

ŽILINSKÁ UNIVERZITA V ŽILINE
Strojnícka
fakulta

**AUTOREFERÁT
DIZERTAČNEJ PRÁCE**



ŽILINSKÁ UNIVERZITA V ŽILINE
Strojnícka
fakulta

Ing. Lukáš Šikyňa

AUTOREFERÁT DIZERTAČNEJ PRÁCE

Vodíkové krehnutie zvarových spojov vysokopevných konštrukčných ocelí

Na získanie akademického titulu **doktor**
(„philosophiae doctor“, v skratke „PhD.“)
v študijnom odbore Strojárstvo
v študijnom programe Technické materiály

Žilina 2026

Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej (02.09.2023 - 25.08.2026) forme doktorandského štúdia na Žilinskej univerzite v Žiline, Strojníckej fakulte, Katedre materiálového inžinierstva.

Predkladateľ: **Ing. Lukáš Šikyňa**
Žilinská univerzita v Žiline
Strojnícka fakulta
Katedra materiálového inžinierstva

Školiteľ: **prof. Ing. František Nový, PhD.**
Žilinská univerzita v Žiline
Strojnícka fakulta
Katedra materiálového inžinierstva

Oponenti:

1. **doc. Ing. Petra Váňová, Ph.D.**
VŠB – Technická univerzita Ostrava;
Fakulta materiálově-technologická;
Katedra materiálového inženýrství a recyklace;
17. listopadu 2172/15, 708 00 Ostrava-Poruba
2. **prof. Ing. Eva Schmidová, Ph.D.**
Univerzita Pardubice;
Dopravní fakulta Jana Pernera;
Výukové a výzkumné centrum v dopravě;
Univerzita Pardubice, Studentská 95, 532 10 Pardubice 2
3. **Ing. Ján Lago, PhD.**
LAGO Nástrojářně spol. s r. o.
Veľké Rovné 1571
013 62 Veľké Rovné

Autoreferát bol rozoslaný dňa:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa 25.8.2026 o 11:00 hod. v miestnosti BA 205 na SĽF, Univerzitná 8215/1, 010 26, Žilina, pred komisiou pre obhajobu dizertačnej práce schválenou odborovou komisiou v študijnom odbore Strojárstvo, v študijnom programe Technické materiály, vymenovanou dekanom Strojníckej fakulty, Žilinskej univerzity v Žiline.

S dizertačnou prácou je možné sa oboznámiť na referáte pre vedu a výskum dekanátu SĽF, UNIZA, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

prof. Ing. Eva Tillová, PhD.
predseda komisie pre obhajobu dizertačnej práce

Obsah

ÚVOD.....	5
STRUČNÝ PREHĽAD PROBLEMATIKY	5
CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE	9
METODIKA EXPERIMENTOV	10
VÝSLEDKY	13
DISKUSIA.....	20
ZÁVER	22
PRÍNOS PRE ĎALŠÍ ROZVOJ VEDY A PRE PRAX	23
RESUMÉ	24
ZOZNAM PUBLIKAČNEJ ČINNOSTI	13
LITERATÚRA	29

ÚVOD

Rozvoj konštrukčných ocelí s medzou klzu nad 700 MPa poháňa požiadavka na znižovanie hmotnosti konštrukcií pri zachovaní ich únosnosti. Jednou z najviac používaných ocelí so zvýšenou medzou klzu je v súčasnosti termomechanicky valcovaná oceľ (TMCP - Thermomechanically Controlled Processing) Strenx® 960MC. Vďaka prísne riadenému valcovaniu a precipitačnému spevneniu (Ti, Nb, V) dosahuje garantovanú medzu klzu 960 MPa (EN 10149-2) pri výrazne nižšom obsahu uhlíka než bežne zušľachtované ocele. To zabezpečuje nízky uhlíkový ekvivalent (CET - Carbon Equivalent $\leq 0,28$ pre hrúbku 3 – 8 mm), výbornú zvárateľnosť bez nutného predohrevu a dobrú tvárnosť za studena. Priemyselné uplatnenie nachádza najmä pri výložníkoch mobilných žeriavov, nosných rámoch, podvozkoch a tlakových nádobách [1 - 3].

Nevýhodou týchto ocelí je zvýšená citlivosť na vodíkovú krehkosť (HE – Hydrogen Embrittlement). Vo všeobecnosti platí, že prahová koncentrácia vodíka potrebná na iniciáciu subkritického lomu klesá so stúpajúcou pevnosťou, pričom pri oceliach triedy ≥ 900 MPa sa stáva kritickým konštrukčným faktorom. Atomárny vodík, pochádzajúci z korózie, elektrochemických povrchových úprav, zváracieho oblúka alebo plynného prostredia, je pohlcovaný do kryštálovej mriežky ocele a akumuluje sa v mikroštruktúrnych defektoch – dislokáciách, hraniciach zŕn, inklúziách a precipitátoch. Ak lokálna koncentrácia v týchto pasciach prekročí kritickú hodnotu, dôjde k iniciácii a subkritickému šíreniu trhlín pri napätiach, ktoré sú hlboko pod nominálnou medzou klzu materiálu [2, 3].

Tento jav je obzvlášť závažný práve v kontexte zvarových spojov. Fúzne zváranie predstavuje tri hlavné rizika: (1) tepelný cyklus nevratne degraduje jemnozrnnú TMCP mikroštruktúru v teplom ovplyvnenej zóne (TOO), kde v podkritickej a interkritickej oblasti vzniká odpevnená zóna náchylná na lokalizáciu plastickej deformácie; (2) zvyškové ťahové napätia po zváraní pôsobia ako hnacia sila difúzie vodíka do kritických miest; (3) rôzne zváracie technológie generujú odlišné množstvo difúzneho vodíka a produkujú mikroštruktúrne typy s diametrálne odlišnou odolnosťou voči HE [4, 5]. Jadro tejto dizertačnej práce tvorí komparatívna analýza dvoch technológií – oblúkového zvárania netaviacou sa elektródou v ochrannej atmosfére (TIG - Tungsten Inert Gas) a autogénneho laserového zvárania (LBW - Laser Beam Welding).

TIG proces s tepelným príkonom $Q_{TIG} \approx 350$ J/mm a časom chladnutia $t_{8/5} \approx 15 - 20$ s formuje širokú bainitickú TOO s výraznou odpevnenou zónou (min. ≈ 273 HV0,5). Naproti tomu, LBW s $Q_{LBW} = 117$ J/mm a $t_{8/5} < 2$ s generuje geometricky úzky spoj s nepopusteným doskovým martenzitom (> 350 HV0,5), pričom vďaka efektu prevýšenia pevnosti (strength overmatching) statické zaťaženie porušuje základný materiál, nie zvarový kov. Rozdiely v mikroštruktúre, gradiente tvrdosti a kapacite vodíkových pascí vedú k inverzii správania pri krátkodobých (SSRT - Slow Strain Rate Test) a dlhodobých

(CLT - Constant Load Test) skúškach – jav, ktorý táto práca experimentálne kvantifikuje a fyzikálno-metalurgicky interpretuje [4, 5, 11].

STRUČNÝ PREHLAD PROBLEMATIKY

Pokročilé vysokopevné ocele (AHSS - Advanced High-Strength Steels) sú definované medzou pevnosti $R_m > 500$ MPa, ktorá je dosiahnutá viacfázovou mikroštruktúrou kombinujúcou martenzit, bainit, ferit a zvyškový austenit. V kategórii AHSS tretej generácie (komercializovanej od roku 2020) sa dosahuje synergia ultravysokej pevnosti, výbornej tvárniteľnosti a distribúcie zvyškového austenitu v jemnozrnnnej bainiticko/martenzitickej matici doplnenej nanoprecipitátmi [1, 3]. Oceľ S960MC patrí do tejto generácie: TMCP proces zaručuje jemnozrnnú maticu (veľkosť zrna $\approx 0,8 \mu\text{m}$) stabilizovanú TiC, NbC a VC precipitátmi, chemické zloženie $s \leq 0,12 \%$ a nízke uhlíkové ekvivalenty (CET (Carbon Equivalent)) $\leq 0,28$, CEV $\leq 0,51$ pre hrúbku 3 – 8 mm).

Kľúčovým technologickým obmedzením S960MC je tepelná nestabilita: expozícia nad 400°C vedie k zotavovaniu, rekryštalizácii a hrubnutiu precipitátov, čo spôsobuje nevratný pokles pevnostných vlastností. Táto skutočnosť priamo limituje použiteľné zváracie technológie a vylučuje tepelné spracovanie po zváraní pri teplotách bežných pre zušľachtené ocele [1, 3].

TIG zváranie predstavuje pre oceľ S960MC z metalurgického hľadiska najkontrolovateľnejší nízkovodíkový oblúkový proces zvárania. Pri zváraní metódou TIG používame inertný ochranný plyn bez difúzneho vodíka a dokážeme precízne kontrolovať zvarový kúpeľ. Hlavnou nevýhodou je vysoký tepelný príkon, ktorý generuje širokú TOO s charakteristickými subzónami: CGHAZ - Coarse-Grained Heat-Affected Zone (hrubozrnná, $> A_{c3}$, hrubnutie zrna na $\approx 10,9 \mu\text{m}$ a vznik hrubého bainitu), FGHAZ - Fine-Grained Heat-Affected Zone (jemnozrnná, $> A_{c3}$, ale bez výrazného hrubnutia), ICHAZ (interkritická, $A_{c1} - A_{c3}$, čiastočná reaustenitizácia a zmäkčenie) a SCHAZ - Subcritical Heat-Affected Zone (subkritická, $< A_{c1}$, popúšťanie pôvodnej TMCP štruktúry). Výsledkom je gradient tvrdosti so maximom v CGHAZ - Coarse-Grained Heat-Affected Zone (≈ 393 HV0,5) a kritickým minimom v ICHAZ - Inter-critical Heat-Affected Zone (≈ 273 HV0,5, pokles o $\sim 21\%$ voči ZM) [10, 13, 14].

Lasarové zváranie (LBW) sa vyznačuje extrémne úzkou koncentráciou energie – keyhole efekt umožňuje hlboký prievar pri minimálnom tepelnom príkone. Strmé teplotné gradienty (ochladzovacie rýchlosti rádovo $10^3 - 10^4$ K/s) potláčajú difúzne procesy a podmieňujú bezdifúznú premenu austenitu na nepopustený doskový martenzit v zvarovom kove a CGHAZ. Výsledkom je úzka TOO s geometrickým efektom mechanického obmedzenia: tvrdosť zvarového kovu (WM - Weld Metal) (> 350 HV0,5) aj tvrdosť základného materiálu na oboch stranách úzkej ICHAZ potláčajú makroskopickú plastickú deformáciu a pri statickom zaťažení vytláčajú lom do základného materiálu (strength overmatching) [11 – 13].

Absorpcia vodíka do konštrukčných dielov z AHSS prebieha v troch fázach životného cyklu: (1) primárna – hutnícke spracovanie a povrchových úpravách (morenie v $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HCl}$, galvanizácia, žiarové zinkovanie); (2) sekundárna – pri fúznom a tlakovom zvarení, kde vodík vzniká vysokoteplotnou disociáciou vlhkosti z ochranných plynov, prídavných drôtov a povrchov; (3) terciárna – počas prevádzky v korózných prostrediach (H_2S , kyslé prostredia, katódová ochrana) [2, 15].

