



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# MIKROSTRUKTURNÍ STABILITA HETEROGENNÍCH SVARŮ WOLFRAM - ODS

MICROSTRUCTURE STABILITY OF TUNGSTEN - ODS HETEROGENEOUS WELDS

### DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Ondřej Adam

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

BRNO 2018

# Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	<b>Bc. Ondřej Adam</b>
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	<b>doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.</b>
Akademický rok:	2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

## **Mikrostrukturní stabilita heterogenních svarů wolfram – ODS**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Svařování kovů neb slitin s výrazně rozdílnými teplotami tání, jako jsou v tomto případě ODS ocel a wolframová slitina, klade speciální nároky na použitou technologii. V navrhované práci bude použito svařování elektronovým svazkem pro vytvoření experimentálních spojů. Následně budou spoje hodnoceny z hlediska jejich technické využitelnosti v aplikacích typu opláštění fúzních reaktorů. Bude nutné připravit vlastní spoje, navrhnout nejvhodnější geometrii a způsob svaření a následně analytickými technikami hodnotit jejich vysokoteplotní fázovou stabilitu.

### **Cíle diplomové práce:**

Připravte teoretickou studii fází připadajících v úvahu ve svarovém kovu mezi wolframem a ODS ocelí. Proveďte experimenty tepelného zpracování svarů a vyhodnoťte jejich mikrostrukturní stabilitu. Použijte standardní metalografické techniky a postupy analytické elektronové mikroskopie.

### **Seznam doporučené literatury:**

ŠENBERGER, J. a kol. Metalurgie oceli na odlitky. Brno: Vysoké učení technické v Brně - Nakladatelství VUTIUM, 2008. 310 s. ISBN 978-80-214-3632-9.

PLUHAŘ, J. a kol. Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu. Praha: SNTL, 1987. 298 s.

WEGLOWSKI, M. S. Electron beam welding – Techniques and trends – Review, Vacuum. Roč. 130, č. Supplement C, s. 72–92, srp. 2016.

SCHULTZ, H. Electron Beam Welding. Elsevier Science, 1994.

COMMIN, L. et al. Characterization of ODS (Oxide Dispersion Strengthened) Eurofer/Eurofer dissimilar electron beam welds, Journal of Nuclear Materials, roč. 442, č. 1, Supplement 1, s. S552–S556, lis. 2013.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan fakulty

## **Abstrakt**

Diplomová práce je zaměřena na mikrostrukturní stabilitu heterogenního svarového spoje ODS oceli a wolframu. Teoretická část shrnuje základní informace o struktuře a vlastnostech ODS ocelí a popisuje metody spojování těchto ocelí s wolframem. V experimentální části byly pomocí elektronového paprsku svařeny materiály MA956 a WL10. Jednotlivé vzorky se liší teplotou předehřevu nebo použitím přídavného materiálu. Po žihání při 800 °C/1h a 1000 °C/5h byla hodnocena změna mikrostruktury svarového kovu pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Chemické složení bylo měřeno energiově disperzní spektrometrií. Bylo zjištěno, že během žihání dochází v celém objemu svarového kovu k masivní precipitaci částic, které byly identifikovány jako Lavesova fáze.

## **Abstract**

The thesis is focused on microstructural stability of heterogeneous weld joint of ODS steel and tungsten. The theoretical part summarizes the basic information about the structure and properties of ODS steels and describes the methods of joining these steels with tungsten. In the experimental part, materials MA956 and WL10 were welded by using electron beam. The individual samples differ by preheating temperature or use filler material. After annealing at 800 °C/1h and 1000 °C/5h, a change of the weld metal microstructure was evaluated by using scanning electron microscope. The chemical composition was measured by energy dispersive spectroscopy. It has been found that during annealing, massive precipitation of particles occurs in the whole volume of the weld metal. These particles were identified as Laves phase.

## **Klíčová slova**

strukturní stabilita, heterogenní svarový spoj, MA956, WL10, elektronový paprsek

## **Keywords**

microstructural stability, heterogeneous weld joint, MA956, WL10, electron beam

## **Bibliografická citace**

ADAM, O. *Mikrostrukturní stabilita heterogenních svarů wolfram - ODS*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. 58 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma *Mikrostrukturní stabilita heterogenních svarů wolfram – ODS* vypracoval samostatně na základě svých vědomostí, konzultací s vedoucím práce a s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou uvedeny v seznamu použité literatury.

V Brně dne 24.5.2018

.....

Ondřej Adam

## **Poděkování**

Rád bych tímto poděkoval vedoucímu mé diplomové práce doc. Ing. Vítu Janovi, Ph.D. za odborné rady a cenné připomínky. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Dině Kičmerové Ph.D za iontové leštění vzorků, fotografie ze SEM a za analýzy EDS a EBSD. Taktéž bych rád poděkoval RNDr. Aleši Kroupovi, CSc. za provedení výpočtů fázových rovnováh v programu ThermoCalc a za cenné rady s tím související. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat Ing. Petru Havlíkovi za svaření vzorků elektronovým paprskem a Janu Zavřelovi, DiS. za elektrojiskrové řezání vzorků

# OBSAH

ÚVOD	9
<b>1 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ</b>	<b>10</b>
<b>1.1 Strukturní stabilita</b> .....	<b>10</b>
<b>1.2 Heterogenní svarové spoje</b> .....	<b>10</b>
1.2.1 Degradace struktury heterogenních svarových spojů.....	11
1.2.2 Mechanické vlastnosti heterogenních svarových spojů .....	11
1.2.3 Zvýšení strukturní stability svarových spojů .....	12
<b>1.3 Fúzní reaktor</b> .....	<b>12</b>
1.3.1 Divertor .....	14
<b>1.4 Materiály divertoru fúzního reaktoru</b> .....	<b>15</b>
1.4.1 ODS ocel .....	15
1.4.2 Wolfram .....	20
<b>1.5 Metody spojování ODS/W</b> .....	<b>21</b>
1.5.1 Tvrdé pájení.....	21
1.5.2 Svařování elektronovým paprskem .....	23
<b>1.6 Modelování fázových diagramů</b> .....	<b>26</b>
1.6.1 Výsledek modelování soustavy MA956/WL10 .....	27
<b>2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b>	<b>29</b>
<b>2.1 Experimentální metody</b> .....	<b>29</b>
2.1.1 Rastrovací elektronová mikroskopie .....	29
2.1.2 Měření mikrotvrdosti.....	30
<b>2.2 Experimentální materiál</b> .....	<b>30</b>
2.2.1 MA956 .....	30
2.2.2 WL10.....	31
<b>2.3 Průběh experimentu</b> .....	<b>31</b>
<b>2.4 Postup hodnocení vzorků</b> .....	<b>33</b>
<b>3 VÝSLEDKY EXPERIMENTU</b>	<b>34</b>
<b>3.1 Vzorky bez přídavného materiálu</b> .....	<b>34</b>
3.1.1 Stav po svaření .....	34
3.1.2 Stav po žíhání .....	37
<b>3.2 Vzorky s přídavným materiálem Ni</b> .....	<b>41</b>
3.2.1 Stav po svaření .....	41
3.2.2 Stav po žíhání .....	44
<b>4 DISKUZE</b>	<b>47</b>
<b>4.1 Spoje po svaření</b> .....	<b>47</b>
<b>4.2 Spoje po tepelném zpracování</b> .....	<b>48</b>
4.2.1 Identifikace fází v mikrostruktuře spoje.....	50
<b>5 ZÁVĚR</b>	<b>53</b>
<b>SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ</b>	<b>54</b>



## ÚVOD

Heterogenní svarové spoje nacházejí uplatnění především u zařízení v energetickém průmyslu. Různé části těchto zařízení pracují při různých teplotních podmínkách, a tedy vyžadují použití různých materiálů, které je potřeba navzájem svařit. Při svařování je nutné počítat s různými fyzikálními a mechanickými vlastnostmi svařovaných materiálů. [1] Strukturální stabilita svarového spoje při vysokých provozních teplotách v daném pracovním prostředí přímo ovlivňuje provozní spolehlivost a bezpečnost energetických zařízení. [2]

Materiály používané v energetickém průmyslu jsou obvykle v nerovnovážném stavu. V průběhu vysokoteplotní expozice nastávají vhodné podmínky pro snížení celkové energie (vznik nových fází, hrubnutí precipitátů, růst zrna atd.), čímž se materiál přibližuje rovnovážnému stavu. Rovnovážný stav většinou znamená degradaci užitečných vlastností a je tedy nežádoucí. Znalost rovnovážného stavu napomáhá k predikci optimálních provozních podmínek a dlouhodobé životnosti vysokoteplotních komponent. [2]

S ohledem na rozvoj jaderné energie v energetickém průmyslu se v současné době uvažuje o dalších možnostech využití atomových reakcí v podobě termojaderné fúze. Termojaderná fúze je lákavým zdrojem energie. V tom nejzjednodušenějším pohledu se zdá tato možnost téměř ideální: palivem je voda, produktem inertní hélium a mnoho čisté energie. Navíc není možné, aby došlo k nekontrolovanému výbuchu elektrárny. Proces fúze spočívá ve slučování dvou lehkých atomových jader, čímž vzniká těžší jádro a zároveň se uvolňuje velké množství energie. Aby se jádra mohla slučovat, musí překonat odpuzivou Coulombovskou sílu. Toho lze dosáhnout tak, že jádrům udělíme kinetickou energii odpovídající teplotě asi  $100 \times 10^6$  K. Jako nejzajímavější možnost využití jaderné fúze se zatím jeví stavba velkých reaktorů typu tokamak, ve kterém je vodíkové plasma drženo v toroidálním magnetickém poli. Materiály použité pro vnitřní stěnu pracovní komory budou muset snášet kromě extrémně vysokých teplot také silné ozáření neutrony. Demonstrátorem, který by měl skloubit veškeré technologické a fyzikální požadavky, je právě budovaný tokamak ITER, který by měl být uveden do provozu v roce 2020. [3]

# 1 PŘEHLED SOUČASNÉHO STAVU POZNÁNÍ

## 1.1 Strukturní stabilita

Strukturní stabilita vyjadřuje schopnost materiálů odolávat vlivu působících vnějších podmínek (vlivu teploty, tlaku, korozního prostředí, ozáření aj.) a zachovávat si během provozu stejné fyzikální, mechanické, antikorozní a jiné vlastnosti, které měl v původním stavu. Změny struktury materiálu, spojené se změnami vlastností, významně souvisí s provozní spolehlivostí součástí. [4]

Reálný materiál se obvykle nachází ve stavu více či méně vzdáleném od termodynamické rovnováhy. Během dlouhodobé vysokoteplotní expozice nastávají vhodné podmínky pro mikrostrukturní změny v materiálu, které vedou ke snižování celkové energie a tím se materiál dostává blíže k rovnovážnému stavu. Změny v mikrostruktuře materiálu a ve fázovém složení, způsobené vysokoteplotní expozicí, jsou difuzí řízené, tepelně aktivované. V důsledku těchto mikrostrukturních změn dochází ke snižování mechanických vlastností. Mechanismy degradace mikrostruktury lze rozdělit na tyto procesy [4] [5]:

- a) hrubnutí částic sekundárních fází
- b) rozpouštění jemných karbonitridů ( $M_2X$ ,  $MX$ ) za současné precipitace nových fází
- c) zotavení mikrostruktury v oblasti původních austenitických zrn
- d) zotavení dislokací

Snížení precipitačního zpevnění je výsledkem hrubnutí částic a rozpouštění malých precipitátů ve prospěch nových fází, které jsou k hrubnutí více náchylné. Řídicími mechanismy těchto změn jsou termodynamické poměry a difuze přísadových prvků tuhým roztokem. Hrubnutím precipitátů se zvyšuje jejich střední průměr, klesá jejich počet v jednotce objemu při zachování podílu vytvrzujících fází a zároveň se zvyšuje střední vzájemná vzdálenost částic, čímž se snižuje žárovečnost. Bylo prokázáno, že rychlost hrubnutí částic je výrazně zvyšována plastickou deformací během teplotní expozice. [6] [7]

Ke snižování obsahu substitučních prvků v tuhém roztoku dochází precipitací intermetalické Lavesovy fáze typu  $Fe_2M$  bohaté na prvky Mo a W ( $Fe_2Mo$ ,  $Fe_2W$ ). Tím dochází ke snižování zpevnění tuhého roztoku. Vznik těchto fází vyvolává výrazný pokles především creepové pevnosti. [6] [8]

Z předchozího plyne, že rovnovážný stav materiálu je zpravidla stav nežádoucí, jelikož dochází ke změnám mikrostruktury, které mohou vést k výrazným změnám vlastností, zejména k poklesu hodnot mechanických vlastností. Znalost rovnovážného stavu materiálu lze využít pro určení fází, jejichž vyloučení ve struktuře v průběhu tepelné expozice má za následek ztrátu požadovaných vlastností. Strukturní stabilita se tak stává jedním z hlavních činitelů, který rozhoduje o vhodnosti daného materiálu pro vysokoteplotní aplikace. [2]

## 1.2 Heterogenní svarové spoje

V energetickém průmyslu je častým požadavkem spojování materiálů s různým chemickým složením. Tento požadavek vyplývá z důvodů přizpůsobení částí konstrukce změnám teploty, tlaku, korozním a jiným provozním podmínkám a v neposlední řadě také z důvodů ekonomických. Takovéto spoje jsou označovány jako heterogenní. Před použitím heterogenních svarových spojů je nutné zvážit mnoho faktorů, jako jsou rozdílné fyzikální (teplota tavení, tepelná

vodivost, tepelná roztažnost aj.) a mechanické vlastnosti, případně vzájemnou mísitelnost nebo rozpustnost materiálů. [1] [9]

Nedílnou součástí použití heterogenních svarů je studium degradačních procesů vyvolaných výrobou a provozem zařízení. Na degradaci vlastností má podstatný vliv strukturní stabilita. Ta je významně závislá na difuzních procesech, které probíhají mezi návarem a ocelí, popř. mezi ocelemi tvořícími svarový spoj, během jejich tepelného zpracování a exploatace. Ve svarovém spoji dochází ke vzniku hnací síly pro difuzní přesun atomů prvků svařených materiálů ve směru jejich aktivního gradientu. Difuzním procesem, který nejvýznamněji ovlivňuje strukturní stálost svarových spojů, je přerozdělování intersticiálních prvků v ocelích, především pak přerozdělování uhlíku. Popis degradačních procesů ve svarovém spoji vyžaduje popis difuzních pochodů v oblasti spoje, a také znalost mikrostrukturních a fázových změn, probíhajících v materiálu, který vlivem difuze mění své chemické složení. Znalost těchto procesů je nezbytná při hodnocení provozní spolehlivosti svarového spoje, odhadu zbytkové životnosti a použitelnosti spoje po dlouhodobém procesu. [4] [8] [10]

### 1.2.1 Degradace struktury heterogenních svarových spojů

Při vysokých teplotách nastávají v oceli vhodné podmínky pro difuzi atomů legujících prvků. Jelikož platí, že za zvýšených teplot je rychlost difuze intersticiálních prvků (uhlík, dusík, bór) v železe o 5-6 řádů vyšší než rychlost difuze substitučních prvků (chrom, nikl, wolfram atd.), je možné uvažovat pouze difuzi intersticiálních prvků a difuzi substitučních prvků zanedbat. [2] [4]

V případě heterogenních svarových spojů, kdy jsou spojeny dva materiály s rozdílným chemickým složením, dochází ke vzniku gradientu chemického potenciálu, který zapříčiní difuzi intersticiálních atomů. Uhlík difunduje ve směru gradientu chemického potenciálu, a to i proti koncentračnímu spádu (up hill difuze). Během tepelného zpracování nebo exploatace spoje mohou na rozhraní mezi svarovým kovem a základním materiálem vznikat oduhličené (CDZ – **C**arbon **D**epleted **Z**ones) a nauhličené (CEZ – **C**arbon **E**nriched **Z**ones) oblasti. V CEZ dochází k nárůstu tvrdosti z důvodu precipitačního zpevnění. Naopak v CDZ dochází k poklesu tvrdosti, jelikož se zde karbidické precipitáty rozpouštějí. V CDZ se postupně lokalizuje plastická deformace během cyklických změn teploty a zatížení. V případě vyčerpání plasticity dochází k tvorbě trhlin. Místa vzniku CEZ a CDZ patří k nejslabším místům svarového spoje. Rozvoj těchto nehomogenit může způsobit snížení meze pevnosti při tečení až o 50 %. [4]

### 1.2.2 Mechanické vlastnosti heterogenních svarových spojů

Jako nejslabší část svarového spoje se nejčastěji uvádí svarový kov nebo tepelně ovlivněná oblast (HAZ – **H**eat **A**ffected **Z**one). Účinky tepelně-deformačního svařovacího cyklu lze hodnotit podle změny mechanických vlastností. Nejčastěji to jsou tvrdost a vrubová houževnatost. [1] [7]

Tvrdost je významná kontrolní veličina, protože umožňuje zjišťovat mechanické vlastnosti ve velmi malých vzdálenostech. Výsledky měření profilu mikrotvrdosti přes rozhraní svarového spoje jsou charakterizovány plynulým přechodem mezi tvrdostmi obou kovů. Tvrdost svarového spoje a HAZ ocelí používaných v energetice by neměla přesáhnout určitou hranici. Stejně tomu je i pro hodnoty nárazové práce při dané teplotě. Požadované hodnoty nárazové práce a tvrdosti svarového spoje a HAZ se mohou lišit z důvodů rozdílných provozních podmínek. Například pro nízkolegované oceli je předepsaná hodnota tvrdosti 350 HV a hodnota nárazové práce  $KV = 27 \text{ J}$  při pokojové teplotě. Ve většině případů zvýšení tvrdosti znamená růst pevnostních charakteristik a pokles deformačních charakteristik. [1] [7]

### 1.2.3 Zvýšení strukturní stability svarových spojů

Z pohledu přerozdělování intersticiálních prvků je svarový spoj dané kombinace materiálů v rovnováze tehdy, jsou-li termodynamické aktivity daných prvků v jednom i druhém spojovaném materiálu v rovnováze. Tuto rovnováhu lze vyjádřit, pro materiály  $M_1$  a  $M_2$ , pomocí následující rovnici:

$$a_p^{M_1} = a_p^{M_2} \quad (1.1)$$

kde  $a_p^{M_i}$  je termodynamická aktivita sledovaného prvku v daném materiálu.

S rostoucím rozdílem aktivit intersticiálních prvků mezi materiály tvořící spoj roste intenzita přerozdělování a klesá strukturní stabilita. V praxi existují dvě možnosti, jak zabránit (omezit) přerozdělování intersticiálních prvků (zejména uhlíku) přes svarové rozhraní [4]:

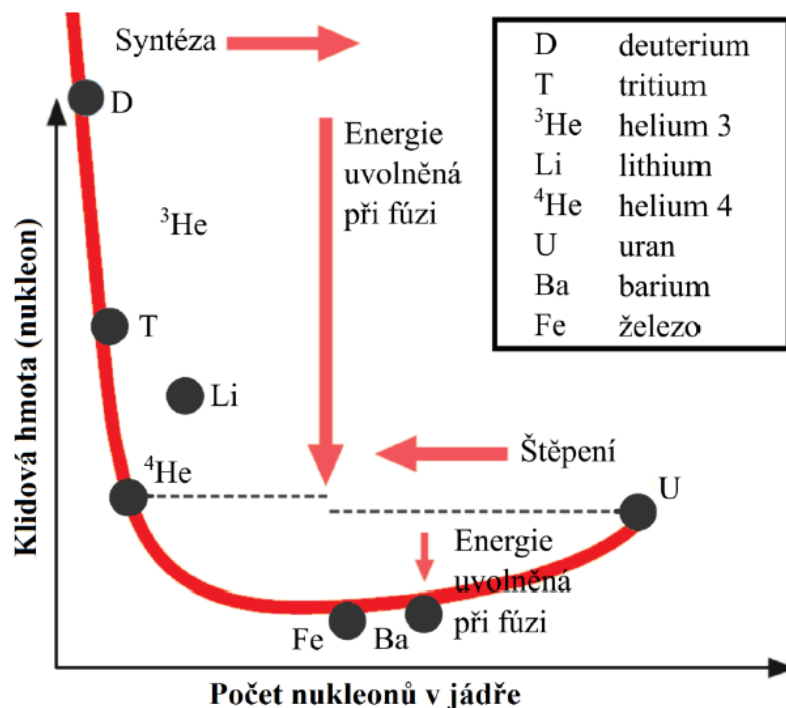
- a) úpravou chemického složení
- b) použitím difuzní bariéry

*Úprava chemického složení* spočívá ve volbě vhodné kombinace spojovaných materiálů. V principu jde o úpravu chemického složení jednoho z materiálů tak, aby se výsledný stav co nejvíce blížil rovnici (1.1). V případě ocelí lze tohoto stavu dosáhnout nejnázem tak, že je ocel s vyšší aktivitou uhlíku legována prvky, které vytvářejí stabilnější karbidy než legury na opačné straně rozhraní. Tím se vyrovnává jednak celkový rozdíl volných entalpií karbidů mezi ocelemi, jednak rozdíl aktivit uhlíku. [4]

*Podstata difuzní bariéry* spočívá v tom, že se mezi dva svařované materiály vloží kov nebo slitina s nízkou rozpustností uhlíku. Tato vrstva působí jako bariéra bránící difuzi uhlíku mezi materiály. Hodnota součinitele teplotní roztažnosti vložené vrstvy se musí nacházet mezi hodnotami obou svařovaných materiálů. Tím vrstva zároveň umožní snazší relaxaci vznikajících pnutí. Použití difuzní bariéry pro zamezení přerozdělování uhlíku není stoprocentně účinné. Hlavními parametry, které určují účinnost bariéry jsou její tloušťka, teplota a doba provozu spoje, včetně tepelného zpracování. Materiálem difuzní bariéry, používaným pro spoj feritické a austenitické ocele jsou nejčastěji slitiny na bázi niklu, popř. čistý nikl. [4]

## 1.3 Fúzní reaktor

Existují dvě možnosti pro výrobu elektrické energie pomocí uvolňování energie jaderné. První možností je štěpení, kdy se jádra těžkých prvků rozpadají na prvky lehčí. Tento proces je v přírodě celkem běžný a používá se i v současných jaderných elektrárnách. Druhou možností je slučování lehkých jader za vzniku jader těžších. Samovolné slučování jader na Zemi nenajdeme. Z Obr. 1.1 je patrné, že slučováním lehkých jader je možné získat mnohem více energie než štěpením těžkých jader. energii získanou při slučování i štěpení je možné vypočítat pomocí vztahu:  $E = \Delta m \times c^2$ ; kde  $E$  je energie,  $\Delta m$  je úbytek hmoty,  $c$  je rychlost světla. [3] [11]



Obr. 1.1- Závislost průměrné klidové hmotnosti nukleonu v jádře na počtu nukleonů v jádře [11]

Pro sloučení dvou lehkých jader je nutné, aby se k sobě navzájem přiblížila na vzdálenost  $10^{-14}$  m, kdy začínají působit silné jaderné síly. Pro takové přiblížení je nutné překonat elektrostatickou odpudivou sílu souhlasně nabitých jader. Toho lze dosáhnout tak, že se jádra budou srážet při velmi vysokých rychlostech. Těchto rychlostí se dosahuje zahřátím na velmi vysoké teploty, tzv. zápalná teplota (150 milionů °C). [3] [11]

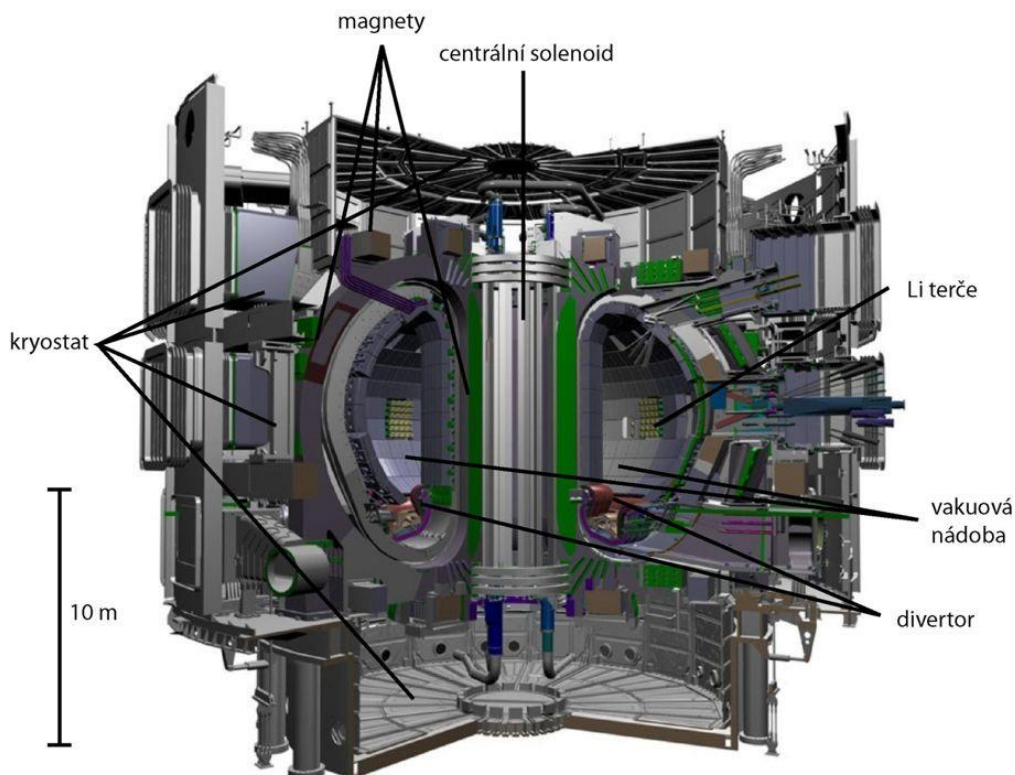
Udržet palivo pohromadě dostatečně dlouhou dobu nutnou k ohřevu na vysoké teploty je zásadním problémem řízené fúze. Existují dvě možnosti, jak toho lze dosáhnout. Jednou z možností je zahřát malé množství paliva ve formě kapsle tak rychle, že dojde k fúzi dříve, než se palivo rozletí do okolí. Jde vlastně o fúzní minibombu. Druhou z možností je držet palivo v magnetickém poli a ohřívat jej až na zápalnou teplotu. [3]

Jako nejslibnější možnost využití řízené jaderné fúze se zatím jeví stavba velkých reaktorů typu tokamak, ve kterých je plasma drženo v magnetickém poli uvnitř toroidní komory, kde je urychlováno a ohříváno na požadované teploty. V současné době je budován tokamak ITER, který bude prvním tokamakem s pozitivní energetickou bilancí. Následující text bere v potaz konstrukci tokamaku ITER. [3]

Jako palivo fúzního reaktoru jsou používány dva izotopy vodíku: deuterium a tritium. Tato kombinace byla zvolena z důvodu nejnižší zápalné teploty. Deuterium se vyskytuje v přírodě a lze ho získávat z mořské vody. Tritium se v přírodě nevyskytuje a je nutné ho uměle vyrobit. Výroba tritia bude probíhat přímo uvnitř vakuové komory. Na stěnách komory budou umístěny lithiové terče, které při bombardování neutrony uvolňují tritium. Výsledkem fúzní reakce mezi deuteriem a tritiem je vznik helia a neutronu s velmi vysokým ziskem energie [3]:



Na Obr. 1.2 je schéma reaktoru ITER, ve kterém budou použity nové kombinace různých druhů materiálů pro jednotlivé části reaktoru. Tato práce se zabývá spojením materiálů realizovaným v divertoru, kterému proto bude věnována větší pozornost.



