tvořících se na hranicích zrn, které mají nežádoucí vliv na vlastnosti svarových spojů. V ocelích je jeho hlavním úkolem zlepšit tažnost za vysokých teplot [11].

Fosfor

snižuje rozpustnost uhlíku v oceli, čímž zapříčiňuje vznik chemických heterogenit. Podobně jako síra zhoršuje houževnatost, zvyšuje přechodovou teplotu materiálu a zhoršuje svařitelnost. V ocelích je jeho obsah limitován maximální hodnotou 0,04 % [10].

Síra

V oceli se vyskytuje většinou ve formě sloučenin - sulfidů. V austenitu vytváří nízkotavitelné eutektikum a vylučuje se buď v mezidendritických prostorech, a/nebo na hranicích zrn. Přítomnost tohoto eutektika vede ke křehkosti oceli za vysokých teplot. Dále má síra negativní vliv na tvařitelnost, houževnatost, svařitelnost a korozní odolnost [9].

Hliník

vytváří nitridy s dusíkem a snižuje tím náchylnost ke stárnutí. Při legování zvyšuje oxidační odolnost (povrchová ochrana), je významnou součástí korozivzdorných feritických ocelí s velkým odporem (topné články, odporníky). U oceli 22MnB5 je však ochrana proti korozi realizována pomocí siluminového povlaku [11].

Titan

karbidotvorný prvek zjemňující zrna. Zmenšením velikosti zrna přispívá ke zvýšení pevnosti oceli.

Dusík

do oceli proniká z pecní atmosféry. U nelegovaných a nízkolegovaných feritických ocelí zapříčiňuje vznik mezikrystalické koroze pod napětím, jinak má spíše pozitivní vliv na korozní odolnost (v kombinaci s Mo). U martenzitických ocelí zvyšuje hodnoty pevnosti a tvrdosti. Je příčinou náchylnosti ke křehnutí po tváření [10].

Chrom

ve vyšších obsazích poskytuje oceli korozivzdornost, nicméně v oceli 22MnB5 je na to jeho obsah příliš malý. Jde o feritotvorný prvek, zlepšující prokalitelnost [9].

Bór

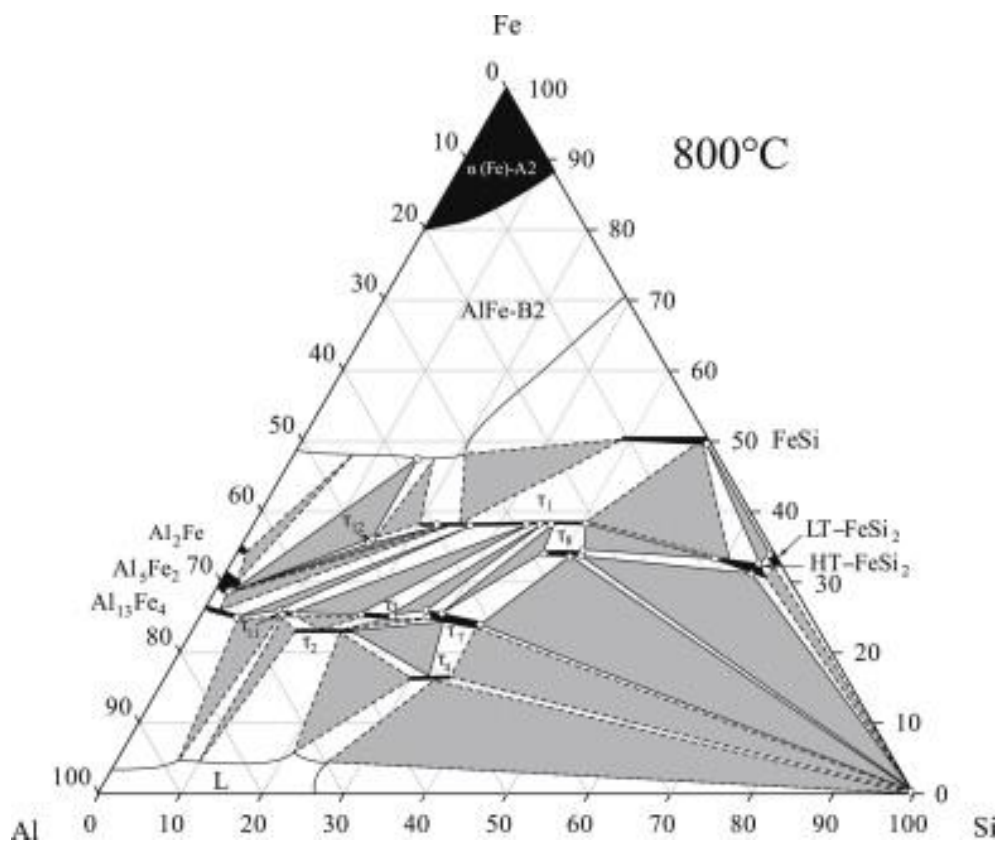
u podeutektoidních ocelí zlepšuje prokalitelnost, ale zvyšuje náchylnost ke křehkému lomu. U austenitických ocelí příznivě působí na pevnost při vyšších teplotách, absorbuje neutronové záření [9].

5. Povlaky Al-Si

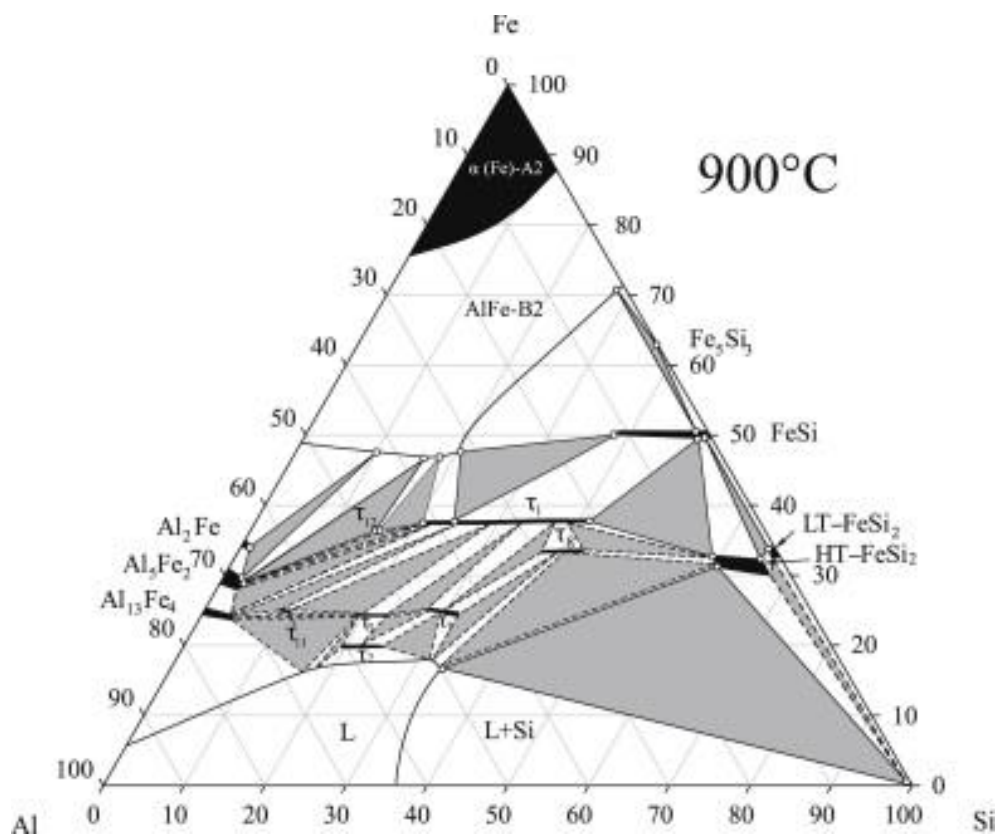
Jak již bylo zmíněno, slouží jako ochrana před oxidací a oduhličením přístřihu plechu během tváření za tepla. Tyto povlaky byly v minulosti na plechy nanášeny metodou naprašování, nicméně vzhledem k nízké produktivitě tohoto procesu bylo přistoupeno k žárovému pokovování. Nejčastěji mají chemické složení 87% hliníku, 10% křemíku a 3% železa, jedná se však pouze o orientační složení, jelikož jak ukázaly další výzkumy, chemické složení se v závislosti na parametrech výroby a vlastnostech povlaku mění [1]. V praxi jsou oceli opatřené tímto povlakem značeny značkou AS v kombinaci s číselným údajem určujícím hmotnost povlaku v g/m^2 . Vzhledem k třísloučkovému systému na bázi Al-Fe-Si je nutné k popisu chemického složení nutné používat ternární diagramy. Fázové přeměny jsou silně závislé na teplotě, což je možné demonstrovat na ternárních diagramech pro 800°C (obr. 5) a 900°C (obr. 6).

S první nehomogenitou povlaku se setkáváme již ve výchozím stavu před tepelným zpracováním a je způsobena samotným procesem nanášení povlaku na základní materiál, tedy žárovým pokovením [17].

Při žárovém pokovení je ocelový pás obklopen kovovou lázní o teplotě v typickém rozmezí $650 - 700^\circ\text{C}$. Při kontaktu taveniny s ocelí dochází k velmi rychlé difuzi železa z oceli do taveniny tuhnoucí na jejím povrchu za tvorby sloučeniny $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$. Po ztuhnutí taveniny pokračuje difuze železa do oblasti $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ pomaleji ale stále v dostatečné intenzitě, aby došlo dalším sycením železa k přeměně na Al_5Fe_2 . Rozpustnost křemíku v Al_5Fe_2 je však výrazně nižší než v případě $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, nedosahuje zde ani 5 %. Z toho důvodu se začínají v Al_5Fe_2 vytvářet precipitáty s vyšším obsahem křemíku $\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_3$ [17].



Obr. 5 – Fázový ternární diagram Al-Fe-Si pro teplotu 800°C [31].



Obr. 6 – Fázový ternární diagram Al-Fe-Si pro teplotu 900°C [31].

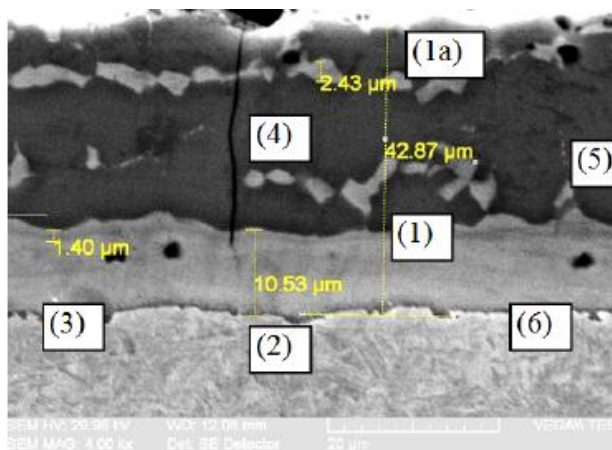
Takto vyloučený povlak má teplotu tání zhruba 600°C, což je z hlediska procesu, kdy je potřeba překročit teplotu pro austenitizaci přístříhu nevyhovující. Během ohřívání na teplotu austenitizace však dochází k další difuzi prvků ze základního materiálu do povlaku a naopak. Díky zvyšování obsahu železa v povlaku se začne na rozhraní povlaku a základního materiálu tvořit slitina na bázi Al-Fe, která má mnohem vyšší teplotu tání (1157°C pro fázi FeAl₃ a 1255°C pro FeAl) [4], než povlak o původním chemickém složení. Tato slitina migruje směrem k povrchu povlaku a brání tak jeho roztavení [1].

Dlouhou dobu bylo přijímáno jako fakt, že rychlost difuze železa do povlaku a následná tvorba intermetalické fáze Al-Fe-Si je při nízkých ohřívacích rychlostech dostatečně rychlá natolik, aby došlo k vytvoření fází na bázi Al-Fe. Tento předpoklad byl však vyvrácen Grauerem, který provedl sérii experimentů, v nichž simuloval ohřívání součásti různými rychlostmi a zjistil, že ani při ohřevu rychlostí 0,08 K.s⁻¹ není difuze železa dostatečná k tomu, aby zabránila roztavení určitého objemu povlaku. Z toho plyne, že v průmyslové praxi, kde se používají rychlosti ohřevu okolo 12K/s není možné tavení povlaku předejít. Difuzi železa do povlaku je možno zlepšit výdrží na teplotě 550°C, nicméně ani v tomto případě není množství difundovaného Fe dostatečné k prevenci roztavení malého objemu povlaku, nehledě na neekonomičnost takového kroku pro hromadnou výrobu [4].

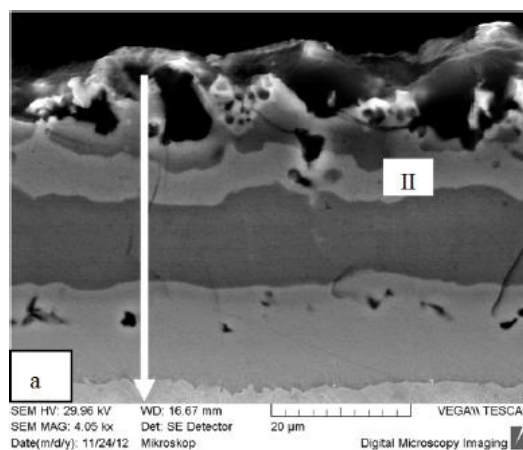
Paradoxně s ohledem na dříve přijímaný fakt bylo dosaženo největší difuze železa do povlaku při užití vysoké rychlosti ohřevu, což je vysvětlováno tím, že při roztavení povlaku probíhá difuze mnohem rychleji, než v pevném stavu [4].

Plechý s povlakem na bázi Al-Si není možno tvářet nepřímou metodou, jelikož v porovnání s materiálem v základním stavu (feriticko-perlitická ocel) mají mnohem horší tvařitelnost. K ochraně oceli proti oxidaci je možné použít též povlaků na bázi zinku a to jak galvanicky či žárově vytvořené. Během zpracování ocelových dílu se zinkovým povlakem však při zahřátí na vysokou teplotu dochází k tvorbě intermetalické fáze na bázi Zn-Fe. Takto povlakované oceli jsou tvářeny nepřímou metodou, aby bylo zabráněno šíření trhlin z povlaku do materiálu [1].

Povlaky Al-Si používané k ochraně proti oxidaci přístřihů mívají většinou tloušťku mezi 30-40 μm. Nicméně povlak v celé své tloušťce není homogenní, skládá se hned z několika vrstev v závislosti na technologických podmínkách při výrobě Obr. 6 [2].



Obr. 6 – Průřez povlakem Al-Si [2].



Obr. 7 – Homogenní vrstva Al-Fe [2].

Se základním materiálem sousedí difuzní vrstva (2). Rozhraní mezi difuzní vrstvou a vlastním povlakem je označeno číslem (3). V difuzní vrstvě se vyskytují kirkendallové póry (6). V povlaku (5) se vyskytují heterogenní oblasti (4). Povrch povlaku je pak označen, který je ve styku s atmosférou (1a). V práci [2] bylo zjištěno, že složení povlaku se odvíjí od tloušťky povlaku a potažmo od podmínek při jeho výrobě.

Při experimentu bylo zjištěno, že se tloušťka difuzní mezivrstvy u vzorků výrazně liší. U vzorků s tloušťkou difuzní vrstvy 6-9 μm bylo zaznamenáno jiné rozložení heterogenit v objemu povlaku, než tomu bylo u vzorků s difuzní vrstvou tloušťky 13 μm. V prvním případě byly heterogenity nahodile roztroušeny jako izolované útvary v objemu povlaku, v druhém případě, tj. u tlustší difuzní vrstvy, se však heterogenity spojovaly a vytvářely zcela novou vrstvu (viz II Obr. 7) [2].

Povlak zároveň nemá v celém průřezu homogenní chemické složení, což je dále důležité zejména s ohledem na svařitelnost plechů. K vyhodnocení chemického složení byla v [2] použita změna poměru Al/Si v závislosti na tloušťce intermetalické hranice povlaku. Z toho vyplynulo, s rostoucí tloušťkou intermetalické hranice povlaku roste poměr hliníku ke křemíku v povrchové vrstvě a v objemu povlaku. Ve vrstvách sousedících se základním materiálem se velikost poměru hliníku ke křemíku nemění [2].

Autorka připisuje tyto změny koncentrace jednotlivých prvků a tvorbu nové subvrstvy se zvýšeným obsahem Fe a Si rozdílům v tepelném zpracování. Zejména pak rozdílům v teplotě a době ohřevu při austenitizaci. Změna těchto parametrů ovlivňuje difuzní procesy, které vedou ke změně vnitřní struktury povlaku. K tvorbě subvrstvy, která nepříznivě ovlivňuje svařitelnost, dochází, pokud je difuzní vrstva v povlaku tlustší než 13 μm [2].

S prodlužující se dobou austenitizace dochází k nárůstu tloušťky intermetalické vrstvy a tvorbě zmiňované subvrstvy obohacené železem. Zároveň dochází k nárůstu tloušťky oxidů na povrchu povlaku (způsobeno vyšším obsahem Al v povrchové vrstvě), což má za následek změnu barvy povrchu povlaku díky rozdílné interferenci. Kvalitu a složení povlaku lze tedy posuzovat do i dle jeho barvy [2].

Podrobněji bylo fázové složení a jeho vývoj během austenitizace zkoumáno a popsáno v [17]. Fázové přeměny v povlaku a ocelového substrátu závisí na rychlosti ohřevu. Tyto změny probíhají během celého austenitizačního cyklu a lze je rozdělit do několika stádií [17]. Pro správné pochopení podstaty dějů není možné omezit se pouze na zkoumání změn povlaku, ale je nutné brát v potaz i změny v základním materiálu.

Pro ocel v úvodní fázi převládá difuze železa do částečně nataveného povlaku Al. To je vysvětlováno rozdílem difuzních rychlostí, kdy atomy železa difundují rychleji do roztaveného hliníku, než atomy hliníku do oceli. Jakmile dojde ke kompletní přeměně složení povlaku na intermetalické fáze, začíná druhá fáze, ve které klesá difuzivita železa a naopak roste difuzivita hliníku z povlaku do ocelového substrátu. V tomto období dochází k vytváření Kirkendallových pórů, charakteristických pro povlak ve stavu po tepelném zpracování [17].

S rostoucím obsahem hliníku oceli na rozhraní povlaku a základního materiálu dochází k přeměně kubické plošně středěné mřížky na kubickou prostorově středěnou. Tloušťka takto vzniklé vrstvy α – železa roste s prodlužující se dobou výdrže na austenitizační teplotě [17].

Fázové změny v povlaku jsou závislé na popsáných změnách v základním materiálu. V první etapě dochází k velmi rychlé difuzi železa do povlaku, ve kterém se hliník sytí Fe na Al_5Fe_2 a $Al_{13}Fe_4$, přičemž tvorba Al_5Fe_2 převládá. To je vysvětlováno vysokou koncentrací vakancí v ortorombické mřížce podél osy c, což vyvolává usměrněnou difuzi železa k Al_5Fe_2 navzdory poměrně vysokému obsahu křemíku [18]. Křemík pak tvoří spolu s železem a hliníkem fázi $Al_2Fe_3Si_3$, která se formuje především na hranicích zrn Al_5Fe_2 . Podobně na rozhraní mezi $Al_{13}Fe_4$ a zbytky hliníkové taveniny vznikají fáze na bázi $AlFeSi$, které se však dodnes nepodařilo vzhledem k jejich velmi malému objemu a současné úrovni měřicí techniky identifikovat [18].

Jakmile dojde ke kompletní přeměně chemického složení povlaku v důsledku difuze železa na fáze Al_5Fe_2 a $Al_2Fe_3Si_3$, narůstá rychlost difuze hliníku z povlaku do oceli a stává se hlavním nositelem fázových přeměn na úkor železa [19]. Za jeden z následků tohoto jevu je označován vznik Kirkendallových pórů na rozhraní oceli a povlaku [17]. Dalším přímým důsledkem snižujícího se obsahu hliníku v povlaku je přeměna Al_5Fe_2 a $Al_2Fe_3Si_3$ v oblasti rozhraní povlaku a základního materiálu na $AlFe$. $Al_2Fe_3Si_3$ nacházející se v subvrstvě uprostřed

povlaku rovněž přechází na AlFe. Křemík je při této přeměně částečně rozpuštěn v AlFe díky vyšší rozpustnosti, která dosahuje pro AlFe až 16% [20] a částečně difunduje směrem k povrchu povlaku a k rozhraní se základním materiálem [23]. Experimentálně bylo změřeno, že touto přeměněnou vzniká AlFe s obsahem křemíku okolo 12% [17].

Rozpad fáze Al_5Fe_2 by dle binárního diagramu Al-Fe neměl probíhat přímo na fázi AlFe, nýbrž postupně přes fázi Al_2Fe [21]. Při experimentech postavených tak, aby se jejich podmínky blížily co nejvíce reálným podmínkám při zpracování dílů v praxi, však tento mezistupeň rozpadu zaznamenán nebyl [17]. Jednou z možných příčin je vysoký obsah křemíku, který při hodnotách přesahujících 10 hm. % působí proti vzniku fáze Al_2Fe , ve které je Si omezeně rozpustný, a přispívá k tvorbě AlFe s vyšší rozpustností křemíku [17].

Výsledný vysoký obsah Fe v povlaku je příčinou změny elektrického potenciálu povlaku a v důsledku toho již povlak po tepelném zpracování poskytuje oceli pouze bariérovou ochranu [1].

5.1. Vliv povlaků Al-Si na tvařitelnost

Problematika používání ochranných povlaků během tváření za tepla není spojena jenom s ohřevem na austenitizační teplotu. Vrstvy Al-Si mají výrazný vliv i na tvařitelnost. Pokud chceme dosáhnout kvalitního výrobku, je třeba brát zřetel na řadu dalších omezení, vyplývajících z rozdílných fyzikálních a mechanických vlastností povlaku a substrátu.

Prvním problémem je vznik trhlin během procesu tváření. Křehčí povlak není během deformace při tváření schopen snášet deformaci tak dobře, jako pružnější podkladová vrstva, což je považováno za hlavní důvod vzniku trhlin kolmých na rozhraní povlak-substrát. Když se trhlina dostane k povrchu substrátu, začíná se šířit po rozhraní (Obr. 8). Trhliny v povlakové vrstvě mají za následek obnažování základního materiálu, který je pak vzhledem k vysokým okolním teplotám rychle oxidován [5]. Rozevřená trhlina v povlaku se zároveň chová jako hrana smýkaná po tvářecím nástroji, což výrazně zvyšuje jeho opotřebení [23].

Houževnatost jednotlivých intermetalických fází na bázi Al-Fe, vzhledem k hustotě trhlin vyskytujících se v povlaku byla zkoumána v [22]. Bylo zjištěno, že houževnatost intermetalik se výrazně mění v závislosti na chemickém složení. Fáze Al_5Fe_2 , která tvoří v určitých stádiích austenitizace většinu povlaku se vyznačuje velmi nízkou lomovou houževnatostí s hodnotami $K_{IC} = 1,2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Velmi obdobně na tom je i fáze $Al_{13}Fe_4$. Naopak v porovnání s nimi vykazuje AlFe až desetkrát vyšší hodnotu lomové houževnatosti s $26 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Vzhledem k dříve popsané závislosti chemického složení na parametrech tepelného

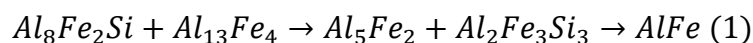
zpracování je logickým krokem snaha o optimalizaci chemického složení povlaku pomocí změny austenitizační teploty a doby výdrže na ní [22].

Při teplotě austenitizace 920°C běžně používané v praxi je povlak až z 66% tvořen nevyhovující fází Al_5Fe_2 . Při zvyšování teploty austenitizace na 950 – 1000°C objemový podíl Al_5Fe_2 klesá na úkor houževnatější $AlFe$. Zároveň v základním materiálu roste tloušťka vrstvy $\alpha - Fe$ ze zhruba 8 μm na 10 μm pro teplotu 950°C respektive na 20 μm pro teplotu 1000°C. V důsledku intenzivnější difuze hliníku do základního materiálu se zvyšuje výskyt Kirkendallových pórů [22].

Při dostatečném prodloužení doby austenitizace dochází ke kompletní přeměně povlaku na alfa železo [23]. Posun k vyšším austenitizačním teplotám a delším dobám výdrže je však nežádoucí hned ze dvou důvodů. Prvním z nich je hrubnutí austenitického zrna během austenitizace, což ve výsledku zabraňuje vyloučení jemného martenzitu. V důsledku nižšího počtu aktivního skluzových rovin u hrubého martenzitu pak klesá tažnost a mez kluzu. Druhým důvodem je ekonomická stránka, protože navyšování teplot a doby austenitizace zvyšuje náklady a prodražuje výrobu.

To vše jsou důvody, proč se hledají další způsoby urychlení fázových přeměn Al_5Fe_2 na $AlFe$. První možností se ukázalo být snížení tloušťky povlaku. V průmyslové praxi se běžně využívají povlaky s označením AS140Si10, jejichž tloušťka se pohybuje v nevytvrzeném stavu v rozmezí 24 – 35 μm . K dispozici jsou však i povlaky tenčí, např. AS80Si10 nebo AS50Si10, u kterých se tloušťka povlaku pohybuje od 13 do 17 μm respektive 9 – 11 μm pro druhý jmenovaný [23]. Hlavním benefitem tenčích povlaků jsou kratší difuzní dráhy železa a hliníku, díky kterým probíhají změny chemického složení v celém povlaku rychleji [23].

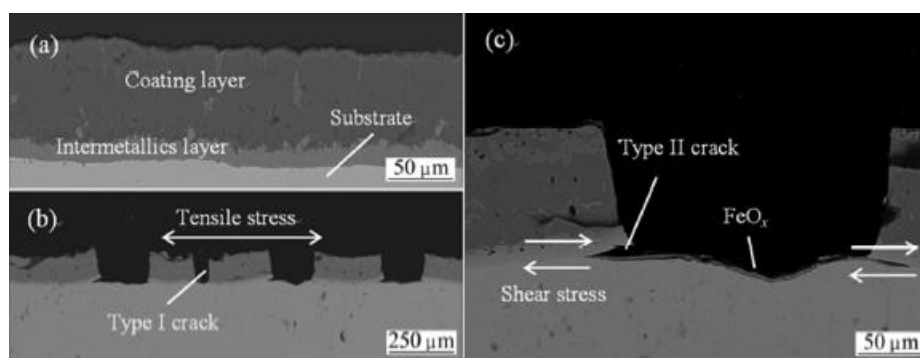
Rovněž byla prověřována možnost urychlení fázových přeměn v povlaku snížením obsahu křemíku, čímž by bylo zamezeno tvorbě ternárních fází $Al-Fe-Si$. Jako příklad mohou posloužit fázové změny v povlacích AS80Si10 a AS80Si1,5. V počátečním stádiu austenitizace dochází u AS80Si1,5 k velmi rychlé přeměně celého objemu povlaku na Al_5Fe_2 bez vzniku jakýchkoli ternárních fází. Veškerý křemík je rozpuštěn v Al_5Fe_2 . Ve druhém stádiu pak dochází k přeměně Al_5Fe_2 na Al_2Fe , který posléze přechází ve třetí fázi do $AlFe$. Oproti tomu povlak AS80Si10 v úvodním stádiu vykazuje vysokou heterogenitu za přítomnosti fází Al_5Fe_2 , $Al_{13}Fe_4$, $Al_2Fe_3Si_3$ a Al_8Fe_2Si . Ve druhém a třetím stádiu pak dochází k přeměně dle (1).



Zatímco během úvodních dvou stádií je obsah $AlFe$ v povlaku vyšší u AS80Si1,5, ve třetím stádiu (cca 6 min. od začátku austenitizace) dochází ke změně, kdy je pozorován vyšší obsah

AlFe u povlaku Al80Si10. To je vysvětlováno hromadnou přeměnou ternárních fází a současně Al_5Fe_2 na AlFe, která probíhá jak na rozhraní povlaku, tak z precipitátů ternárních fází rozmístěných v celém povlaku. U povlaku s nízkým obsahem Si dochází nejprve k přeměně Al_5Fe_2 na Al_2Fe . Zároveň má fáze AlFe možnost růst pouze z rozhraní povlaku se základním materiálem [23].

Lze tedy konstatovat, že zatímco snížení obsahu křemíku vede k rychlejší tvorbě fází s vysokým obsahem hliníku v úvodním stádiu austenitizace, nemá výrazný pozitivní efekt na rychlost celkové přeměny povlaku na houževnatější fázi AlFe.



Obr. 8 – Trhliny v povlaku [5].

Vliv povlaku na tvařitelnost samozřejmě není spojen jenom s procesem tepelného zpracování, ale i se samotným tvářením.

Pro samotný proces tváření je znám vliv rychlosti deformace a tvářecí teploty na vznik, typ a rozložení trhlin v povlakové vrstvě. Gui pozoroval, že se snižující se rychlostí deformace klesá i rozsah porušení povlaku. Při $\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ se trhliny na povlaku prakticky nevyskytovaly, při $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ se na povlaku vyskytují trhliny pozorovatelné okem, nicméně jsou stále relativně malé (úzké) o nízké hustotě. Pokud dosáhne deformační rychlost hodnoty $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, vyskytují se v povlaku široké trhliny o vysoké hustotě. Lze tedy konstatovat, že se zvyšující se rychlostí deformace roste hustota i šířka trhlín [5].

Co se vlivu tvářecí teploty týče, limitní hodnotou se zdá být 800°C , při tváření za této teploty dochází ke vzniku malých řídkce rozmístěných trhlin. Pokud tvářecí teplota klesá, tak již při 700°C dochází k významnému nárůstu velikosti i hustoty trhlín [5].

Z hlediska tvařitelnosti je tedy záhodno provádět tváření nízkými deformačními rychlostmi a za vysokých teplot [5].

5.2. Vliv povlaků Al-Si na svařitelnost

Povlaky Al-Si slouží k ochraně proti oxidaci dílů při tváření za tepla, nicméně při výrobě automobilu prochází vyrobený díl ještě dalšími operacemi, na jejichž průběh by neměl mít povlak nežádoucí vliv. Jedná se zejména o svařování a lepení. Samotné svařování martenzitických plechů je problematické. Teplotní cyklus svařování způsobuje u martenzitu lokální měknutí a pevnostní charakteristiky svařených dílů jsou pak závislé na velikosti tepelně ovlivněné zóny, potažmo na vhodně zvolených svařovacích parametrech. Během svařování dochází k rozpouštění hliníku a křemíku v oceli, což při ochlazování svaru vede ke vzniku křehkých intermetalických fází na bázi Al-Fe na hranici ztavení (Obr. 9 a 10). Vyloučení této fáze na rozhraní přispívá k tvorbě křehkého módu porušení [7].



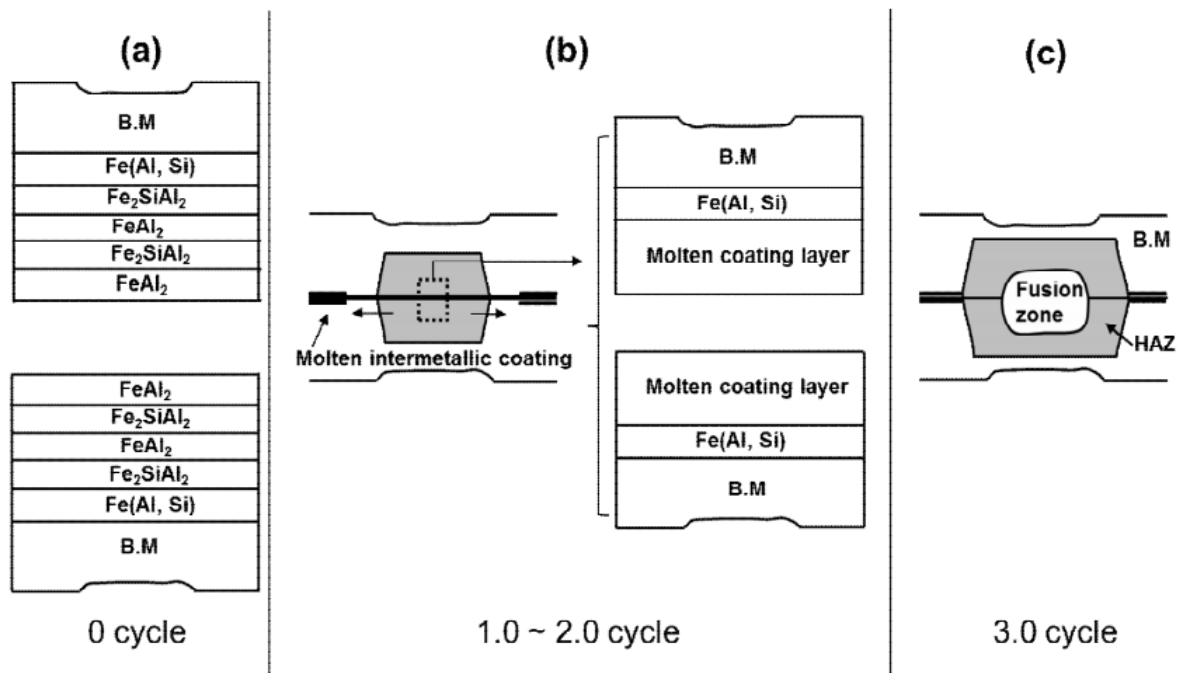
Obr. 9 – Intermetalika Al-Fe ve svarové čočce.



Obr. 10 – Defekt na hranici ztavení.

Při bodovém odporovém svařování martenzitických plechů s vrstvou Al-Si se však vyskytují i další potíže. První z nich přímo souvisí s vysokou pevností materiálu. Svařovací roboty při bodovém odporovém svařování nejsou schopny vyvinout dostatečně velký přítlak, pokud mají svařit dva díly z martenzitického plechu. Díly k sobě jednoduše nedokáží dostatečně přimáčknout. Druhým problémem je nehomogenita povlaku Al-Si. Nestejnorodé složení povlaku má za následek nestabilitu svařovacího procesu jako takového, jelikož vede ke změnám toku svařovacího proudu.

Procesy při svařování povlakovaných dílů probíhají následovně dle Obr. 11.



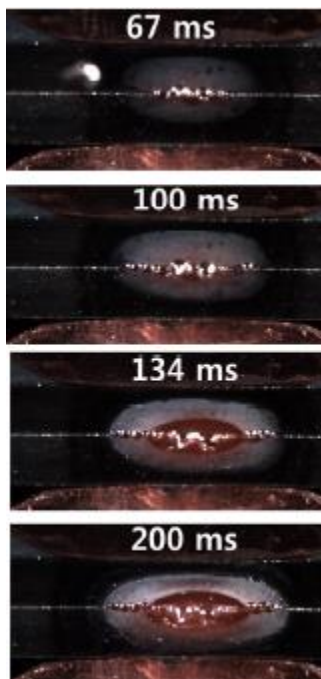
Obr. 11 – Průběh svařování, a – stav povlakované oceli před svařováním, b – stav povlakované oceli po dvou svařovacích cyklech, c – stav po třech svařovacích cyklech [6].

Nejprve jsou k sobě přiloženy dva plechy oceli 22MnB5 (Obr. 11a.). Zde jsou ještě v povlaku oddělené oblasti s různými fázemi (subvrstvy). Po dosažení kontaktu mezi oběma plechy a zapnutí svařovacího zařízení se díky rozdílným přechodovým odporům začne jako první vyvíjet Jouleovo teplo ve vrstvě povlaku ($1860\mu\Omega$), tím dojde k roztavení povlaku nad difúzní vrstvou (Obr. 11b) a až poté se začne tavit základní materiál s difúzní vrstvou, tedy ocel ($1750\mu\Omega$) [6].

Svařovací elektrody přitlačují oba plechy k sobě, což způsobuje vytlačování roztaveného povlaku směrem ven od středu svařovacích elektrod. V závislosti na svařovacích parametrech je rychlost vytlačování různá. Při velmi vysokých rychlostech vytlačování, které jsou většinou spojeny s nevhodně zvolenými svařovacími parametry, dochází k nežádoucí tvorbě ostříků. Po odvedení velké části roztaveného povlaku k okrajům budoucí svarové čocky se začne natavovat základní ocelový materiál a dojde k tvorbě svarové čocky (Obr. 11c.) [6].

Část hliníku difunduje a případně se mísí se svarovým kovem. V závislosti na množství hliníku, který se smísí se základním materiálem, může dojít k dalším nežádoucím jevům, jako je změna struktury, nebo v horším případě k tvorbě křehkých intermetalických fází [6].

Je nutné si uvědomit, že veškeré dříve popsané děje probíhají ve velmi krátkých časových úsecích. Například pro svařovací proud 4kA dojde k natavení povlaku již po 67 ms, tvorba svarové čocky začíná na 134 ms Obr. 12.



Obr. 12 – Rychlost růstu svarové čocky [6].

Dalším problémem při svařování martenzitických plechů je změna martenzitické struktury v důsledku tepelného ovlivnění. V tepelně ovlivněné oblasti svaru dochází k vyžhání materiálu, poklesu pevnosti a tvrdosti. Martenzitická struktura základního materiálu se mění na feriticko-bainitickou. Minimalizace tohoto efektu je možná volbou vhodných parametrů při svařování. Dalším, s tímto spojeným problémem je segregace křehkých intermetalických fází na rozhraní na linii ztavení. Pokud dojde k tomuto jevu, pak jsou výrazně sníženy mechanické vlastnosti celého svarového spoje [8].

5.3. Homogenizace povlaku Al-Si

Vzhledem k nepříznivým vlastnostem zapříčiněným heterogenitou povlaku se zdá být logickým krokem odstranění těchto nedostatků homogenizací celého povlaku. Tohoto cíle lze za současných technologických možností dosáhnout několika způsoby.

