



**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

**STUDIUM INTERMETALICKÝCH FÁZÍ V LITÉ DUPLEXNÍ  
OCELI**

STUDY OF INTERMETALLIC PHASES IN CAST DUPLEX STEEL

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Bc. Ondřej Ponížil**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**doc. Ing. Bohumil Pacal, CSc.**

**BRNO 2019**

# Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	<b>Bc. Ondřej Ponížil</b>
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	<b>doc. Ing. Bohumil Pacal, CSc.</b>
Akademický rok:	2018/19

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:

## **Studium intermetalických fází v lité duplexní oceli**

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

Jedním z progresivních typů korozivzdorných ocelí dělených dle kritéria struktury jsou duplexní oceli. Jejich mechanické charakteristiky jsou významně ovlivňovány výskytem intermetalických fází ve struktuře. Úkolem je provést metalografickou studii výskyt těchto fází ve struktuře lité duplexní oceli za určitých podmínek tepelného ovlivnění a experimentálně ověřit vliv teploty a doby výdrže na změnu strukturně–mechanických charakteristik.

### **Cíle diplomové práce:**

- provést literární studii duplexních korozivzdorných ocelí,
- ověřit vliv různých podmínek tepelného zatížení na strukturní změny se zaměřením na výskyt intermetalických fází ve struktuře vybraného typu oceli,
- metalografické rozborů doplnit zjištěním základních mechanických charakteristik.

### **Seznam doporučené literatury:**

ALVAREZ, A. I. Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering 2008, 1, 51-57.

ALVAREZ-ARMAS, Iris a Suzanne DEGALLAIX-MOREUIL. Duplex stainless steels. London: Hoboken: ISTE ; Wiley, 2009, xv, 437 s. : il. ISBN 978-1-84821-137-7.

GUNN, Robert N. Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications. Cambridge: Abington Publishing, 1997, xii, 204 stran : ilustrace. ISBN 1-85573-318-8.

ČÍHAL, V. Korozivzdorné oceli a slitiny. 1. vyd. Praha: Academia AV, 1999. 437s. ISBN 80-200-06-1-0.

ERGE, R. PIEREE. Handbook of corrosion engineering. USA: McGraw-Hill, 1999. 1129 s. ISBN 0-0-076516-2.

Corrosion Resistant Alloys [online]. NIPPON YAKIN KOGYO CO., Ltd. Nippon Yakin Kogyo [cit. 2016-05-19].

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2018/19

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## ABSTRAKT

Tato práce se zabývá studiem precipitace intermetalických fází v lité duplexní oceli ASTM A890 Grade 4A s ohledem na degradaci mechanických vlastností v důsledku izotermického žíhání na teplotě 700 °C a 595 °C. Doba izotermického žíhání při teplotě 700 °C se pohybovala od 1 do 160 hodin a při teplotě 595 °C od 24 do 245 hodin. Studium mikrostruktury po žíhání na teplotě 700 °C prokázalo vyloučení  $\sigma$ -fáze, Lavesovy fáze, karbidů chromu a nitridů chromu. Sigma fáze byla poprvé zpozorovaná po 4 hodinách na rozhraní  $\delta/\gamma$ . Vyloučení proběhlo eutektoidním mechanismem podle rovnice  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ . Lavesova fáze byla zpozorována po 10 hodinách na rozhraní  $\delta/\gamma$  a později i uvnitř feritu. Karbidy a nitridy chromu vytvořily konturu podél rozhraní  $\delta/\gamma$  a  $\delta/\gamma_2$ . Po žíhání na teplotě 595 °C bylo ve struktuře sledováno velké množství malých precipitátů. U vybraných vzorků byly precipitáty extrahovány na uhlíkovou repliku. Následná analýza prokázala přítomnost karbidů chromu,  $\sigma$ -fáze a Lavesovy fáze. Znehodnocení mechanických vlastností vlivem vyloučení sekundárních fází bylo potvrzeno zkouškou tvrdosti dle Vickerse a zkouškou rázem v ohybu zahrnující fraktografickou analýzu lomové plochy. Tvrdost má vzrůstající tendenci, zatímco nárazová práce výrazně klesá.

Klíčová slova: austeniticko-feritická litá duplexní ocel, mikrostruktura, precipitace,  $\sigma$ -fáze

## ABSTRACT

This thesis deals with the study of intermetallic phases in cast duplex stainless steel ASTM A890 Grade 4A considering degradation of mechanical properties in the result of isothermal aging in the temperature of 700 °C and 595 °C. The period of aging in the temperature of 700 °C was ranging from 1 to 160 hours and in the temperature of 595 °C it was ranging from 24 to 245 hours. The study of microstructure after aging in the temperature of 700 °C has proved that the  $\sigma$ -phases, Laves phases, chromium carbides and chromium nitrides were excluded. The  $\sigma$ -phase was observed after four hours of aging in the temperature of 700 °C in  $\delta/\gamma$  interface for the first time. The transformation was performed by eutectoid mechanism according to the equation  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ . The Laves phase has been observed after 10 hours of aging in  $\delta/\gamma$  interphase and later in the ferrite grain as well. Chromium carbides and nitrides have created a continuous contour along to the  $\delta/\gamma$  and  $\delta/\gamma_2$  interface. After the temperature of 595°C there have been observed a large amount of small precipitates in the structure. The precipitates have been extracted from some selected samples to carbon replica. Following analysis has confirmed the presence of chromium carbides,  $\sigma$ -phases and Laves phases. The deterioration of mechanical properties, caused by the influence of secondary phase exclusion, has been confirmed by the Vickers hardness test and impact test including fractography analysis of the fracture surface. The hardness has an increasing tendency while the impact strength has been significantly reduced.

Key words: austenitic-ferritic cast duplex steel, microstructure, precipitation,  $\sigma$ -phase

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

PONÍŽIL, Ondřej. *Studium intermetalických fází v lité duplexní oceli* [online]. Brno, 2019 [cit. 2019-05-15]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/117631>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Bohumil Pacal

## **ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité prameny a literaturu.

V Brně dne 24.5.2019

.....

Bc. Ondřej Ponižil

## **PODĚKOVÁNÍ**

Tímto děkuji doc. Ing. Bohumilu Pacalovi, CSc. za vedení, cenné připomínky a rady při vypracování diplomové práce, Ing. Dině Kičmerové, Ph.D. za námahu spojenou se sejmutím extrakčních replik a panu prof. Ing. Vlastimilu Vodárkovi, CSc. za poskytnutí velmi cenných konzultací. V neposlední řadě děkuji svým rodičům za umožnění studia na vysoké škole.

## Obsah

Úvod .....	11
1 Základní charakteristika korozivzdorných ocelí .....	12
2 Vliv přítomných prvků .....	13
2.1 Chrom .....	13
2.2 Nikl .....	13
2.3 Mangan .....	13
2.4 Uhlík .....	13
2.5 Dusík .....	14
2.6 Křemík .....	14
2.7 Molybden .....	14
2.8 Měď .....	14
2.9 Titan, Niob .....	14
3 Rozdělení korozivzdorných ocelí .....	14
3.1 Rozdělení dle chemického složení .....	14
3.1.1 Chromové .....	15
3.1.2 Chrom-niklové .....	15
3.1.3 Chrom-manganové .....	15
3.1.4 Chrom-nikl-molybdenové .....	15
3.2 Rozdělení dle struktury a mechanických vlastností .....	15
3.2.1 Martenzitické oceli .....	16
3.2.2 Feritické oceli .....	17
3.2.3 Superferitické oceli .....	18
3.2.4 Austenitické oceli .....	19
3.2.5 Austeniticko-feritické duplexní oceli .....	19
3.2.6 Feriticko-martenzitické duplexní oceli .....	20
3.2.7 Vytvrditelné .....	20
4 Přehled tepelného zpracování korozivzdorných ocelí .....	21
4.1 Tepelné zpracování martenzitických korozivzdorných ocelí .....	21
4.1.1 Předehřev .....	21
4.1.2 Austenitizace .....	22



4.1.3	Kalení.....	22
4.1.4	Popouštění .....	23
4.2	Tepelné zpracování feritických korozivzdorných ocelí .....	24
4.3	Tepelné zpracování austenitických korozivzdorných ocelí .....	24
4.3.1	Rozpouštěcí žíhání.....	24
4.3.2	Stabilizační žíhání.....	25
4.4	Tepelné zpracování duplexních korozivzdorných ocelí.....	25
5	Strukturně-mechanické a technologické vlastnosti duplexních korozivzdorných ocelí	26
5.1	Druhy a značení duplexních ocelí podle norem.....	26
5.1.1	Značení duplexních ocelí dle ČSN EN 10027.....	26
5.1.2	Značení duplexních ocelí dle amerických norem .....	27
5.2	Popis strukturních parametrů .....	28
5.2.1	Karbidy chromu .....	29
5.2.2	Nitridy chromu .....	30
5.2.3	Sigma fáze .....	30
5.2.4	Chi fáze.....	31
5.2.5	Chromem bohatý ferit.....	32
5.2.6	Sekundární austenit.....	32
5.2.7	Lavesova fáze .....	33
5.3	Pevnostní, deformační a křehkolomové charakteristiky .....	33
5.3.1	Mechanické charakteristiky zjišťované tahovou zkouškou.....	33
5.3.2	Vrubová houževnatost .....	34
5.4	Odolnost proti korozi .....	35
5.4.1	Bodová koroze .....	35
5.4.2	Štěrbinová koroze .....	36
5.4.3	Mezikrystalická koroze.....	36
5.4.4	Koroze pod napětím.....	37
5.5	Technologické vlastnosti .....	37
5.5.1	Svařitelnost .....	37
5.5.2	Slévárenské vlastnosti.....	38
5.5.3	Obrobitelnost .....	39

6	Cíle práce.....	40
7	Experimentální část .....	41
7.1	Experimentální materiál.....	41
7.2	Experimentální metody .....	41
7.2.1	Optická mikroskopie.....	41
7.2.2	Rastrovací elektronová mikroskopie .....	41
7.2.3	Rentgenová difrakční analýza .....	42
7.2.4	Skenovací transmisní elektronová mikroskopie .....	42
7.2.5	Zkouška rázem v ohybu.....	43
7.2.6	Měření tvrdosti podle Vickerse .....	43
7.2.7	Průběh experimentů.....	43
8	Výsledky experimentu.....	45
8.1	Výchozí stav.....	45
8.2	Žihání na teplotě 700 °C .....	46
8.3	Žihání na teplotě 595 °C .....	52
8.3.1	Extrakční repliky .....	54
8.3.2	Rentgenová difrakce .....	55
8.4	Mechanické zkoušky.....	56
8.4.1	Měření tvrdosti .....	56
8.4.2	Zkouška rázem v ohybu.....	57
8.4.3	Fraktografie .....	57
9	Diskuze.....	60
	Závěr.....	64
	Seznam použitých obrázků.....	71
	Seznam použitých tabulek .....	72

## Úvod

Korozivzdorné oceli jsou vysokolegované konstrukční materiály odolávající elektrochemické korozi. Nejprogresivnějším typem korozivzdorných ocelí jsou duplexní oceli legované Cr, Ni, Mo a N jejichž dvoufázová struktura je tvořena austenitem a feritem. Tato struktura nabízí zajímavou kombinaci mechanických a korozních vlastností, díky kterým jsou tyto oceli s oblibou používány pro náročné aplikace v energetickém, chemickém a petrochemickém průmyslu. Hlavní nevýhodou tohoto druhu ocelí je ztráta strukturní stability při teplotě nad 300 °C způsobena vyloučením intermetalických fází zejména křehké  $\sigma$  – fáze.

Rešeršní úvod shrnuje literární poznatky z oblasti korozivzdorných ocelí. Experimentální část se zabývá strukturním vývojem po izotermickém žiháním duplexní oceli ASTM A890 Grade 4A při teplotách 700 a 595 °C, které jsou spojeny s výraznou precipitací intermetalických fází.

Práce je řešena v rámci projektu: *Výzkum a vývoj odlévání a svařování masivních odlitků z duplexní oceli*, který spolufinancuje firma ŽDAS a.s. Projekt se zaměřuje na vývoj komplexní technologie pro výrobu odlitků z austeniticko-feritických duplexních ocelí o hmotnosti až 40 tun, která zahrnuje oblast metalurgie, slévárenské technologie, tuhnutí až po opravné svařování a obrábění. Tato diplomová práce je dílčí částí studie jedné z nejvíce poptávaných ocelí ve firmě ŽDAS a.s oceli ASTM A890 Grade 4A. Cílem práce je zjistit informace o precipitaci a chování materiálu za vyšších teplot s ohledem na degradaci mechanických vlastností v důsledku setrvání na těchto teplotách. Výsledky této práce, a dalších na ni navazujících, budou v praxi sloužit pro rozhodnutí, zda je nutné po tuhnutí v oblasti kritických teplot a technologickém zpracování za vyšších teplot, jako jsou opravné svařování a upalování nálitků, zařadit mezioperační rozpouštěcí žihání.

## 1 ZÁKLADNÍ CHARAKTERISTIKA KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ

Slitiny železa jsou materiály, které jsou poměrně snadno degradovány korozi. Korodují na vzduchu, v kyselinách i za vysokých teplot v pecních atmosférách. Tento nedostatek je řešen zejména přísadou chromu ve slitinách známých jako korozivzdorné oceli [1].

Korozivzdorné oceli jsou vysokolegované konstrukční materiály, které vykazují zvýšenou odolnost proti elektrochemické korozi za normální i zvýšené teploty. I tyto oceli časem korozi podléhají, ale v porovnání s běžnými oceli výrazně pomaleji. Jsou schopny odolávat mořské vodě, koncentrovaným kyselinám a vzniku okujů při vysokých teplotách. Korozní odolnost oceli je založena na schopnosti pasivace. Tuto schopnost zajišťuje přísada chromu, která reaguje s kyslíkem přítomným ve vzduchu a vytváří ochrannou pasivní vrstvu, která korozi zpomaluje. Tato vrstva může vzniknout, je-li ve struktuře více než 11,74 % Cr [2]. Významný vliv na obsah chromu má uhlík, který tvoří s chromem karbidy, přičemž hrozí lokální pokles obsahu chromu pod mezní hodnotu korozivzdornosti [1], [2], [3], [4]. Přesný vztah pro minimální množství chromu zahrnující vliv uhlíku je [2] :

$$\% Cr = 11,74 + 14,54 \cdot [\%C] \quad (1)$$

Korozivzdorné oceli je možné použít od -200 do 600 °C na staticky namáhané dílce. Využití je napříč všemi odvětvími průmyslu. Ve strojírenství jsou používány na výrobu lopatek parních a vodních turbín, čerpadel a na kryogenní techniku. Mimo strojírenství se s oblibou používají např. v chemickém nebo potravinářském průmyslu, kde spotřebovávají přibližně 45 % veškeré produkce. Volba korozivzdorné oceli je obtížná. Její správná funkčnost závisí nejen na mechanických vlastnostech, ale i na druhu prostředí, teplotě a tlaku. Častým problémem při volbě korozivzdorné oceli jsou rozporuplné požadavky. Např. musí ocel rovněž odolávat kavitaci. To zavádí požadavek na vysoký obsah uhlíku, ale zároveň je nutné, aby ocel byla svařitelná a bylo možné opravovat vady po odlití. Jedno z možných řešení je ponechání nízkého obsahu uhlíku a přidání 4 až 6 % niklu [2]. Korozivzdorné oceli musí svými vlastnostmi odpovídat požadavkům z praxe, a proto existuje velké množství značek, které mají chemické složení přesně navrženy tak, aby splňovaly konkrétní požadavky jednotlivých aplikací. Přesto lze jejich vlastnosti do jisté míry porovnat s běžnými uhlíkovými oceli. Oproti nim mají vyšší tažnost, pevnost a tvrdost, pevnost za tepla, korozní odolnost a houževnatost za kryogenních teplot. Pochopitelně jsou tyto oceli dražší, ale vyšší náklady vyvažuje delší životnost [2], [3], [5].

Ve spojení s korozivzdornými oceli se často mluví o žáruvzdorných ocelích, které vykazují vysokou odolnost proti oxidaci a korozi v horkých plynech. Chemické složení je velmi podobné korozivzdorným. Jsou legované Cr, Si, Al, Ni. Pracují za teplot nad 600 °C. Zaručují odolnost proti chemické korozi, přijatelné mechanické vlastnosti a svařitelnost. Stejně jako korozivzdorné mohou být namáhány pouze staticky. Používají se na výrobu parních kotlů, chemických zařízení a krakování ropy [2], [4].

## 2 VLIV PŘÍTOMNÝCH PRVKŮ

Legující prvky korozivzdorných ocelí jsou: Cr, Ni, Mn, C, N, Ni, Mo, Cu, Ti, Nb. Každý jednotlivý prvek i jejich kombinace spolu s přítomností nečistot svým způsobem ovlivňuje výsledné vlastnosti oceli [6].

### 2.1 Chrom

Je základním a zároveň nejdůležitějším prvkem všech korozivzdorných ocelí. Tvoří ochrannou pasivní vrstvu díky, které ocel koroduje výrazně pomaleji. Při přechodu slitiny do pasivního stavu nastává skoková změna elektrochemického potenciálu ze záporného na kladný. Ocel se stává ušlechtilou a více korozně odolnou. Se zvyšujícím se obsahem chromu korozní odolnost dále roste. Chrom je karbidotvorný a zároveň feritotvorný prvek. Část chromu se rozpouští ve feritu a část tvoří karbidy. Zvyšuje odolnost proti oxidaci za vysokých teplot, pevnost a prokalitelnost, přičemž mírně klesají deformační charakteristiky [2], [6], [7].

### 2.2 Nikl

Nikl je austenitotvorný prvek. Přispívá ke zvýšení korozivzdornosti a je vedle chromu druhým nejdůležitějším prvkem v korozivzdorných ocelích. Není schopen vytvořit ochrannou pasivní vrstvu, ale její tvorbu podporuje a současně zvyšuje odolnost proti redukčním kyselinám. Hlavním důvodem, proč je přidáván, je tvorba austenitické struktury. Zvyšuje tažnost a houževnatost. Snižuje korozní rychlost. Velmi obtížně se okysličuje, a proto má pozitivní vliv na žáruvzdornost. V precipitačně vytvrditelných ocelích podporuje vznik intermetalických fází, které zvyšují pevnost [1], [2], [4], [6].

### 2.3 Mangan

Mangan je austenitotvorný prvek s malou difuzní rychlostí. Zvyšuje tvrdost, pevnost a houževnatost bez výrazné změny tvárnosti. Často se používá v kombinaci s jinými prvky. Zvyšuje rozpustnost dusíku a v kombinaci s ním je schopen nahradit drahý nikl. Snižuje sklon k praskání svarů, zvyšuje prokalitelnost a zhoršuje obrobitelnost. Jeho vliv na rovnováhu feritu a austenitu se mění s teplotou. Za nižších teplot stabilizuje austenit, za vyšších naopak ferit [1], [2], [4], [6], [8].

### 2.4 Uhlík

Uhlík je austenitotvorný prvek, který zvyšuje pevnostní charakteristiky. Spolu s obsahem chromu má významný vliv na vznik mezikrystalické koroze. Usazuje se na hranicích zrn v bodových poruchách, kde tvoří s chromem karbidy typu  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  a odebírá ze svého okolí chrom. Vznikají heterogenity a místa ochuzená o chrom ztrácí korozní odolnost. Ve feritických ocelích snižuje houževnatost i korozní odolnost. V martenzitických a martenziticko-austenitických duplexních ocelích zvyšuje tvrdost a pevnost při snížení houževnatosti [1], [4], [6], [8], [9].

## **2.5 Dusík**

Dusík je výrazný austenitotvorný prvek, který zvyšuje pevnost a odolnost proti bodové a štěrbinové korozi. Společně s manganem je přidáván jako náhrada za nikl. Podstatně zvyšuje pevnost. V kombinaci s molybdenem zvyšuje odolnost proti lokální korozi. U feritických ocelí snižuje houževnatost a korozní odolnost. U martenzitických a martenziticko-austenitických duplexních ocelí zvyšuje tvrdost a pevnost, ale snižuje houževnatost [1], [4], [6], [10].

## **2.6 Křemík**

Jedná se o silně feritotvorný prvek. Plně se rozpouští ve feritu a zvyšuje jeho pevnost. Vyvolává praskavost svarů, a proto se často používá v kombinaci s manganem. Zvyšuje prokalitelnost a při obsazích nad 3 % odstraňuje náchylnost k mezikrystalické korozi. Zvyšuje odolnost proti oxidaci za vysokých teplot a za nižších teplot i v silně oxidačních prostředích [1], [2], [4], [6].