V kryštálovej mriežke BCC- Body-Centered Cubic feritu a martenzitu je transport vodíka popisovaný Fickovými zákonmi, pričom pohyb vodíka je ovplyvňovaný nielen koncentračným gradientom, ale aj gradientom hydrostatického napätia. Tento napätím riadený transport je kľúčový pre pochopenie akumulácie vodíka v oblastiach s viacsovoým napätím – pred špičkou trhliny, v odpevnenej TOO a pri hraniciach zŕn. Celkový obsah vodíka v materiáli je súčtom voľného mriežkového vodíka a vodíka viazaného v pasciach rôznych typov, pričom ich vzájomná rovnováha je opísaná Orianiho modelom. Difúzny koeficient vodíka v BCC mriežke feritu ($\approx 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ pri 25 °C) je rádovo vyšší ako v austenitickej FCC - Face-Centered Cubic mriežke, čo vysvetľuje mimoriadnu pohyblivosť vodíka v martinizitickej a bainitickej mikroštruktúre za normálnych prevádzkových podmienok [3, 15].

Pasce pre vodík sa klasifikujú podľa väzbovej energie E_b na reverzibilné ($E_b < 20 \text{ kJ/mol}$: dislokácie, nízko-uhlové hranice LAGB - Low-Angle Grain Boundaries – rýchlo uvoľňujú vodík pri miernom energetickom stimule) a ireverzibilné ($E_b > 50 \text{ kJ/mol}$: inklúzie, precipitáty, vysoko-uhlové hranice HAGB - High-Angle Grain Boundaries pôvodných austenitických zŕn – vodík dlhodobo imobilizujú). Z pohľadu vodíkovej krehkosti majú ireverzibilné pasce dvojakú funkciu: na jednej strane zachytávajú a znehybňujú difúzny vodík, na druhej strane pri ich nasýtení fungujú ako miesta iniciácie trhlín [9, 15].

Vodíková krehkosť nie je riadená jediným mechanizmom, ale synergickým pôsobením viacerých javov. Ich relatívna dominancia závisí od lokálnej koncentrácie vodíka, napäťového stavu a mikroštruktúry. V kontexte AHSS zvarových spojov sú relevantné najmä tri modely [6 - 9]:

- HELP (Hydrogen-Enhanced Localized Plasticity, Beachem 1972): Atómny vodík akumulovaný v elastických napäťových poliach dislokácií tieni (znižuje) krátkodosahové interakcie medzi dislokáciami navzájom a s prekážkami. Výsledkom je mimoriadne lokalizovaná plastická deformácia – dislokácie kľžu v úzkych rovinách (potlačený priečny sklz), prejavuje sa urýchlená nukleácia a koalescencia mikrodutín (MVC - Microvoid Coalescence). Makroskopicky sa povrch lomu javí ako krehký, mikroskopicky odhaľuje plytké jamky a kvázi-štiepnu morfológiu na lomovej ploche.
- HEDE (Hydrogen-Enhanced Decohesion, Troiano 1959, Oriani 1972): Atómny intersticiálny vodík lokálne oslabuje mediatómne väzby (kohéznú energiu mriežky): elektrónové orbitály vodíka interagujú s valenčnými elektrónmi Fe,

zväčšujú medziatómové vzdialenosti a znižujú kritické kohézne napätie. Model HEDE vedie k interkryštalickému alebo transkryštalickému štiepeniu bez predchádzajúcej plastickej deformácie. Tento mechanizmus je dominantný v nepopustenom martenzite s vysokou hustotou HAGB.

- Synergický model HELP + HEDE (Djukic et al., 2015, 2019): Mechanizmus HELP funguje ako primárny katalyzátor degradačných procesov a dislokačne transportuje vodík k mikroštruktúrnym prekážkam. Keď lokálna koncentrácia dosiahne kritickú hodnotu, dominantným sa stáva mechanizmus HEDE: vodík natoľko oslabí väzby, že nastáva dekohézia pred špičkou trhliny. Makroskopickým prejavom je krokové (trhavé) šírenie trhlín a fraktografický reliéf kvázi-štiepenia (znaky oboch mechanizmov) [8].

Pre oceľ S960MC a jej zvarové spoje je synergický model HELP + HEDE dominantným rámcom interpretácie vodíkovej krehkosti. Pri TIG zvaroch so širokou odpevnenou zónou prevláda mechanizmus HELP aktivovaný pri nižšej koncentrácii vodíka, zatiaľ čo v nepopustenom martenzite LBW zvarov nastupuje predčasne mechanizmus HEDE už pri nízkej prúdovej hustote nasycovania [8, 9].

Vodíkom podporované praskanie za studena (HAC - Hydrogen-Assisted Cracking) vyžaduje synergické pôsobenie troch faktorov: difúzneho vodíka, náchylnej mikroštruktúry a ťahového napätia (vonkajšieho alebo vnútorného). K iniciácii HAC dochádza v zóne procesu lomu pred špičkou trhliny, kde lokálna koncentrácia vodíka a hydrostatické napätie dosahujú kritické hodnoty. Kinetika subkritického rastu trhlín vykazuje trojstupňové správanie: Fáza I - rast limitovaný difúziou vodíka, Fáza II - plató – ustálená rýchlosť nezávislá od faktora intenzity napätia a Fáza III - nestabilný lom. Pre TOO zvarových spojov TMCP ocelí sú charakteristické fraktografické znaky: rybie oká (fish-eyes) iniciované na inklúziách, sekundárne trhliny kolmé na os zaťažovania a kvázi-štiepne oblasti v FGHAZ a CGHAZ [4, 5].

Efektívnym znižovaním nepriaznivých účinkov vodíkovej krehkosti je dodatočné tepelné spracovanie po zváraní post-weld heat treatment (PWHT). Tepelné spracovanie pri 200 – 300 °C (pre TMCP ocele, aby nedošlo k prekročeniu teplotného limitu stability mikroštruktúry) plní dvojitú funkciu: (1) relaxácia zvyškových ťahových napätí a čiastočné popustenie martenzitu v LBW zvaroch; (2) tepelná aktivácia desorpcie zachyteného vodíka z reverzibilných pasci. Alternatívou je hydrogen baking (žihanie na odvodňovanie) (200°C, 4 – 24 h) bezprostredne po zváraní [4, 5].

CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE

Hlavným cieľom dizertačnej práce je komplexné zhodnotenie náchylnosti zvarových spojov ocele S960MC na vodíkovú krehkosť v závislosti od technológie zvarovania – oblúkovej (TIG) a laserovej (LBW) – s dôrazom na identifikáciu korelácie medzi mikroštruktúrnymi parametrami TOO a mierou vodíkového skrehnutia kvantifikovanou prostredníctvom súboru komplementárnych mechanických testov. Pre dosiahnutie hlavného cieľa boli formulované nasledujúce čiastkové ciele:

- Komplexná mikroštruktúrna a lokálna mechanická charakterizácia zvarových spojov (TIG, LBW) metódami svetelnej mikroskopie, SEM/EDX - Scanning Electron Microscopy / Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy a EBSD - Electron Backscatter Diffraction mapovania s cieľom identifikovať subzóny TOO, typy transformácií a distribúciu hraníc rôznych uhlových tried (LAGB, HAGB).
- Kvantitatívne stanovenie gradientov lokálnych mechanických vlastností naprieč zvarovým spojom kombináciou mikrotvrdosti HV0,5 a inštrumentovanej nanoindentácie pre overenie vzťahu medzi mikroštruktúrou, hardness softening (zmäkčenie v teplem ovplyvnenej zóne) a kapacitou vodíkových pascí.
- Systematické hodnotenie vplyvu metódy (elektrochemická vs. plynná) a parametrov nasycovania vodíkom na mechanické vlastnosti základného materiálu a zvarových spojov.
- Kvantifikácia vodíkovej degradácie prostredníctvom SSRT testov ($v = 0,5$ mm/min, ex-situ prístup - testovanie vzorky mimo miesta pôsobenia) – stanovenie medze klzu, pevnosti, ťažnosti a indexu HEI - Hydrogen Embrittlement Index pre základný materiál, TIG aj LBW spoje pri oboch úrovniach nasycovania.
- Stanovenie prahových napätí oneskoreného lomu σ_{Th} metódou krokovej degradácie záťaže (CLT in-situ - Skúška pri konštantnom zaťažení vykonávaná priamo na mieste v reálnom čase v elektrolyte, $1,0$ mA/cm²).
- Aplikácia digitálnej korelácie obrazu (DIC, 3D stereoskopický systém Xsight, 2×5 Mpx kamera) pre simultánne mapovanie lokálnych deformačných polí počas SSRT (Slow Strain Rate Test) testov navodíkových vzoriek – kvantitatívny dôkaz vodíkom indukovanej lokalizácie deformácie a priama vizualizácia prechodu HELP $\rightarrow$ HEDE.
- Detailná fraktografická analýza lomových plôch (SEM, TESCAN LMU II / ZEISS SUPRA 35) pre identifikáciu zmeny mikromechanizmu lomu v závislosti od technológie zvarovania, úrovne nasycovania a typu mechanickej skúšky (SSRT vs. CLT).
- Fyzikálno-metalurgická interpretácia súhrnu výsledkov a formulácia korelácie medzi kryštalografickými parametrami TOO (KAM mapy - Kernel Average Misorientation, distribúcia LAGB/HAGB z EBSD) a dominantnými mechanizmami HE.

Časť experimentálnych meraní pri riešení dizertačnej práce bola realizovaná v rámci medzinárodných mobilit (Erasmus+) na VŠB – Technickej univerzite v Ostrave, VUT v Brne a Sliezskej polytechnike (Politechnika Śląska) v Gliwiciach.

METODIKA EXPERIMENTOV

Experimentálny materiál

Základným experimentálnym materiálom bola oceľ Strenx® 960MC (výrobca SSAB), dodaná vo forme tabuľových plechov s hrúbkou 4 mm. Reálne chemické zloženie stanovené metódou optickej emisnej spektroskopie GDOES odhalilo mierne prekročenie nominálnych maximálnych hodnôt pri uhlíku ($C = 0,17 \text{ hm. \%}$ vs. deklarovaných $\leq 0,12 \text{ \%}$), mangáne ($Mn = 1,38 \text{ \%}$) a kremíku ($Si = 0,30 \text{ \%}$). Tieto odchýlky sú v rámci štandardnej výrobnnej variability a nezmenili hodnotiace zaradenie ocele. Referenčné mechanické vlastnosti základného materiálu (ZM) vo východiskovom stave sú: $Re = 972 \text{ MPa}$, $Rm = 1068 \text{ MPa}$, $A5 = 8,51 \text{ \%}$.