První je prodloužení doby austenitizace na čas potřebný k úplnému vyrovnání chemického složení. Tímto sice dojde k odstranění heterogenity povlaku, nicméně se neúměrně prodlouží čas austenitizace, což s sebou nese problémy spojené s hrubnutím zrna, kompletní ztrátu ochranného charakteru povlaku proti oxidaci a především výrazné prodražení celého procesu výroby.

Druhý typ homogenizace lze zajistit využitím technologií, které ohřejí povlak lokálně. Tepelné ovlivnění ocelového substrátu je minimální, přičemž povlak je homogenizovaný. Jednou z možností je přetavování povlaku laserem.



Obr. 13 – Homogenizovaný povlak s výraznou TOO.



Obr. 14 – Homogenizovaný povlak s malými TOO

V tomto případě je nutné vyladit parametry laseru, aby bylo docíleno přetavení povlaku při zamezení výrazného tepelného ovlivnění základního materiálu. Hlavními parametry určujícími velikost tepelně ovlivněné zóny jsou rychlost posuvu laseru, výkon a vzdálenost stop. Postupnou optimalizací těchto parametrů bylo dosaženo kompletní homogenizace povlaku se zmenšením tloušťky tepelně ovlivněné zóny v základním materiálu pod povlakem z cca 300 μm na 35 μm (Obr 13 a 14).

Ačkoli se na první pohled může zdát, že 300 μm představuje dostatečně malý rozměr bez nutnosti další optimalizace, není tomu tak. Je nutné si uvědomit, že v automobilovém průmyslu se tloušťka plechů z martenzitických ocelí běžně pohybuje v rozmezí 1 – 1,5 mm. A to znamená, že tepelně ovlivněná zóna pak zasahuje většinu materiálu.

Vzhledem k produktivitě laserové technologie nebylo počítáno s variantou homogenizace povlaku na celém povrchu dílu, ale jenom v malých oblastech, kde mají být umístěny bodové svary. Ani po takovýchto omezeních však není pravděpodobné, že by za současného stavu laserové technologie bylo k homogenizaci povlaku na dílech přistoupeno. Investice do výrobních zařízení by byly značné a proces výroby dílu by se výrazně prodloužil.

Další variantou eliminace nepříznivých vlastností povlaku spojených s jeho heterogenitou je jeho odstranění. Podobně jako u homogenizace je i zde možno využít laseru [15], jako další možnosti se pak nabízí mechanické broušení či odbourávání povlaku pomocí chemických reakcí.

Laserová ablace spočívá ve využití krátkých laserových pulzů s vysokou energií k lokálnímu ohřátí povlaku. V závislosti na množství dodané energie pak dochází buďto k sublimaci povrchu zasaženého materiálu, nebo u vyšších energií k přechodu zasaženého materiálu do

stavu plasmu. Výhodou laserové ablace je možnost odstranění povlaku Al-Si z povrchu oceli s nulovým ovlivněním základního materiálu při vhodně nastavených parametrech [16].

Problematice laserové ablace povlaku Al-Si se u ocelí 22MnB5 věnuje Fang v [15]. Nicméně experimenty jsou prováděny na oceli v nezakaleném stavu, což vede ke značnému zkreslení výsledků. Fázové složení ochranného povlaku před tvářením za tepla je mnohem homogennější a povlak je tvořen zcela odlišnými fázemi. Zároveň odstraňování povlaku před samotným tepelně mechanickým zpracováním je nežádoucí z hlediska oxidace nechráněné oceli během ohřevu a výdrže na austenitizační teplotě.

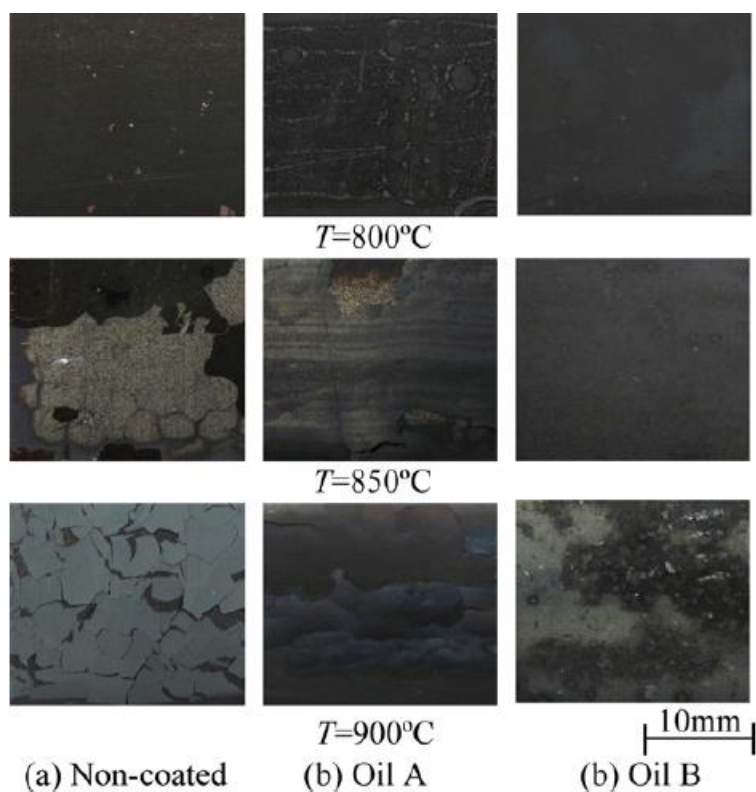
Co se mechanických způsobů odstraňování povlaku týče, v minulosti bylo využíváno otryskávání dílů. Vzhledem k nízké produktivitě a ekonomické nákladnosti této technologie, která prodražovala výrobu dílů, však od ní bylo upuštěno.

Povlak Al-Si lze kompletně odleptat s použitím NaOH. Nicméně podobně jako u ostatních metod odstraňování povlaku je takováto operace v průmyslovém měřítku velmi nákladná a tudíž z ekonomického a i ekologického hlediska neaplikovatelná.

6. Oleje

Zajímavou alternativou k Al-Si povlakům, je použití ochranných olejů. Tyto oleje jsou původně určeny pro tvářením korozivzdorných ocelí a titanových slitin. Nicméně byly provedeny experimenty za účelem zjištění, zdali je možné je použít i jako ochranu proti oxidaci při tvářením martenzitických vysokopevných ocelí. První z olejů byl na bázi kyseliny borité, mýdla z nasycených mastných kyselin, druhý olej byl na bázi nenasycených mastných kyselin, kyseliny borité, fosfátů a kovového mýdla [3].

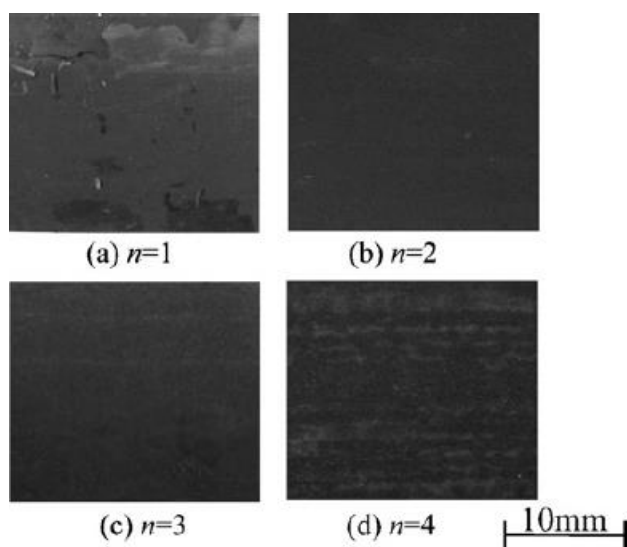
Princip ochrany přístřihu pomocí oleje spočívá v nanesení oleje na povrch plechu, vysušení, po němž dojde k vytvoření pevného filmu sloužícího jako oxidační bariéra. Tento film pak za vyšších teplot přechází z pevného skupenství do kapalného a nadále slouží jako bariéra proti pronikání kyslíku k materiálu [3].



Obr. 15 – Tvorba oxidů v závislosti na teplotě a použitém oleji [3].

Pokud je za tepla tvářen díl bez jakékoli ochrany (viz Obr. 15), dochází při 800°C k tvorbě prvních oxidů, a při teplotách nad 850°C pak k jejich odlupování. Při použití olejů, zejména pak při použití oleje na bázi nenasycených mastných kyselin při teplotě 850°C nedochází k exfoliaci a při teplotě 950°C je pouze nepatrná. Při ohřívání nad austenitizační teplotu docházelo k tvorbě oxidů mezi povrchem dílu a vysušeným olejem. Když tyto oxidy narostly do objemu, kdy porušily olejovou vrstvu, docházelo k rychlé a masivní tvorbě oxidů v poškozeném místě [3].

Z toho důvodu byly provedeny další experimenty s cílem minimalizace tvorby oxidů mezi olejovým filmem a základním materiálem. Jako první byla zvýšena tloušťka filmu opětovným nanášením oleje a to až 4x. Výsledky ukázaly (viz Obr. 16), že zatímco jednovrstvý povlak není schopen zcela zabránit tvorbě oxidů, dvouvrstvý povlak již ano, díky sníženému množství kyslíku procházejícímu přes vysušený olejový film. Čtyřvrstvý povlak je pak už nerovnoměrný [3].



Obr. 16 – Rozsah tvorby oxidů na počtu nátěrů [3].

Zkoušky tvařitelnosti provádějí Mori a spol. a to za podmínek co nejbližších parametrům při výrobě dílů pro automobilový průmysl. Z těchto zkoušek vyšel nejlépe trojvrstvý povlak, u kterého nebyla na rozdíl od jednovrstvého a dvouvrstvého pozorována exfoliace [3].

Po zpracování dílu je nutné film z povrchu součásti odstranit. Ačkoli jsou oleje vodou ředitelné, není možné je vodou po tváření odstranit. Je tedy nutné je odstraňovat 10% kyselinou fosforečnou o teplotě 70°C. Po vyčištění bylo dosaženo naprosto čistého povrchu pro vzorky s dvouvrstvým a třívrstvým povlakem, zatímco u jednovrstvého povlaku zůstaly na povrchu oblasti s oxidy [3].

Používání olejů jako ochrany proti oxidaci během procesu tváření skýtá v porovnání s jinými metodami ochrany řadu výhod. Jednou je bezesporu snadná aplikace a i relativně jednoduché odstranění povlaku po provedení tvářecích operací. Vzhledem k možnosti zcela odstranit povlaky z povrchu dílů pak není nijak ovlivněna svařitelnost těchto dílů [3].

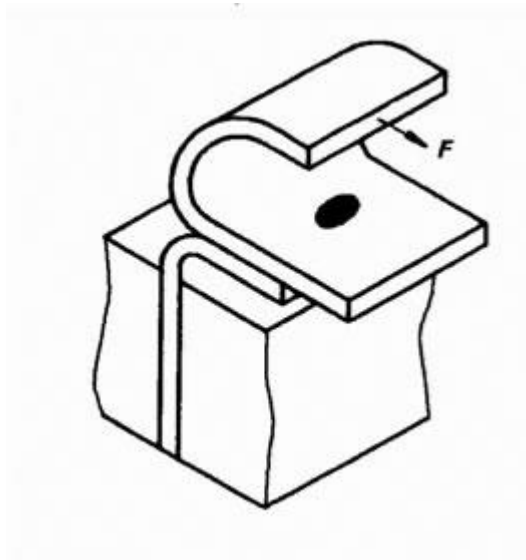
7. Současné metody kontroly bodových svarů

Vzhledem k zajištění kvalitativních standardů je nutné provádět kontrolu bodových svarových spojů. Metod pro zkoušení svarů je velké množství, a zatímco některé z metod se hodí pro inspekci bodových svarů více, jiné jsou zcela nevhodné. Z tohoto důvodu se v této kapitole věnuje pouze metodám použitelným pro kontrolu svarů bodového odporového svařování. V zásadě je lze dělit na metody destruktivní a nedestruktivní.

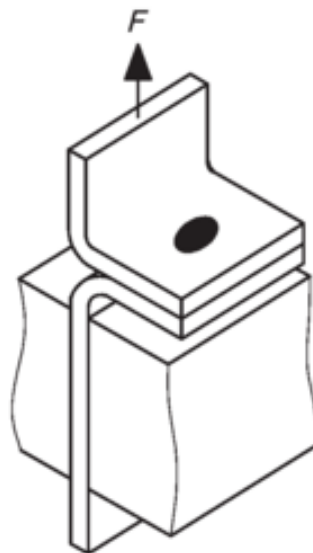
Mezi destruktivní metody kontroly patří sekáčová zkouška, nebo zkouška odlupem, popsané v normě ISO 10447, dále metalografická analýza svaru a zkouška stříhem.

7.1. Destruktivní metody

U zkoušky odlupem je zkušební vzorek za jeden plech upnut většinou do svěráku a druhý plech je poté s pomocí kleští odlupován tak, aby vyvozená síla směřovala kolmo na původní orientaci svaru.



Obr. 17 – Zkouška odlupem – manuální provedení [25].



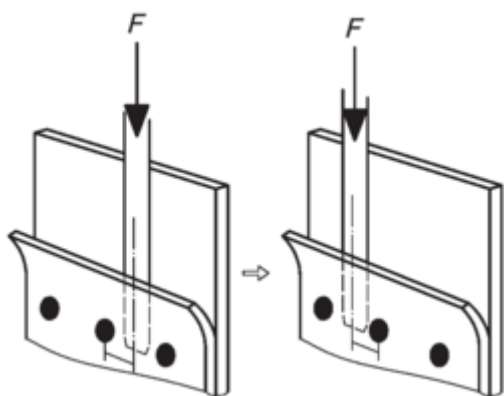
Obr. 18 – Zkouška odlupem – mechanické provedení [26].

Zkoušku odlupem lze provádět buďto manuálně Obr. 17, nebo mechanizovaně Obr. 18. Při mechanizované zkoušce je většinou využíváno k vyvození síly trhacího stroje.

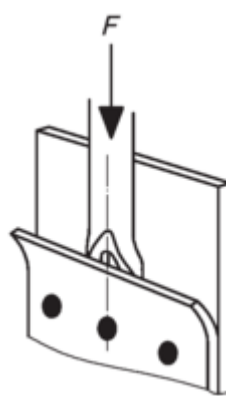
Sekáčová zkouška, jejíž princip je zachycen na Obr. 19, spočívá v zavedení sekáče mezi svařené plechy. Sílu nutnou k zavedení sekáče je opět možné vyvodit buďto mechanicky, nebo manuálně. Sekáč může mít jedno, nebo dvě ostří Obr. 20.

Prvním vyhodnocovaným parametrem u těchto typů zkoušek je průměrná velikost svaru průměrovaná z největší a nejmenší úhlopříčky. V praxi pak často bývá pro určité spoje předepsaná minimální hodnota průměru svaru. Naměřená průměrná velikost pak musí být větší [26].

Druhým vyhodnocovaným parametrem je způsob lomu. U nízkouhlíkových ocelových plechů dochází většinou k vytržení svaru z jednoho plechu v nebo mimo tepelně ovlivněnou oblast s viditelnou plastickou deformací [25]. Se zvyšující se pevností plechů může docházet k částečnému vytržení či lomu v meziplechové rovině. Toto porušení automaticky neznamená nevyhovující svar. Rozhodující je hodnota naměřené průměrné velikosti svarové čočky.



Obr. 19 – Sekáčová zkouška sekáč s jedním ostřím [26].



Obr. 20 – Sekáčová zkouška - sekáč se dvěma ostří [26].

Další relativně hojně využívanou destruktivní metodou zkoušení je statická zkouška stříhem upravená v normě ČSN EN ISO 14273. Zkouška spočívá ve svaření dvou obdélníkových vzorků plechů o definovaných rozměrech v závislosti na tloušťce materiálu a následném roztržení svařence na trhacím stroji. Vyhodnocovanými parametry jsou oblast porušení a maximální síla/napětí [30]. Jednou z hlavních nevýhod této zkoušky z hlediska automobilového průmyslu je nízká rychlost deformace, která neodpovídá charakteru zatížení při provozu či havárii vozidla.

V určitých případech nachází svoje uplatnění i metalografická kontrola svarů. Je využívána především jako doplňková metoda pro komplikovanější analýzy svaru. Poskytuje podrobnější informace o morfologii svaru, rozložení a velikosti oblastí v tepelně ovlivněné zóně, průběhu lomové plochy. Metoda spočívá v přípravě klasického metalografického výbrusu (Obr. 21) napříč svarovou čočkou, nebo v požadovaném místě a následném pozorování na metalografickém mikroskopu.

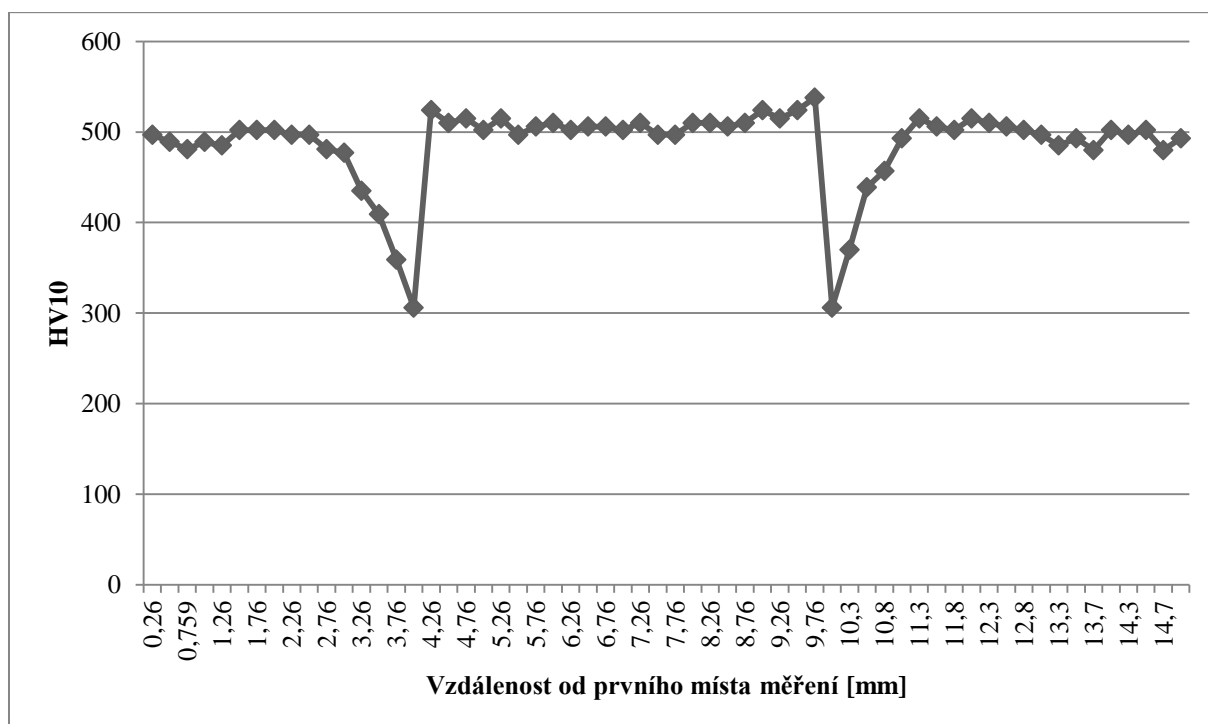


Obr. 21 – Metalografický výbrus bodového svaru oceli 22MnB5.

Někdy je metalografická kontrola chybně využívána k měření průměru svarových čoček. Vzhledem k principům metody je možné dopustit se při přípravě vzorku nepřesnosti

v umístění řezu, což v kombinaci s úběrem materiálu při přípravě výbrusu může vést k výraznému zkreslení výsledků.

Dalším způsobem kontroly bodového svaru je měření tvrdosti dle Vickerse napříč svarem upravené v normě ČSN ISO 14 271. Tato metoda spočívá ve stanovení mikrotvrdosti ve svaru na naleptaném příčném výbrusu. Na základě průběhu mikrotvrdosti je možné přibližně stanovit velikost pásem tepelně ovlivněné zóny a svarové čočky. Tato metoda však není schopna spolehlivě odhalit přítomnost mikroobjemů hliníku ve svarové čočce, či pásem intermetalik na hranici ztavení. Typický průběh HV ve směru rovnoběžné s povrchem plechu začínající v základním materiálu, postupující přes tepelně ovlivněnou oblast do svarové čočky do tepelně ovlivněné oblasti na druhé straně svaru až do základního materiálu je na Obr. 22.



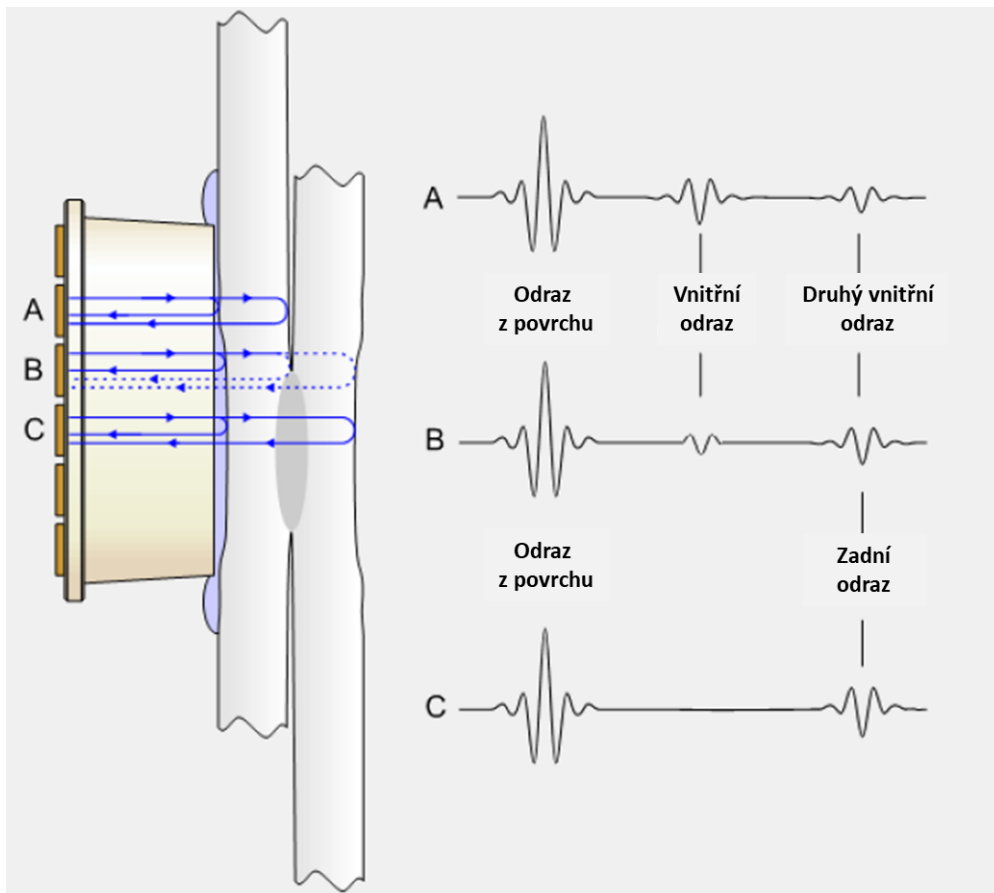
Obr. 22 – Typický záznam průběhu HV bodovým svarem oceli 22MnB5.

7.2. Nedestruktivní metody

Pravděpodobně nejrozšířenější metodou kontroly bodových svarů v průmyslové praxi je v současné době ultrazvuková. Vzhledem k vysoké produktivitě je možné zkontrolovat velké množství bodů v relativně krátkém čase. Ultrazvuková metoda pracuje s principem šíření zvuku v materiálu a jeho odrazy od rozhraní s výrazně odlišnou rychlostí šíření. Zatímco se tato metoda hodí k posouzení průměrné velikosti čočky, odhalení větších pórů a hrubozrnnosti svarové čočky, není schopna poskytnout detailní informace o tvaru čočky, případném výskytu intermetalik Al-Fe na hranici ztavení ani jinde ve svarovém spoji. Zároveň tato metoda neposkytuje informace o přítomnosti ostříků v meziplechovém prostoru.

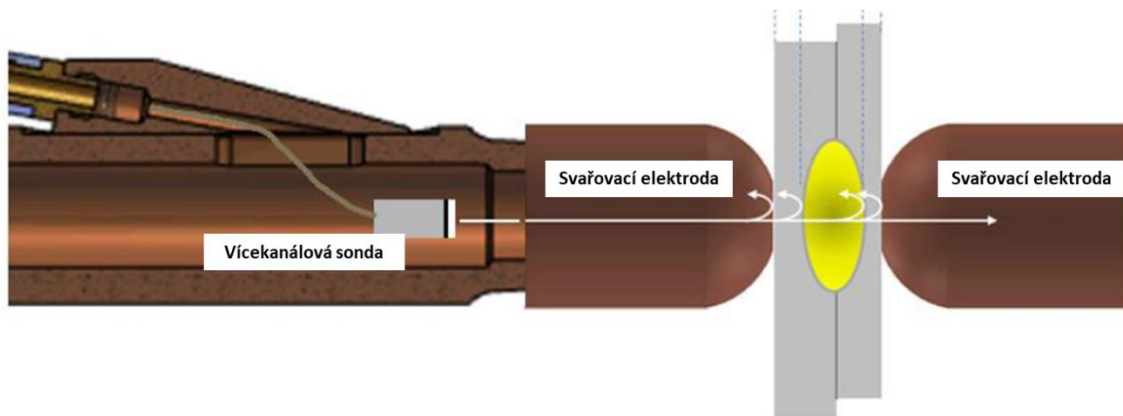
Částečně lze některé ze zmíněných nevýhod odstranit použitím ultrazvukové vícekanálové sondy, jejíž schéma je na Obr. 23. Tato sonda se skládá obvykle z 52 nezávislých elementů. S její pomocí lze získat 2D model svaru, který nejen že poskytuje základní informace o tvaru svarové čočky, ale zachycuje i tvar a rozmístění případných pórů ve svaru [27].

Ani ultrazvuková vícekanálová sonda však není schopna zachytit intermetalika Al-Fe ve svarové čočce.



Obr. 23 – Schéma vícekanálové ultrazvukové sondy s vybranými signály pro elementy A, B a C [27].

V současnosti je již možné vkládat vícekanálové sondy přímo do kleští svařovacích robotů (Obr. 24). Pomocí softwarových úprav jsou odfiltrována echa vznikající mimo svar a každý svar může být zkontrolován přímo v průběhu výrobního procesu, jakmile je svařování dokončeno [27].



Obr. 24 – Vícekanálová sonda implementovaná do svařovacích kleští [27].

Ačkoli se jedná o elegantní řešení umožňující kontrolu každého provedeného svaru, pro průmyslovou aplikaci v automobilovém průmyslu se toto řešení příliš nehodí vzhledem k prodloužení taktu linek o čas měření nutný pro každý bod.

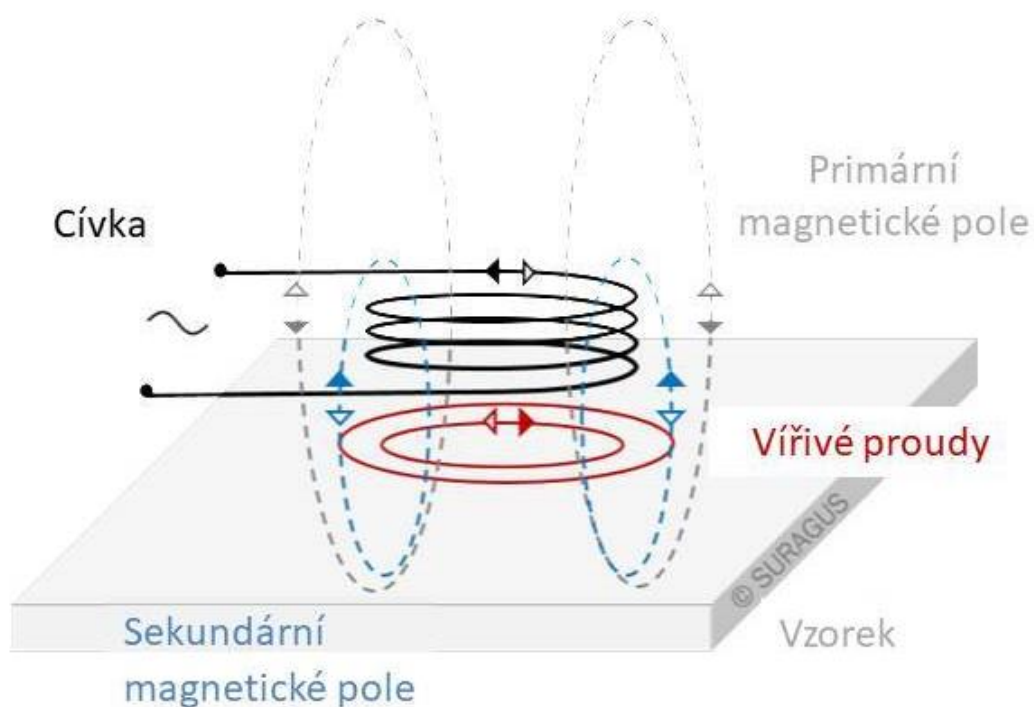
Další nedestruktivní metody kontroly svarů jako je kapilární a magnetoinduktivní zkouška v praxi pro kontrolu bodových svarů využívány většinou nejsou. Z toho důvodu nejsou rozebírány ani v této práci.

7.3. Metoda vířivých proudů

sice nepatří mezi využívané metody kontroly svarů, nicméně se jedná o nedestruktivní metodu využitou v experimentální části. Z toho důvodu je jí věnována samostatná kapitola s účelem jejího představení.

Metoda vířivých proudů spočívá v monitorování a vyhodnocování změny odezvy materiálu na působení magnetického pole. Její princip lze popsat na základě Obr. 25.

Do cívky v sondě je přiveden střídavý elektrický proud. Při průchodu proudu cívkou je generováno primární magnetické pole. Pokud se sonda nachází v dostatečné blízkosti měřené součásti, vstupuje toto magnetické pole do jejího materiálu. Zde, pokud se jedná o vodivý materiál, dochází k indukci vířivých proudů. Vířivé proudy generují sekundární magnetické pole, které interaguje s polem primárním. Změna primárního magnetického pole v důsledku působení pole sekundárního je pak zaznamenána a využita jako informace pro vyhodnocování.



Obr. 25 – Princip metody vířivých proudů [28].

Z principu vyplývá jedno z hlavních omezení metody – lze jí použít pouze na vodivé materiály. Pokud testovaný materiál není vodivý, nedojde k vyvolání vířivých proudů a sekundárního magnetického pole. Jedinou výjimku tvoří tenké nevodivé povlaky. U nich je možné měřit tloušťku za předpokladu, že alespoň část primárního magnetického pole zasáhne základní vodivý materiál pod nevodivou vrstvou [29].

Zasaženou hloubku materiálu ovlivňují jeho permeabilita, elektrická vodivost a frekvence použitého proudu [29]. V praxi není možné permeabilitu ani elektrickou vodivost nijak ovlivnit, jelikož jsou přímo spojeny se zkoumaným materiálem. Jediným způsobem, jak upravit vyhodnocovanou hloubku materiálu je tedy změna frekvence budícího proudu.

Standardní penetrační hloubka se určuje dle vztahu 2.

$$\delta \approx \frac{1}{\sqrt{\pi \cdot f \cdot \mu \cdot \sigma}} \quad (2)$$

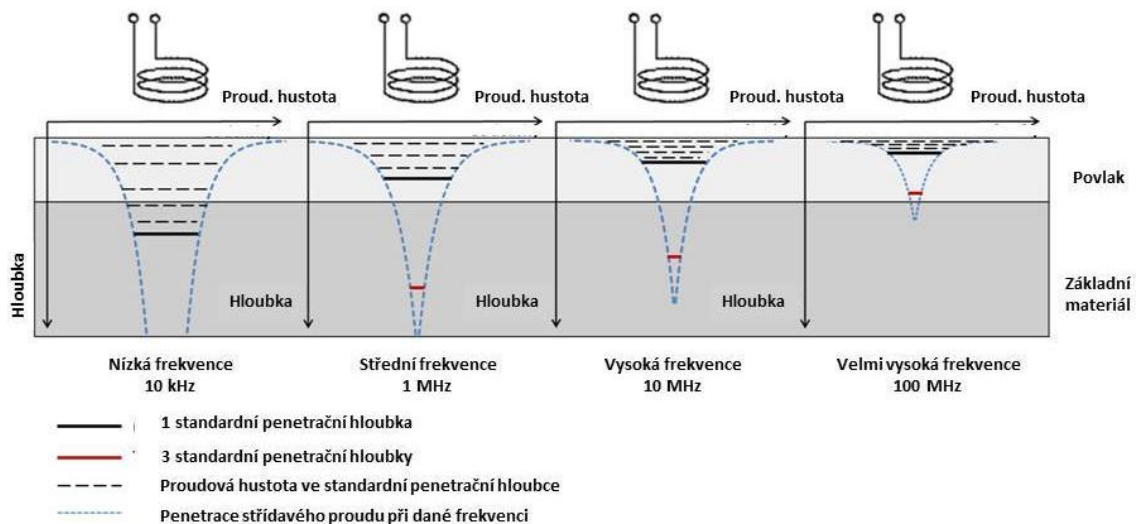
δ – standardní penetrační hloubka [mm]

μ – magnetická permeabilita [H/mm]

σ – elektrická vodivost [% IACS]

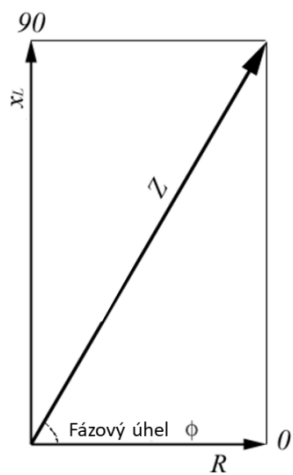
f – frekvence budícího proudu [Hz]

Ke správné a spolehlivé detekci by defekt neměl být ve větší hloubce, než je 1 standardní penetrační hloubka. V této hloubce proudová hustota klesá na 37% své původní hodnoty. Pro trojnásobek standardní penetrační hloubky je proudová hustota na 5% původní hodnoty [28]. Závislost proudové hustoty pod povrchem na budící frekvenci je ilustrována na Obr. 26. Z něj je patrné, že čím vyšší frekvence je využito, tím menší je standardní penetrační hloubka. V současné době je měření metodou vířivých proudů využíváno k detekci trhlin, měření tloušťky tenkých součástí, tloušťky nevodivých povlaků a hloubky prokalení či ověření provedení jiných tepelných zpracování homogenních materiálů [29].



Obr. 26 – Závislost penetrační hloubky na frekvenci budícího proudu [28].

Hlavním výstupem měření vířivými proudy je záznam bodů impedance Z v impedanční rovině tvořené v souřadnicovém systému induktivní reaktance X_L a elektrického odporu R (Obr. 27). Vzhledem k jejich vzájemnému fázovému posuvu nelze impedanci dopočítat jako algebraickou sumu, nýbrž je nutno uvažovat jejich vektorové součty. Kapacitní reaktance bývá v obvodech určených k měření vířivými proudy minimální a je tudíž většinou zanedbávána [29].



Obr. 27 – Impedanční rovina [29].

V závislosti na změnách vstupních veličin dochází ke změnám impedance, což je dále rozebráno v experimentální části této práce na praktických příkladech.

8. Hypotéza

Vzhledem k ekonomicky nerentabilním metodám úpravy povlaku či jeho odstraňování je nutné monitorovat vstupní parametry materiálu a potažmo povlaku. V průmyslové praxi je stav povlaku definován a posuzován podle tloušťky difuzní vrstvy na rozhraní základního materiálu a povlaku. Ačkoli se nejedná o parametr rozhodující o vhodnosti ke svařování, zahrnuje v sobě relativně spolehlivě informace o změnách chemického složení způsobených rozdílnou dobu výdrže na austenitizační teplotě a její výši. Problémem je, že jedinou dostupnou metodou pro tyto analýzy je změření z metalografického výbrusu. Jedná se tedy o destrukční, časově náročnou metodu, která ve výsledku poskytne informaci pouze o analyzovaném dílu. Není jí možné provádět vstupní 100% kontrolu. Vzhledem k těmto nedostatkům je spíše využívána v reakci na problémy vyskytující se ve výrobním toku.

Z toho důvodu byla v experimentální části disertační práce hledána spolehlivá, nedestruktivní metoda vstupní kontroly za tepla tvářených dílů, která by umožňovala rychlé posouzení vhodnosti daného dílu ke svařování. Vzhledem k výrazným změnám chemického složení bylo přistoupeno k testování metody vířivých proudů, která se v běžné praxi využívala k detekci defektů či stavu zakalení materiálu.

Dalším cílem práce byla tvorba metodiky kontroly bodových svarů z těchto povlakovaných vysokopevných ocelí. Vzhledem k výrazně odlišné problematice svařitelnosti těchto plechů v porovnání s konvenčními zinkem povlakovanými plechy byla prověřována vhodnější metodika kontroly svarových bodů. V souvislosti s tím byla vypracována 2D simulace bodového odporového svařování. Tyto podklady budou sloužit jako vstupní data do crashových simulací.