## **2.7 Molybden**

Molybden je feritotvorný a zároveň karbidotvorný prvek. Zvyšuje pevnost a odolnost proti korozi téměř ve všech prostředích, kromě roztoků kyseliny dusičné. Podporuje vylučování intermetalických fází a zvyšuje žárupevnost [2], [4], [6].

## **2.8 Měď**

Měď je slabší austenitotvorný prvek, který zvyšuje korozní odolnost v koncentrovaných roztocích. Používá ve vytvrditelných ocelích, kde je používán k vytvoření intermetalických fází, které zvyšují pevnost [1], [4].

## **2.9 Titan, Niob**

Titan a niob jsou silně karbidotvorné prvky, které jsou u austenitických ocelí schopny zamezit vyloučení karbidů chromu na hranicích zrn při tepelném zpracování nebo svařování. Oba mají vyšší afinitu k uhlíku než chrom. Navazují uhlík a tím zabraňují vzniku chemických heterogenit. Tento děj se nazývá stabilizace. Zvyšují mechanické vlastnosti za vysokých teplot [1], [4], [6], [10].

# **3 ROZDĚLENÍ KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ**

## **3.1 Rozdělení dle chemického složení**

Podle chemického složení lze korozivzdorné oceli rozdělit na chromové, chrom-niklové, chrom-manganové a chrom-nikl-molybdenové. Tyto skupiny jsou pojmenovány podle rozhodujících prvků, které výrazně ovlivňují výsledné vlastnosti.

### 3.1.1 Chromové

Obsah chromu se pohybuje v rozmezí od 12 do 30 %. S rostoucím obsahem chromu roste odolnost proti korozi, ocel se stává stabilnější a rozšiřuje se oblast jejího použití. Obsahy ostatních prvků obvykle nepřesahují 0,9 % Mn a 0,7 % u Si. S výjimkou korozivzdorných ocelí s martenzitickou strukturou jsou všechny nízkouhlíkové. U martenzitických může obsah uhlíku dosahovat až 1,5 % ovšem ocel musí být stabilizovaná [2], [4].

### 3.1.2 Chrom-niklové

Chrom-niklové oceli jsou univerzální třída. Chrom v kombinaci s niklem zaručuje oproti chromovým ocelím vyšší korozní odolnost, houževnatost a lepší plastické vlastnosti. Obsahují 12 až 22 % Cr a 8 až 38 % Ni. Některé druhy mohou obsahovat dusík pro dosažení vyšší pevnosti nebo síru pro lepší obrobiteľnost. Nejčastěji mají austenitickou strukturu [1], [8].

### 3.1.3 Chrom-manganové

Protože je nikl drahý, je snaha jej nahradit levnějšími prvky s co s nejpodobnějšími vlastnostmi. Tyto požadavky splňuje kombinace manganu s dusíkem. Chrom-manganové oceli obsahují 10 až 18 % Cr, 14 až 25 % Mn, maximálně 0,02 až 0,08 % C a legující dusík případně molybden, měď a stabilizující prvky. Oproti chrom-niklovým ocelím mají nižší korozivzdornost a žáruvzdornost [1], [2], [8].

### 3.1.4 Chrom-nikl-molybdenové

Jedná se stejně jako u chrom-niklových o universální třídu. Korozní odolnost je zvýšena molybdenem. Obsahují okolo 17 % Cr, 10 až 13 % Ni a 2 až 3 % Mo. Některé druhy obsahují dusík, síru a stabilizační prvky [1].

## 3.2 Rozdělení dle struktury a mechanických vlastností

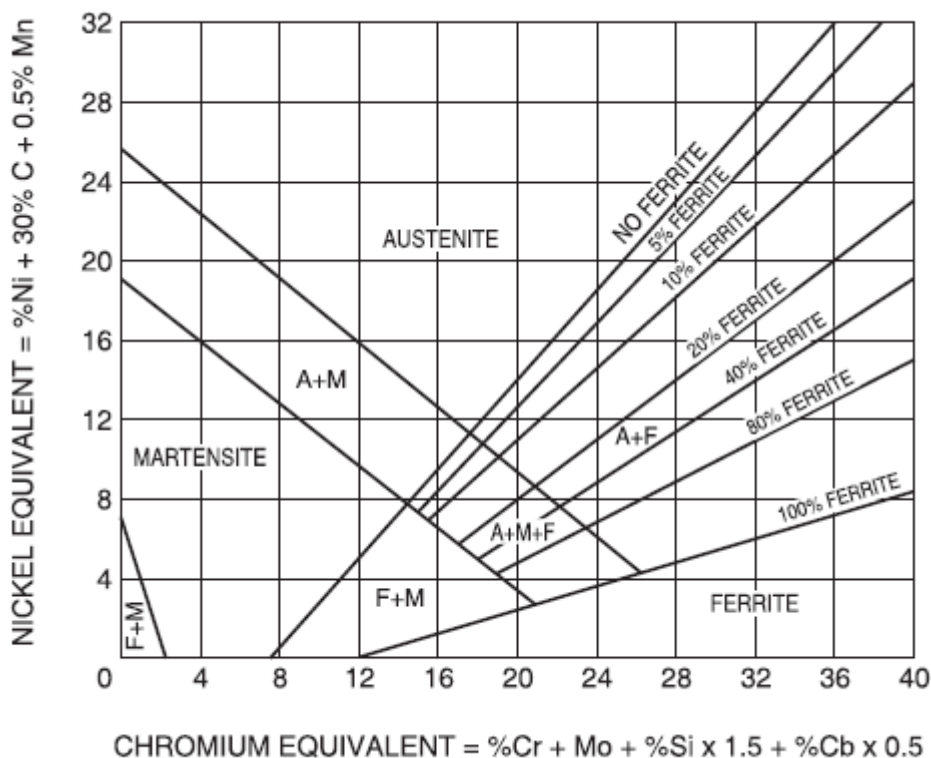
Vliv chemického složení na strukturu korozivzdorné oceli je shrnut v Schaefflerově diagramu. Tento diagram je založen na faktu, že prvky lze rozdělit na austenitotvorné a feritotvorné. Austenitotvorné prvky rozšiřují oblast austenitu, zatímco feritotvorné prvky ji zužují. Z feritotvorných prvků má na strukturu největší vliv chrom [1], [4]. Podle chromu je skupina prvků, zužující oblast austenitu, označována jako chromový ekvivalent. Hodnota tohoto ekvivalentu je stanovena rovnicí (2) [4].

$$Cr_{ek} = Cr + Mo + 1,5 Si + 0,5 Nb + 5 V + 3 Al \quad (2)$$

Z prvků, které rozšiřují oblast austenitu, má na strukturu největší vliv nikl. Podobně jako u chromu je podle něj označována skupina prvků, která má na strukturu stejný vliv, jako niklový ekvivalent. Hodnota tohoto ekvivalentu je stanovena rovnicí (3) [4].

$$Ni_{ek} = Ni + 30 C + 0,74 Mn + 0,33 Cu + A (N - 0,045) \quad (3)$$

Kde N je konstanta závislá na obsahu dusíku. Vynesením chromového a niklového ekvivalentu do grafu získáme Schaefflerův diagram (Obr. 1 [9]), který na základě chemického složení jednoznačně určuje výslednou strukturu oceli [4], [9].



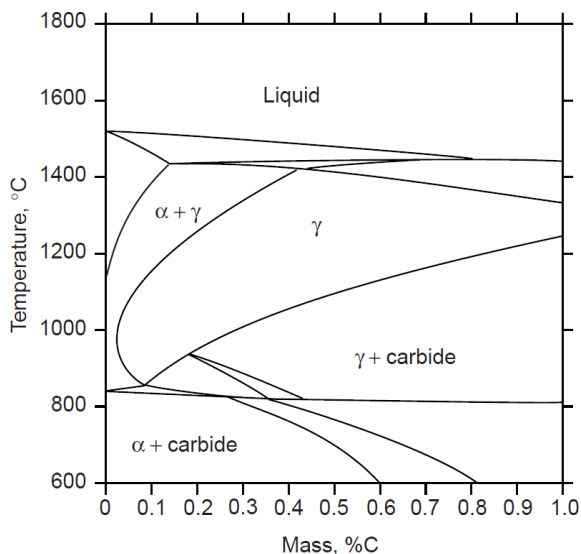
Obr. 1 Schaefflerův diagram [9]

### 3.2.1 Martenzitické oceli

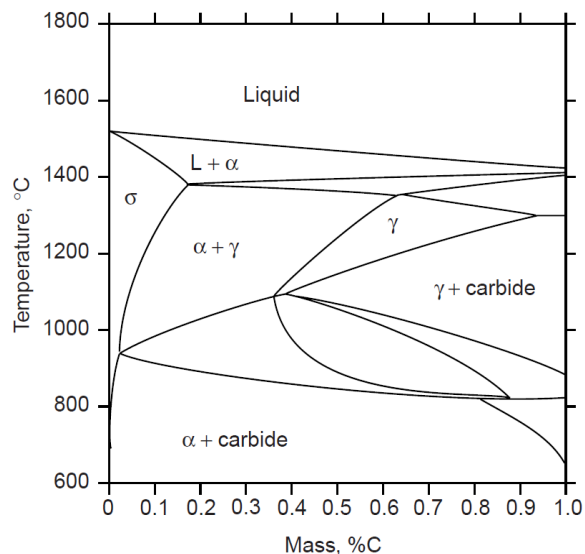
Je to nejmenší skupina korozivzdorných ocelí, protože vznik martenzitické struktury je limitován nízkým obsahem korozně odolných prvků. Přesto jsou důležité pro svoji pevnost, tvrdost, houževnatost a korozní odolnost. Obsahují 12 až 18 % Cr, 0,01 až 1,5 % C, dále Si, Mn, Mo a Ni. Povolné množství feritu ve struktuře je 20 % ale jeho přítomnost snižuje pevnost, tvrdost a houževnatost. Martenzitické oceli nejsou vhodné pro svařování. Jsou ideální na skalpely a čepele nožů. Dosažení optimální austenitické struktury podmiňuje vznik martenzitické. Feritotvorný chrom, prvek zaručující korozivzdornost, omezuje teploty a složení oblasti čistého austenitu v rovnovážném diagramu. Tuto oblast je účelné mít co největší. Obr. 3 [9] a Obr. 2 [9] zobrazují transformaci křivek fázového diagramu Fe-Cr-Cr při zvýšení obsahu chromu z 12 % na 17 %. Austenitotvorný uhlík řeší problém pouze omezeně, protože při jeho vysokém obsahu je snížen efektivní obsah chromu tvorbou karbidů chromu. Rozmanitost martenzitických ocelí by tak byla velmi limitovaná. Oblast austenitu je nejlépe rozšířena



přísadou niklu. Martenzitické oceli jsou tedy děleny na korozivzdorné oceli s niklem a bez niklu [2], [4], [8], [9], [11], [12].



Obr. 3 Řez fázovým diagramem Fe-Cr-C při 12 % Cr [9]



Obr. 2 Řez fázovým diagramem Fe-Cr-C při 17 % Cr [9]

### A) Martenzitické oceli bez niklu

Obsah uhlíku může vzrůst až na 1,5 %. S množstvím uhlíku vzrůstá obsah chromu na 17 až 19 %. Oceli s vysokým obsahem uhlíku jsou určeny pro konstrukční díly v chemickém průmyslu s vysokými nároky a také na valivá ložiska a nástrojové oceli. Po zakalení mohou dosahovat pevnosti až 1 600 MPa. Střední třída s obsahem uhlíku 0,5 až 0,6 % a 15 % Cr může být legována Mo, W a V. Legování zlepšuje odolnost proti rovnoměrné a důlkové korozi. Využívají se na výrobu nožů v potravinářském průmyslu a chirurgii. Základní varianta obsahující 0,15 až 0,45 % C a 13 % Cr nachází uplatnění např. u součástí čerpadel v přírodních a méně agresivních podmínkách jako je atmosféra, voda, pára apod. [3], [4].

### B) Martenzitické oceli s niklem

Spojují dobré mechanické vlastnosti a zvýšenou korozní odolnost. S přísadou 2 až 6 % Ni může obsah uhlíku klesnout až pod 0,05 %. Austenitotvorný nikl dovoluje zvýšit obsah chromu na hranici 18 %, aniž by se ve struktuře objevilo nadměrné množství feritu. Tyto oceli mají vyšší pevnost a lepší plastické vlastnosti. Nízký obsah uhlíku a přísada chromu zajišťují svařitelnost a odolnost proti kavitaci. Používají na součásti přicházející do styku s párou, sladkou i slanou vodou např. na lopatky parních turbín, součásti čerpadel apod. [2], [3], [4], [8].

### 3.2.2 Feritické oceli

Feritické oceli jsou slitiny železa, chromu a uhlíku, jejichž struktura je za normálních podmínek tvořena feritem. Obsahují 13 až 30 % Cr a maximálně 0,08 % C. Některé druhy

mohou obsahovat Mo, Si, Al, Ti a Nb. Jsou feromagnetické s dobrou tažností a tvárností. Vysokoteplotní pevnost je v porovnání s austenitickou korozivzdornou ocelí slabá. Mají vysokou korozivzdornost a vysokou žáruvzdornost. Jsou odolné proti korozi pod napětím v roztocích chloridů a proti bodové a štěrbinové korozi. Jsou nevhodné pro silně znečištěné průmyslové vody a atmosféry. Protože neobsahují nikl jsou cenově přijatelné. Nejsou kalitelné. Mez pevnosti feritických ocelí dosahuje 550 MPa a mez kluzu 350 MPa. Tažnost se pohybuje v rozmezí 20 až 25 %. Typické aplikace jsou: sedla ventilů, potrubí čerpadel, nádrže a kuchyňské nádobí. Největší nevýhodou feritických ocelí je sklon ke křehkosti za vysokých teplot [2], [3], [4], [12], [13]. Rozlišujeme tři základní mechanismy křehnutí: křehnutí po ochlazení z vysokých teplot, křehnutí „475 °C“ a křehnutí vlivem vyloučení sigma fáze.

### **I) Křehnutí po ochlazení z vysokých teplot**

U feritických ocelí dochází po ochlazení z vysokých teplot na pokojovou teplotu ke změně rozpustnosti uhlíku ve feritu. Při ohřevu rozpustnost stoupá a uhlík se z původních karbidů rozpouští ve feritu. Při opětovném ochlazení uhlík opouští ferit a opět vytváří karbidy na hranicích zrn. To vede k poklesu houževnatosti. Obzvláště náchylné jsou oceli s vysokým obsahem chromu, dusíku a kyslíku. Tento mechanismus zkřehnutí je nejzávažnější, protože při tepelném zpracování, svařování a lití se vysokým teplotám nevyhneme. Zabránit zkřehnutí lze stabilizací [8].

### **II) Křehnutí „475 °C“**

Feritické oceli po několika hodinové výdrži na teplotě 350 až 550 °C ztrácejí tažnost a houževnatost. Hlavní příčinou zkřehnutí, označované jako křehnutí „475 °C“, je tzv. stárnutí v oblasti nemísitelnosti, která se nachází v systému Fe-Cr pod teplotou 550 °C při koncentraci 12 až 92 % Cr. V této oblasti se ferit rozkládá na chromem bohatý ferit  $\alpha'$  a na železem bohatý ferit  $\alpha$ , což způsobuje pokles tažnosti a houževnatosti. Jako křehnutí 475 °C je tento děj označován, protože při 475 °C je křehnutí nejrychlejší. Zkřehnutí nelze zabránit stabilizací, naopak titan zkřehnutí podporuje. Křehkost lze pouze zpomalit snížením obsahu dusíku v oceli [8], [14], [15].

### **III) Křehnutí vlivem vyloučení sigma fáze**

Sigma ( $\sigma$ ) fáze je pomalu vylučující se fáze, při zvýšené teplotě v chromových ocelích obsahující více než 16 % Cr. Křehnutí vlivem vyloučení sigma fáze u feritických ocelí nepředstavuje zásadní nebezpečí, protože k jejímu vyloučení je třeba dlouhá výdrž. Řádově sta hodin. Nebezpečí vzniká pouze při dlouhodobém využití při teplotách 500 až 800 °C [8], [14].

### **3.2.3 Superferitické oceli**

Superferity patří do skupiny feritických ocelí a vyznačují se velmi čistou feritickou strukturou. Obsahují 25 až 29 % chromu s nízkým obsahem intersticiálních prvků C a N, jejichž obsah činí maximálně 0,01 %. Obvykle jsou stabilizovány Ti a Nb a mohou být modifikovány až 4 % molybdenu. Tyto oceli jsou strukturně jednoduché, dobře svařitelné, tvárné s vysokými

pevnostními hodnotami a vrubovou houževnatostí. Používají se na výměňkové trubky a tam, kde ocel přichází do styku s vodou obsahující chloridy. V prostředí oxidačních a organických kyselin, zařízení na odsolování mořské vody, odsířovací zařízení aj. Poslední dobou jsou nahrazovány duplexními oceli [2], [3], [8].

### 3.2.4 Austenitické oceli

Austenitické korozivzdorné oceli tvoří největší skupinu korozivzdorných ocelí. Obsahují 16 až 25 % Cr, 7 až 20 % Ni a max. 0,25 % C. Vyvážený obsah prvků zaručuje, že austenitická struktura zůstává stabilní i za pokojové teploty. Oproti feritickým a martenzitickým ocelím mají lepší korozní odolnost, kterou je možné zvýšit zvýšením obsahu Cr, Ni a legováním Mo, Cu a Si. Jsou houževnaté s výbornou plasticitou. Tažnost dosahuje 40 až 50 %. Pevnostní charakteristiky jsou nižší. Mez pevnosti se pohybuje od 550 do 650 MPa s mezí kluzu od 175 do 250 MPa. Zvýšení pevnostních charakteristik je možné pomocí deformace za studena, vyloučením precipitátů nebo pomocí substitučních atomů. Používány jsou od kryogenních teplot až po 1300 °C. Jsou paramagnetické, obtížně obrobitelné, špatně vedou teplo a neodolávají koroznímu praskání pod napětím. Zaručeně svařitelné jsou při obsahu uhlíku pod 0,03 %, což je hranice rozpustnosti uhlíku v austenitu. Pokud je ve struktuře větší množství uhlíku, přebytečný uhlík tvoří v tepelně ovlivněné zóně karbidy a hrozí lokální pokles obsahu chromu pod mezní hranici 11,7 % s nebezpečím vzniku mezikrystalické koroze. V porovnání s feritickými jsou méně odolné proti cyklické oxidaci, protože mají vyšší koeficient roztažnosti. Roztažnost má tendenci narušit soudržnost ochranné oxidační vrstvy. Jsou náchylné na únavu. Kritická hodnota dosahuje přibližně 30 % meze pevnosti. V kombinaci s vysokým koeficientem roztažnosti je obzvláště nebezpečný creep [3], [4], [8], [9], [12], [14].

Korozivzdorné austenitické oceli nacházejí uplatnění v chemickém, potravinářském, farmaceutickém a energetickém průmyslu. Používají se pro výrobu kuchyňských potřeb, v dopravě a ve velkém množství i v architektuře a stavebnictví. Jsou nejpoužívanější, protože poskytují kombinaci dobré korozní odolnosti s výbornými mechanickými vlastnostmi [3], [9].

### 3.2.5 Austeniticko-feritické duplexní oceli

Austeniticko-feritické korozivzdorné oceli, jejichž struktura za pokojové teploty obsahuje přibližně stejné množství feritu a austenitu, jsou označovány jako duplexní oceli. Obvyklé obsahy legujících prvků jsou 18 až 27 % Cr, 5 až 7 % Ni a 2 až 4 % Mo. Struktura nabízí zajímavou kombinaci mechanických vlastností a korozní odolnosti. Pevnost a korozní odolnost pochází z feritu, zatímco austenit zvyšuje tažnost a odolnost proti rovnoměrné korozi. Ostrůvky austenitu jsou uzavřené ve feritické matici. Díky absenci kontinuální austenitické fáze jsou duplexní oceli odolné proti koroznímu praskání pod napětím. Trhliny šířící se austenitem jsou zastaveny feritickou fází. Mez kluzu dosahuje 420 až 530 MPa při tažnosti 20 %. Vysokých pevností je dosahováno zjemněním zrna dvoufázové struktury, tvářením za studena nebo legováním dusíkem. Strukturální změny probíhají vždy jen ve feritu, zatímco austenit není dotčen. Jsou dobře svařitelné. V porovnání s austenitickými oceli jsou pevnější při stejné

korozní odolnosti. Lépe odolávají mezikrystalické a důlkové korozi. Používají se tam, kde austenitické oceli nezaručují bezpečný provoz [3], [4], [8], [9], [15]. Moderní duplexní oceli, lze rozdělit do třech skupin (Tab. 1 [16]).