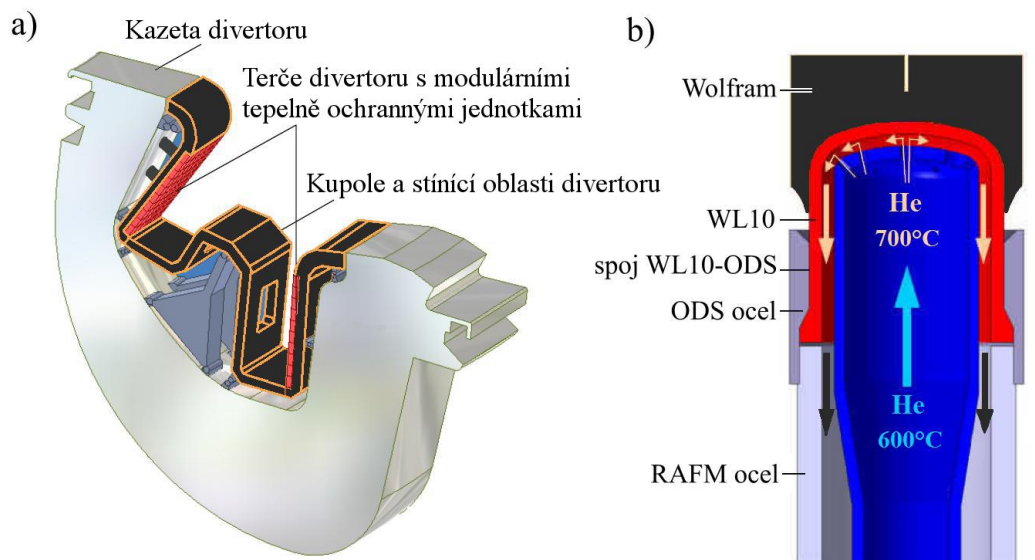
Obr. 1.2 - Schéma reaktoru ITER [3]

### 1.3.1 Divertor

Divertor se nachází ve spodní části vakuové komory (Obr. 1.2) a slouží především pro odvod produktů fúzní reakce a dalších nečistot, čímž minimalizuje kontaminaci plasmu. Zároveň chrání vakuovou komoru a supravodivé magnety před vysokými teplotami a neutronovým zářením. Povrch musí odolávat tepelnému toku minimálně  $10 \text{ MW/m}^2$ . V plánované fúzní elektrárně DEMO se bude divertor podílet také na výrobě elektrické energie. [12] [13]

Životnost divertoru je odhadována na 1-2 roky. V průběhu života fúzního reaktoru bude tedy nutné divertor vyměňovat. Z toho důvodu je složen z jednotlivých kazet (Obr. 1.3a), které umožňují snadnější manipulaci i údržbu. V současnosti existují tři konstrukce divertoru v závislosti na použitém chladicím médiu (voda, tekutý kov, hélium). V plánovaném fúzním reaktoru ITER je použit divertor chlazený vodou. V budoucí fúzní elektrárně DEMO se počítá s chlazením pomocí hélia. Hélium je více inertní než voda a zároveň umožňuje práci za vyšších teplot. [12] [13] [14]

Divertor chlazený héliem je navržen v několika konfiguracích různých velikostí. Jako nejlepší se ukazuje tzv. prstový koncept, který používá malé modulární jednotky, které umožňují minimalizovat tepelné napětí (Obr. 1.3b). Tento koncept se skládá z hexagonálních „dlaždic“ z čistého wolframu, které slouží jako obětovaný tepelný štít a který je pomocí pájení spojen s chladicím „prstem“ ze slitiny WL10 (W-1 %  $\text{La}_2\text{O}_3$ ). Teplota materiálu WL10 se musí pohybovat v rozmezí od  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  (tranzitní teplota ozářeného WL10) do  $1300 \text{ }^\circ\text{C}$  (teplota překrystalizace ozářeného WL10). Tato sestava je spojena s podpůrnou konstrukcí z ODS oceli (**O**xide **D**ispersion **S**trengthened). Obvykle se toto spojení provádí pomocí tvrdého pájení. [15]



Obr. 1.3 - a) Kazeta divertoru [14]; b) Modulární jednotka kazety divertoru [14]

## 1.4 Materiály divertoru fúzního reaktoru

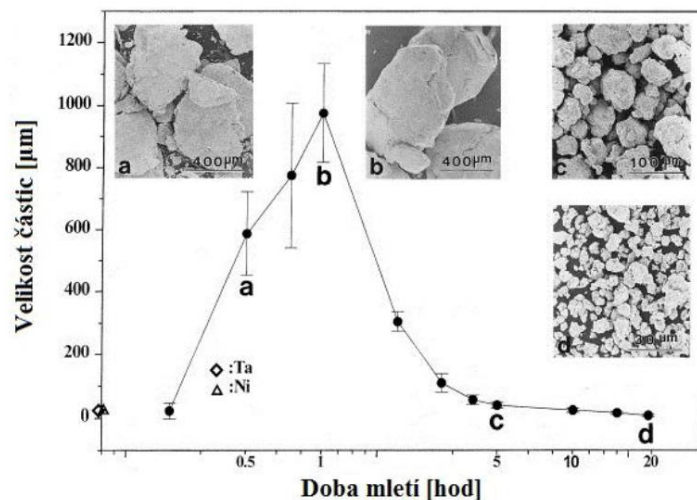
### 1.4.1 ODS ocel

ODS oceli vycházejí z 9-12 % Cr ocelí. Disperzního zpevnění je dosaženo pomocí nanočástic oxidu, zpravidla  $Y_2O_3$ . Tento oxid je stabilní i za vysokých teplot, díky čemuž jednak brání růstu zrn a také zvyšuje odolnost proti tečení. Velikost částic  $Y_2O_3$  se pohybuje v rozmezí 10-50 nm a střední vzdálenost mezi částicemi je 50-300 nm. ODS oceli se vyznačují vysokou odolností proti tečení, vynikající korozivzdorností a žáruvzdorností a také radiační odolností. Uplatnění nacházejí v průmyslu tepelného zpracování (regály, trysky hořáků), v leteckém průmyslu (vodící lopatky), sklářském průmyslu (míchadla) atp. Jejich použití se předpokládá i v budoucích fúzních elektrárnách. [16] [17]

#### *Výroba ODS ocelí*

ODS oceli jsou vyráběné práškovou metalurgií. Uplatňuje se zde proces mechanického legování, který je definován jako výroba kovových a nekovových prášků s kontrolovanou mikrostrukturou a morfologií ve vysoce-energetických kulových mlýnech nebo attritorech. [17] Cílem mletí je rovnoměrné promísení vstupních prášků a dosažení homogenní struktury. Během mletí dochází ke spojování částic, s pokračující deformací se částice zpevňují a praskají. Po určité době dojde k ustanovení rovnováhy mezi spojováním a praskáním částic, čímž se docílí požadované struktury (Obr. 1.4). [18]





Obr. 1.4 - Závislost velikosti částic na době mletí [18]

Pro získání výsledného tvaru, rozměrů a vlastností je nutná konsolidace prášku. Proces probíhá za působení různých parametrů a jejich kombinací, nejčastěji jde o tlak a zvýšenou teplotu. K dosažení optimálních vlastností následuje po konsolidaci prášku tepelné zpracování. Mezi technologie konsolidace prášku lze zařadit například:

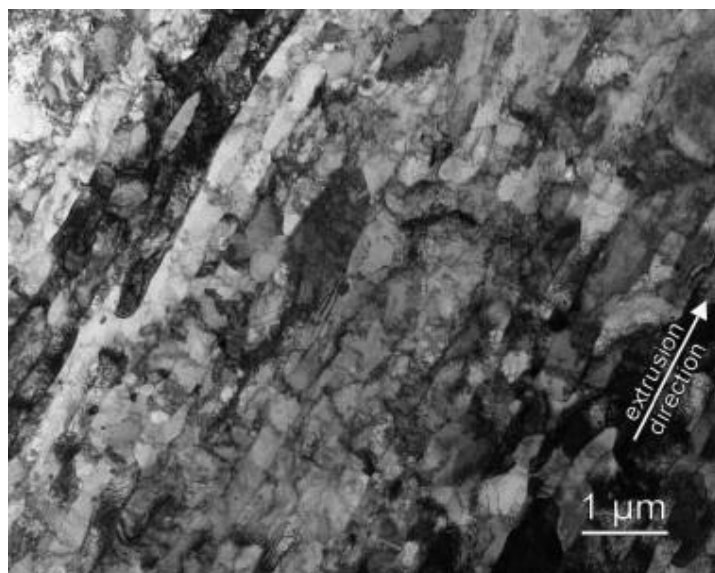
- Lisování za tepla
- Izostatické lisování za tepla
- Protlačování
- Spark plasma sintering

#### Mikrostruktura ODS ocelí

Mikrostruktura ODS ocelí je většinou feritická, pro nižší provozní teploty feriticko – martenzitická. Mezi hlavní legury se řadí Cr, Al, Ti, Mo a  $Y_2O_3$ . Chrom dodává oceli pevnost a odolnost vůči oxidaci. Zároveň stabilizuje feritickou strukturu. Hliník v kombinaci s chromem výrazně zvyšuje odolnost vůči oxidaci. Přidání 4 % Al do oceli s vysokým obsahem Cr zvýší odolnost proti oxidaci až 3,5×. Molybden se přidává pro zvýšení houževnatosti. Titan zpevňuje tuhý roztok a brání zkřehnutí po hranicích zrn tvorbou precipitátu TiC a TiN. Navíc titan zabraňuje odpařování chromu během žhání. Oxidy yttria ve formě rovnoměrně rozptýlených nanočástic působí jako překážky proti pohybu dislokací, čímž zvyšují pevnost za vysokých teplot. Zároveň zlepšují odolnost materiálu vůči radiačnímu poškození. [19] [20] [21]

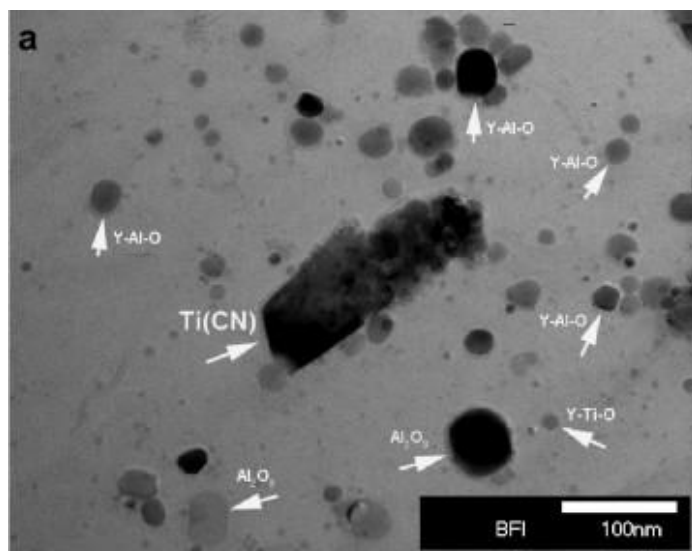
Vzhledem ke způsobu výroby ODS ocelí dochází ke vzniku anizotropie struktury (Obr. 1.5) a z toho vyplývající anizotropie vlastností. Poměr velikosti zrn ve směru podélném ku příčnému může být až 10:1. Ke zmírnění anizotropie je využíváno rekrytalizační žhání. [20]





Obr. 1.5 - TEM snímek mikrostruktury extrudované ODS oceli [20]

Částice přítomné ve struktuře lze rozdělit podle velikosti na sub-mikronové částice a nano částice. Mezi sub-mikronové částice se řadí precipitáty typu TiC a TiN s průměrnou velikostí 200 nm. Do druhé skupiny patří precipitáty na bázi yttria. Částice čistého  $Y_2O_3$  jsou ve struktuře vzácné, jelikož během výroby dochází ke vzniku komplexních oxidů Y-Al-O a Y-Ti-O. Oxidy typu Y-Al-O se v ODS ocelích vyskytují ve dvou variantách jako  $Al_2Y_4O_9$  (35-50 nm) a  $Y_3Al_5O_{12}$  (50-100 nm). Oxidy typu Y-Ti-O tvoří buď nestechiometrické částice značené jako  $Y_xTi_yO_z$  (2-15 nm) nebo  $Y_2Ti_2O_7$  (15-30 nm). Ke zvýšení pevnosti za vysokých teplot nejvíce přispívají oxidy typu Y-Ti-O, které jsou menší a mají vyšší odolnost proti hrubnutí než oxidy typu Y-Al-O. Mezi nano částice lze zařadit i  $Al_2O_3$ , jejichž průměrná velikost je kolem 60 nm. Tento oxid za vysokých teplot rychle hrubne a na rozdíl od ostatních nano částic způsobuje pokles pevnosti. Struktura ODS oceli je na Obr. 1.6. [22] [23] [24]

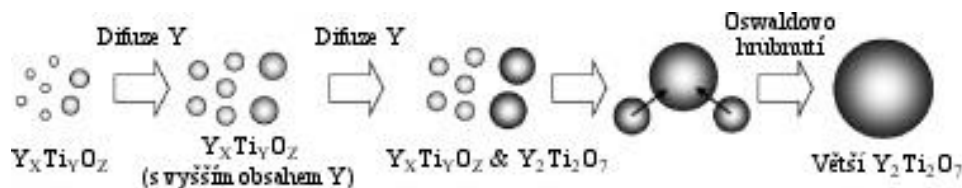


Obr. 1.6 – Snímek z extrakční repliky ODS oceli v módu STEM [9]

#### Dlouhodobé žíhání

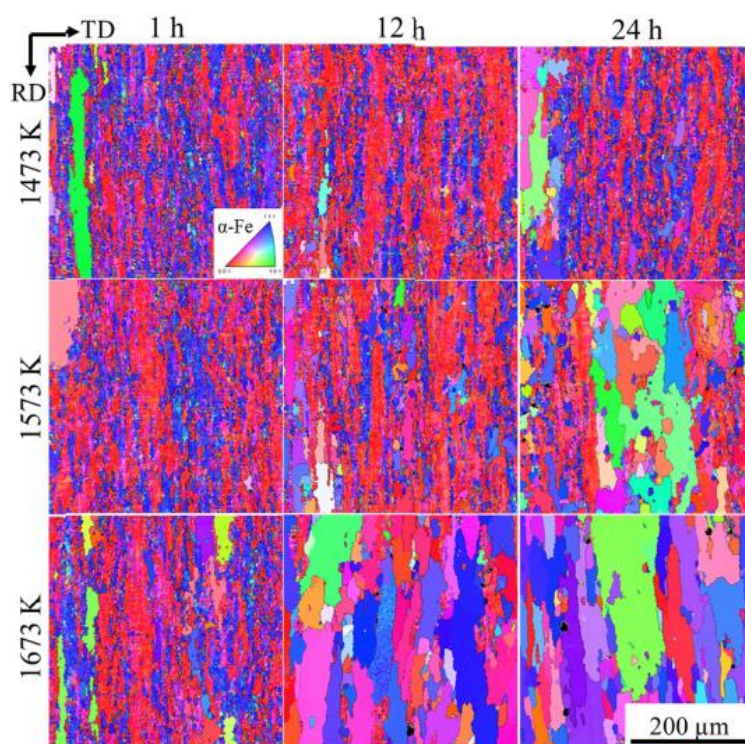
Ke zvýšení pevnosti ODS ocelí za vysokých teplot nejvíce přispívají částice typu Y-Ti-O, které vykazují velmi dobrou stabilitu. Ukazuje se, že k výraznějšímu hrubnutí těchto částic dochází až při teplotách okolo 1300 °C. Hrubnutí je řízeno difuzí atomů yttria (Obr. 1.7). Difuze yttria

v Fe-Cr matrici je obtížná a vyžaduje vysoké teploty k aktivaci, což odpovídá vysoké stabilitě částic Y-Ti-O. [25] [26]



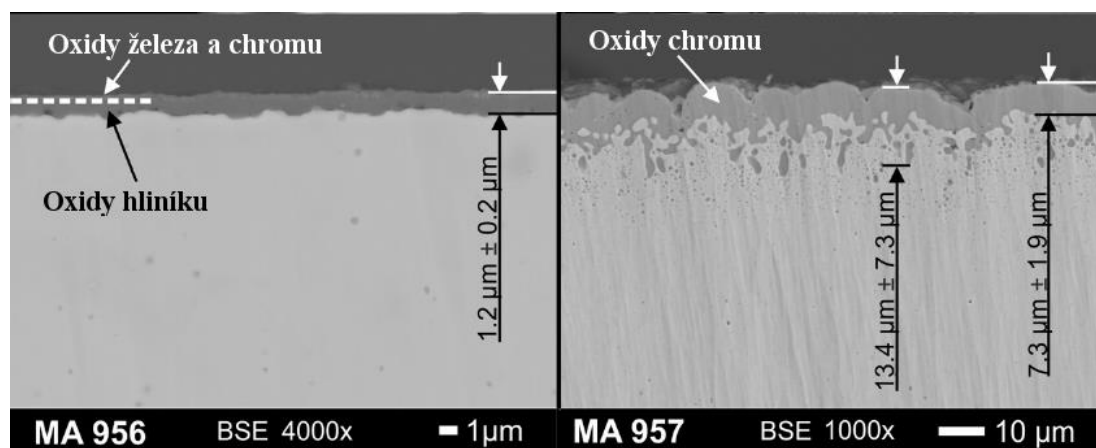
Obr. 1.7 - Schéma hrubnutí částic Y-Ti-O [26]

Disperzní nano částice působí jako překážky pro pohyb dislokací a hranic zrn, čímž zajišťují odolnost matrice vůči rekrytalizaci. Rekrytalizaci tedy musí přecházet hrubnutí disperzních oxidů, čímž dochází ke snižování počtu těchto částic a k usnadnění pohybu dislokací a hranic zrn. Z Obr. 1.8 je patrné, že rekrytalizace nastává až za podmínek hrubnutí částic Y-Ti-O. [25]



Obr. 1.8 – Průběh rekrytalizace matrice ODS oceli za různých teplot [25]

Při dlouhodobé tepelné expozici dochází k oxidaci povrchu. Na povrchu vzniká ochranná vrstva oxidů chromu, na které může být v některých případech i vrstva oxidů železa. V případě přítomnosti hliníku v oceli je ochranná vrstva doplněna o oxidy hliníku. Tloušťka vrstvy se liší podle chemického složení základního materiálu. Nejnižších hodnot dosahují feritické ODS oceli, tloušťka ochranné vrstvy se pohybuje v rozmezí od 1 do 20  $\mu$ m. Obecně platí, že s rostoucím obsahem chromu klesá tloušťka ochranné vrstvy. Na Obr. 1.9 je porovnání ochranných vrstev dvou feritických ODS ocelí MA 956 (Fe-20Cr-3,5Al-0,3Ti-0,5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) a MA 957 (Fe-14Cr-1Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). [27] [28]



Obr. 1.9 - Oxidické vrstvy po žhání při 1000 °C po 24 h v Ar atmosféře [28]

V materiálech vyráběných práškovou metalurgií byl během dlouhodobého žhání pozorován nárůst porozity. Vznik pórů vysvětluje více teorií. Jedna z teorií předpokládá, že při výrobě jsou vytvořené malé póry, u kterých během vysokoteplotní expozice dochází k růstu a aglomeraci. Jiná teorie tvrdí, že při použití argonové atmosféry během mechanického legování dochází k zachycení argonového plynu na povrchu oxidických částic. [25] Druhou teorii podporuje experiment, který provedl Turker [29], jenž pozoroval nižší porozitu při použití vodíkové atmosféry během mechanického legování namísto atmosféry argonové.

