

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

**FAKULTA
STROJNÍ**



**TEZE
DISERTAČNÍ
PRÁCE**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ

TEZE DISERTAČNÍ PRÁCE

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

Ing. Jaroslav Petr-Soini

Doktorský studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství

Školitel: doc. Ing. Jiří Janovec, CSc.

Teze disertace k získání akademického titulu "doktor", ve zkratce "Ph.D."

Praha

březen 2022

Název anglicky: The effect of metallurgical factors on weld
quality of Al-Si coated high strength steel

Disertační práce byla vypracována v prezenční formě doktorského studia na
Ústavu Materiálového inženýrství Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Disertant: Ing. Jaroslav Petr-Soini

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Karlovo náměstí 13, 120 00, Praha 2

Školitel: doc.Ing. Jiří Janovec, CSc.

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
Karlovo náměstí 13, 120 00, Praha 2

Oponenti:

Teze byly rozeslány dne:

Obhajoba disertace se koná dne v hod.
v zasedací místnosti Ústavu materiálového inženýrství, Karlovo náměstí 13,
120 00, Praha 2

před komisí pro obhajobu disertační práce ve studijním oboru Materiálové
inženýrství.

S disertací je možno se seznámit na oddělení vědy a výzkumu Fakulty strojní
ČVUT v Praze, Technická 4, Praha 6.

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.

předseda oborové rady oboru Materiálové inženýrství

Fakulta strojní ČVUT v Praze

Obsah

1.	SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY	6
1.1	Úvod	6
1.2	Martenzitické oceli a jejich zpracování.....	6
1.3	Vliv povlaků Al-Si na svařitelnost.....	7
2.	CÍLE DISERTAČNÍ PRÁCE.....	7
3.	METODY ZPRACOVÁNÍ.....	8
3.1	Změny struktury povlaku v závislosti na změně parametrů tepelného zpracování.....	8
3.2	Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost.....	9
3.3	Vývoj vhodné nedestruktivní kontrolní metody.....	11
3.4	Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování.....	12
4.	VÝSLEDKY	12
4.1	Změny struktury povlaku v závislosti na změně parametrů zpracování	12
4.2	Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost	15
4.3	Vývoj vhodné vstupní kontroly materiálu a metodiky posuzování bodové odporové svařitelnosti.....	16
4.4	Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování	18
5.	DISKUSE	21
6.	ZÁVĚR.....	24
	Seznam použité literatury v tezích.....	24
	Publikace doktoranda související s tématem disertace	26
	Ostatní publikace doktoranda	27
	Anotace	28
	Summary.....	28

1. SOUČASNÝ STAV PROBLEMATIKY

1.1 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 žebor, 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.

1.2 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. U přímé varianty nedochází k předtváření za studena, nýbrž celá operace tváření včetně kalení probíhá v chlazené formě [1].

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].

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 oduhlíčení. Za účelem prevence tohoto jevu jsou materiály určené ke tváření za tepla povlakovány ochrannými vrstvami, většinou na bázi Al-Si [1,9].

1.3 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 ochlazení svaru vede ke vzniku křehkých intermetalických fází na bázi Al-Fe na hranici ztavení. Vyloučení této fáze na rozhraní přispívá k tvorbě křehkého módu porušení [2,10,11,12].

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 [8].

2. CÍLE DISERTAČNÍ 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.

Cíle mé dizertační práce jsou:

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.

3. METODY ZPRACOVÁNÍ

Experiment jsem naplánoval do pěti 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 metodiky posuzování bodové odporové svařitelnosti.
4. Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování.

3.1 Změny struktury 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 300, 420, 660 a 840 s. 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 polotovary byly použity nástřihy o rozměrech 297 x 210 mm.

Dalším krokem byla příprava vzorků s konstantní dobou výdrže 480s na austenitizační teplotě a rozdílnou výší austenitizační teploty 845, 885 a 920°C. 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.

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.