Tab. 1 Základní skupiny duplexních ocelí a jejich chemické složení [16]

Typ	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N (%)	PRE <sub>N/w</sub>
<b>Lean duplex</b>	20 - 24	1 - 5	0,1 - 0,3	0,1 - 0,22	<30
<b>Standardní duplex</b>	21 - 23	4,5 - 6	2,5 - 3,5	0,1 - 0,22	30 až 40
<b>Superduplex</b>	24 - 29	4,5 - 8	2,7 - 4,5	0,1 - 0,35	>40

Během využívání a technologického zpracování jsou duplexní oceli často vystaveny působení vysokých teplot, při kterých hrozí vyloučení intermetalických fází. Nejznámější je sigma ( $\sigma$ ) fáze. K jejímu vyloučení stačí několik minut. Výskyt intermetalických fází je spojen se změnou transkrystalického lomu na interkrystalický a ochuzením matrice o legující prvky. Nejvíce je snížen chrom a molybden, čímž dochází ke ztrátě tažnosti, houževnatosti a korozní odolnosti [8], [15], [17], [18].

### 3.2.6 Feriticko-martenzitické duplexní oceli

Feriticko-martenzitické duplexní oceli jsou korozivzdorné oceli, u kterých dochází při ohřevu nad 900 °C k částečné austenitizaci. Po zakalení je struktura tvořena feritem a martenzitem. Obvyklé obsahy prvků jsou 12 až 18 % Cr a 0,1 až 0,25 % C. Dále obsahují Mn, Si a Ni. Princip vzniku je zřejmý z obr. 2 [9] a Obr. 2 [9]. Maximální rozpustnost uhlíku ve feritu je 0,05 %. Přebytkový uhlík se vylučuje jako křehký karbid  $(Fe,Cr)_{23}C_6$ . Výsledná struktura je tedy tvořena přibližně 20 % feritu, zbytek je martenzit a karbidy. Mez kluzu se pohybuje od 850 do 900 MPa, pevnost převyšuje 1000 MPa při tažnosti 10 %. Dobře odolávají korozi v prostředích obsahující síru a její sloučeniny. Jsou vhodné pro vodíkovou atmosféru. Neodolávají vanadové korozi a nejsou vhodné pro nauhličující prostředí [2], [8].

### 3.2.7 Vytvrditelné

Do tohoto druhu korozivzdorných ocelí se kromě běžných legujících prvků přidává měď nebo hliník. Přídavek těchto legur vede ke vzniku precipitátů, které zvyšují pevnost korozivzdorných ocelí tak, že v některých případech mohou být pevnější než martenzitické. Jsou vhodné pro svařování. Dosahují dobré korozní odolnosti při zvýšené teplotě a v porovnání s martenzitickými mají lepší tažnost. Mohou být dodávány v předzpracovaném stavu, ze kterého je lze snadno tepelně zpracovat za nízkých teplot, nebo zvýšit jejich pevnost přirozeným stárnutím. Hlavní výhodou je možnost obrábění v měkkém stavu [3], [4], [11].

Používají se tam, kde součásti potřebují vysokou pevnost, odolnost proti vysokým teplotám a dobrou korozní odolnost. Běžně jsou používány na ozubená kola, šrouby a komponenty letadel. Působením slaného nebo sirmého prostředí mohou být poškozeny. Nedosahují dobrých estetických vlastností [11].

### **A) Oceli legované mědí**

Výsledná struktura ocelí legovaných mědí je martenzitická. Vytvrzení probíhá při 400 až 500 °C, kdy vznikají precipitáty  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  a  $\text{Ni}_3\text{Cu}$ , které zvyšují pevnost na 1300 až 1500 MPa. Používají se na namáhané dílce v letectví, kosmonautice, lodním průmyslu a pro výrobu nástrojů na zpracování polymerů [3], [4].

### **B) Oceli legované hliníkem**

Struktura ocelí legovaných hliníkem je zcela nebo částečně austenitická. Vytvrzení probíhá za stejných teplot jako u ocelí legovaných mědí za vzniku intermetalické fáze  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . Mez kluzu dosahuje hodnot 1250 MPa a pevnosti 1400 MPa. Používají se jako lopatky parních turbín a v jaderné energetice [3].

## **4 PŘEHLED TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ**

Tepelné zpracování korozivzdorných ocelí je velmi náročný proces. Hlavním cílem je obnovit korozní odolnost, jejíž úroveň byla narušena předchozím zpracováním. V průběhu tepelného zpracování dochází ke změně fyzikálních a mechanických vlastností a ke snížení míry vnitřního napětí. Výsledek závisí na teplotě, výdrži, rychlosti ohřevu a ochlazení a na druhu atmosféry. Legující prvky mohou být při vysokých teplotách termodynamicky nestabilní a mohou vznikat nežádoucí fáze. Ocel může reagovat s prostředím a měnit tak své chemické složení na povrchu. Nesprávné tepelné zpracování může mít negativní dopad na mechanické vlastnosti a korozní odolnost oceli. Tepelné zpracování musí být prováděno řízeným způsobem [9], [14], [19].

### **4.1 Tepelné zpracování martenzitických korozivzdorných ocelí**

Maximální pevnost a tvrdost tepelně zpracovaných martenzitických ocelí je, stejně jako u obyčejných uhlíkových ocelí, závislá na obsahu uhlíku. Hlavní rozdíl je ve vysokém obsahu legur, které natolik zpomalují transformační proces, že je postačující chlazení na vzduchu nebo v oleji. Martenzitické oceli jsou na tepelné zpracování oproti uhlíkovým ocelím citlivější. Znehodnocení vinou tepelného zpracování je u nich časté. Kvůli počáteční vysoké ceně a vysokým nákladům na zpracování jsou výhodné pouze na součástky, u kterých je požadovaná vysoká korozní odolnost. Postupy, které je třeba dodržovat při kvalitní tepelné úpravě zahrnují předehřev, austenitizaci, kalení a popouštění [14], [20].

#### **4.1.1 Předehřev**

Martenzitické oceli jsou v průběhu tepelného zpracování zahřívány na vysoké teploty, ze kterých jsou prudce ochlazeny. Oproti uhlíkovým ocelím mají nižší tepelnou vodivost. Vlivem vysokého teplotního gradientu a vysoké míry vnitřního napětí v průběhu ochlazení dochází k praskání. K potlačení tohoto problému je doporučován předehřev 550 až 800 °C [20]. Předehřev je řazen u součástí obsahující tenké stěny, komponent s ostrými hranami, u

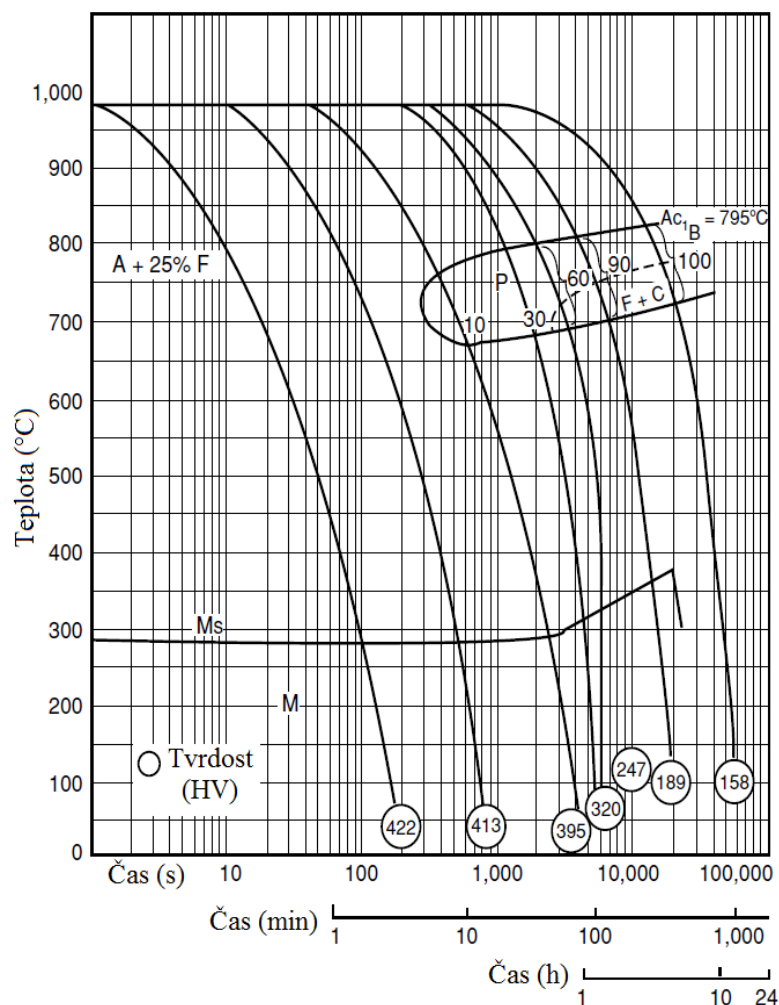
obrobených součástí s hlubokými řezy, komponent tvářených za studena a součástí, které již byly jednou tepelně zpracovány [14], [19], [20].

#### 4.1.2 Austenitizace

Rozsah austenitizačních teplot je od 925 do 1065 °C [20]. Tvrdost a korozní odolnost roste s austenitizační teplotou přibližně do 980 °C. Poté tvrdost klesá, protože vysoké teploty zvyšují množství zbytkového austenitu. Výdrž na teplotách reprezentuje kompromis mezi snahou o dosažení maximální pevnosti a korozní odolnosti. Pro součásti s tloušťkou nad 12 mm je doporučená výdrž 30 až 60 minut. Dvojnásobná výdrž se doporučuje pro součásti již jednou kalené nebo izotermicky žíhané [8], [14], [20].

#### 4.1.3 Kalení

Za vysokých teplot je stabilní strukturou austenit. Při velmi pomalém ochlazování na pokojovou teplotu získáme strukturu tvořenou směsí feritu a karbidů. Sklon k tvorbě martenzitu vlivem rychlosti ochlazování je u těchto ocelí podle Obr. 4 [20] mnohem vyšší.

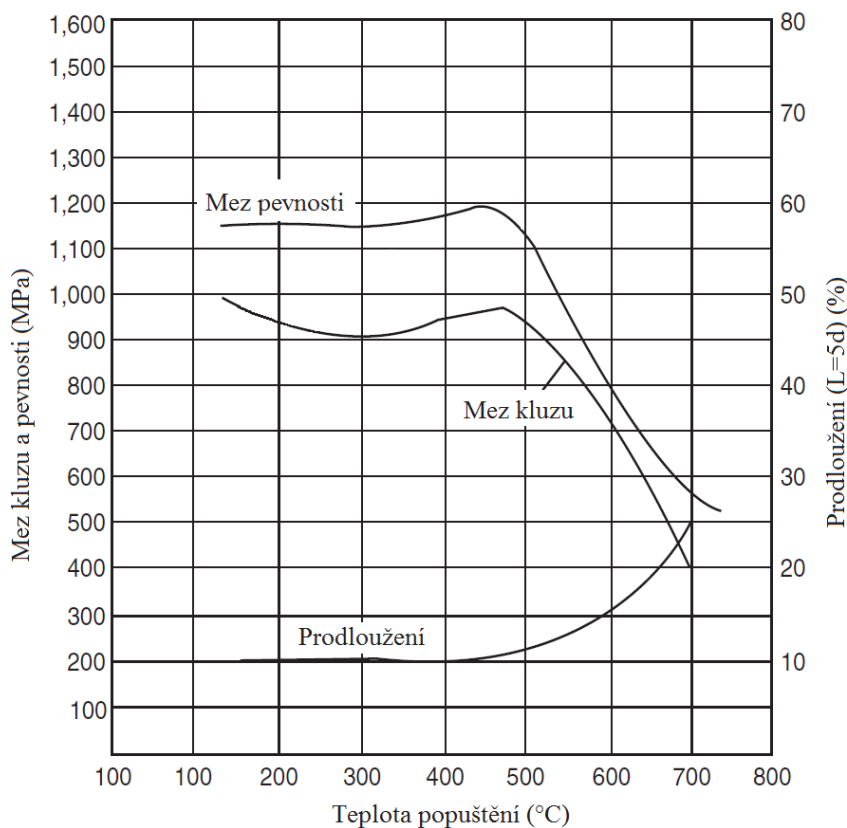


Obr. 4 Transformační diagram kontinuálního chlazení oceli AISI 410 [20]

Pro vznik martenzitu postačuje chlazení na vzduchu nebo v oleji. Kalení v oleji zaručuje maximální korozní odolnost a tažnost u všech druhu slitin a je obecně upřednostňováno. Kalení na vzduchu je vhodné pro rozměrné součásti, u kterých hrozí praskání a distorzní znehodnocení vlivem prudkého ochlazení. Tyto oceli jsou tzv. samokalitelné. U některých slitin však může nastat snížení korozní odolnosti vlivem pomalého ochlazování na vzduchu v rozmezí teplot 870 až 538 °C. V rozmezí těchto teplot mohou precipitovat na hranicích zrn karbidy snižující korozivzdornost. Při kalení v oleji tento problém nenastává. Kalí se vždy v celém objemu. Nelze kalit pouze funkční části, tak jak je tomu u běžných uhlíkových ocelí. Nezakalená část by byla méně korozně odolná [8], [14], [20].

#### 4.1.4 Popouštění

Zakalený materiál obsahuje velké množství zbytkové austenitu, a proto jsou po kalení řazeny dva nebo více popouštěcích cyklů. Oceli s vyšším obsahem uhlíku, nástrojového charakteru, jsou popouštěny na teplotu 200 °C, přičemž je zachována tvrdost a je sníženo vnitřní napětí. Konstrukční oceli s nízkým obsahem uhlíku jsou popouštěny nad teplotu 600 °C, kde dochází k obnovení houževnatosti. Nikdy se nepopouští do oblasti teplot 400 až 600 °C, kde nastává růst křehkosti a snížení korozní odolnosti [4], [8], [14], [20]. Vliv popouštěcích teplot na mechanické vlastnosti martenzitických ocelí zobrazuje Obr. 5 [20].



Obr. 5 Vliv popouštěcí teploty na mechanické vlastnosti martenzitických ocelí [20]

## 4.2 Tepelné zpracování feritických korozivzdorných ocelí

U feritických korozivzdorných ocelí je prováděno pouze rozpouštěcí žíhání. Teploty jsou voleny s ohledem na typ oceli. Teploty starších druhů s vysokým obsahem uhlíku a chromu jsou 705 až 790 °C. Teploty moderních feritických ocelí s obsahem uhlíku a dusíku pod 0,02 % jsou 955 až 1010 °C [20]. Účelem tepelného zpracování je snížení vnitřního napětí způsobené předchozím technologickým zpracováním a získání homogenní struktury eliminováním transformačních produktů. Dosahuje se minimální tvrdosti, vysoké tažnosti a korozní odolnosti. Superferitické oceli je nutné chladit vodou, aby nenastalo křehnutí vlivem teploty 475 °C [14], [20].

## 4.3 Tepelné zpracování austenitických korozivzdorných ocelí

Austenitické oceli je třeba pro účely tepelného zpracování rozdělit na nestabilizované, stabilizované a nízkouhlíkové. Každá skupina má odlišné chemické složení, které hraje zásadní roli při způsobu tepelného zpracování. Při tepelném zpracování všech skupin je nutné brát ohled na vysokou tepelnou roztažnost, která je v porovnání s běžnou uhlíkovou ocelí až o 50 % větší. Austenitické korozivzdorné oceli se pouze žíhají a není je možné kalit. Pevnost lze zvýšit tvářením za studena [14], [19], [20].

### 4.3.1 Rozpouštěcí žíhání

Rozpouštěcí žíhání je nejčastější tepelné zpracování austenitických ocelí. V průběhu žíhání jsou rozpouštěny fáze, které precipitovaly v průběhu předcházejícího termomechanického zpracování, obzvláště chromem bohaté karbidy, které precipitují na hranicích zrn v rozmezí teplot 450 až 900 °C. Žíhací teploty jsou voleny v dostatečné vzdálenosti od těchto teplot. U nestabilizovaných austenitických ocelí je rozsahu teplot 1010 až 1120 °C [20]. Stabilizované oceli jsou náchylnější na sekundární rekrystalizaci a růst zrna. Rozsah teplot musí být nižší, a to mezi 955 a 1065 °C [20]. Výdrž je volena s ohledem na hrubnutí austenitického zrna. Ochladuje se vysokou rychlostí, aby nedošlo k opětovnému vyloučení karbidů. Žíhání zajišťuje maximální tažnost, korozní odolnost a snížení tvrdosti. S ohledem na rozměry výrobku je třeba správně zvolit ochlazovací médium, aby nedošlo ke změně tvaru. Používaná je voda nebo proud vzduchu. Malé výrobky, u kterých je nebezpečí změny tvaru větší, jsou chlazeny na vzduchu. Pokud ochlazení na vzduchu není dostatečně rychlé, aby zamezilo precipitaci karbidů, není dosaženo maximální korozní odolnosti a je třeba použít stabilizovaný druh oceli. Na druhou stranu příliš rychlým ochlazením vznikají vnitřní zbytková napětí, která zvyšují náchylnost ke korozi pod napětím. Koroze pod napětím je v porovnání s mezikrystalickou korozi mnohem nebezpečnější. Pokud není možné zvolit stabilizovaný nebo nízkouhlíkový druh oceli, je lepší, aby v materiálu bylo malé množství mezikrystalické koroze než selhání materiálu během několika týdnů vlivem koroze pod napětím. Uvolnit vnitřní napětí lze při teplotách 425 až 550 °C, kde precipitace karbidů je velmi pomalá. Nedochozí k uvolnění veškerého napětí, ale je výrazně sníženo riziko koroze pod napětím [8], [14], [20].



### 4.3.2 Stabilizační žihání

Stabilizační žihání je určeno pro stabilizované austenitické oceli k dosažení maximální mezikrystalické korozní odolnosti. V průběhu rozpouštěcího žihání dochází u stabilizovaných ocelí k navázání uhlíku na titan nebo niob. Ne vždy dojde k vyvázání všech atomů uhlíku a malé množství může zůstat v tuhém roztoku. Tehdy ocel není zcela odolná proti mezikrystalické korozi, protože i za nízkých teplot mohou velmi pomalu precipitovat sekundární karbidy. Pro dosažení maximální korozní odolnosti je zařazováno stabilizační žihání, které spočívá v 5 hodinové výdrži na teplotách 815 až 900 °C [20]. Chromem bohatý karbid typu  $M_{23}C_6$  je nahrazen méně nebezpečným typem MC [14], [20].

Kromě stabilizovaných ocelí jsou stabilizačně žihány i nízkouhlíkové oceli. Ty leží z pohledu precipitace nebezpečných karbidů mezi stabilizovanými a nestabilizovanými. Nízký obsah uhlíku, maximálně 0,03 %, je udržován na takové úrovni, aby množství vyloučených karbidů bylo bezpečné. Stabilizační žihání při 885 °C po dobu 2 hodin zvyšuje korozní odolnost. Následuje žihání ke snížení vnitřního napětí při teplotě 675 °C. Nízkouhlíkové oceli mohou být vystaveny teplotám 400 až 800 °C po dobu 2 hodin bez nebezpečí vzniku mezikrystalické koroze. Dlouhodobé působení těchto teplot není přípustné, neboť oceli nejsou zcela odolné proti vyloučení karbidů [14], [19].

## 4.4 Tepelné zpracování duplexních korozivzdorných ocelí

Tepelné zpracování duplexních ocelí je kombinací tepelného zpracování jednotlivých strukturních fází. Hlavním druhem je rozpouštěcí žihání. Teploty jsou průměrnou hodnotou žihacích teplot austenitu a feritu [9], [20]. Vhodné teploty v závislosti na chemickém složení uvádí tabulka Tab. 2 [9]. Žiháním je dosaženo [9]:

- obnovení deformované struktury v důsledku tváření za studena,
- obnovení objemového podílu obou fází,
- obnovení chemické rovnováhy mezi austenitem a feritem,
- rozpuštění nežádoucích intermetalických fází.

Doba výdrže je volena podle feritu, ve kterém je vyšší difusní rychlost prvků a jsou do něj soustředěny precipitační děje. Ochlazení je rychlé, zpravidla vodou. Obsah dusíku výrazně zvyšuje efektivitu tepelného zpracování, protože má vysokou difusní rychlost, zpomaluje vznik intermetalických fází a podporuje chemickou rovnováhu austenitu a feritu, brání precipitaci sekundárního austenitu a neváže na sebe karbidy. Zpevnění duplexní ocelí nelze provést pomocí tepelného zpracování, ale pouze tvářením za studena, zjemněním zrna nebo zpevněním tuhého roztoku. Duplexní oceli mohou být žihány ke snížení vnitřního napětí, ale teploty nesmí překročit teplotu 350 °C [8], [9], [20].