#### Radiační poškození

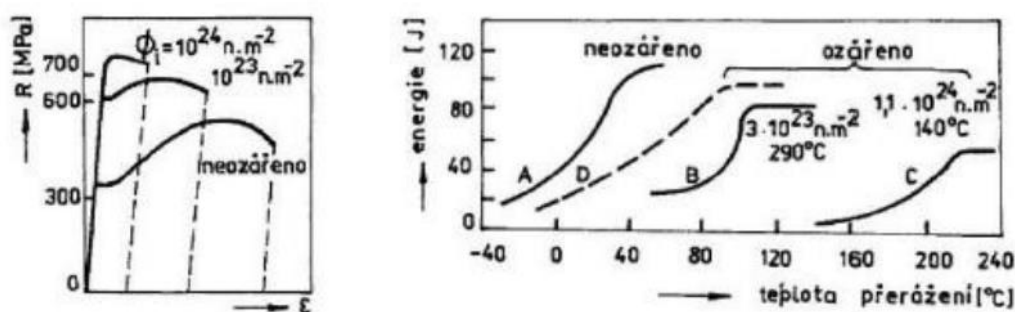
Radiační poškození způsobuje radiační záření, které je schopno vyvolat změny ve struktuře materiálu doprovázené změnou mechanických vlastností. Z různých typů záření ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , neutronové) je z praktického hlediska nejvýznamnější složkou neutronové záření. Druh interakce a ovlivnění vlastností látky zářením závisí na vlastnostech materiálu a charakteristikách záření. V zásadě mohou nastat dva typy interakcí. Prvním typem je interakce záření s elektrony. Energií záření přebírají vnější elektrony atomů ozařované látky, což vede k ionizaci látky. Díky vyrovnávacímu účinku volných elektronů v kovové vazbě je tato interakce u kovů zanedbatelná. Druhým typem je interakce záření s jádrem atomu, při které mohou nastat tyto případy [5] [30]:

- energie předaná atomu nestačí k opuštění uzlového bodu a zvýší se pouze energie kmitů mřížky
- energie předaná atomu stačí k opuštění uzlového bodu a k jeho umístění v intersticiální poloze
- záchyt bombardující částice v jádru atomu, což vede k transmutaci nebo ke štěpení atomu

K vyrazení atomu z uzlového bodu mřížky je třeba určitá energie (Vignerova energie). Pro kovy se hodnoty této energie pohybují v rozmezí 10-40 eV. Při srážce rychlého neutronu s jádrem atomu dochází k jeho vyrazení z uzlové polohy a pohybu mřížkou. Tyto atomy se označují jako PKA (Primary Knock-on Atom). PKA může vyrazet další atomy z jejich uzlových poloh, čímž dochází k sérii sekundárních srážek mezi atomy. Tímto mechanismem vzniká v materiálu velké množství Frenkelových poruch (dvojice vakance – intersticiál). Při poklesu energie vyraženého atomu pod hodnotu nezbytnou k vyrazení dalšího atomu z uzlové polohy dochází k velmi rychlému odevzdání této zbylé energie okolním atomům, což způsobí zvětšení kmitů mřížky. To se projeví tepelným rázem v oblasti zahrnující asi  $10^3$  atomů, která se na dobu asi  $10^{-10}$  sekund ohřeje až o 1000 K. To může vést k natavení a rychlému ztuhnutí, což může způsobit fázovou transformaci. V důsledku těchto mechanismů dochází ke vzniku dislokačních smyček, stupňů na dislokacích, dutin, amorfních oblastí, oblastí s fázovou transformací atd. [5] [30]

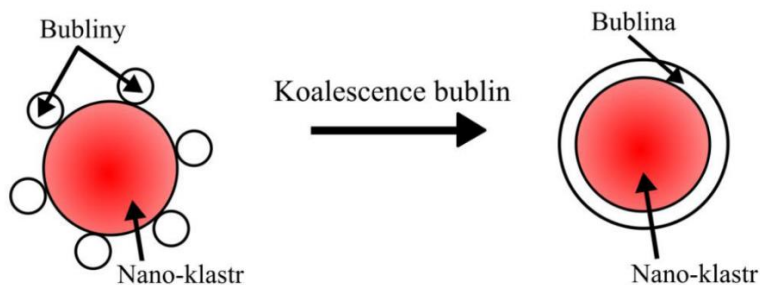
Zachycení neutronu v jádře atomu ozařované látky vyvolává transmutaci jádra. Vzniká těžší izotop téhož prvku nebo iont jiného prvku. Tímto způsobem mohou vznikat heliové atomy, které následně difundují k hranicím zrn a způsobují zkrěhnutí materiálu. [30]

Při ozáření dochází k růstu meze kluzu a pevnosti a zároveň k poklesu houževnatosti doprovázené zvýšením tranzitní teploty (Obr. 1.10). V důsledku přítomnosti velkého množství vakancí dochází k výraznému usnadnění difuzních pochodů (creep, segregace, ...) Vlivem shlukování vakancí dochází k nukleaci a růstu dutin, což má za následek zvětšování objemu materiálu, tzv. radiační bobtnání (swelling). [30] [31]



Obr. 1.10 - Projevy radiačního poškození [30]

Nejproblémovější se z hlediska fúzních reaktorů jeví transmutace jádra a následná tvorba hélia v materiálu. Navíc se v těchto reaktorech počítá se vznikem hélia jako produktu fúzní reakce. Hélium tvoří v materiálu bubliny, které difundují na hranice zrn nebo do mřížových poruch. V ODS ocelích slouží částice typu  $Y_xTi_yO_z$  jako nukleační místa pro bubliny hélia. Tyto bubliny postupně aglomerují kolem částice, čímž dochází k jejich zachycení (Obr. 1.11) a v důsledku čehož se zvyšuje radiační odolnost. [32]



Obr. 1.11 - Mechanismus koalescence bublin [32]

## 1.4.2 Wolfram

Wolfram lze považovat za jeden z nejvýznamnějších žárovečných kovů, a to díky jeho vysoké teplotě tání (3420 °C – nejvyšší ze všech kovů) a dobrým vlastnostem za vysokých teplot. Mezi vlastnosti wolframu patří vysoká pevnost a korozní odolnost za zvýšených teplot, vysoký modul pružnosti, dobrá pevnost v tlaku, odolnost proti opotřebení a vysoká tvrdost. Kromě toho má dobrou tepelnou vodivost a malou teplotní roztažnost. Wolfram je důležitou přísadou nástrojových a žáruvzdorných ocelí, u kterých zvyšuje tvrdost a odolnost vůči opotřebení za vysokých teplot. Jednou z nejrozvinutějších aplikací je využití karbidu wolframu (WC) pro výrobu výměnitelných břitových destiček. Díky vysoké odolnosti vůči odprašování se wolfram řadí mezi nejslibnější materiály pro využití ve fúzních reaktorech jako tepelný štít. [33]

Polykrystalický wolfram je inherentně křehký, což dlouhou dobu bránilo jeho použití v praxi. Průlom znamenal využití práškové metalurgie. Wolfram je získáván z wolframové rudy, která

se nejčastěji vyskytuje ve formě (Fe/Mn)WO<sub>4</sub> nebo CaWO<sub>4</sub>. Z těchto rud se postupnými procesy získává WO<sub>3</sub>, který je dále redukován vodíkem, resp. uhlíkem za teplot 750 °C, resp. 1400 °C. Výsledkem této redukce je čistý práškový wolfram, který se dále zpracovává běžnými postupy práškové metalurgie. [34]

Vzhledem k výrobě pomocí práškové metalurgie dochází ke vzniku anizotropie struktury, která je tvořena protaženými zrny. Redukce wolframu z WO<sub>3</sub> není dokonalá, a tedy se výsledná struktura obvykle skládá z čistého wolframu a jeho různých oxidů. Nejčastějším oxidem je WO<sub>2</sub>, který vzniká při nedokonalé redukci a během slinování dochází k jeho vzniku na hranicích zrn, čímž zvyšuje celkovou křehkost. [35] Mezi další oxidy nacházející se ve struktuře patří WO<sub>3</sub> a W<sub>3</sub>O<sub>8</sub>. [36] Všechny uvedené částice jsou ve struktuře nežádoucí a je snaha je minimalizovat.

Mezi nejvýznamnější vlastnosti, které omezují použití wolframu jsou jeho tranzitní lomové chování a rekrystalizace. Tranzitní teplota se pohybuje okolo 600 °C, čímž je určena minimální provozní teplota. Za pokojové teploty má wolfram prakticky nulovou houževnatost. Snížení tranzitní lomové teploty lze dosáhnout například přidáním rhenia nebo La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [33] [37]. Maximální provozní teplotu omezuje teplota rekrystalizace. Ta se pohybuje okolo 1300 °C a nad touto teplotou dochází k růstu zrna a k poklesu mechanických vlastností. Zvýšit teplotu rekrystalizace a zároveň i pevnost a creepovou odolnost lze pomocí disperzního zpevnění. V současné době se nejvíce používá zpevnění pomocí oxidů La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. [33] [37] [38]

## 1.5 Metody spojování ODS/W

### 1.5.1 Tvrdé pájení

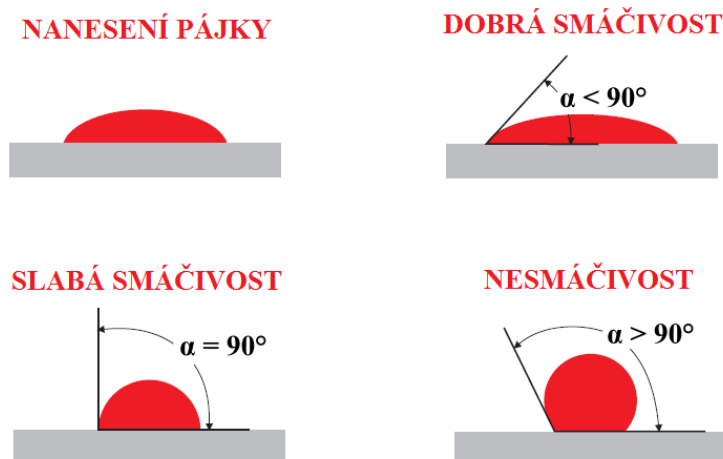
Jako pájení se označuje technologie spojování materiálů pomocí roztaveného přídavného materiálu, tzv. pájky, přičemž nedochází k natavení základních materiálů. Pájení se rozděluje podle teploty tavení pájek na měkké a tvrdé. V případě tvrdého pájení je teplota tavení pájek vyšší než 450 °C, ale nižší než teplota tavení spojovaných materiálů. Mezi hlavní přednosti pájení patří jeho univerzálnost. Umožňuje spojovat různé typy materiálu i s rozdílnými teplotami tavení nebo například keramiku. [1] [39]

#### *Fyzikální podstata pájení*

Smáčivost je definovaná jako schopnost tekuté pájky přilnout k povrchu spojovaného materiálu při dané teplotě. Souvisí s výsledným povrchovým napětím v místě spoje. Velikost smáčivosti je určena úhlem smáčení  $\alpha$ . Ten lze vypočítat podle následující rovnice:

$$\cos \alpha = \frac{\sigma_k - \sigma_r}{\sigma_{sp}} \quad (1.3)$$

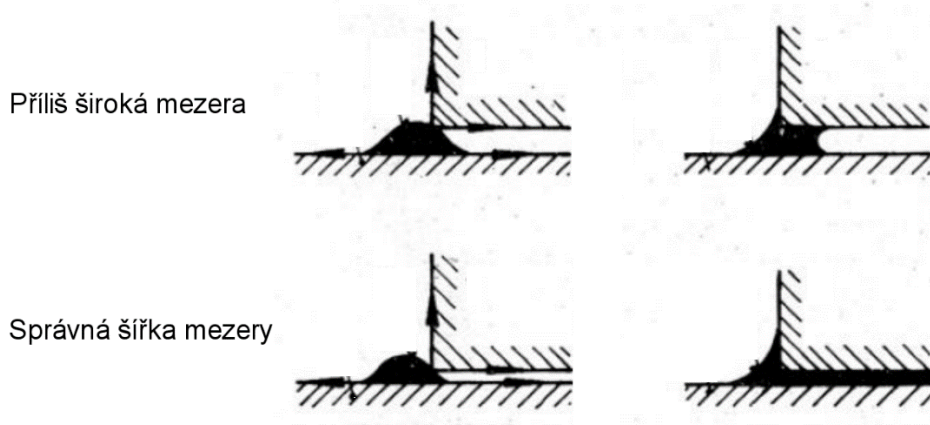
kde  $\sigma_k$  je povrchové napětí mezi pájeným materiálem a okolní atmosférou;  $\sigma_r$  je povrchové napětí mezi pájeným materiálem a pájkou;  $\sigma_{sp}$  je povrchové napětí mezi pájkou a okolní atmosférou. Vyhodnocení smáčivosti na základě úhlu smáčení je zobrazeno na Obr. 1.12. [1]



Obr. 1.12 - Vyhodnocení smáčivosti na základě úhlu smáčení [40]

Roztékavost je definovaná jako schopnost tekuté pájky roztéci se po vodorovném povrchu spojovaného materiálu při dané teplotě. [39]

Vzlínavost (kapilarita) je definovaná jako schopnost tekuté pájky vyplnit při dané teplotě úzkou mezeru spoje působením kapilárních sil. Vznik kapilární síly je spojen s povrchovým napětím tekuté pájky. Typický pájený spoj má velkou plochu a malou šířku mezery. Velikost mezery má vliv na pevnost spoje. Vliv šířky mezery spoje na plnění mezery pájkou je na Obr. 1.13. [1] [39]



Obr. 1.13 - Vliv šířky mezery spoje na plnění mezery pájkou [41]

Při pájení je tekutá pájka a tuhý základní materiál určitou dobu ve vzájemném styku. Podle druhu pájky a základního materiálu může na hranici jejich styku nastat některá z těchto reakcí:

- adhezní spojení
- vzájemná difuze prvků pájky a základního materiálu
- rozpouštění základního materiálu použitou pájkou

U adhezního spojení nedochází k vzájemné rozpustnosti pájky a základního materiálu, díky čemuž zůstává chemické složení spojovaných materiálů nezměněno. [39]

Ve většině případů dochází k difuzi, čímž mezi pájkou a základním materiálem vzniká přechodová oblast. Tyto spoje vykazují vyšší pevnost než spoje, u kterých došlo pouze k adheznímu



spojení. V některých případech je difuze nežádoucí, jelikož může způsobovat tzv. pájecí praskavost. [39]

Rozpouštění základního materiálu použitou pájkou je nežádoucí jev, především u tenkostěnných materiálů. Při rozpouštění dochází ke zmenšování účinné tloušťky základního materiálu, čímž se snižuje pevnost spoje. Dále je tento jev nežádoucí při spojování povlakovaných materiálů nebo polovodičů a supravodičů, u kterých se během rozpouštění mění jejich chemické a elektrické vlastnosti. [1] [39]

#### *Spojování wolframu tvrdým pájením*

Wolfram se, podobně jako ostatní vysokotavitelné kovy, pájí převážně v ochranné atmosféře nebo ve vakuu. V kombinaci s požadavkem na vyšší provozní teploty jsou za ideální považovány pájky na bázi niklu, železa, platiny nebo paladia. Nejčastěji používanými technologiemi pro pájení wolframu jsou: pájení v peci, indukční pájení nebo pájení laserem či elektronovým paprskem. [1] [39]

### 1.5.2 Svařování elektronovým paprskem

Zařízení pro práci s elektronovým paprskem využívá proudu vysoce urychlených elektronů, jejichž kinetická energie se v místě dopadu na vzorek přeměňuje na energii tepelnou a tím dochází k natavení materiálu. Tato technologie je využívána již od padesátých let minulého století, a to především kvůli požadavku na spojování nových materiálů, které byly klasickými technikami svařitelné jen velmi obtížně nebo vůbec. Mezi hlavní přednosti svařování pomocí elektronového paprsku patří minimalizace vneseného tepla do svarového spoje, čímž dochází k výraznému omezení tepelně ovlivněné oblasti. [42] [43]

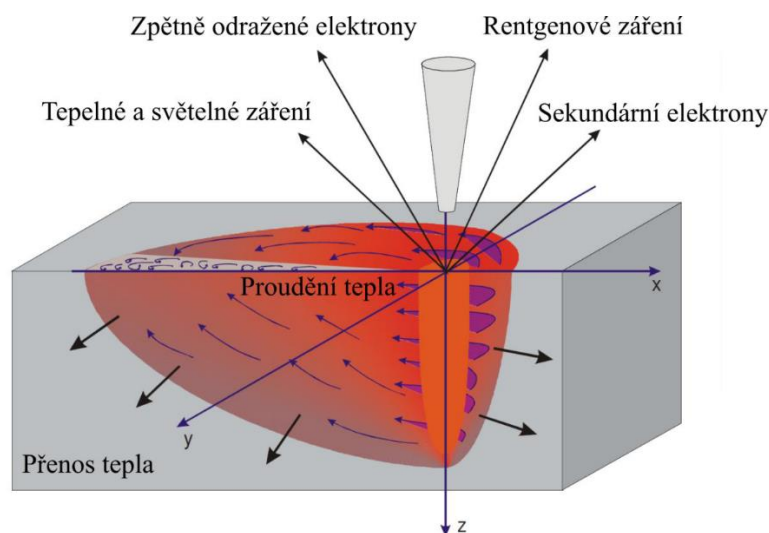
#### *Interakce elektronů s materiálem*

Hloubka, do které mohou elektrony po dopadu na materiál pronikat závisí na hustotě daného materiálu a na energii elektronů. V závislosti na těchto parametrech se hloubka vniku pohybuje od tisícín do desetin milimetrů. Hloubku vniku lze odhadnout pomocí vztahu (1.4). V těchto hloubkách dochází k předání kinetické energie elektronů atomům v materiálu, čímž se zvyšují vibrace atomů v krystalové mřížce. Tato lokálně dodaná energie se následně šíří do celého objemu formou postupných srážek mřížkových fononů, což se projevuje nárůstem teploty. [1] [44]

$$d_V = 2,1 \cdot 10^{-5} \frac{U_A^2}{\rho} \quad (1.4)$$

( $d_V$  – hloubka vniku [ $\mu\text{m}$ ];  $U_A$  – urychlovací napětí [V];  $\rho$  – hustota materiálu [ $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ])

Ne všechny elektrony přispívají ke zvyšování teploty. Některé elektrony předají jen část své kinetické energie a následně jsou pružnými srážkami zpětně emitované nad povrch. Tyto elektrony jsou označovány jako zpětně odražené elektrony (BSE – **B**ack**S**cattered **E**lectrons). Další možnou interakcí je vznik sekundárních elektronů (SE – **S**econdary **E**lectrons). Ty vznikají při srážce primárních elektronů s elektrony uspořádanými okolo atomů daného materiálu, čímž dochází k jejich vyrazení z materiálu. Dále dochází ke vzniku rentgenova, tepelného a světelného záření. Tyto záření mají různou velikost energie a jejich vznik souvisí se vznikem SE. Interakce elektronového svazku s materiálem je zobrazena na Obr. 1.14. [43] [44]



Obr. 1.14 - Interakce elektronového svazku s materiálem [45]

### Zařízení pro práci s elektronovým paprskem

Existuje několik typů zařízení, lišících se konstrukcí v závislosti na použití. Veškerá zařízení se však skládají z těchto základních částí: zdroj elektronů, elektronová optika, řídicí systém a pracovní komora. Schéma zařízení pro práci s elektronovým paprskem je uvedeno na Obr. 1.15.

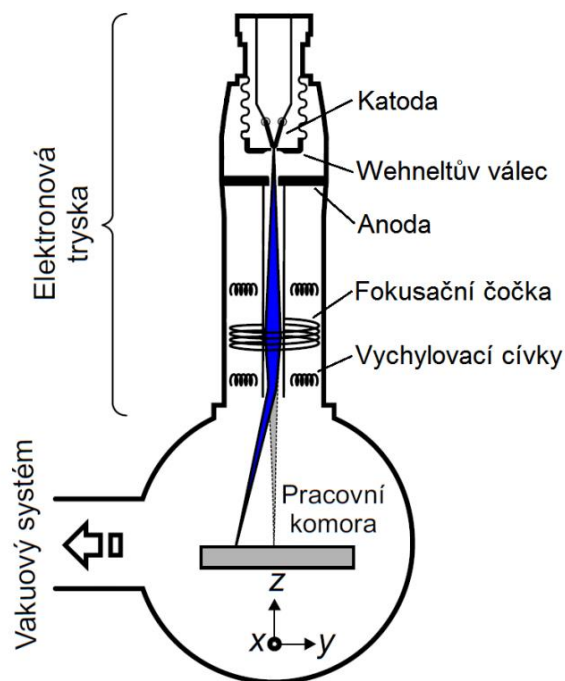
Jako zdroj elektronů se používá termoemisní katoda vyrobená nejčastěji z wolframového drátu ohnutého do tvaru písmene „V“. Wolframový drát je zahříván průchodem elektrického proudu na teploty kolem 2700 °C, při které získávají elektrony energii potřebnou pro překonání výstupní práce a tím dochází k jejich emitaci. Elektrony jsou následně urychlovány elektrickým polem směrem k anodě. V blízkosti katody je umístěna třetí elektroda, tzv. Wehneltův válec. Na Wehneltův válec je přivedeno zápornější napětí než na katodu, čímž dochází k omezení počtu emitovaných elektronů a tím umožňuje snadné řízení proudu svazku. [43]

Elektronová optika je soustava magnetických čoček, které slouží k fokusaci, homogenizaci a směřování elektronového paprsku. Magnetické čočky jsou tvořeny válcovou budicí cívkou opláštěnou feromagnetickým materiálem. Změna ohniskové vzdálenosti magnetických čoček se provádí změnou proudu procházejícím budicími cívkami. Vzniklé magnetické pole uvnitř fokusačních čoček usměrňuje trajektorii procházejících elektronů do požadovaného průměru při dopadu na povrch materiálu. Kromě fokusačních čoček patří do elektronové optiky také tzv. deflektor. Ten způsobuje vychylování osy svazku od optické osy soustavy, čímž umožňuje změnit místo dopadu paprsku do požadované oblasti na povrchu materiálu. [43]

Pracovní komora obsahuje pracovní stůl, ke kterému je upnuta svařovaná součást. Pracovní stůl obvykle umožňuje pohyb ve dvou osách X-Y a lze jej doplnit zařízením, které umožňuje další pohyby (rotace, naklápění, z-posuv). [43]

Aby nedocházelo k rozptylu a ztrátě energie primárního svazku v důsledku kolizí s molekulami vzduchu, je nutné dosáhnout dostatečného vakua v prostoru, kterým svazek prochází. Nejvyšší požadavky na vakuum jsou u zdroje elektronů, kde by se měl tlak pohybovat okolo  $10^{-2}$  -  $10^{-3}$  Pa. V pracovní komoře není vyžadován takto nízký tlak. Díky tomu je možné pro úsporu času a energie zavést jeden samostatný vakuový okruh pro pracovní komoru a druhý pro elektronové dělo. Levnější variantou je použití systému clon, kterými je postupně snižována hodnota vakua tak, že v místě zdroje elektronů je vysoké vakuum, které směrem k pracovní komoře klesá. [1] [43]



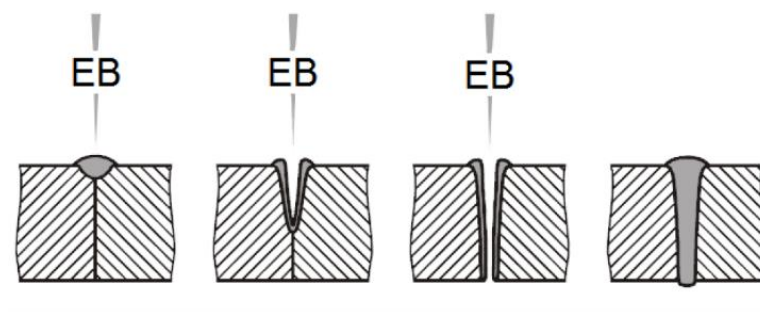


Obr. 1.15 - Schéma zařízení pro práci s elektronovým paprskem [43]

### Svařování elektronovým paprskem

Svařování elektronovým paprskem patří k neznámějším a nejpoužívanějším technologickým aplikacím elektronového paprsku. Zaostřený elektronový svazek zahřívá spojované materiály na teplotu vyšší, než je teplota tavení. Při správném sesazení svařovaných součástí a optimálním nastavení parametrů elektronového paprsku, dochází k promísení taveniny na rozhraní (většinou bez nutnosti použití přídavného materiálu) a po ochlazení vzniká pevný spoj s charakteristickým tvarem. Při svařování se pohybují hodnoty energetické hustoty v rozmezí  $10^4 - 10^6 \text{ W} \times \text{mm}^{-2}$ . Tyto parametry umožňují vznik tzv. hloubkového efektu, díky čemuž mohou vznikat velmi hluboké průvary s minimální velikostí tepelně ovlivněné zóny. Dosahovaný poměr šířky ku hloubce může být až 1:30. Maximální hloubka průvaru je pro jednotlivé materiály různá. Například u nerezavějících ocelí dosahuje 300 mm, u mědi a hliníku se pohybuje okolo 150 mm. [43] [44]

Principu hloubkového efektu spočívá v rychlém ohřevu materiálu, který se lokálně roztaví a následně vypaří. Vznikající pára vytlačuje okolní taveninu do stran, čímž vzniká úzká kapilára, které se označuje jako klíčová dírka (keyhole). Díky této kapiláře může paprsek pronikat do mnohem větších hloubek, než jaké jsou dány vztahem (1.4). Při pohybu klíčové dírky ve směru svařování dochází k tavení dalšího materiálu, který obtéká klíčovou dírkou a v zadní části rychle tuhne a vytváří svar. Princip vzniku klíčové dírky je zobrazen na Obr. 1.16. [1]



Obr. 1.16 - Princip svařování technikou klíčové dírky [1]

Svařování elektronovým paprskem je vhodná technologie pro svařování materiálů s rozdílnými vlastnostmi, které konvenčními technologiemi není možné svařit. Jde například o kombinace materiálů hliník-titan, měď-ocel, tantal-molybden nebo ocel-wolfram. [43]

## 1.6 Modelování fázových diagramů

Znalost fázových diagramů je často klíčová pro hodnocení nebo návrhy spojů včetně svarových spojů, které kombinují různé materiály. Důležitou informací, kterou fázové diagramy nesou je potenciální možnost tvorby nežádoucích fází v mikrostruktuře spoje, a tedy jeho nedostatečná strukturní stabilita. Takové chování je možné s využitím zkušeností odhadnout již z fázového diagramu, pokud ovšem je takový diagram popisující konkrétní heterogenní svarový spoj k dispozici. Vzhledem k časové a finanční náročnosti experimentů se často využívá počítačových simulací, které umožňují z několika experimentálních výsledků predikovat rovnovážné stavy daného materiálu za „libovolných“ podmínek. Kvalita těchto predikcí závisí na vhodném matematickém popisu termodynamických funkcí a také na kvalitě vstupních dat.