9. Cíle dizertační práce

Vzhledem k negativním vlivům povlaku na bázi Al-Si na svařitelnost je nutné porozumět důvodům způsobujícím tuto nestabilitu. V dalším kroku je pak potřebné zjistit, jakým způsobem je možné tyto negativní vlivy monitorovat, detekovat a zamezit nevhodně zpracovaným dílům s touto povrchovou úpravou dostat se do výrobního procesu. V neposlední řadě na základě souboru získaných dat a informací s ohledem na úsporu nákladů v předprodukční fázi výroby je záhodno disponovat digitálním nástrojem pro simulaci svařování dílů s rozdílnými stavy povlaku.

Cíli mé dizertační práce je:

1. Popsat strukturní změny probíhající v povlaku na bázi Al-Si při tepelném zpracování oceli 22MnB5 a nalézt spojitost mezi strukturálními změnami povlaku a jejich negativním vlivem na svařitelnost dílů opatřených tímto povlakem.
2. Navrhnout metodu nedestruktivní kontroly termomechanicky zpracovaných dílů, kterou by bylo možné odhalit obtížně svařitelné díly před samotným procesem svařování.
3. Vytvořit 2D simulaci bodového odporového svařování dílů z oceli 22MnB5 s povlakem na bázi Al-Si.

10. Metodika a použité materiály

Experiment jsem naplánoval do čtyř hlavních částí:

1. Změny struktury povlaku v závislosti na změně parametrů tepelného zpracování.
2. Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost.
3. Vývoj vhodné vstupní kontroly materiálu a vypracování metodiky posuzování bodové odporové svařitelnosti.
4. Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování.

10.1. Změny povlaku v závislosti na změně parametrů tepelného zpracování

V první fázi jsem přistoupil ke zkoumání chemického složení subvrstev povlaku. Za tím účelem bylo nutné připravit několik sad vzorků pro zmapování vývoje chemické struktury v závislosti na proměnných parametrech tepelného zpracování. Pro všechny sady byl použitý stejný materiál, ocelové plechy 22MnB5 tloušťky 1,2 mm s povlakem AS 150. Chemické složení oceli 22MnB5 bylo změřeno na jiskrovém optickém analyzátoru Bruker Q4 Tasman. Celkem jsem připravil 4 sady za konstantní austenitizační teploty 920°C s rozdílnou dobou výdrže (Tab. 2). Austenitizační teplotu 920°C byla zvolena cíleně, jelikož se jedná o teplotu běžně využívanou pro austenitizaci tohoto materiálu v průmyslu, vzorky tím pádem bylo možné připravit v průběžné plynové peci přímo u výrobce dílů. Jako výchozí polotovar byly použity nástřihy o rozměrech 297 x 210 mm.

Tab. 2. Parametry tepelného zpracování vzorků připravených za konstantní teploty

Teplota [°C]	920	920	920	920
Doba výdrže [s]	300	420	660	840

Dalším krokem byla příprava vzorků s konstantní dobou výdrže na austenitizační teplotě a rozdílnou výší austenitizační teploty (Tab. 3). Pro jejich výrobu již nebylo možné využít průběžné plynové pece u výrobce dílů, nýbrž jsem musel použít pec komorovou. Na vzorku připraveném při 920°C po dobu výdrže 420 sekund pak byla ověřena zastupitelnost obou způsobů přípravy porovnáním chemického složení, metalografie a mechanických zkoušek. Pro sady byla poté zvolena celková doba výdrže 480 sekund a tři austenitizační teploty 845°C, což odpovídá dle ARA diagramu oceli 22MnB5 teplotě AC₃, dále teplotu 885°C, která je nejnižší z průmyslově využívaných teplot pro austenitizaci před kalením. Jako poslední

byla zvolena teplota 920°C, což je nejběžněji využívaná austenitizační teplota v průmyslu i pro experimenty a poskytuje tedy možnost jisté verifikace získaných výsledků.

Tab. 3. Parametry tepelného zpracování vzorků připravených za konstantní doby výdrže

Teplota [°C]	845	885	920
Doba výdrže [s]	480	480	480

Všechny vzorky zakalených plechů byly podrobeny metalografické analýze stejně jako výchozí stav materiálu před tepelným zpracováním. Výbrusy pro pozorování na optickém mikroskopu byly připraveny klasickými metalografickými postupy s finálním krokem leštěním na emulzi Al₂O₃ o zrnitosti 0,05 μm. Vyhodnocení pak probíhalo na mikroskopu GX71. Vzorky pro elektronovou mikroskopii byly připraveny s posledním krokem leštění na koloidní silice. K analýze vzorků byl použit řádkovací elektronový mikroskop Zeiss Ultra Plus s detektory EDS Oxford X-Max 20 a EBSD Oxford Nordlys Nano v laboratoři analytických metod Technické univerzity v Liberci. Vzorky byly rovněž pro potvrzení chemického složení podrobeny analýze rentgenovou difrakcí na difraktografu PANanalytical X'Pert PRO v Bragg-Brentanově parafokusující geometrii na Vysoké škole chemicko-technologické v Praze.

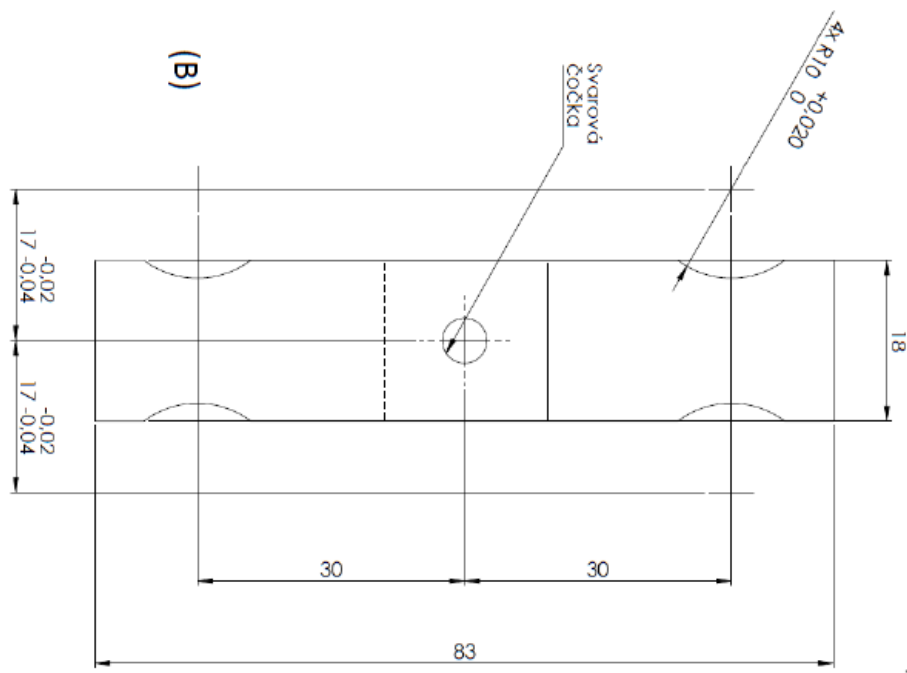
10.2. Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost

Pro analýzu svařitelnosti bylo nutné rozšířit spektrum vzorků o další varianty tepelného zpracování. Na základě předchozích experimentů byly zvoleny parametry přípravy poskytující další strukturní stavy povlaku (Tab. 4). Úprava formátu vzorků na požadovanou velikost 55 x 18 mm byla provedena na laserové CNC řezače a takto připravené vzorky byly svařeny na svařovacím lisu PMS 11-4 Dalex v laboratořích ústavu Strojírenské technologie na českém vysokém učení technickém v Praze do zkušebního vzorku pro dynamickou zkoušku tahem (obr. 28). Svařovací parametry jsou uvedeny v Tab. 5. Obdobně byly svařeny i vzorky pro statickou zkoušku tahem (Obr. 29).

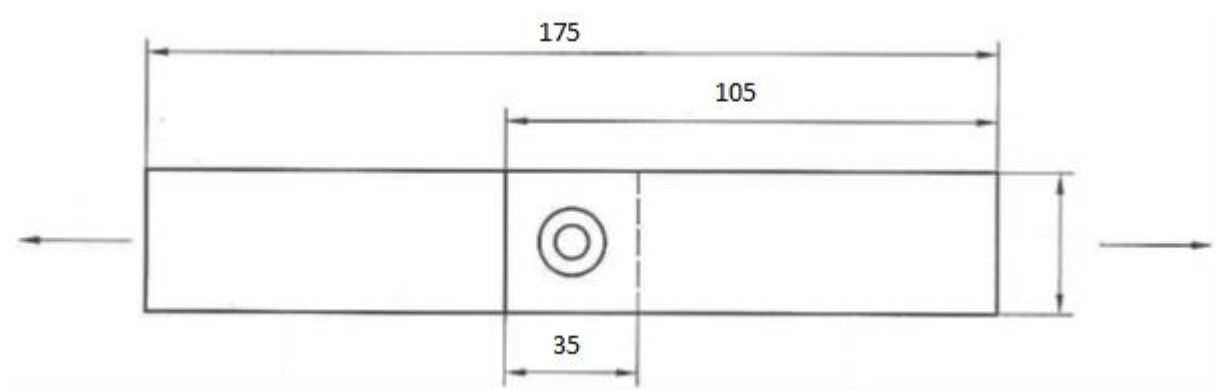
Tab. 4 – Parametry tepelného zpracování pro analýzu svařitelnosti.

Teplota [°C]	Doba austenitizace [s]			
880	330	390	480	x
900	300	360	480	x

920	300	420	660	840
-----	-----	-----	-----	-----



Obr. 28 – Vzorek pro dynamickou zkoušku tahem.



Obr. 29 – Vzorek pro statickou zkoušku tahem.

Tab. 5. Svařovací parametry pro plechy 22MnB5 s povlakem AS 150 tloušťky 1,2 mm.

I [A]	F [daN]	t [ms]
7,5	250	280

Svařené vzorky byly podrobeny kontrole na vícekanálové ultrazvukové sondě Frankie Testima a rovněž klasickému ultrazvukovému testování využívanému ve výrobní praxi pro zjištění případných rozdílů na pracovištích ve ŠKODA AUTO. Po nedestruktivní kontrole byla na části vzorků provedena metalografická analýza. Druhá část byla podrobena statické

tahové zkoušce (svařené vzorky 105 x 45 mm) v laboratořích Ústavu strojírenské technologie na ČVUT v Praze a svařené vzorky 55 x 17 mm potom rázové tahové zkoušce na rychlém hydraulickém válci AH 40-300, se snímačem síly Kistler 9351B a snímačem dráhy Keyence LK-H 087 ve spolupráci s Výukovým a výzkumným centrem v dopravě na Univerzitě Pardubice. Všechny rázové zkoušky byly provedeny při nastavení rychlosti posuvu čelistí 10 m/s, což odpovídá při dané konfiguraci deformační rychlosti $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$.

Rovněž byly provedeny pokusy s laserovou homogenizací povlaku za účelem odstranění jeho nehomogenní struktury. Na použitém vláknovém laseru JKF400FL byly odzkoušeny kombinace parametrů rychlosti posuvu, rozteče a vzdálenosti ohniska nad povrchem dle Tab. 6. Hodnoty výkonu byly nastaveny pro jednotlivé vzorky dle Tab. 7.

Tab. 6 – Parametry nastavení laseru pro jednotlivé sady, v = rychlost posuvu, d = vzdálenost ohniska nad povrchem plechu a p = rozteč laserových stop.

sada	v [m/min]	d [mm]	p [mm]
1	500	8	0,2
2	1000	8	0,2
3	500	8	0,3
4	1000	8	0,3

Tab. 7 – Hodnoty výkonu laseru pro jednotlivé vzorky.

vzorek	A	B	C	D	E	F	G	H	CH	I	J	K	L	M
Výkon [W]	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150

Takto připravené vzorky byly posléze analyzovány. Nejprve byl prozkoumán povrch na řádkovacím elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus za účelem vyhodnocení chemického složení a vzhledu povrchu. Poté byly připraveny metalografické výbrus pro optickou mikroskopii a elektronovou mikroskopii. Postup přípravy byl shodný s postupem přípravy vzorků v kapitole 9.1. U takto připravených vzorků byl sledován stupeň homogenizace povlaku, posuzovaný dle EDS map z elektronového mikroskopu, a velikost tepelně ovlivněných zón v základním materiálu pozorovaných na optickém mikroskopu.

10.3. Vývoj vhodné vstupní kontroly materiálu a vypracování metodiky posuzování bodové odporové svažitelnosti

pro vhodnou vstupní kontrolu polotovarů z materiálu 22MnB5 + AS150 jsem se zaměřil na nedestruktivní technologii. Prvotní experimenty pro obě metody byly provedeny na vzorcích

vyrobených stejným postupem jako v případě vzorků určených pro analýzu změn povlaku v závislosti na parametrech tepelného zpracování. Nejdříve byla měřena elektrická vodivost povlaku, jako druhý krok byla prověřena možnost měření změna impedance s využitím vířivých proudů, oboje ve spolupráci s Katedrou měření na Fakultě elektrotechnické na Českém vysokém učení technickém v Praze. Pro měření elektrické vodivosti byl použit princip měření úbytku napětí stejnosměrným i střídavým proudem.

Při měření se stejnosměrným proudem byl použit zdroj QPX1200SW, měřící kontakty byly umístěny ve vzdálenosti 150 mm od sebe a budily měřený vzorek proudem 11A. Napětí bylo odečítáno na digitálním multimetru HP 34401 a jako normálový rezistor byl použit $R_n = 0,7 \Omega/20A$. Zapojení je na Obr. 30.



Obr. 30 – Zapojení obvodu pro měření úbytku napětí s využitím stejnosměrného proudu.

Pro měření střídavým proudem byla využita rovněž čtyřsvorková metoda, v tomto případě s měřícím proudem 15A dodávaným generátorem Tektronix AFG3102 a zesíleným proudovým zesilovačem Worldwide 800A3. Obvod pro měření střídavým proudem je na obr. 31.



Obr. 31 – Obvod pro měření úbytku napětí s využitím střídavého proudu.

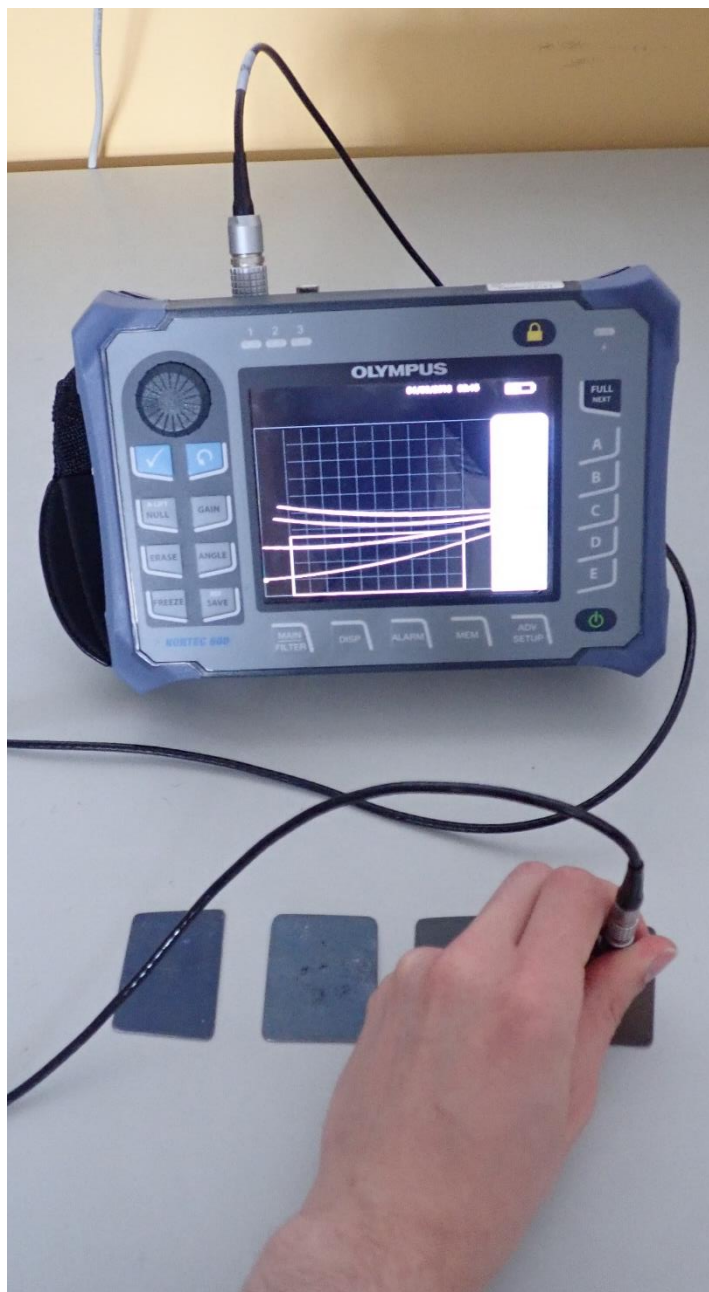
Pro monitorování reakce materiálů s povlakem na vířivé proudy bylo využito přístroje Olympus NORTEC 600 se sondami SL300/10kHz a SRL/2kHz-200kHz/25. Zvolený rozsah frekvencí 10 – 230 kHz s hodnotami vertikálního a horizontálního zesílení 90 a 102 dB. Naměřené hodnoty byly posléze srovnány s informacemi získanými z metalografických výbrusů a analýz na elektronovém mikroskopu. Aplikovatelnost metod byla nejprve prověřena na sérii vzorků připravených při 920°C poté byla testována na reálných dílech v průmyslových podmínkách. Jako výstup pro identifikaci stavu povlaku na díle slouží záznam naměřených bodů v impedanční rovině přístroje. Přístroj se znázorněným měřením je na obr. 32.

V závěrečné fázi experimentu na základě sesbíraných dat byla navržena metodika posuzování bodové odporové svařitelnosti polotovarů z ocelí 22MnB5 s povlakem na bázi Al-Si ve vytvrzeném stavu.

10.4. Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování

byla realizována ve spolupráci s Fakultou elektrotechnickou Vysokého učení technického v Praze a firmou MECAS, výrobcem simulačního software Sysweld. V prvním kroku bylo nutné vytvořit databázi materiálových dat, zejména pak dat popisujících vlastnosti vrstvy na bázi Al-Si. K tomu byly využity výsledky z měření vodivosti získané z měření vodivosti uvedené v kapitole 9.3 a výsledky z ultrazvukové vícekanálové sondy. Dále byl sestrojen

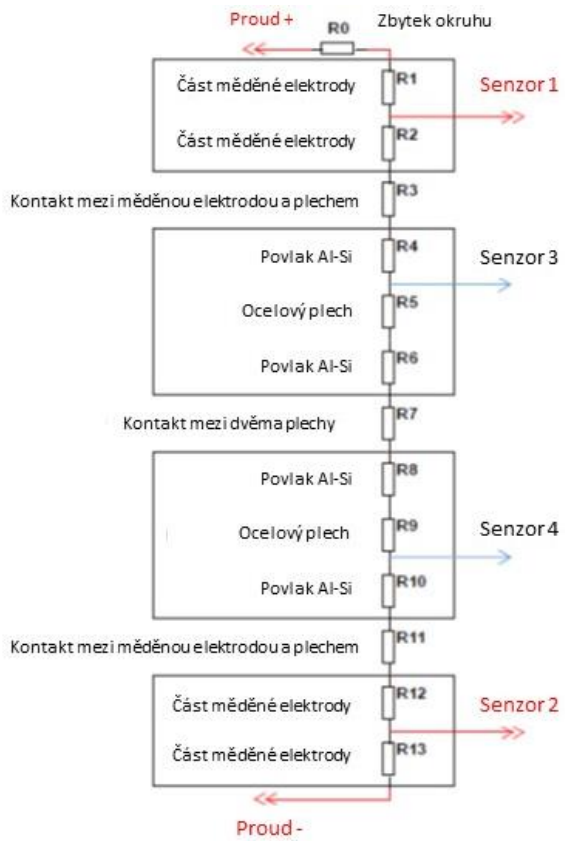
měřící přípravek na obr. 32, detailní schéma zapojení měřících sond v přípravku je pak patrné z obr. 33. Pro měření vzorků byl použit stejnosměrný proud o velikosti 15 A generovaný proudovým zdrojem QPX1200SW, jako normálový rezistor $R_n = 100 \text{ m}\Omega/200\text{W}$. Měření napětí na elektrodách a normálovém odporu bylo realizováno systémem LXI Keysight 34972A a přítlačné síly senzorem FC 23 do rozsahu cca 250 N.



Obr. 32 – Proměřování vzorků přístrojem Nortec 600.

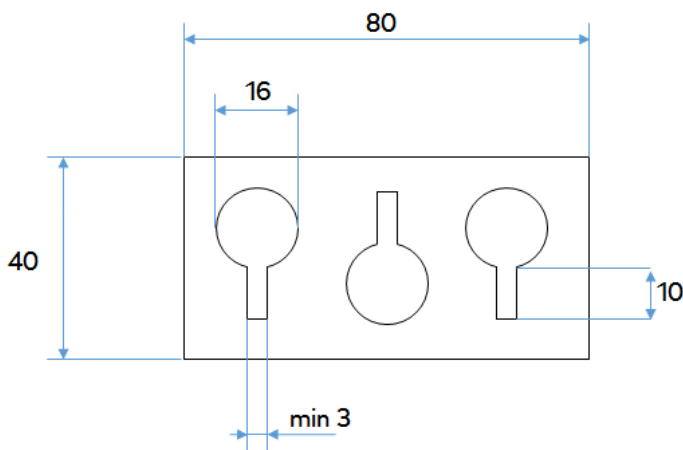


Obr. 32 – sestrojený přípravek pro měření elektrického odporu čtyřsvorkovou metodou zapojený v obvodu.



Obr. 33 – Schéma měřící části obvodu.

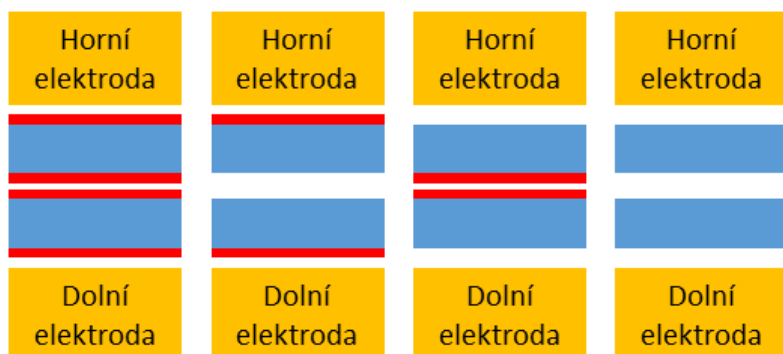
V prvotní fázi byly provedeny experimenty s měděnými svařovacími elektrodami 39D 1978-2, které byly v pozdější fázi upraveny odfrézováním špičky elektrody na výslednou kruhovou dotykovou plochu od průměru 16 mm za účelem přesného vymezení velikosti kontaktní plochy se vzorky. Vzorky samotné byly připraveny v komorové elektrické peci v podobě obdélníku 80 x 40 mm a to za dvou rozdílných nastavení za účelem získání odlišných struktur povlaku. První sada byla připravena při austenitizační teplotě 920°C a době výdrže 360 sekund, druhá sada při 920°C a době výdrže 660 sekund. Následně byly z každého obdélníkového vzorku vyříznuty laserovou CNC řezačkou tři vzorky kruhového tvaru s výběžkem pro uchycení měřících svorek (obr. 34). Stav povlaku u připravených vzorků byl ověřen optickou mikroskopií.



Obr. 33 – Nástřihový plán vzorků pro měření přechodových odporů.

Pro získání dat o povlaku bylo nutné připravit různé varianty vzorků s ohledem na přítomnost povlaku. Celkem bylo připraveno 12 vzorků s povlakem na bázi Al-Si po obou stranách, 12 vzorků s povlakem z jedné strany a 12 vzorků s odstraněným povlakem z obou stran. Povlak byl z povrchu vzorků odbroušen na brusném papíře Presi P320 s korundovým zrnem s tím, že výsledná drsnost po odbroušení odpovídala nejlépe drsnosti neodbroušeného povlaku, což bylo zkontrolováno drsnoměrem MAHR. Úběr materiálu byl vždy 40 μm , aby bylo docíleno úplného odbroušení povlaku včetně difuzní vrstvy. V experimentu pak byly proměřeny vzorky v kombinaci znázorněné na obr. 34.

Dále byly jako vstupní data do simulace použity výsledky měření na vícekanálové sondě zmíněné v kapitole 10.2. Na jejich základě byly modelovány geometrické parametry svarového spoje.



Obr. 34 – Konfigurace vzorků při měření přechodových odporů. Modrá barva značí ocel 22MnB5 a červená povlak AS 150.

11. Výsledky

V této kapitole se věnuji výsledkům získaných na základě experimentů popsanych v kapitole 9.

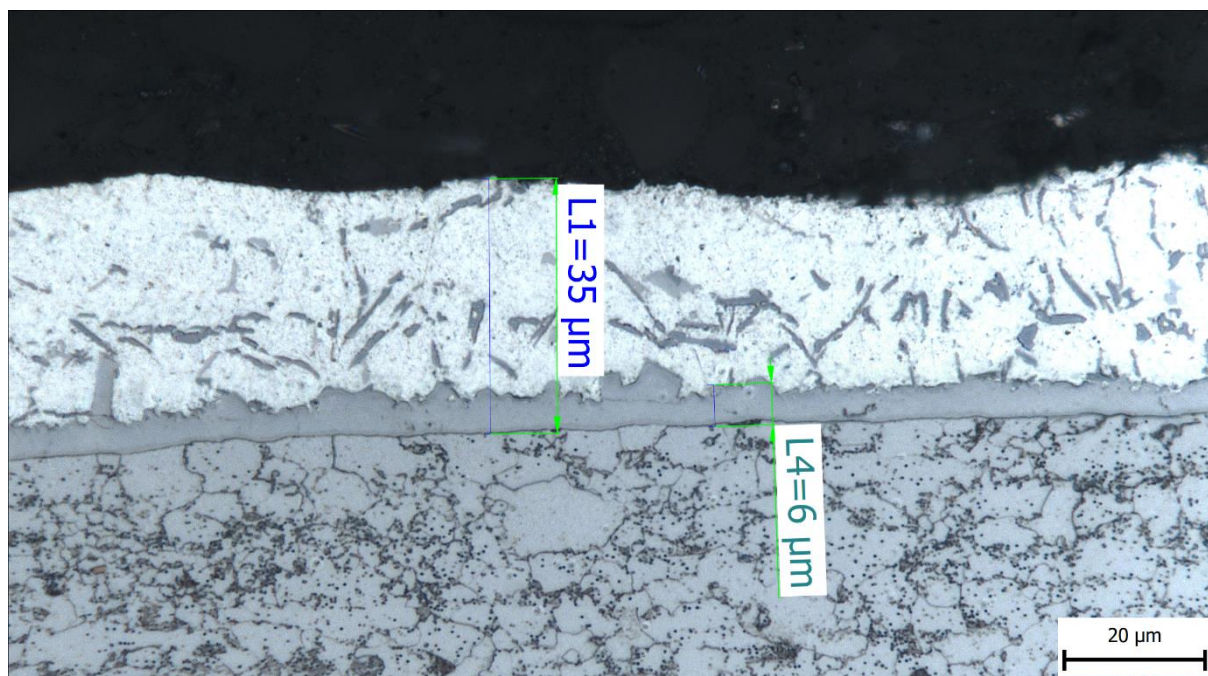
11.1. Změny struktury povlaku v závislosti na změně parametrů tepelného zpracování

Pro zachycení výchozího stavu před tepelným zpracováním jsem provedl kontrolu chemického složení oceli na jiskrovém světelném spektrometru, jejíž výsledky jsou uvedeny v Tab. 8.

Tab. 8 – Chemické složení základního materiálu vzorků, oceli 22MnB5.

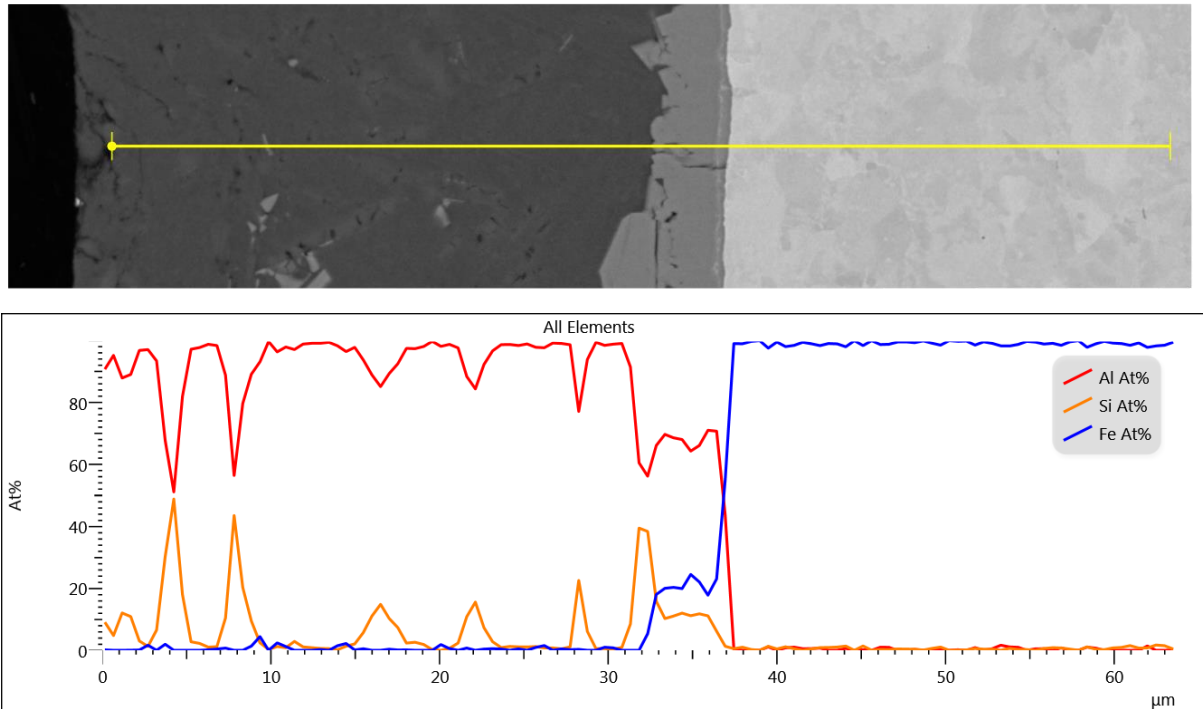
hmot.%	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Cu	Al	B	Ti
22MnB5 (předpis)	0,2- 0,25	≤0,5	1,1-1,5	≤0,025	≤0,005	≤0,35	≤0,35	≤0,2	0,02- 0,06	0,002- 0,005	0,02- 0,05
22MnB5 (změřený)	0,22	0,24	1,17	0,01	0,002	0,19	0,003	0,006	0,044	0,0027	0,026

Z měření je patrné, že základní materiál splňoval předpis chemického složení daný výrobcem. Dále byla provedena metalografická analýza materiálu 22MnB5 + AS 150 v nezakaleném stavu. Metalografický výbrus je na obr. 34.



Obr. 34 – Metalografický výbrus oceli 22MnB5 s povlakem AS 150 v nezakaleném stavu.

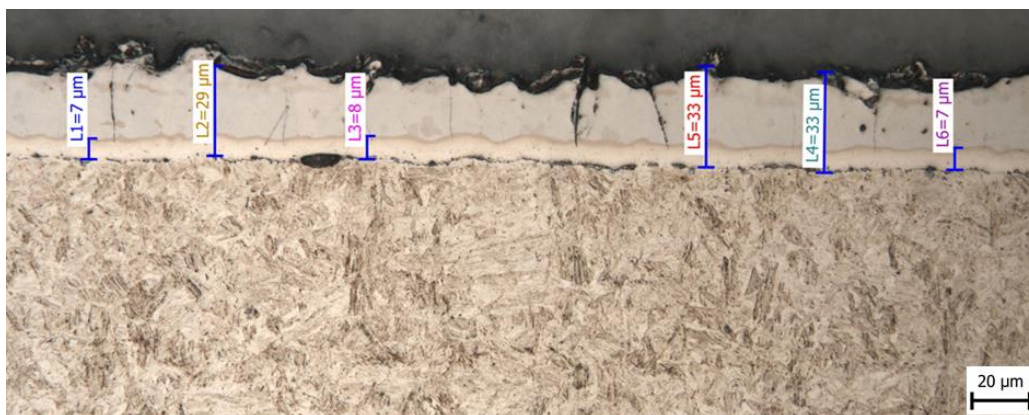
Tloušťka povlaku i difuzní vrstvy odpovídá předpisu pro povlak AS 150. Na obr. 35 je chemická mapa téhož vzorku z elektronového mikroskopu.



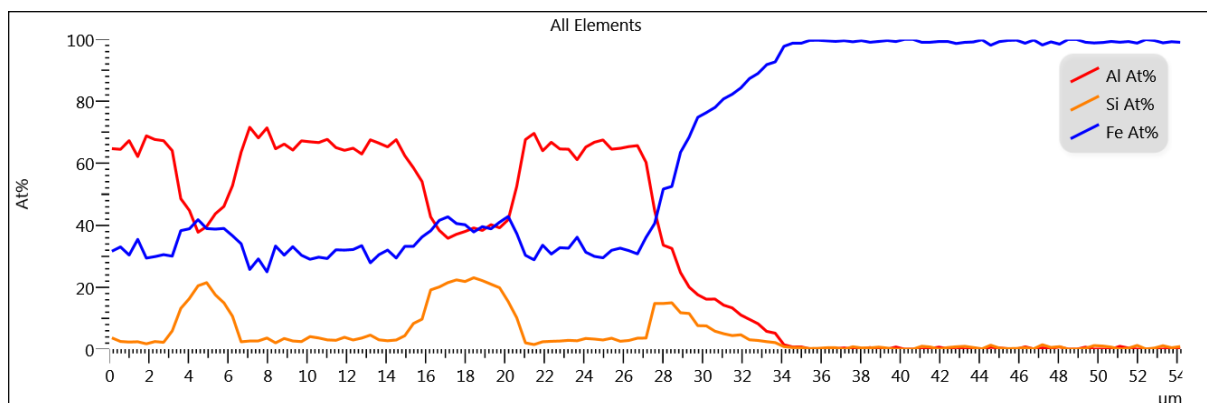
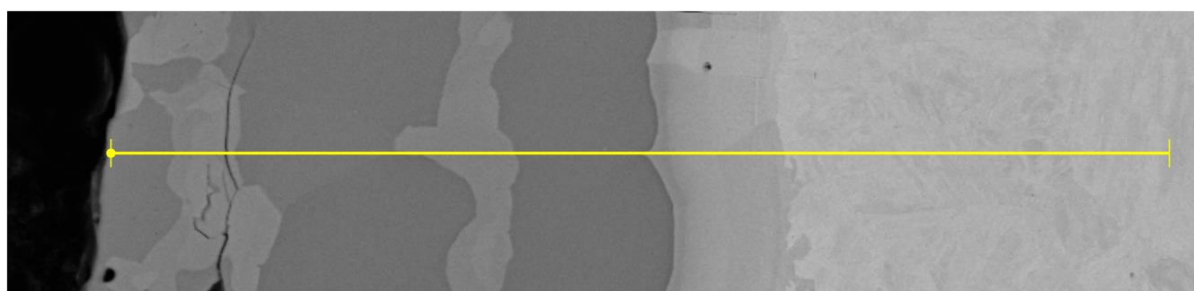
Obr. 35 – Prvková mapa oceli 22MnB5 s povlakem AS 150 ve stavu před tepelným zpracováním.

11.1.1. Změny struktury povlaku v závislosti na změně doby výdrže na austenitizační teplotě

Následně bylo přistoupeno k analýze vzorků po tepelném zpracování s konstantní austenitizační teplotou a lišící se dobou výdrže na této teplotě. Na obr. 36 je metalografický výbrus vzorku austenitizovaného po dobu 300 sekund při teplotě 920°C. Vzorek se vyznačuje tloušťkou difuzní vrstvy 8 μm. Chemická mapa stejného vzorku je na obr. 37.

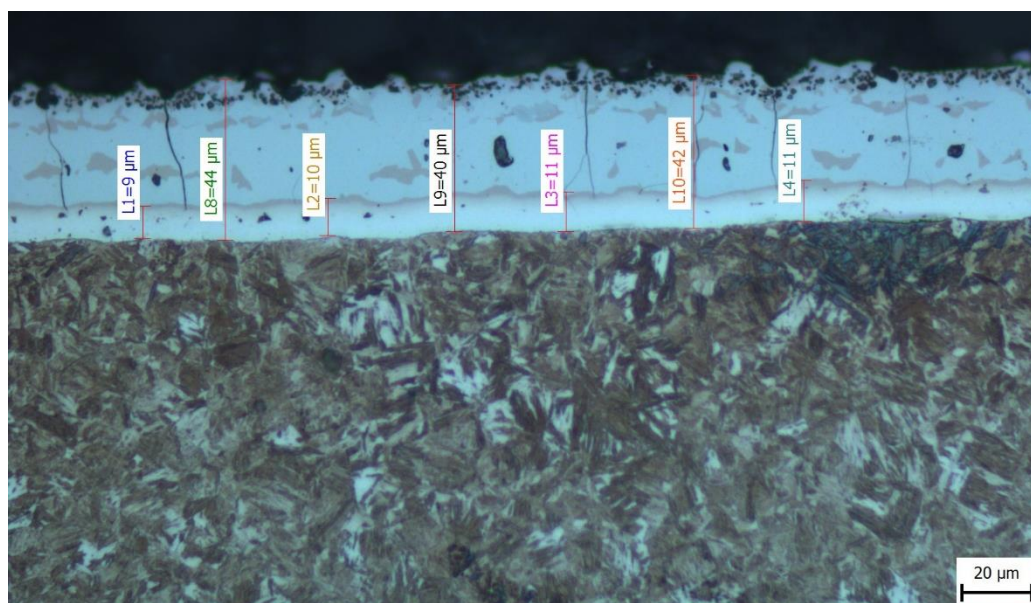


Obr. 36 – Metalografický výbrus vzorku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 300 sekund.