Príprava zvarových spojov

Autogénne zvarové spoje boli realizované na platniach $150 \times 300 \times 4 \text{ mm}$ dvoma technológiami. Laserové zváranie (LBW) bolo vykonané na pevnolátkovom vláknovom laseri IPG YLR 4500: výkon $P = 3500 \text{ W}$, rýchlosť zvárania $v = 15 \text{ mm/s}$, defokusácia - 4 mm, ochrana argónom. Analyticky vypočítané efektívne vnesené teplo $Q_{LBW} = 117 \text{ J/mm}$, $t_{8/5} < 2 \text{ s}$ (self-quenching efekt). Metóda TIG bola realizovaná robotizovaným systémom Fanuc LR Mate 200iD: prúd 170 A, BOP test bez prídavného materiálu (Bead-on-Plate test - naváranie húsenice priamo na povrch hladkého plechu bez toho, aby sa spájali dva samostatné kusy materiálu), ochrana argónom (99,99 %). Vypočítané efektívne vnesené teplo QTIG $\approx 350 \text{ J/mm}$, $t_{8/5} \approx 15 - 20 \text{ s}$. Skúšobné vzorky s centrálnym zvarom boli vyrezané elektroerozívnym drátovým rezaním (WEDM - Wire Electrical Discharge Machining), čím sa eliminovalo deformačné spevnenie a sekundárne tepelné ovplyvnenie hrán [10][11].

Na porovnanie bol do experimentálneho programu zahrnutý aj MAG proces (GMAW - Gas Metal Arc Welding). Po realizácii zvarov a vyhodnotení predbežných výsledkov fraktografickej analýzy a profilu tvrdosti však bolo zváranie metódou MAG z ďalšieho hodnotenia vylúčené. Hlavným dôvodom bola nejednoznačnosť výsledkov spôsobená prítomnosťou prídavného materiálu a neumožňujúca priame porovnanie s autogénnymi TIG a LBW zvarmi.

Analýza mikroštruktúry a lokálnych mechanických vlastností

Metalografická príprava vzoriek zahŕňala štandardné brúsenie a leštenie s finálnym vibračným leštením, leptanie 3 % Nitalom odhaľovalo hranice zŕn a fázové rozhrania. Svetelná mikroskopia umožnila mapovanie geometrie zvarového spoja a identifikáciu subzón TOO. Riadkovacia elektrónová mikroskopia (SEM, TESCAN LMU II + ZEISS SUPRA 35) vybavená EDX analyzátorom sa použila na detailnú morfológickú a chemickú analýzu mikroobjemov, inklúzií a precipitátov.

Kryštalografická analýza EBSD bola realizovaná na elektrónových mikroskopoch vybavených EBSD detektorom (spolupráca s Politechnika Śląska). Mapy kvality obrazu (IQ - Image Quality), inverzných polárnych obrazcov (IPF - Inverse Pole Figure) a lokálnej misorientácie (KAM – Kernel Average Misorientation) umožnili kvantitatívne charakterizovať hustotu geometricky nutných dislokácií (GNDs - Geometrically Necessary Dislocations), distribúciu LAGB ($2-15^\circ$) a HAGB ($> 15^\circ$) a identifikovať pôvodné austenitické hranice zŕn [18][19].

Kvantitatívne hodnotenie lokálnych mechanických vlastností naprieč zvarovým spojom zahŕňalo: (1) Mikrotvrdosť HV0,5 – Vickersova metóda, krok merania 0,05 mm v kritických zónach; celkové matice 350 – 500 vtláčkov na spoj. (2) Inštrumentovaná nanoindentácia – matice 9375 – 15 000 vtláčkov s krokom 15 μm . Následne bola extrahovaná inštrumentovaná tvrdosť a redukovaný modul pružnosti Er podľa Olivera-Pharrovej metódy Oliver-Pharr. Táto kombinácia umožnila prepojenie mikroštruktúrnych zmien s kvantifikovanými zmenami mechanickej odozvy na subzónovej úrovni TOO [17].

Metodika nasycovania vzoriek vodíkom

Elektrochemické (katódové) nasycovanie prebiehalo v galvanostatickom režime. Elektrolyt: 0,05 M H_2SO_4 + 1 g KSCN/l destilovanej vody. KSCN plní funkciu rekombinačného jedu – blokuje Tafelovu rekombinačnú reakciu ($2\text{MH}_{\text{ads}} \rightarrow \text{H}_2\uparrow$), čím maximalizuje tok atomárneho vodíka do mriežky kovu. Vzorka bola zapojená ako katóda, poplatinovaná wolfrámová sieťka obklopujúca vzorku po celom obvode ako anóda (homogénne elektrické pole). Prúdová hustota: 0,5 a 1,0 mA/cm^2 ; plocha aktívneho povrchu stanovená softvérom Image-Pro Analyzer. Teplota elektrolytu: $20 - 23^\circ\text{C}$; čas nasycovania: 4 hodiny (pre zaistenie stacionárneho difúzneho stavu v celom priereze 4 mm vzorky pri prúdovej hustote 1,0 mA/cm^2) [20, 21, 22].

Plynné nasycovanie bolo realizované na zariadení PCT PRO (Sieverts metóda, vysokotlakový autokláv, objem 0,08 l): tlak plynného vodíka $p\text{V} = 5$ bar (0,5 MPa), teplota $T = 300^\circ\text{C}$, čas expozície $t_v = 160$ h. Každý cyklus nasycoval súčasne 4 vzorky, zostatkový objem bol vyplnený pomocnými valcovými vzorkami na minimalizáciu množstva plynu a stabilizáciu termodynamickej rovnováhy.

Skúšky mechanických vlastností

SSRT – Slow Strain Rate Tests: vzorky boli upnuté do čeľustí a zaťažované okamžite po vyňatí z elektrolytu (ex-situ prístup, minimalizácia prestojov a desorpcie vodíka). Skúšky po elektrolytickom nasycovaní boli realizované na servohydraulickom stroji LFV 100 kN a elektromechanickom stroji Instron 5985 pri rýchlosti posuvu priečnika $v = 0,5$ mm/min (zodpovedá počiatočnej rýchlosti deformácie $\approx 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Vzorky po plynnom nasycovaní boli testované na stroji Zwick/Roell Z250 pri viacstupňovom riadení podľa ISO 6892-1, metóda A (predpätie 2 MPa $\rightarrow$ elastická oblasť $7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \rightarrow$ plastická oblasť $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \rightarrow$ do lomu $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Na vyhodnotenie miery skrehnutia bol použitý index vodíkového skrehnutia

$HEI = (AF - AH)/AF \cdot 100 \%$, kde AF je ťažnosť v referenčnom stave a AH je ťažnosť po navodíkovani [22, 25].

CLT – Constant Load Tests: In-situ skúšky pri konštantnom zaťažení boli realizované na modifikovanom trhácom zariadení (originálna konštrukcia) so simultánnym elektrochemickým nasycovaním ($1,0 \text{ mA/cm}^2$). Sila bola generovaná prostredníctvom pákového mechanizmu so závažím; kalibrácia externým tenzometrickým snímačom Uticell M650 ($R^2 = 1,0$; $F_v = 15,549 \cdot F_z + 143,96$). Použitá bola metodika krokového znižovania zaťaženia: prvotná úroveň $\approx 50 \% R_m$, systematické znižovanie zaťaženia o definované kroky, limitný čas skúšky 5000 min. Vzorky s geometriou optimalizovanou pre elektrolytickú celu (WEDM - Wire Electrical Discharge Machining) výrez, upnutie prostredníctvom čapov kvôli eliminácii ohybových momentov). Upínacie prípravky boli vyrobené z austenitickej ocele AISI 304 s dielektrickým povlakom Al_2O_3 (žiarovo striekaným na povrch kvôli elektrickej izolácii [27 – 30].

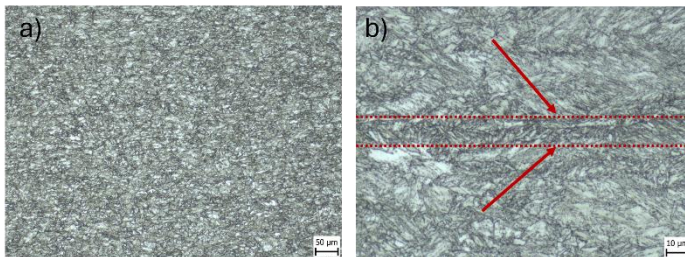
DIC – Digital Image Correlation: Stochastický kontrastný vzor (speckle pattern) bol nanesený na drien vzorky matnou bielou farbou s náhodo distribuovanými čiernymi bodmi. 3D stereoskopický systém Xsight (2 kamery 5 Mpx, definovaný stereo-uhol, synchronizácia s analógovými výstupmi skúšobného stroja). Post-processing v softvéri Alpha: korelácia posunutí medzi referenčným a deformovaným stavom; výstupom sú vektorové polia posunutí a tenzorové mapy lokálnych pomerných deformácií (priečna, pozdĺžna, šmyková zložka). Metóda DIC umožnila priamu identifikáciu lokalizácie plastickej deformácie v subzónach TOO a zachytenie okamihu iniciácie trhliny [32, 33].

Fraktografická analýza lomových plôch po SSRT aj CLT testoch bola realizovaná na SEM (TESCAN LMU II a ZEISS SUPRA 35) v móde sekundárnych elektrónov s cieľom identifikácie dominantných mikromechanizmov porušovania (MVC - Microvoid Coalescence), HELP – tvárne jamky, HEDE – kvázištiepenie, sekundárne trhliny, fish-eyes) v závislosti od technológie zvarovania, úrovne nasycovania a typu mechanickej skúšky.

VÝSLEDKY

Pre oblúkový proces TIG bolo analyticky stanovené efektívne vnesené teplo $Q_{TIG} = 350 \text{ J/mm}$, čo je trojnásobne vyššia hodnota v porovnaní s autogénnym laserovým zváraním ($Q_{LBW} = 117 \text{ J/mm}$). Tento rozdiel v tepelnej bilancii kriticky ovplyvňuje parameter $t_{8/5}$ – čas chladnutia z 800°C na 500°C . Pri procese TIG dosahuje $t_{8/5} \approx 15 - 20 \text{ s}$, čo umožňuje difúziou riadenú transformáciu austenitu na bainiticko-feritické štruktúry. Laserový proces vykazuje $t_{8/5} < 2 \text{ s}$ (self-quenching efekt), čo úplne potláča procesy samopopúšťania a podmieňuje bezdifúznú premenu na nepopustený doskový martenzit [1, 2].

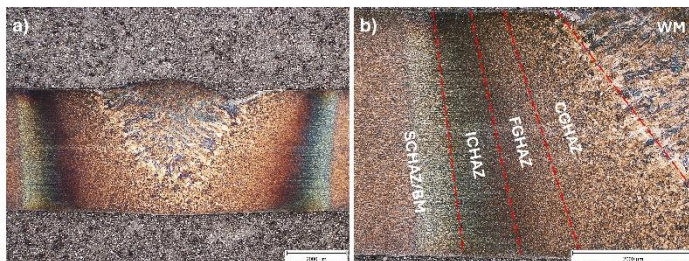
Východisková mikroštruktúra ocele S960MC tvorená jemnozrnným popusteným doskovým martenzitom a dolným bainitom (stredná veľkosť zrna $\approx 0,8 \mu\text{m}$) je výsledkom TMCP procesu (Obr. 1).