Pro získání řešení fázové rovnováhy lze použít buď integrální nebo diferenciální podmínky fázové rovnováhy. Integrální podmínka fázové rovnováhy předpokládá, že za daných podmínek je za rovnovážný stav soustavy označen ten stav, který vykazuje nejnižší Gibbsovu energii. Tuto podmínku lze vyjádřit vztahem pro celkovou molární Gibbsovu energii soustavy za konstantního tlaku, teploty a celkového složení:

$$G_m^C = \sum_{j=1}^f p^j G_m^j(p, T, X_{i=1,s}^C) \quad G_m^C \rightarrow \min. \quad (1.5)$$

kde  $G_m^j$  je molární Gibbsova energie fáze  $j$  závislá na teplotě, tlaku a složení fáze. Její hodnota je určena pomocí vhodného termodynamického modelu fáze.  $p^j$  je molární podíl fáze  $j$  a  $f$  označuje počet fází v rovnováze. [46]

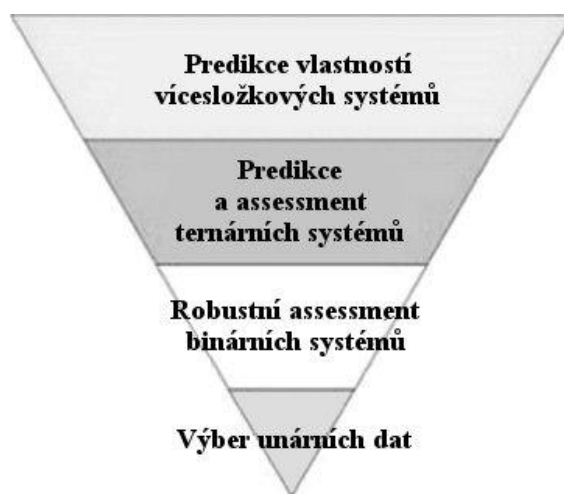
Diferenciální podmínka fázové rovnováhy vychází z chemických potenciálů. Stejně jako u integrální podmínky je nutné znát závislost molární Gibbsovy energie fáze  $G_m^j$  na tlaku, teplotě a složení. Pro získání rovnovážného stavu je nutné vyřešit soustavu nelineárních rovnic. [46]

U obou metod musí řešení odpovídat podmínkám zákona zachování hmoty, náboje a stochiometrie. Při dodržení těchto podmínek a při použití stejného termodynamického popisu Gibbsovy energie dávají obě metody shodné výsledky. Vzhledem k dostupnosti vstupních parametrů se ukazuje jako vhodnější použít integrální podmínku rovnováhy. [46]

Základní podmínkou pro úspěšné řešení fázové rovnováhy je volba vhodného matematického modelu, který popisuje závislost Gibbsovy energie fáze na tlaku, teplotě a složení fáze. V současnosti je jedním z nejpoužívanějších modelů tzv. vícemřížkový model. Vícemřížkový model vychází z představy, že se složky v krystalografické struktuře fáze vyskytují v několika typech poloh, které nejsou krystalograficky ekvivalentní. Soubor ekvivalentních poloh jednoho typu je označován jako tzv. podmřížka. Je tedy možné na skutečnou krystalografickou mřížku pohlížet jako na superpozici několika podmřížek. Vzhledem k odlišnostem ve fyzikálních vlastnostech složek a k rozdílné vzájemné interakci dochází při obsazování podmřížek složkami k jevu, že jednotlivé složky preferují jen určitý typ podmřížky. Výhodou tohoto modelu je, že ho lze použít jak na krystalickou fázi, tak i na taveninu či plynnou fázi. [46] [47]

Jednou z možných metod výpočtu fázových rovnováh, která využívá vícemřížkového modelu, je metoda Calphad (**C**alculation of **P**hase **D**iagrams). Jedná se o semi-empirickou metodu, která je založena na sekvenčním modelování termodynamických vlastností vícesložkových systémů. Tato metoda vyžaduje určité množství experimentálních dat, které popisují jednoduché

systemy. Metoda Calphad umožňuje, na základě experimentálních dat, extrapolaci fázových diagramů a termodynamických vlastností nebo umožňuje predikci chování komplexních systémů. Obr. 1.17 znázorňuje podstatu sekvenčního modelování. [48]



Obr. 1.17 - Sekvenční modelování termodynamických vlastností [48]

Z Obr. 1.17 plyne, že prvním krokem je získání parametrů pro čisté látky. Tyto parametry jsou určeny z teplotní závislosti Gibbsovy energie daného prvku v různých krystalografických strukturách (stabilních i nestabilních). Z těchto dat jsou následně počítány binární soustavy, které jsou ověřovány velkým množstvím experimentů. Na základě experimentálních dat jsou upravovány termodynamické vlastnosti (tepelná kapacita, aktivita atd.) i fázové rovnováhy (transformační teplota, rozpustnost atd.). V případě dobrého popisu binárních systémů je možné provádět predikce ternárních fázových diagramů. V některých případech je nutné doplnit tyto predikce experimentem. Například pokud v ternárním systému existuje fáze, která se neobjevuje v žádném binárním systému. Na základě takto získaných dat je následně možné provádět predikce komplexních systémů, které odpovídají reálným materiálům. [48]

Metodu Calphad využívá například program ThermoCalc. Tento program umožňuje práci s jednoduchými rovnováhami, fázovými diagramy nebo diagramy různých termodynamických charakteristik, a to pro maximálně 20 prvků v jedné soustavě. Program obsahuje všechny nejčastěji používané modely fází (např. vícemřížkový model) a spolupracuje s rozsáhlými databázemi termodynamických funkcí. Ve spojení s programem DICTRA umožňuje kromě výpočtů rovnováh i simulace difuzně řízených dějů. [8] [48]

### 1.6.1 Výsledek modelování soustavy MA956/WL10

Na základě chemického složení uvedeného v Tabulce 1.1, byl v programu ThermoCalc vypočítán fázový diagram zobrazující předpokládanou mikrostrukturu svarového spoje MA956 s WL10.

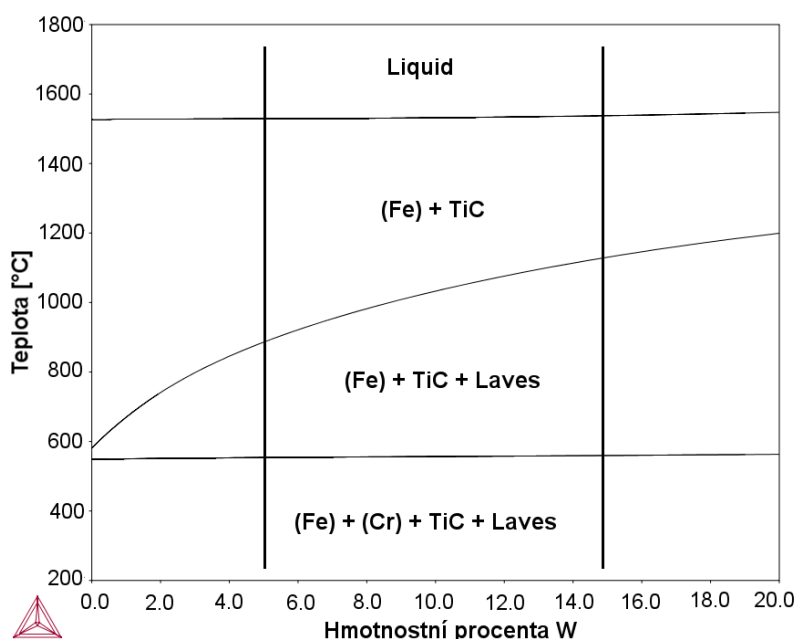
Tabulka 1.1 - Průměrné chemické složení ODS oceli MA956 [49]

Prvek	Fe	Cr	Al	Ti	C	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Obsah [hm. %]	Báze	20,0	4,7	0,4	0,1	0,5

Do výpočtu nebyly zahrnuty prvky yttrium a kyslík, jelikož použitá databáze neumožňuje s těmito prvky počítat. Vypočtený fázový diagram je na Obr. 1.18 a složení jednotlivých fází je uvedeno v Tabulce 1.2.

Tabulka 1.2 - Složení fází v soustavě MA956-W

Fáze	Obsah prvků v molárních zlomcích					
	Fe	Cr	Al	W	Ti	C
(Fe)	0,81	0,07	0,12	-	-	-
(Cr)	0,05	0,93	0,02	-	-	-
TiC	-	-	-	-	0,54	0,46
Laves	0,54	0,13	-	0,30	0,03	-



Obr. 1.18 - Fázový diagram MA956 – W

S ohledem na experiment, který provedl Jankůj [45] lze očekávat, že se množství wolframu ve svarovém kovu bude pohybovat v intervalu 5–15 hm.% (na Obr. 1.18 vyznačeno svislými čarami). Při provozu ve fúzním reaktoru bude modelovaný spoj dlouhodobě vystaven zvýšeným teplotám, které by neměli překročit 1000 °C. Dle vypočteného diagramu by mělo za těchto podmínek docházet k precipitaci Lavesovy fáze ( $\text{Fe}_2\text{W}$ ) z tuhého roztoku na bázi železa. Jedná se o intermetalickou fázi, která je určena velikostním faktorem. Lavesova fáze je charakteristická složením  $\text{AB}_2$ , kde atom A je 1,225 x větší než atom B. Může se vyskytovat ve třech různých krystalových strukturách, v případě  $\text{Fe}_2\text{W}$  se jedná s hexagonální strukturu C14. Lavesova fáze je ve struktuře obvykle nežádoucí, jelikož je velmi náchylná na hrubnutí a způsobuje křehkost.

## 2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část diplomové práce se zabývá hodnocením strukturní stability heterogenních svarů ODS oceli MA956 a ODS wolframu WL10 vytvořených s využitím elektronového proudu. Struktury byly hodnoceny pomocí elektronové mikroskopie, doplněné analýzami EDS a EBSD a měřením mikrotvrdomosti.

### 2.1 Experimentální metody

#### 2.1.1 Rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací elektronový mikroskop (REM) je využíván pro pozorování masivních (neprozářitelných) vzorků. K zobrazení pozorovaného objektu je využíváno svazku elektronů fokusovaných na povrch objektu. Klasickým zdrojem elektronů je žhavená wolframová katoda (wolframový drátek ve tvaru písmene V). Elektronový svazek je pomocí cívek vychylován a postupně rastruje pozorovanou oblast povrchu vzorku. V místě dopadu svazku dochází k interakci s hmotou vzorku a vznikají různé signály, které nesou informaci o morfologii a o chemickém složení. Tyto signály jsou zachyceny pomocí vhodných detektorů a převedeny na určitou úroveň jasu daného bodu na obrazovce. Rastrování svazku elektronů po ploše vzorku je spojeno s vykreslováním bodů na obrazovce, a tedy libovolnému bodu na ploše vzorku odpovídá stejná poloha bodu na obrazovce. Mezi nejčastěji detekované signály patří [50]:

- Sekundární elektrony – nesou převážně informaci o morfologii povrchu
- Zpětně odražené elektrony – nesou převážně informaci o chemickém složení
- Charakteristické rtg. záření – nese informaci pouze o chemickém složení

Elektronový mikroskop se vyznačuje velkou hloubkou ostrosti, což umožňuje jeho využití pro studium velmi členitých povrchů, například lomových ploch. Maximální zvětšení je přibližně  $100\,000\times$  a rozlišovací schopnost se pohybuje v řádu  $1\times 10^{-9}$  metrů v závislosti na urychlovacím napětí elektronů. [50]

Kromě zobrazení povrchu vzorku umožňuje rastrovací elektronový mikroskop například určovat chemické složení nebo krystalovou stavbu vzorku. Chemické složení je určováno na základě charakteristického rtg. záření a krystalová stavba se získá z difrakce zpětně odražených elektronů.

#### *Energiově dispersní spektrometr (EDS)*

Při interakci dopadajícího svazku s hmotou vzorku dochází ke srážkám primárních elektronů s vázanými elektrony atomů krystalové mřížky. Tyto elektrony jsou vyráženy z elektronového obalu atomu a jejich místa zaplňují elektrony z vyšších energetických hladin. Při tomto přechodu dochází k vyzáření fotonu charakteristického rtg. záření, který má energii rovnu rozdílu potenciálních energií daných hladin přechodu. Tyto energie se pro různé prvky liší, a tedy je na jejich základě možné určit dané chemické složení. [50]

Bužené rtg. záření je snímáno polovodičovým detektorem, kterým je křemíkový monokrystal dopovaný lithiem. Detektor snímá celé rentgenové spektrum současně a třídí fotony podle jejich energie. Fotony jsou následně převedeny na elektrický signál, který je vyhodnocen v mnohakanálovém analyzátoru. Tím se získá kvantitativní i kvalitativní analýza chemického složení. Tato metoda umožňuje bodové i plošné analýzy, liniové analýzy nebo určení plošného rozložení prvků. [50]

### *Difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD)*

Tato metoda je využívána pro identifikaci typu fáze přítomné ve struktuře nebo pro určení orientace jednotlivých zrn. Ve velmi zjednodušené verzi spočívá EBSD v pronikání svazku primárních elektronů do určité hloubky pod povrch vzorku, kde dochází k jejich rozptylu do všech směrů. Následně elektrony difraktují na vhodně orientovaných systémech krystalových rovin (splnění Braggovy podmínky) a po této difrakci vystupují ze vzorku po přímkových trajektoriích. Každému systému krystalových rovin odpovídá na stínítku pár difrakčních linií (Kikuchiho linie). Pomocí softwaru jsou určeny průsečíky difrakčních pásů, jejich šířka, počet a úhly mezi jednotlivými pásy. Na základě takto získaných údajů jsou difrakčním pásům přiřazeny Millerovy indexy odpovídající danému systému krystalových rovin. [51]

#### 2.1.2 Měření mikrotvrdosti

Tato metoda je založena na principu měření tvrdosti podle Vickerse. Indentorem je diamantový jehlan se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem  $136^\circ$ . Maximální zatěžující síla je 2 N. Výsledná tvrdost je určována z velikosti úhlopříček vtisku. Zařízení pro měření mikrotvrdosti je propojeno s počítačem, který automaticky počítá hodnotu tvrdosti a zároveň i celé zařízení ovládá. Díky tomu je možné provádět buď manuální měření jednotlivých bodů nebo automatické liniové měření. [52]

## 2.2 Experimentální materiál

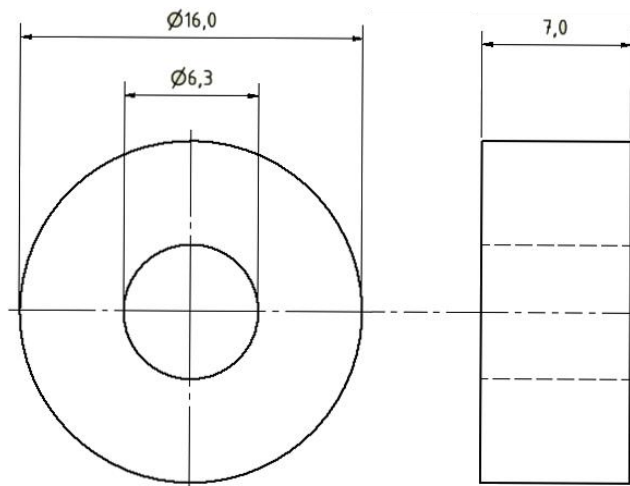
### 2.2.1 MA956

Jedná se o feritickou Fe-Cr-Al slitinu disperzně zpevněnou oxidy yttria ( $Y_2O_3$ ), která je vyráběná pomocí práškové metalurgie. Nominální chemické složení této slitiny dle parametrů výrobce a odpovídající naměřené chemické složení metodou EDS je uvedeno v Tabulce 2.1.

Tabulka 2.1- Chemické složení slitiny MA956

Prvek	Fe	Cr	Al	Ti	C	$Y_2O_3$
Obsah dle INCOLOY [hm. %]	báze	18,5-21,5	3,8-5,8	0,2-0,6	max. 0,1	0,3-0,7
Obsah dle EDS [hm. %]	74,5	20,0	4,5	0,5	-	-

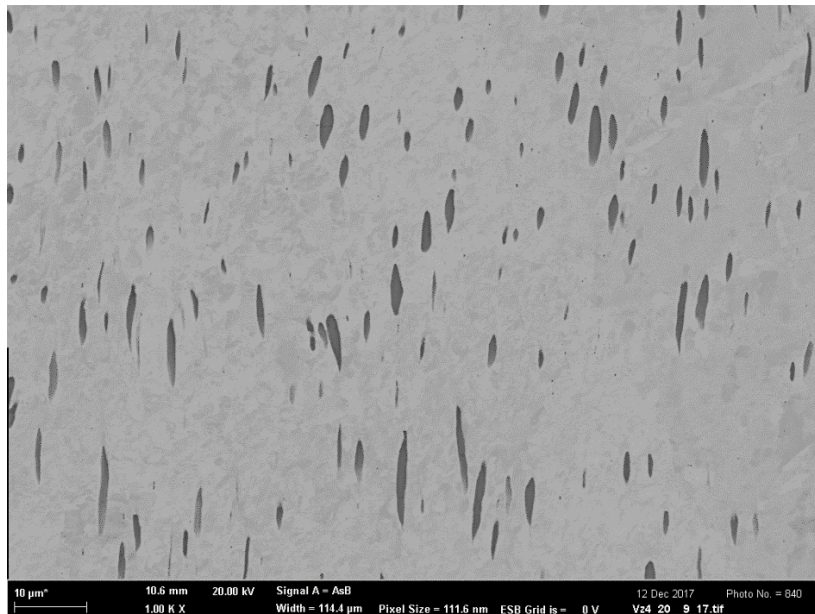
Slitina MA956 byla dodána ve formě tyče o průměru 16 mm. Z této tyče byly připraveny vzorky odpovídající výkresu na Obr. 2.1.



Obr. 2.1 - Výkres vzorku ze slitiny MA956

### 2.2.2 WL10

Jedná se o wolfram, který je disperzně zpevněný oxidy lanthanu ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ). Stejně jako MA956 je i WL10 vyráběna práškovou metalurgií. Obsah  $\text{La}_2\text{O}_3$  ve wolframové matici je 1 hm. %. Na rozdíl od oxidů yttria ve slitině MA956 jsou oxidy lanthanu ve WL10 poměrně velké a lze je snadno pozorovat (Obr. 2.2).

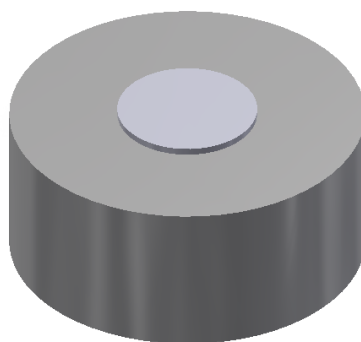


Obr. 2.2 - Struktura WL10 (REM; 1000×)

Materiál byl dodán ve formě tyče o průměru 6,3 mm, ze které byly nařezány válečky o výšce 7,2 mm.

## 2.3 Průběh experimentu

Před svařováním byl wolframový váleček umístěn do otvoru vzorku z ODS oceli (Obr. 2.3). V některých případech byl použitý přídavný materiál ve formě tenkého plechu z niklu, který byl vložen mezi spojované vzorky. V těchto případech musel být průměr otvoru v ocelovém vzorku zvětšený na 6,7 mm.



Obr. 2.3 - Konfigurace pro svařování

Takto připravené vzorky byly svařeny elektronovým paprskem v zařízení s označením PRO-BEAM K26, které se nachází v NETME centre v Brně. Před svařováním byly vzorky předehřáty na teploty 400 °C nebo 1000 °C s využitím elektronového paprsku fokusovaného na wolframový váleček. Po dosažení požadované teploty předehřevu byly vzorky obvodově svařeny. Elektronový svazek byl během svařování fokusován na rozhraní spojovaných materiálů. Parametry svařování jednotlivých vzorků jsou uvedeny v následující tabulce.

Tabulka 2.2 - Parametry svařování

Vzorek	Přídavný materiál	Předehřev [°C]	U <sub>a</sub> [kV]	I <sub>b</sub> [mA]	v [m/s]	Velikost spotu EB <sup>1</sup> [mm]	f [Hz]
1	-	400	120	10	15	Ø 0,35	500
2	Nikl	400	120	10	15	Ø 0,35	500
3	-	1000	120	7	15	Ø 0,35	500
4	Nikl	1000	120	7	15	Ø 0,35	500

(U<sub>a</sub> – urychlovací napětí; I<sub>b</sub> – proud svazku; v – rychlost posuvu; f – frekvence skenování)

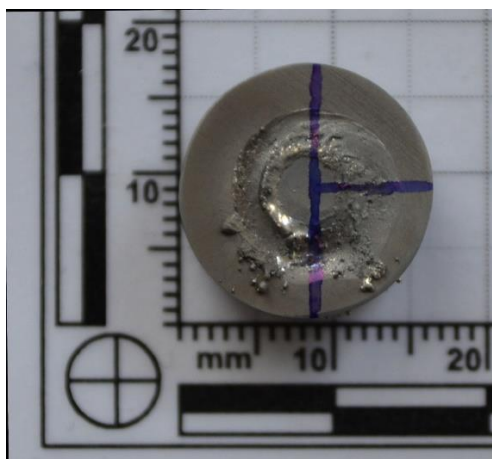
Svařené vzorky byly pomocí elektrojiskrové drátové rezačky rozříznuty tak, jak je znázorněno na Obr. 2.4. Z každého vzorku byla jedna čtvrtka použita pro žihání v peci a druhá čtvrtka byla záložní. Vzorky 1 a 2 byly žihány v peci s argonovou ochrannou atmosférou při teplotě 1000 °C po dobu 5 hodin, vzorky 3 a 4 byly žihány v peci s vodíkovou ochrannou atmosférou při teplotě 800 °C po dobu 1 hodiny (Tabulka 2.3). Z každého svařeného vzorku tedy byla získána dvojice vzorků. Půlky, které představují strukturu po svaření a čtvrtky, na kterých je hodnocena změna struktury po vysokoteplotní expozici.

Tabulka 2.3 - Parametry žihání

Vzorek	Teplota [°C]	Doba [min]	Atmosféra
1	1000	300	Argon
2	1000	300	Argon
3	800	60	Vodík
4	800	60	Vodík

<sup>1</sup> EB = Electron Beam (elektronový paprsek)





Obr. 2.4 - Naznačení řezů svařeného vzorku

## 2.4 Postup hodnocení vzorků

Ze všech vzorků byly vyhotoveny metalografické výbrusy dle obvyklých postupů. Pro vyvolání mikrostruktury svarového kovu bylo použito leptadlo s označením KROLL (15 ml  $\text{HNO}_3$ , 3 ml HF, 80 ml destilované vody). Bylo zjištěno, že leptání vzorků není nutné, jelikož světelný mikroskop neposkytuje dostatečné zvětšení pro zobrazení mikrostruktury a na elektronovém mikroskopu je dobrého kontrastu dosaženo při pozorování ve zpětně odražených elektronech. Vzorky, které byly analyzovány metodou EBSD, byly dodatečně leštěny ionty argonu.

Elektronovým mikroskopem (Zeiss; ULTRA PLUS) byla hodnocena kvalita svarového spoje (póry a trhliny ve spoji) i jeho struktura. S využitím EDS analýzy (Oxford Instruments; AZtec) bylo zjištěno průměrné chemické složení svarového spoje a dále byl měřen průběh chemického složení podél linie vedoucí přes svarový spoj. Bodovými analýzami bylo určeno složení jednotlivých fází. Velikost zrna byla určována pomocí metody EBSD (Oxford Instruments; HKL).

Fázové složení svarového spoje bylo hodnoceno také pomocí programu ThermoCalc. Chemické složení svarového spoje, které představuje vstupní data pro výpočet fázových rovnováh, bylo určeno plošnou EDS analýzou. U vzorků bez přídavného materiálu byly výpočty provedeny autorem práce s využitím databáze *steel16\_pan\_29[USER]*, která byla dodána RNDr. Alešem Kroupou, CSc. z ÚFM AV ČR<sup>2</sup>. Výpočty pro vzorky s přídavným materiálem provedl RNDr. Aleš Kroupa, CSc. s využitím komerční niklové databáze. S pomocí těchto výpočtů byly predikovány jednotlivé fáze ve struktuře a dále se hodnotilo, zda je svarový spoj v rovnovážném stavu či nikoliv.