Tab. 2 Doporučené teploty rozpouštěcího žíhání duplexních ocelí [9]

Složení (%)	Teploty (°C)
Cr + Mo < 23	1010 – 1100
Cr + Mo < 26	1040 – 1100
Cr + Mo > 26	1050 – 1150

## 5 STRUKTURNĚ-MECHANICKÉ A TECHNOLOGICKÉ VLASTNOSTI DUPLEXNÍCH KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ

### 5.1 Druhy a značení duplexních ocelí podle norem

Napříč Evropou existuje řada norem a systému značení. Pro volný pohyb zboží mezi evropskými státy bylo nezbytné tento systém sjednotit. Evropská norma ČSN EN 10027–1 zavádí základní symboly pro značení ocelí, které označuje oceli podle kritéria použití a mechanických nebo fyzikálních vlastností a podle chemického složení. Značení je kombinací písmen a číslic. Norma ČSN EN 10027–2 zavádí systém číselného označování.

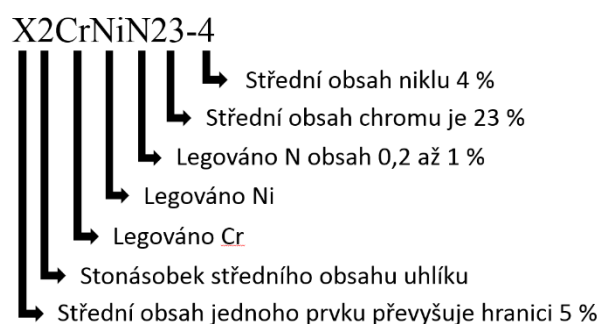
Podobně jako v Evropě, tak i v USA existují společnosti značící oceli odlišným způsobem. I zde je snaha o sjednocení, avšak systém není zdaleka tak propracovaný jako v Evropě. Nejznámější americké systémy značení materiálů jsou ASTM, SAE/AISI a UNS.

#### 5.1.1 Značení duplexních ocelí dle ČSN EN 10027

Duplexní ocelí jsou značeny dle normy ČSN EN 10027-1 podle chemického složení. Značení má formát [10]:

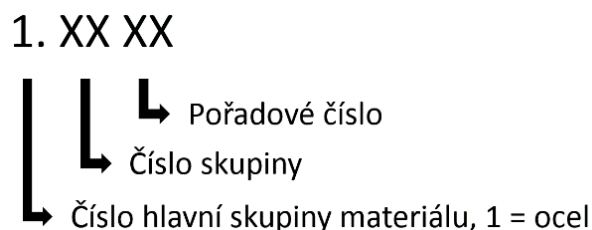
X nnn aaa n-n an

Písmeno X značí, že minimálně jeden legující prvek má vyšší obsah než 5 %, což je u korozivzdorných ocelí splněno vždy. Písmena nnn značí stonásobek střední hodnoty uhlíku, aaa jsou chemické značky legujících prvků charakterizující ocel, n-n odpovídají střednímu obsahu příslušných prvků zaokrouhlených na nejbližší vyšší číslo, a je přídatný symbol, který specifikuje chemickou značku prvku, jehož rozmezí je od 0,2 % do 1 %. V případě, že je obsah jiný je specifikován značkou n, která udává desetinásobek středního obsahu toho prvku [10]. Příklad uvádí Obr. 6 [10].



Obr. 6 Příklad značení duplexní oceli dle chemického složení [10].

Podle normy ČSN EN 10027-2 lze duplexní oceli značit pomocí číselného systému. Základní schéma značky je zobrazeno na Obr. 7 [21].



Obr. 7 Systém značení ocelí dle číselného systému [21]

První číslice následovaná tečkou udává hlavní skupinu materiálu. U oceli je toto číslo vždy jedna. Následující dvojčíslí udává číslo skupiny materiálu. Duplexní oceli spadají do skupin 43, 44 a 45. Skupina 43 jsou korozivzdorné oceli s více než 2,5 % Ni ale bez Mo, Nb a Ti. Skupina 44 jsou korozivzdorné oceli s více než 2,5 % Ni a Mo, ale bez Nb a Ti a skupina 45 jsou korozivzdorné oceli se zvláštními přísadami [21]. V Tab. 3 [4] jsou uvedeny značky běžně používaných duplexních ocelí a jejich chemické složení.

Tab. 3 Označení běžně používaných duplexních ocelí a jejich chemické složení [4]

Značka	Č. ozn	max C (%)	max N (%)	Cr (%)	Cu (%)	Mo (%)	Ni (%)	W (%)
X2CrNiN23-4	1.4362	0,030	0,05-0,20	22,00-24,00	0,1-0,60	0,10-0,60	3,50-5,50	-
X3CrNiMoN27-5-2	1.4460	0,050	0,05-0,20	25,00-28,00	-	1,30-2,00	4,50-6,50	-
X2CrNiMoN22-5-3	1.4462	0,030	0,10-0,22	21,00-23,00	-	2,50-3,50	4,50-6,50	-
X2CrNiMoCuN25-6-3	1.4507	0,030	0,15-0,30	24,00-26,00	1,00-2,50	2,70-4,00	5,50-7,50	-
X2CrNiMoN25-7-4	1.4410	0,030	0,20-0,35	24,00-26,00	-	3,00-4,50	6,00-8,00	-
X2CrNiMoCuWN25-7-4	1.4501	0,030	0,20-0,30	24,00-26,00	0,50-1,00	3,00-4,00	6,00-8,00	0,50-1,00

## 5.1.2 Značení duplexních ocelí dle amerických norem

### A) ASTM

Americká norma ASTM zavádí systém označování kovových materiálů, který se skládá z písmene A, značící železný materiál, následovaný libovolným pořadovým číslem, bez jakékoliv návaznosti na vlastnosti materiálu. Značka specifikuje pouze fakt, že jde o železný materiál. Neklasifikuje, zda jde o uhlíkovou ocel, ocel na odlitky, legovanou ocel, nástrojovou nebo korozivzdornou ocel. Přídavné symboly udávají informace administrativního charakteru [22].

Duplexní ocelí nejsou z tohoto způsobu značení rozeznatelné. Zájemce musí vyhledat příslušné označení a detailní parametry oceli studovat přímo z normy. Příklady norem duplexních ocelí jsou A890, A815, A182, A479 [22].

## B) SAE/AISI

Norma používá pro značení ocelí čtyřčíslicový systém. První dvojčíslí určuje hlavní legující prvek a jeho obsah, podle tabulky dostupné v normě. Druhé dvojčíslí určuje stonásobek obsahu uhlíku [22]. Pro korozivzdorné oceli je používán speciální tříčíselný systém, který je klasifikuje do tzv. sérii [23].

- Série 200 chrom-hořčíkové austenitické oceli
- Série 300 chrom-niklové austenitické oceli
- Série 400 vysoce chromové feritické a martenzitické oceli
- Série 500 žáruvzdorné oceli
- Série 600 precipitačně vytvrditelné

Norma nemá speciální sérii duplexních ocelí. Proto není pro označování těchto ocelí vhodná a nepoužívá se.

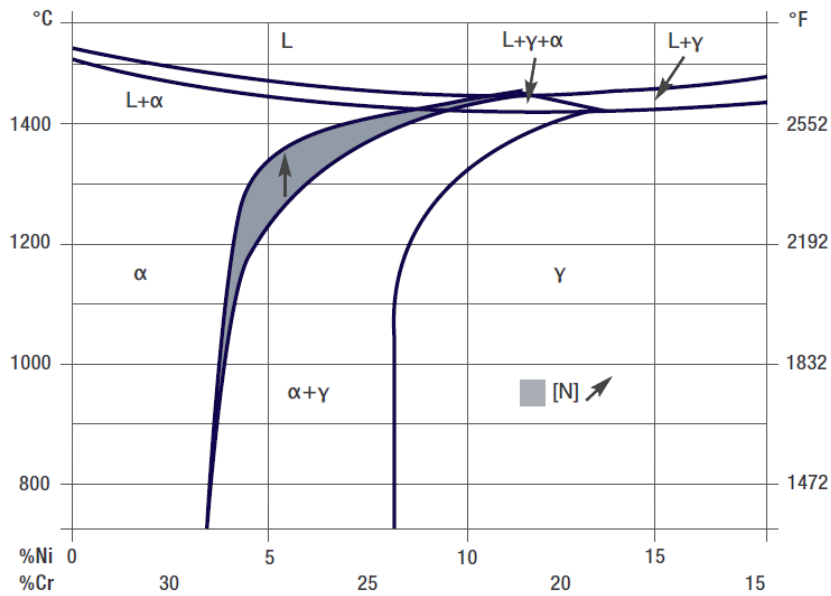
## C) UNS

UNS je alfanumerický systém značení obsahující písmeno následované pěti číslicemi. Klasifikuje chemické složení oceli. Nejedná se o normu. Korozivzdorné oceli jsou označeny písmenem S. Následující číslo tří číslice korespondují se značením SAE. Poslední dvojčíslí určuje pořadové číslo oceli [22], [23].

Značení duplexních ocelí tímto systémem je poměrně rozšířené. Jsou to např. S318803, S32205, S32750, S32101, S32900 [22].

## 5.2 Popis strukturních parametrů

Duplexní oceli jsou charakteristické dvoufázovou strukturou, která je tvořena ostrůvky austenitu uložených ve feritické matici. Na Obr. 8 [24] je zobrazen řez ternárním fázovým diagramem Fe-Cr-Ni při 68 % Fe. Z diagramu je zřejmé, že tavenina krystalizuje jako ferit, jehož část při peritektické reakci reaguje s taveninou za vzniku austenitu a vytváří dvoufázovou duplexní strukturu. Šedý pás zvýrazňuje vliv dusíku, který udržuje konstantní poměr austenit/ferit za vyšších teplot. Duplexní struktura při teplotách pod 1000 °C podléhá různým fázovým transformacím. Mohou vznikat karbidy, nitridy a křehké intermetalické fáze jako jsou: sigma ( $\sigma$ ) fáze, chi ( $\chi$ ) fáze, Lavesova fáze, chromem bohatý ferit ( $\alpha'$ ) a jiné, které mají nepříznivý účinek na výsledné vlastnosti materiálu [4], [9], [25], [26], [27], [28].



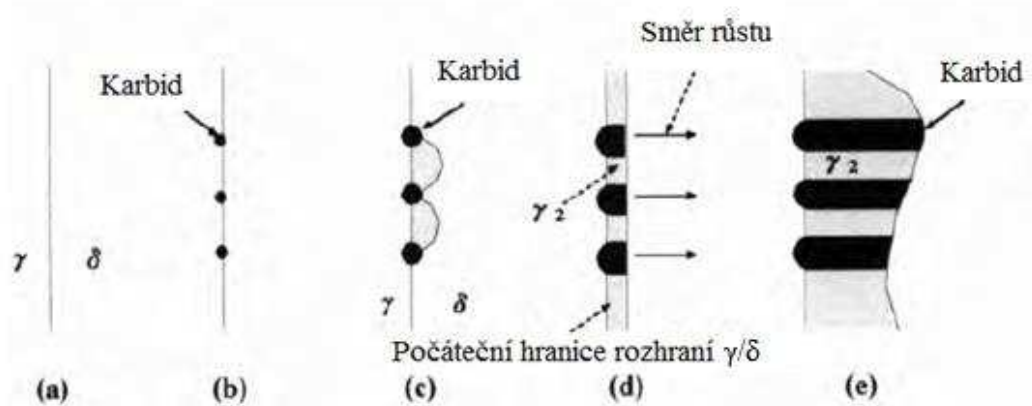
Obr. 8 Fázový diagram 68%Fe-Cr-Ni znázorňující metalurgické chování duplexní oceli [24]

### 5.2.1 Karbidy chromu

Vzhledem k vysoké mobilitě uhlíku, karbidy typu  $M_{23}C_6$  precipitují dříve než jakékoliv jiné fáze. Precipitace nastává po krátké expozici při teplotách 700 až 900 °C a také při dlouhé expozici za teplot 550 až 700 °C. Karbidy jsou vylučovány přednostně na rozhraní ferit/austenit s následným růstem směrem do feritu. Karbidy vážou chrom ze svého okolí [25], [27]. Vzniká chromem ochuzená oblast, která transformuje na austenit. Reakci lze popsat následující rovnicí (4) [27]:



Vlivem precipitace dochází k posunu mezifázového rozhraní. Mechanismus vzniku a migrace rozhraní je zobrazena na Obr. 9 [27].



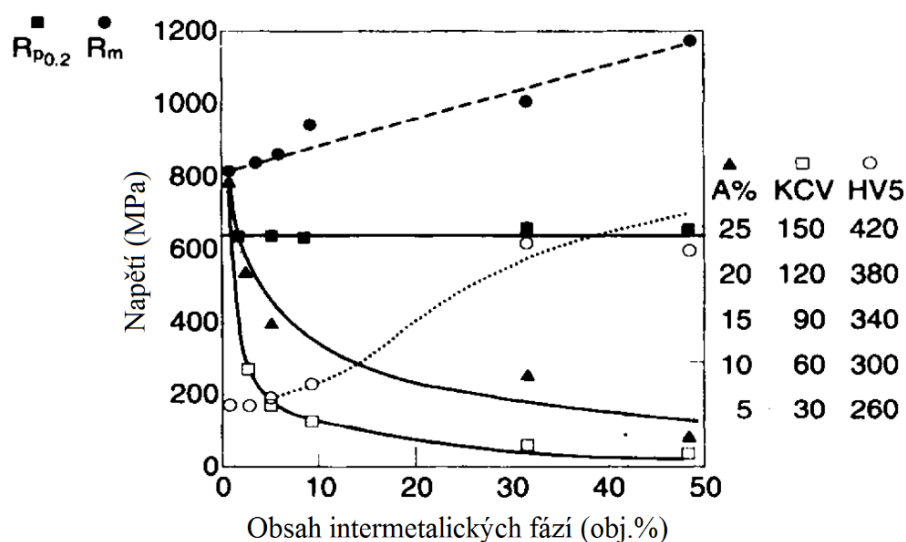
Obr. 9 Schéma mikrostrukturního vývoje lamelární precipitace karbidů  $M_{23}C_6$  [27]

## 5.2.2 Nitridy chromu

Nitridy chromu ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ,  $\text{CrN}$ ) precipitují paralelně s karbidy chromu, po ochlazení z vysokých teplot v průběhu technologického zpracování např. po svařování. Při teplotách nad  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  je dusík kompletně rozpuštěn ve feritu. Při poklesu teploty rozpustnost klesá a ferit se stává přesyceným dusíkem. V rozmezí teplot  $700$  až  $900\text{ }^\circ\text{C}$  dochází k vylučování austenitu ve tvaru Windmanstättenovy struktury obklopené nitridy chromu typu  $\text{Cr}_2\text{N}$  nebo  $\text{CrN}$ . Celkově dochází k znehodnocení mechanických a korozních vlastností [25], [27], [28].

## 5.2.3 Sigma fáze

Sigma ( $\sigma$ ) fáze je tvrdá, nemagnetická intermetalická sloučenina bohatá na chrom a molybden. Objevuje se v rozmezí teplot  $600$  až  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ . Krystalizuje v tetragonální soustavě a vyskytuje se ve slitinách kovů s rozdílem atomových poloměrů menším než  $8\%$ , z nichž jeden má krystalickou mřížku FCC a druhý BCC. Snižuje houževnatost, tažnost, korozní odolnost, zvyšuje tvrdost a mění druh lomu z transkrystalického na interkrystalický. Vliv strukturálních transformací na mechanické vlastnosti je zobrazen na Obr. 10 [25]. Drastické snížení mechanických a korozních vlastností je způsobeno hromaděním Mo a Cr v sigma fázi, která s rostoucí teplotou zvětšuje svůj mřížkový parametr a chrom s molybdenem difundují z feritu do sigma fáze. Zároveň ferit ochuzený o feritotvorné prvky transformuje na austenit. Obsah chromu ve feritu je snížen jen mírně, ale pokles molybdenu je výrazný. Z toho vyplývá pokles mechanických vlastností a snížení korozní odolnosti [8], [15], [18], [27], [28], [29]. Celou reakci lze popsat rovnicí (5), [27], [28].

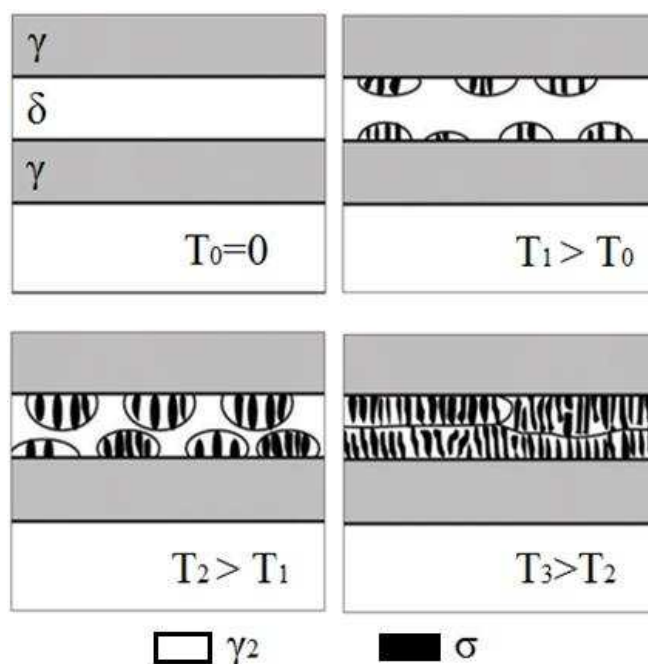


Obr. 10 Vliv strukturálních transformací na mechanické vlastnosti. A% - obsah austenitu, KCV- vrubová houževnatost ( $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), HV5 tvrdost podle Vickerse při zatížení  $5\text{ kg}$  [25]

Zárodky nukleují na rozhraních ferit/austenit s následným růstem směrem do feritu. Ferit má v porovnání s austenitem výrazně vyšší difusní rychlost. Sigma fáze obsahuje feritotvorné prvky a roste do feritu, dokud jej zcela nevyčerpá [15], [27], [28]. Schematické zobrazení mikrostrukturního vývoje při růstu sigma fáze je zobrazeno na Obr. 11 [29]. Nukleace také může nastat na rozhraní ferit/ferit, kde se sigma fáze vylučuje přímou reakcí z feritu podle rovnice (6) [27].



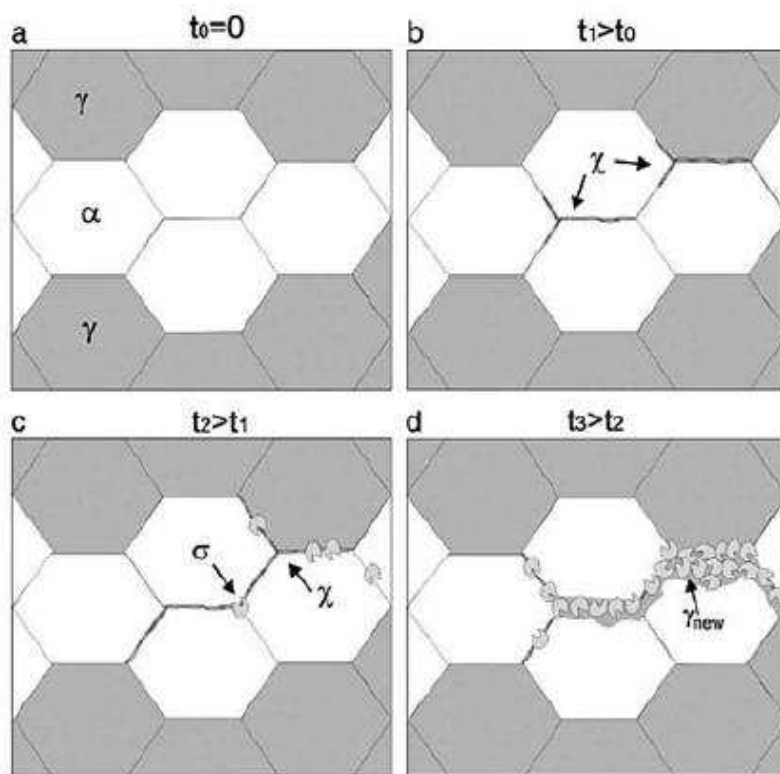
Tendence vylučování sigma fáze je mnohem vyšší při ohřevu než při ochlazování, což je významné pro praxi, kde se vysokým teplotám při technologickém zpracování nevyhneme [28].