Obr. 1 Mikroštruktúrna charakteristika základného materiálu S960MC v pozdĺžnom reze: a) základný materiál; b) detail segregáčného pásu.

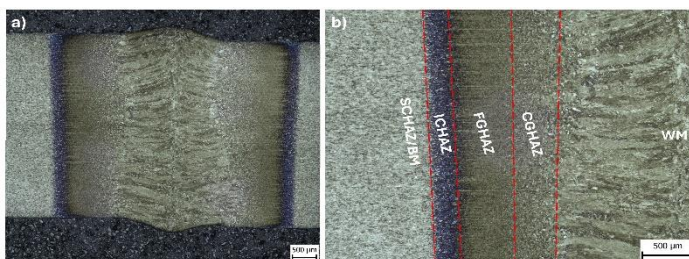
EDX analýza potvrdila prítomnosť komplexných nekovových vtrúsenín na báze $(\text{Mn,Ca})\text{S}$ vylúčených na hlinitanových jadrách a jemných karbonitridov titánu (TiC , TiCN). Tieto fázové rozhrania pôsobia ako ireverzibilné pasce pre difúzny vodík a iniciačné miesta trhlín typu fish-eye [3, 4].

Zvarový spoj TIG vykazuje širokú TOO s výrazným gradientom štruktúrnych zmien (Obr. 2). V hrubozrnnnej CGHAZ ($t > 1100^\circ\text{C}$) je charakterizovaná hrubnutím austenického zrna na priemernú hodnotu $10,9 \mu\text{m}$ s lokálnymi maximami nad $50 \mu\text{m}$, čo predstavuje viac ako desaťnásobné zväčšenie oproti základnému materiálu. V tejto oblasti sa formuje hrubý horný a dolný bainit (tvrdosť $\approx 393 \text{ HV}_{0,5}$). V interkritickej (ICHAZ) a subkritickej zóne (SCHA) pôsobí tepelný cyklus ako vysokoteplotné popúšťanie, čo vedie k odpevneniu (softening) s minimom tvrdosti $273 \text{ HV}_{0,5}$ – pokles $\approx 21 \%$ voči základnému materiálu [2, 5, 6].



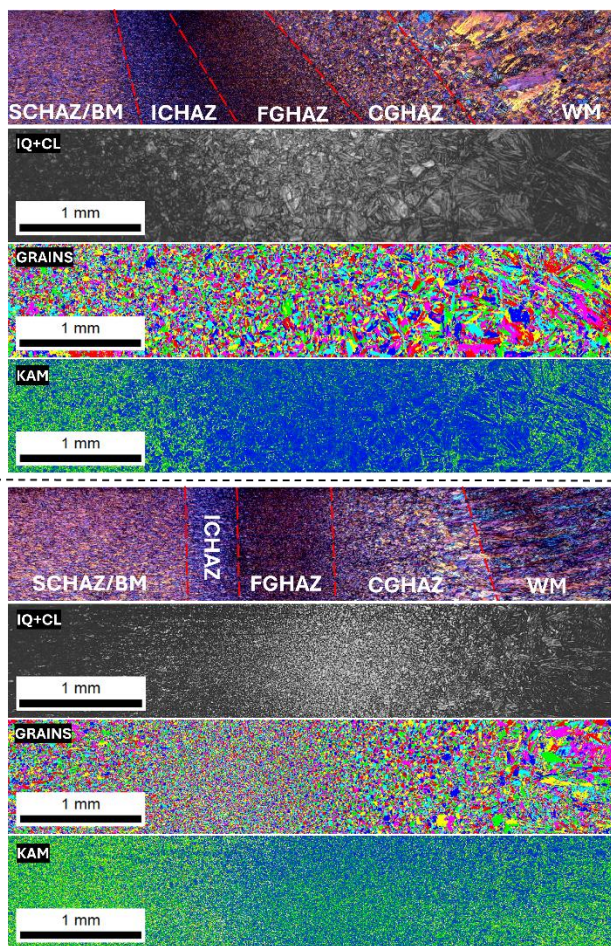
Obr. 2 Zvarový spoj TIG: a) Makroskopický prierez zobrazujúci širokú teplotou ovplyvnenú zónu; b) Detail teplotou ovplyvnenej zóny (TOO).

Laserový zvarový spoj (LBW) sa vyznačuje geometricky úzkym profilom s takmer vertikálnymi hranicami natavenia a minimalizovanou šírkou TOO (Obr. 3). Extrémne rýchle ochladenie podmieňuje bezdifúznú transformáciu na nepopustený doskový martenzit v zvarovom kove aj príľahlej CGHAZ, s tvrdosťou dosahujúcou 373 HV0,5. Prítomnosť odpevnenej zóny (292 HV0,5) je v porovnaní s TIG zvarom geometricky podstatne užšia, čo vyvoláva mechanický efekt obmedzenia (constraint effect) [1, 7].



Obr. 3 Zvarový spoj LASER: a) Makroskopický prierez zobrazujúci úzku teplotou ovplyvnenú zónu; b) Detail teplotou ovplyvnenej zóny (TOO).

Kryštalografická analýza EBSD metódou KAM (Kernel Average Misorientation) poskytla kvantitatívny obraz hustoty geometricky nutných dislokácií (GNDs) v jednotlivých subzónach TOO. TIG zvar vykazuje v odpevnenej zóne nízke hodnoty KAM (dominantný vrchol pod $0,5^\circ$), čo odráža teplotou indukovaný zánik dislokácií a relaxáciu vnútorných napätí. Laserový zvar, naopak dosahuje vysoké KAM hodnoty s maximom v intervale $1,0^\circ - 1,5^\circ$ v celom objeme zvarového kovu a TOO, čo potvrdzuje extrémne vysokú hustotu GNDs, ako priamy dôsledok bezdifúznej martenzitickej transformácie [8, 9] (Obr. 4).

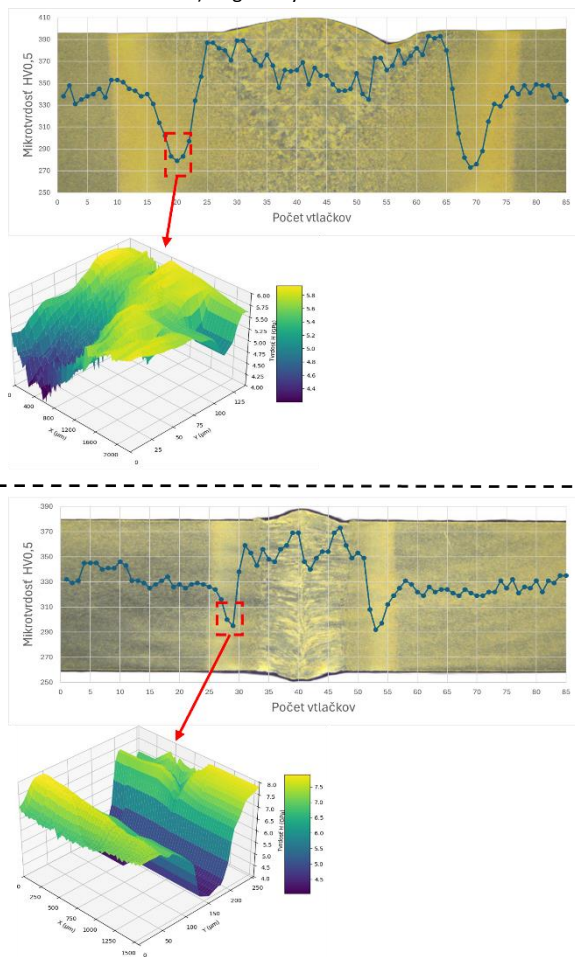


Obr. 4 EBSD analýza prechodovej oblasti TIG (hore) a laserového (dole) zvaru s korelovanou makrosnímkom svetelnej mikroskopie: mapa kvality obrazu (IQ+CL), mapa orientácie zŕn (GRAINS) a mapa lokálnej misorientácie (KAM).

Distribúcia nízko-uhlových (LAGB, $2 - 15^\circ$) a vysoko-uhlových hraníc (HAGB, $> 15^\circ$) preukázala odlišnú úlohu jednotlivých typov rozhraní pri transporte a zachytávaní vodíka. V TIG zvare dominujú v CGHAZ rozsiahle súvislé úseky HAGB pôvodných austenitických zŕn – ireverzibilné pasce predisponujúce k HEDE lomu. V laserovom

zware naopak prevláda hustá sieť LAGB lamiel (reverzibilné pasce), s lokálne rozmiestnenými HAGB blokových hraníc, čo podmieňuje synergické pôsobenie HELP a HEDE mechanizmov [8, 9].

Výsledky merania mikrotvrdości a Kvantitatívnej inštrumentovanej nanoindentácie (matice 9 375 – 15 000 vtláčkov) sú grfacky zázornené na Obr. 5.

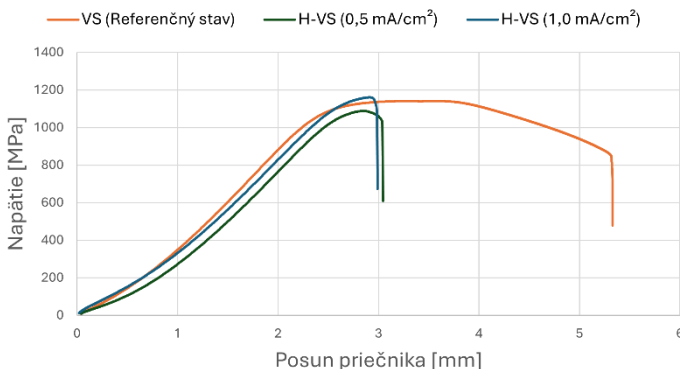


Obr. 5 Kvantitatívne vyhodnotenie lokálnych mechanických vlastností TIG (hore) a laserového (dole) zvarového spoja: profil makroskopickej mikrotvrdości HV0,5 a distribúcia inštrumentovanej nanotvrdości v kritických zónach.

Merania preukázali pre TIG zvar v odpevnenej zóne pokles inštrumentovanej tvrdosti na $HIT = 4,61 \text{ GPa}$ (oproti $HIT = 6,10 \text{ GPa}$ pre ZM) a redukovaného modulu pružnosti na $E_r = 268,2 \text{ GPa}$, čo predstavuje $\approx 25 \%$ pokles. Pre laserový zvar bol zaznamenaný $\approx 30 \%$ pokles v úzkom páse odpevnenej zóny (HIT poklesol z $10,19$ na $7,12 \text{ GPa}$). Tieto strmé gradienty tvrdosti pôsobia pri vonkajšom zaťažení ako lokálne koncentratory napätia a hnacia sila pre difúziu vodíka do kritických miest [2, 10].