U všech vzorků byl měřen průběh mikrotvrdomosti svarového spoje ve směru kolmém na svarové rozhraní (LECO; LM247). Mikrotvrdomost byla měřena dle Vickerse HV0,1. Vzdálenost jednotlivých vpichů byla volena tak, aby nedošlo ke zkreslení hodnot.

<sup>2</sup> Ústav fyziky materiálů, Akademie věd České republiky

### 3 VÝSLEDKY EXPERIMENTU

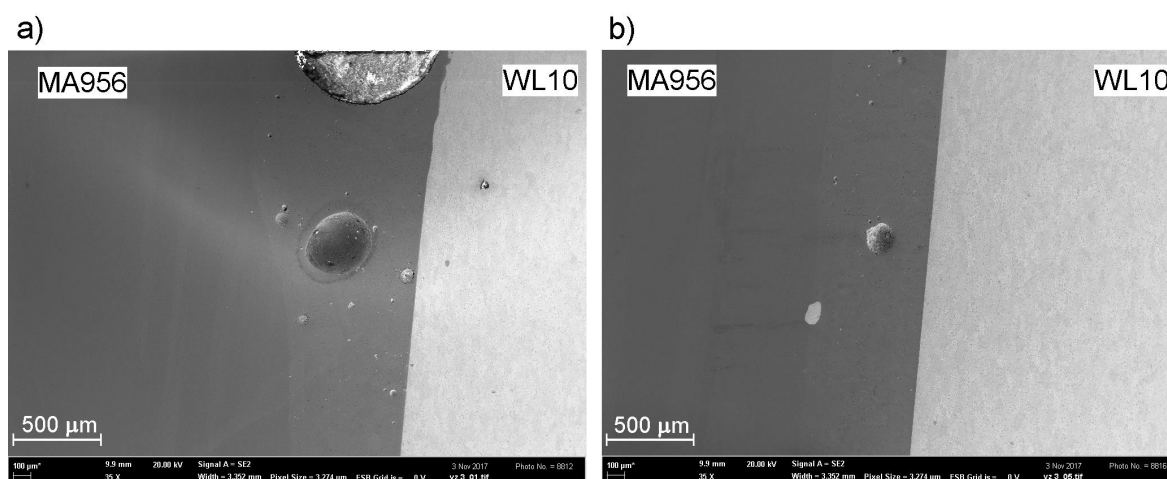
Získané vzorky byly připraveny dle výše uvedených postupů a na všech vzorcích byla elektronovou mikroskopií pozorována mikrostruktura. Při srovnávání jednotlivých párů vzorků, které se lišily pouze teplotou předehřevu bylo zjištěno, že není možné identifikovat žádný rozdíl v mikrostruktuře, ani v chemickém složení svarového kovu. Oba základní materiály jsou mikrostrukturně stabilní za obou teplot předehřevu (400 °C a 1000 °C)

Vzhledem k tomu, že teplota předehřevu neměla výrazný vliv na výslednou strukturu svarového spoje, jsou vzorky pro následující popis rozděleny do dvou skupin v závislosti na použití přídatného materiálu.

#### 3.1 Vzorky bez přídatného materiálu

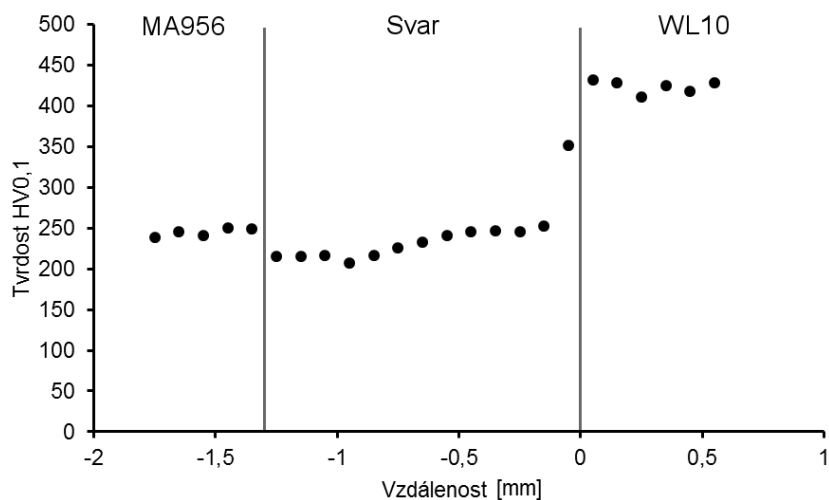
##### 3.1.1 Stav po svaření

Makrostruktura svarového spoje je na Obr. 3.1. Ve spoji je mnoho pórů, největší z nich dosahuje velikosti zhruba 830  $\mu\text{m}$ . Nejvíce pórů se vyskytuje u hlavy svaru, s rostoucí hloubkou jejich velikost i počet klesá. Na Obr. 3.1b je možné vidět částici wolframu ve svarovém spoji. To značí, že během svařování došlo i k natavení wolframu a ve svarové lázni probíhalo intenzivní míchání.



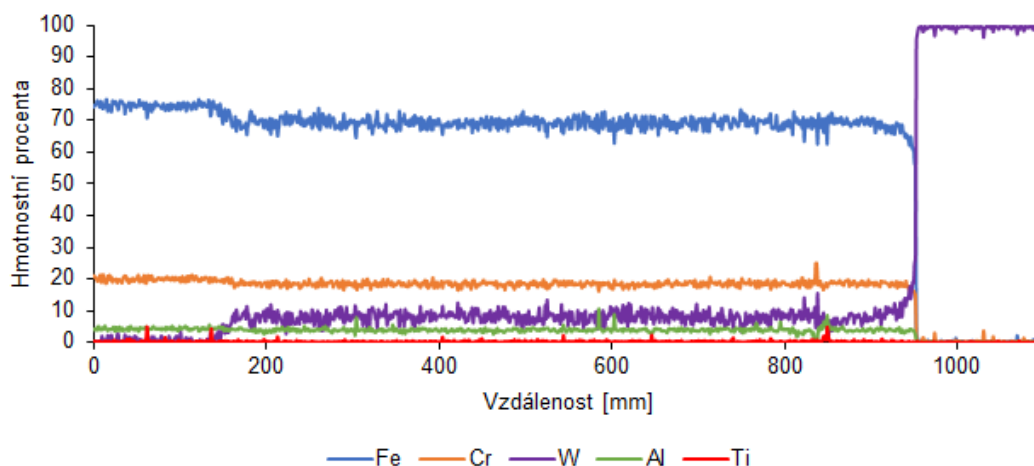
Obr. 3.1 - Makrostruktura spoje (REM; 35 $\times$ ): a) hlava svaru; b) střed svaru

Průběh mikrotvrdosti ve směru kolmém na rozhraní svar/WL10 je na Obr. 3.2. Z měření vyplívá, že tvrdost svarového spoje je jen mírně nižší než tvrdost ocele (max. rozdíl asi 35 HV<sub>0,1</sub>) a pozvolna narůstá směrem k wolframu. V těsné blízkosti rozhraní svar/WL10 dochází k výraznému nárůstu tvrdosti svaru o přibližně 100 HV<sub>0,1</sub>.



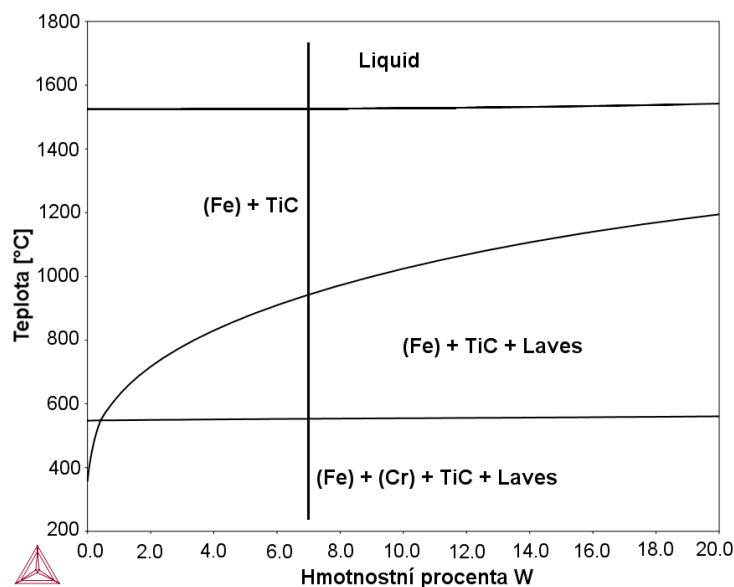
Obr. 3.2 - Průběh mikrotvrdości přes svarový spoj

Na Obr. 3.3 je zobrazen průběh chemického složení přes svarový spoj. Z měření je zřejmé, že koncentrace všech prvků je v celém spoji téměř konstantní. Ve vzdálenosti přibližně 50 μm od WL10 dochází k nárůstu koncentrace wolframu, následovaný skokovou změnou chemického složení na rozhraní. Zvýšené množství wolframu v blízkosti rozhraní je příčinou nárůstu tvrdości v této oblasti, jak bylo prezentováno na Obr. 3.2. Změna chemického složení na rozhraní svar/MA956 probíhá plynule. Průměrné chemické složení svaru ve hmotnostních procentech je: Fe - 19,0 % Cr - 3,9 % Al - 0,5 % Ti - 6,8 % W



Obr. 3.3 - Průběh chemického složení přes svarový spoj

Průměrné chemické složení spoje uvedené v předchozím odstavci bylo použito pro výpočet fázového diagramu v programu ThermoCalc (Obr. 3.4). Do výpočtu byl přidán i uhlík, který by měl být přítomný ve svarovém spoji, ale EDS analýzou ho není možné spolehlivě kvantifikovat. Množství uhlíku bylo stanoveno dle Tabulky 2.1 na 0,1 hm. %.



Obr. 3.4 - Fázový diagram svarového spoje; svislá čára udává naměřené průměrné složení

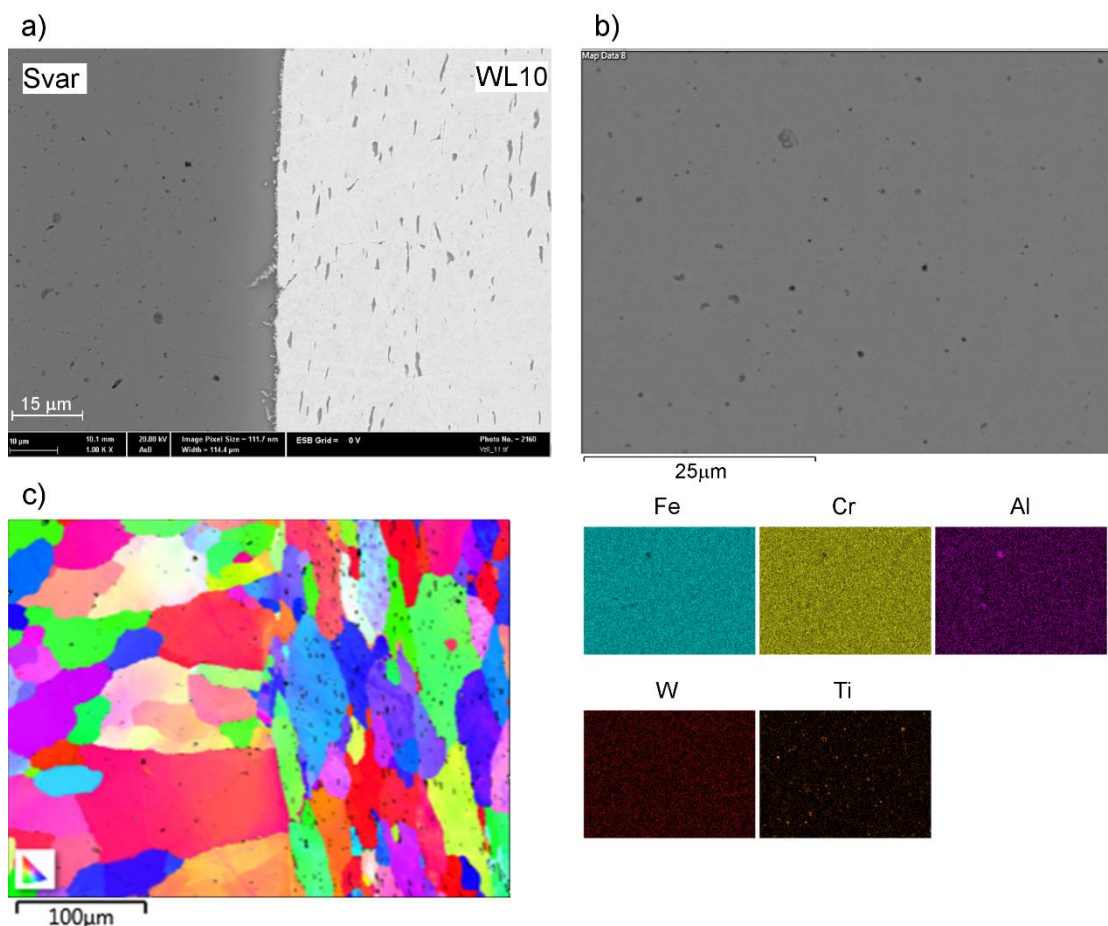
Dle uvedeného diagramu by měla být struktura svarového spoje složena z tuhého roztoku na bázi železa (ferit), tuhého roztoku na bázi chromu, karbidů TiC a Lavesovy fáze. Se zvyšujícím se množstvím wolframu bude růst podíl Lavesovy fáze ve struktuře. Vzhledem k teplotě vzniku tuhého roztoku chromu a k rychlosti ochlazování vzorků po svaření lze předpokládat, že ke vzniku této fáze nedojde. Vypočtené chemické složení jednotlivých fází pro uvedené složení (na Obr. 3.4 vyznačeno svislou čarou) je v Tabulce 3.1.

Tabulka 3.1 – Chemické složení jednotlivých fází svarového spoje dle ThermoCalcu (v at. %)

Fáze	Fe	Cr	Al	W	Ti	C
(Fe)	81	7	12	-	-	-
(Cr)	5	93	2	-	-	-
TiC	-	-	-	-	54	46
Laves	54	13	-	30	3	-

Mikrostruktura svarového spoje je na Obr. 3.5. Je patrné, že struktura je velmi homogenní, dle uvedeného fázového diagramu by se ve struktuře měly nacházet celkem čtyři fáze. Dle pozorování vidíme ale pouze jednu matici, zřejmě tedy jde o přesycený tuhý roztok na bázi železa. V blízkosti rozhraní, kde je zvýšený obsah wolframu, je možné pozorovat malé množství precipitující fáze (Obr. 3.5a), dle fázového diagramu by se mělo jednat o Lavesovu fázi. Ve struktuře svarového spoje se kromě pórů nacházejí také pravidelné černé ostrohranné částice a relativně velké šedé částice kruhového tvaru. Z Obr. 3.5b vyplývá, že ostrohranné částice jsou karbidy TiC a kruhové částice jsou pravděpodobně komplexní oxidy hliníku a titanu.

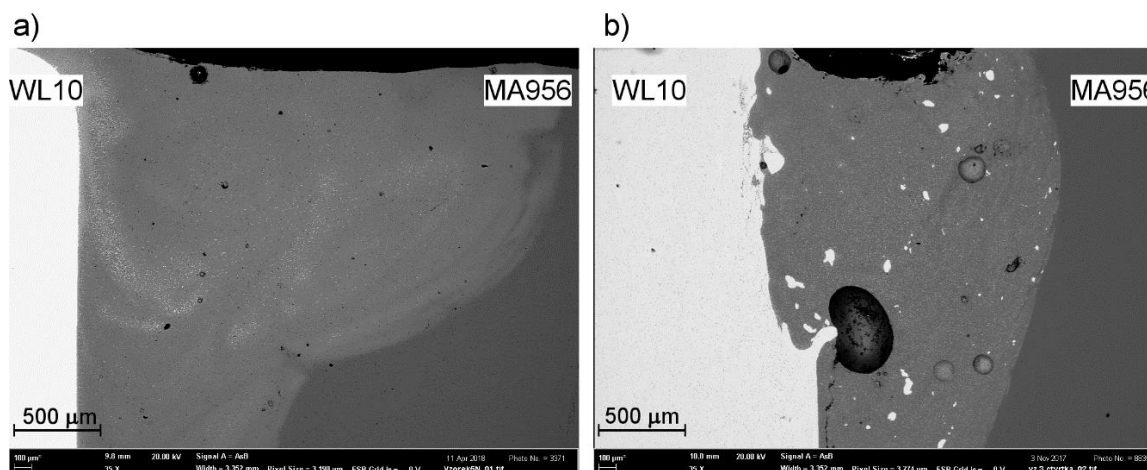
Na Obr. 3.5c je IPF mapa získána metodou EBSD, na které je možné pozorovat tvar a velikost jednotlivých zrn. Zrna materiálu WL10 jsou deformována v jednom směru z důvodu technologie výroby. Svarový spoj je tvořen kolumnárními zrny orientovanými ve směru kolmém na rozhraní a jejich velikost je v rozmezí 30–150  $\mu\text{m}$ .



Obr. 3.5 - a) mikrostruktura svarového spoje (REM; 1K×); b) EDS mapping svaru (REM; 1,5K×); c) IPF mapa svarového spoje (REM; 80×)

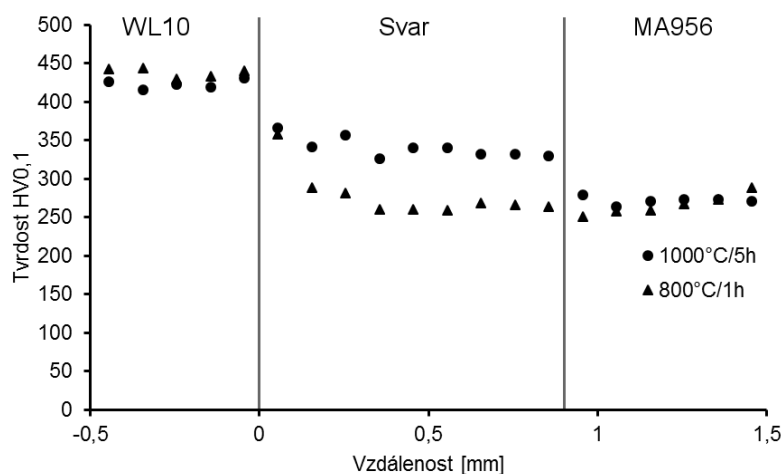
### 3.1.2 Stav po žihání

Vzorky byly žihány na 800 °C/1h a 1000 °C/5h. Makrostruktura svarového spoje po žihání je na Obr. 3.6. Je patrné, že ve spoji došlo k precipitaci nové fáze. Při nižší teplotě a kratším čase žihání vznikla nová fáze primárně v místech s vysokým obsahem wolframu. Při vyšší teplotě a delším čase žihání došlo k rovnoměrné precipitaci v celém objemu svarového spoje. Na Obr. 3.6b je opět možné pozorovat částice wolframu, které byly během svařování zamíchány do svarové lázně.



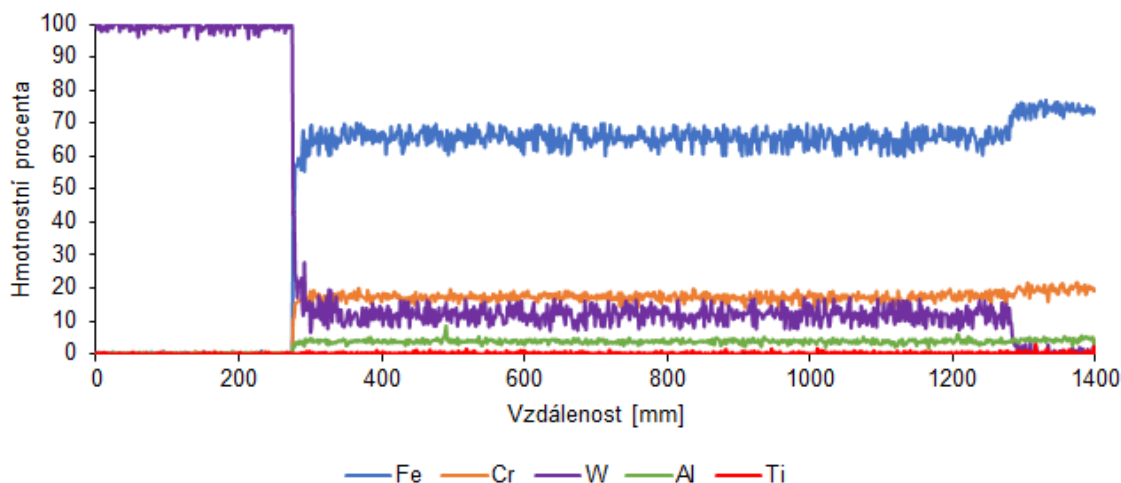
Obr. 3.6 - Makrostruktura spoje po žihání (REM; 35×): a) 800 °C/1h; b) 1000 °C/5h

Průběh mikrotvrdości ve směru kolmém na rozhraní svar/WL10 je na Obr. 3.7. Tvrđost svaru po žihání na teplotě 800 °C je přibližně stejná jako tvrđost ocele, v blízkosti rozhraní svar/WL10 dochází k nárůstu tvrđosti na hodnotu 360 HV<sub>0,1</sub>. V případě žihání na teplotě 1000 °C je u rozhraní svar/MA956 tvrđost svaru asi o 50 HV<sub>0,1</sub> větší, než je tvrđost ocele a směrem k wolframu mírně roste až na hodnotu přibližně 360 HV<sub>0,1</sub>.



Obr. 3.7 - Průběh mikrotvrđosti přes svarový spoj po žihání

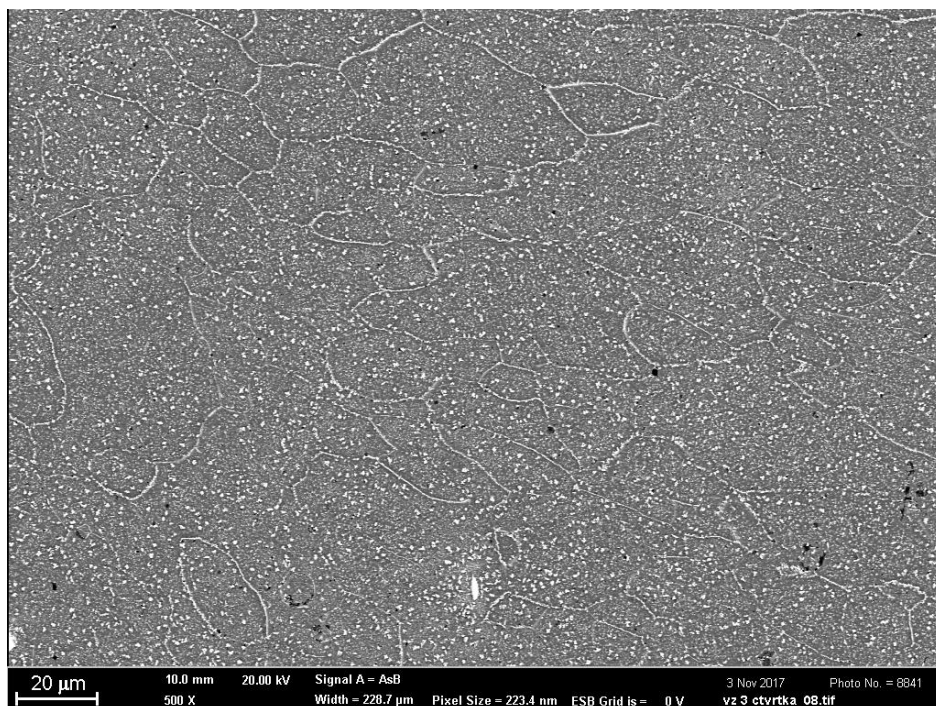
Na Obr. 3.8 je zobrazen průběh chemického složení přes svarový spoj. Koncentrace všech prvků je v celém svarovém spoji téměř konstantní. Podobně jako u stavu po svaření je možné pozorovat v blízkosti rozhraní svar/WL10 nárůst koncentrace wolframu. Přimo na rozhraní dochází ke skokové změně chemického složení. Na rozhraní svar/MA956 je změna chemického složení plynulá. Průměrné chemické složení svaru ve hmotnostních procentech je: Fe – 18,0 % Cr – 3,8 % Al – 0,4 % Ti – 12,5 % W. S výjimkou wolframu je chemické složení totožné jako ve stavu po svaření, a tedy je možné využít stejný fázový diagram, jaký je na Obr. 3.4.