Obr. 11 Mikrostrukturní vývoj růstu sigma fáze [29]

#### 5.2.4 Chi fáze

Chi ( $\chi$ ) fáze je termodynamicky nestabilní fáze s těsně uspořádanou mřížkou, která je spojená s negativním účinkem na korozní a mechanické vlastnosti. Objevuje se pouze v systémech Fe-Cr-Mo, Fe-Cr-Ni-Mo a Fe-Cr-Ni-Ti. V porovnání se sigma fází je bohatší na molybden a chudší na chrom. Vznik je podmíněn minimálním množstvím molybdenu, které činí 2 %. Chi fáze se vyskytuje v menším množství, podobně jako sigma fáze, za teplot 700 až 900 °C na rozhraní ferit/austenit a ferit/ferit [17], [18], [25], [27] [28]. Mechanismus vzniku je zobrazen na Obr. 12 [28]. Chi fáze předchází vzniku sigma fáze, následuje společná koexistence obou fází s postupným růstem sigma fáze na úkor chi fáze [28], [27].



Obr. 12 Schematické zobrazení precipitace Chi fáze [28]

### 5.2.5 Chromem bohatý ferit

Duplexní oceli jsou stejně jako feritické náchylné na zkřehnutí při vystavení teplotám okolo 475 °C. Hlavní příčinou je spinodální rozpad feritu v rozsahu teplot 300 až 550 °C, při kterém se ferit rozkládá na chromem bohatý ferit ( $\alpha'$ ) a na železem bohatý ferit ( $\alpha$ ) [15]. Precipitáty chromem bohatého feritu ( $\alpha'$ ) jsou malé s vysokou odolností proti hrubnutí, a to i při dlouhé výdrži. Přítomnost této fáze zvyšuje tvrdost, mez kluzu a mez pevnosti, zatímco radikálně snižuje tažnost, vrubovou houževnatost a korozní odolnost. Přítomnost fáze brání pohybu dislokací po všech skluzových systémech, které BCC struktura nabízí, a omezuje pohyb do několika přímých skluzových rovin. Některé studie dokonce poukazují, že v některých případech je pohyb dislokací natolik omezen, že je deformace přenášena dvojčatěním [8], [14], [15], [27], [28].

### 5.2.6 Sekundární austenit

Sekundární austenit ( $\gamma_2$ ) se vylučuje z feritu v závislosti na teplotě různými mechanismy. Při vysokých teplotách 700 až 900 °C vzniká sekundární austenit pomocí eutektoidní reakce rovnice (5) [28]. Z delta feritu precipituje sigma fáze, která odebírá z matrice Cr a Mo. V matici ochuzené o feritotvorné prvky dominuje Ni a dochází k přeměně feritu na austenit. Výsledkem je eutektoidní struktura sigma fáze a sekundárního austenitu ve výchozích feritických zrnech. Při o něco nižších teplotách 650 až 800 °C vzniká Windmanstättenův austenit difusním mechanismem. Obsahuje mnohem více Ni než feritická matrice a méně Cr a N než primární



austenit. Při teplotách pod 650 °C vzniká sekundární austenit smykovým mechanismem podobným martenzitické transformaci. Jeho chemické složení je stejné jako složení feritické fáze [28], [30].

### 5.2.7 Lavesova fáze

Lavesova fáze Fe<sub>2</sub>Mo, někdy označovaná jako R-fáze, precipituje v teplotním rozmezí 550 až 650 °C. Jedná se o molybdenem bohatou intermetalickou fázi s trigonální krystalovou mřížkou. Odebíráním molybdenu ze svého okolí zhoršuje korozní odolnost vůči lokálním typům koroze. Precipituje v úvodním stádiu tepelného stárnutí a časem transformuje na sigma fázi [28], [30].

## 5.3 Pevnostní, deformační a křehkolomové charakteristiky

### 5.3.1 Mechanické charakteristiky zjišťované tahovou zkouškou

Duplexní oceli kombinují mechanické vlastnosti feritu a austenitu. Plastické vlastnosti pochází z austenitu, zatímco pevnost je řízena feritem. Charakteristické vlastnosti jsou vysoká pevnost, tažnost a houževnatost. Specifikem je vysoká mez kluzu, která je v porovnání s austenitickými oceli až 2x větší [9], [18], [25]. Výsledné mechanické charakteristiky jsou dány kombinací několika souběžných mechanismů [9], [25]:

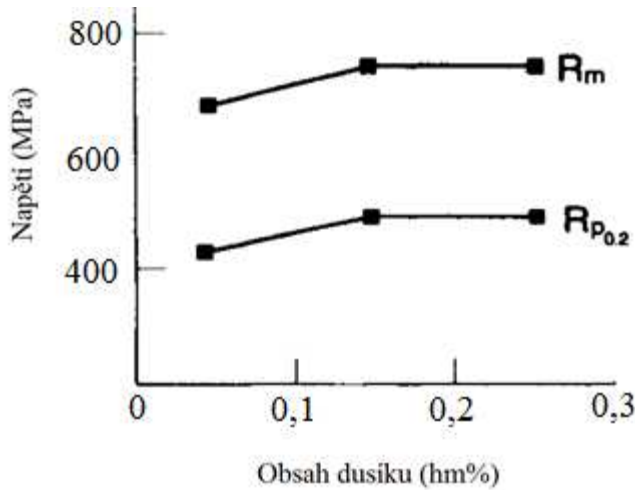
- intersticiálním vytvrzováním tuhého roztoku C a N,
- substitučním vytvrzováním tuhého roztoku Ni, Mo, Cr, Cu a Mg,
- zjemněním zrna,
- vyloučením sekundárního austenitu  $\gamma_2$ .

Na základě strukturálních parametrů lze vypočítat pevnostní charakteristiky dle vztahů (7) a (8) [25], [9]:

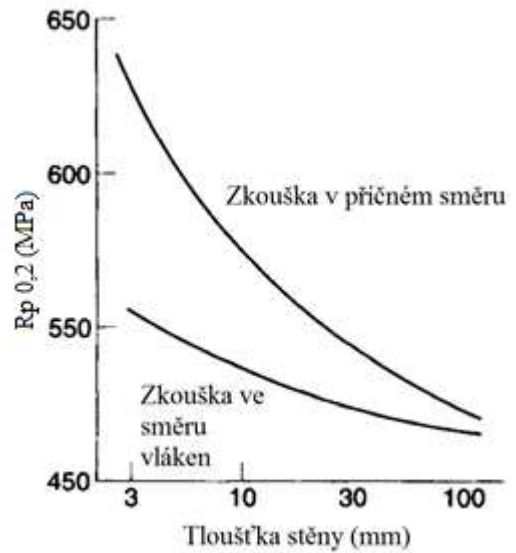
$$R_{p0,2} = 120 + 210 \cdot \sqrt{N} + 0,02 + 2(Mn + Cr) + 14Mo + 10 Cu + \quad (7) \\ + (6,15 - 0,054\delta)\delta + (7 + 35(N + 0,02))d^{-\frac{1}{2}} \quad [\text{MPa}]$$

$$R_m = 470 + 600(N + 0,02) + 14Mo + 1,5\delta + d^{-1/2} \quad [\text{MPa}] \quad (8)$$

Kde  $\delta$  je obsah feritu a  $d$  mezilamelární vzdálenost feritu. Vytvrzování dusíkem má výrazný efekt do obsahu 0,1 %. V tento moment je intersticiálně vytvrzován slabší austenit a děje se tak dokud se nestane pevnější než ferit. Přechod nastává při 0,2 % N. Od 0,12 % N vytvrzení není příliš markantní. Charakteristiky jsou ovlivněny tloušťkou stěny. S redukcí stěny roste anizotropie a dochází k prodlužování fází rovnoběžně s hlavním souřadným systémem. Protože je pevnost řízena převážně feritem pevnostní charakteristiky s tloušťkou stěny klesají [9], [25]. Mez kluzu se mění podle grafů zobrazených na Obr. 13 [25] a Obr. 14 [25].



Obr. 13 Vliv dusíku na zvýšení  $R_{p0,2}$  a  $R_m$  [25]

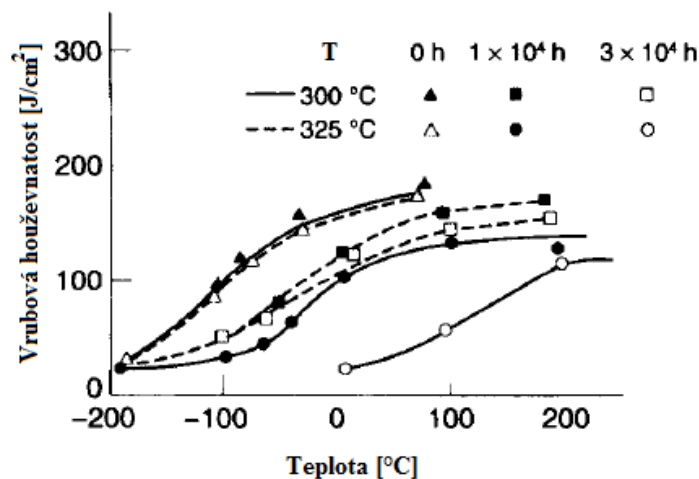


Obr. 14 Smluvní mez kluzu v závislosti na tloušťce stěny [25]

### 5.3.2 Vrubová houževnatost

Z hlediska úrovně vrubové houževnatosti za nízkých teplot lze duplexních ocelí zařadit mezi feritické a austenitické. Tranzitní teplota je přibližně  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Duplexní oceli jsou schopné dosáhnout vynikajících hodnot. Ve vyžíhaném stavu, může nárazová práce dosáhnout při  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  hodnoty 100 J. Získání těchto hodnot není zcela jednoduché. Houževnatost závisí na mnoha faktorech. Obecně jde o chemické složení a termomechanickou historii [9], [25].

Negativní vliv na vrubovou houževnatost mají intermetalické fáze, které způsobují ostrý pokles houževnatosti a zvýšení tranzitní teploty. Dalším nepříznivým vlivem je zpracování za studena. Pozitivně působí zjemnění zrna. Podle Obr. 15 [25] stárnutí při teplotách 300 až  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  vede k razantnímu poklesu vrubové houževnatosti a tranzitní teplota vzrůstá až nad teplotu okolí. Zvláštní pozornost musí být věnována svarům, u kterých se těmito teplotám musíme za všech okolností vyhnout [9], [25].



Obr. 15 Vývoj vrubové houževnatosti oceli S31803 žíhané při 300 °C a 325 °C [25]

## 5.4 Odolnost proti korozi

Korozní vlastnosti duplexních ocelí jsou založeny na pasivaci a schopnosti udržet pasivovaný stav v různých prostředích. Nejdůležitějšími legurami, které podporují pasivaci jsou Cr, Mo a N [25]. Chrom vytváří pasivační vrstvu. Molybden zvyšuje korozní odolnost a dusík zajišťuje rovnoměrné rozdělení korozní odolnosti mezi obě fáze. Chrom a molybden jsou rozpouštěny ve feritu. V tu chvíli je ferit výrazně korozně odolnější a korozní rovnováha mezi oběma fázemi je narušena. Dusík je rozpouštěn v austenitu a snižuje aktivitu chromu ve feritu. Výsledkem jsou účinky chromu v obou fázích na stejné úrovni a korozní odolnost je rovnoměrně rozdělena. Korozní odolnost duplexních ocelí je velmi dobrá [4], [9], [25]. Přesto pasivní vrstva může být lokálně narušena z těchto důvodů [31]:

- a) oslabením pasivní vrstvy na vměstcích, precipitátech, fázích nebo hranicích zrn,
- b) segregací agresivních částic na povrchu materiálu.

Lokální narušení vede k různým formám korozního napadení. Nejčastější jsou bodová, štěrbinová, mezikrystalická koroze a koroze pod napětím [31].

### 5.4.1 Bodová koroze

Bodová koroze je jedním z nejčastějších typů koroze. Charakteristický je vznik úzké jamky s rádiusem menším, než je hloubka. Vzniká adsorpcí agresivních aniontů jako jsou halogenidy a sulfáty, které proniknou pasivační vrstvou a usadí se na defektech materiálu, kde následuje místní anodické rozpouštění a rychlé pronikání do hloubky. Adsorpce halogenidů způsobuje vzrůst iontové vodivosti v pasivní vrstvě. Kovové ionty mohou z povrchu migrovat napříč pasivní vrstvou. Postupně dochází ke ztenčování pasivní vrstvy, které končí důsledkem tvorby jamek jejím kompletním rozložením. Mechanismus lze rozdělit na dvě stádia. Nukleační a vývojové. V nukleačním stádiu dochází po určité nukleační době k místnímu narušení pasivního filmu a k iniciaci aktivního korozního centra. Ve vývojovém stádiu tato korozní centra rostou [8], [32].

Nejznámější rovnice popisující souvislost mezi legujícími prvky působících negativně na vznik bodové koroze a korozními vlastnostmi je nazývána jako index PRE (pitting resistance equivalent) rovnice (9) [25].

$$PRE_N = \% Cr + 3,3 \% Mo + 16 \% N \quad (9)$$

Tato hodnota popisuje na základě obsahu chromu, molybdenu a dusíku, očekávanou odolnost proti bodové korozi v různých korozních prostředích [33], [26]. Pro oceli obsahující wolfram je odolnost proti bodové korozi vyjádřena indexem  $PRE_W$  dle rovnice (10) [26].

$$PRE_W = \% Cr + 3,3 \% Mo + 1,65 \% W + 16 \% N \quad (10)$$

Podle hodnoty indexu  $PRE_{N/W}$  lze moderní duplexní oceli, rozdělit do čtyřech skupin viz Tab. 1. Odolnost proti vzniku bodové koroze je kromě chemického složení ovlivněna také velikostí zrna, rozložením vměstků a intermetalickými fázemi. Povrch pasivní vrstvy je citlivý na teplotu. Korozní potenciál klesá s teplotou. Pro přesné určení korozní odolnosti vůči bodové korozi je třeba index PRE doplnit kritickou teplotu bodové koroze (CPT). Měření této teploty je normováno. Při překročení této teploty skokem klesá standardní potenciál a dochází ke stabilnímu šíření koroze. U superduplexních ocelí se tato teplota pohybuje mezi 80 a 90 °C [34].

#### 5.4.2 Štěrbínová koroze

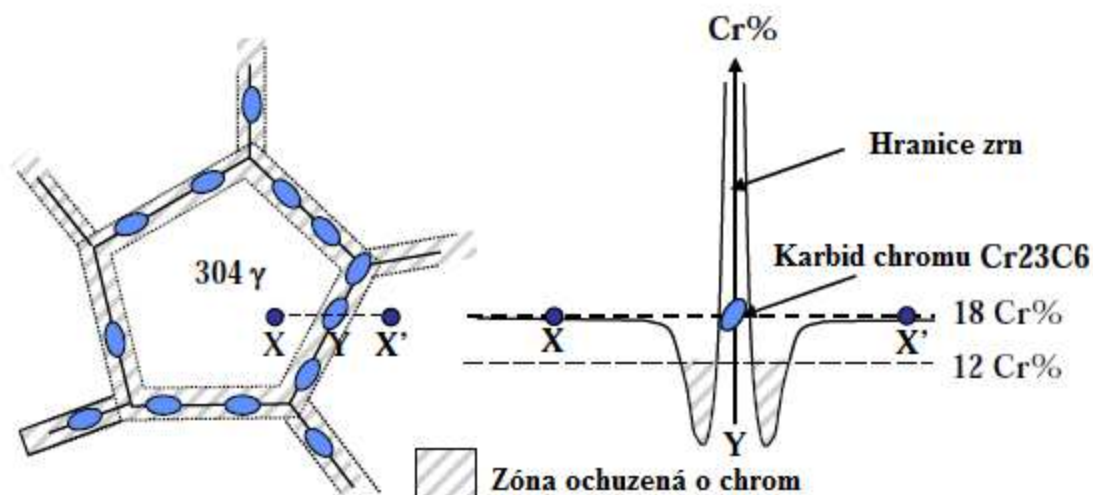
Štěrbínová koroze je druh korozního napadení, ke kterému dochází v místech, kde je malé množství elektrolytu částečně odděleno od velkého objemu vnějšího elektrolytu. Uvnitř štěrbin je kyslík obtížně vyměňován a je rychle spotřebován katodickou reakcí. Štěrbina se mění na anodu a katoda vzniká poblíž uzavřené zóny na povrchu. Na anodě dochází k oxidaci a elektrony jsou odváděny na povrch, kde probíhá katodická reakce. Vhodná místa jsou přírubové spoje, póry svarů, nýtové spoje apod. [25], [27], [35]. Čím je mezera těsnější, tím je vznik koroze pravděpodobnější. Ideální místa pro vznik jsou také pod měkkými nekovovými materiály, které snadno přilnou k povrchu nebo jsou do materiálu lisovány jako např. těsnící kroužky a gufera. Korozní odolnost proti vzniku štěrbinové koroze, je dána podobně jako u bodové, kritickou teplotou štěrbinové koroze (CTT). CTT je úměrná CPT ale značně nižší. Měření hodnoty CTT je normováno [25].

#### 5.4.3 Mezikrystalická koroze

Hranice zrn jsou vhodná iniciační místa kovových precipitátů a intermetalických fází. Také jsou vhodná pro vznik lokálně přesycených míst prvky přítomných v tuhém roztoku a jsou citlivé na korozní napadení. Mezikrystalické korozní napadení se objevuje zejména v podmínkách, kdy jsou korozivzdorné oceli v pasivním stavu [27].

Příčinou mezikrystalické koroze jsou zóny ochuzené o chrom. Na hranicích zrn v bodových poruchách precipitují chromem bohaté karbidy typu  $Cr_{23}C_6$ , které ze svého okolí vyčerpávají chrom. Mechanismus vzniku znázorňuje Obr. 16 [30]. Lokální pokles chromu způsobuje snížení korozní odolnosti. Výsledek je selhání pasivní vrstvy a šíření koroze podél hranic zrn. Výskyt precipitátů je spojen s nevhodnými podmínkami tepelného zpracování nebo svařování. Duplexní oceli jsou vysoce odolné proti vzniku mezikrystalické koroze zejména díky [27]:

- jemnozrnné mikrostruktury vyplývající z přítomnosti dvou fází,
- karbidům a nitridům, které precipitují na hranicích  $\delta/\gamma$ , což snižuje počet precipitátů v jednotce objemu,
- karbidům, které precipitují současně s nitridy  $Cr_2N$ ,
- eutektoidní transformaci feritu  $\delta \rightarrow \gamma + Cr_{23}C_6$ ,
- čerpání chromu převážně z feritu.



Obr. 16 Mechanismus vzniku mezikrystalické koroze [27]

#### 5.4.4 Koroze pod napětím

Koroze pod napětím označovaná jako SCC (stress corrosion cracking) nastává vlivem agresivního prostředí v kombinaci se statickým tahovým zatížením. Pro vznik je nutné tahové napětí, které nemusí překročit mez kluzu. Napětí může pocházet z vnějšího zatížení, teplotních změn nebo vnitřního napětí způsobené svařováním nebo tepelným zpracováním. Toto napětí může na lokálních defektech výrazně vzrůst, překročit mez kluzu a způsobit vznik trhlin. V kombinaci s korozní oxidací, která místo s vyšším napětíovým zatížením přejímá jako anodu a místo s nižším napětíovým zatížením jako katodu, vzniká extrémně nebezpečný mechanismus porušování. Proces nastává i v prostředích, která nejsou příliš korozní. Ve většině případů je SCC obtížně rozpoznatelná [27], [31], [32].

Duplexní oceli podléhají korozi pod napětím. Nejsou vůči ní odolné, ale mají řadu výhod. Díky dvoufázové struktuře dosahují dobré odolnosti při ohybovém namáhání v oblasti elastické deformace. Dusík zvýšením meze kluzu a poměru mezi hodnotou prahového napětí trhliny a mezí kluzu zvyšuje celkovou pevnost při korozi pod napětím. I velmi malá plastická deformace zvyšuje citlivost na SSC. Při plastické deformaci začne dvojčatění feritu, což vede k rozsáhlé lokální depasivaci. V nejnáročnějších podmínkách vzniká anodické rozpouštění a křehnutí feritu vlivem absorpce vodíku pocházejícího z katodické reakce. V méně agresivních prostředí jsou duplexní oceli schopny regenerovat pasivní vrstvu. Tomu napomáhá zvýšený obsah Mo a Cr [27].