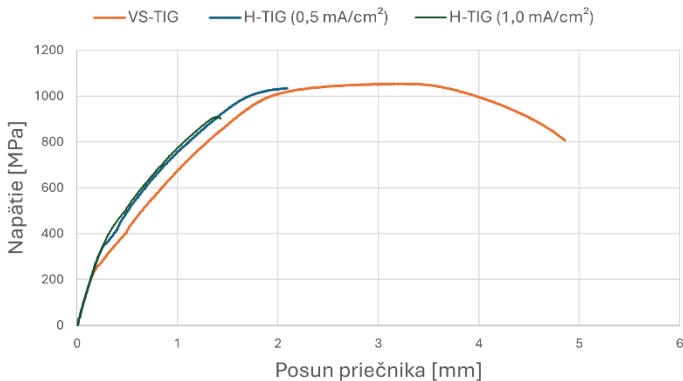
Nasycovanie pri tlaku 5 bar, teplote 300°C a dobe expozície 168 h nepreukázalo merateľnú vodíkovú degradáciu. Zmeny mechanických vlastností (mierny nárast $R_{p0,2}$, pokles ťažnosti) sú identické pre vzorky nasycované vo vodíku aj pre vzorky podrobené iba kontrolnému žihaniu pri rovnakých podmienkach. Tento jav bol interpretovaný ako mikroštruktúrna zmena na nano-úrovni (deformačné starnutie, jemné precipitačné vytvrdzovanie) vyvolaná samotnou tepelnou expozíciou bez priameho príspevnia vodíka [3, 11].

Referenčné hodnoty mechanických vlastností základného materiálu S960MC boli: $R_{p0,2} = 970 \text{ MPa}$, $R_m = 1\,067 \text{ MPa}$, $A = 8,47 \%$. Po elektrochemickom nasycovaní vodíkom pri prúdovej hustote $0,5 \text{ mA/cm}^2$ klesla ťažnosť na $2,68 \%$ a pri $1,0 \text{ mA/cm}^2$ na $1,9 \%$. Výsledné hodnoty indexu vodíkoveho skrehnutia (HEI) dosiahli pre ZM úrovne $68,4 \%$ ($0,5 \text{ mA/cm}^2$) resp. $77,6 \%$ ($1,0 \text{ mA/cm}^2$) [12, 13] (Obr. 6).



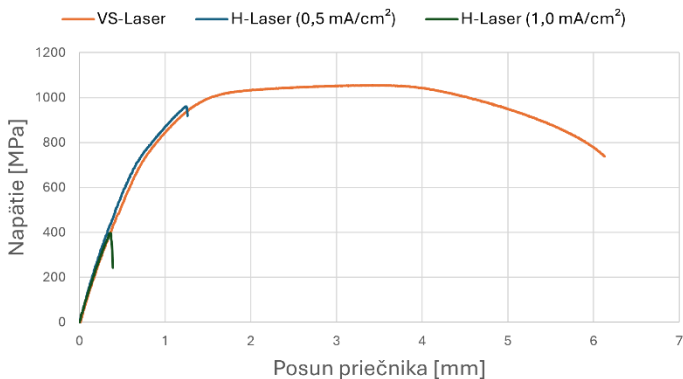
Obr. 6 Reprezentatívne ťahové diagramy základného materiálu S960MC v referenčnom a navodikovanom stave.

TIG zvarové spoje vykazujú v referenčnom stave hodnoty: $R_m = 1\,050 \text{ MPa}$, $R_{p0,2} = 946 \text{ MPa}$, $A = 8,45 \%$. Elektrochemické navodikovanie spôsobilo pokles ťažnosti na $2,60 \%$ ($0,5 \text{ mA/cm}^2$) a na $1,79 \%$ ($1,0 \text{ mA/cm}^2$), s hodnotami HEI $69,2 \%$ a $78,8 \%$. Lom sa lokalizoval výhradne v odpevnenej zóne TOO (Obr. 7).



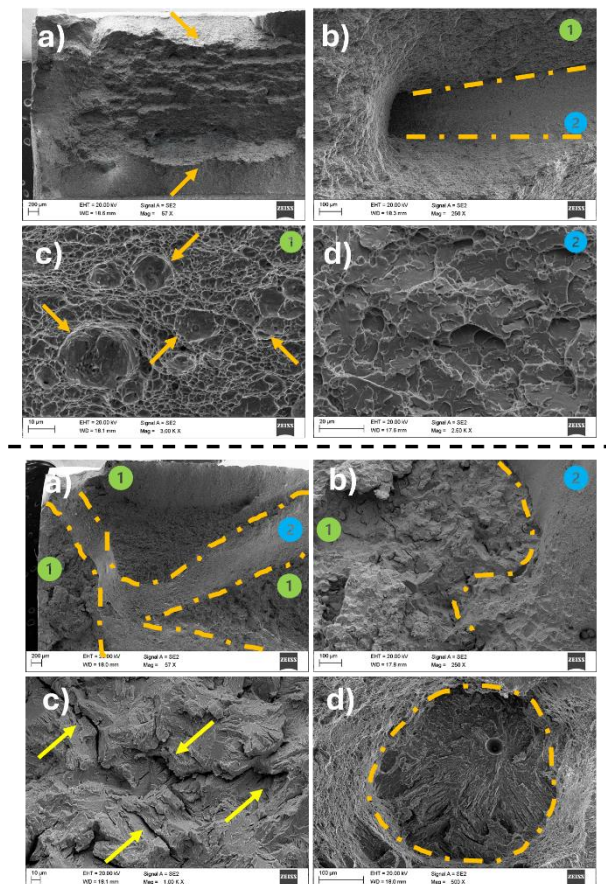
Obr. 7 Reprezentatívne ťahové diagramy pre TIG zvarové spoje v referenčnom a navodíkovanom stave.

Laserové zvarové spoje dosahujú v referenčnom stave hodnoty: $R_m = 1\,055\text{ MPa}$, $R_{p0,2} = 1\,004\text{ MPa}$, $A = 9,22\%$. Po navodíkovani bol zaznamenaný dramatický pokles: pri $0,5\text{ mA/cm}^2$ ťažnosť klesla na $1,44\%$ (HEI $84,4\%$) a pri $1,0\text{ mA/cm}^2$ na $0,26\%$ (HEI $97,2\%$). Pri maximálnej prúdovej hustote klesla R_m priemerne na 418 MPa , čo indikuje porušenie v plne elastickej oblasti [12, 13, 14] (Obr. 8).



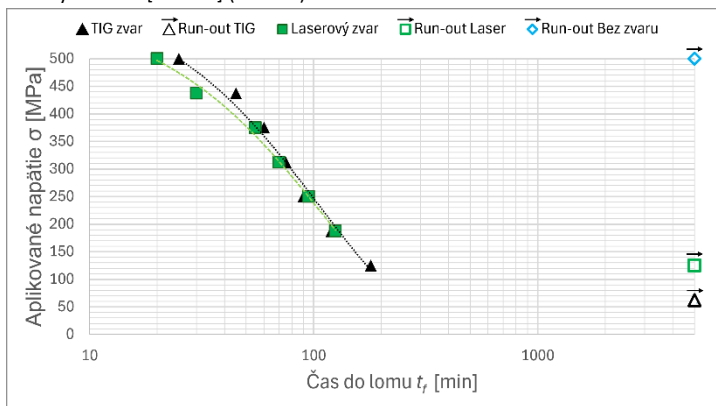
Obr. 8 Reprezentatívne ťahové diagramy pre laserové zvarové spoje v referenčnom a navodíkovanom stave.

Fraktografická analýza lomových plôch (SEM) dokumentuje postupný prechod od tvárneho porušenia k zmiešanému (HELP + HEDE) a nakoniec k dominantne krehkému (HEDE) charakteru lomu so zvyšujúcou sa koncentráciou vodíka. V rôznych stavoch prevládajú pri 0,5 mA/cm² plytšie jamky typické pre HELP mechanizmus, pri 1,0 mA/cm² sa objavujú kvázištiepne fazety a sekundárne trhliny charakteristické pre HEDE. V laserovom zvaru pri 1,0 mA/cm² boli identifikované trhliny fish-eye iniciované na oxidických inklúziách a makrotrhliny s takmer absolútne krehkým štiepnym charakterom (Obr. 9)



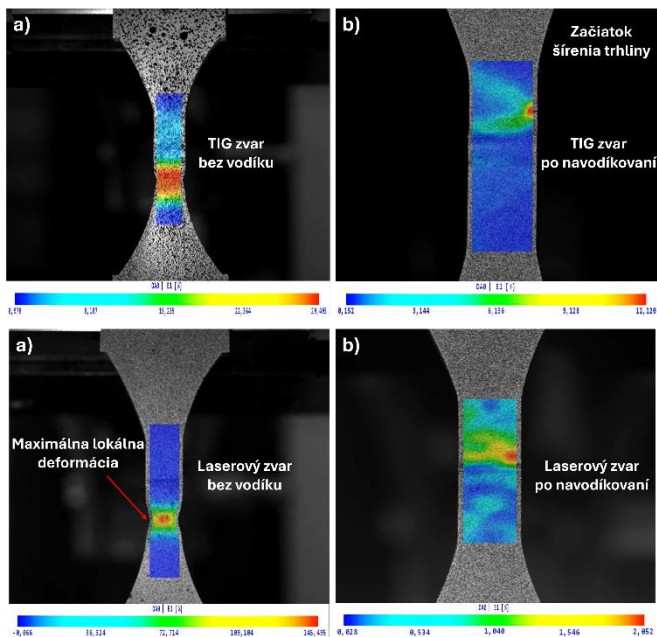
Obr. 9 Komparatívna fraktografická analýza TIG (hore) a laserových (dole) zvarových spojov vyplnených vodíkom pri prúdovej hustote 0,5 mA/cm².

Skúšky pri konštantnom zaťažení (CLT) s kontinuálnym elektrolytickým nasycovaním ($1,0 \text{ mA/cm}^2$) definovali prahové napätia oneskoreného lomu. Pre TIG zvarové spoje bolo stanovené $\sigma_{Th} = 62,5 \text{ MPa}$, pre laserové spoje $\sigma_{Th} = 125 \text{ MPa}$ – čo je dvojnásobná hodnota. Základný materiál nevykázal pri týchto podmienkach žiadnu degradáciu (run-out). Tento výsledok potvrdil, že samotný zvärací proces vytvára v štruktúre kritickú mikroštruktúrnú heterogenitu, ktorá výrazne zvyšuje náchylnosť na vodíkom indukované praskanie. Inverzia odolnosti (laserový zvar je odolnejší pri CLT, no krehkejší pri SSRT) je fyzikálne podmienená mechanickým obmedzením (constraint effect) úzkej TOO laserového zvaru, ktoré spomaľuje dislokačný transport vodíka do kritických miest [16 – 18] (Obr. 10).



Obr. 10 Porovnanie kinetiky oneskoreného lomu zvarových spojov a základného materiálu pri konštantnom zaťažení a rovnakých podmienkach sýtenia vodíkom.

Optická metóda digitálnej korelácie obrazu (DIC) potvrdila vodíkom indukovanú lokalizáciu deformácie (hydrogen-induced strain localization). Pre TIG zvary: maximálna lokálna deformácia pred lomom klesla z 29,4 % (referenčný stav) na 12 % (navodikovaný stav). Pre laserové zvary: dramatický prepád z 145,5 % na 2,05 % – takmer 99 % strata lokálnej plasticity. DIC záznamy umožnili priamu vizualizáciu prechodu z HELP mechanizmu (urýchlená lokálna plasticita) k HEDE mechanizmu (rýchle krehké šírenie trhliny) v reálnom čase, čím poskytli priamy dôkaz synergického pôsobenia oboch degradačných mechanizmov [19, 20] (Obr. 11).