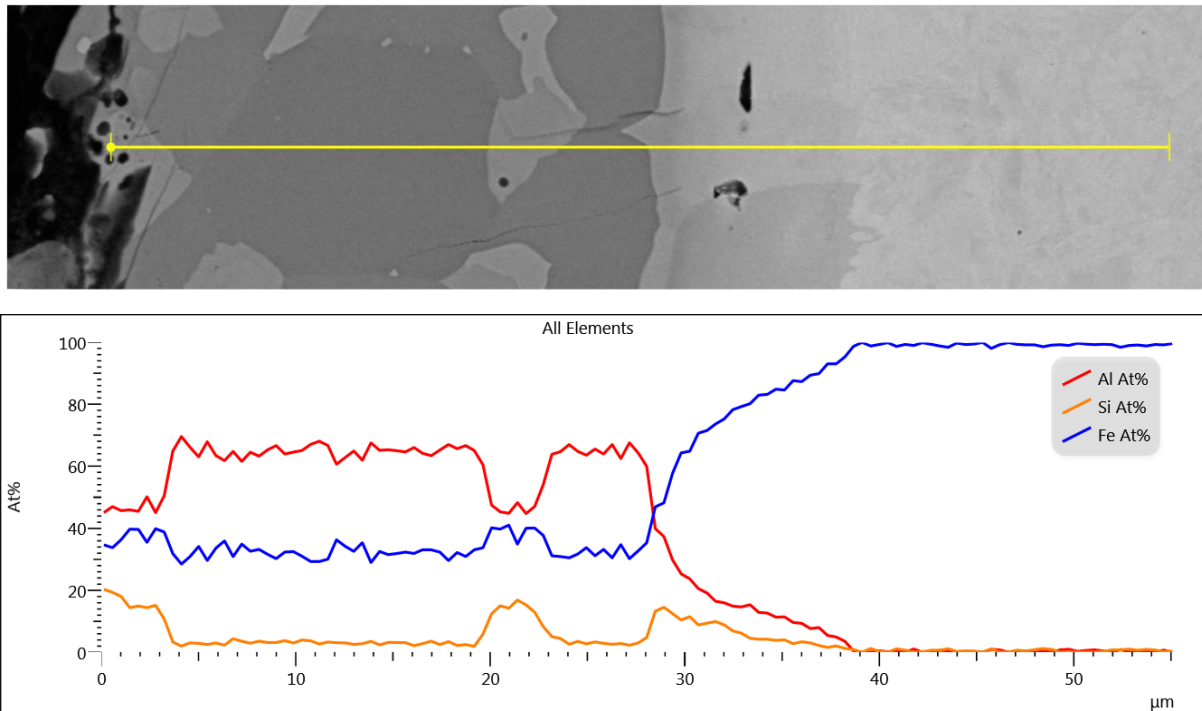
Obr. 37 – Prvková mapa výbrus vzorku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 300 sekund.

Poté jsem přistoupil k analýze vzorku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 420 sekund. Metalografický výbrus pro optickou mikroskopii je na obr. 38. Z obrázku je patrný nárůst tloušťky difuzní vrstvy na 11 μm.



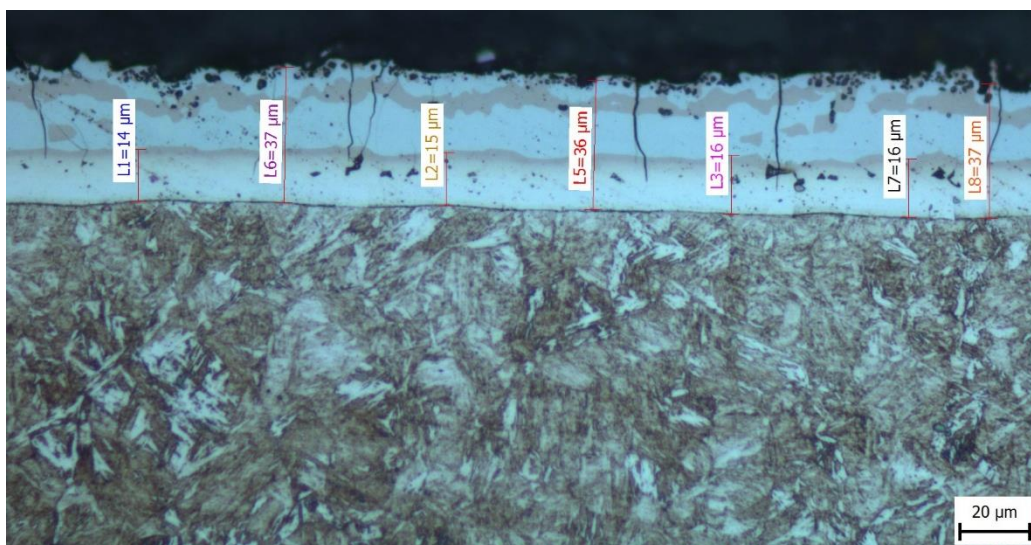
Obr. 38 – Vzorek austenitizovaný při teplotě 920°C po dobu 420 sekund.

Chemické složení bylo zachyceno na obr. 39, kde je patrný nesouvislý pás heterogenit v povlaku.

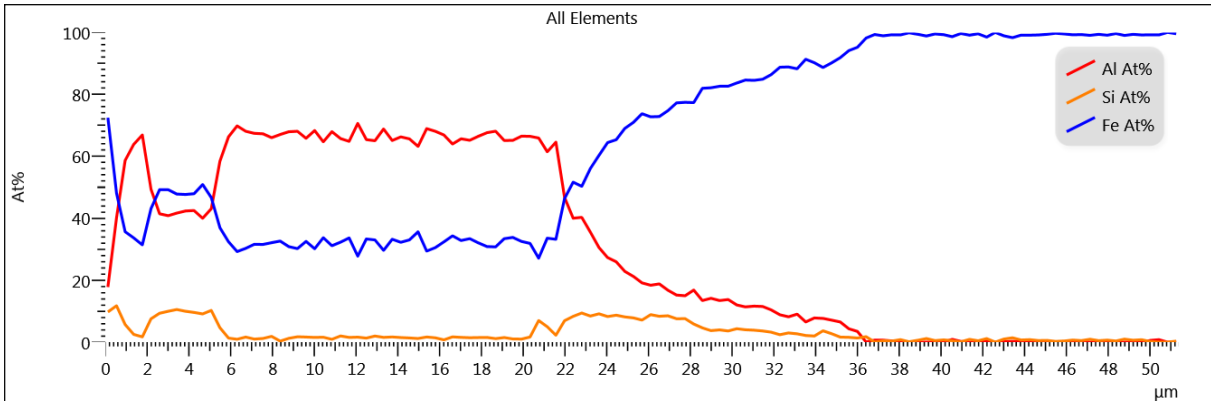
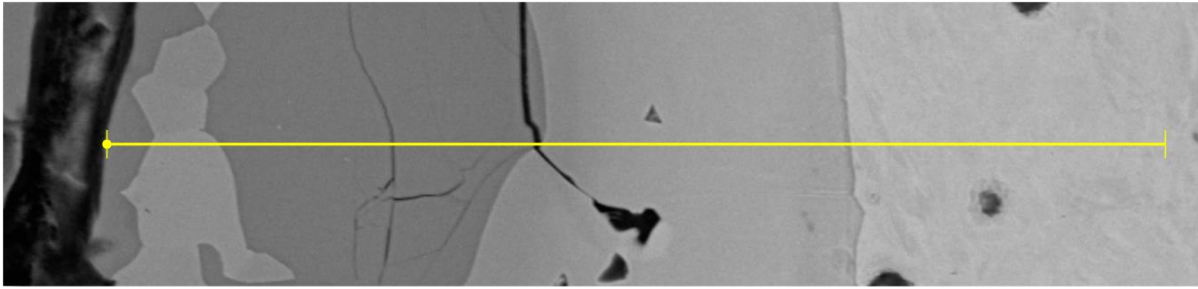


Obr. 39 - Prvková mapa výbrus vzorku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 420 sekund.

Další kombinací austenitizační teploty a doby výdrže bylo 920°C po 660 sekund, pro kterou byla charakteristická tloušťka difuzní vrstvy 16 μm patrná z obr. 40 a souvislý pás heterogenit v povlaku zjevný z mapy chemického složení na obr. 41.

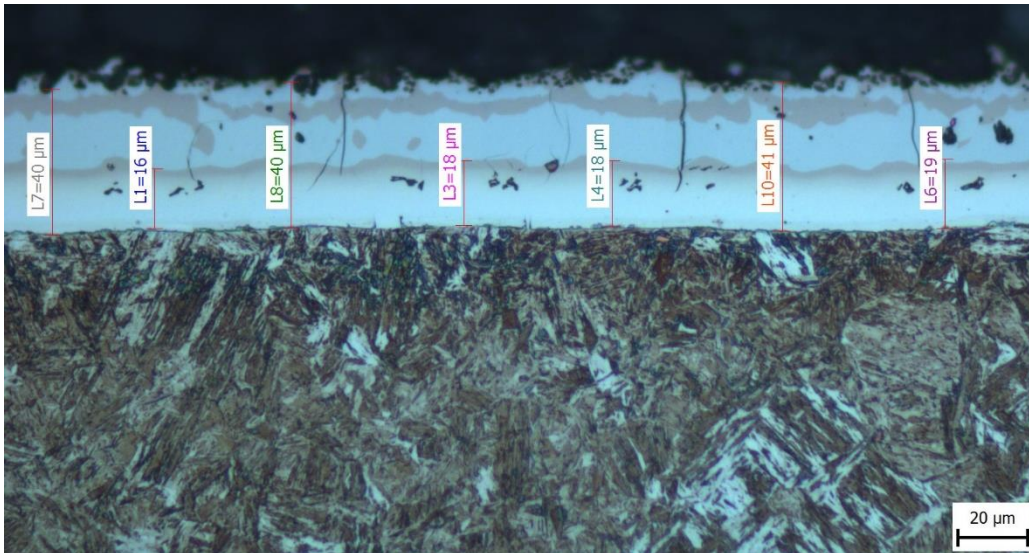


Obr. 40 – Vzorek austenitizovaný při teplotě 920°C po dobu 660 sekund.

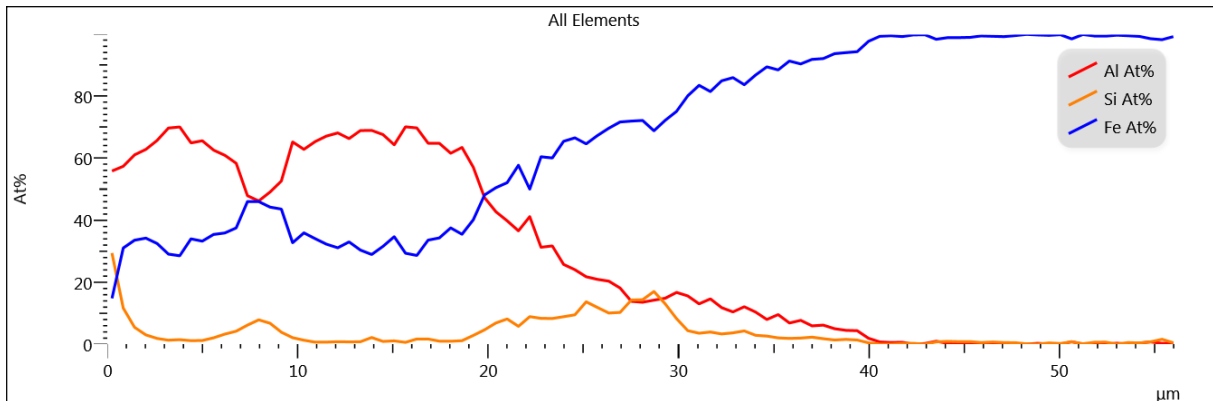
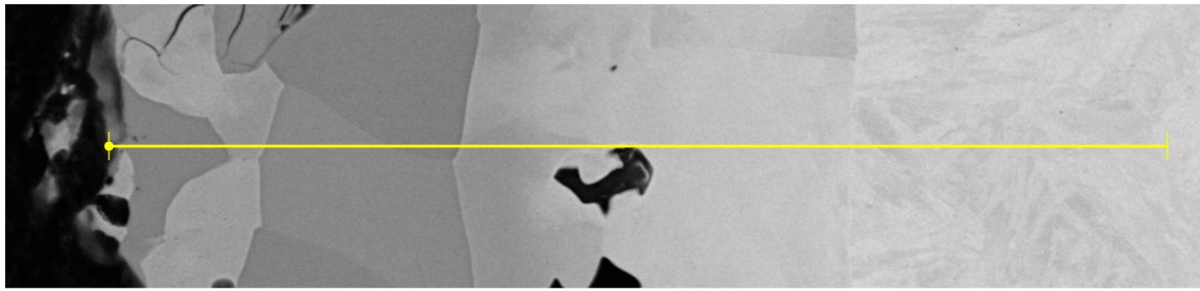


Obr. 41 – Prvková mapa výbrus vzorku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 660 sekund.

Poslední kombinací tepelného zpracování byla austenitizace při teplotě 920°C po dobu 840 sekund. Z obr. 42 je patrný značný nárůst tloušťky difuzní vrstvy na hodnotu 18 μm a rovněž zmožutnění vrstvy heterogenit z obr. 43.



Obr. 42 - Vzorek austenitizovaný při teplotě 920°C po dobu 840 sekund.

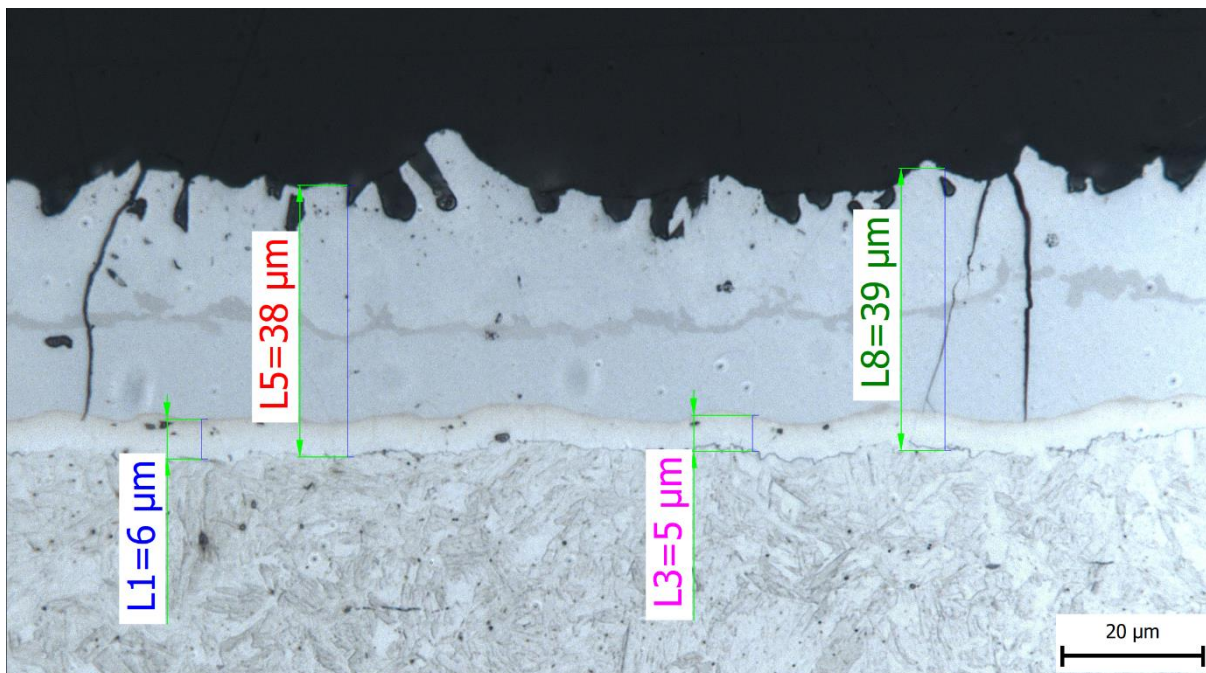


Obr. 43 – Prvková mapa výbrus vzorku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 840 sekund.

Pro další varianty tepelného zpracování z Tab. 4 již byla provedena pouze optická metalografická analýza a vyhodnocení povlaku na základě tloušťky difuzní vrstvy.

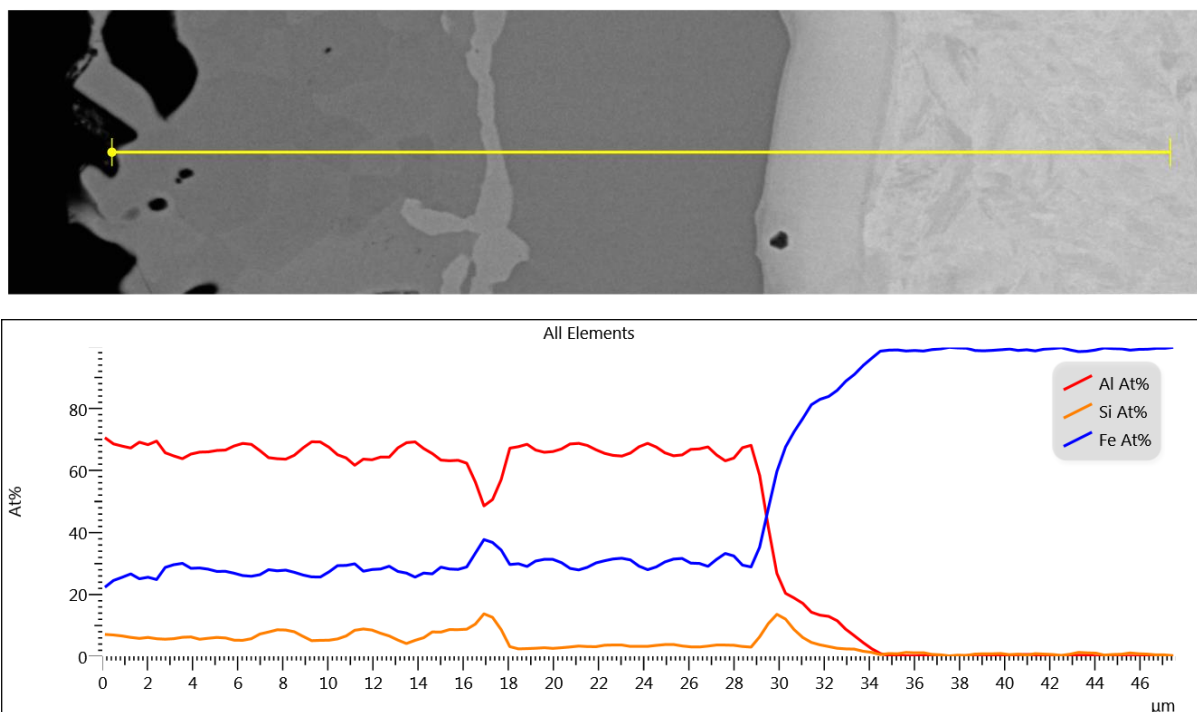
11.1.2. Změny struktury povlaku v závislosti na změně austenitizační teploty při konstantní době výdrže

Dalším krokem bylo zkoumání struktury povlaku vzorků připravených při konstantní době výdrže 480 sekund na různých teplotách. Jako první byla vybrána teplota 845°C, tedy teplota AC_3 , výsledný stav povlaku je vidět na obr. 44.



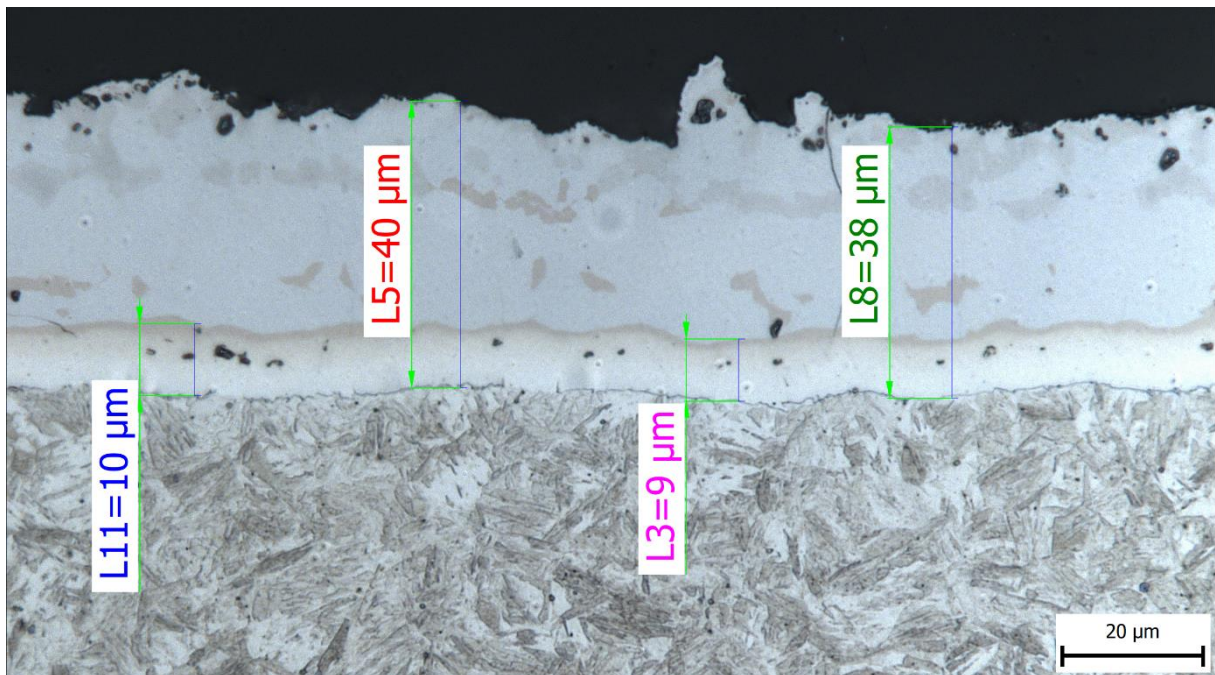
Obr. 44 – Vzorek austenitizovaný při teplotě 845°C po dobu 480 sekund.

Z obrázku je patrná nízká tloušťka difuzní vrstvy a tenká souvislá vrstva heterogenit se zvýšeným obsahem Si. Na obr. 45 jsou výsledky liniové analýzy zachycující změny chemického složení v jednotlivých vrstvách [34].

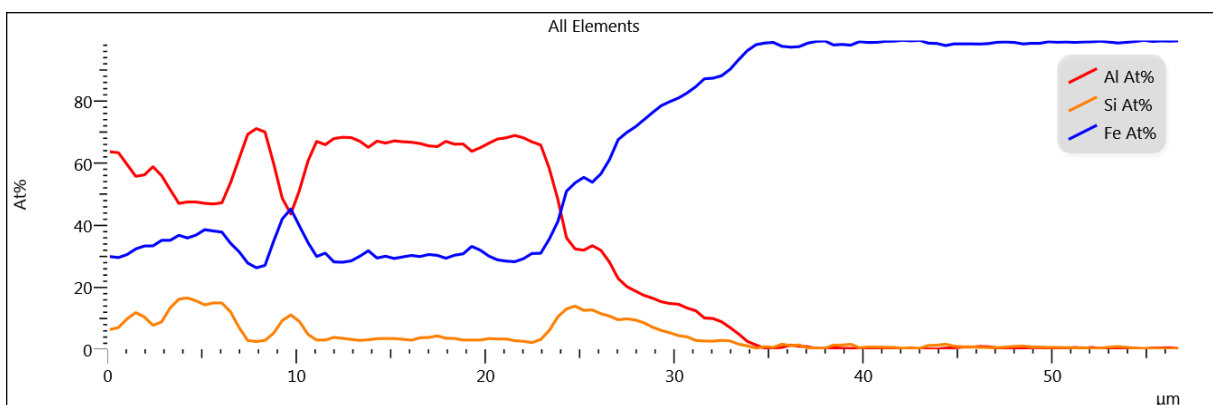
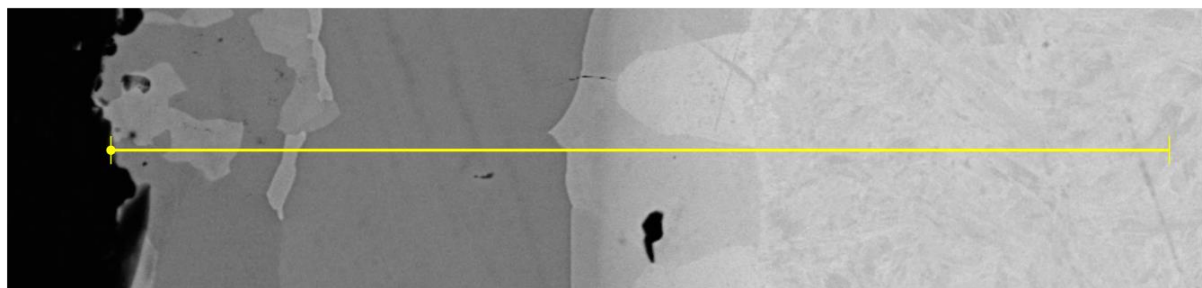


Obr. 45 – změny chemického složení ve vrstvách povlaku austenitizovaného při teplotě 845°C po dobu 480 sekund.

Vzorek připravený při teplotě 885°C vykazoval odlišnou strukturu. Jednak došlo k navýšení tloušťky difuzní vrstvy na cca 10 μm , což je patrné z obr. 46 a 47. Dále pak pás heterogenit se zvýšeným obsahem železa a křemíku nevykazoval nadále souvislý charakter [34].

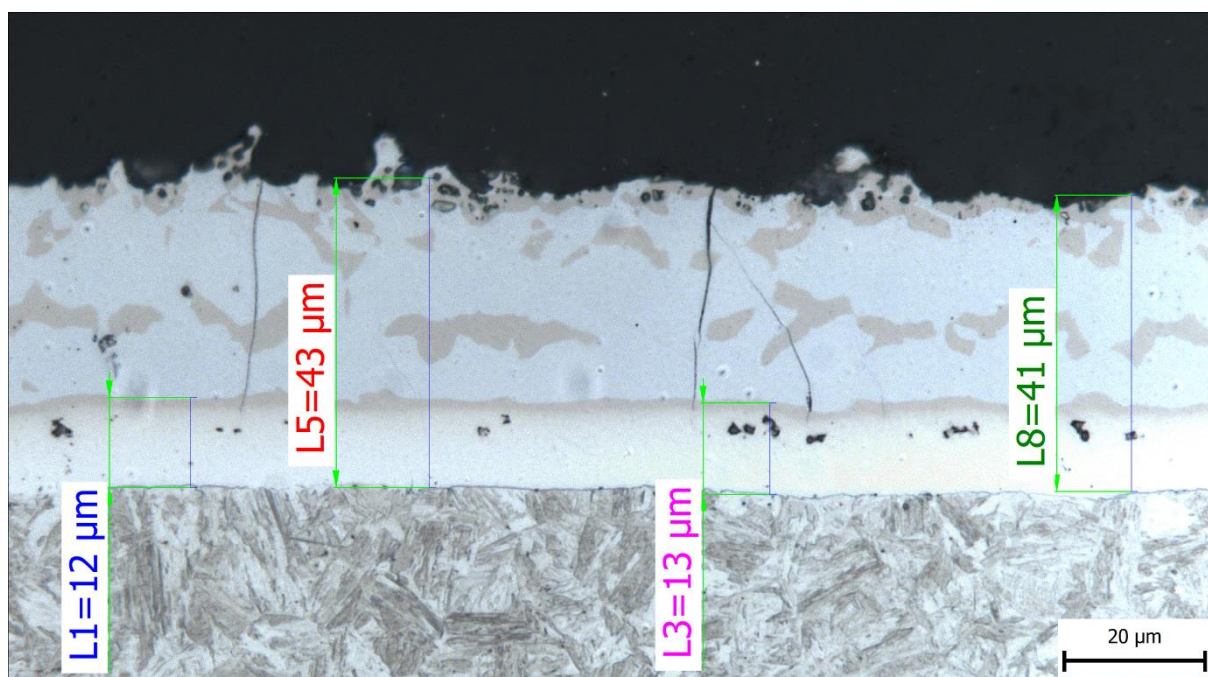


Obr. 46 – Vzorek austenitizovaný při teplotě 885°C po dobu 480 sekund.

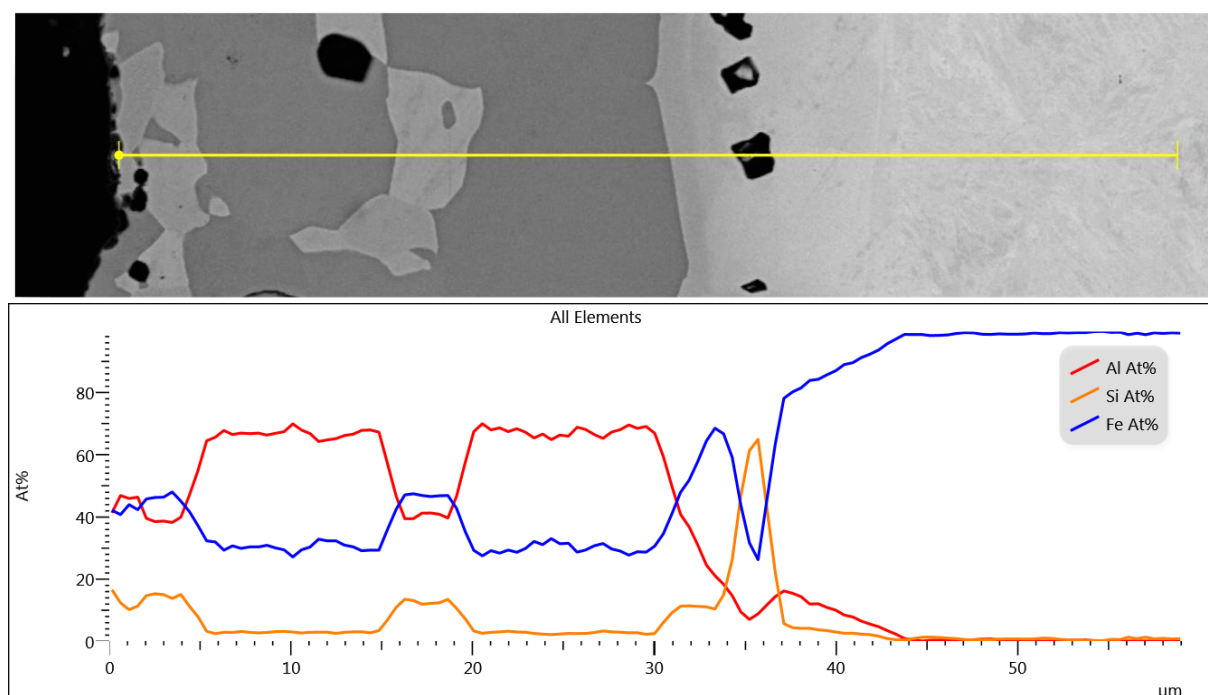


Obr. 47 – změny chemického složení ve vrstvách povlaku austenitizovaného při teplotě 885°C po dobu 480 sekund.

Poslední a nejvyšší nastavenou teplotou bylo 920°C. Se zvyšující se teplotou je opět patrný nárůst tloušťky difuzní vrstvy (obr. 48) a změny v chemickém složení pásů heterogenit (obr. 49) [34].

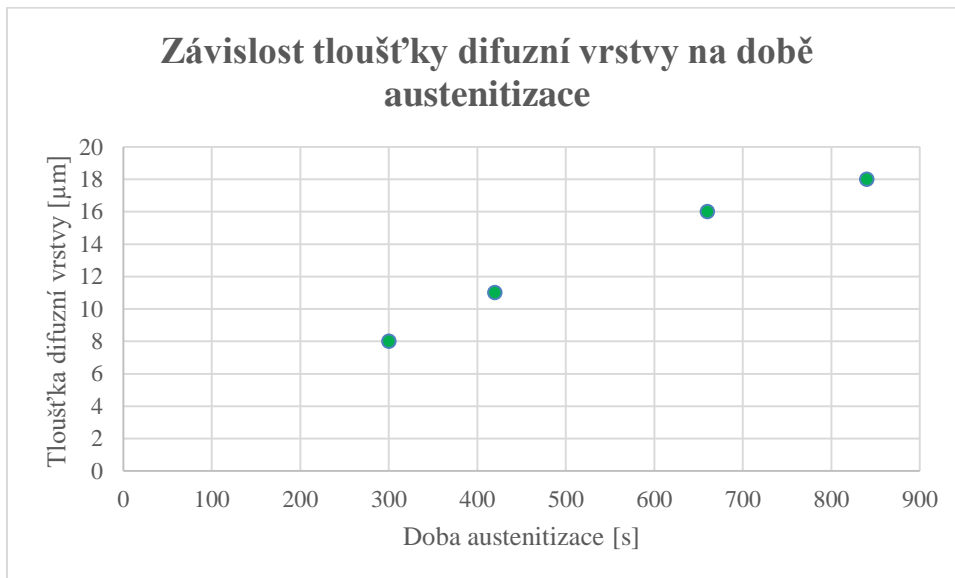


Obr. 48 – Vzorek austenitizovaný při teplotě 920°C po dobu 480 sekund.

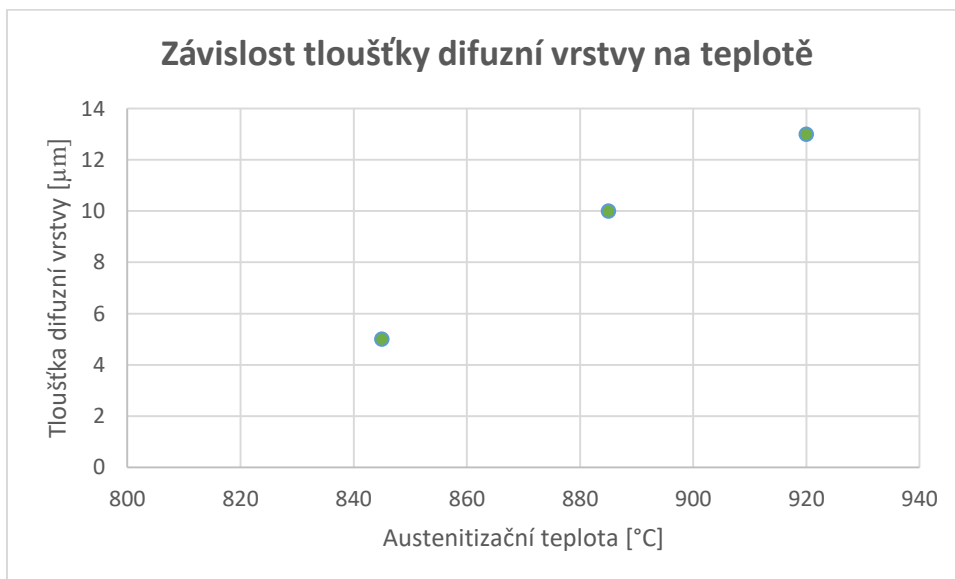


Obr. 49 – změny chemického složení ve vrstvách povlaku austenitizovaného při teplotě 920°C po dobu 480 sekund.

Změny tloušťek difuzní vrstvy jsou pro přehlednost zachyceny v obr. 50 a obr. 51. Z grafů je možné vyčíst zvětšující se tloušťku difuzní vrstvy v závislosti na výši austenitizační teploty a prodlužování doby výdrže [34].

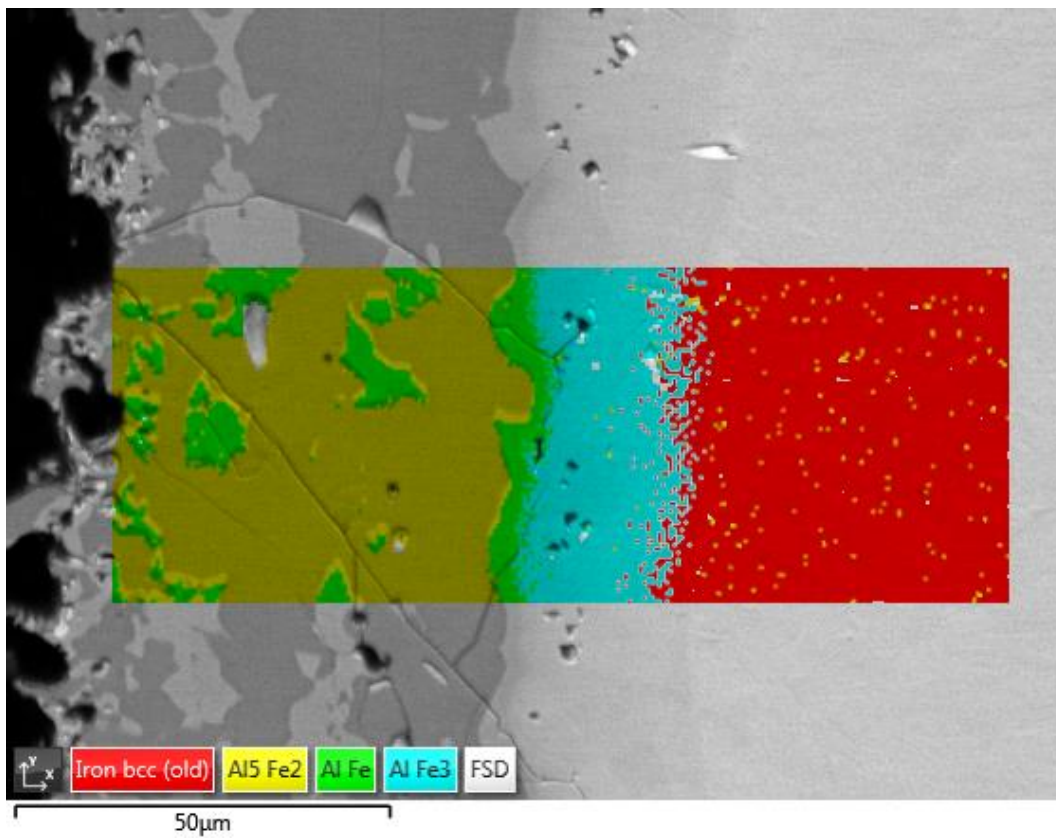


Obr. 50 – Závislost tloušťky difuzní vrstvy na době austenitizace.