### 5.5 Technologické vlastnosti

#### 5.5.1 Svařitelnost

Duplexní oceli jsou výborně svařitelné. Díky vyšší tepelné vodivosti a nižší tepelné roztažnosti feritu odolávají praskání za tepla. Problémy způsobuje tepelně ovlivněná zóna, ve které dochází ke ztrátě korozní odolnosti, houževnatosti a praskání vlivem napětí způsobených

smrštěním materiálu při ochlazení. Při návrhu technologie svarového spoje by měl být optimalizován vstup tepla do materiálu minimální dobou výdrže při teplotách červeného žáru. Příliš velké množství přivedeného tepla zvyšuje nebezpečí precipitace intermetalických fází. Příliš malé množství přivedeného tepla zase způsobuje vyloučení nadměrného množství feritu v oblasti natavení a dochází ke ztrátě houževnatosti a korozní odolnosti. Přivedené teplo by nemělo u duplexních ocelí přesahovat  $2,5 \text{ kJ}\cdot\text{mm}^{-1}$  a u superduplexních  $1,5 \text{ kJ}\cdot\text{mm}^{-1}$  [36]. Teploty odpovídající těmto energiím jsou  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  pro duplexní oceli a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  pro superduplexní ocel [24]. Svařování nepředchází předehřev a po svařování vždy následuje rozpouštěcí žihání. [8], [25], [27], [24]. Vhodné metody svařování jsou [24]:

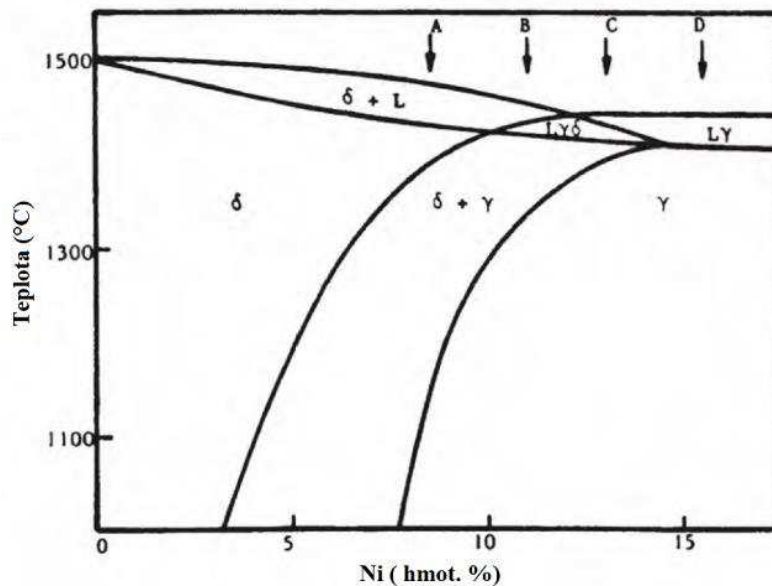
- obloukové svařování netavicí se elektrodou v inertním plynu (TIG),
- obloukové svařování tavící se elektrodou v inertním plynu (MIG),
- obloukové svařování plněnou elektrodou (FCAW),
- elektrostruskové svařování (ESW),
- svařování elektronovým paprskem a laserem.

### 5.5.2 Slévárenské vlastnosti

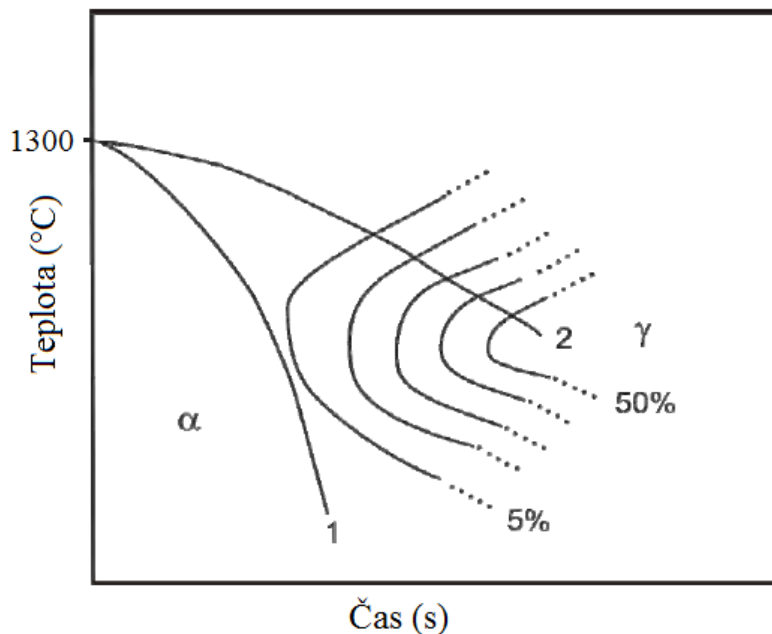
Odlitky z duplexních korozivzdorných ocelí jsou rozšířené díky dobré kombinaci mechanických vlastností a korozní odolnosti. Mechanické vlastnosti jsou určeny především mikrostrukturou, která je formovaná v průběhu lití. Významná je morfologie a množství fází ale také porozita, smrštění a segregace [8], [37], [38].

U duplexních ocelí začíná tuhnutí vždy vylučováním feritu. Řez fázovým diagramem na Obr. 17 [27] zobrazuje čtyři možné módy tuhnutí korozivzdorných ocelí. Duplexní oceli s nízkým obsahem uhlíku tuhnou podle módu A ( $L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta$ ). Austenit transformuje až v tuhém stavu. Duplexní oceli s vyšším obsahem uhlíku ( $\%C > 0,03$ ) tuhnou podle módu B ( $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \delta + \gamma \rightarrow \delta + \gamma$ ). Přesycená tavenina austenitotvornými prvky reaguje při peritektické přeměně s  $\delta$ -feritem za vzniku austenitu. Množství austenitu a jeho tvar závisí na rychlosti ochlazování (Obr. 18 [27]). Vysoká rychlost chlazení znamená méně austenitu. Tuhnutí začíná u stěn formy a postupuje směrem ke středu. U stěny formy kvůli vysoké rychlosti ochlazování vzniká tzv. licí kůra tvořená drobnými ekviaxiálními zrny. Na toto pásmo navazuje asi milimetr dlouhá oblast protáhlých kolumnárních zrn, jejichž osy jsou rovnoběžné se směrem odvodu tepla z odlitku. Tyto zrna jsou dendritického charakteru. Dendrity rostou, dokud na sebe nenarazí. V místech setkání dendritů se mohou vyskytovat nečistoty, nízkotavitelné složky a mikropórovitost. Mezidendritický prostor je závislý na rychlosti ochlazení. Při vysoké rychlosti ochlazení lze mezidendritický prostor zmenšit až o řád. Smrštění je 3 až 6 %. Zmírnit jej lze pomocí nálitků. Ve středu odlitku vznikají zrna polyedrického tvaru. Pro tavení jsou vhodné elektrické obloukové nebo indukční pece s následným mimopecním zpracováním [8], [27],

[33]. Vhodné metody odlévání jsou: lití do pískových forem, lití do skořepiny, lití metodou vytavitelných modelů, lití do keramických forem [8].



Obr. 17 Fázový diagram Fe-Ni-19%Cr Zobrazující módy tuhnutí duplexních ocelí [27]



Obr. 18 Zobrazení vlivu rychlosti na výslednou strukturu [27]

### 5.5.3 Obrobitelnost

Obrábění duplexních ocelí je obtížné. Kvůli vysokému obsahu molybdenu, dusíku a nízkému obsahu síry jsou třísky plynulé, vysoce pevné a abrazivní vůči nástrojům. Vzniká vysoké množství tepla, nástroj se přehřívá a plasticky deformuje. Používají se stroje s vysokým výkonem a tuhostí eliminující vibrace. Vhodné materiály nástrojů jsou slinuté karbidy s povlakem TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nebo TiN a rychlořezné oceli s povlakem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [24], [39], [40].

## 6 CÍLE PRÁCE

Pro experimentální část byly zvoleny tyto cíle:

- ověřit vliv různých podmínek tepelného zatížení na strukturní změny vybraného typu lité duplexní korozivzdorné oceli se zaměřením na výskyt intermetalických fází,
- metalografické rozborů doplnit zjištěním základních mechanických charakteristik.



## 7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část diplomové práce se zabývá hodnocením struktury lité duplexní oceli po různých režimech tepelného zpracování se zaměřením na výskyt sigma fáze. Strukturní rozbor je doplněn o hodnoty tvrdosti a nárazové práce.

### 7.1 Experimentální materiál

Jako experimentální materiál byla zvolena litá austeniticko-feritická duplexní ocel ASTM A890 Grade 4A. Ocel je charakteristická vysokou pevností a korozivzdorností v široké škále prostředí včetně prostředí obsahující chloridy. Ocel je používána v odvětví ropného a plynárenského průmyslu na komponenty čerpadel a potrubí [41]. Přesné chemické složení určené optickým emisním spektrometrem Q4 TASMÁN je včetně tolerance složení, vycházející z materiálového listu, v Tab. 4.

Tab. 4 Chemické složení experimentálního materiálu

	<b>C</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>N</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cu</b>
<b>Min (%)</b>		21,000	4,500	2,500			0,100			
<b>Max (%)</b>	0,030	23,500	6,500	3,500	1,500	1,000	0,300	0,040	0,020	1,000
<b>Obsah (%)</b>	<b>0,028</b>	<b>22,890</b>	<b>5,049</b>	<b>2,965</b>	<b>0,927</b>	<b>0,413</b>	<b>0,187</b>	<b>0,018</b>	<b>&lt;0,15</b>	<b>0,061</b>

### 7.2 Experimentální metody

#### 7.2.1 Optická mikroskopie

Optická mikroskopie (OM) je nejrozšířenější a nejzákladnější experimentální technika strukturní analýzy. Pro zobrazení je využíváno elektromagnetického vlnění v oblasti viditelných vlnových délek. Zdrojem záření je světelný zdroj. K vytvoření zobrazení slouží soustava čoček různých typů. Soustava má za cíl co nejvíce potlačit chromatické a monochromatické defekty jednotlivých čoček, které mají negativní vliv na kvalitu zobrazení. Metalografický výbrus je možné pozorovat ve světlém nebo tmavém poli, ve fázovém kontrastu a v polarizovaném světle. Hloubka ostrosti je malá a zhoršuje se s rostoucím zvětšením. Bodová rozlišitelnost je dána podílem vlnové délky záření a numerické apertury tzv. Abbého vztahem [42].

V této práci byl použit invertovaný metalografický mikroskop typu GX51 od firmy Olympus se zvětšením okuláru 10x a výměnnými objektivy se zvětšením 5x, 10x, 20x, 50x a 100x. Maximální zvětšení použitého mikroskopu je tedy 1000x.

#### 7.2.2 Rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM) je rozšířená, universální metoda strukturní analýzy masivních vzorků materiálu. Pro zobrazení je využíván pohyblivý svazek elektronů. Tento svazek je soustavou elektromagnetických čoček fokusován na povrch, kde probíhá řádek po řádku a vyvolává fyzikální signál nesoucí informaci o místě dopadu. Detektor fyzikální

signál převádí na elektrický a určuje úroveň jasu na obrazovce. Kontrast na obrazovce je výsledkem rozdílů intenzit signálů v místech dopadu elektronového svazku. Každému bodu na ploše odpovídá konkrétní bod na obrazovce o stejných souřadnicích. Rozlišení je závislé na šířce svazku elektronů. Užší svazek znamená vyšší rozlišení. V závislosti na vybavení mikroskopu vhodnými detektory může být SEM použit pro hodnocení chemického složení, topografie, krystalografie, magnetických, elektrických a luminiscenčních vlastností [43], [42].

V této práci byly použity dva typy rastrovacích mikroskopů. Starší mikroskop XL-30 Philips s detektorem EDS a EDAX a novější mikroskop Zeiss ULTRA PLUS s detektorem sekundárních elektronů typu Everharth-Thornley a čtyřkvadrantovým polovodičovým detektorem zpětně odražených elektronů umístěným na pólovém nástavci a detektorem EDX X-max od společnosti Oxford Instruments.

### 7.2.3 Rentgenová difrakční analýza

Rentgenová difrakční analýza (XRD) je metoda strukturní analýzy využívaná pro prvkovou a fázovou analýzu krystalického materiálu. Základní koncept sestává se zdroje rentgenového záření, vzorku a detekčního systému. Zdroje elektromagnetického vlnění o vlnových délkách 80  $\mu\text{m}$  až 1  $\text{pm}$ , známém jako rentgenové záření, je rentgenová trubice-rentgenka. Trubice obsahuje katodu a anodu mezi, kterými je vysoký potenciálový rozdíl. Elektrony emitované katodou dopadají na anodu, kde jsou nárazem na anodu prudce zabrzděny, přičemž vznikají fotony rtg záření. Ze zdroje záření prochází absorpčními filtry, které selektivně absorbují část spektrálních linií a vzniká tzv. monochromatické záření. To dopadá a interaguje se vzorkem. Při dopadu záření na vzorek dochází k rozptylu primárního svazku do specifických směrů-difrakci. Difrakce je plně popsána Braggovým zákonem a Ewaldovou konstrukcí. Z intenzit difrakčních obrazů jsou vypočítávány pozice a teplotně-vibrační parametry atomů a z poloh difrakcí rozměry elementární buňky. Na základě těchto hodnot je možné analyzovat chemické i fázové složení materiálu [42], [44].

XRD bylo měřeno na rentgenu X'Pert od firmy PANAnalytical (Philips) s využitím  $\text{CuK}\alpha$  záření. Přístroj byl nastaven v Bragg-Brentano geometrii a pracoval s napětím  $V = 40 \text{ kV}$  a proudem  $A = 30 \text{ mA}$ . Jako detektor byl zvolen X'Celerátor s  $\beta$ -filtrem v sekundárním svazku. Pro kvantitativní i kvalitativní analýzu byl použit software od firmy PANAnalytical – High Score Plus s využitím databází pdf2 a ICSD. Kvantitativní analýza byla provedena pomocí Rietveldovy metody s využitím vnějšího standartu Si.

### 7.2.4 Skenovací transmisní elektronová mikroskopie

Skenovací transmisní elektronová mikroskopie (STEM) pracuje na stejném principu jako SEM. Svazek elektronů o vysoké energii je emitován elektronovým dělem a soustředěn do tenkého koherentního svazku, který skenuje povrch vzorku. Rozdíl je v tom, že svazek může procházet skrz vzorek jako u transmise. Zobrazení je možné ve zpětně odražených i sekundárních elektronech ale lepší rozlišení je dosaženo detekováním prošlých elektronů. STEM obvykle obsahuje detektor světlého a tmavého pole. Detektor světlého pole zobrazuje

místa snadného průchodu světla. Detektor tmavého pole prošlé paprsky vylučuje a ve výsledném obraze jsou místa snadného průchodu tmavé [42], [45], [46].

V této práci byl použit mikroskop Zeiss ULTRA PLUS, který neobsahuje originální STEM detektor, ale bylo na něm využito postupu označovaném jako “poor man's STEM-in-SEM detector“ [47]. Tento postup spočívá ve vložení speciálního držáku na grid, který v místě pod vzorkem obsahuje olovenou folii nakloněnou pod úhlem přibližně 45°, která emituje sekundární elektrony směrem k detektoru sekundárních elektronů typu Everharth-Thornley. Elektrony představují signál světlého pole. V módu běžného SEM jsou sekundární elektrony snímány detektorem In-lens.

### **7.2.5 Zkouška rázem v ohybu**

Zkouška rázem v ohybu je srovnávací zkouška prováděna za účelem hodnocení odolnosti materiálu vůči křehkému lomu. K tomuto účelu se používá Charpyho kladivo. Zkouška spočívá v přeražení normovaného tělesa s vrubem ve tvaru U nebo V, opřným o dvě podpory, kyvadlovým kladivem. Práce potřebná na přeražení zkušební vzorku je dána rozdílem potenciálních energií kladiva před a po nárazu. Tato nárazová práce se dále přepočítává, vydělení plochou příčného průřezu vzorku v místě vrubu, na vrubovou houževnatost. Vynesením vrubové houževnatosti v závislosti na teplotě vznikají přechodové křivky, z nichž jsou určovány tranzitní teploty [45].

Zkouška byla provedena na kyvadlovém kladivu Heckert PSd 300/150 typu Charpy za teploty 23 °C na standardních zkušebních tělesech opatřených V-vrubem.

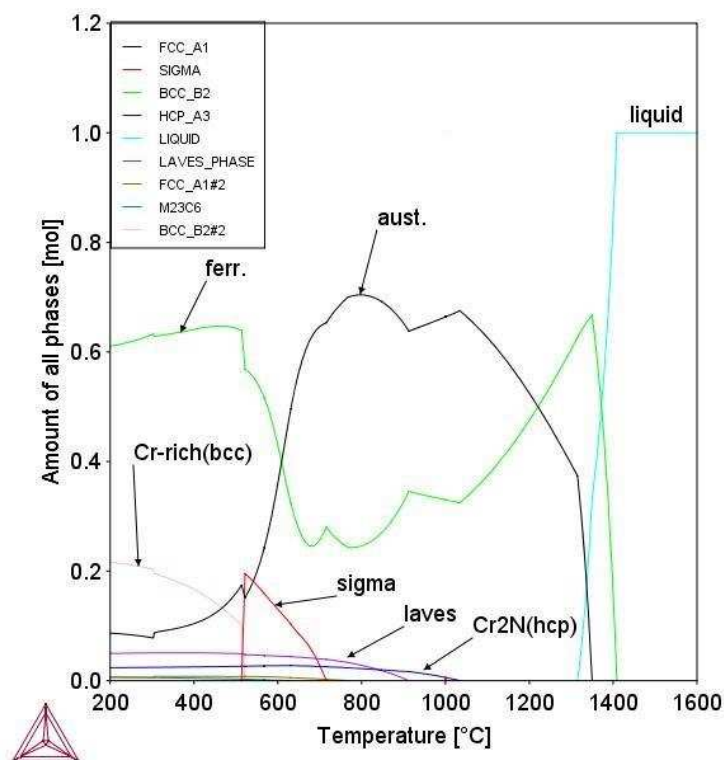
### **7.2.6 Měření tvrdosti podle Vickerse**

Měření tvrdosti dle Vickerse spočívá ve vtlačení diamantového čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° do povrchu vyleštěného vzorku. Výsledná tvrdost je definovaná jako poměr zátěžné síly a středních uhlopříček vtisku [45].

V této práci byl použit tvrdoměr LECO Vickers hardness tester LV 700 se zatížením 30 kg a dobou vtisku 10 sekund.

### **7.2.7 Průběh experimentů**

Ocel byla odlita ve vakuové peci CONSARC s neutrální výduskou ve slévárně ústavu strojírenské technologie na FSI VUT. Odlitek ve tvar zkušební bloku Y 60 o rozměrech 310 x 130 x 110 mm byl podroben rozpouštěcímu žihání na 1150 °C s výdrží 7 hodin a následným ochlazením ve vodě. Z odlitku byly zhotoveny vzorky o rozměrech 15 x 10 x 5 mm a devět vzorků o rozměrech 12 x 12 x 60 mm sloužících jako polotovar zkušební tělesa pro zkoušku rázem v ohybu. Na základě přesného chemického složení byl prostřednictvím softwaru Thermo-Calc vymodelován rovnovážný fázový diagram Obr. 19, ze kterého lze v závislosti na teplotě určit druhy a množství fází vyskytujících se v rovnovážném stavu ve zkoumané oceli.



Obr. 19 Rovnovážný fázový diagram udávající druh a množství fází v závislosti na teplotě.

Podle diagramu byly pro experimenty zvoleny teploty a to 700 °C a 595 °C, při kterých se dle diagramu předpokládá výskyt sigma fáze ve struktuře oceli. Vzorky materiálu byly na těchto teplotách izotermicky žháný s různou časovou výdrží Tab. 5. Na teplotě 595 °C byly po dobu 96 a 245 hodin současně žháný polotovary zkušebního tělesa pro zkoušku rázem v ohybu. Po uplynutí navržené doby byly vzorky vyjmuty z pece a prudce ochlazený vodou. Tím bylo zajištěno zafixování strukturních změn. Ochlazené vzorky byly zalisovány a připraveny ke studiu struktury v metalografické laboratoři dle obvyklých postupů. Finální leštění bylo provedeno leštící suspenzí OP-S obsahující koloidní křemík. Současně se žhánými vzorky byl připraven metalografický výbrus vzorku ve výchozím stavu, čímž pro tuto práci byl vzorek po rozpouštěcím žháním.