Obr. 11 Mapy lokálnych deformácií z DIC analýzy pre TIG a laserové zvary.

DISKUSIA

Súhrn experimentálnych výsledkov umožňuje identifikovať tri kľúčové vzťahy medzi mikroštruktúrou, kapacitou vodíkových pascí a dominantnými mechanizmami degradácie v skúmanom systéme.

Vnesené teplo je primárnym faktorom determinujúcim mikroštruktúrny stav TOO, a teda aj náchylnosť na vodíkovú krehkosť. Vysoké vnesené teplo pri TIG procese (350 J/mm , $t_{8/5} \approx 15 - 20 \text{ s}$) formuje odpevnenú zónu v ICHAZ/SCHAZ, ktorá pôsobí ako mechanicky najslabší článok spoja. V tejto oblasti s nízkou hustotou dislokácií (nízke KAM hodnoty) a s feriticko-bainitickou matricou prevláda pri nízkej koncentrácii vodíka mechanizmus HELP: vodík zvyšuje mobilitu dislokácií, urýchľuje nukleáciu a koalescenciu mikrodutín, čo vedie k predčasnému tvárno-krehkému lomu. Pri vyššej koncentrácii vodíka ($1,0 \text{ mA/cm}^2$) dominuje HEDE mechanizmus, ako to potvrdzujú kvázištepne fazety a sekundárne trhliny v jemnozrnnej zóne (FGHAZ) [13, 14].

Extrémne nízke vnesené teplo laserového procesu (117 J/mm , $t_{8/5} < 2 \text{ s}$) generuje nepopustený doskový martenzit s maximálnou hustotou dislokácií a vysokými

zvyškovými ťahovými napätiami. Táto mikroštruktúra kombinuje obidve nevýhody: vysokú kapacitu ireverzibilných pascí (rýchle nasýtenie vodíkom) a minimálnu odolnosť voči dekohézii. Synergické pôsobenie HELP + HEDE nastupuje pri nižšej koncentrácii vodíka ako pri TIG zvaroch, čo vysvetľuje dramaticky vyššiu HEI pri SSRT (97,2 % vs. 78,8 % pri 1,0 mA/cm²) [13 – 15].

Kľúčovým a fyzikálno-metalurgicky relevantným zistením je inverzia odolnosti TIG a laserových zvarov pri SSRT a CLT skúškach. Pri SSRT sa martenzitická štruktúra laserového zvaru porušuje priamo cez zvarový kov pri extrémne nízkych hodnotách ťažnosti (0,26 %). Naopak, pri dlhodobom statickom zaťažení (CLT) vykazuje laserový zvar dvakrát vyššie prahové napätie ($\sigma_{Th} = 125$ MPa) ako TIG spoj ($\sigma_{Th} = 62,5$ MPa). Tento paradox je podmienený rozdielnou kinetikou degradácie: pri SSRT dominuje okamžitá krehkosť presyteného martenzitu, zatiaľ čo pri CLT prevláda časovo závislá difúzia vodíka riadená gradientom napätia. Geometricky úzka TOO laserového zvaru generuje efekt mechanického obmedzenia (constraint effect), ktorý potláča rozvoj lokálnej plastickej deformácie a spomaľuje dosiahnutie kritickej koncentrácie vodíka potrebnej na iniciáciu trhliny [16 – 18].

Prepojenie výsledkov z mikroštruktúrnych EBSD analýz, kvantitatívnych mechanických skúšok (SSRT, CLT) a optického snímania deformačných polí (DIC) potvrdilo, že vodíková degradácia zvarových spojov S960MC nie je riadená jediným mechanizmom. V skúmanom systéme pôsobia komplementárne HELP a HEDE mechanizmy v závislosti od lokálnej hustoty pascí, koncentrácie difúzneho vodíka a napäťového stavu. Pri nízkej koncentrácii vodíka v mäkšej matrici (TIG, 0,5 mA/cm²) dominuje mechanizmus HELP, pri vysokej koncentrácii v martenzitickej matrici (LBW, 1,0 mA/cm²) dominuje mechanizmus HEDE. Sekvenčné pôsobenie HELP → HEDE, pri ktorom lokalizovaná plasticita transportuje vodík k mikroštruktúrnym prekážkam a ich nasýtenie spúšťa dekohéziu, bolo priamo vizualizované pomocou DIC analýzy [15, 19, 20].

Výsledky priamo korešpondujú s reálnymi priemyselnými problémami oneskorených trhlín za studena v zvarových konštrukciách z vysokopevných ocelí. Nedodržanie kontroly zdrojov difúzneho vodíka (vlhkosť povrchov, nečistoty) v kombinácii s vysokými zvyškovými napätiami po zváraní laserom a nepopustenou martenzitickou mikroštruktúrou vytvára podmienky pre vznik oneskorených trhlín, ktoré sa môžu prejaviť až hodiny alebo dni po dokončení zvárania.

ZÁVER

Dizertačná práca priniesla ucelený súbor exaktných poznatkov o mechanizmoch vodíkoveho skrehnutia zvarových spojov vysokopevnej termomechanicky spracovanej ocele S960MC, zhotovených technológiami TIG a laserového zvárania. Využitím synergie pokročilých deštruktívnych skúšok (SSRT, CLT), in-situ optickej korelácie obrazu (DIC) a detailných mikroštruktúrnych analýz (EBSD/KAM, SEM/EDX,

nanoindentácia) boli identifikované a kvantifikované kľúčové faktory riadiace kinetiku iniciácie a šírenia vodíkom indukovaných trhlín. Na základe dosiahnutých výsledkov možno formulovať nasledovné hlavné závery:

Tepelný príkon a parameter $t_{8/5}$ sú primárnymi determinantmi mikroštruktúrneho stavu TOO a tým aj náchylnosti zvarových spojov na vodíkovú krehkosť. TIG proces ($Q_{TIG} = 350 \text{ J/mm}$, $t_{8/5} \approx 15\text{--}20 \text{ s}$) formuje širokú odpevnenú zónu s feriticko-bainitickou matricou, laserový proces ($Q_{LBW} = 117 \text{ J/mm}$, $t_{8/5} < 2 \text{ s}$) generuje nepopustený lamelárny martenzit.

EBS/D/KAM analýza preukázala, že laserový zvar vykazuje výrazne vyššie hodnoty lokálnej misorientácie (maximum KAM $1,0 - 1,5^\circ$) oproti TIG zvaru (maximum KAM $< 0,5^\circ$), čo priamo koreluje s hustotou geometricky nutných dislokácií – primárnych vodíkových pascí.

Index vodíkového skrehnutia (HEI) pri SSRT potvrdil výrazne vyššiu náchylnosť laserových zvarov (HEI = 97,2 % pri $1,0 \text{ mA/cm}^2$) v porovnaní s TIG zvarmi (HEI = 78,8 %) a základným materiálom (HEI = 77,6 %).

CLT skúšky preukázali inverziu odolnosti: laserové zvary vykazujú dvakrát vyššie prahové napätie oneskoreného lomu ($\sigma_{Th} = 125 \text{ MPa}$) ako TIG zvary ($\sigma_{Th} = 62,5 \text{ MPa}$). Základný materiál nedosiahol lom ani pri najvyššom testovanom zaťažení. Inverzia je podmienená efektom mechanického obmedzenia (constraint effect) úzkej TOO laserového zvaru pri dlhodobom statickom zaťažení.

DIC analýza priamo vizualizovala vodíkom indukovanú lokalizáciu deformácie: maximálna lokálna deformácia TIG zvaru pred lomom klesla z 29,4 % na 12 %, u laserového zvaru z 145,5 % na 2,05 % – priamy dôkaz prechodu z HELP na HEDE mechanizmus.

Fraktografická analýza (SEM) dokumentuje závislosť prevládajúceho mechanizmu lomu od koncentrácie vodíka: tvárne jamkové porušenie (referenčný stav) → plytké jamky s kvázi-štiepením (HELP, nižšia koncentrácia) → kvázištiepne fazety a sekundárne trhliny (HEDE, vyššia koncentrácia). Trhliny fish-eye iniciované na oxidických inklúziách boli identifikované pri laserových zvaroch.

Na základe výsledkov sú pre priemyselnú prax definované odporúčania: implementácia nízkoteplotného tepelného spracovania po zváraní (PWHT, $200 - 300^\circ\text{C}$) pre relaxáciu zvyškových napätí a čiastočné popustenie martenzitu v LBW zvaroch; dôsledná kontrola zdrojov difúzneho vodíka; aplikácia predohrevu ($100 - 150^\circ\text{C}$) pri hrubších prierezoch alebo okamžitý dohrev (hydrogen baking) po zváraní.

PRÍNOS PRE ĎALŠÍ ROZVOJ VEDY A PRE PRAX

Práca prináša nasledovné nové poznatky s vedeckým prínosom:

Kvantifikácia interakcie HELP a HEDE mechanizmov: Exaktné objasnenie prechodu medzi lokalizovanou plastickou deformáciou (HELP) a čistou separáciou mriežky (HEDE)

definované ako funkcia lokálnej hustoty dislokácií získanej z KAM máp – nóvum v kvantitatívnom popise tohto prechodu pre zvarové spoje TMCP ocelí.

Kryštalografická lokalizácia vodíkových pascí: Prepojenie detailnej EBSD analýzy s náchylnosťou na krehký lom identifikovalo, ktoré typy štruktúrnych hraníc podporujú transport vodíka (LAGB vo vnútri kryštalografických blokov) a ktoré slúžia ako miesta konečného lomu (HAGB pôvodných austenitických zŕn) – príspevok k fyzikálno-metalurgickému modelu vodíkových pascí.

Metodologický prínos DIC + SSRT: Implementácia simultánneho snímania deformačných polí pomocou DIC počas pomalých ťahových skúšok navodíkových vzoriek umožnila presné určenie okamihu iniciácie trhliny na mikroštruktúrnych rozhraniach – prínos k in-situ metodológii hodnotenia HE.

Stanovenie kritických podmienok oneskoreného porušenia pomocou CLT: Objasnenie kinetiky subkritického rastu trhlín a fyzikálna interpretácia inverzie odolnosti TIG vs. LBW zvarov – nový experimentálny dôkaz dominance efektu mechanického obmedzenia pri dlhodobom statickom zaťažení.

Z hľadiska priemyselnej aplikácie práca prináša nasledovné poznatky:

Definovanie limitných podmienok pre bezpečné nasadenie laserového zvarovania ocele S960MC: Práca jednoznačne preukazuje, že samotné dodržanie nízkeho tepelného príkonu nie je zárukou spoľahlivosti bez kontroly výslednej fázeovej transformácie v TOO – konkrétne, nepopustená martenzitická štruktúra LBW zvarov bez PWHT predstavuje vysoké riziko v prostredí s difúznym vodíkom.

Podklady pre normy tepelného spracovania (WPS - Welding Procedure Specification): Exaktné argumenty pre implementáciu PWHT (nízkoteplotné popúšťanie 200 – 300 °C) do technologických postupov zvarovania TMCP ocelí pracujúcich v korozívnom alebo vodíkovo rizikovitom prostredí.