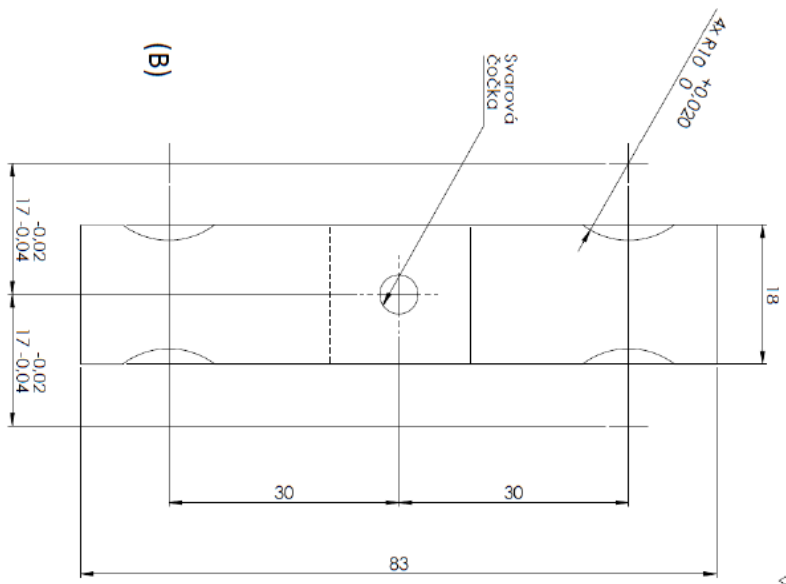
3.2 Vliv strukturních změn povlaku na svařitelnost

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. 1). 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. 1). svařovacími parametry I = 7,5 A, F = 250 daN a t = 280 ms. Obdobně byly svařeny i vzorky pro statickou zkoušku tahem (Obr. 2).

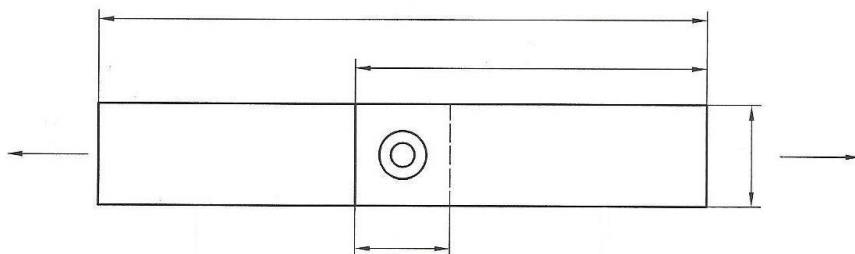
Tab. 1 – Parametry tepelného zpracování pro analýzu svařitelnosti.

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

900	300	360	480	x
920	300	420	660	840



Obr. 1 – Vzorek pro dynamickou zkoušku tahem.



Obr. 2 – Vzorek pro statickou zkoušku tahem.

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 500 a 1000 mm/min, rozteče 0,2 a 0,3 mm při vzdálenosti ohniska nad povrchem 8 mm. Hodnoty výkonu byly nastaveny v celých násobcích 10 v rozmezí 20 – 150W.

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 výbrusy pro optickou mikroskopii a elektronovou mikroskopii. 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.

3.3 Vývoj vhodné nedestruktivní kontrolní metody

Při vývoji nedestruktivní metodu vhodné pro 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, měřicí kontakty byly umístěny ve vzdálenosti 150 mm od sebe a budily měřený

vzorek proudem 11 A. Napětí bylo odečítáno na digitálním multimetru HP 34401 a jako normálový rezistor byl použit $R_n = 0,7 \Omega/20A$.

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

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.

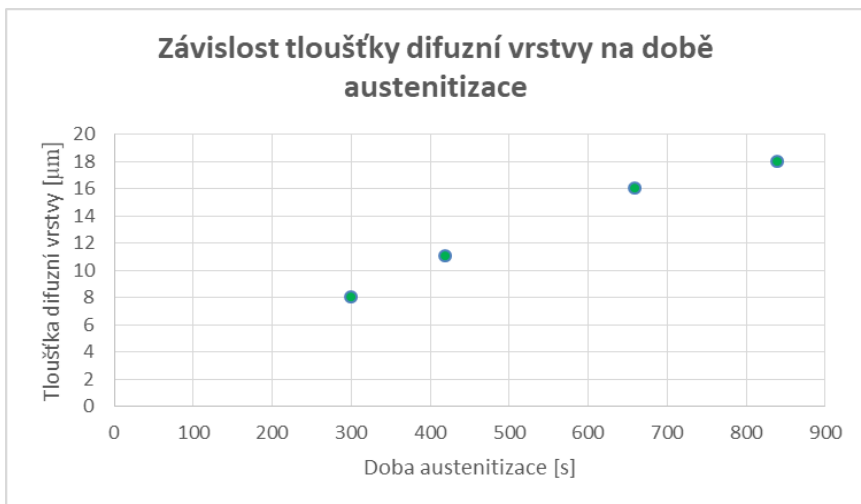
3.4 Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování

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 a výsledky z ultrazvukové vícekanálové sondy. Pro měření vzorků byl použit stejnosměrný proud o velikosti 15 A generovaný proudovým zdrojem QPX1200SW, jako normálový rezistor $R_n = 100 \text{ m}\Omega/200W$. Měření napětí na elektrodách a normálovém odporu bylo realizováno systémem LXI Keysight 34972A a přítlačné síly senzorem FC 23 do rozsahu cca 250 N.

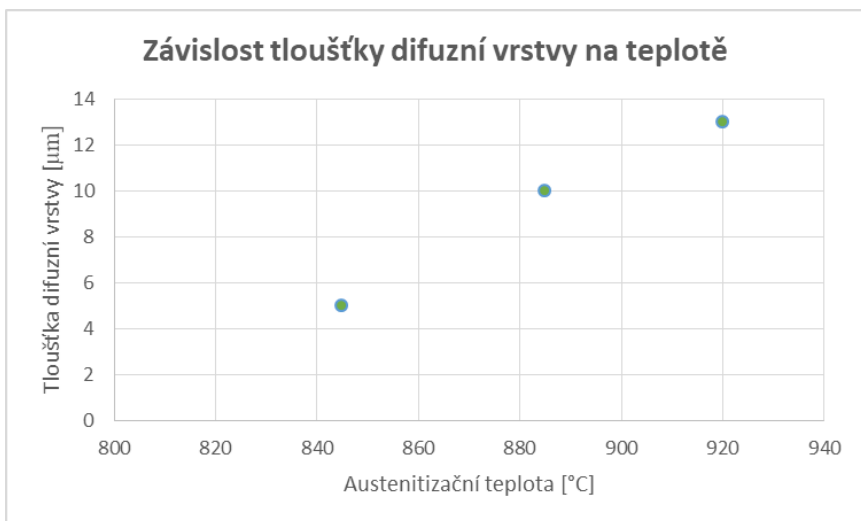
4. VÝSLEDKY

4.1 Změny struktury povlaku v závislosti na změně parametru tepelného zpracování

Změny tloušťek difuzní vrstvy jsou pro přehlednost zachyceny v obr. 3 a obr. 4. Z grafů je možné vyčíst zvětšující se tloušťku difuzní vrstvy v závislosti na vyšší austenitizační teploty a prodlužování doby výdrže [3].



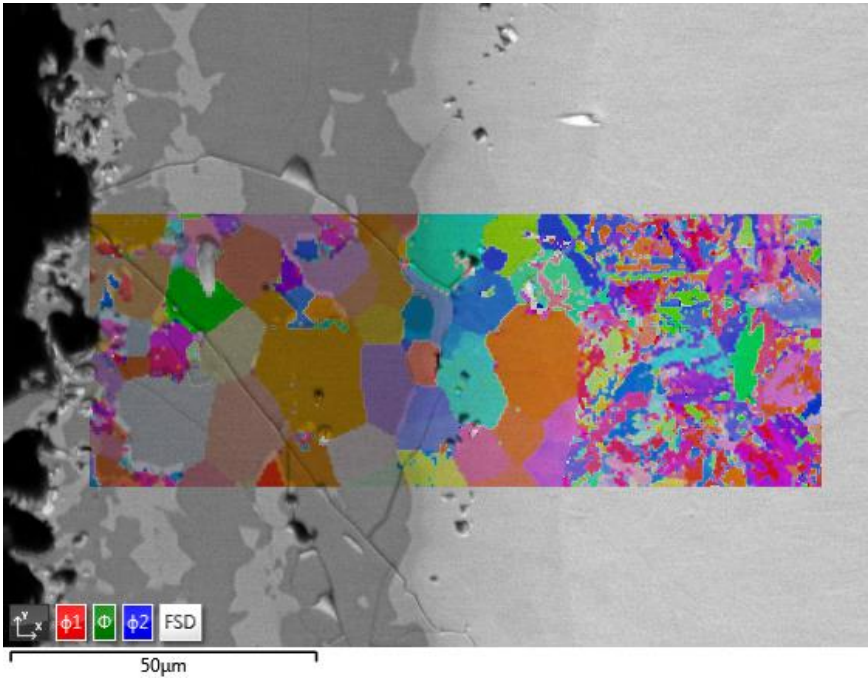
Obr. 3 – Závislost tloušťky difuzní vrstvy na době austenitizace.