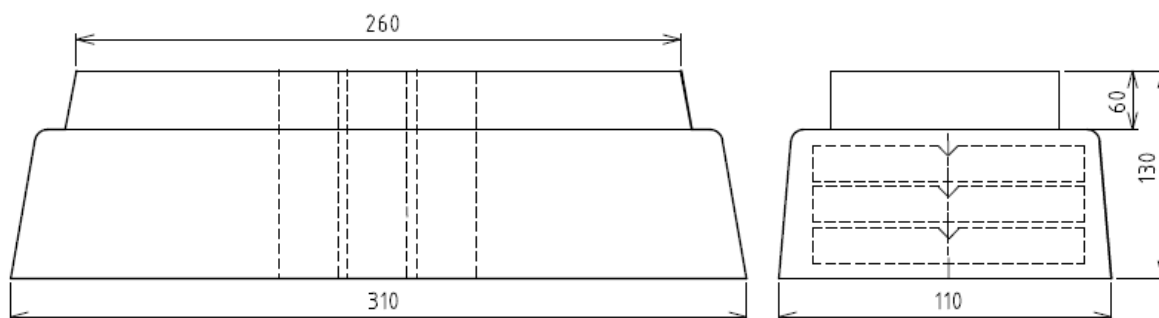
Tab. 5 Doba výdrže na teplotách 700 a 595 °C

Název	Teplota (°C)	Výdrž (hod)												
1. série	700	1	2	4	6	8	10	20	40	60	80	150	160	
2. série	595	24	49	72	96	168	216	245						

Struktura všech vzorků byla vyvolána leptadlem Aquaregia a podrobena základnímu pozorování na světelném mikroskopu. Pro analýzu na SEM byl vybrán vzorek po rozpouštěcím žháním, vzorky žháné na teplotě 700 °C po dobu 10, 80 a 150 hodin a vzorky žháné na teplotě 595 °C po dobu 72, 168 a 245 hodin. Analýza SEM byla doplněna o mikrostrukturní analýzu rentgenovou difrakcí zaměřenou na výskyt fáze sigma. Rentgenová difrakční analýza byla provedena na vzorcích po rozpouštěcím žháním, žháných na teplotě 700 °C s výdrží 10 a 150 hodin a vzorky žháné na teplotě 595 °C s výdrží 168, 216 a 245 hodin. Ze vzorků žháných při

teplotě 595 °C po dobu 49 a 72 hodin byly po elektrolytickém podleptání roztokem 7 % HCl v etanolu sejmuty uhlíkové extrakční repliky pro analýzu na STEM.

Tělesa pro zkoušku rázem v ohybu byla z výchozího odlitku oddělena s ohledem na směr tuhnutí. Schematické zobrazení místa odběru včetně orientace zkušebního tělesa s V-vrubem je na Obr. 20. Pro určení charakteru lomu byly lomové plochy přeražených zkušebních těles podrobeny fraktografickému hodnocení na SEM. Na všech vzorcích byla změřena tvrdost podle Vickerse.



Obr. 20 Schematické zobrazení bloku Y60 a místa odběru vzorků pro zkoušku rázem v ohybu

## 8 VÝSLEDKY EXPERIMENTU

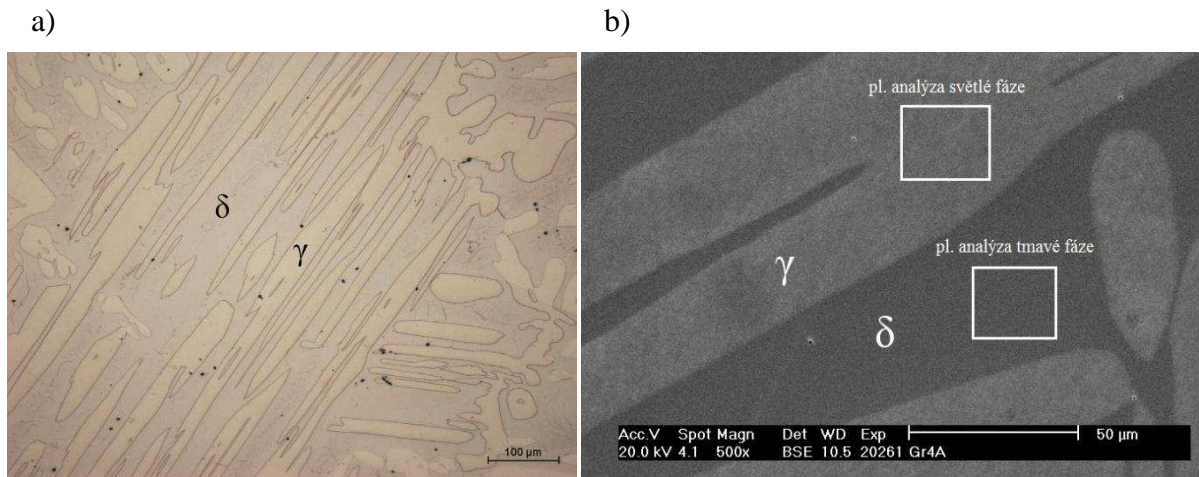
### 8.1 Výchozí stav

Jako výchozí stav pro experiment byl použit odlitek ve stavu po rozpouštěcím žhání. Při tomto tepelném zpracování dochází k rozpuštění nežádoucích fází, zejména karbidů a nitridů vzniklých v průběhu lití, obnovuje se objemový podíl a chemická rovnováha mezi austenitem a feritem. Výsledek analýzy výchozího stavu je obzvláště významný, protože napříč celým experimentem jsou k němu porovnávány výsledky.

Při pozorování mikrostruktury na světelném mikroskopu lze pozorovat dvoufázovou strukturu, a to bílé ostrůvky austenitu uzavřených ve feritické matici, která má šedomodrý modrý odstín (Obr. 21a). Tento poznatek byl potvrzen plošnou analýzou chemického složení pomocí EDS (Tab. 6). Mikrostruktura zobrazena na SEM ve zpětně odražených elektronech včetně míst chemické analýzy je na Obr. 21b). Z chemické analýzy vyplývá, že tmavá fáze obsahuje oproti světlé více Cr a Mo, tedy feritotvorných a méně austenitotvorných prvků (Ni, Mn). Tím bylo jednoznačně určeno, že jde o ferit. Na Obr. 21a) jsou ve feritu v některých místech zviditelněné hranice jednotlivých feritických zrn. Na rozhraní fází  $\delta/\gamma$  ani na hranicích zrn  $\delta/\delta$  nebyly pozorovány žádné precipitáty. Přítomná je pouze primární dvoufázová struktura a vměstky, které nebyly blíže analyzovány.

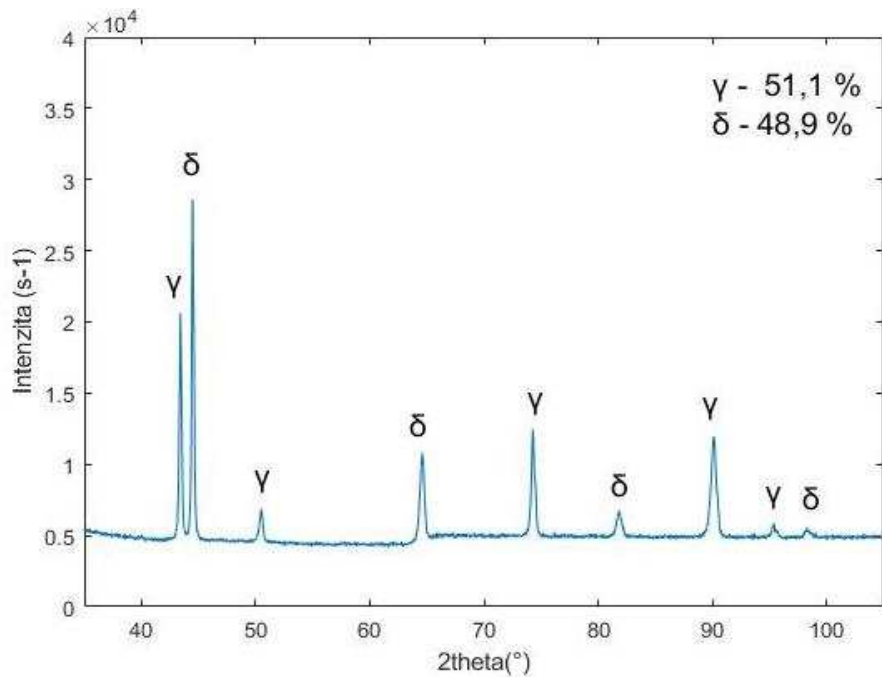
Tab. 6 Plošná analýza chemického složení pomocí EDS

Název	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	Fe (%)
Tmavá fáze	23,45	4,85	3,69	0,92	0,60	66,49
Světlá fáze	21,90	6,49	2,78	1,13	0,52	67,18



Obr. 21 Mikrostruktura duplexní oceli po rozpouštěcím žhání a) OM 200x b) SEM 500x

Pro potvrzení, že ve struktuře není přítomná sigma fáze byl výchozí stav podroben rentgenové difrakci. Ta potvrdila nulový obsah této fáze Obr. 22.

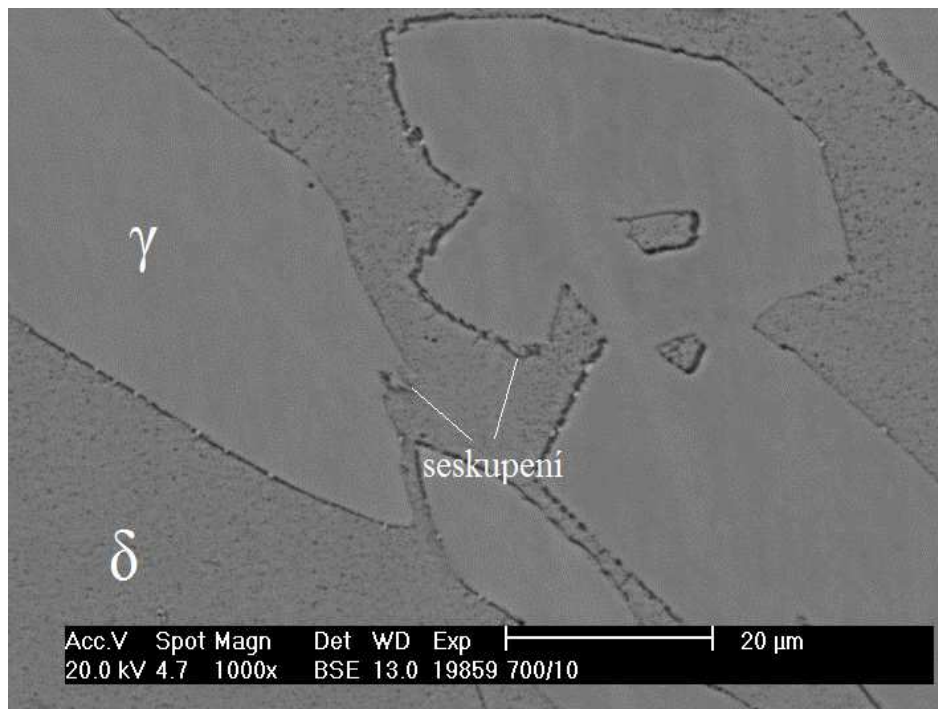


Obr. 22 Difraktogram výchozího stavu

## 8.2 Žhání na teplotě 700 °C

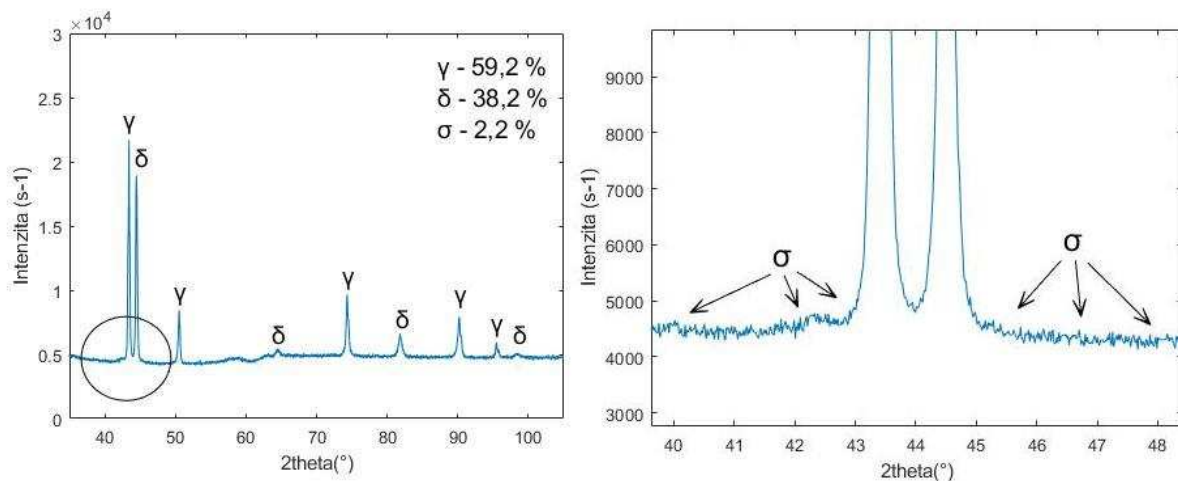
Již po jedné hodině izotermického žhání na 700 °C jsou zpozorovány první změny ve struktuře. Prostřednictvím světelné mikroskopie lze při zvětšení 1000x vidět na rozhraní fází  $\delta/\gamma$  drobné černé částice. Výskyt ve struktuře je ojedinělý a lze je pozorovat pouze na rozhraní. Po 2 hodinách je na rozhraní souvislá linie precipitátů s ojedinělými výskyty částic uvnitř feritu. Také došlo ke zdatnému zvýraznění hranic zrn feritu. Množství precipitátů přibývá a postupně hrubnou. Po 4 hodinách byla nalezena první větší seskupení částic. Po deseti hodinách jsou tato seskupení časté a viditelná již při zvětšení 200x. Jedno z těchto míst bylo podrobeno analýze na SEM Obr. 23. SEM zobrazila souvislou linii precipitátů černé barvy

s nahodilým výskytem bílých částic podél rozhraní  $\delta/\gamma$ . Ve středu snímku jsou dvě místa připomínající seskupení pozorované na světelném mikroskopu. Pro určení chemického složení jsou částice příliš malé. Výsledek by byl výrazně zkreslen maticí v pozadí.



Obr. 23 Mikrostruktura vzorku žíhaném při 700 °C 10 hodin

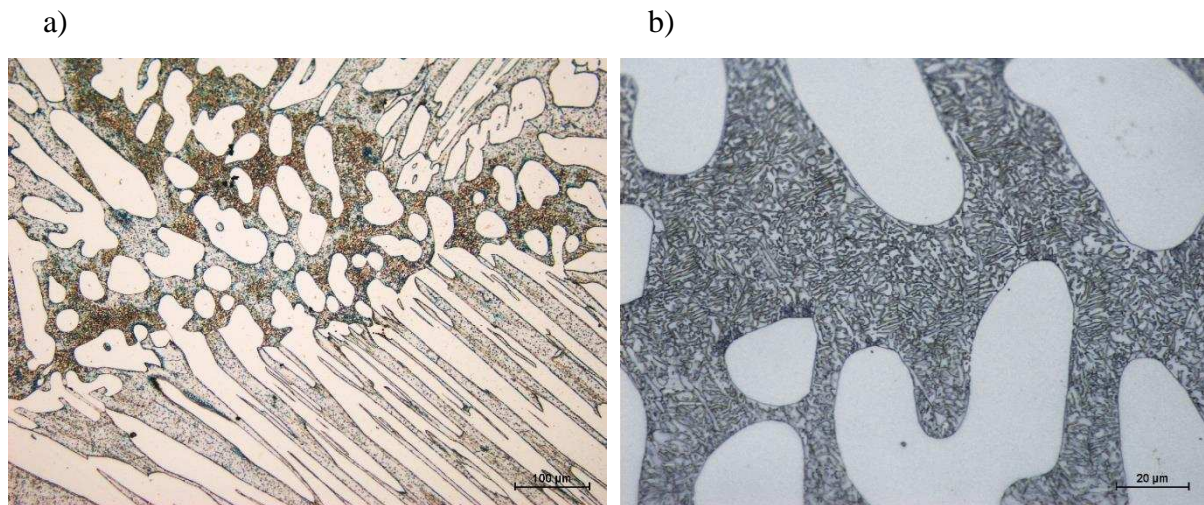
Vzorek byl podroben XRD analýze za účelem zjištění, zda se ve struktuře vyskytuje sigma fáze. Bylo prokázáno 2,2 %  $\sigma$ -fáze Obr. 24. Tato hodnota je na hranici rozeznatelnosti dané metody.



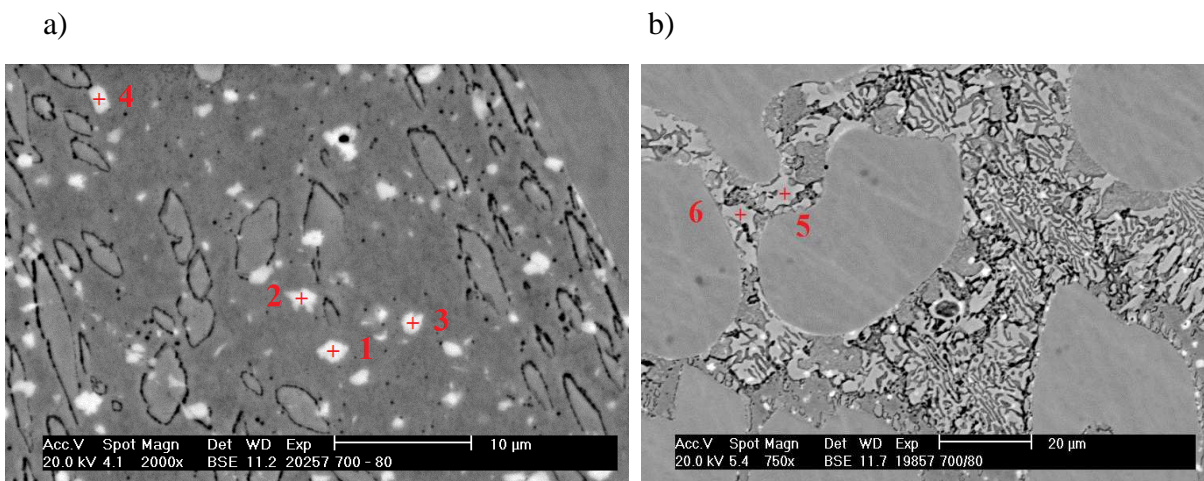
Obr. 24 Difraktogram vzorku 700 °C/10 hodin

Po osmdesáti hodinách je struktura výrazně komplikovanější. Precipitáty pokrývají rozhraní fází  $\delta/\gamma$  i feritické zrna. Velmi výrazně se zvýšilo množství eutektoidu, který pokrývá podstatnou část vzorku Obr. 25a). Metodou OM i SEM jsou rozpoznatelné dvě složky

eutektoidu Obr. 25b) a Obr. 26b). Bodovou analýzou EDS bylo definováno chemické složení šedé fáze Obr. 26b) a Tab. 7.