Obr. 3.8 - Průběh chemického složení přes svarový spoj po žihání na 1000 °C/5h

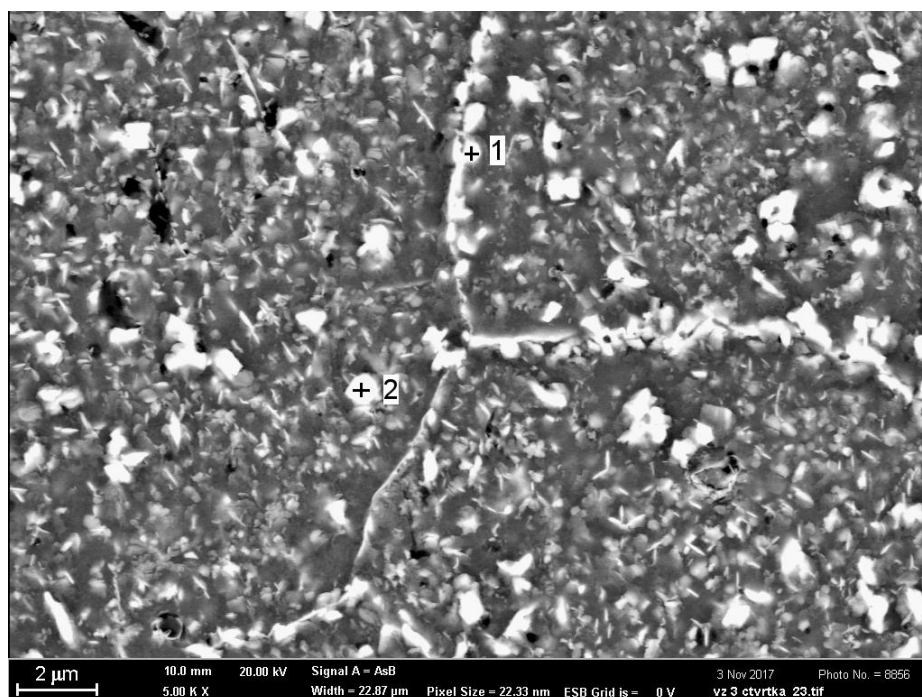
Mikrostruktura svarového spoje je na Obr. 3.9. Během žihání došlo k precipitaci nové fáze po hranicích zrn i uvnitř zrn. Dle fázového diagramu (Obr. 3.4) by se mělo jednat o Lavesovu fázi. Díky precipitaci po hranicích zrn je možné určit přibližnou velikost jednotlivých zrn, která se pohybuje v rozmezí 10–60 μm.



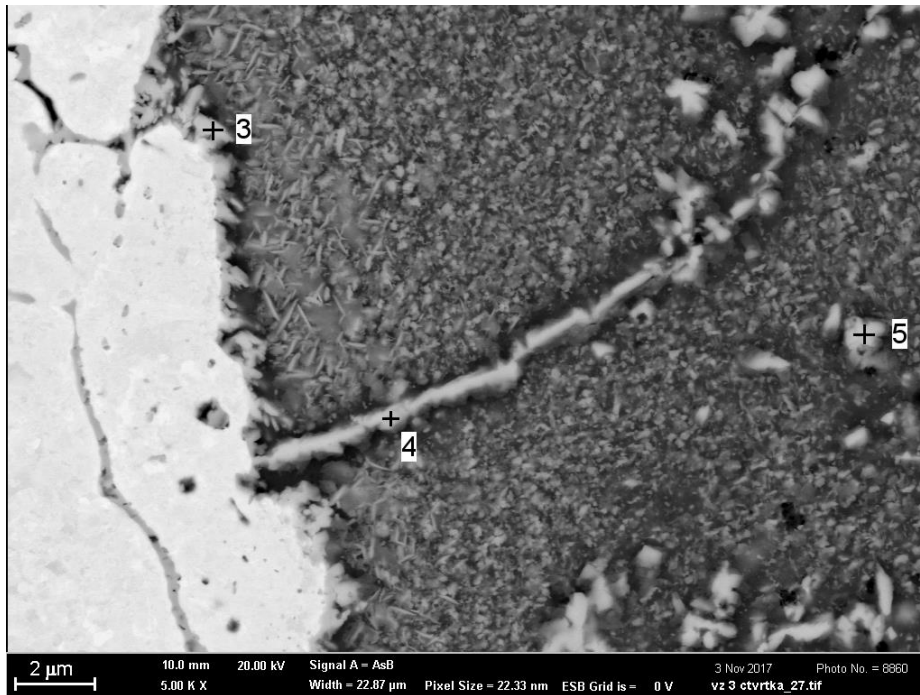


Obr. 3.9 - Mikrostruktura svarového spoje po žihání na 1000 °C/5h (REM; 500×)

Na Obr. 3.10 je detail mikrostruktury svarového spoje. Metodou EDS bylo analyzováno chemické složení fáze na hranici zrna i precipitátů uvnitř zrna. Na Obr. 3.11 je detail rozhraní svar/WL10. Mikrostruktura je stejně jako na Obr. 3.10 tvořena velkým množstvím precipitující fáze. Do vzdálenosti asi 2 μm od rozhraní se objevují hrubé precipitáty, převážně jehlicovitého tvaru. Přímo na rozhraní se nachází souvislá fáze, která pokrývá povrch wolframu. Na snímcích jsou vyznačeny body, ve kterých bylo zjišťováno chemické složení. Výsledky všech měření jsou uvedeny v Tabulce 3.2.



Obr. 3.10 - Detail mikrostruktury svarového spoje po žihání na 1000 °C/5h (REM; 5K×)



Obr. 3.11 - Detail rozhraní svar/WL10 po žíhání na 1000 °C/5h (REM; 5K×)

Tabulka 3.2 - Chemické složení z jednotlivých bodů (v at. %)

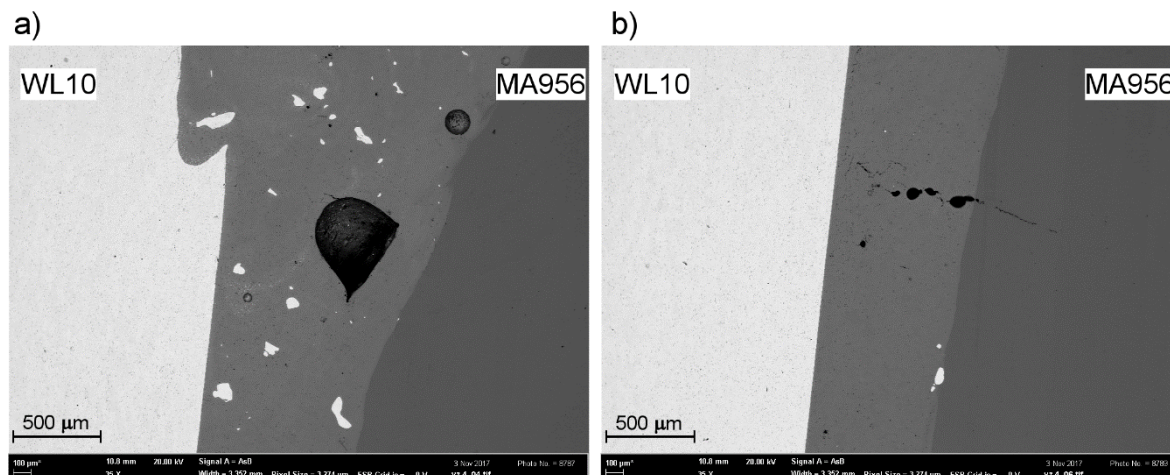
Spektrum	Fe	Cr	Al	Ti	W
1	62,3	19,7	6,0	0,6	11,1
2	59,3	20,2	4,5	0,7	15,3
3	51,6	15,7	2,2	0,3	30,2
4	48,2	15,8	-	0,4	35,6
5	48,3	16,1	3,5	15,0	17,1



## 3.2 Vzorky s přídavným materiálem Ni

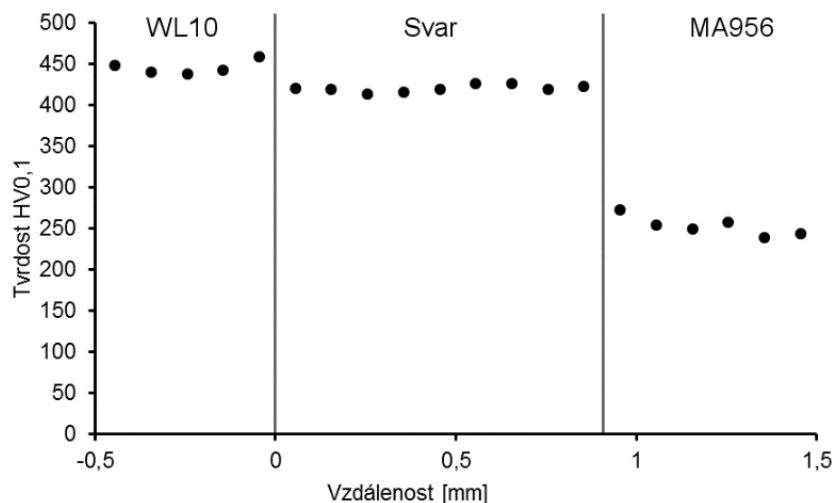
### 3.2.1 Stav po svaření

Makrostruktura svarového spoje je na Obr. 3.12. Ve spoji je několik pórů, největší z nich dosahuje velikosti zhruba 410  $\mu\text{m}$ . Nejvíce pórů se vyskytuje u hlavy svaru, s rostoucí hloubkou jejich velikost i počet klesá. Na snímcích je možné pozorovat částice wolframu ve svarovém spoji. To značí, že během svařování došlo i k natavení wolframu a ve svarové lázni probíhalo intenzivní míchání.



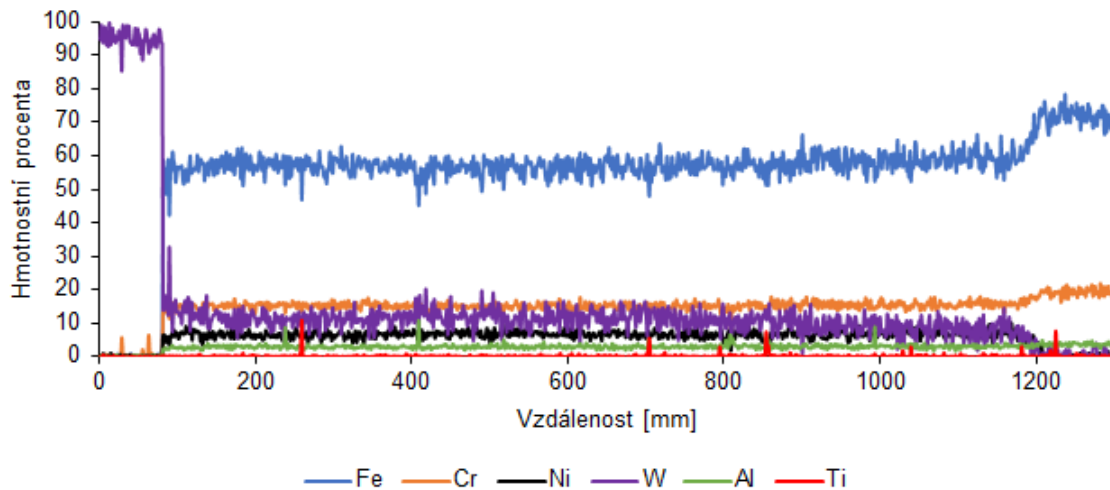
Obr. 3.12 - Makrostruktura svarového spoje s Ni (REM; 35 $\times$ ): a) hlava svaru; b) střed svaru

Průběh mikrotvrdosti ve směru kolmém na rozhraní svar/WL10 je na Obr. 3.13. Z měření vyplývá, že na rozhraní svar/MA956 dochází ke skokovému nárůstu tvrdosti o přibližně 170 HV<sub>0,1</sub>. Tvrdost je v celém svarovém spoji konstantní a je srovnatelná s tvrdostí materiálu WL10.



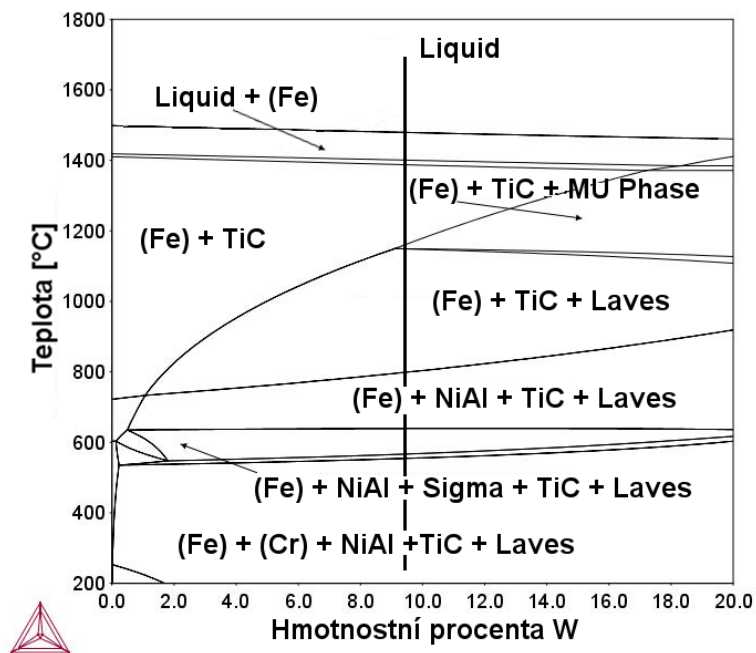
Obr. 3.13 - Průběh mikrotvrdosti přes svarový spoj s Ni

Na Obr. 3.14 je zobrazen průběh chemického složení přes svarový spoj. Z měření je zřejmé, že koncentrace všech prvků je v celém spoji téměř konstantní. Ve vzdálenosti přibližně 60  $\mu\text{m}$  od WL10 dochází k nárůstu koncentrace wolframu, následovaný skokovou změnou chemického složení na rozhraní. Změna chemického složení na rozhraní svar/MA956 probíhá plynule. Průměrné složení svaru ve hmotnostních procentech je: Fe – 16,0 % Cr – 3,8 % Al – 0,4 % Ti – 5,5 % Ni – 9,6 % W.



Obr. 3.14 - Průběh chemického složení přes svarový spoj s Ni

Průměrné chemické složení spoje uvedené v předchozím odstavci bylo použito pro výpočet fázového diagramu v programu ThermoCalc (Obr. 3.15). Do výpočtu byl přidán i uhlík, který by měl být přítomný ve svarovém spoji, ale EDS analýzou ho není možné spolehlivě kvantifikovat. Množství uhlíku bylo stanoveno dle Tabulky 2.1 na 0,1 hm. %.



Obr. 3.15 Fázový diagram svarového spoje s Ni; svislá čára udává naměřené průměrné složení

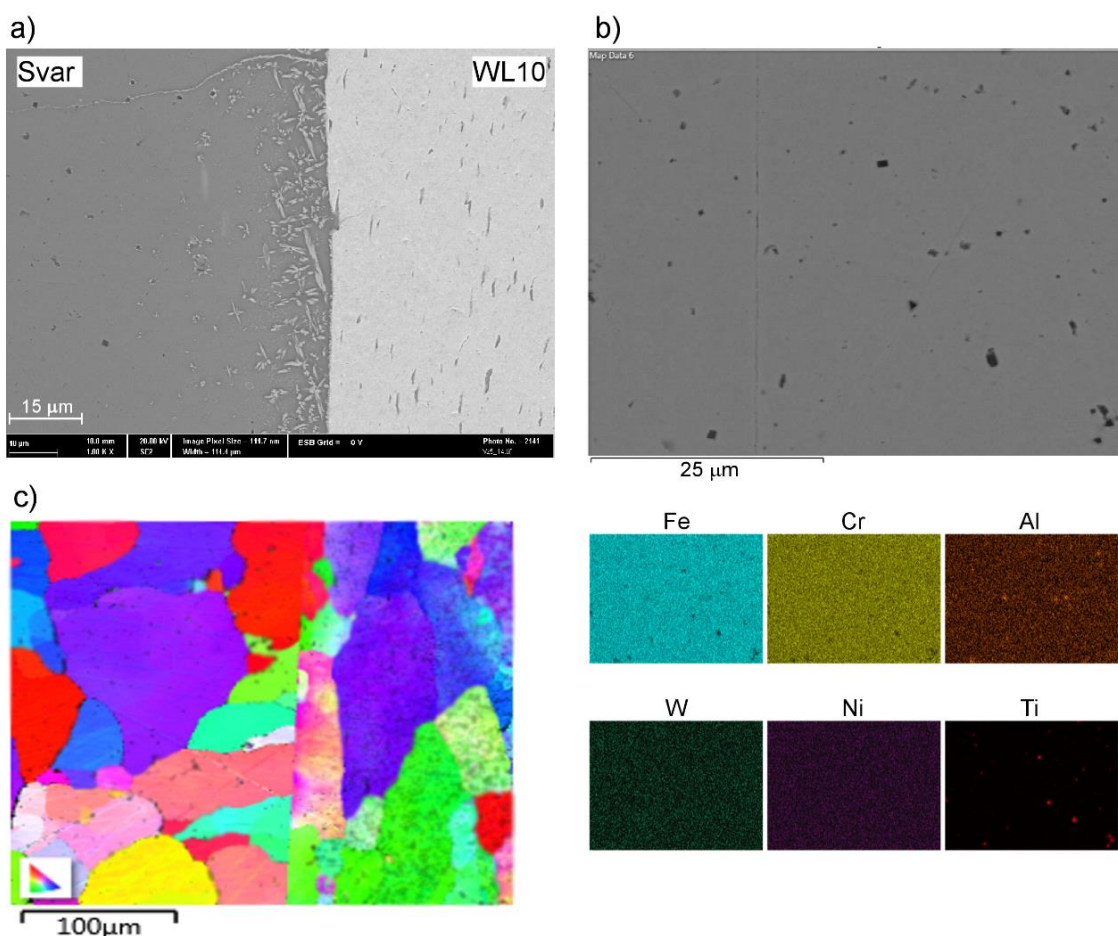
Dle uvedeného diagramu by měla být struktura svarového spoje složena z tuhého roztoku na bázi železa (ferit), tuhého roztoku na bázi chromu, fáze NiAl, karbidů TiC a Lavesovy fáze. S rostoucím obsahem wolframu by měl růst podíl Lavesovy fáze ve struktuře. Podobně jako u vzorků bez přídavného materiálu se předpokládá, že vzhledem k teplotě vzniku tuhého roztoku chromu a k rychlosti ochlazování vzorků po svaření nedojde ke vzniku této fáze. Vypočtené chemické složení jednotlivých fází pro uvedené složení (na Obr. 3.15 vyznačeno svislou čarou) je v Tabulce 3.3.

Tabulka 3.3 – Chemické složení jednotlivých fází svarového spoje s Ni dle ThermoCalcu (v at. %)

Fáze	Fe	Cr	Al	Ni	W	Ti	C
(Fe)	92	2	6	-	-	-	-
(Cr)	2	98	-	-	-	-	-
NiAl	4	-	45	50	-	1	-
TiC	-	-	-	-	-	54	46
Laves	47	20	-	-	33	-	-

Mikrostruktura svarového spoje je na Obr. 3.16. Je patrné, že struktura je velmi homogenní, což neodpovídá rovnovážnému fázovému diagramu a svarový kov je zřejmě tvořen převážně přesyceným tuhým roztokem na bázi železa. V blízkosti rozhraní svar/WL10, kde je zvýšený obsah wolframu, je možné pozorovat malé množství precipitující fáze (Obr. 3.16a). Ve struktuře svarového spoje se kromě pórů nacházejí také pravidelné černé ostrohranné částice a malé šedé částice přibližně kruhového tvaru. Z Obr. 3.16b vyplívá, že ostrohranné částice jsou karbidy TiC a kruhové částice jsou pravděpodobně komplexní oxidy hliníku a titanu.

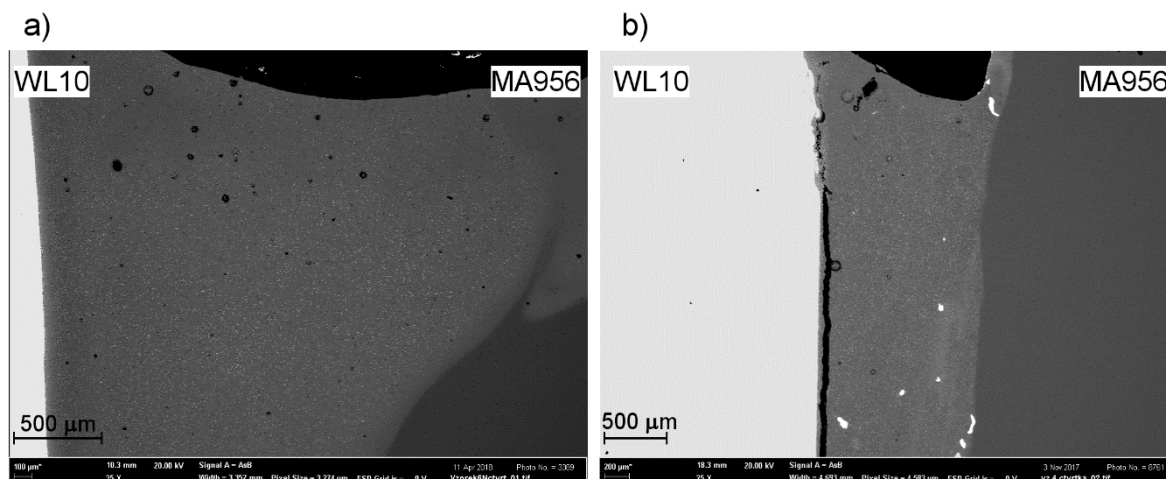
Na Obr. 3.16c je IPF mapa získána metodou EBSD, na které je možné pozorovat tvar a velikost jednotlivých zrn. Zrna materiálu WL10 jsou deformována v jednom směru z důvodu technologie výroby. Svarový spoj je v blízkosti rozhraní tvořen kolumnárními zrny orientovanými ve směru kolmém na rozhraní, dále od rozhraní jsou pak zrna spíše rovnoosá. Velikost zrn je v rozmezí 30–130  $\mu\text{m}$ .



Obr. 3.16 - a) mikrostruktura svarového spoje (REM; 1K $\times$ ); b) EDS mapping svaru (REM; 1,5K $\times$ ); c) IPF mapa svarového spoje (REM; 100 $\times$ )

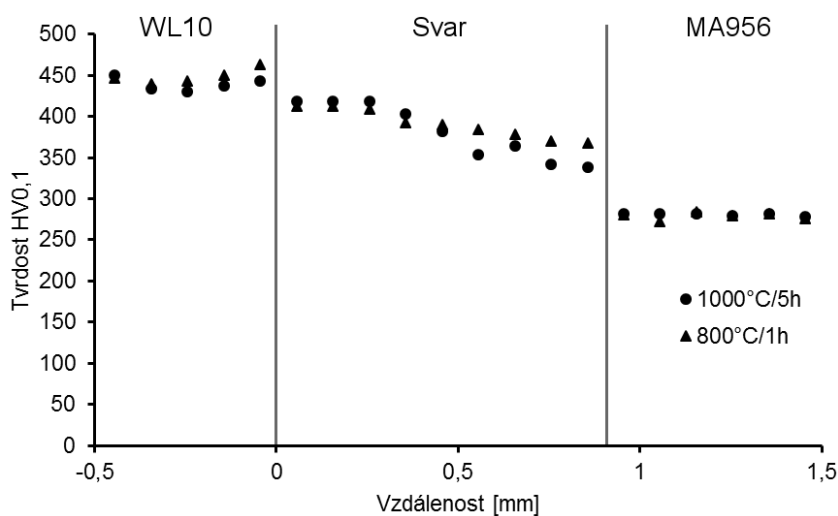
### 3.2.2 Stav po žihání

Vzorky byly opět žihány na 800 °C/1h a 1000 °C/5h. Makrostruktura svarového spoje po žihání je na Obr. 3.17. Je patrné, že ve spoji došlo k precipitaci nové fáze. V obou případech došlo k rovnoměrné precipitaci v celém objemu svarového spoje. Na Obr. 3.17b je opět možné pozorovat částice wolframu, které byly během svařování zamíchány do svarové lázně.