Obr. 4 – 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. 5, detekované fáze jsou uvedeny v Tab. 2 a Tab. 3 [4].



Obr. 5 – Rozdílná orientace zrn v oceli 22MnB5 a povlaku AS 150.

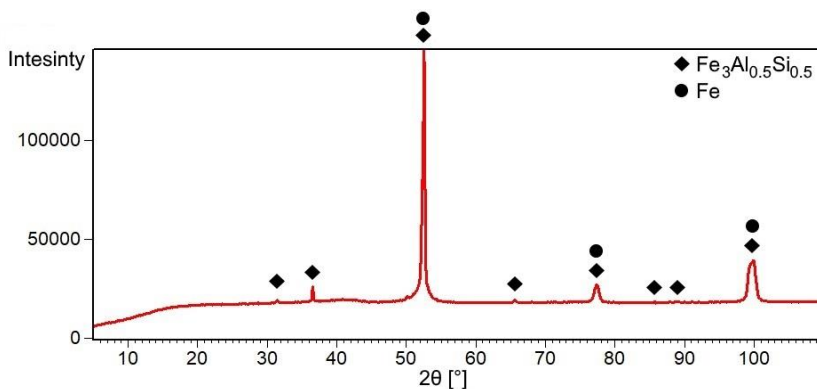
Tab. 2 – Detekované fáze EBSD analýzou.

Phase	a	b	c	Alpha a	Beta	Gamma a	Space Group	Database
Iron	2.8 7 Å	2.8 7 Å	2.8 7 Å	90.00 °	90.0 0 °	90.00 °	229	HKL
Al5 Fe2	7.6 6 Å	6.4 2 Å	4.2 2 Å	90.00 °	90.0 0 °	90.00 °	63	NSD
Al Fe	2.9 1 Å	2.9 1 Å	2.9 1 Å	90.00 °	90.0 0 °	90.00 °	221	NSD
Al Fe3	5.8 0 Å	5.8 0 Å	5.8 0 Å	90.00 °	90.0 0 °	90.00 °	225	NSD

Tab. 3 – 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. 6. Z difraktogramu byla identifikována fáze $\text{Fe}_3\text{Al}_{0,5}\text{Si}_{0,5}$ a základní materiál Fe [4].



Obr. 6 – Difraktogram difuzní vrstvy a základního materiálu vzorku.

4.2 Vliv strukturálních změn povlaku na svařitelnost

Po svaření připravených vzorků byla jako první provedena kontrola vícekanálovou ultrazvukovou sondou. Na jejím základě bylo provedeno vyhodnocení dle velikosti průměru čočky svaru.

Maximální síly naměřené při dynamické zkoušce tahem jsou zachyceny v Tab. 4. Naměřené výsledky byly vyhodnoceny statisticky T- testem.

Tab. 4 – 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

Z vizuální kontroly bylo 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.