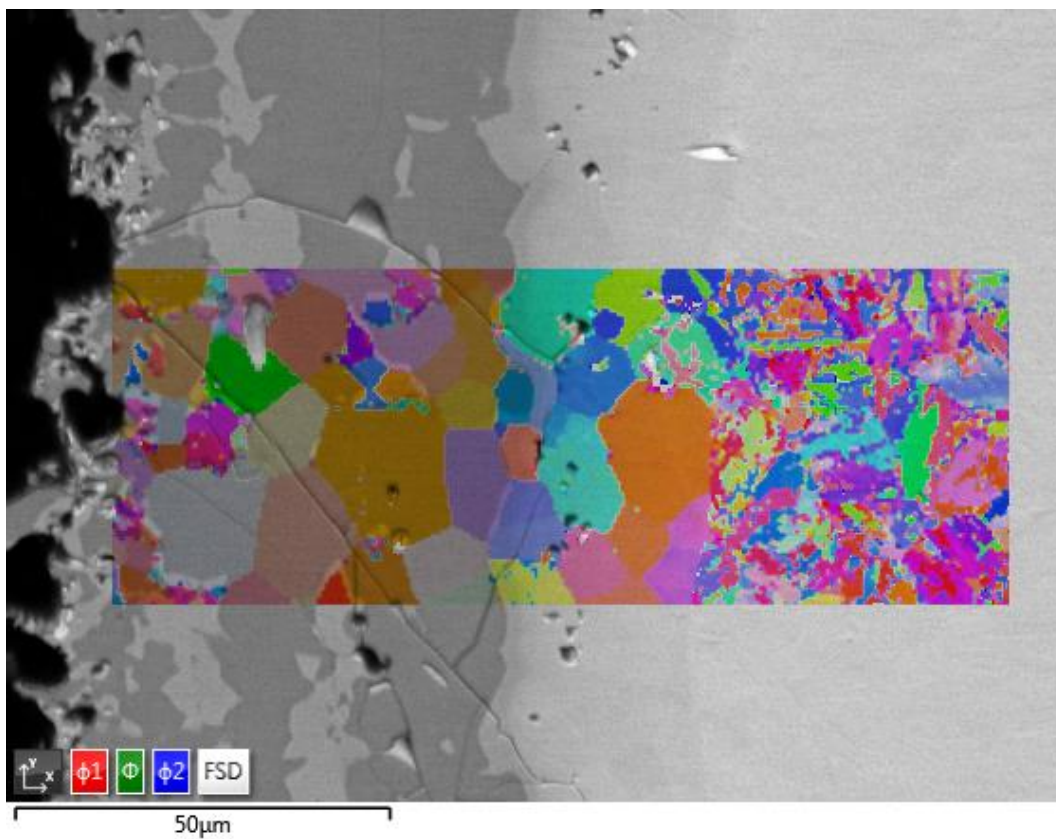


Obr. 51 – Závislost tloušťky difuzní vrstvy na teplotě austenitizace.

Vzorky připravené při 920°C a době výdrže 480 sekund byly podrobeny podrobnějšímu zkoumání EBSD analýzou k určení chemického složení difuzní vrstvy. Stav povlaku analyzovaný EBSD je zachycen na obr. 52 a obr. 53, detekované fáze jsou uvedeny v Tab. 9 a Tab. 10 [33].



Obr. 52 – Chemické složení povlaku určené pomocí EDS analýzy



Obr. 53 – Rozdílná orientace zrn v oceli 22MnB5 a povlaku AS 150.

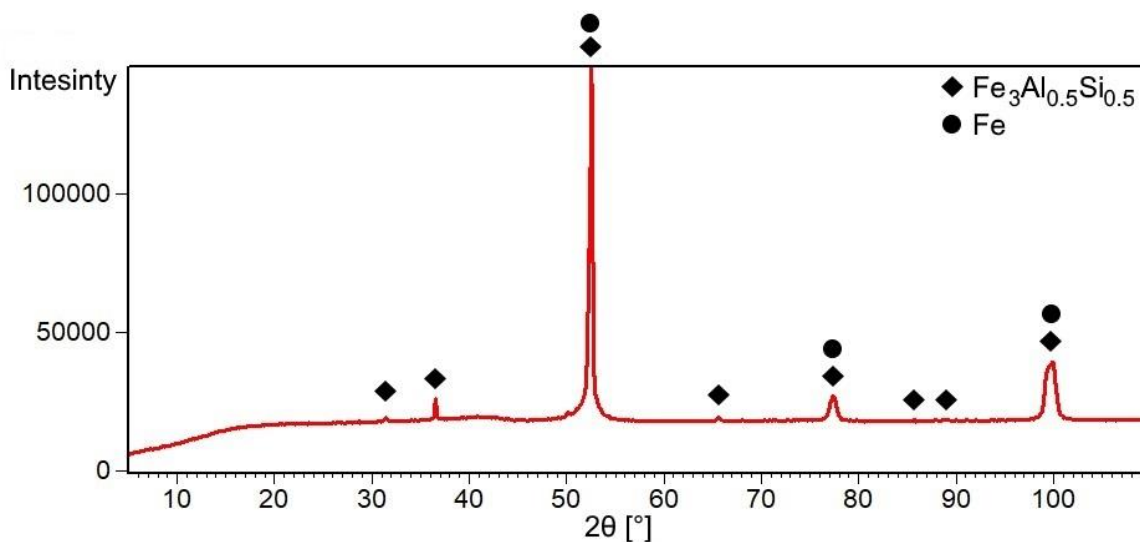
Tab. 9 – Detekované fáze EBSD analýzou.

Phase	a	b	c	Alpha	Beta	Gamma	Space Group	Database
Iron	2.87 Å	2.87 Å	2.87 Å	90.00 °	90.00 °	90.00 °	229	HKL
Al5 Fe2	7.66 Å	6.42 Å	4.22 Å	90.00 °	90.00 °	90.00 °	63	NSD
Al Fe	2.91 Å	2.91 Å	2.91 Å	90.00 °	90.00 °	90.00 °	221	NSD
Al Fe3	5.80 Å	5.80 Å	5.80 Å	90.00 °	90.00 °	90.00 °	225	NSD

Tab. 10 – Chemické složení identifikovaných fází

In at. %	Al	Si	Mn	Fe	Total
Reference Spectrum_Fe	0.22	0.82	1.16	97.79	100.00
Reference Spectrum_AlFe3	17.18	5.76	0.74	76.32	100.00
Reference Spectrum_Al5Fe2	70.67	3.20	0.16	25.97	100.00
Reference Spectrum_FeAl	44.48	14.78	0.86	39.88	100.00

Vzhledem k možným nepřesnostem EBSD analýzy, které by mohly vést k chybné identifikaci fází, byla ještě provedena analýza difuzní vrstvy a základního materiálu rentgenovou difrakcí, jejíž difraktogram je na obr. 54. Z difraktogramu byla identifikována fáze $\text{Fe}_3\text{Al}_{0.5}\text{Si}_{0.5}$ a základní materiál Fe [33].

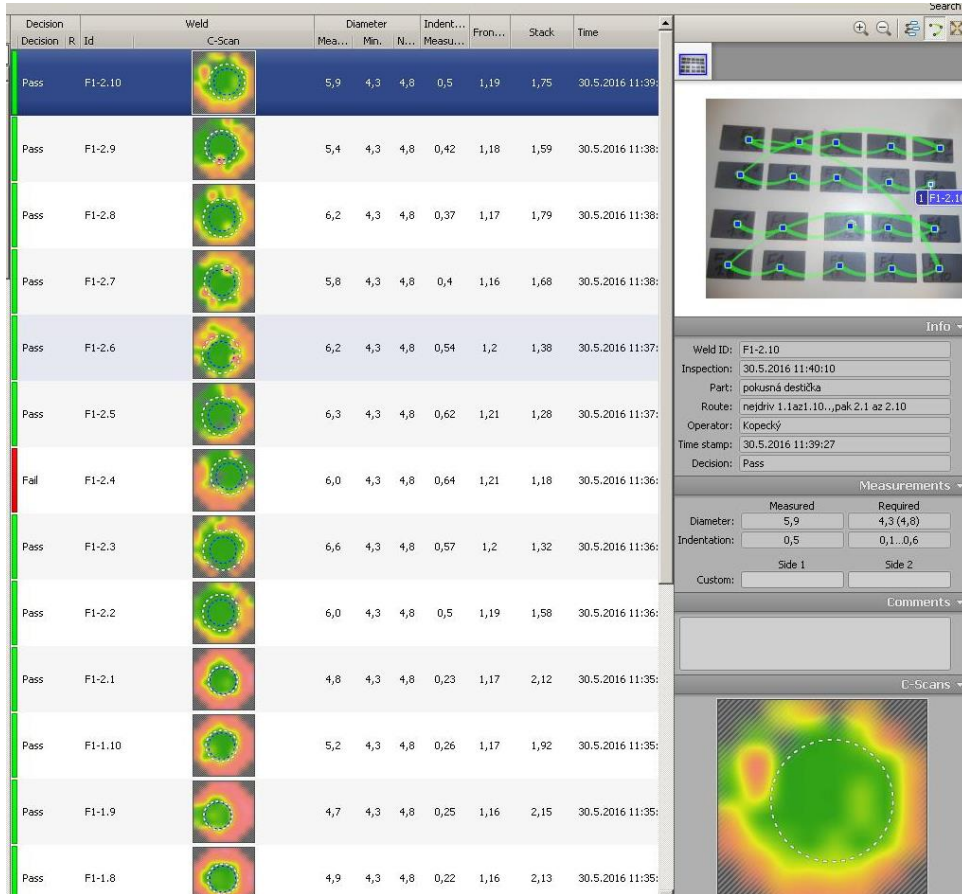


Obr. 54 – Difraktogram difuzní vrstvy a základního materiálu vzorku.

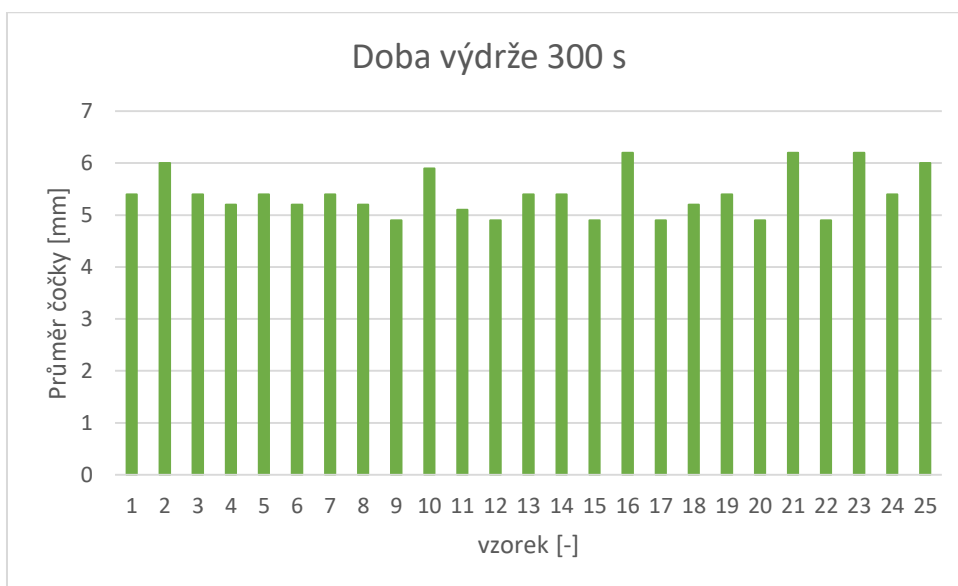
11.2. Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost

11.2.1. Geometrie svaru – průměr svarové čočky

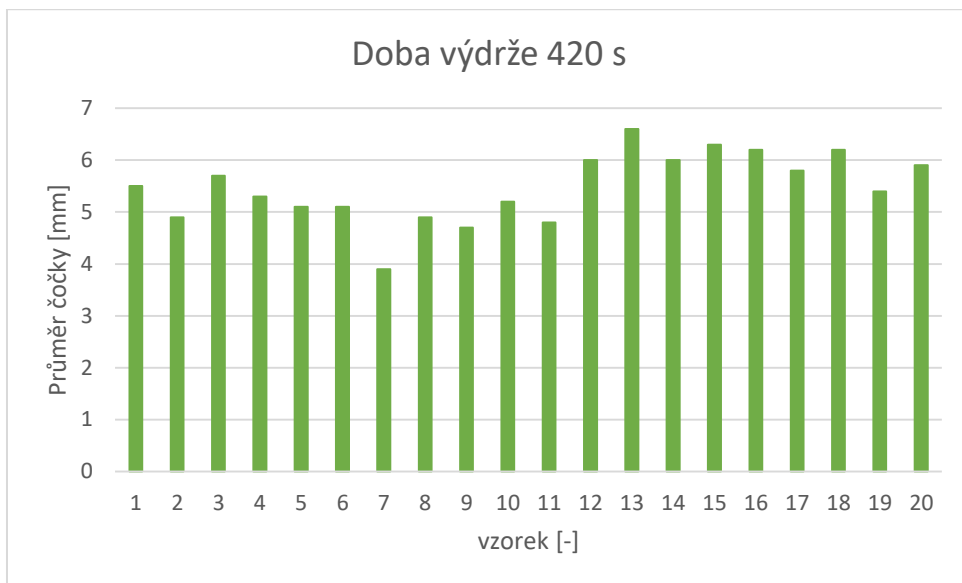
Po svaření připravených vzorků byla jako první provedena kontrola vícekanálovou ultrazvukovou sondou. Na jejím základě bylo provedeno vyhodnocení dle velikosti průměru čočky svaru obr. 55. Pro jednotlivé doby výdrže jsou měření uvedena v grafech na obr. 55, obr. 56, obr. 57 a obr. 58.



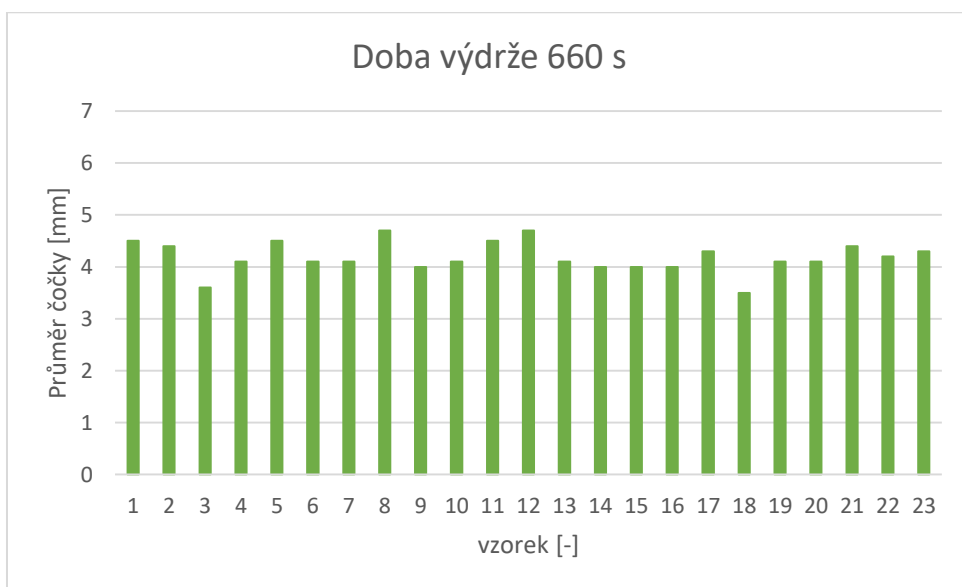
Obr. 55 – Příklad záznamu výsledků měření z vícekanálové ultrazvukové sondy Frankie.



Obr. 55 – Průměr svarové čočky pro dobu výdrže 300 s.



Obr. 56 – Průměr svarové čocky pro dobu výdrže 420 s.

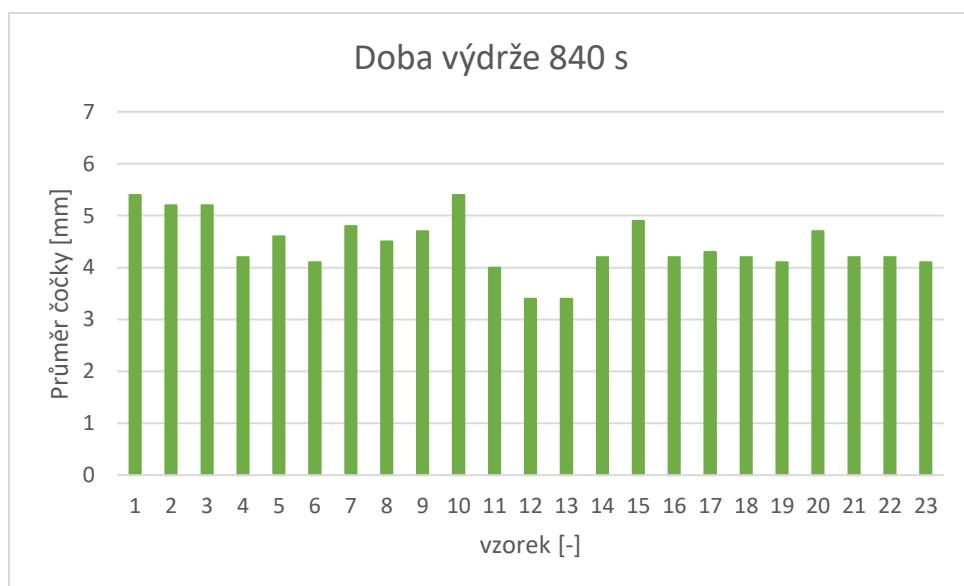


Obr. 57 – Průměr svarové čocky pro dobu výdrže 660 s.

Naměřené hodnoty náhradního průměru byly podrobeny vyhodnocení statistickým T- testem viz. Tab. 11.

Tab. 11 – Statistické vyhodnocení průměru čockek u jednotlivých sad materiálů.

p Fx/Fy	F1	F2	F3	F4
F1	x	0,01	0,01	neliší
F2		x	neliší	0,01
F3			x	0,01
F4				x



Obr. 58 – Průměr svarové čocky pro dobu výdrže 840 s.

Z grafů je patrné zmenšení průměru svarové čocky pro doby výdrže na austenitizační teplotě 660 a 840 s oproti kratším časům.

11.2.2. Dynamická zkouška tahem

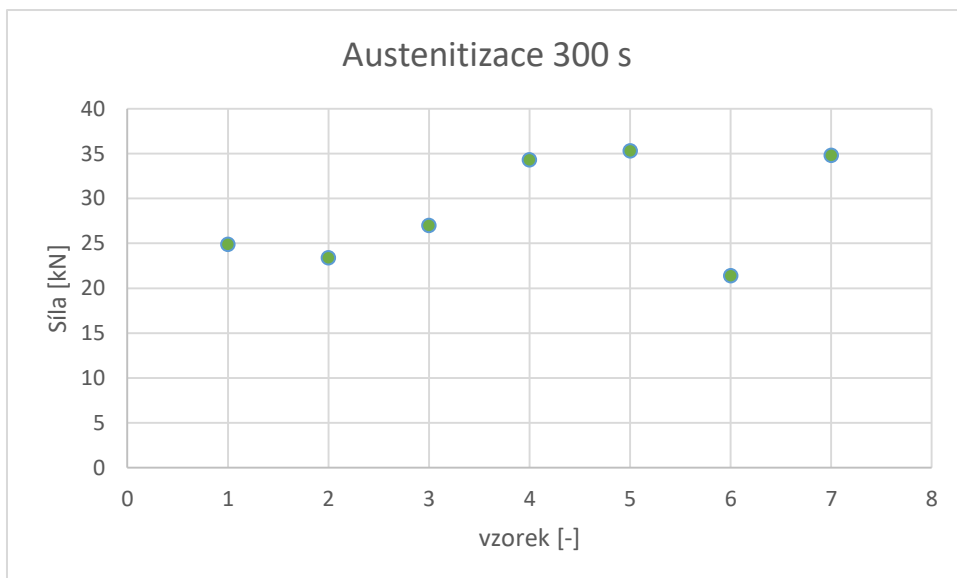
Maximální síly naměřené při dynamické zkoušce tahem jsou zachyceny v Tab. 12. Pro lepší přehlednost jsou pak výsledky jednotlivých sad znázorněny v grafech na obr. 59, obr. 60, obr. 61 a obr. 62. Naměřené výsledky byly vyhodnoceny statisticky T- testem Tab. 13.

Tab. 12 – Přehled maximálních naměřených sil pro dynamickou zkoušku tahem.

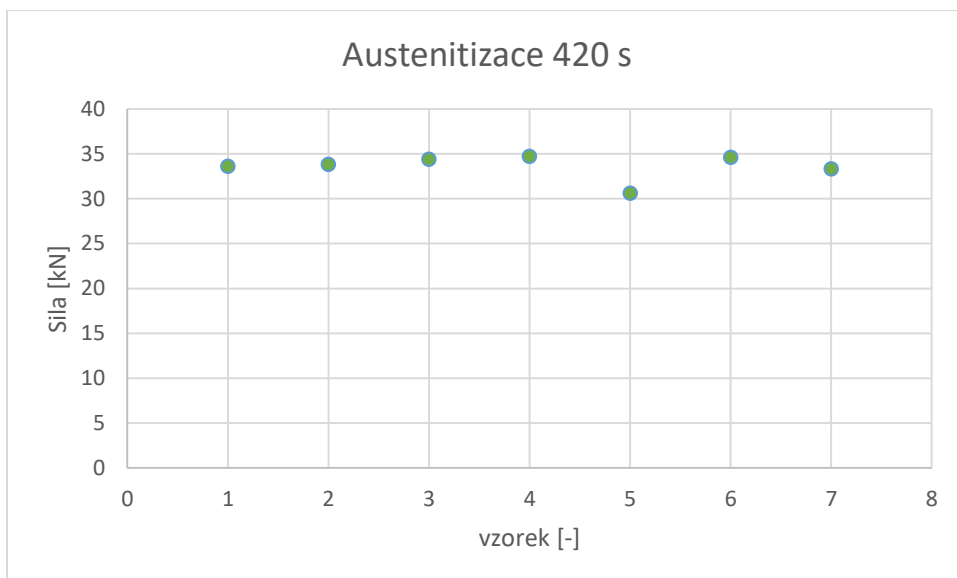
Sada/ F [kN]	1	2	3	4	5	6	7	průměr
F1	33,6	33,8	34,4	34,7	30,6	34,6	33,3	33,6
F2	26,7	21,3	27	20,6	21,4	23,7	24,6	23,6
F3	20,6	20,8	24,2	29	21,4	27,8	26,7	24,4
F4	24,9	23,4	27	34,3	35,3	21,4	34,8	28,7

Tab. 13 – Statistické vyhodnocení dynamické únosnosti jednotlivých sad materiálů.

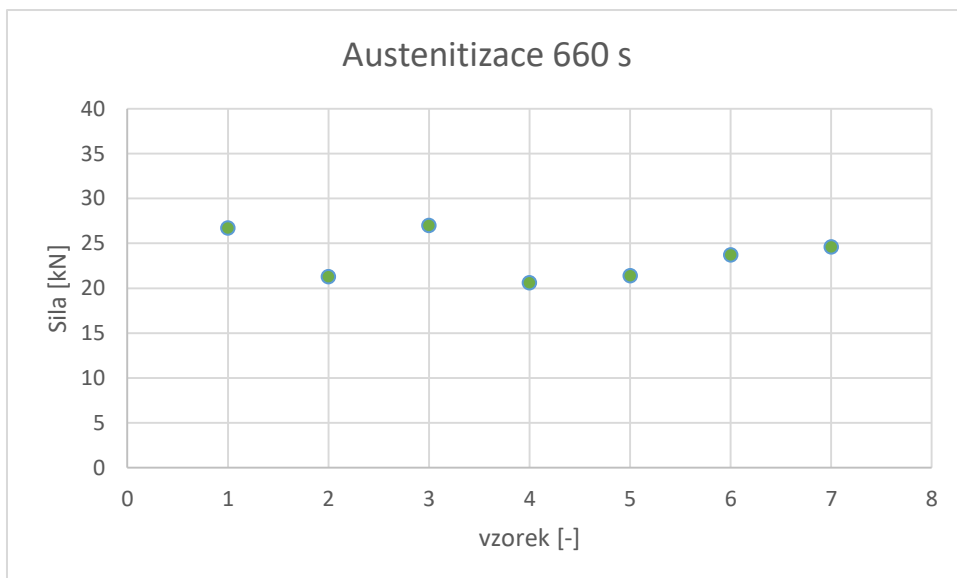
p Fx/Fy	F1	F2	F3	F4
F1	x	0,01	0,01	0,1
F2		x	neliší	0,1
F3			x	neliší
F4				x



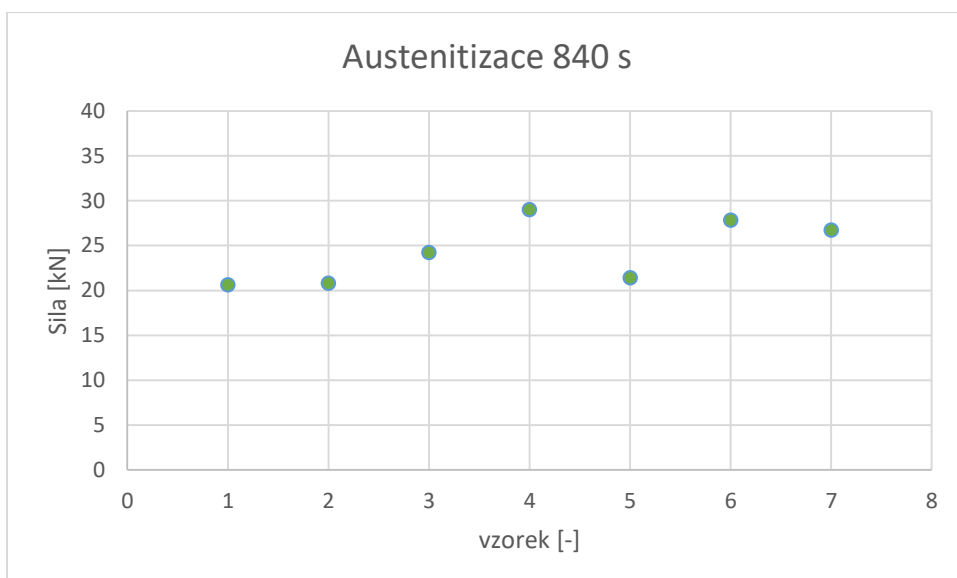
Obr. 59 – Dynamická únosnost austenitizovaných po dobu 300 s.



Obr. 60 – Dynamická únosnost austenitizovaných po dobu 420 s.



Obr. 61 – Dynamická únosnost austenitizovaných po dobu 660 s.



Obr. 62 – Dynamická únosnost austenitizovaných po dobu 840 s.

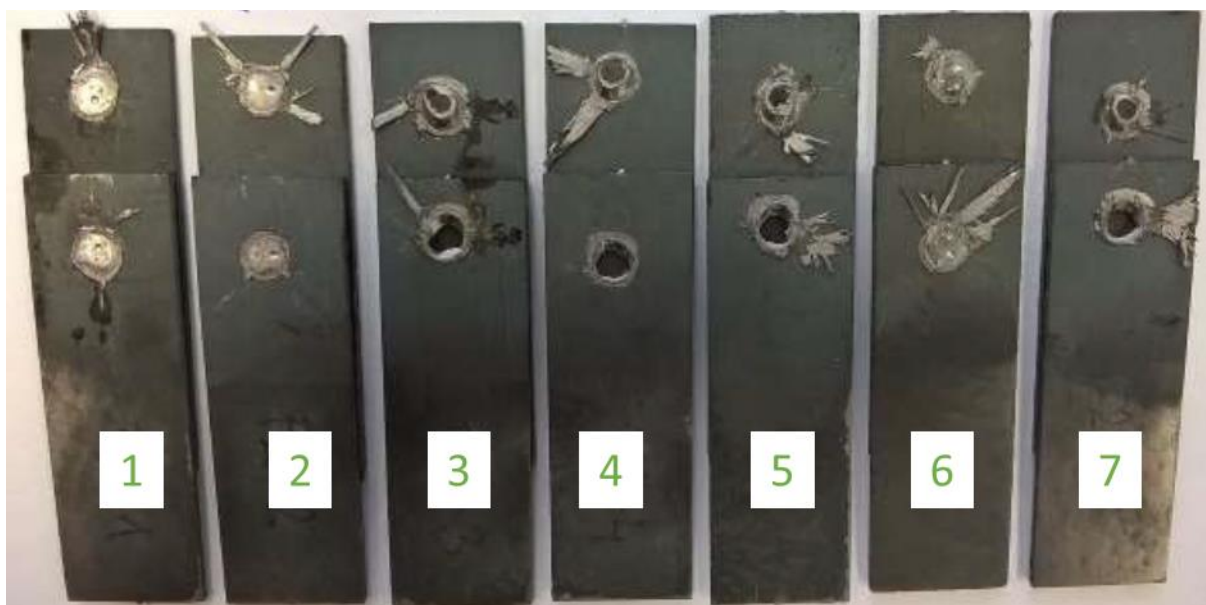
Z grafů je možné odečíst relativně malý rozptyl hodnot dynamické únosnosti u sad s dobou austenitizace 420 s. Pro tuto sadu je rovněž dosaženo nejvyšších hodnot. Dále byly u všech sad vyhodnoceny vizuálně svary na přítomnost ostříků v meziplechovém prostoru (obr. 63, obr. 64, obr. 65 a obr. 66).



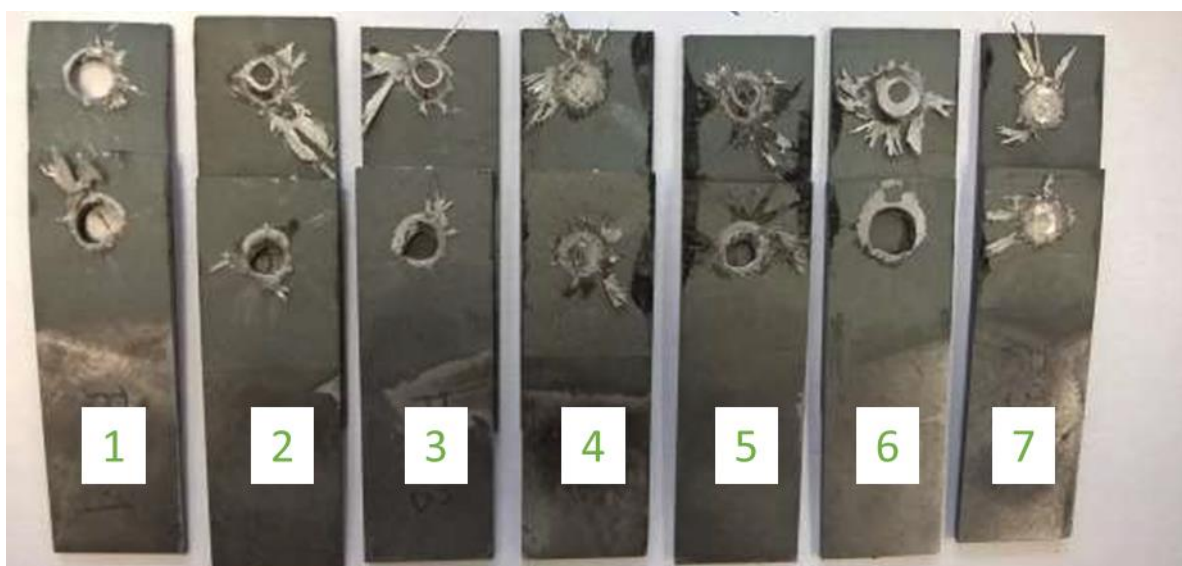
Obr. 63 – Vzorky austenitizované po 300 s po roztržení.



Obr. 64 – Vzorky austenitizované po 420 s po roztržení.



Obr. 65 – Vzorky austenitizované po 660 s po roztržení.



Obr. 66 – Vzorky austenitizované po 660 s po roztržení.

Z vizuální kontroly je patrné, že u časů austenitizace 300 s a 420 s se nízké hodnoty dynamické únosnosti vyskytují u vzorků, na kterých je patrný ostřík v meziplechovém prostoru. U sad vzorků s austenitizací po dobu 660 s a 840 s je přítomnost ostříků v meziplechovém prostoru zaznamenána u všech vzorků.

11.2.3. Laserová homogenizace povlaku

Ve snaze o odstranění nestability svařovacího procesu způsobené heterogenitou povlaku [13] a s ní spojenou tvorbou ostříků byly provedeny pokusy o homogenizaci povlaku jeho přetavením s pomocí laseru. Pro všechny konfigurace laseru byly provedeny analýzy povrchu

na elektronovém a optickém mikroskopu a pro vybrané vzorky poté metalografická analýza v příčných řezech spolu s EDS analýzou.

V zásadě byly v závislosti na použitých parametrech pozorovány 4 hlavní stavy povrchu. Mírně ovlivněný s nulovým přetavením (obr. 67) vyskytující se u nejnižších výkonů 20 a 30 W u všech sad [14].



Obr. 67 – Laserem homogenizovaný povlak při výkonu 30W, rychlosti posuvu 500 m/min a rozteči stop 0,2 mm.

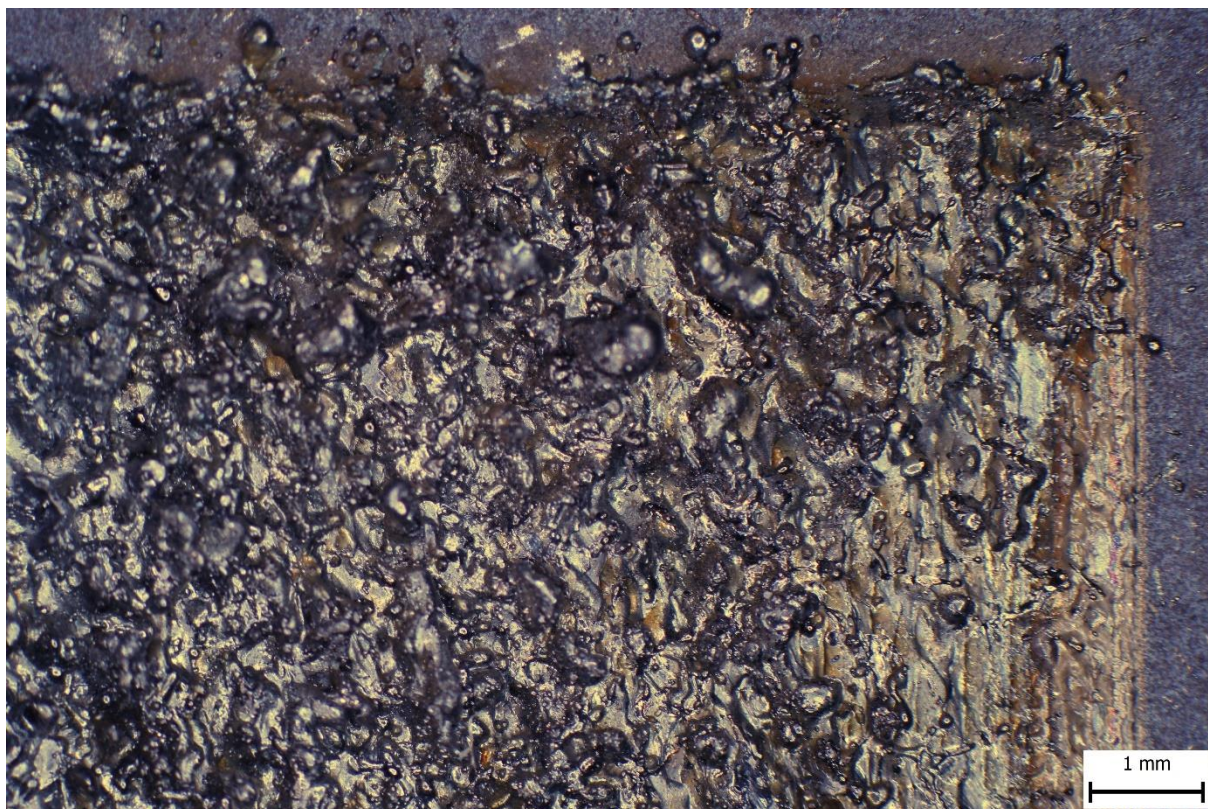
Homogenizovaný povlak postupně s navyšováním výkonu přechází v částečně přetavený až kompletně přetavený povlak (obr. 68). S dalším nárůstem výkonu při posuvové rychlosti 500 m/min docházelo k částečné a poté i kompletní ablaci povlaku (obr. 69). Pro nejvyšší hodnoty výkonu a posuvovou rychlost 500 m/min pak docházelo k úplnému odpaření povlaku včetně části základního materiálu (obr. 70). Kompletní obrazová dokumentace stavu povrchu v závislosti na parametrech laseru je uvedena v příloze [14].