Predikcia životnosti a prevencia oneskorených porúch: Stanovenie prahových napätí pomocou CLT skúšok ($\sigma_{Th} = 62,5$ MPa pre TIG a $\sigma_{Th} = 125$ MPa pre LBW) umožňuje konštruktérom a revíznym inšpektorm presnejšie špecifikovať koeficienty bezpečnosti pre zvarané uzly zdvíhacích zariadení, nosných rámov a kritickej infraštruktúry pracujúcej v prostredí vodíka alebo agresívnych médií.

RESUMÉ

Hydrogen Embrittlement of Welded Joints in High-Strength Structural Steels

The dissertation thesis presents a comprehensive experimental investigation of hydrogen embrittlement (HE) mechanisms in welded joints of ultra-high-strength thermomechanically processed S960MC steel (Strenx® 960MC, SSAB). The research focuses on a comparative analysis of joints produced by two welding technologies: conventional Tungsten Inert Gas (TIG) welding and autogenous Laser Beam Welding

(LBW), which generate fundamentally different microstructural states in the heat-affected zone (HAZ).

TIG welding ($Q_{\text{TIG}} = 350 \text{ J/mm}$, $t_{8/5} \approx 15\text{--}20 \text{ s}$) produces a wide HAZ with a distinct softened zone in the intercritical and subcritical regions (minimum hardness $\approx 273 \text{ HV0.5}$, $\approx 21\%$ below base metal), consisting of a tempered bainitic-ferritic matrix with low dislocation density. Laser welding ($Q_{\text{LBW}} = 117 \text{ J/mm}$, $t_{8/5} < 2 \text{ s}$) generates a geometrically narrow HAZ with hard, untempered lamellar martensite ($> 350 \text{ HV0.5}$) due to the self-quenching effect, characterized by extremely high geometrically necessary dislocation (GND) density confirmed by EBSD/KAM mapping.

Hydrogen charging was performed electrochemically (galvanostatic mode, $0.05 \text{ M H}_2\text{SO}_4 + 1 \text{ g KSCN/l}$, current densities 0.5 and 1.0 mA/cm^2) and by gaseous exposure (5 bar H_2 , 300°C , 168 h). The mechanical response was evaluated by Slow Strain Rate Tests (SSRT), Constant Load Tests (CLT) with simultaneous in-situ electrochemical charging, and in-situ Digital Image Correlation (DIC). The hydrogen embrittlement index (HEI) based on total elongation loss was used for quantitative comparison.

SSRT results demonstrate that laser welds are significantly more susceptible to hydrogen embrittlement than TIG welds: HEI reached 97.2% for LBW (vs. 78.8% for TIG) at 1.0 mA/cm^2 , with average R_m dropping to 418 MPa in the fully elastic region. CLT experiments revealed an inversion of resistance: laser welds exhibit a threshold stress of $\sigma_{\text{Th}} = 125 \text{ MPa}$, twice the value determined for TIG welds ($\sigma_{\text{Th}} = 62.5 \text{ MPa}$). This inversion is attributed to the mechanical constraint effect exerted by the narrow HAZ of the laser joint, which slows dislocation-mediated hydrogen transport to critical sites under long-term static loading.

DIC analysis directly visualized hydrogen-induced strain localization: maximum local strain before fracture dropped from 29.4% to 12% in TIG welds, and from 145.5% to 2.05% in laser welds, providing direct evidence of the HELP-to-HEDE transition. Fractographic SEM analysis confirmed progressive evolution from ductile dimple fracture (reference state) through shallow dimples and quasi-cleavage (HELP, lower H concentration) to dominant intergranular and transgranular quasi-cleavage with secondary cracks and fish-eye defects (HEDE, higher H concentration).

Based on these results, a synergistic HELP + HEDE model is proposed as the dominant framework for hydrogen-induced failure of S960MC weld joints. The sequential action – where HELP-activated dislocation transport concentrates hydrogen at microstructural barriers until local decohesion threshold is reached (HEDE) – was experimentally confirmed by the correlation of KAM-derived dislocation density maps with mechanical test results and DIC strain fields.

For engineering practice, the study defines critical conditions for safe deployment of laser welding of S960MC, emphasizing the necessity of post-weld heat treatment (200 – 300 °C) for martensitic softening and residual stress relief, hydrogen baking protocols, and proper threshold stress values for structural integrity assessment of welded components in hydrogen-risk environments.

ZOZNAM PUBLIKAČNEJ ČINNOSTI

Skupina B - Publikácie v karentovaných vedeckých časopisoch a autorské osvedčenia, patenty a objavy

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., STRAKOVÁ, D., VÁŇOVÁ, P., FRÁTRIK, M., 2026. Hydrogen Embrittlement and Fracture Mechanisms in Laser Beam and TIG Welded Joints of S960MC Ultra-High-Strength Steel. *Production Engineering Archives*, Vol. 32, No. 3, s. 442-448. ISSN 2353-7779.

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., PALČEK, P., DRÍMALOVÁ, P., SLEZÁK, M., UHRÍČIK, M., CHVALNÍKOVÁ, V., 2023. Hydrogen Embrittlement of 11SMn30 Free-cutting Steel. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 6. ISSN 2787-9402

CHVALNÍKOVÁ, V., UHRÍČIK, M., PALČEK, P., SLEZÁK, M., **ŠIKYŇA, L.**, DRÍMALOVÁ, P., 2023. Austenitic Steel AISI 304 under Static and Cyclic Loading. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 5. ISSN 2787-9402

SLEZÁK, M., UHRÍČIK, M., PALČEK, P., CHVALNÍKOVÁ, V., DRÍMALOVÁ, P., **ŠIKYŇA, L.**, 2023. Effect of Plasma Nitriding and Sensitization on the Microstructure and Microhardness of AISI 304 Austenitic Steel. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 6. ISSN 2787-9402

DRÍMALOVÁ, P., NOVÝ, F., UHRÍČIK, M., VÁŇOVÁ, P., **ŠIKYŇA, L.**, CHVALNÍKOVÁ, V., SLEZÁK, M., 2024. Effect of Change in Current Density on Hydrogen Embrittlement of Advanced High-Strength Steel S960MC during Hydrogenation. *Manufacturing Technology* Vol. 24, No. 1. ISSN 1213-2489

Skupina C – Publikácie v časopisoch, ktoré nie sú karentované, ale sú registrované v databázach WoS alebo SCOPUS

STRAKOVÁ, D., NOVÝ, F., **Šikyňa, L.**, & NESLUŠAN, M. (2025). Comparison of fatigue resistance of dog-bone and hourglass-shaped Hardox 450 steel specimens. *Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, 63(3), 545-550.

STRAKOVÁ, D., NOVÝ, F., **ŠIKYŇA, L.**, 2024. Impact of Hydrogen Charging Techniques on Hydrogen Embrittlement Behavior of S960MC AHS Steel. In: *System Safety: Human – Technical – Facility – Environment: 13th International Conference, Zakopane 2024*. Varšava: De Gruyter Poland, s. 270-276. ISBN 978-83-67405-91-1.

Skupina D – Ostatné publikácie

AFC – Publikované príspevky na zahraničných vedeckých konferenciách

ŠIKYŇA, L., BAŠŤOVANSKÝ, R., KUCHARIKOVÁ, L., TILLOVÁ, E., BONEK, M., Polymérne kompozitné materiály vystužené vláknamiIn: TalentDetector2022_Winter.Gliwice: Politechnika Slaska. Katedra materiałów inżynierskich i biomedycznych, 2022, s.651-660 [tlačená forma].ISBN 978-83-65138-30-9.

ČUCHOR, D., **ŠIKYŇA, L.,** OBERTO VÁ, V., FIAČAN, J., RADEK, N., BRONČEK, J., Experimental analyses of tribological properties of AISI 316Ti and AISI430 stainless steel In: Advanced manufacturing and repair technologies in vehicle industry: colloquium proceedings. Čestochova: Oficyna Wydawnicza Stowarzyszenia Menedżerów JakościProdukcji,2024, s.20-25 [tlačená forma].ISBN 978-83-970411-0-3.

STRAKOVÁ, D., NOVÝ, F., **ŠIKYŇA, L.,** Impact of hydrogen charging techniques on hydrogen embrittlement behavior of S960MC AHS steel. DOI 10.2478/czoto-2024-0029 In:System Safety: Human- Technical- Facility- Environment:13th International Conference, Zakopane 2024, Varšava: De Gruyter Poland, 2024, s.270-276. ISBN 978-83-67405-91-1

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., PALČEK, P., DRÍMALOVÁ, P., CHVALNÍKOVÁ,V., SLEZÁK, M., UHRÍČÍK, M., ČUCHOR, D., Hydrogen embrittlement of ferritic steel 1.4104 In: Advanced manufacturing and repair technologies in vehicle industry: colloquium proceedings. Čestochova: Oficyna Wydawnicza Stowarzyszenia Menedżerów JakościProdukcji,2024,s.9-13 [tlačená forma]. ISBN 978-83-970411-0-3.

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., STRAKOVÁ, D., Hydrogen embrittlement behavior of tig welds in S960MChigh-strengthsteel In: Advanced manufacturing and repair technologies in vehicle industry: colloquium proceedings. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, 2025, s.71-77 [tlačená forma]. ISBN 978-80-554-2200-8.

SLEZÁK, M., UHRÍČÍK, M., CHVALNÍKOVÁ, V., PALČEK, P., **ŠIKYŇA, L.,** ŠURDOVÁ, Z., MIKOLAJČÍK, M., 2025. Effect of Elevated Temperatures on the Nitriding Layer on the Fatigue Life of Austenitic Steel. In: Advanced Manufacturing and Repair Technologies in Vehicle Industry: Colloquium Proceedings. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, s. 53-58. ISBN 978-80-554-2200-8.

CHVALNÍKOVÁ, V., UHRÍČÍK, M., PALČEK, P., SLEZÁK, M., ŠIKYŇA, L., ŠURDOVÁ, Z., MIKOLAJČÍK, M., 2025. Static and Cyclic Loading of 304 Austenitic Steel after Sensitization. In: Advanced Manufacturing and Repair Technologies in Vehicle Industry: Colloquium Proceedings. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, s. 17-22. ISBN 978-80-554-2200-8.

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., A theoretical review of welding technology for ultra-high-strength steels (UHSS) In: TalentDetector2026_Winter: international students scientific

conference. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, 2026, s.458-463 [online]. ISBN 978-83-68390-55-1.