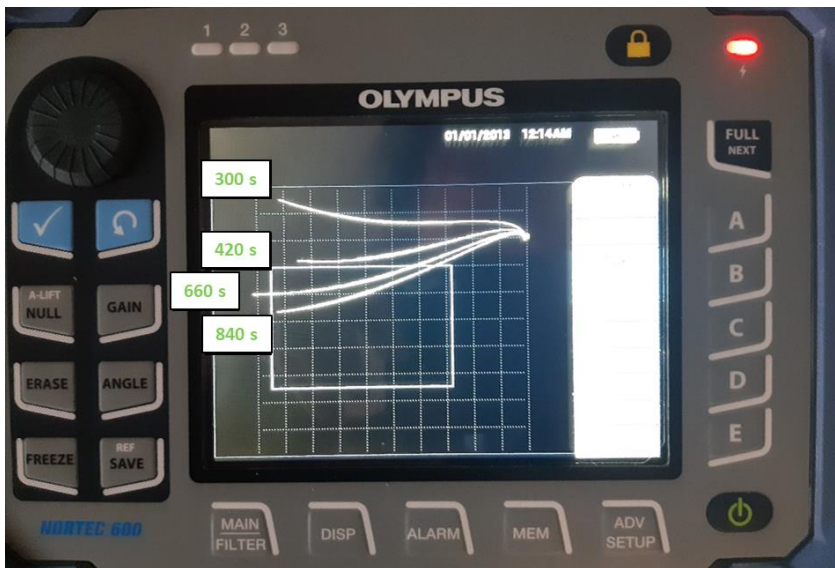
4.3 Vývoj vhodné vstupní kontroly materiálu a metodiky posuzování bodové odporové svařitelnosti

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

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. 7.

Následně bylo provedeno ověření aplikovatelnosti metody i pro reálné díly zatížené plastickou deformací při tváření obr. 8.

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.



Obr. 7 – Záznam naměřených bodů v impedanční rovině pro sérii vzorků připravených při konstantní teplotě.



Obr. 8 – Díly prověřené metodou vířivých proudů

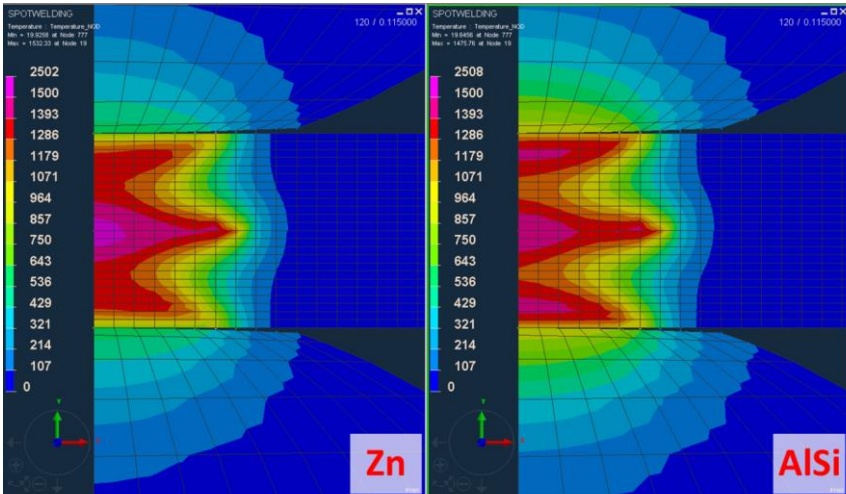
Na základě získaných výsledků byla vypracována metodika nedestruktivní kontroly. V prvním kroku je nutné vytvořit program s vhodným měřicím nastavením. Důležitá je vhodná volba frekvence, která by se měla pohybovat okolo 200 kHz, dalším nastaveným parametrem pak jsou hodnoty vertikálního a horizontálního 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 očištěné 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 změnou 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 .

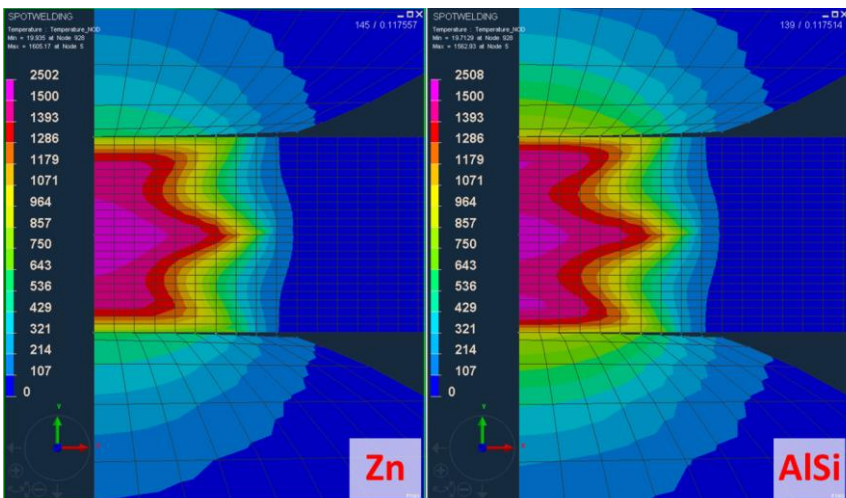
Metoda vstupní kontroly byla patentována ve spisu č. 308179 [5].