Obr. 68 – Kompletně přetavený povlak při výkonu 100W, rychlosti posuvu 1000 m/min a rozteči 0,2 mm.



Obr. 69 – Částečně odpařený povlak při výkonu 120W, $v_p = 500$ m/min a rozteči 0,2 mm.

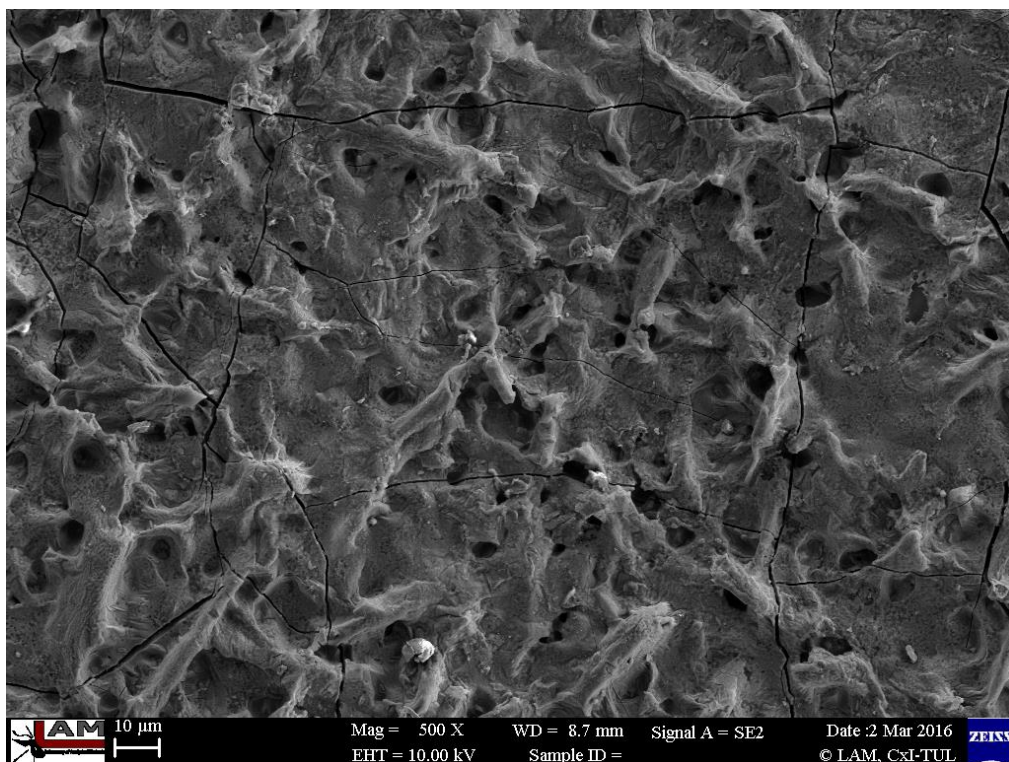


Obr. 70 – Částečně natavený a odpařený základní materiál s úplně odstraněným povlakem.

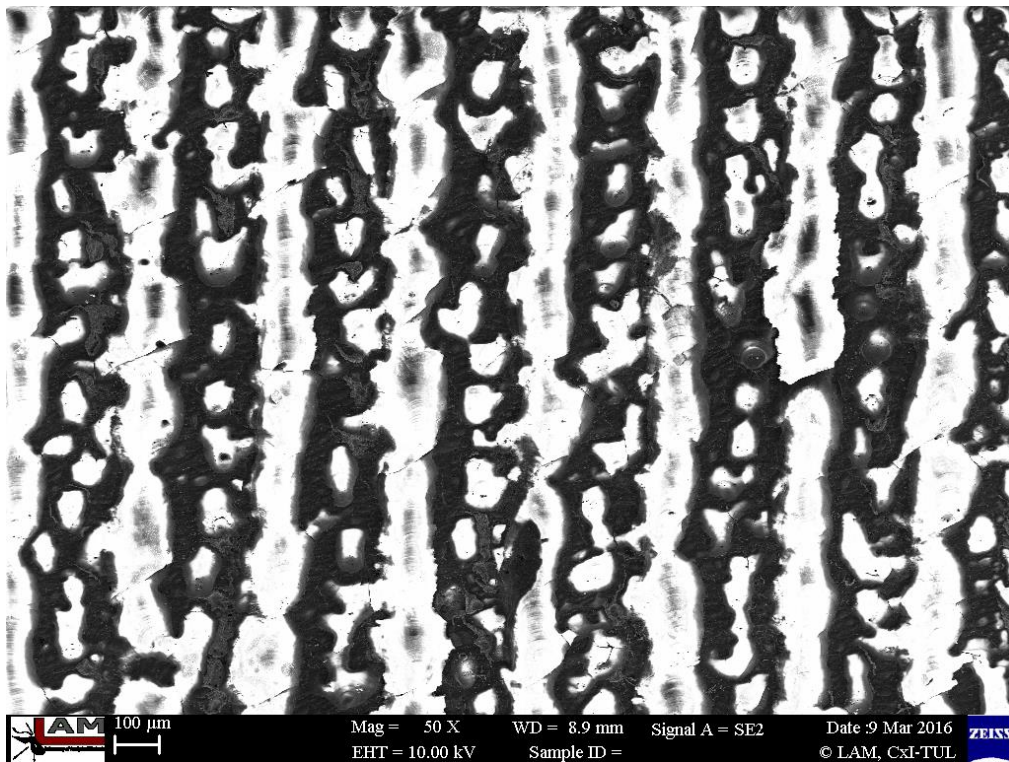
V dalším kroku byla provedena EDS analýzy povrchu všech laserem upravených vzorků. Zatímco pro vzorky připravené s nízkým výkonem laseru dostáváme podobné hodnoty chemického složení jako u výchozího materiálu (Tab. 12) a povrchová vrstva je vodivá, jak je patrné z obr. 71, u kompletně přetaveného povlaku se na povrchu vzorku nalézá nevodivá oxidická vrstva (obr. 72) [14].

Tab. 12 – Chemické složení povrchu homogenizovaného vzorku

Element	Line Type	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %
O	K series	23.44	0.30	39.40
Al	K series	43.39	0.47	43.25
Si	K series	2.86	0.09	2.74
Mn	K series	1.02	0.34	0.50
Fe	K series	29.28	0.68	14.10
Total:		100.00		100.00

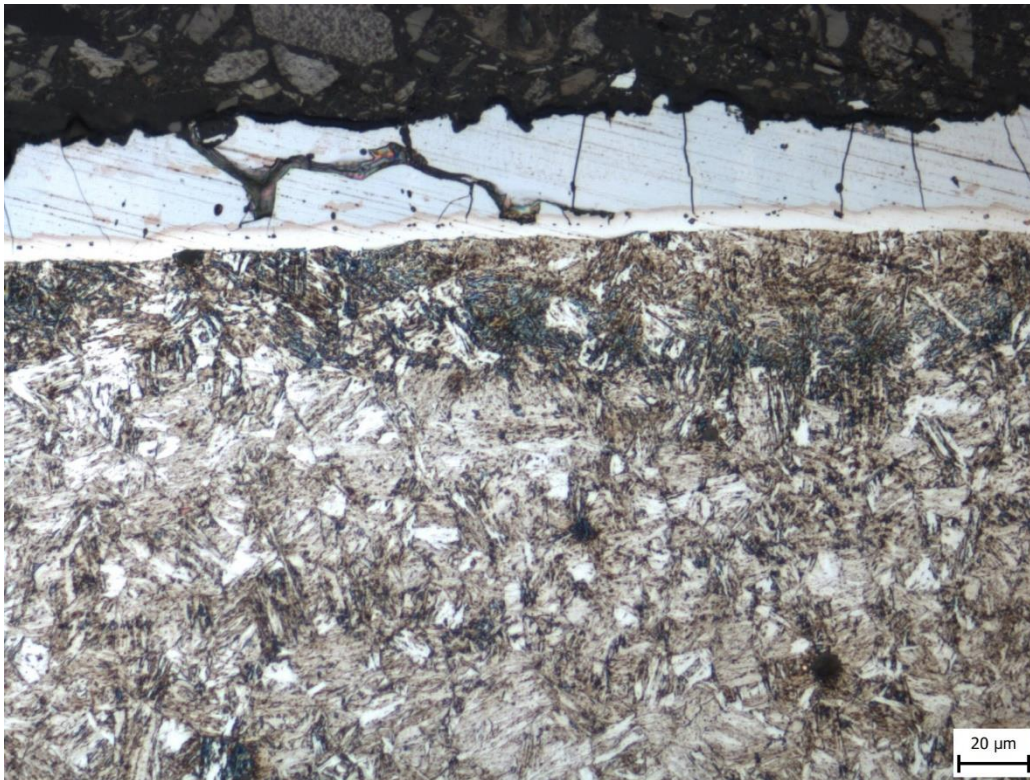


Obr. 71 – Detail povlaku homogenizovaného nízkým výkonem laseru.



Obr. 72 – Nevodivá oxidická vrstva na povrchu vzorku po přetavení laserem se středním výkonem.

Dále bylo provedeno hodnocení velikosti tepelně ovlivněné zóny optickou mikroskopií a stupně homogenizace povlaku pomocí liniové EDS analýzy. Celkem byly pozorovány 4 stupně přeměny povlaku. Pro rychlost posuvu 1000 mm/min, rozteč stop 0,3 mm a 20 W výkon laseru byla pozorována nejmenší velikost tepelně ovlivněné zóny v základním materiálu (cca 39 μm), avšak nedošlo k rozložení subvrstev v povlaku, viz obr. 73. Rovněž je dobře patrná difuzní vrstva na rozhraní základního materiálu a povlaku [14].

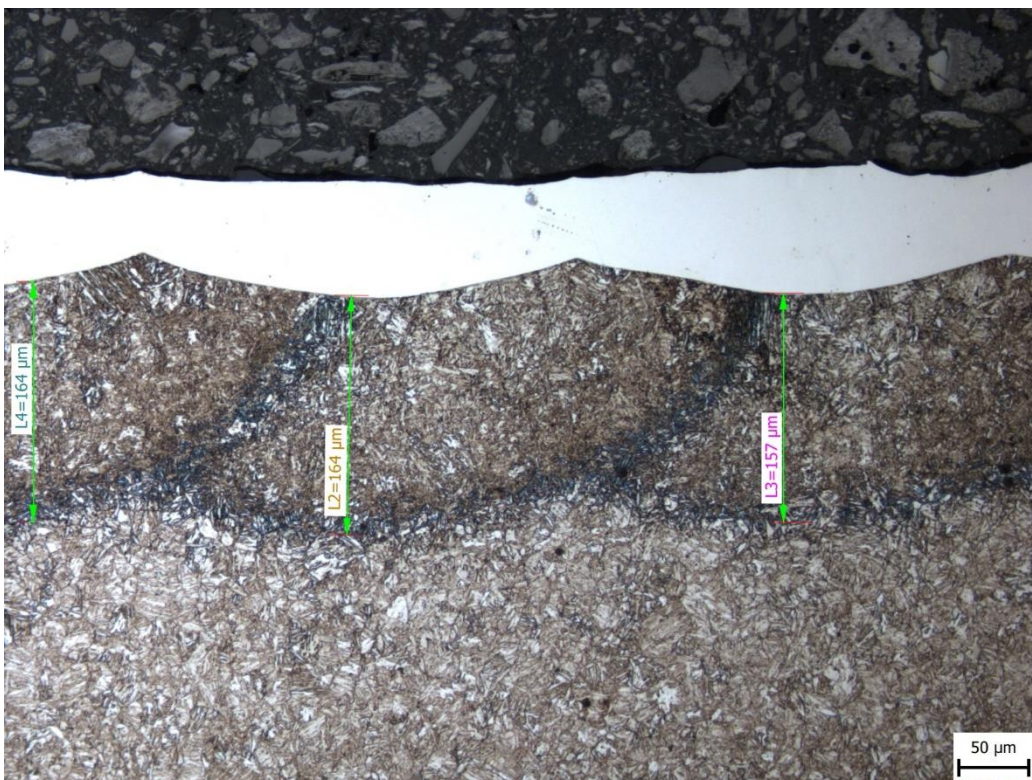


Obr. 73 – Vzorek s nedokonale homogenizovaným povlakem a malým tepelným ovlivněním základního materiálu.

Dalším dosaženým stavem bylo ovlivnění povlaku s rozpuštěním subvrstev při zachované difuzní vrstvě. Tohoto bylo docíleno při snížení rychlosti posuvu laseru na 500 mm/min a rozteče mezi stopami na 0,2 mm. Vzhledem k vyššímu tepelnému příkonu se však zvětšila odpovídající měrou i tepelně ovlivněná zóna na rozhraní základního materiálu a povlaku na tloušťku okolo 56 μm (obr. 74). Při dalším zvyšování příkonu pak již došlo ke kompletnímu přetavení povlaku včetně difuzní vrstvy a i malého objemu základního materiálu a značnému nárůstu tloušťky tepelně ovlivněné oblasti (obr. 75) [14].

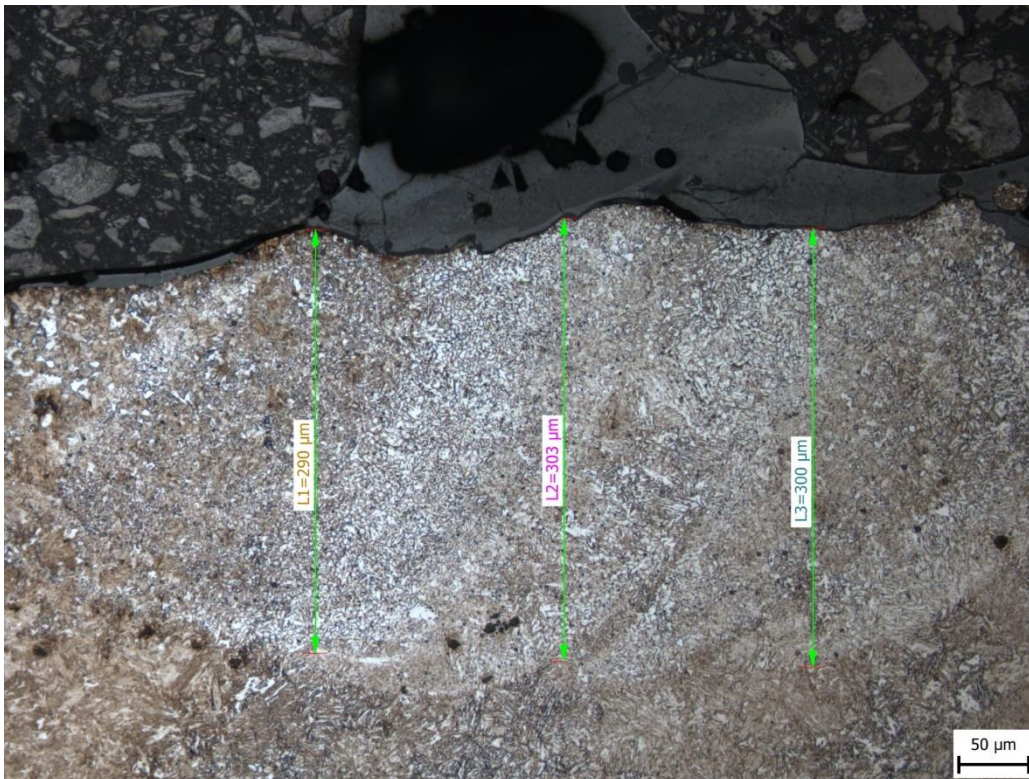


Obr. 74 – Vzorek s homogenizovanými subvrstvami povlaku a nehomogenizovanou difuzní vrstvou.



Obr. 75 – Kompletně přetavený povlak s natavením základního materiálu.

Posledním typem bylo odpaření povlaku laserem s jeho částečným rozpuštěním a promísením se základním materiálem (obr. 76).



Obr. 76 – Částečná laserová ablace povlaku s natavením základního materiálu.

11.3. Vývoj vhodné metody vstupní kontroly materiálu a vypracování metodiky posuzování bodové odporové svažitelnosti

Na základě prokázaných změn chemického složení z kapitoly 10.1. bylo přistoupeno k hledání nedestruktivní metody, která by byla schopna tyto změny odhalit a kvantifikovat.

11.3.1. Změna vodivosti

Pro změnu vodivosti určené z úbytku napětí byla nejprve prověřena čtyřsvorková metoda s využitím stejnosměrného proudu. Výsledky měření jsou zaznamenány v Tab. 13. Je patrný mírný nárůst odporu s prodlužující se dobou austenitizace. Pro střídavý proud o různých frekvencích jsou pak naměřené výsledky v Tab. 14 ($f = 10\text{kHz}$), Tab. 15 ($f = 100\text{kHz}$) a Tab. 16 (500kHz).

Tab. 13. – Změna vodivosti vzorků s povlakem na bázi Al-Si při měření stejnosměrným proudem.

Rn=0,7Ohm/20A						
t_{aus} [s]	vzorek	U_x [V]	U_n [V]		průměr	R [mΩ]
300	1	0,0030950	7,874	0,00027515	0,00027491	0,275
	1	0,0030900	7,875	0,00027467		
420	2	0,0031420	7,859	0,00027986	0,00028004	0,280
	2	0,0031480	7,864	0,00028021		
660	3	0,0032150	7,857	0,00028643	0,00028631	0,286
	3	0,0032110	7,854	0,00028619		
840	4	0,0032210	7,842	0,00028752	0,00028734	0,287
	4	0,0032170	7,842	0,00028716		

Tab. 14. – Změna vodivosti v závislosti na době austenitizace při měření střídavým proudem o f = 10kHz.

10khz		ux	un	rx
	1	0,493	10,076	0,0342
	2	0,4864	9,923	0,0343
	3	0,485	9,902	0,0343
	4	0,4843	9,89	0,0343

Tab. 14. – Změna vodivosti v závislosti na době austenitizace při měření střídavým proudem o f = 100kHz.

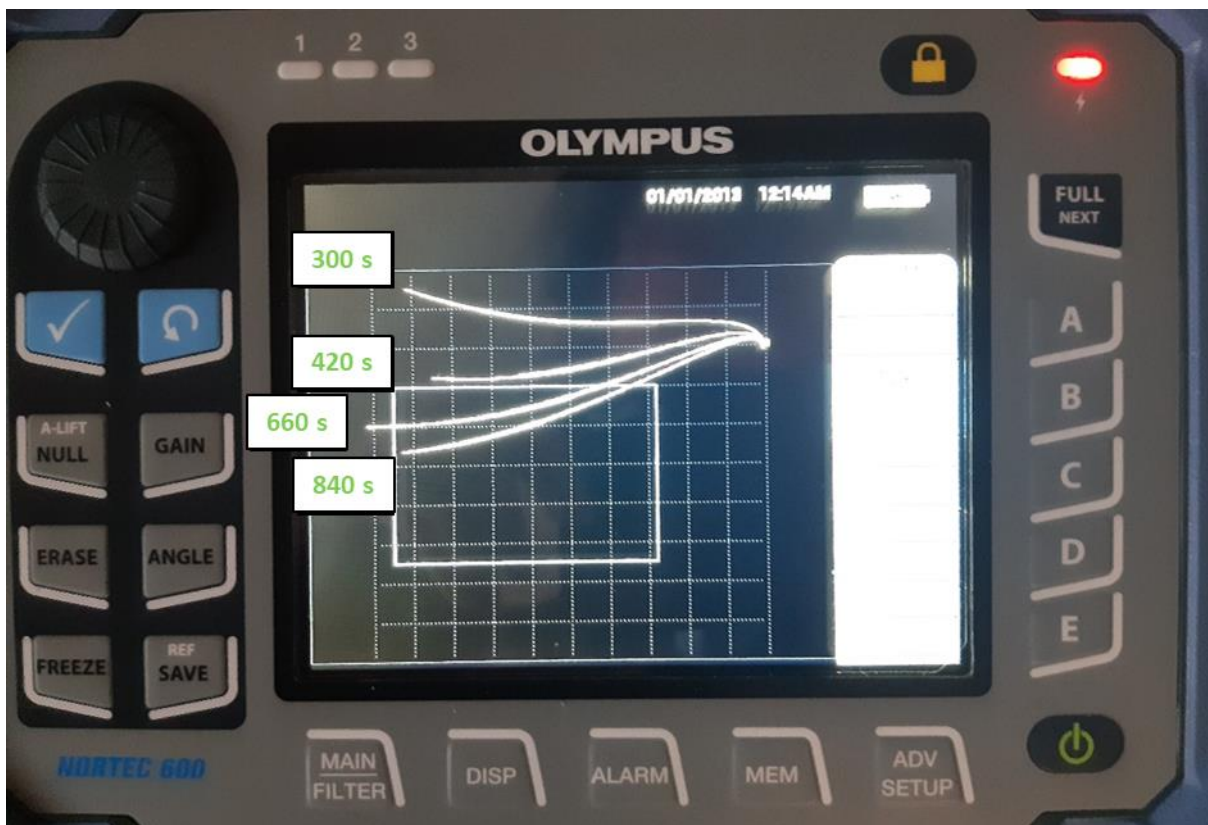
100khz		ux	un	rx
	1	0,40878	10,144	0,0282
	2	0,4116	10,2356	0,0281
	3	0,4096	10,188	0,0281
	4	0,4055	10,107	0,0281

Tab. 14. – Změna vodivosti v závislosti na době austenitizace při měření střídavým proudem o f = 500kHz.

500khz		ux	un	rx
	1	0,3941	10,307	0,0268
	2	0,3931	10,269	0,0268
	3	0,3928	10,236	0,0269
	4	0,3808	10,003	0,0266

11.3.2. Vířivé proudy

V prvním kroku bylo provedeno měření vzorků připravených při teplotě 920°C s rozdílnou dobou austenitizace. Záznam naměřených bodů v impedanční rovině je patrný na obr. 77.



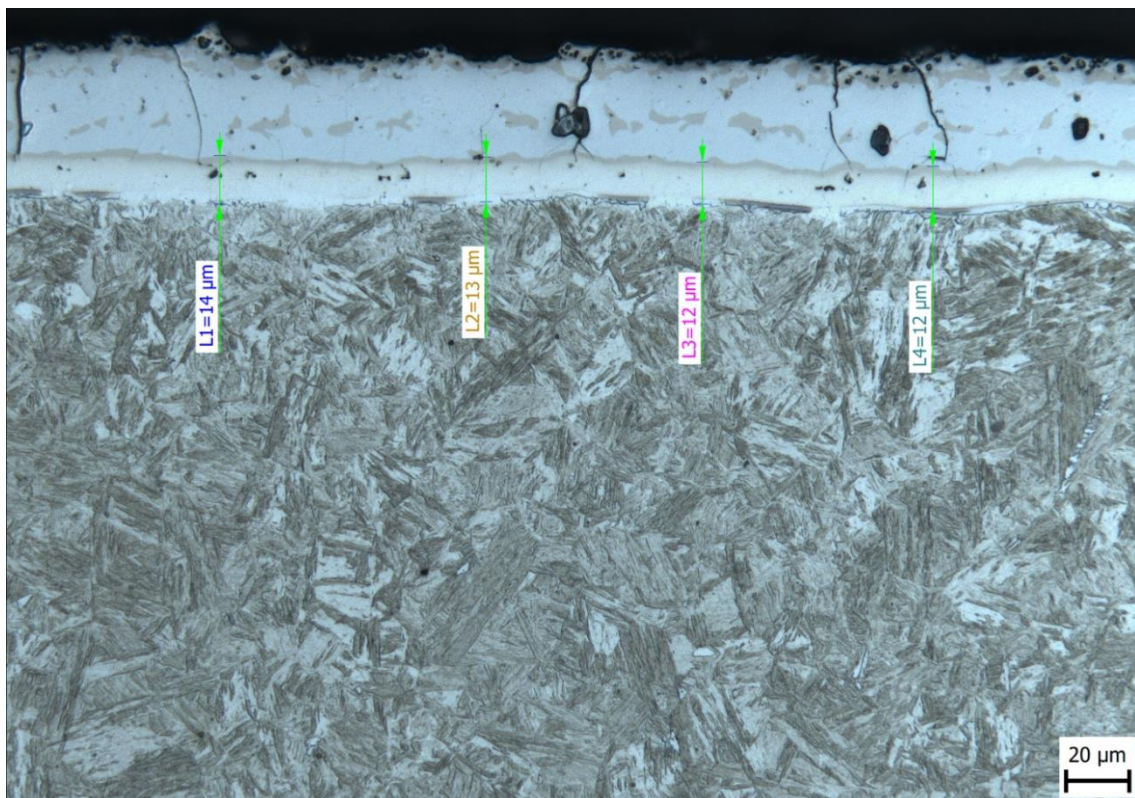
Obr. 77 – Záznam naměřených bodů v impedanční rovině pro sérii vzorků připravených při konstantní teplotě.

Následně bylo provedeno ověření aplikovatelnosti metody i pro reálné díly zatížené plastickou deformací při tváření obr. 78.

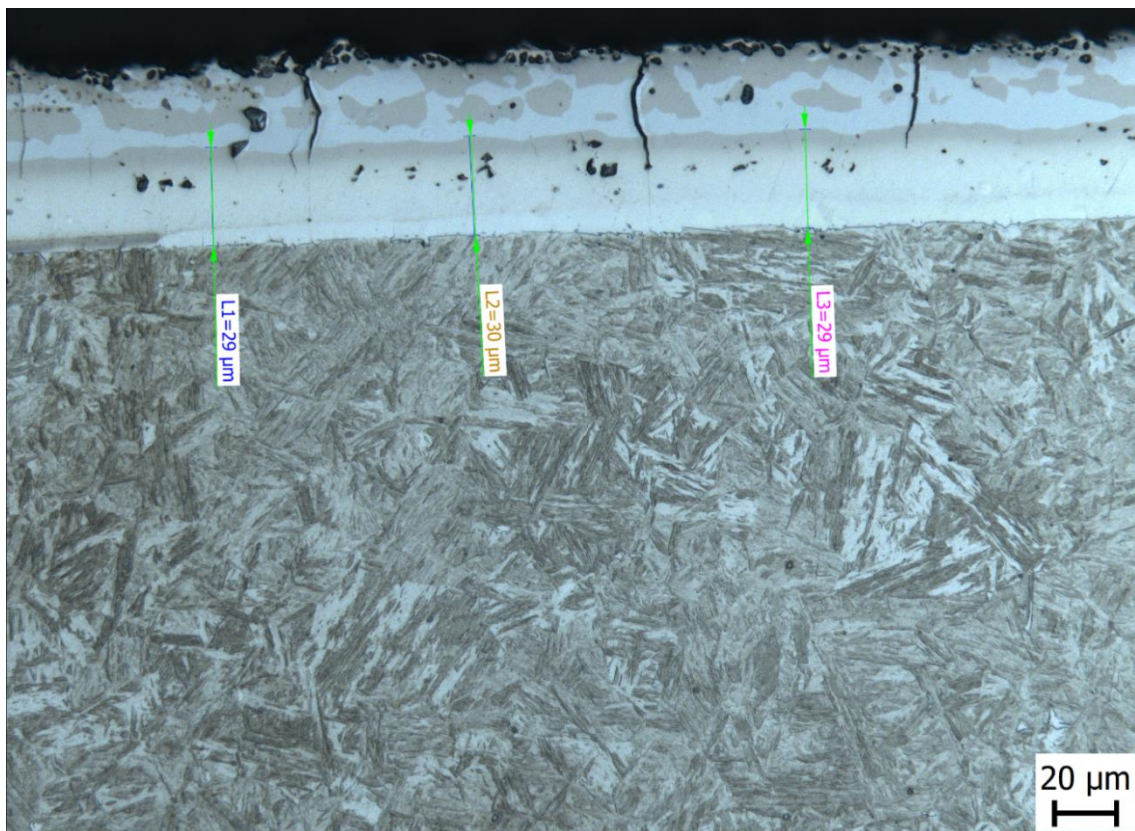


Obr. 78 – Díly prověřené metodou vířivých proudů

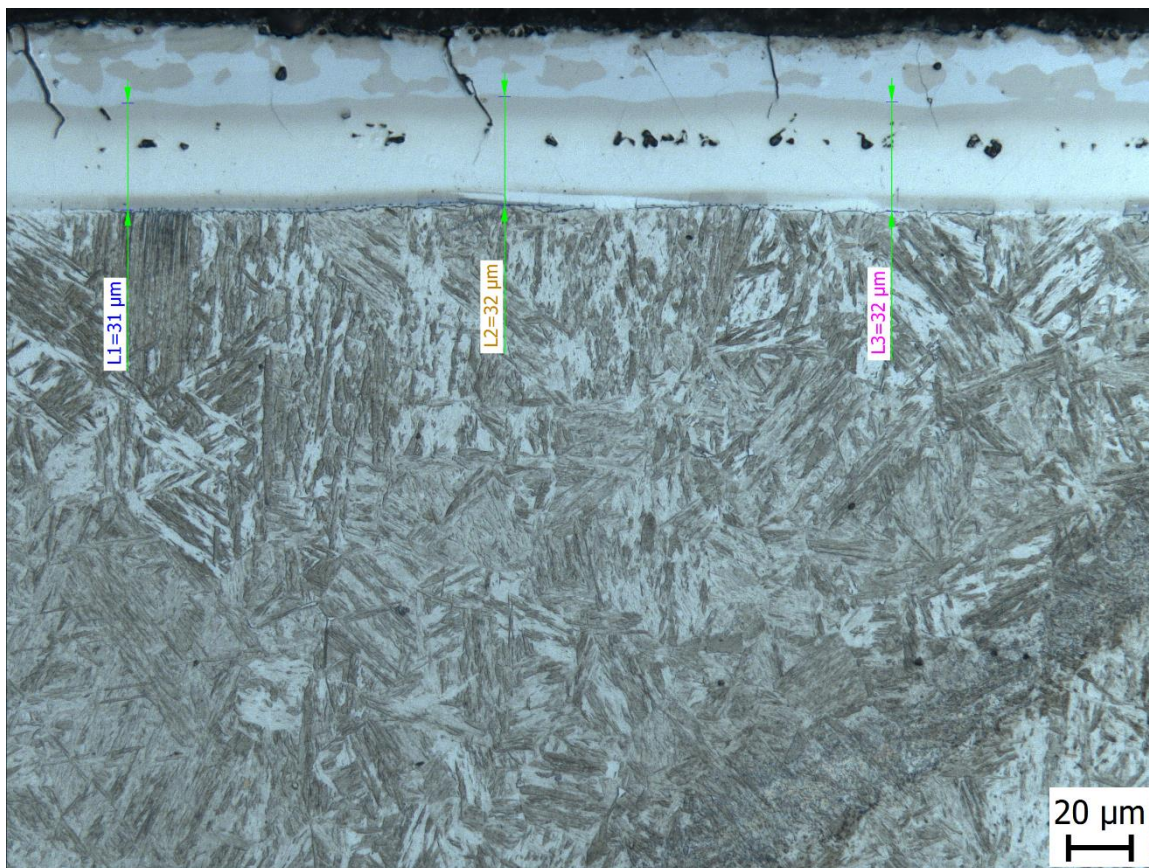
Na obr. 79, 80, 81, 82 a 83 jsou metalografické výbrusy s naměřenými tloušťkami difuzní vrstvy. Na obr. 84 je záznam z měření daných dílů.



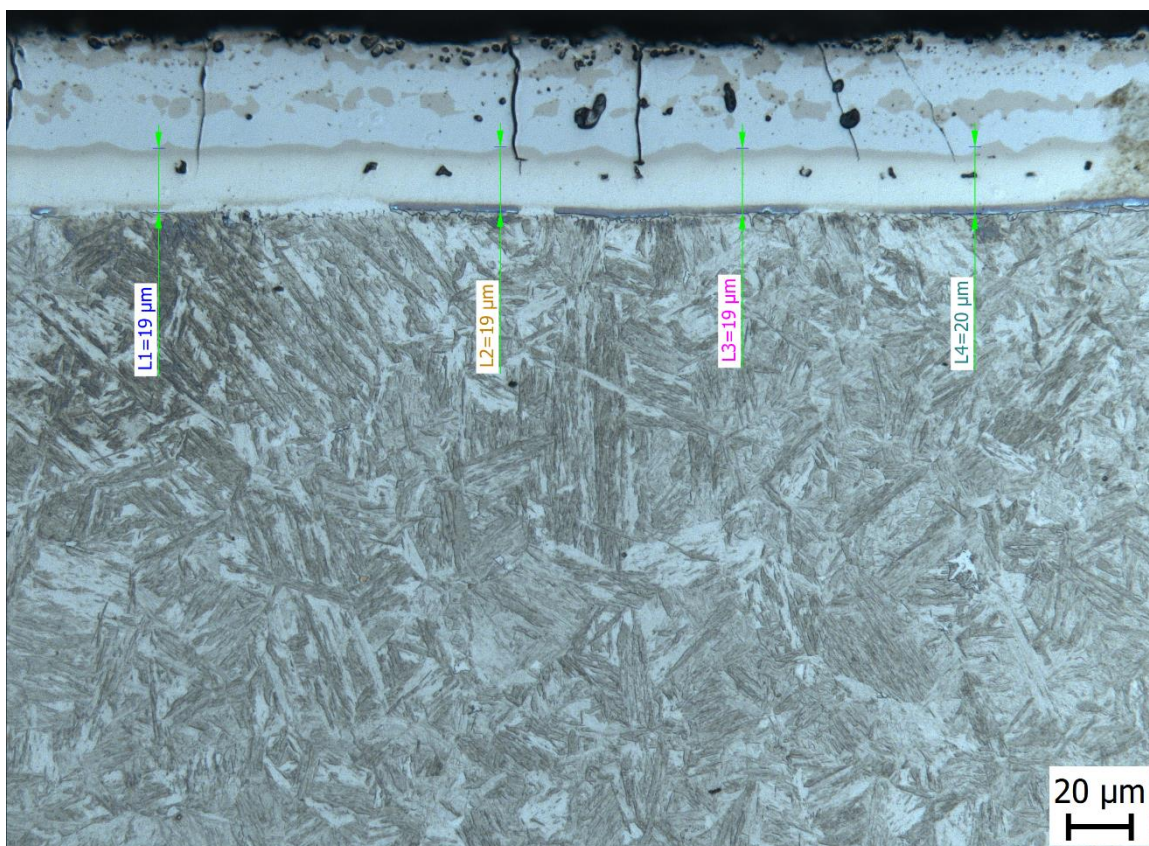
Obr. 79 – Metalografický výbrus vzorku 1 s vyznačenou tloušťkou difuzní vrstvy.



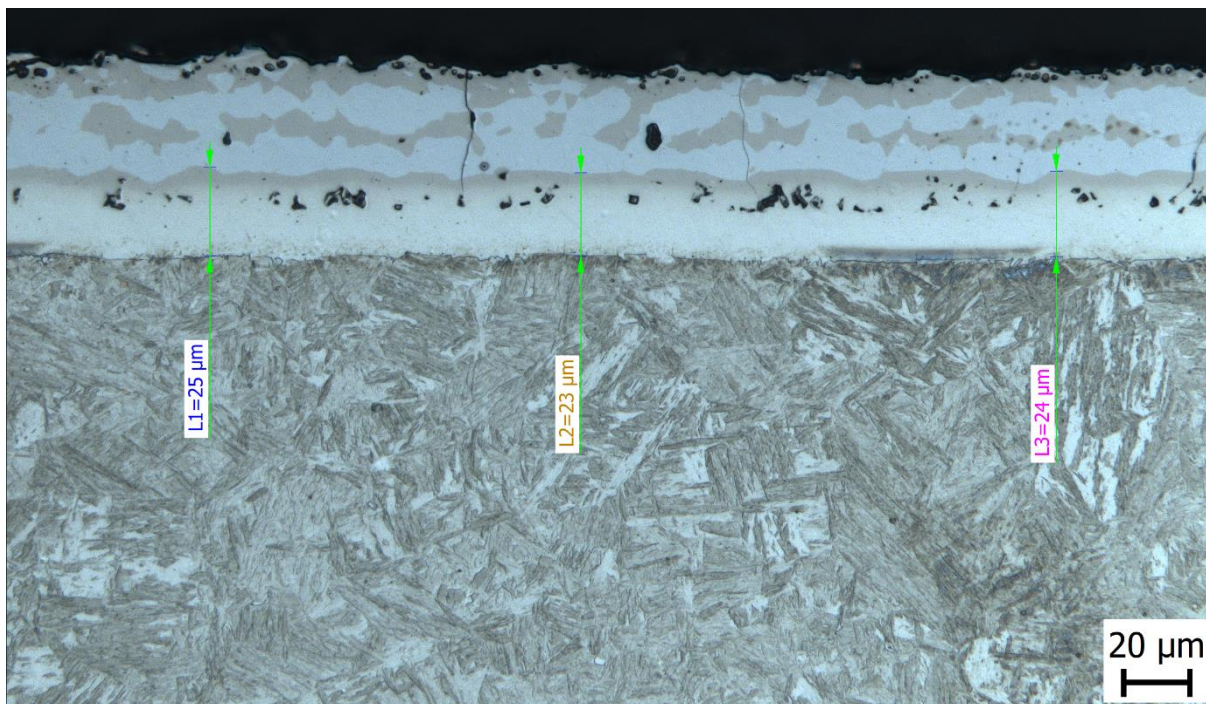
Obr. 80 – Metalografický výbrus vzorku 2 s vyznačenou tloušťkou difuzní vrstvy.



Obr. 81 – Metalografický výbrus vzorku 3 s vyznačenou tloušťkou difuzní vrstvy.