AFD – Publikované príspevky na domácich vedeckých konferenciách

DRÍMALOVÁ, P., NOVÝ, F., UHRÍČIK, M., VÁŇOVÁ, P., **ŠIKYŇA, L.**, CHVALNÍKOVÁ, V., SLEZÁK, M., 2024. Vplyv prúdovej hustoty na vodíkovú krehkosť progresívnej vysokopevnej ocele S960MC. 27th International Seminar of Ph.D. Students. ISBN 978-80-554-2076-9

CHVALNÍKOVÁ, V., UHRÍČIK, M., PALČEK, P., SLEZÁK, M., **ŠIKYŇA, L.**, DRÍMALOVÁ, P., ŠURDOVÁ, Z., 2024. Statické a cyklické zaťažovanie austenitickej ocele AISI 304. 27th International Seminar of Ph.D. Students. ISBN 978-80-554-2076-9

SLEZÁK, M., UHRÍČIK, M., PALČEK, P., CHVALNÍKOVÁ, V., DRÍMALOVÁ, P., **ŠIKYŇA, L.**, 2024. Vplyv plazmovej nitridácie a scitlivenia na mikroštruktúru a mikrotvrdosť austenitickej ocele AISI 304. 27th International Seminar of Ph.D. Students. ISBN 978-80-554-2076-9

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., PALČEK, P., DRÍMALOVÁ, P., CHVALNÍKOVÁ, V., SLEZÁK, M., UHRÍČIK, M., 2024. Vodíková krehkosť feritickej ocele 1.4104. 27th International Seminar of Ph.D. Students. ISBN 978-80-554-2076-9

UHRÍČIK, M., PALČEK, P., SLEZÁK, M., CHVALNÍKOVÁ, V., **ŠIKYŇA, L.**, ŠURDOVÁ MIKOLAJČÍK, M., Evaluation of the temperature dependence of the internal damping of AZ91 magnesium alloy using mathematical methods In: SEMDOK2025:28th International Seminar of Ph.D. Students. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, 2025, s.170-174 [tlačená forma]. ISBN 978-80-554-2169-8.

SLEZÁK, M., UHRÍČIK, M., PALČEK, P., CHVALNÍKOVÁ, V., **ŠIKYŇA, L.**, ČUCHOR, D., 2025. Vplyv rozpúšťacieho žihania a plazmovej nitridácie na zmenu únavovej životnosti austenitickej ocele AISI 304. In: SEMDOK 2025: 28th International Seminar of Ph.D. Students. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, s. 141-146. ISBN 978-80-554-2169-8.

CHVALNÍKOVÁ, V., UHRÍČIK, M., PALČEK, P., SLEZÁK, M., **ŠIKYŇA, L.**, ŠURDOVÁ, Z., MIKOLAJČÍK, M., 2025. Statické a cyklické zaťažovanie austenitickej ocele AISI 304 po scitlivení. In: SEMDOK 2025: 28th International Seminar of Ph.D. Students. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, s. 47-52. ISBN 978-80-554-2169-8.

ŠIKYŇA, L., NOVÝ, F., PALČEK, P., STRAKOVÁ, D., SLEZÁK, M., CHVALNÍKOVÁ, V., 2025. Vodíková krehkosť automatovej ocele 11SMn30. In: SEMDOK 2025: 28th International Seminar of Ph.D. Students. Žilina: Žilinská univerzita v Žiline, s. 158-163. ISBN 978-80-554-2169-8.

LITERATÚRA

- [1] PERKA, A. K., JOHN, M., KURUVERI, U. B., MENEZES, P. L., 2022. Advanced high-strength steels for automotive applications: arc and laser welding process, properties, and challenges. *Metals*, 12(6), 1051.
- [2] DWIVEDI, S. K., VISHWAKARMA, M., 2018. Hydrogen embrittlement in different materials: A review. *International Journal of Hydrogen Energy*, 43(46), 21603-21616.
- [3] DEMERI, M. Y., 2013. Advanced high-strength steels: science, technology, and applications. ASM International.
- [4] SCHAUPP, T., ERNST, W., SPINDLER, H., KANNENGIESSER, T., 2020. Hydrogen-assisted cracking of GMA welded 960 MPa grade high-strength steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(38), 20080-20093.
- [5] SCHAUPP, T., SCHROEDER, N., SCHROEPFER, D., KANNENGIESSER, T., 2021. Hydrogen-assisted cracking in GMA welding of high-strength structural steel – a new look at narrow groove. *Metals*, 11(6), 904.
- [6] BIRNBAUM, H. K., SOFRONIS, P., 1994. Hydrogen-enhanced localized plasticity – a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering: A*, 176(1-2), 191-202.
- [7] ORIANI, R. A., 1972. A mechanistic theory of hydrogen embrittlement of steels. *Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie*, 76(8), 848-857.
- [8] DJUKIC, M. B., BAKIC, G. M., ZERAVCIC, V. S., SEDMAK, A., RAJICIC, B., 2019. The synergistic action and interplay of hydrogen embrittlement mechanisms in steels and iron. *Engineering Fracture Mechanics*, 216, 106528.
- [9] LYNCH, S. P., 2011. Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms. In: *Stress corrosion cracking*, pp. 90-130. Woodhead Publishing.
- [10] MIČIAN, M., HARMANIAK, D., NOVÝ, F., WINCZEK, J., MORAVEC, J., TRŠKO, L., 2020. Effect of the t_{8/5} Cooling Time on the Properties of S960MC Steel in the HAZ of Welded Joints. *Metals*, 10(2), 229.
- [11] GUO, W., CROWTHER, D., FRANCIS, J. A., THOMPSON, A., LIU, Z., LI, L., 2015. Microstructure and mechanical properties of laser welded S960 high strength steel. *Materials & Design*, 85, 534-548.
- [12] KERÄNEN, L., NOUSIAINEN, O., JAVAHERI, V., KAIJALAINEN, A., POKKA, A. P., KESKITALO, M., KURVINEN, E., 2022. Mechanical properties of welded ultrahigh-strength S960 steel. *Journal of Constructional Steel Research*, 198, 107517.
- [13] MIČIAN, M., FRÁTRIK, M., MORAVEC, J., ŠVEC, M., 2022. Determination of Grain Growth Kinetics of S960MC Steel. *Materials*, 15(23), 8539.
- [14] MEDVECKÁ, D., NOVÝ, F., MIČIAN, M., BOKŮVKA, O., PREISLER, D., 2022. Microstructural changes in HAZ of weld joints of S960 MC steel. *Materials Today: Proceedings*, 62, 2466-2468.

- [15] SOJKA, J., 2007. Odolnost ocelí vůči vodíkové křehkosti. VŠB – Technická univerzita Ostrava.
- [16] STRAKOVA, D., JAMBOR, M., NOVY, F., TRSKO, L., 2025. Microstructure evolution in the heat affected zone of the S960MC weld joint. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 139(5), 3015-3025.
- [17] DREXLER, A., BERGMANN, C., MANKE, G., KOKOTIN, V., MRACZEK, K., POHL, M., ECKER, W., 2021. On the local evaluation of the hydrogen susceptibility of cold-formed AHSS sheets. *Materials Science and Engineering: A*, 800, 140276.
- [18] ZAMBRANO, O. A., TON, K., ISLAM, A., 2025. Towards the understanding of hydrogen embrittlement in pipeline steels using EBSD. *International Journal of Hydrogen Energy*, 174, 151470.
- [19] LAUREYS, A., DEPOVER, T., PETROV, R., VERBEKEN, K., 2016. Microstructural characterization of hydrogen induced cracking in TRIP-assisted steel by EBSD. *Materials Characterization*, 112, 169-179.
- [20] DAN, W. J., SHI, H., TANG, C. W., WANG, X. Y., 2024. Effects of Electrochemical Hydrogen Charging Parameters on the Mechanical Behaviors of High-Strength Steel. *Materials*, 17(17), 4290.
- [21] DRÍMALOVÁ, P., NOVÝ, F., VÁŇOVÁ, P., STRAKOVA, D., 2024. Hydrogen Embrittlement of Advanced High-strength Steel S960MC and the Influence of Potassium Thiocyanate during Hydrogenation. *Periodica Polytechnica Transportation Engineering*, 52(4), 355-361.
- [22] DRÍMALOVÁ, P., NOVÝ, F., UHRČÍK, M., VÁŇOVÁ, P., ŠIKYŇA, L., CHVALNÍKOVÁ, V., SLEZÁK, M., 2024. Effect of change in current density on hydrogen embrittlement of advanced high-strength steel S960MC. *Manufacturing Technology*, 24(1), 40-46.
- [23] MARTIN, M. L., FENSKE, J. A., LIU, G. S., SOFRONIS, P., ROBERTSON, I. M., 2011. On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled steels. *Acta Materialia*, 59(4), 1601-1606.
- [24] LI, X., ZHANG, J., CUI, Y., DJUKIC, M. B., FENG, H., WANG, Y., 2024. Review of the hydrogen embrittlement and interactions between hydrogen and microstructural interfaces. *International Journal of Hydrogen Energy*, 72, 74-109.
- [25] AIELLO, F., BEGHINI, M., BELARDINI, C. M., BERTINI, L., MACORETTA, G., MONELLI, B. D., VALENTINI, R., 2023. Proposal of a hydrogen embrittlement index for a martensitic advanced high-strength steel. *Corrosion Science*, 222, 111357.
- [26] REJEESH, R., JANG, Y. J., PARK, Y. D., 2025. Hydrogen embrittlement in resistance spot and laser welds for advanced high-strength steels. *Journal of the Korean Welding and Joining Society*, 43(3), 280-299.
- [27] WANG, M., AKIYAMA, E., TSUZAKI, K., 2006. Determination of the critical hydrogen concentration for delayed fracture of high strength steel by constant load test. *Corrosion Science*, 48(8), 2189-2202.

- [28] CHIDA, T., HAGIHARA, Y., AKIYAMA, E., IWANAGA, K., TAKAGI, S., HAYAKAWA, M., TARUI, T., 2016. Comparison of constant load, SSRT and CSRT methods for hydrogen embrittlement evaluation. *ISIJ International*, 56(7), 1268-1275.
- [29] FANGNON, E., YAGODZINSKY, Y., MALICKI, E., MEHTONEN, S., VIROLAINEN, E., VILAÇA, P., 2021. Determination of critical hydrogen concentration and its effect on mechanical performance of 2200 MPa martensitic steel. *Metals*, 11(6), 984.
- [30] VAN DEN EECKHOUT, E., DE BAERE, I., DEPOVER, T., VERBEKEN, K., 2020. The effect of a constant tensile load on the hydrogen diffusivity in dual phase steel. *Materials Science and Engineering: A*, 773, 138872.
- [31] LI, P., WANG, J., DU, M., QIAO, L., 2023. Hydrogen embrittlement sensitivity of high-strength steel welded joint under alternating wet-dry marine environment. *International Journal of Hydrogen Energy*, 48(92), 35862-35878.
- [32] ÖRNEK, C., ŞEŞEN, B. M., ÜRGEN, M. K., 2022. Understanding hydrogen-induced strain localization in super duplex stainless steel using digital image correlation. *Metals and Materials International*, 28(2), 475-486.
- [33] IVANYTS'KYI, Y., HEMBARA, O., DUDDA, W., BOYKO, V., SHTAYURA, S., 2022. Combined FEM and DIC techniques for the 2D analysis of the stress-strain fields near a blunt crack tip. *Strength of Materials*, 54(2), 256-266.
- [34] FAGNONI, F., KURSUN, E. C., BUSI, M., KONARSKI, P., YETIK, O., SPOLENAK, R., DUARTE, L. I., 2024. Hydrogen enhanced localized plasticity in zirconium as observed by digital image correlation. *Journal of Nuclear Materials*, 590, 154873.