4.4 Tvorba 2D simulace bodového odporového svařování

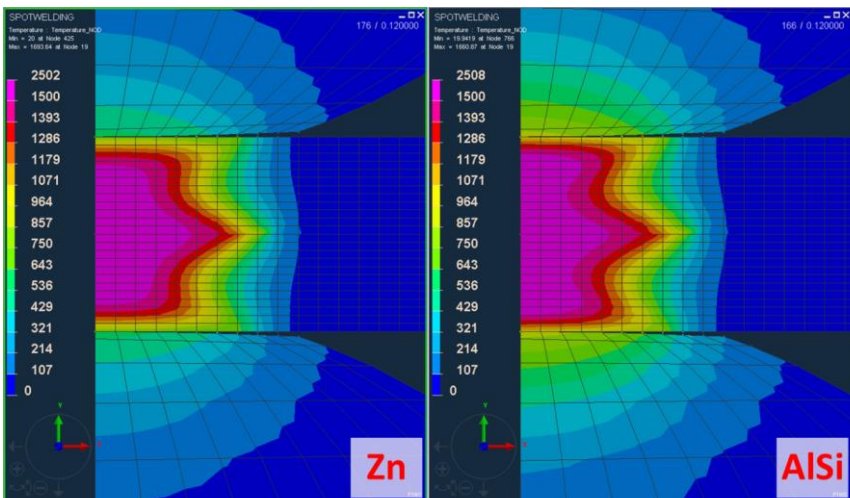
V tvorbě 2D simulace bodového odporového svařování byly využity dříve zmíněné výsledky z ultrazvukové vícekanálové sondy, velikost náhradního průměru svarové čočky, měření vodivosti a přechodových odporů. Na jejich základě byla ve spolupráci s firmou Mecas vytvořen 2D model simulace bodového svařování 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. 9 pro čas od začátku svařování 0,1150s, obr. 10 pro čas od začátku svařování 0,1175s, obr. 11 pro čas od začátku svařování 0,1200s a obr. 12 pro čas svařování 2,000s.



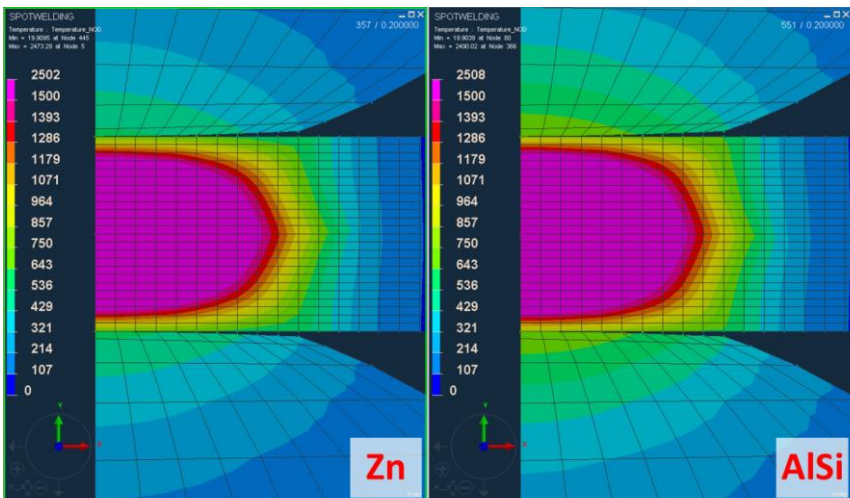
Obr. 9 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 0,1150s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AISi vpravo.