Obr. 82 – Metalografický výbrus vzorku 4 s vyznačenou tloušťkou difuzní vrstvy.



Obr. 83 – Metalografický výbrus vzorku 5 s vyznačenou tloušťkou difuzní vrstvy.

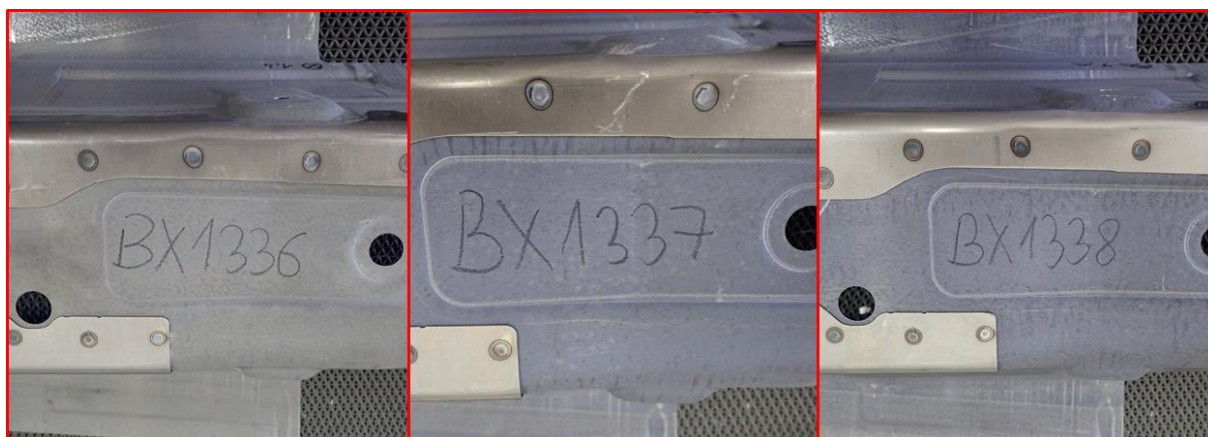


Obr. 84 – Záznam měření vzorků v impedanční rovině.

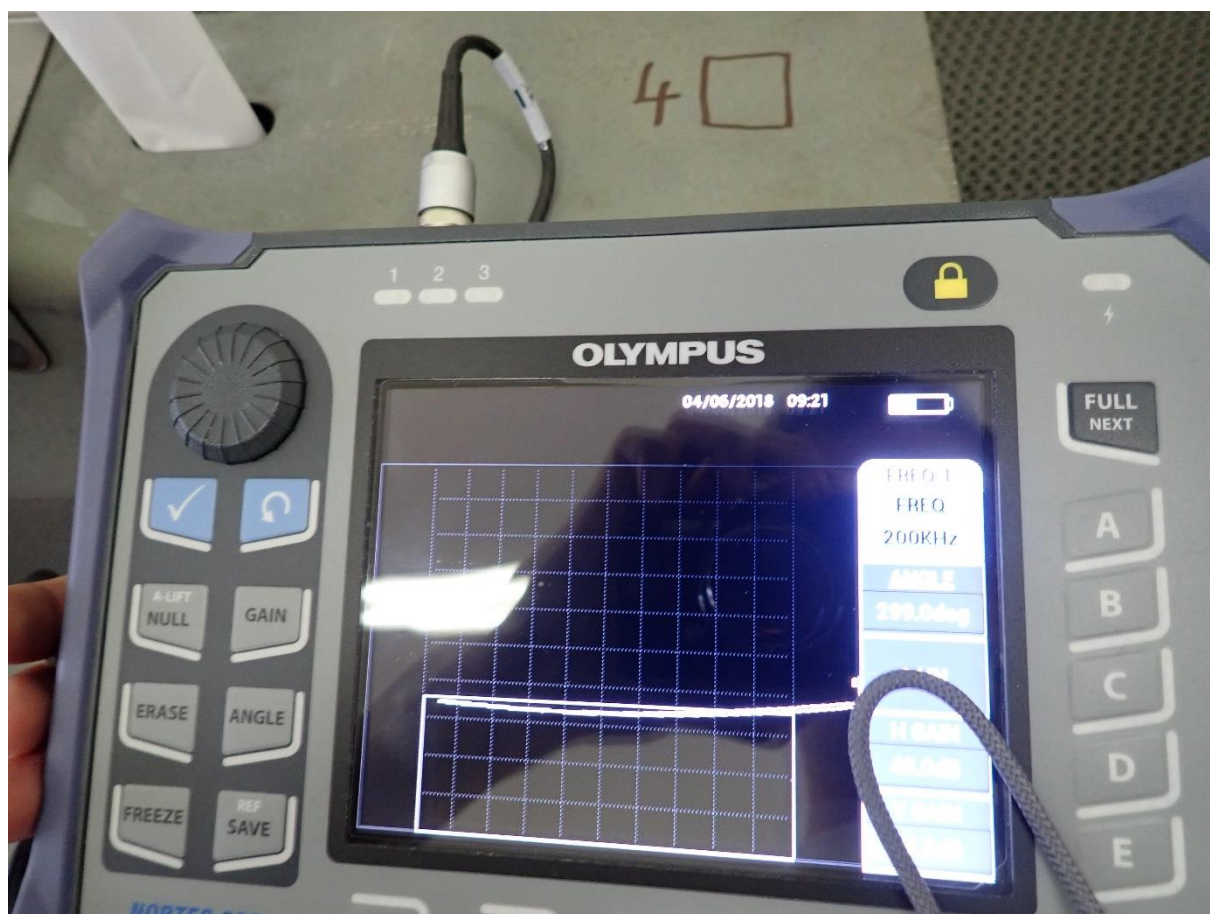
Obdélníkové pole alarmu na obrazovce bylo odladěno na základě měření vzorků bez plastické deformace a jeho horní hranice byla nastavena na povlak s tloušťkou difuzní vrstvy 16 μm . Z testovaných vzorků vyhovuje nastavenému kritériu pouze vzorek č. 1, což je v souladu

s měřeními získanými z metalografických výbrusů. Vzorek s tloušťkou difuzní vrstvy v povlaku 19 μm se jeví jako hraniční, ale nevyhovující. Ostatní vzorky nevyhovují zároveň při zachování trendu.

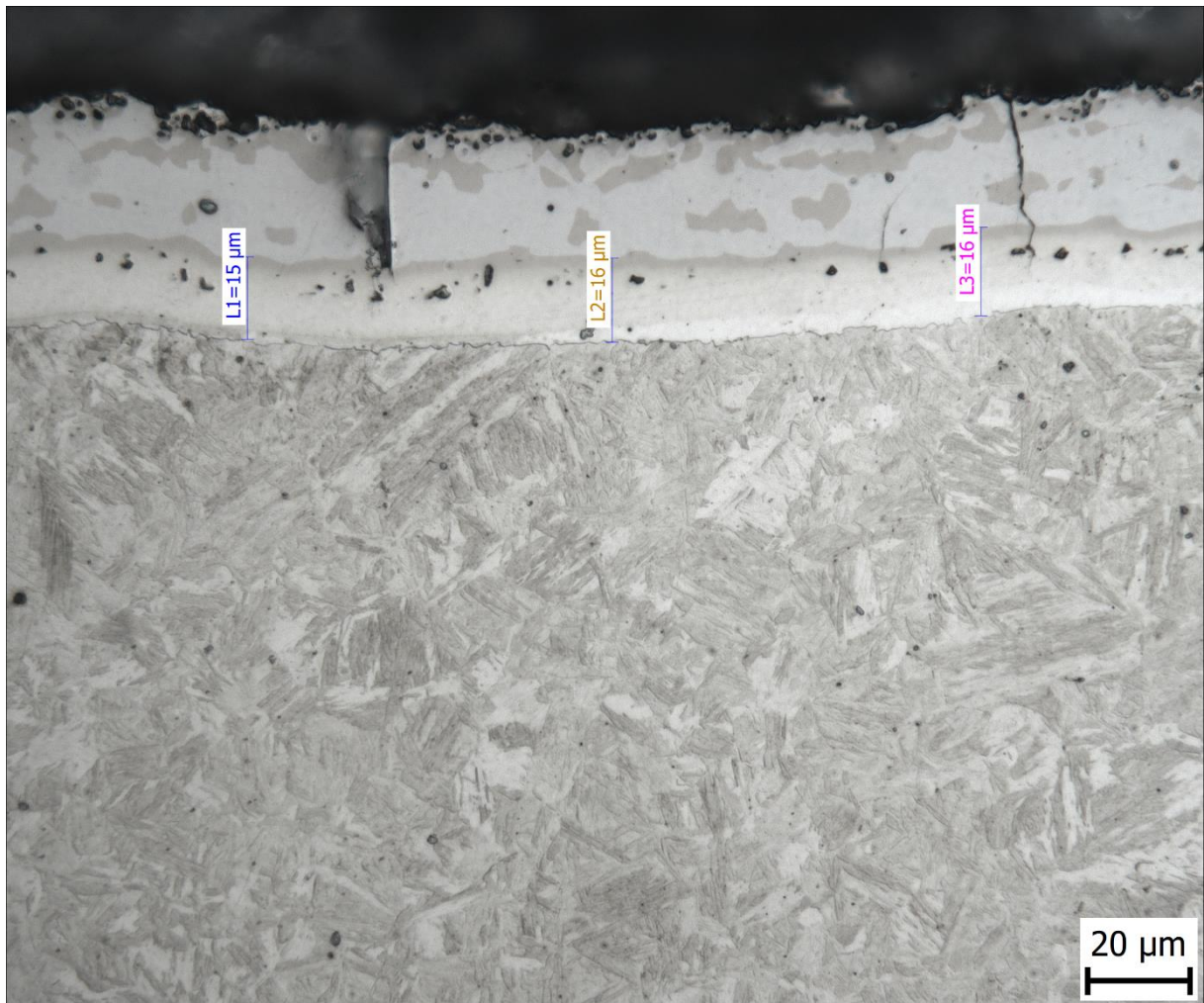
V rámci prověření univerzálnosti metody pro díly z rozdílných výrobních zařízení byly prověřeny i další vylisky. V tomto případě na první pohled barevně těžko odlišitelné viz obr. 85.



Obr. 85 – Vylisky tunelu převodovky.

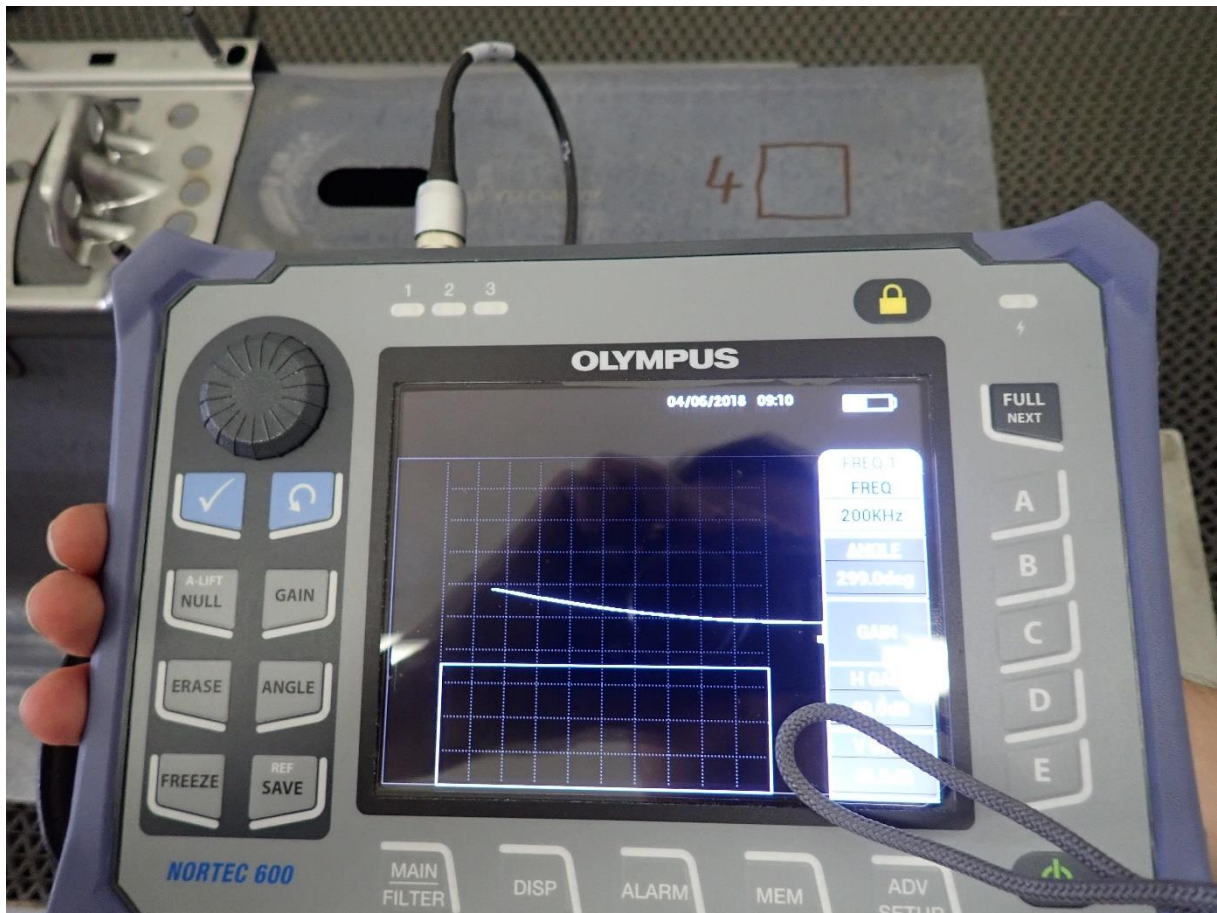


Obr. 86 – Měření vzorku 6 v oblasti 4.

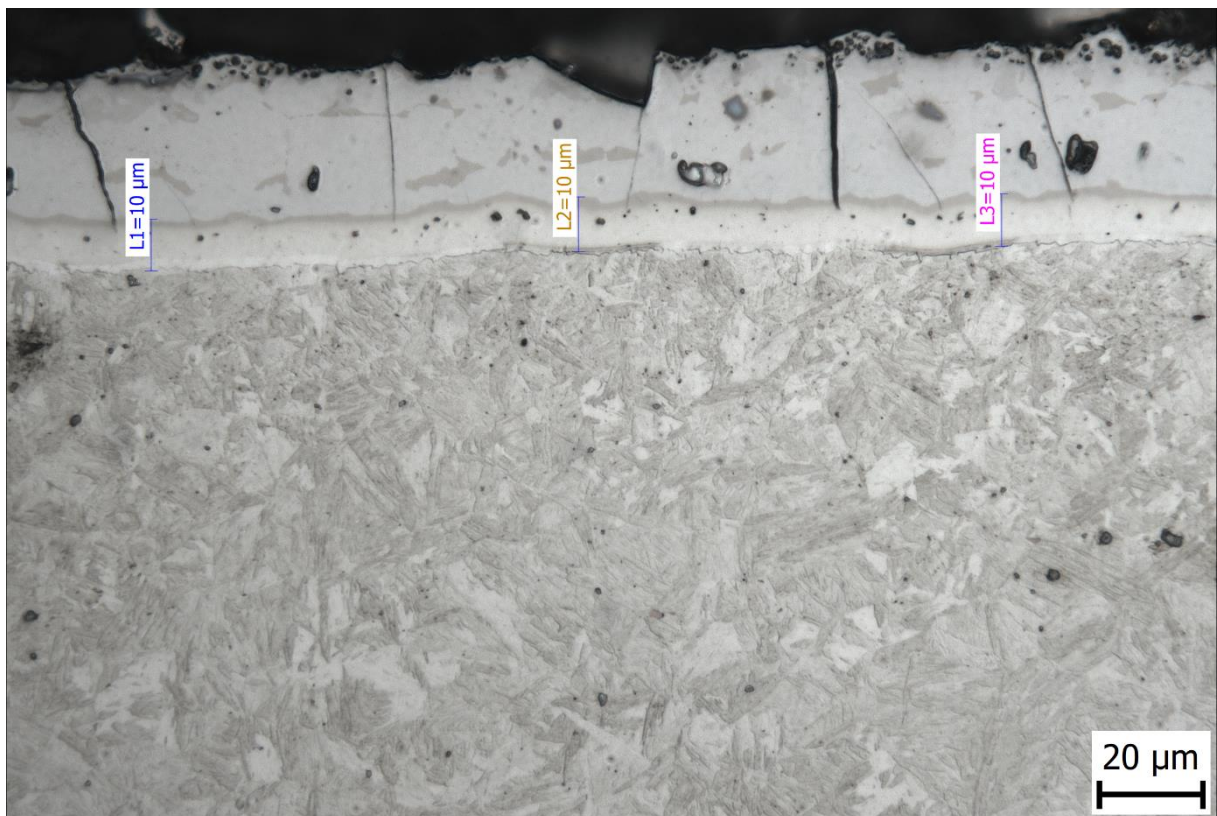


Obr. 87 – Měření difuzní vrstvy povlaku vzorku 6 v oblasti 4

Na obr. 86 je zachycen výsledek měření vzorku 6 v oblasti 4 pomocí metody vířivých proudů. Naměřené body se pohybují v blízkosti hranice tolerančního pole nastaveného pro tloušťku difuzní vrstvy 16 μm , což potvrzuje i následný metalografický výbrus z měřené oblasti obr. 87. Obdobně bylo provedeno i měření a následná verifikace na vzorku 7 obr. 88 a obr. 89 a vzorku 8 obr. 90 a obr. 91.



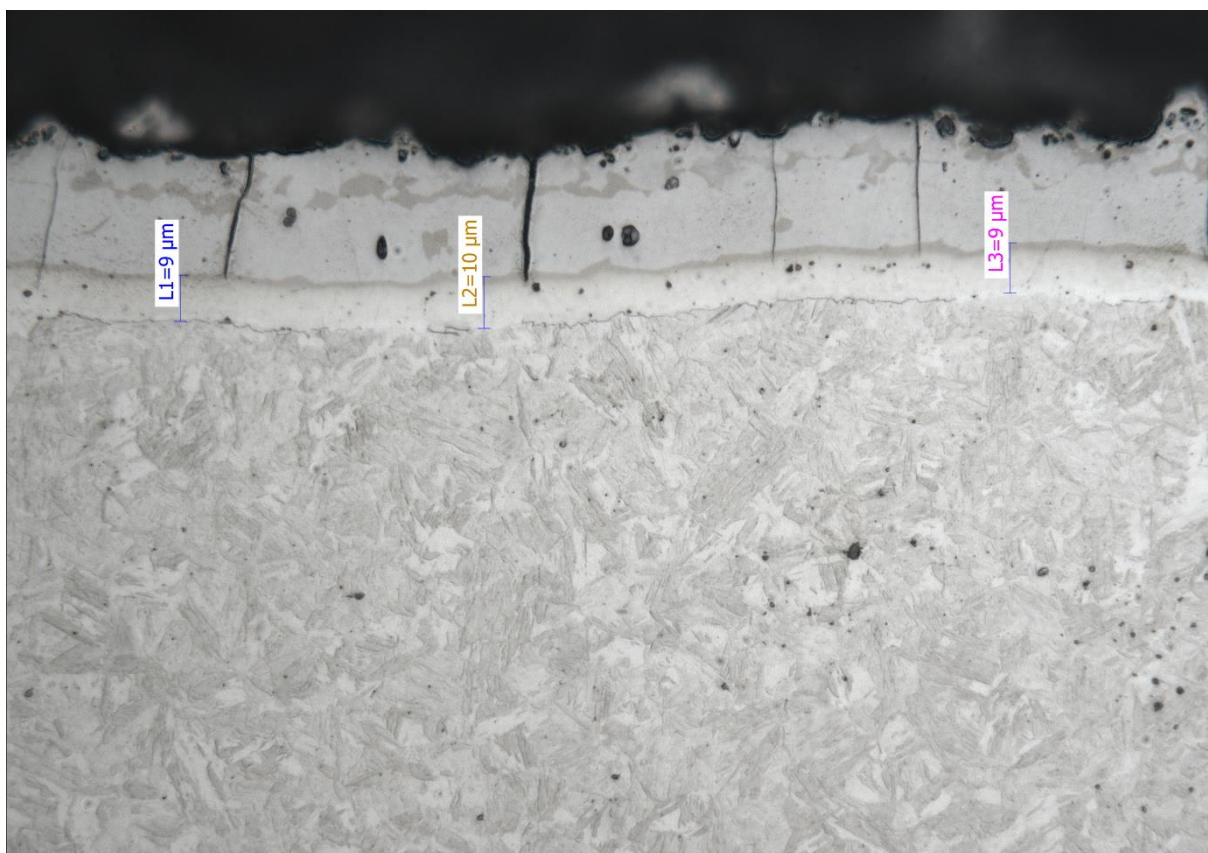
Obr. 88 – Měření vzorku 7 v oblasti 4.



Obr. 89 – Měření difuzní vrstvy povlaku vzorku 7 v oblasti 4.



Obr. 90 – Měření vzorku 8 v oblasti 4.



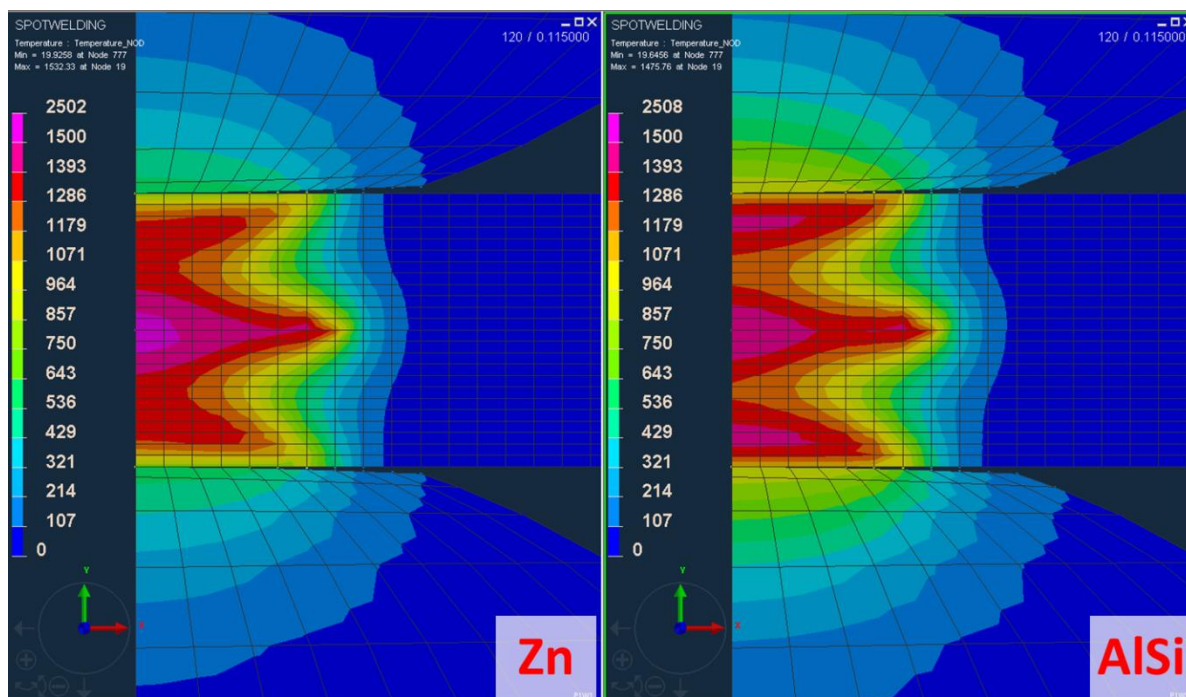
Obr. 91 – Měření difuzní vrstvy povlaku vzorku 8 v oblasti 4.

Na základě získaných výsledků byla vypracována metodika nedestruktivní kontroly. V prvním kroku je nutné vytvořit program s vhodným měřicím nastavením. Důležitá je vhodná volba frekvence, která by se měla pohybovat okolo 200 kHz, dalším nastaveným parametrem pak hodnoty vertikálního a horizontálního zesílení 25 a 43 dB. Frekvenci i hodnoty zesílení je možné do jisté míry upravovat a měnit při zachování použitelnosti metody, nicméně při opakovaném měření je bezpodmínečně nutné používat stejné nastavení přístroje, jinak by docházelo ke zkreslení výsledků. Na měřených dílech se proměřují pouze předem vybraná místa očištěná od hrubých nečistot např. stlačeným vzduchem, kde došlo k minimální plastické deformaci materiálu, tzn. minimálnímu rozpraskání povrchu. Pro prvotní nastavení je ve vytipovaných místech nutno provést metalografický výbrus pro potvrzení průběhu naměřených bodů v impedanční rovině a jejich navázání k naměřeným křivkám. Tuto kalibraci s navázáním křivek na tloušťku difuzní vrstvy změřenou metalografickým výbrusem je nutno provést pro každý díl zvlášť. Pro tvorbu měřicího programu a tolerančního pole je vhodné využít několik vzorků s rozdílným stavem povlaku v rozmezí tloušťky difuzní vrstvy vzorků od 8 do 20 μm .

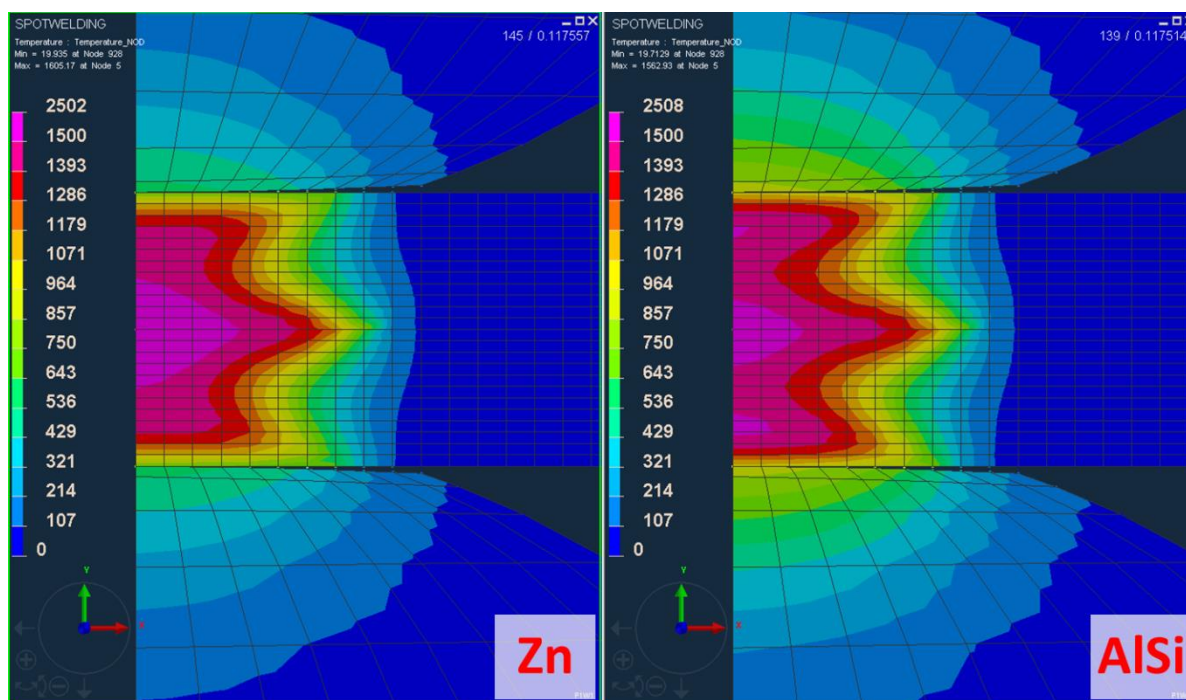
Metoda vstupní kontroly byla patentována ve spisu č. 308179 [32].

11.4. Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování

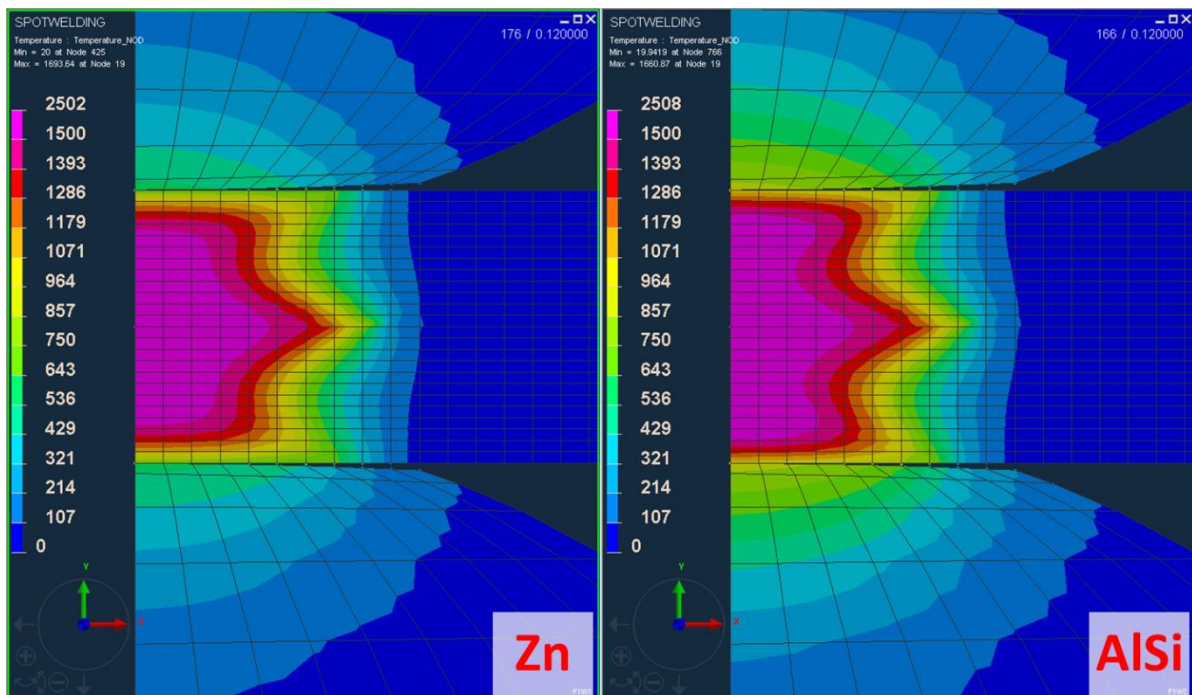
V tvorbě 2D simulace bodového odporového svařování byly využity dříve zmíněné výsledky z ultrazvukové vícekanálové sondy, velikost náhradního průměru svarové čočky, měření vodivosti a přechodových odporů. Na jejich základě byla ve spolupráci s firmou Mecas vytvořen 2D model simulace bodového svařování s homogenním zasítováním materiálu. Jedná se tedy o model, kde je plech s povlakem na bázi AlSi uvažován jako homogenní materiál. Výsledky byly porovnány se simulací svařování plechů s povlakem na bázi Zn, v současnosti nejčastěji se vyskytující povrchovou úpravou plechů v automobilovém průmyslu. Průběh jednotlivých fází svařování je možné srovnat na obr. 92 pro čas od začátku svařování 0,1150s, obr. 93 pro čas od začátku svařování 0,1175s, obr. 94 pro čas od začátku svařování 0,1200s a obr. 95 pro čas svařování 2,000s.



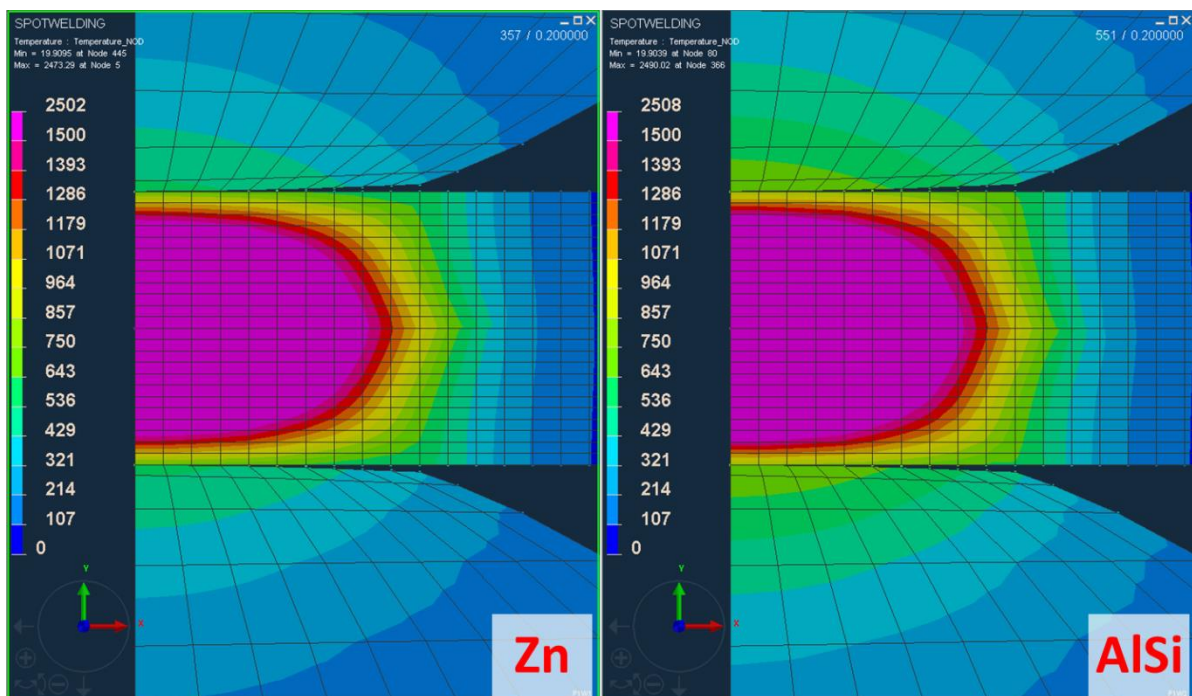
Obr. 92 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 0,1150s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AlSi vpravo.



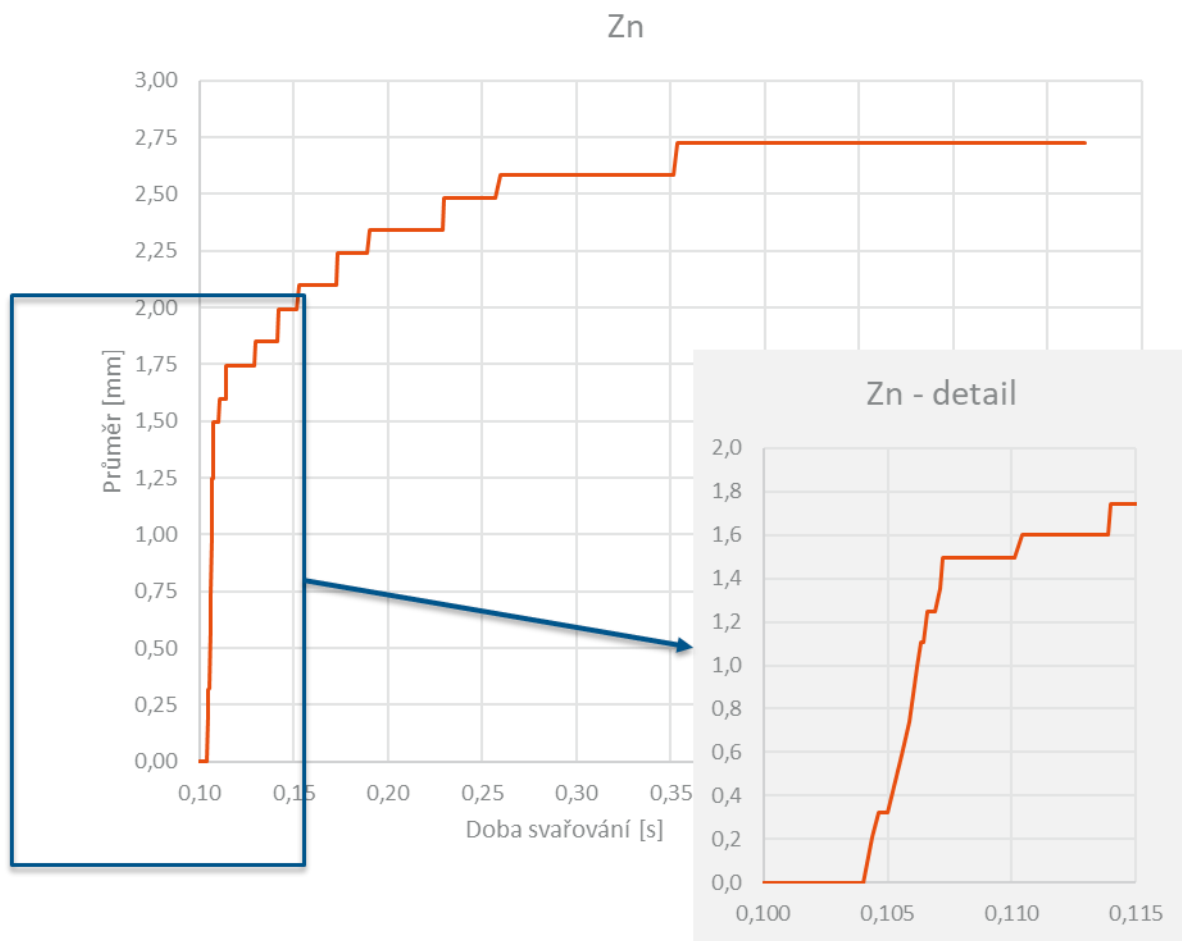
Obr. 93 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 0,1175s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AlSi vpravo.



Obr. 94 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 0,1200s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AlSi vpravo.