Obr. 3.17 - Makrostruktura spoje s Ni po žihání: a) 800 °C/1h (REM; 35×); b) 1000 °C/5h (REM; 25×)

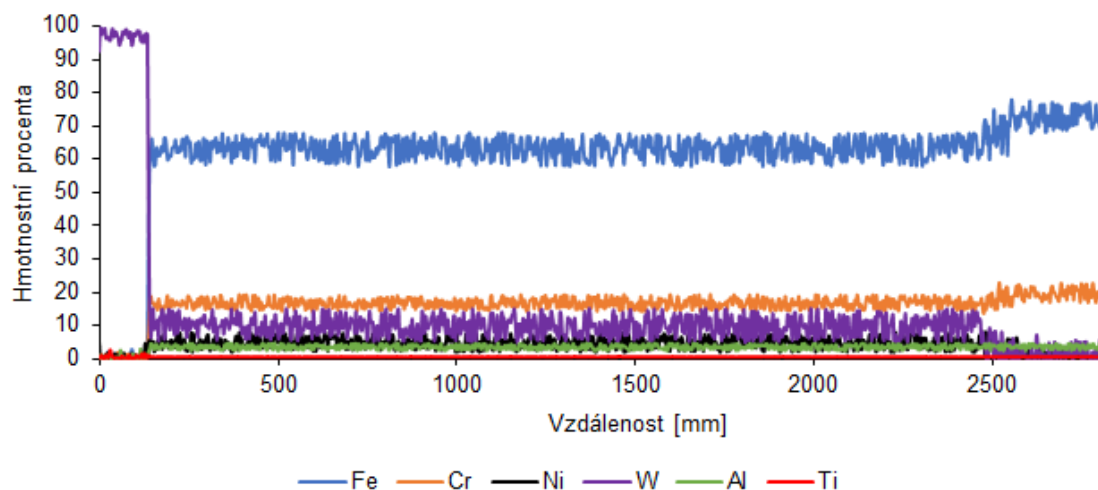
Průběh mikrotvrdosti ve směru kolmém na rozhraní svar/WL10 je na Obr. 3.18. V obou případech žihání dochází na rozhraní svar/MA956 ke skokovému nárůstu tvrdosti. Při teplotě žihání 800 °C vzroste tvrdost spoje asi o 80 HV<sub>0,1</sub>, při teplotě 1000 °C je tento nárůst o 20 HV<sub>0,1</sub> menší. Směrem k wolframu tvrdost v obou případech roste až na hodnotu přibližně 420 HV<sub>0,1</sub>.



Obr. 3.18 - Průběh mikrotvrdosti přes svarový spoj s Ni po žihání

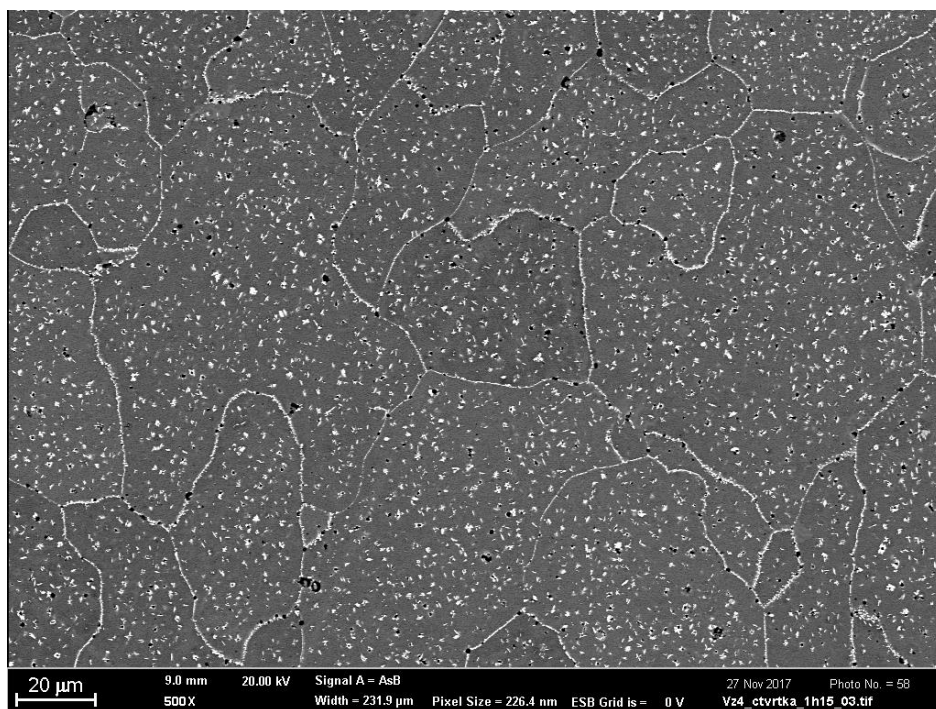
Na Obr. 3.19 je zobrazen průběh chemického složení přes svarový spoj. Koncentrace všech prvků je v celém svarovém spoji téměř konstantní. Podobně jako u stavu po svaření je možné pozorovat v blízkosti rozhraní svar/WL10 nárůst koncentrace wolframu. Přímou na rozhraní dochází ke skokové změně chemického složení. Na rozhraní svar/MA956 je změna chemického složení plynulá. Průměrné chemické složení svaru ve hmotnostních procentech je: Fe – 17,0 % Cr – 4,3 % Al – 0,4 % Ti – 5,2 % Ni – 9,8 % W. Složení je totožné jako ve stavu po svaření a je tedy možné využít stejný fázový diagram, jaký je na Obr. 3.15.





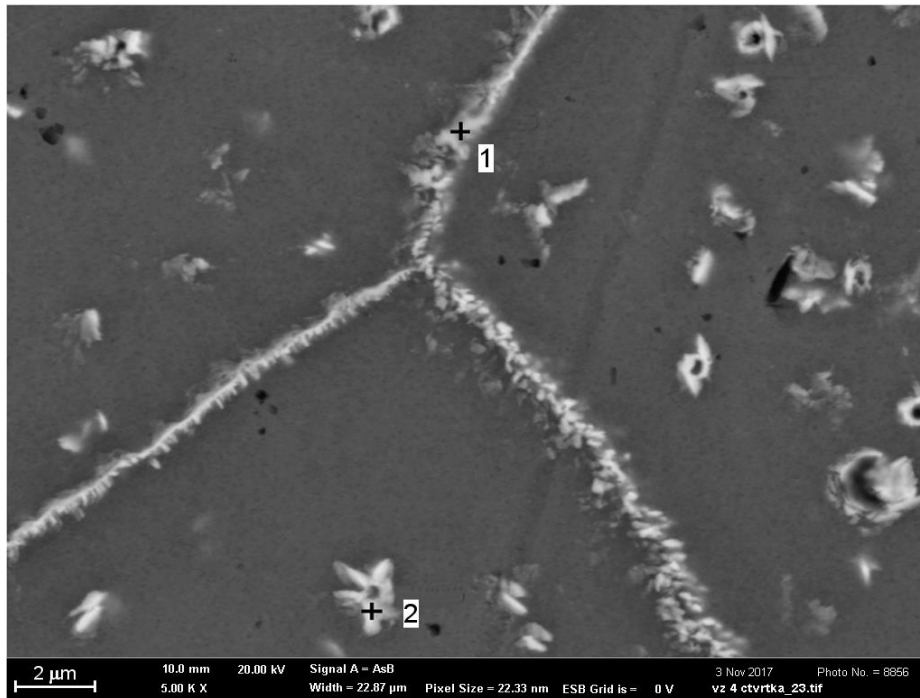
Obr. 3.19 - Průběh chemického složení přes svarový spoj s Ni po žihání na 1000 °C/5h

Mikrostruktura svarového spoje je na Obr. 3.20. Během žihání došlo k precipitaci fází po hranicích zrn i uvnitř zrn. Díky precipitaci po hranicích zrn je možné určit přibližnou velikost jednotlivých zrn, která se pohybuje v rozmezí 20–110 μm.



Obr. 3.20 - Mikrostruktura svarového spoje s Ni po žihání na 1000 °C/5h (REM; 500×)

Na Obr. 3.21 je detail mikrostruktury svarového spoje po žihání na 800 °C/1h. Metodou EDS bylo analyzováno chemické složení fáze na hranici zrna i precipitátů uvnitř zrna. Ze snímku je patrné, že precipitace uvnitř zrn probíhala přednostně na částicích již přítomných ve struktuře. Podle tvaru částic by se mohlo jednat o karbidy TiC. Na Obr. 3.22 je detail rozhraní svar/WL10. Mikrostruktura je tvořena velkým množstvím precipitujících fází. Do vzdálenosti asi 8 μm od rozhraní se objevují výrazně zhrublé precipitáty. Přímou na rozhraní se nachází souvislá fáze, která pokrývá povrch wolframu. Na snímcích jsou vyznačeny body, ve kterých bylo zjišťováno chemické složení. Výsledky všech měření jsou uvedeny v Tabulce 3.4. Mikrostruktury pro obě žihání jsou obdobné s tím rozdílem, že vyšší teplota a doba měly za následek významně větší populaci precipitátů s obdobným složením jako u vzorku 800 °C/1h.



Obr. 3.21 - Detail mikrostruktury svarového spoje s Ni po žihání na 800 °C/1h s Ni (REM; 5K×)



Obr. 3.22 - Detail rozhraní svar/WL10 po žihání na 800 °C/1h s Ni (REM; 5K×)

Tabulka 3.4 - Chemické složení z jednotlivých bodů (v at. %)

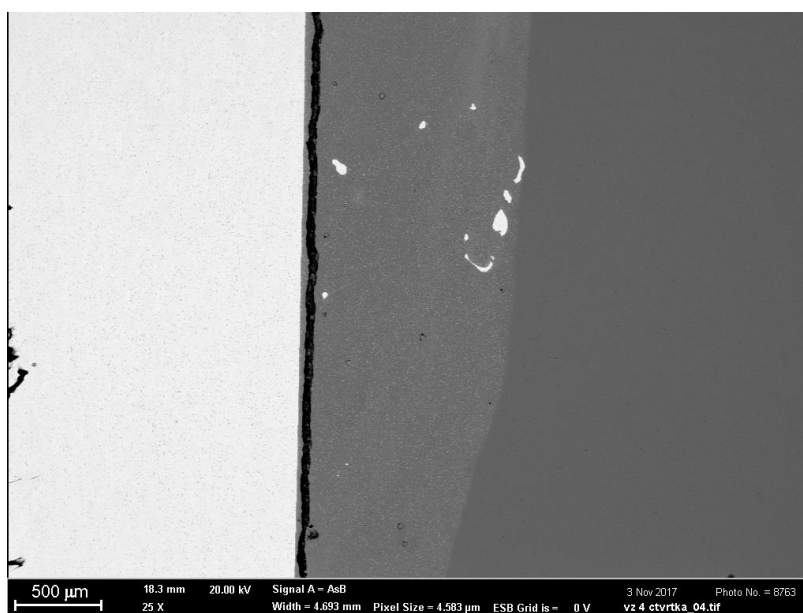
Spektrum	Fe	Cr	Al	Ti	Ni	W
1	57,3	18,4	6,7	0,7	5,2	11,7
2	57,7	19,3	5,4	0,7	4,4	12,5
3	51,3	15,6	-	-	2,9	30,2
4	52,9	17,8	-	0,4	2,5	26,4
5	54,3	18,0	-	-	2,3	25,4

## 4 DISKUZE

### 4.1 Spoje po svaření

Mikrostruktura svarového kovu je po svaření velmi homogenní, nezávisle na přídavném materiálu. Ve svarovém kovu jsou přítomny relativně velké částice nenataveného wolframu, který byl zamíchán do lázně během svařování (Obr. 4.1). Mikrostruktura svarového kovu je dle uvedených fázových diagramů tvořena přesyceným tuhým roztokem na bázi železa, ve kterém jsou přítomny karbidy titanu TiC. Dále jsou ve struktuře přítomny částice oxidů hliníku. Ostatní fáze uvedené ve fázových diagramech ve svarovém kovu nevznikly z důvodu vysoké rychlosti ochlazování vzorků po svaření, při které byla omezena difúze všech prvků. Navzdory tomu dochází v blízkosti rozhraní svar/WL10 k precipitaci malého množství minoritní fáze. U vzorků bez přídavného materiálu je možno s velkou mírou pravděpodobnosti předpokládat, že se jedná o částice Lavesovy fáze. Tato precipitace je umožněna lokálním zvýšením obsahu wolframu v tuhém roztoku na bázi železa, čímž se snižuje difúzní vzdálenost nutná pro vznik minoritní fáze.

Svarový kov vykazuje rozdílnou tvrdost v závislosti na použití přídavného materiálu. U vzorků bez niklu je tato tvrdost v průměru 225 HV<sub>0,1</sub>, což je hodnota nižší než tvrdost základních materiálů. Tento pokles tvrdosti je pravděpodobně způsoben ztrátou deformačního zpevnění struktury. Na rozdíl od výrazně deformované struktury, která vzniká při práškové metalurgii, je struktura svarového kovu tvořena kolumnárními a rovnoosými zrny. Na obou rozhraních základních materiálů se svarovým kovem je patrný ostrý přechod v tvrdosti. Tyto skokové změny jsou obecně považovány za nevhodný fenomén, jelikož mohou působit jako strukturální koncentrátoři napětí. Svar by tedy mohl být citlivý na praskání podél rozhraní, a to zejména podél rozhraní svar/WL10 (Obr. 4.1).



Obr. 4.1 - Trhlina ve svarovém kovu podél rozhraní (REM; 25×)

U vzorků s přidaným niklem je tvrdost svarového kovu výrazně vyšší než v případě vzorků bez niklu. Průměrná tvrdost svarového kovu je asi 425 HV<sub>0,1</sub>, což je hodnota odpovídající tvrdosti materiálu WL10. Příčinu tohoto nárůstu tvrdosti je možné spatřovat především v přítomnosti niklu, který způsobuje substituční zpevnění nerovnovážného tuhého roztoku. Jak vyplývá z práce Jankůve [45], s rostoucím obsahem niklu roste tvrdost svarového kovu. Při vyšším

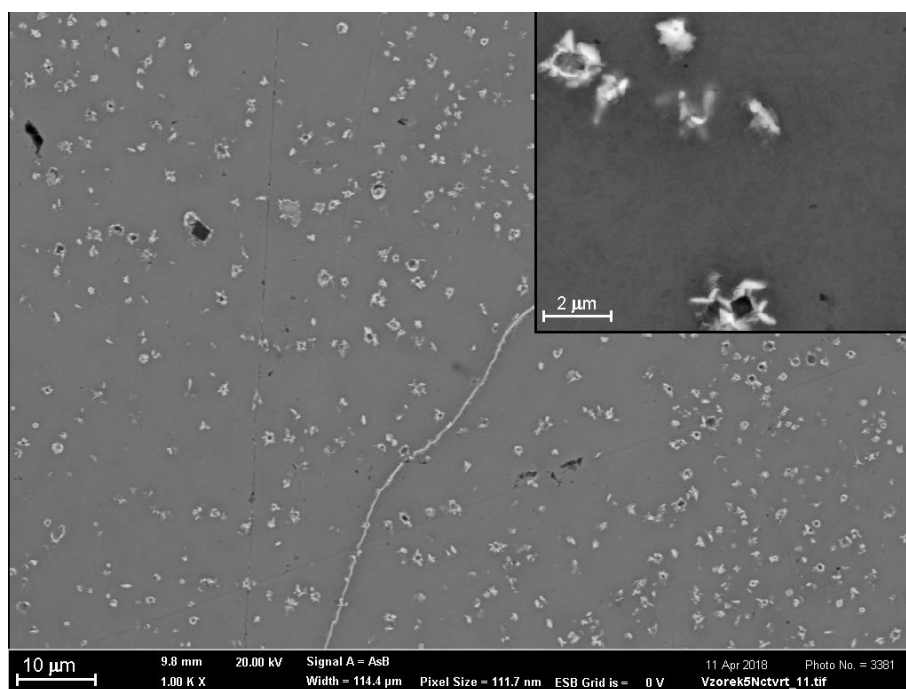
obsahu niklu může ve struktuře dojít k vyloučení nerovnovážných fází bohatých na nikl, a tedy od určitého množství již k substitučnímu zpevnění tuhého roztoku nedochází. Tyto fáze nebyly ve svarovém kovu pozorovány. V následující tabulce je porovnáno chemické složení a tvrdost vzorků bez niklu a s niklem a ke srovnání jsou přidány i údaje z práce od Jankůje.

Tabulka 4.1 - Vliv chemického složení na tvrdost svarového kovu (v hm. %)

Vzorek	Fe	Cr	W	Ni	HV0,1
Bez Ni	báze	19	7	-	225
S Ni	báze	16	10	5	425
<b>HV0,3</b>					
Jankůj	báze	18	2	7	501
	báze	15	8	16	546

## 4.2 Spoje po tepelném zpracování

V obou skupinách vzorků bez ohledu na přídavný materiál došlo k podobnému mikrostrukturnímu vývoji. Během působení vysokých teplot dochází k masivní precipitaci fází bohatých především na wolfram a chrom. Dle uvedených fázových diagramů a vypočtených chemických složení fází by se mělo jednat o Lavesovu fázi. V blízkosti rozhraní svar/WL10 dochází k velmi intenzivní precipitaci Lavesovy fáze v porovnání se zbylým objemem svarového kovu. Příčinou takto rozsáhlé precipitace je zvýšený obsah wolframu v přesyceném tuhém roztoku na bázi železa, který způsobuje zkrácení difúzní vzdálenosti, a tedy i snížení času potřebného pro vznik Lavesovy fáze. V oblastech vzdálenějších od rozhraní dochází přednostně k precipitaci po hranicích zrn. Uvnitř zrn vznikají částice Lavesovy fáze na patrně již dříve vzniklých ostrohranných částicích, které fungují jako nukleační zárodky pro vznik Lavesovy fáze (Obr. 4.2). Dle tvaru částic se jedná patrně o karbidy TiC. Lze předpokládat, že podobný efekt budou mít i přítomné oxidy hliníku. S rostoucí teplotou a časem žihání dochází k precipitaci Lavesovy fáze i mimo tato nukleační místa a celkově se její množství v objemu svarového kovu zvyšuje.



Obr. 4.2 - Precipitace uvnitř zrna na dříve vzniklých částicích (REM; 1K×)

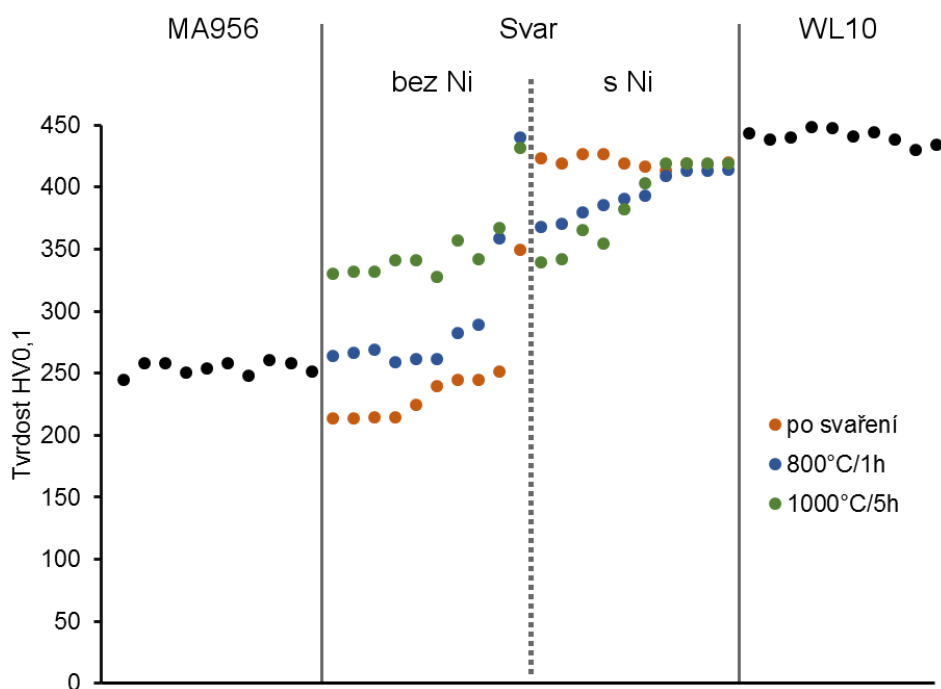


Vývoj tvrdosti svarového kovu vykazuje rozdílný charakter v závislosti na přídavném materiálu. U vzorků bez přídavného materiálu dochází během žíhání k nárůstu tvrdosti ve svarovém kovu a vzniku mírného gradientu, což vede k vyrovnávání rozdílů ve tvrdosti přes celý spoj. Vzorek žíhaný na 800 °C/1h vykazuje tento efekt v menší míře, jelikož nedošlo k tak masivní precipitaci Lavesovy fáze.

Vzorky s přídavným materiálem vykazují po žíhání ve srovnání se stavem po svaření pokles tvrdosti svarového kovu na hodnoty mezi tvrdostí základních materiálů. V tomto případě se vytváří výrazný gradient, a tedy i zde dochází ke zmenšování skokových změn a vyrovnávání tvrdosti napříč spojem.

Důvodem pro rozdílné následky precipitace Lavesovy fáze na tvrdost vzorků je možné spatřovat v rozdílném chemickém složení. V případě vzorků bez přídavného materiálu je vznik Lavesovy fáze jediným zpevňujícím mechanismem, a tedy dochází k nárůstu tvrdosti svarového kovu. U vzorků s přídavným materiálem způsobuje precipitace snížení substitučního zpevnění tuhého roztoku svarového kovu a příspěvek od precipitačního zpevnění částicemi Lavesovy fáze plně nevyrovná tento pokles tvrdosti.

Obr. 4.3 znázorňuje vývoj mikrotvrdosti svarového kovu v závislosti na tepelném zpracování a přídavném materiálu. Je patrné, že ačkoliv dochází k masivní precipitaci, profily mikrotvrdosti se mění tak, že skokové změny na rozhraních se základními materiály se zmenšují, tedy je možno předpokládat, že tepelné zpracování podobného druhu jako v této práci by vedlo ke zlepšení mechanických vlastností spojů. Je nutno ovšem zdůraznit, že nebylo možno ověřit, zda při žíhání na 1000 °C/5h bylo dosaženo rovnováhy, je velmi pravděpodobné že nikoliv. Z tohoto důvodu je nutné upozornit na možnost další precipitace a hrubnutí precipitátů, což by nadále mohlo výrazně spoje oslabit.



Obr. 4.3 - Srovnání vývoje mikrotvrdosti svarového kovu v závislosti na tepelném zpracování a přídavném materiálu

#### 4.2.1 Identifikace fází v mikrostruktuře spoje

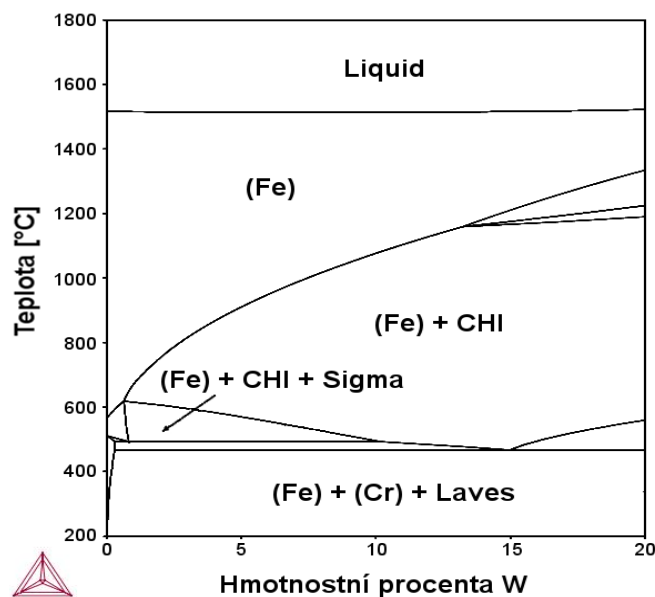
V mikrostruktuře svarového kovu bylo identifikováno několik typů částic. Jedná se o částice nejspíše odpovídající Lavesově fázi ( $\text{Fe}_2\text{W}$ ),  $\mu$  fázi ( $\text{Fe}_7\text{W}_6$ ) a karbidu titanu ( $\text{TiC}$ ). V následující tabulce jsou pro každou částici uvedeny obsahy jednotlivých prvků získaných bodovou EDS analýzou. Rozdíl v chemickém složení pro vzorky bez přídavného materiálu a s přídavným materiálem je minimální, přítomnost niklu je kompenzována nižším obsahem železa, u ostatních prvků se množství nemění. Proto je chemické složení částic hodnoceno bez ohledu na přídavný materiál s předpokladem, že pro vzorky bez přídavného materiálu je obsah niklu nulový. Obsahy prvků byly určeny jako průměrné chemické složení bodů uvedených v Tabulce 3.2 a Tabulce 3.4.