Obr. 10 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 0,1175s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AISi vpravo.



Obr. 11 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 0,1200s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AlSi vpravo.



Obr. 12 – Simulovaný stav vývoje teplot v čase 2,000s po začátku svařování pro ocel 22MnB5 s povlakem Zn vlevo a AlSi vpravo.

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 rozstřiku. Objem natavené oblasti byl zaznamenán větší u oceli s povlakem na bázi Al-Si, zároveň kritérium rozstřiku bylo v počáteční fázi vyšší u tohoto spoje.

5. 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 [6]. Zejména se jednalo o rostoucí tloušťku subvrstvy AlFe uprostřed povlaku spolu s tvorbou fáze Al₅Fe₂. Zaznamenal jsem rovněž narůstající tloušťku difuzní vrstvy s prodlužující se dobou austenitizace i se zvyšující se austenitizační teplotou pozorovanou Schmidovou a Hanusem [7]. 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 [6] tak i z tenké vrstvy Fe₃Al, 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 svoji 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. 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 bylo zjištěno, že hlavní vliv na přetavení povlaku má v rámci rozmezí námi zvolených parametrů příkon laseru. Při hodnotách do 30 W docházelo pouze k přetavení povlaku bez difuzní vrstvy, u výkonů přesahujících 80 W 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 80 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 byla vytvořena 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 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.

6. 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 strukturálních změn v povlaku během tepelného zpracování při výrobě dílů pro automobilový průmysl. Zde jsem objevil dříve nepopsanou subvrstvu Fe₃Al 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. U svarů plechů s větší tloušťkou difuzní vrstvy docházelo zároveň 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 byl vývoj nedestruktivní 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.

Seznam použité literatury v tezích

1. KARBASIAN, H., TEKKAYA, A.E., A review on hot stamping. *Journal of Materials Processing Technology* [online]. Elsevier. 2010, 210, 2103-2118.
2. 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.

3. 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.
4. 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.
5. 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 DVORÁK, Česká republika. Patentový spis CZ 308179. 2019.
6. 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>
7. SCHMIDOVÁ, E., HANUS, P., Weldability of Al-Si Coated High Strength Martensitic Steel. *Transportation Engineering* [online]. Periodica polytechnic. 2013, 41/2, 127-132.
8. 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.
9. 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.

10. 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.
11. 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>
12. 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>

Publikace doktoranda související s tématem disertace

1. 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
2. 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
3. ŠKODA AUTO a.s. 2019. *Způsob zjišťování vhodnosti ocelových polotovarů, opatřených ochranným povlakem, zejména na bázi Al-Si, pro výrobní operace*. Původce: Jaroslav PETR-SOINI, Tomáš

PILVOUSEK, Milan DVORÁK, Česká republika. Patentový spis CZ 308179. 2019.

4. 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.
5. 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.

Ostatní 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.

Anotace

Vliv technologických parametrů na metalurgii svarového spoje u vysokopevných ocelových plechů s povlakem na bázi Al-Si

Práce se zaměřuje na studium problematiky materiálových přeměn oceli 22MnB5 povlakované ochrannou vrstvou na bázi Al-Si při výrobních operacích v automobilovém průmyslu.

Tyto změny byly prozkoumány napříč celým výrobním cyklem od výroby dílů termomechanickým zpracováním až po proces svařování. Na základě popisu těchto změn byla vytvořena nová nedestruktivní metoda kontroly dílů a navržena metodika kontroly vyhodnocovaných parametrů.

Zároveň byla vytvořena 2D simulace průběhu svařování plechů z oceli 22MnB5 s povlakem na bázi Al-Si.

Summary

Effect of technological parameters on joints metalurgy of Al-Si coated high strength steel

This thesis addresses material changes in Al-Si coated 22MnB5 martensitic steel during manufacturing processes in automotive.

These changes are monitored throughout entire production cycle from hot stamping until resistance spot welding. A new non-destructive inspection method for assessing suitability of parts for manufacturing process was created alongside with new methodology for its implementation in praxis.

2D simulation of resistance spot welding of 22MnB5 steel coated with Al-Si was also created.