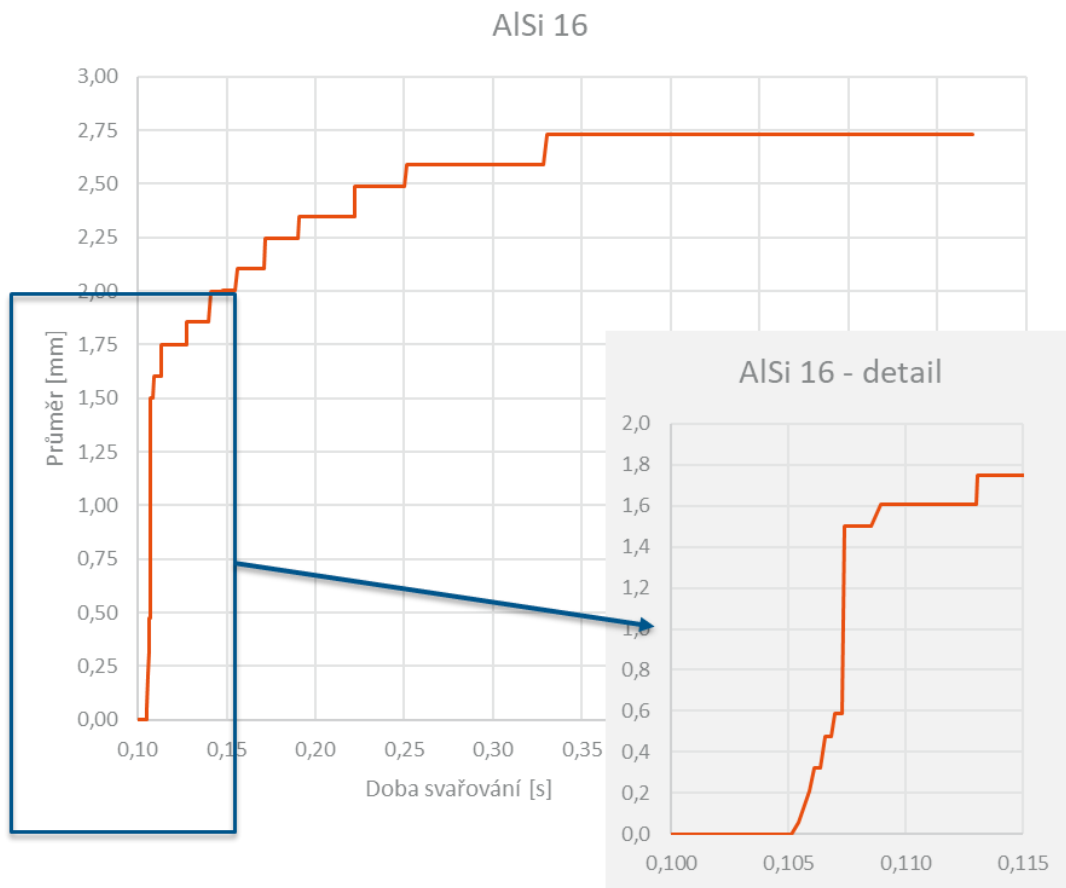


Obr. 95 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 2,000s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AlSi vpravo.



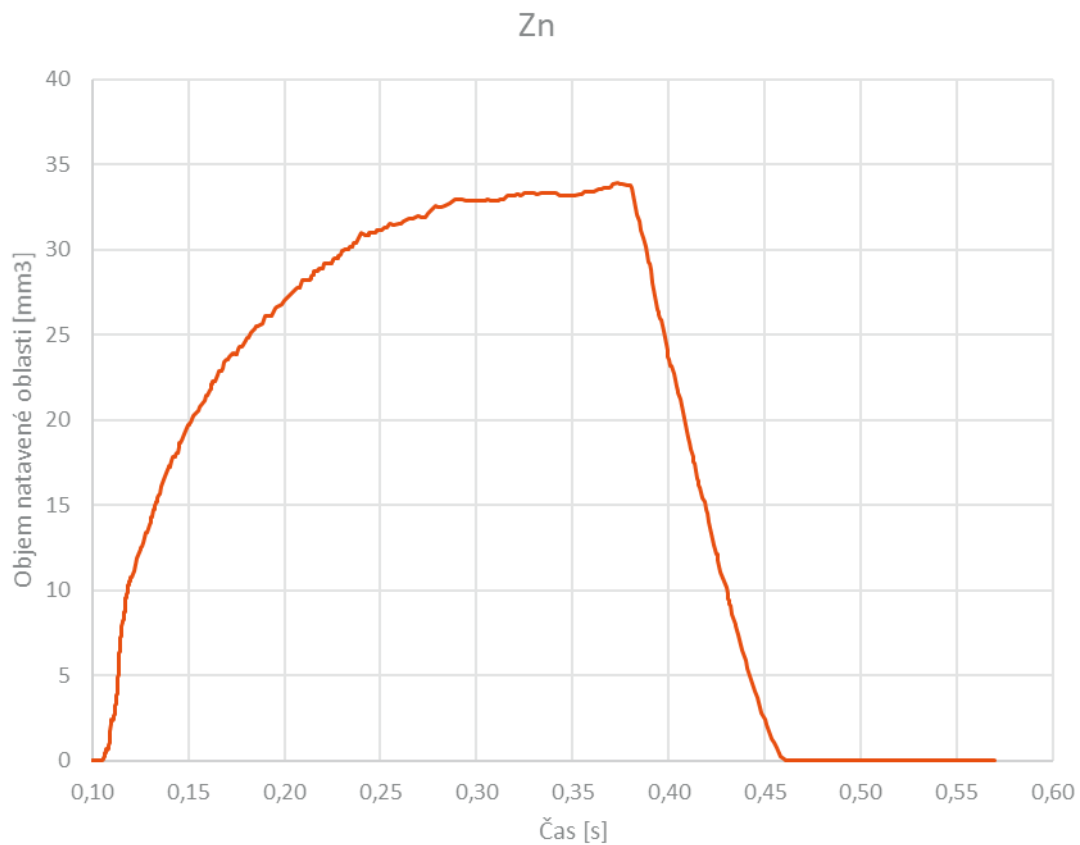
Obr. 96 – Vývoj průměru natavené oblasti oceli 22MnB5 s povlakem Zn v čase.

Dalším výstupem simulace bylo srovnání vývoje průměru natavené oblasti pro oba typy povlaků obr. 96 pro povlak na bázi Zn a obr. 97 pro povlak na bázi AlSi

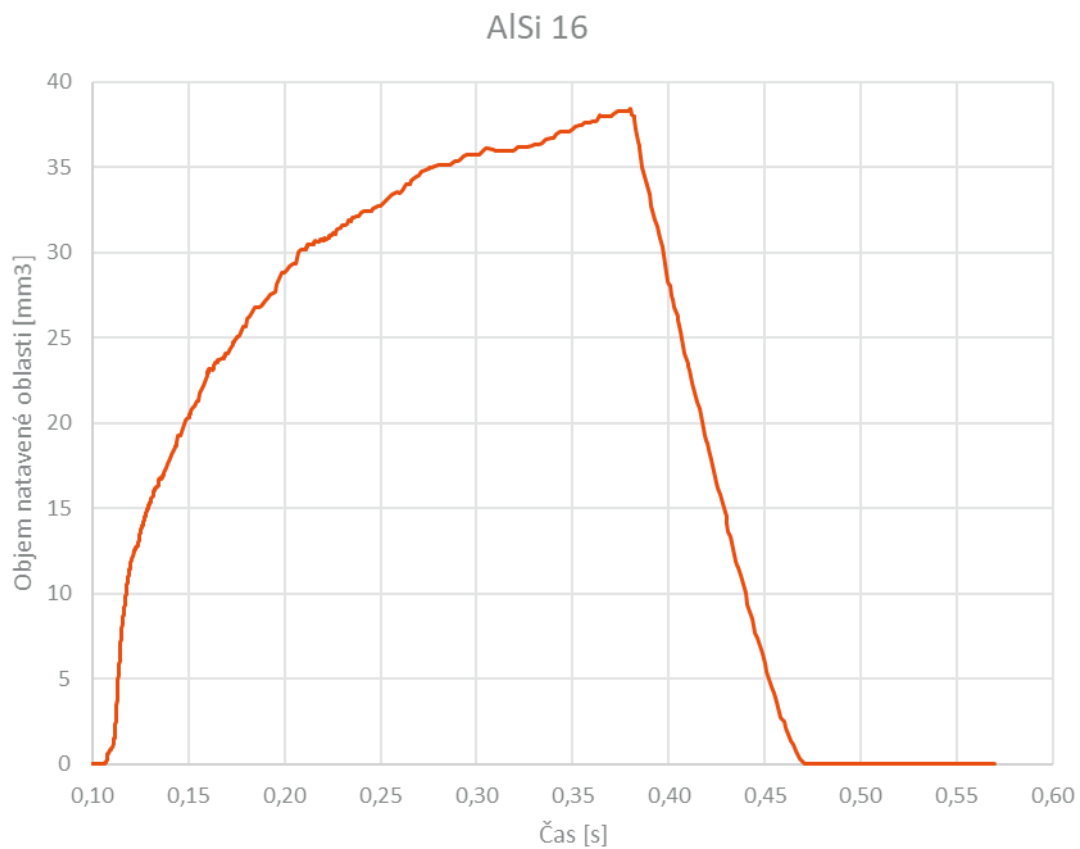


Obr. 97 – Vývoj průměru natavené oblasti oceli 22MnB5 s povlakem na bázi AlSi v čase.

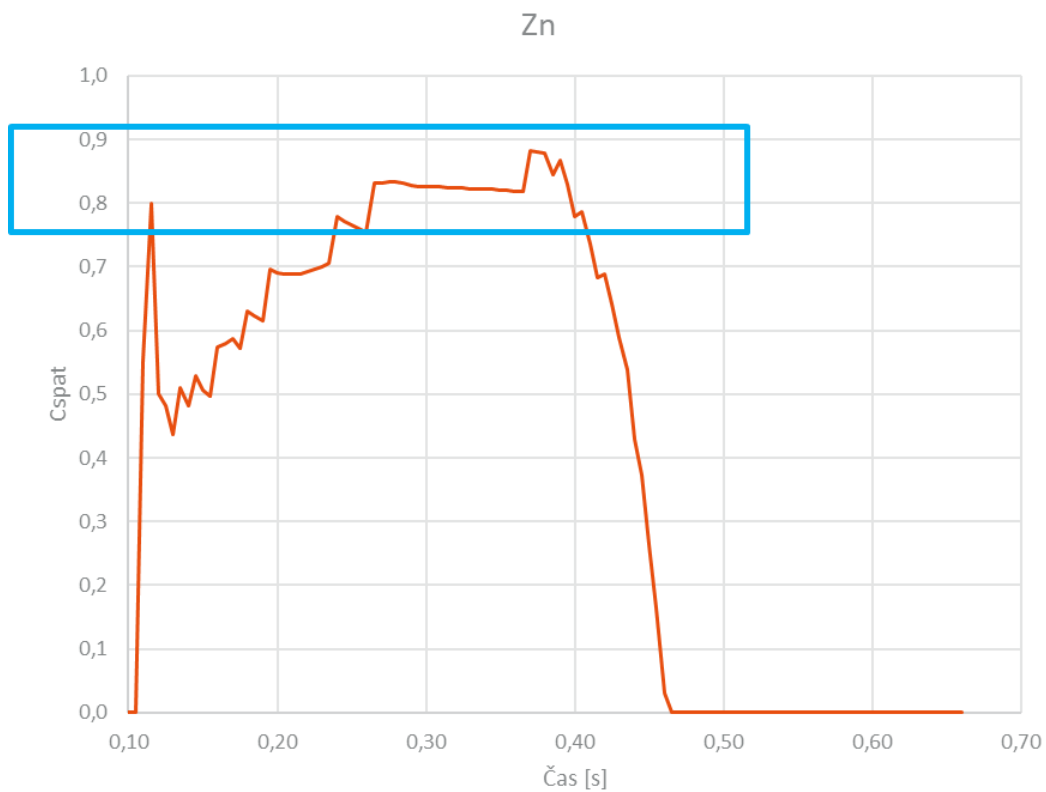
Na první pohled shodné průběhy se liší v počáteční fázi pozvolnějším nárůstem poloměru natavené oblasti u plechů s povlakem Zn. Dalším vyhodnocovaným parametrem byl objem natavené oblasti, což je jeden z parametrů ovlivňující kritérium rozstříku. Na obr. 98 je vývoj objemu natavené oblasti v průběhu svařovacího cyklu pro ocel s povlakem Zn. Na obr. 99 je zachycen vývoj objemu natavené oblasti pro ocel s povlakem na bázi AlSi. Na základě údajů o vývoji objemu nataveného materiálu, celkové svařovací síly a síly přenášenou přes natavenou oblast bylo dopočteno kritérium rozstříku pro ocel 22MnB5 s oběma typy povlaku obr. 100 a obr. 101.



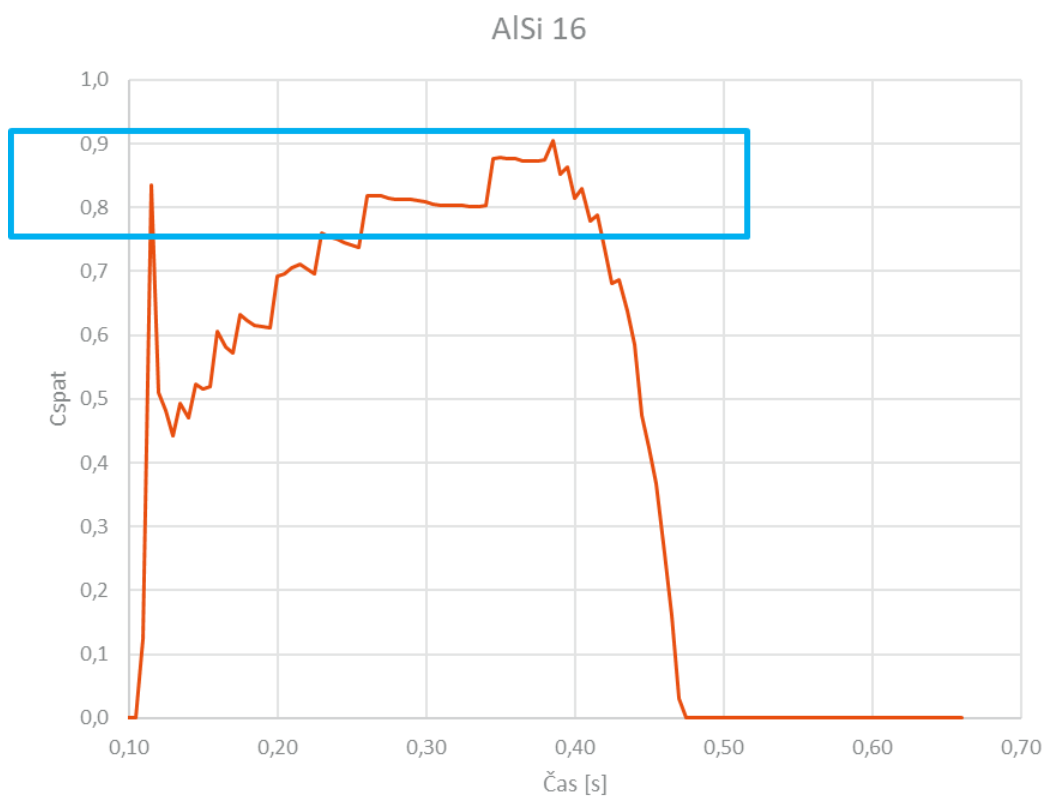
Obr. 98 – Vývoj objemu natavené oblasti pro ocel s povlakem Zn.



Obr. 99 – Vývoj objemu natavené oblasti pro ocelový plech s povlakem na bázi AlSi.



Obr. 100 – Kriterium rozštíku v závislosti na čase pro svařování oceli 22MnB5 s povlakem na bázi Zn.



Obr. 101 – Kriterium rozštíku v závislosti na čase pro svařování oceli 22MnB5 s povlakem na bázi AlSi.

12. Diskuse

V první fázi experimentální části jsem se věnoval materiálovému rozboru základního materiálu a fázovým přeměnám v povlaku v následku rozdílných parametrů použitých pro tepelné zpracování. Na základě provedených materiálových rozborů byly potvrzeny fázové přeměny způsobené difuzí mezi povlakem a základním materiálem pozorované v literatuře jinými autory [17]. Zejména se jednalo o rostoucí tloušťku subvrstvy AlFe uprostřed povlaku spolu s tvorbou fáze Al_5Fe_2 . Zaznamenal jsem rovněž narůstající tloušťku difuzní vrstvy s prodlužující se dobou austenitizace i se zvyšující se austenitizační teplotou pozorovanou v [2]. Při detailnějším zkoumání difuzní vrstvy jsem na základě EBSD a následně ověřením rentgenovou difrakcí dospěl k závěru, že difuzní vrstva se skládá jak z α Fe, hojně dokumentovaného v literatuře [17] tak i z tenké vrstvy Fe_3Al , kde za hliník substituuje částečně křemík.

V rámci v praxi běžně používaných austenitizačních teplot a dob výdrže je důležitý fakt, že je možné docílit stejného stavu povlaku různou kombinací teploty a doby výdrže na ní. Výrobci za tepla tvářených dílů mají tedy možnost optimalizovat svojí výrobu s ohledem na možnosti svého výrobního zařízení a ekonomičnost produkce. Jsou vázáni pouze dodržením předpisu maximální tloušťky difuzní vrstvy, maximální tloušťky povlaku a požadavků na mechanické vlastnosti oceli. Proto jsem se v druhé části experimentu věnoval posouzení jednotlivých variant konfigurací povlaku, splňujících tolerance předepsané interní koncernovou normou. V současnosti je jedním z nejčastějších důvodů k reklamaci materiálu právě nedodržení stanovené tloušťky difuzní vrstvy. Při nárůstu tloušťky difuzní vrstvy nad tuto hodnotu se zhoršuje bodová odporová svařitelnost. Výrazně roste nebezpečí vzniku ostříků, jak bylo ukázáno v experimentu, kdy vzorky s tloušťkou difuzní vrstvy 16 a 20 μm vykazovaly výrazně častější tvorbu ostříků v meziplechovém prostoru a některých případech i mezi povrchem plechu i elektrodou. Experimenty byly prováděny s fixním nastavením parametrů, zatímco v praxi se využívají svařovací roboty s adaptivním řízením, což jim umožňuje si parametry na základě proměření odporu materiálu upravit v rámci nastavených tolerancí, nicméně i systémy s adaptivním řízením vykazují u dílů s povlakem s tloušťkou difuzní vrstvy vyšší, než dovolený limit výrazný nárůst ostříků. Pro sadu vzorků s tloušťkou difuzní vrstvy 8 μm byly v experimentu zaznamenány rovněž případy svarových bodů s tvorbou ostříků, nicméně zde přichází v úvahu vysvětlení, že zvolené svařovací parametry byly optimalizované pro vrstvu s tloušťkou difuzní vrstvy 12 μm a pro 8 μm by bylo vhodnější použití slabších parametrů, což by systém pro adaptivní řízení byl v rámci okna procesních parametrů schopen kompenzovat. Vznik ostříků je rovněž ovlivněn přesnou pozicí dílů během

svařování. Vzhledem k vysoké pevnosti dílů z oceli 22MnB5 musí často svařovací kleště vyvíjet přítlak na hranici svých konstrukčních limitů, aby byly schopny dva díly přitlačit k sobě k zajištění minimalizace přechodového odporu.

Svary vykazující přítomnost ostříků mají prokazatelně nižší dynamickou únosnost oproti svarům bez ostříků, což lze dokumentovat výsledky z kapitoly 10.2. Svary vzorků s tloušťkou difuzní vrstvy 8 μm a 12 μm bez ostříků vykazují dynamickou únosnost okolo 35 kN zatímco pro vzorky s ostříky u vzorků s tloušťkou difuzní vrstvy 8,16 a 20 μm se pohybují nestabilně v rozmezí hodnot od 20 do 25 kN. V případě nehody automobilu a rázového zatížení těchto svarů se snižuje bezpečnost vozidla pro jeho posádku.

V práci jsem provedl i pokus s homogenizací povlaku pomocí přetavení laserem. V prvním kroku jsem se věnoval hledání parametrů pro docílení přetavení povlaku se současným minimálním ovlivněním základního materiálu. V tomto experimentu jsem zjistil, že hlavní vliv na přetavení povlaku má v rámci rozmezí námi zvolených parametrů příkon laseru. Při hodnotách do 30W docházelo pouze k přetavení povlaku bez difuzní vrstvy, u výkonů přesahujících 80W se tvořila na povrchu povlaku kompaktní nevodivá vrstva. Posuvová rychlost a rozteč stop laseru v použitém rozpětí na přetavení povlaku neměly zásadní vliv. Následky změny posuvové rychlosti a změny rozteče však bylo možno pozorovat při vyhodnocování velikosti tepelně ovlivněných zón v základním materiálu, kde byl patrný nárůst jejich velikosti pro rychlost posuvu laseru 500 mm/min a snížení rozteče stop na 0,2 mm. Povlak se podařilo homogenizovat v celém objemu, nicméně vzhledem k ekonomické nerentabilitě přípravy dílů pro svařování touto technologií pro sériovou výrobu bylo od dalších pokusů upuštěno.

Většina aplikací oceli 22MnB5 se provádí na strukturní díly, které není možné po kompletaci automobilu již vyměnit. Z toho důvodu je kladen velký důraz na kontrolu kvality těchto dílů. Běžně rozšířenou praxí u dodavatelů těchto dílů i u automobilek je kontrola povlaku metalografickým výbrusem. Jedná se o časově i finančně náročný proces, kterým je možno zkontrolovat pouze zlomek dílů. Z toho důvodu jsem se zaměřil v dalším kroku na hledání nedestruktivní metody. Zatímco měření vodivosti povlaku stejnosměrným proudem čtyřsvorkovou metodou se jevílo v laboratorních podmínkách na první pohled nadějně, byla pozorována závislost mezi narůstající hodnotou elektrického odporu a narůstající tloušťkou difuzní vrstvy, v průmyslové výrobě bylo těžko aplikovatelné vzhledem k množství potřebných přístrojů a složitosti. Měřicí aparatura se skládala z množství přístrojů citlivých na zacházení a její zapojení by kladlo vysoké požadavky na úroveň znalostí obsluhy. Měření střídavým proudem v laboratorních podmínkách neposkytlo použitelné výsledky u žádné

z použitých frekvencí, metoda nebyla schopna odlišit od sebe spolehlivě vzorky s různým stavem povlaku. Jako nejslibnější se jeví využití kontroly materiálu pomocí vířivých proudů. Metoda využívá již existující sériově vyráběný defektoskop. Při vhodné volbě vertikálního a horizontálního zesílení signálu frekvence je možné v impedanční rovině na první pohled od sebe odlišit křivky tvořené naměřenými body jednotlivých materiálů. Hodnoty použité pro tvorbu měřicího programu v mé práci nejsou jediným správným nastavením. Rozlišitelnosti různých stavů povlaku je možné dosáhnout i pro mírně odlišné kombinace zesílení a frekvence. Důležitou podmínkou je však měření dílů v místech bez poškození povlaku, tedy v místech s minimální plastickou deformací materiálu během tváření. V případě měření poškozeného povlaku, případně v místě, kde došlo ke kompletnímu odlupu povlaku podává měřicí metoda zkreslené výsledky.

Z dosud provedených pokusů vyplývá nutnost sestavit dva rozdílné měřicí programy pro nejčastěji využívané povlaky AS 30/30 a AS 150, tedy povlaky s 30 respektive 60 g/m². Zároveň se ale zdá, že nebude nutné sestavovat měřicí program pro každý díl zvlášť, nýbrž několik dílů se stejným povlakem bude možno měřit za využití jednoho programu. Výzkum v této oblasti stále probíhá. Funkčnost metody není ovlivněna výrobním zařízením dodavatele dílu, ani parametry jeho výrobního procesu, na rozdíl od vizuálního posuzování zbarvení.

V závěrečné části jsem se věnoval tvorbě 2D simulace bodového odporového svařování za účelem poskytnutí materiálových dat pro výpočet crashových simulací. Ve spolupráci s firmou Mecas se nám podařilo sestavit model odporového svařování, ve kterém není namodelována vrstva povlaku, nýbrž je materiál s povlakem brán jako homogenní. V simulacích se podařilo zachytit rozdíl ve srovnání s materiálem se zinkovým povlakem. Na rozdíl od zinkového povlaku docházelo u povlaku na bázi AlSi k vývoji 3 izolovaných oblastí natavení, které se ve výsledku spojovaly do hlavního jedné svarové čočky. Vývoj natavení ve třech různých oblastech může být důvodem vzniku ostříků nejen v meziplechovém prostoru, ale i ostříků pod elektrodami. Celkový objem nataveného materiálu vycházel pro ocel 22MnB5 s povlakem na bázi AlSi mírně vyšší a na něj nepřímo navazující kritérium rozstříku bylo rovněž vyšší, než pro 22MnB5 s povlakem Zn.

13. Závěr

Ve své dizertační práci jsem se věnoval problematice metalurgických změn povlaku na bázi AlSi a jeho následnému vlivu na svařitelnost. Tato práce měla vytyčeny čtyři hlavní cíle.

Prvním bylo popsání strukturních změn v povlaku během tepelného zpracování při výrobě dílů pro automobilový průmysl. Zde jsem objevil dříve nepopsanou subvrstvu Fe_3Al vyskytující se v difuzní vrstvě mezi povlakem a základním materiálem.

Druhým cílem bylo popsat vliv strukturálních změn povlaku na bodovou odporovou svařitelnost povlakovaných dílů. U tohoto cíle jsem monitoroval vliv změny stavu povlaku na bodovou odporovou svařitelnost na základě výsledků dynamický tahových zkoušek, vývoje náhradního průměru svarové čočky a přítomnosti ostříků. Zde jsem našel vzrůstající počet výskytu ostříků u povlaků s vyšší tloušťkou difuzní vrstvy, nižší dynamickou únosnost pro svary s ostříkem. Zároveň se pro svary plechů s větší tloušťkou difuzní vrstvy docházelo k tvorbě menší svarové čočky.

Provedl jsem rovněž pokusy s laserovou homogenizací povlaku, u které se mi podařilo docílit správným nastavením parametrů homogenizace povlaku, nicméně vzhledem k tvorbě nevodivé vrstvy na povrchu povlaku nebylo možné takto upravené díly svařit.

Třetím cílem byla tvorba nedestructivní metody kontroly dílů z oceli 22MnB5 s povlakem na bázi AlSi. Zde se jako řešení ukázalo využití metody vířivých proudů. Metodika vstupní kontroly byla patentována v patentu č. 308179.

Posledním cílem byla tvorba 2D simulace bodového odporového svařování oceli 22MnB5 s povlakem na bázi AlSi na základě dat získaných v experimentální části práce. Tento cíl byl rovněž splněn.

14. Literatura

1. KARBASIAN, H., TEKKAYA, A.E., A review on hot stamping. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. Elsevier. 2010, 210, 2103-2118.
2. SCHMIDOVÁ, E., HANUS, P., Weldability of Al-Si Coated High Strength Martensitic Steel. *Transportation Engineering* [online]. Periodica polytechnic. 2013, 41/2, 127-132.
3. MORI, K., ITO, D., Prevention of oxidation in hot stamping of quenchable steel sheet by oxidation preventive oil. *CIRP Annals – Manufacturing Technology* [online]. Elsevier. 2009, 58, 267-270.
4. GRAUER, S.J., CARON, E.J.F.R., CHESTER, N.L., WELLS, M.A., DAUN, K.J., Investigation of melting in the Al-Si coating of a boron steel sheet by differential scanning calorimetry. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. Elsevier. 2015, 216, 89-94.
5. GUI, Z., LIANG, W., ZHANG, Y., Formability of aluminium- silicon coated boron steel in hot stamping process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* [online]. Elsevier. 2014, 24, 1750–1757.
6. JI, C. W., Effects of surface coating on weld growth of resistance spot-welded hot-stamped boron steels†. *Journal of Mechanical Science and Technology* [online]. Springer, 2014, 28, 4761-4769.
7. KANG, M., YOUNG-MIN, K., CHEOLEE, K., Effect of heating parameters on laser welded tailored blanks of hotpress forming steel. *Journal of Materials Processing Technology*, [online]. Elsevier 2015, 7-47.
8. KIM, C., KANG, M., PARK, Y., Laser welding of Al–Si coated hot stamping steel. *Procedia Engineering*. [online]. Elsevier, 2011, 10, 2226–2231.
9. The effects of alloying elements, Outokumpu [online] 2015.
Dostupné z: <http://www.outokumpu.com/en/products-properties/more-stainless/the-effects-of-alloying-elements%E2%80%8B/Pages/default.aspx>
10. BILLUR, E., Hot formed steels. *Automotive Steels* [online]. Elsevier, 2017, 387-411.
11. Vliv jednotlivých prvků na vlastnosti ocelí, Tumlikovo [online] 2015.
Dostupné z: <http://www.tumlikovo.cz/vliv-jednotlivych-prvku-na-vlastnosti-oceli/>
12. SCHAEFFLER, D. Getting to know more about the metal you are forming. *The Fabricator*. Dostupné z: <https://www.thefabricator.com/article/metalsmaterials/getting-to-know-more-about-the-metal-you-are-forming>

13. KOLAŘÍKOVÁ, M., KOLAŘÍK, L., PILVOUSEK, T., PETR, J. Mechanical properties of Al-Si galvanic coating and its influence on resistance weldability of 22MnB5 steel. *Defect and Diffusion Forum* [online]. Trans TechPublications, 2016, p. 82-85. ISBN: 978-303835720-9. Dostupné z: 10.4028/www.scientific.net/DDF.368.82
14. PETR, J., PILVOUSEK, T., KEJZLAR, P., LACHMAN, M., WIECZOREK, A. Laser homogenization of Al-Si coating on 22MnB5. *METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*, 2016, p. 994-999. ISBN:978-80-87294-67-3
15. FANG, L., XIAOGUAN, C., WENHU L., HUA, P., XIN, J., XUEMING, H. Nanosecond laser ablation of Al-Si coating on boron steel. *Surface and Coating Technology* [online]. ResearchGate. 2017, 319. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/315439999_Nanosecond_laser_ablation_of_Al-Si_coating_on_boron_steel/citation/download
16. SINHA, S., Thermal model for nanosecond laser ablation of alumina. *Cermamics International* [online]. Elsevier. 2015, 45, 6595-6603. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884215001534>
17. WINDMANN, M., RÖTTGER, A., THEISEN, W. Phase formation at the interface between a boron alloyed steel substrate and an Al-rich coating. *Surface and Coatings Technology*. [online]. 2013, 226, 130-139. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897213003186>
18. HEUMANN, T., DITTRICH, S. *International Journal of Materials Research*, 1959, 50, 617.
19. BAKKER, H., MEHRER, H., Numerical Data and Functional Relationship in Science and Technology. *Diffusion in Solid Metals and Alloys*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1990, 26, 221.
20. MAITRA, T., GUPTA, S.P., Intermetallic compound formation in Fe-Al-Si ternary system. *Materials Characterization* [online]. Elsevier. 2003, 49, 293-311. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580303000056>
21. SASAKI, T., YAKOU, T., Features of intermetallic compounds in aluminized steels formed using aluminum foil. *Surface and Coatings Technology* [online]. Elsevier, 2006, 201, 2131-2139. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897206002489>
22. KOBAYASHI, S., YAKOU T., Control of intermetallic compound layers at interface between steel and aluminum by diffusion treatment. *Materials Science and*

- Engineering: A line* [online]. Elsevier, 2002, 338, 44-53. Dostupné z:
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509302000539>
23. WANG, J.W., CHEN, S.M., The high-temperature oxidation behaviour of hot-dipping Al-Si coating on low carbon steel, *Surface and Coatings Technology* [online]. Elsevier, 2006, 200, 6601/6605. Dostupné z:
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897205012211>
24. WINDMANN, M., RÖTTGER, A., THIESEN, W. Formation of intermetallic phases in Al-coated hot stamped 22MnB5 sheets in terms of coating thickness and Si content. *Surface and Coating Technology* [online]. Elsevier, 2014, 246, 17-25, Dostupné z:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897214001844>
25. Spot Track, Standard and Testing [online]. Dostupné z:
<http://www.spottrack.eu/welcome/standards-testing.jsp>
26. ISO 10447:2015. *Resistance welding - Testing of welds - Peel and chisel testing of resistance spot and projection welds*. International Organization for Standardization, 2015.
27. MAEV, R.G., DENISOV, A.A., CHERTOV, A.M., Automation of Resistance Spot Weld Inspection [online]. Tessonics Inc, 2016. Dostupné z:
https://www.ndt.net/article/ndt-canada2017/papers/Automation_of_Inspection.pdf
28. Suragus Sensors & Instruments. Quality assurance using Eddy current testing. [online]. Dostupné z: <https://www.suragus.com/en/technology/>
29. NDT resource center, EC testing [online]. Dostupné z: <https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/EddyCurrents/Introduction/IntroductiontoET.htm>
30. ČSN EN ISO 14273. *Odporové svařování - Destruktivní zkoušky svarů - Rozměry vzorku a postup pro zkoušení stříhem odporových bodových, švových a výstupkových svarů*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2011.
31. MARKER, M.C.J., SKOLYZSEWSKA-KÜHBERGER, B. EFFENBERGER, H.S., SCHMETTERER, C., W.RICHTER, K.W. Phase equilibria and structural investigations in the system Al-Fe-Si, *Intermetallics* [online]. Elsevier, 2011, 19, 1919-1929, Dostupné z:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979511001361>
32. ŠKODA AUTO a.s. 2019. *Způsob Zjišťování Vhodnosti Ocelových Polotovaru, Opatřených Ochranným Povlakem, Zejména Na Bázi Al-Si, Pro Výrobní Operace*. Česká republika. Patentový spis CZ 308179. 2019.

33. KUCERA, V., CABIBBO, M., PRUSA, F., FOJT, J., PETR-SOINI, J., PILVOUSEK, T., KOLARIKOVA, M., VOJTECH, D. Phase Composition of Al-Si Coating from the Initial State to the Hot-Stamped Condition. *Materials*. 2021, 14(5), 1125.
34. PETR-SOINI, J., KEJZLAR, P., KUČERA, V., JANOVEC, J. Influence of heat treatment on Al-Si coating chemical composition, METAL 2018, 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings, 2018, 985 – 990. ISBN 978-80-87294-84-0.

15. Seznam publikační činnosti doktoranda citované v dizertační práci

13. KOLAŘÍKOVÁ, M., KOLAŘÍK, L., PILVOUSEK, T., PETR, J. Mechanical properties of Al-Si galvanic coating and its influence on resistance weldability of 22MnB5 steel. *Defect and Diffusion Forum* [online]. Trans TechPublications, 2016, p. 82-85. ISBN: 978-303835720-9. Dostupné z: 10.4028/www.scientific.net/DDF.368.82
14. PETR, J., PILVOUSEK, T., KEJZLAR, P., LACHMAN, M., WIECZOREK, A. Laser homogenization of Al-Si coating on 22MnB5. METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings, 2016, p. 994-999. ISBN:978-80-87294-67-3
32. ŠKODA AUTO a.s. 2019. *Způsob zjišťování vhodnosti ocelových polotovárů, opatřených ochranným povlakem, zejména na bázi Al-Si, pro výrobní operace*. Původce: Jaroslav PETR-SOINI, Tomáš PILVOUSEK, Milan DVOŘÁK, Česká republika. Patentový spis CZ 308179. 2019.
33. KUCERA, V., CABIBBO, M., PRUSA, F., FOJT, J., PETR-SOINI, J., PILVOUSEK, T., KOLARIKOVA, M., VOJTECH, D. Phase Composition of Al-Si Coating from the Initial State to the Hot-Stamped Condition. *Materials*. 2021, 14(5), 1125.
34. PETR-SOINI, J., KEJZLAR, P., KUČERA, V., JANOVEC, J. Influence of heat treatment on Al-Si coating chemical composition, METAL 2018, 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings, 2018, 985 – 990. ISBN 978-80-87294-84-0.

16. Další publikace doktoranda

1. PETR, J., PILVOUSEK, T., BENEŠ, L. Evaluation of local deformation values of stamping in comparison with optical forming analysis system, *Defect and Diffusion Forum* [online]. Trans TechPublications, 2016, p. 207-210. ISBN: 978-303835720-9. Dostupné z: 10.4028/www.scientific.net/DDF.368.207

2. PILVOUSEK, T., ŠANOVEC, J., PETR, J. New methods in numerical simulations verification. Technological forum 2016. Červenohorské sedlo, 28.06.2016 - 30.06.2016. 2016, p. 124-128. ISBN 978-80-87583-17-3.
3. KUČERA, V., PETR-SOINI, J., VOJTĚCH, D., Phase composition and microstructure of Zn coated press hardening steels for direct hot stamping. *Manufacturing technology*. 2018, 18, 758-763, ISSN 1213-2489.
4. PILVOUSEK, T., PETR-SOINI, J., KUČERA, V. Moderní způsoby ochrany vysokopevných ocelí. *MM průmyslové spektrum*. 2019, 1, 2 , 44 – 45, ISSN 1212 – 2572.
5. PILVOUSEK, T., TEJC, J., PETR, J. Možnosti a aplikace numerických simulací laserového pájení v automobilovém průmyslu, Česká společnost pro výzkum zpracování plechu 2017.
6. PILVOUSEK, T., PETR, J., KUČERA, V., Technologie vícefokálního pájení a její aplikace na spojování ocelí s různými povrchovými úpravami, Česká společnost pro výzkum zpracování plechu 2018.