Tabulka 4.2 - Chemické složení jednotlivých fází (v at. %)

Fáze	Fe	Cr	Al	Ti	Ni	W	C	Poznámka
Laves #1	59,2	19,4	5,7	0,7	4,8	12,7	-	Průměr z bodů 1 a 2
Laves #2	51,0	17,0	0,9	0,8	2,4	26,0	-	Průměr z bodů 4 a 5
$\mu$	51,5	15,7	1,1	0,2	2,9	30,2	-	Průměr z bodů 3
TiC	-	-	-	0,54	-	-	0,46	Nominální složení

Jako Laves #1 je označena fáze precipitující dále od rozhraní svar/WL10. Dle fázového diagramu by se mělo jednat o Lavesovu fázi, ovšem především množství wolframu neodpovídá nominálnímu složení. Naměřené množství wolframu odpovídá přibližně 0,4 teoretické hodnoty obsahu wolframu v Lavesově fázi. Jedním z důvodů takto sníženého naměřeného obsahu může být velikost analyzovaných částic, která se pohybuje v řádu stovek nanometrů. Jde tedy o částice menší, než jaké je prostorové rozlišení analýzy EDS. Výsledné chemické složení částic je tak dáno jako průměr složení částice a okolní matrice zasažené reakčním objemem. Další možností je, že se nejedná o Lavesovu fázi, ale o  $\chi$  fázi, což je ternární intermetalická fáze označovaná vzorcem  $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{W}_{10}$ , která je stabilní v rozmezí teplot  $1190\text{ }^\circ\text{C}$ – $550\text{ }^\circ\text{C}$ , pod touto teplotou transformuje na Lavesovu fázi. Vzhledem k teplotě transformace a rychlosti ochlazování je možné, aby byla  $\chi$  fáze přítomna ve struktuře i při pokojové teplotě. Ačkoliv by se dle vypočítaného diagramu tato fáze neměla ve struktuře vyskytovat, chemické složení částic s označením Laves #1 odpovídá spíše  $\chi$  fázi než Lavesově fázi. Pro přesnější určení chemického složení těchto částic je nutné použít metody s vyšším prostorovým rozlišením. Bylo by možné použít EDS měření na tenké lamely, kde by byl interakční objem omezen tloušťkou lamely, eventuálně by bylo možné použít difrakční techniky jako EBSD nebo difrakci v transmisním módu, která by fáze rozlišila dle krystalové struktury.

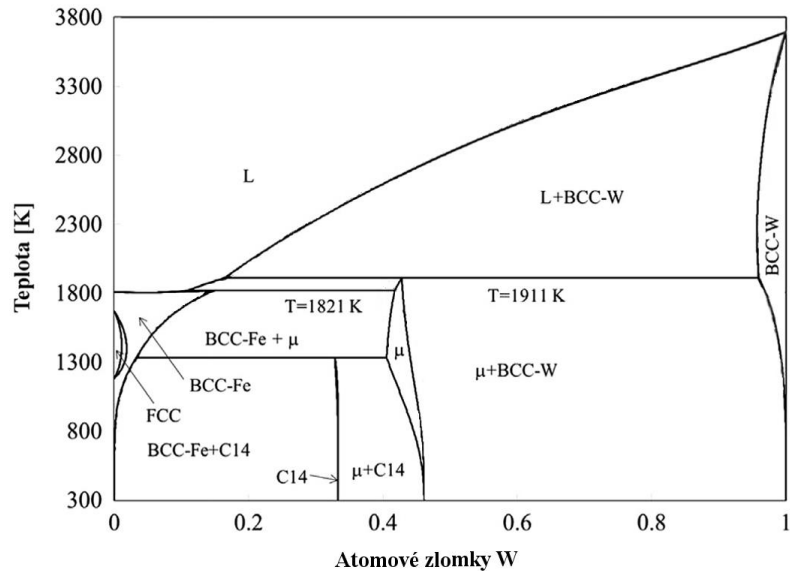
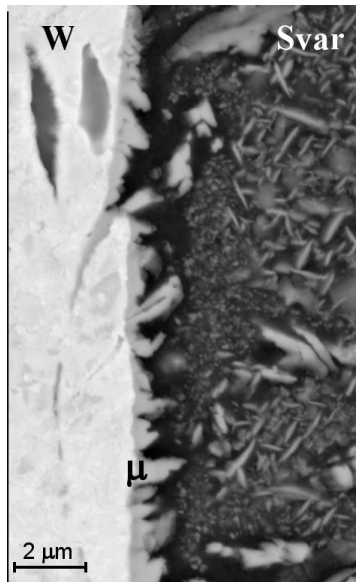
Na diagramu, který uvažuje pouze zjednodušený systém Fe-W-Cr, je patrná oblast existence  $\chi$  fáze (Obr. 4.4). Ve skutečném svarovém kovu jsou přítomny ve významném množství ještě hliník a titan, které tuto oblast potlačují, nicméně vzhledem k významnému vlivu kinetických podmínek všech reakcí v průběhu ochlazování nelze vyloučit, že svarový kov je výrazně vzdálen rovnováze, a tedy diskutované částice jsou skutečně fáze  $\chi$ .



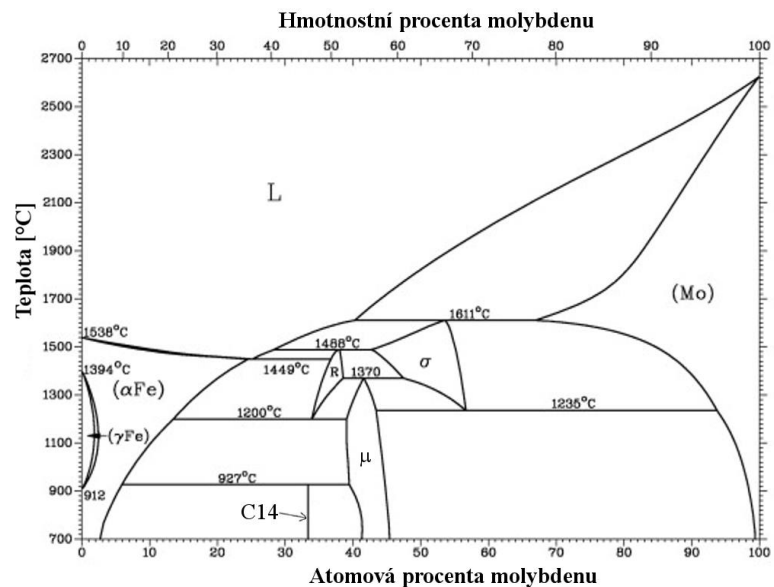
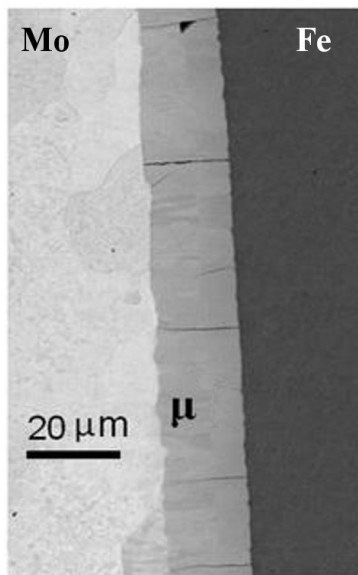
Obr. 4.4 - Fázový diagram Fe-W s 20 % Cr

Jako Laves #2 je označena fáze precipitující v blízkosti rozhraní svar/WL10. Svým chemickým složením téměř odpovídá Lavesově fázi. Velikost částic je větší než v předchozím případě, ovšem stále se pohybuje na hranici prostorového rozlišení analýzy EDS. Je tedy pravděpodobné, že je opět do výsledného složení započítána i matrice svarového kovu, čímž dochází ke snížení celkového obsahu wolframu.

Fáze označená jako  $\mu$  precipituje přímo na rozhraní svar/WL10 a vytváří souvislou vrstvu na povrchu wolframu. Tato fáze se neobjevuje v uvedených diagramech, jelikož vzniká v oblasti s velmi vysokým obsahem wolframu, pro který již fázové diagramy nebyly počítány. Důvodem je použití databáze, která garantuje správnost výpočtu do maximálně 20 hm.% wolframu. Naměřené chemické složení uvedené fáze by dobře odpovídalo Lavesově fázi, ovšem podobně jako v předchozích případech je EDS analýza zatížena chybou z důvodu submikronové tloušťky vrstvy. Lze se tedy domnívat, že skutečný obsah wolframu v diskutované fázi je vyšší. Identifikace uvedené fáze jako  $\mu$  fáze byla provedena na základě morfologie s využitím výsledků z experimentu, který provedli Cao & Zhao [53]. V jejich případě byl použit difuzní pár Mo-Fe, nicméně při konfrontaci fázových diagramů Fe-W a Fe-Mo je patrné, že do teploty přibližně 1200 °C vykazuje molybden podobné chování a tvoří stejné fáze jako wolfram. V citované práci došlo při žhání na teplotě 900 °C po dobu 500 hodin k vytvoření souvislé vrstvy  $\mu$  fáze, jejíž tloušťka umožňovala spolehlivé měření chemického složení. Na základě podobnosti fázových diagramů tedy lze předpokládat, že se jedná i v našem případě o  $\mu$  fázi, a nikoliv o Lavesovu fázi. Na následujících obrázcích jsou zobrazeny obě vrstvy i s odpovídajícími fázovými diagramy.



Obr. 4.5 . Vrstva  $\mu$ fáze na povrchu wolframu a fázový diagram Fe-W



Obr. 4.6 - Vrstva  $\mu$ fáze na povrchu molybdenu [53] a fázový diagram Fe-Mo [54]

Částice TiC byly identifikovány na základě charakteristického tvaru uvedeného na Obr. 1.6 a EDS mappingu (Obr. 3.5b a Obr. 3.16b), dle kterého jsou pravidelné ostrohranné částice bohaté na titan.

Vznik fáze NiAl a tuhého roztoku na bázi chromu nebyl experimentálně zaznamenán, což pravděpodobně souvisí s poměrně rychlým ochlazováním i v případě žíhaných vzorků. Z důvodu absence těchto fází ve struktuře pravděpodobně došlo k obohacení precipitujících částic, které obsahují vyšší množství chromu, hliníku a niklu, než jaké bylo určeno výpočtem v ThermoCalcu.

Vzhledem k precipitaci Lavesovy fáze a  $\mu$  fáze se lze domnívat, že materiál svarového kovu je do značné míry rovnovážný. Nicméně je velmi pravděpodobné, že s rostoucí dobou žíhání bude docházet ke hrubnutí precipitujících fází.

## 5 ZÁVĚR

Z výsledků experimentu vyplívá, že lze vytvořit svarový spoj materiálů WL10 a MA956 s využitím elektronového paprsku. Teplota předehřevu neměla výrazný vliv na výslednou kvalitu spoje. Svarový kov obsahuje ve všech případech velké množství pórů, především ve vrchní části svaru. Pro omezení vzniku póru je nutná optimalizace parametrů svařování.

Po svaření vykazuje svarový spoj bez přídavného materiálu pokles tvrdosti oproti základnímu materiálu MA956. Tento pokles je způsoben ztrátou deformačního zpevnění z důvodu roztažení struktury během svařování. Po žihání způsobí precipitační zpevnění nárůst tvrdosti na hodnotu přibližně 350HV<sub>0,1</sub>. Při použití niklu jako přídavného materiálu dochází k substitučnímu zpevnění svarového kovu, jehož tvrdost dosahuje hodnot srovnatelných s tvrdostí základního materiálu WL10. Po žihání dochází vlivem precipitace ke snížení substitučního zpevnění, které není plně kompenzováno precipitačním zpevněním, což způsobuje pokles tvrdosti svarového kovu a vznik výrazného gradientu. Tím dochází ke zmenšování skokových změn v tvrdosti na rozhraních, což bude mít patrně pozitivní vliv na mechanické vlastnosti spoje. Z tohoto důvodu je vhodné použít nikel jako přídavný materiál během svařování.

Struktura svarového kovu je po svaření velmi homogenní a je tvořena nerovnovázným přesyceným tuhým roztokem na bázi železa. Dále jsou ve struktuře přítomny karbidy titanu a oxidy hliníku. Během žihání dochází v celém objemu svarového kovu k masivní precipitaci Lavesovy fáze. Na rozhraní svar/WL10 se objevuje tenká souvislá vrstva fáze  $\mu$ . Je pravděpodobné, že vznik Lavesovy fáze způsobí pokles mechanických vlastností svarového kovu, a to především při dlouhodobém vystavení vysokým teplotám, jelikož tato fáze je obecně velmi náchylná na hrubnutí.

Vzhledem k rozdílnému chemickému složení precipitujících částic zjištěnému analýzou EDS a výpočtem v programu ThermoCalc je nutné provést podrobnější měření s využitím metod umožňujících analýzu submikronových částic. V současné době probíhá příprava vzorku pro TEM a v plánu je i detailní analýza EBSD. Před využitím svarového spoje v praktických aplikacích by bylo vhodné provést zkoušky dlouhodobého provozu za vysokých teplot pro určení rychlosti hrubnutí Lavesovy fáze a dále by se měly určit mechanické vlastnosti spoje.

## SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] HRIVŇÁK, Ivan. *Zváranie a zvariteľnosť materiálov*. 1. vyd. Bratislava: Slovenská technická univerzita, 2009, 486 s. ISBN 978-80-227-3167-6.
- [2] ŠOHAJ, Pavel. *Strukturní stabilita svarových spojů austenitických a feritických ocelí*. Brno, 2014. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Rudolf Foret.
- [3] KRUML, Tomáš. Vývoj materiálů pro jadernou fúzi. In: *Objective Source E-Learning* [online]. Telč: Objective Source E-Learning, 2013 [cit. 2018-02-14]. Dostupné z: <http://www.osel.cz/7095-vyvoj-materialu-pro-jadernou-fuzi.html>
- [4] PILOUS, Václav a Karel STRÁNSKÝ. *Structural Stability of Deposits and Welded Joints in Power Engineering*. 1. vyd. Cambridge: Cambridge University Press, 1998, 176 s. ISBN 1-898-326-088.
- [5] PLUHARĚ, Jaroslav. *Nauka o materiálech*. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1989, 549 s.
- [6] ZLÁMAL, Bronislav. *Strukturní stabilita heterogenních svarových spojů žárovevných ocelí*. Brno, 2007, 97 s. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Rudolf Foret.
- [7] VODÁREK, Vlastimil. *Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 2003. ISBN 80-248-0329-1.
- [8] JAN, Vít. *Analýza a simulace chování materiálů pro vysoké teploty*. Brno, 2008. Habilitační práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav materiálových věd a inženýrství.
- [9] ŠOHAJ, Pavel. *Strukturní stabilita žárovevných ocelí a jejich svarů*. Brno, 2009. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Rudolf Foret.
- [10] KOZESCHNIK, E. Dissimilar 2·25Cr/9Cr and 2Cr/0·5CrMoV steel welds: Part 1: Characterisation of weld zone and numerical simulation. *Science and Technology of Welding and Joining* [online]. 2002, 7(2), 63-68 [cit. 2018-02-22]. DOI: 10.1179/136217102225003005. ISSN 1362-1718.
- [11] ŘÍPA, Milan. *Řízená termojaderná syntéza pro každého*. 2. vydání. Praha: Ústav fyziky plazmatu AV ČR, 2005. ISBN 80-902724-7-9.
- [12] Divertor. *ITER* [online]. Vinon-sur-Verdon: Bernard Bigot, b.r. [cit. 2018-02-23]. Dostupné z: <https://www.iter.org/mach/divertor>
- [13] WIDAK, V. Assessment of the He-cooled Test Divertor Module for ITER. *Fusion Engineering and Design* [online]. 2008, 83(7-9), 1131-1136 [cit. 2018-02-23]. DOI: 10.1016/j.fusengdes.2008.06.017. ISSN 09203796. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0920379608001427>

- [14] NORAJITRA, Prachai. *Divertor Development for a Future Fusion Power Plant*. Karlsruhe Institut für Technologie: KIT Scientific Publishing, 2011, 136 s. ISBN 978-3-86644-738-7.
- [15] RAFFRAY, A.R., S. MALANG a X. WANG. Optimizing the overall configuration of a He-cooled W-alloy divertor for a power plant. *Fusion Engineering and Design* [online]. 2009, **84**(7-11), 1553-1557 [cit. 2018-02-23]. DOI: 10.1016/j.fusengdes.2008.12.069. ISSN 09203796. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0920379608004614>
- [16] WILLIAMS, Ceri. Nanoscale characterisation of ODS–Eurofer 97 steel: An atom-probe tomography study. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2010, **400**(1), 37-45 [cit. 2018-02-27]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2010.02.007. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311510000462>
- [17] EL-ESKANDARANY, M. *Mechanical Alloying: For Fabrication of Advanced Engineering Materials*. Norwich, N.Y.: Noyes Publications, 2001, 242 s. ISBN 081551462X.
- [18] SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science* [online]. 2001, **46**(1-2), 1-184 [cit. 2018-02-27]. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9. ISSN 00796425. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642599000109>
- [19] HAMILTON, MI. *Fabrication technology for ODS Alloy MA957*. Richland: Pacific Northwest National Laboratory, 2000. DOI: 10.2172/752167.
- [20] HADRABA, Hynek. Microstructure and impact properties of ferritic ODS ODM401 (14%Cr-ODS of MA957 type). *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, **417**(1-3), 241-244 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2011.01.066. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311511000985>
- [21] KIMURA, A. Development of Al added high-Cr ODS steels for fuel cladding of next generation nuclear systems. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, **417**(1-3), 176-179 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.300. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311510011475>
- [22] OKSIUTA, Z. a N. BALUC. Microstructure and Charpy impact properties of 12–14Cr oxide dispersion-strengthened ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2008, **374**(1-2), 178-184 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2007.08.004. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311507009543>
- [23] ZHANG, C.H. Characterization of the oxide particles in Al-added high-Cr ODS ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, **417**(1-3), 221-224 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.063. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311510008858>
- [24] LI, Shaofu. Microstructure characterization and tensile properties of 18Cr–4Al-oxide dispersion strengthened ferritic steel. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2015, **648**, 39-45 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.06.248. ISSN 09258388. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838815303704>

- [25] SHEN, Jingjie. Microstructural stability of an as-fabricated 12Cr-ODS steel under elevated-temperature annealing. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2017, **695**, 1946-1955 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.11.029. ISSN 09258388. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838816334879>
- [26] SAKASEGAWA, H. Stability of non-stoichiometric clusters in the MA957 ODS ferritic alloy. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, **417**(1-3), 229-232 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.056. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311510008780>
- [27] KAITO, T. High temperature oxidation behavior of ODS steels. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2004, **329-333**, 1388-1392 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2004.04.203. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311504003538>
- [28] SIMEG VETERNIKOVA, J. Thermal stability study for candidate stainless steels of GEN IV reactors. *Applied Surface Science* [online]. 2016, **387**, 965-970 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1016/j.apsusc.2016.06.151. ISSN 01694332. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169433216313800>
- [29] TURKER, M. Formation of porosity in ferritic ODS alloys on high temperature exposure. *Journal of Materials Science* [online]. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2005, **40**(5), 1201-1208 [cit. 2018-02-28]. DOI: 10.1007/s10853-005-6938-9. ISSN 0022-2461. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1007%2Fs10853-005-6938-9>
- [30] PLUHARŤ, Jaroslav. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálů*. Vyd. 1. Praha: Bratislava: SNTL ; Alfa, 1987, 418 s.
- [31] WAS, G. *Fundamentals of radiation materials science: metals and alloys*. Berlin: Springer, 2007, 827 s. ISBN 978-3-540-49471-3.
- [32] CAMS, Staff. Radiation Damage/Materials Modification: High-energy ion irradiation is an important tool for studying radiation damage effects. *Center for Accelerator Mass Spectrometry* [online]. Livermore, USA: LLNL, b.r. [cit. 2018-02-28]. Dostupné z: <https://cams.llnl.gov/cams-competencies/radiation-damage-materials-modification>
- [33] YAR, Mazher. *Development of Nanostructured Tungsten Based Composites for Energy Applications* [online]. Stockholm, 2012 [cit. 2018-03-01]. Dostupné z: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:547136/FULLTEXT01.pdf>. Doctoral Thesis. Royal Institute of Technology. School of Information and Communication Technology. Functional Materials Division.
- [34] HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM publishing, 2008, 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [35] ŠESTAN, Andreja. The role of tungsten phases formation during tungsten metal powder consolidation by FAST: Implications for high-temperature applications. *Materials Characterization* [online]. 2018, [cit. 2018-03-01]. DOI: 10.1016/j.matchar.2018.02.022. ISSN 10445803. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1044580317334381>



- [36] CUI, Kai. Microstructural characteristics of commercial purity W and W–1% La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2013, **41**, 143-151 [cit. 2018-03-01]. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2013.03.004. ISSN 02634368. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0263436813000644>
- [37] RIETH, M. a A. HOFFMANN. Influence of microstructure and notch fabrication on impact bending properties of tungsten materials. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2010, **28**(6), 679-686 [cit. 2018-03-01]. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2010.04.010. ISSN 02634368. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0263436810000636>
- [38] WESEMANN, I. Fracture strength and microstructure of ODS tungsten alloys. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2010, **28**(6), 687-691 [cit. 2018-03-01]. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2010.05.009. ISSN 02634368. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0263436810000818>
- [39] RUŽA, Viliam. *Pájení*. 2. upr. a dopl.vyd. Praha: SNTL, 1988, 452 s.
- [40] *An Introduction to Brazing* [online]. 4. Pfäffikon, Switzerland: Oerlikon Metco, b.r. [cit. 2018-03-10]. Dostupné z: [1url.cz/ft8Xw](http://www.url.cz/ft8Xw)
- [41] MORAVEC, Jaromír. *Technologie I: Pájení* [online]. Liberec: Technická univerzita v Liberci. Katedra strojírenské technologie, 2006 [cit. 2018-03-10]. Dostupné z: [http://www.ksp.tul.cz/cz/ksm/obsah/vyuka/materialy/cvi%C4%8Den%C3%AD13\\_przetace.pdf](http://www.ksp.tul.cz/cz/ksm/obsah/vyuka/materialy/cvi%C4%8Den%C3%AD13_przetace.pdf)
- [42] DVOŘÁK, Milan. *Technologie II*. Vyd. 3., doplněné. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2004, 238 s. ISBN 80-214-2683-7.
- [43] ZOBAC, Martin. *Řízení a diagnostika elektronového svazku pro pokročilé technologie*. Brno, 2010. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Bohumila Lencová.
- [44] DUPÁK, Libor. *Mikroobrábění nekovových materiálů elektronovým svazkem*. Brno, 2013. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav fyzikálního inženýrství. Vedoucí práce Bohumila Lencová.
- [45] JANKŮJ, Luděk. *Svařování ODS materiálů elektronovým svazkem*. Brno, 2016. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Vít Jan.
- [46] SOPOUŠEK, Jiří. *Fázové rovnováhy a difúzí řízené procesy ve vybraných soustavách kovů a jejich slitin*. Brno, 2002. Habilitační práce. Masarykova univerzita v Brně. Přírodovědecká fakulta.
- [47] LUKAS, Hans, Suzana FRIES a Bo SUNDMAN. *Computational thermodynamics: the Calphad method*. Cambridge: Cambridge University Press, 2007, 313 s. ISBN 978-0-521-86811-2.

- [48] KROUPA, Ales. Modelling of phase diagrams and thermodynamic properties using Calphad method – Development of thermodynamic databases. *Computational Materials Science* [online]. 2013, **66**, 3-13 [cit. 2018-03-08]. DOI: 10.1016/j.commat.2012.02.003. ISSN 09270256. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927025612000699>
- [49] Incoloy alloy MA956. In: *BIBUS METALS* [online]. Brno, b.r. [cit. 2018-03-09]. Dostupné z: [http://new.bibus.cz/pdf/Special\\_Metals/Nikl/prehled/incoloy-alloy\\_MA956\\_DS.pdf](http://new.bibus.cz/pdf/Special_Metals/Nikl/prehled/incoloy-alloy_MA956_DS.pdf)
- [50] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. Brno: CERM, 2001, 505 s. ISBN 80-7204-193-2.
- [51] MAN, Ondřej. *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*. Brno, 2010. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství. Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Jiří Švejcar.
- [52] MOLLIKOVÁ, Eva. Zkoušení materiálů a výrobků: Zkoušky mikrotvrlosti. *Ústav materiálových věd a inženýrství* [online]. Brno, b.r. [cit. 2018-03-30]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/zmv/Index.html>
- [53] CAO, Siwei a Ji-Cheng ZHAO. Determination of the Fe-Cr-Mo Phase Diagram at Intermediate Temperatures using Dual-Anneal Diffusion Multiples. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* [online]. 2016, **37**(1), 25-38 [cit. 2018-05-17]. DOI: 10.1007/s11669-015-0423-1. ISSN 1547-7037. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11669-015-0423-1>
- [54] RAJKUMAR, V.B. a K.C. HARI KUMAR. Thermodynamic modeling of the Fe–Mo system coupled with experiments and ab initio calculations. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2014, **611**, 303-312 [cit. 2018-05-22]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.05.030. ISSN 09258388. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838814010962>