Obr. 25 Eutektoid na vzorku 700 °C/80 hodin zobrazen na OM zvětšení a) 200x b) 1000x



Obr. 26 Vzorek 700 °C/80 hodin zobrazen na SEM a) detail feritu 2000x b) eutektoid 750x

Tab. 7 Chemická analýza EDS bodů 1 až 4 na Obr. 26a) a bodů 5 a 6 na Obr. 26b)

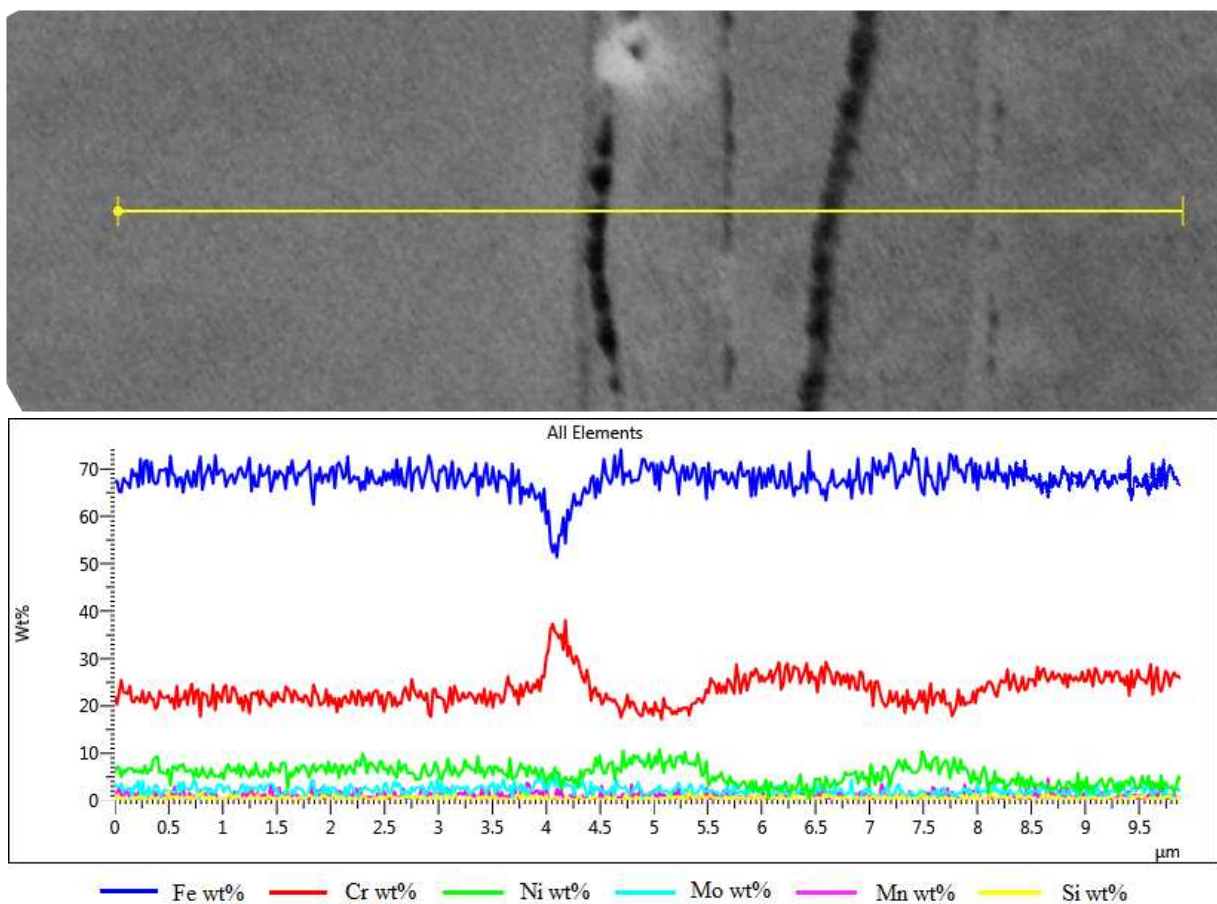
Spektrum	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	Fe (%)
1	23,09	3,70	16,54	0,78	1,47	54,42
2	22,48	3,99	22,43	1,05	1,78	48,28
3	21,35	3,34	27,64	0,84	2,52	44,30
4	22,71	3,27	21,82	0,70	1,62	49,87
5	31,43	2,49	6,22	0,67	0,87	58,32
6	30,40	2,95	4,88	0,76	0,67	60,33

Kromě vysokého obsahu eutektoidu obsahuje ferit podstatné množství bílých precipitátů Obr. 26a). S největší pravděpodobností se jedná o stejné precipitáty, které se v ojedinelém množství vyskytovaly na rozhraní fází ve struktuře vzorku žíhaném 10 hodin. Nyní precipitáty pokrývají



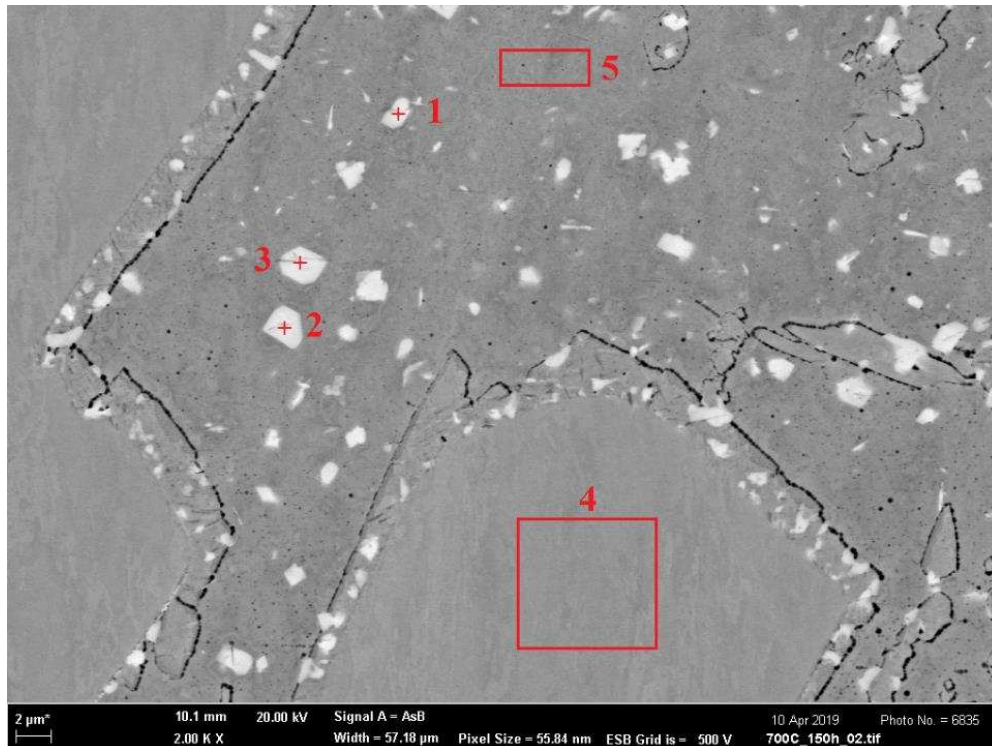
rozhraní fází ve výrazně vyšším množství, a také jsou nahodile rozmístěné přímo ve feritu. Precipitáty uvnitř feritu jsou větší než precipitáty na rozhraní. Analýza chemického složení (

Tab. 7) prokázala, že jde o částice bohaté na molybden. Dále lze pozorovat černou konturu podél hranic  $\delta/\gamma$  i  $\delta/\gamma_2$ , která se vyskytuje uvnitř feritu. Poprvé byla tato kontura lemující oblast sekundárního austenitu zpozorována po 20 hodinách výdrže. Kontura na rozhraní  $\delta/\gamma$ , která se vyskytovala již na vzorku žíhaném po dobu deset hodin, se mírně posouvá směrem do feritu. Liniová chemická analýza mezi  $\delta/\gamma$  i  $\delta/\gamma_2$  na vzorku žíhaném po dobu 150 hodin je uvedena na Obr. 27. V místě černé kontury prudce vzrůstá obsah chromu a klesá obsah železa. Mezi konturami obsah chromu klesá na původní hodnotu a mírně vzrůstá obsah niklu. V oblasti druhé kontury plynule klesá obsah chromu při souběžném poklesu niklu přibližně o stejnou hodnotu.

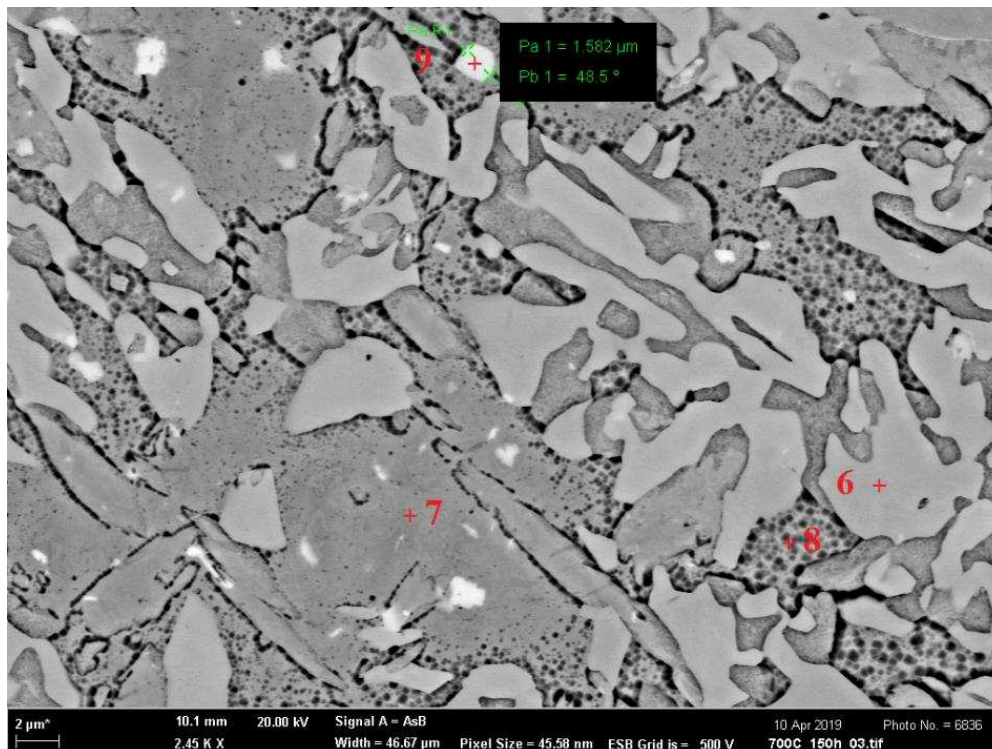


Obr. 27 Liniová analýza chemického složení žíhaného vzorku na 700 °C 150 hodin

Ve struktuře vzorku žíhaném po dobu 150 hodin je struktura obdobná jako u kratších výdrží. Na první pohled jsou viditelné velké bílé precipitáty nepravidelného tvaru, malé podlouhlé částice bílé barvy a černá kontura Obr. 28. Pozorován byl také eutektoid Obr. 29. Zásadní rozdíl je ve velikosti precipitátů, která je již dostatečná pro kvalitativní rozbor chemického složení a následné posouzení správnosti dříve vyslovených předpokladů.



Obr. 29 Ferit po žihání 150 hodin na teplotě 700 °C

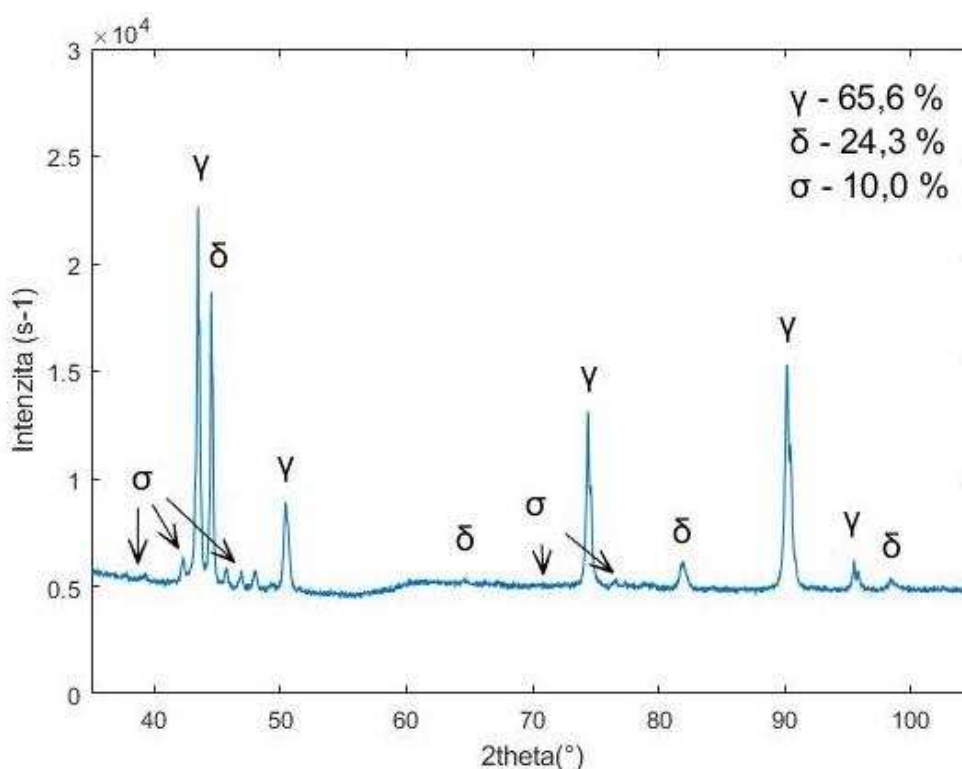


Obr. 28 Eutektoid po žihání 150 hodin na teplotě 700 °C

Tab. 8 Chemické složení míst 1 až 5 z Obr. 28 a míst 7 až 9 z Obr. 29

Spektrum	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	Fe (%)
1	25,19	2,77	23,08	0,98	1,25	46,43
2	28,03	2,60	22,37	1,07	1,14	44,45
3	23,99	2,77	23,59	0,97	1,18	44,78
4	21,91	6,58	2,21	1,16	0,45	67,68
5	24,99	3,90	1,83	0,98	0,41	67,87
6	31,53	3,16	5,83	1,11	0,63	57,74
7	19,04	9,92	1,21	1,42	0,3	68,11
8	21,47	2,43	1,2	0,79	0,35	73,77
9	22,54	2,72	22,81	0,99	1,25	49,69

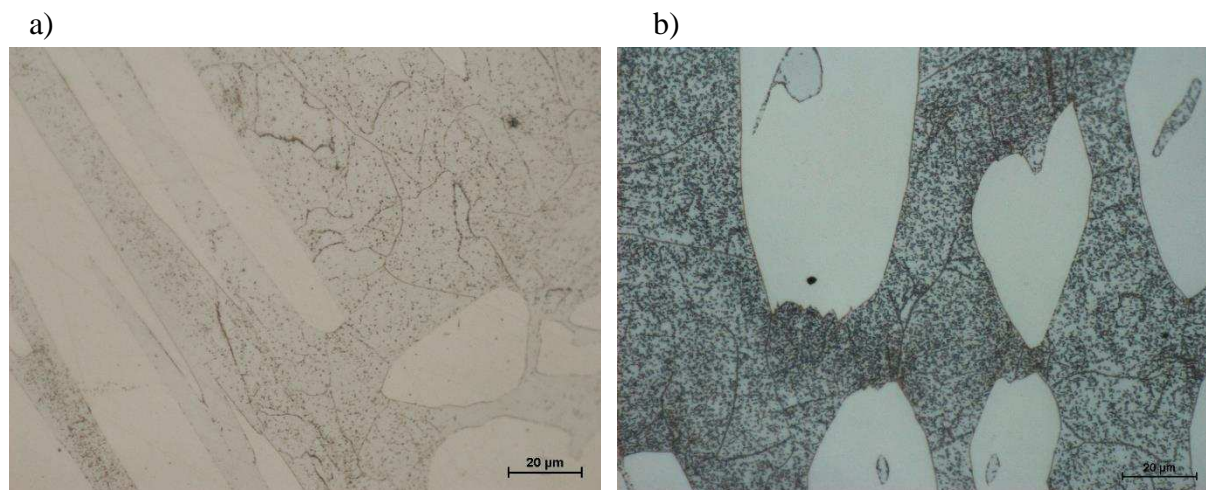
Spektrální analýza prokázala vysoký obsah molybdenu ve velkých bílých precipitátech nepravidelného tvaru. Analýza oblasti obsahující eutektoid byl prokázán vysoký obsah železa a chromu a zvýšený obsah molybdenu v světle šedé fázi rozrostlé uvnitř feritu. Okolí této fáze je bohaté na nikl a ochuzené o chrom a molybden. Rentgenová difrakce potvrdila přítomnost 10 % sigma fáze Obr. 30.



Obr. 30 Difraktogram vzorku 700 °C/150 hodin

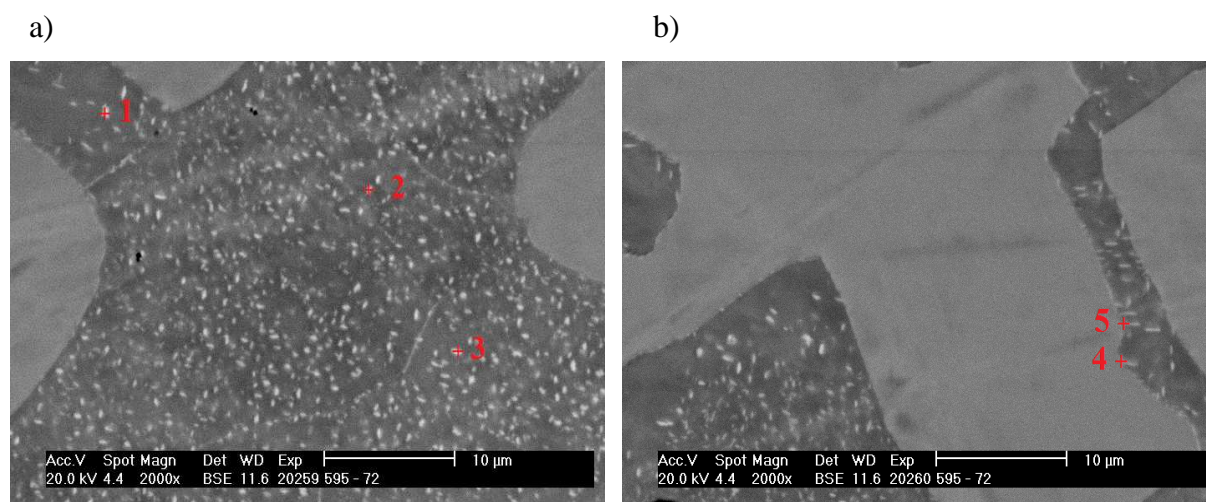
### 8.3 Žihání na teplotě 595 °C

Pro sérii vzorků žíhanou na teplotě 595 °C byly zvoleny s ohledem na nižší teplotu delší výdrže. Po 24 hodinách Obr. 31a) lze na světelném mikroskopu pozorovat, zejména uvnitř feritu, drobné černé precipitáty. Rozhraní fází  $\delta/\gamma$  se jeví jako poměrně čisté. Zřetelné jsou hranice feritických zrn, u kterých v porovnání s výchozím stavem došlo k zásadnímu zvýraznění. Po 49 i 72 hodinách je vzhled struktury obdobný. Drobných precipitátů přibýlo zejména uvnitř feritu, ale i na rozhraní fází Obr. 31b)



Obr. 31 Mikrostruktura na OM zvětšeno 1000x a) 595 °C/24 hodin b) 595 °C/72 hodin

Vzorek s výdrží 72 hodin byl podroben analýze na SEM Obr. 32, která potvrdila skutečnosti, výsledky analýzy na světelném mikroskopu. Ferit je plný nahodile rozmístěných precipitátů bílé barvy. Malé množství je možné vidět i na rozhraní fází  $\delta/\gamma$ . Majoritní množství je však uvnitř feritu. V některých místech jsou viditelné hranice zrn  $\delta/\delta$ . U precipitátů větší velikosti bylo EDS analýzou zjištěno chemické složení Tab. 9. Analýza ukázala zvýšený obsah molybdenu nicméně hodnoty jsou zkresleny maticí v pozadí, a proto je nelze považovat za zcela relevantní.

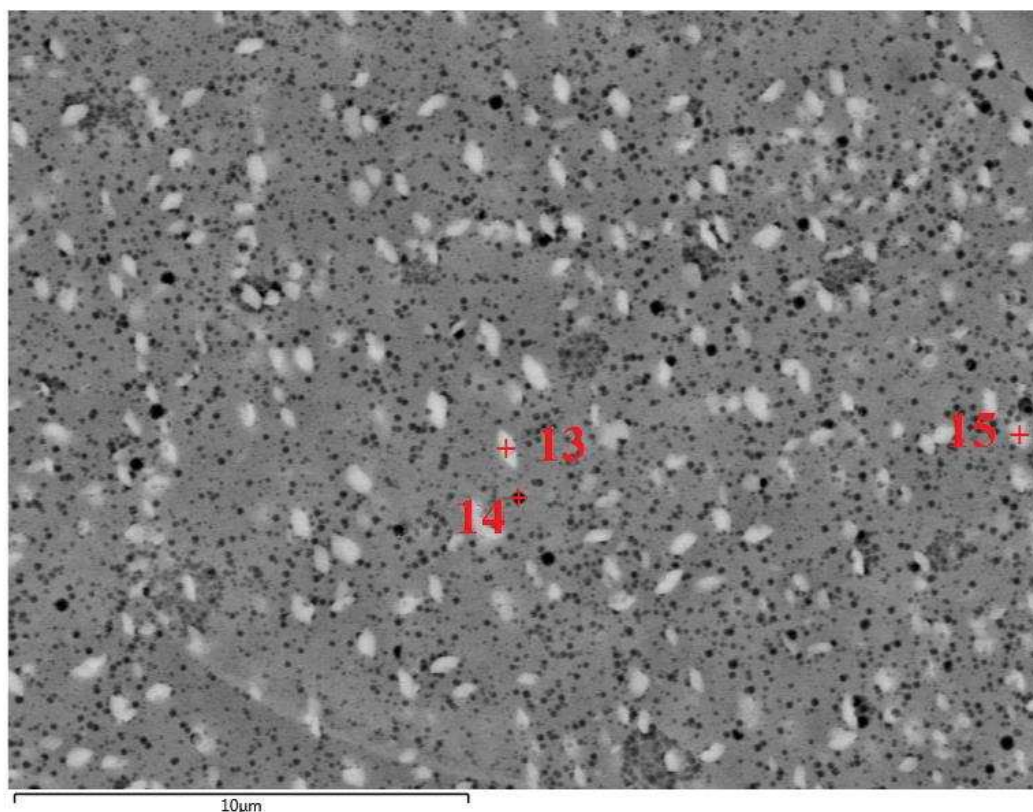


Obr. 32 Mikrostruktura vzorku 595 °C/72 hodin zobrazena na SEM a) ferit b) rozhraní fází

Tab. 9 Chemické složení míst 1 až 5 z Obr. 32 a) a b)

Spektrum	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	Fe (%)
1	24,03	3,72	7,43	1,08	0,79	62,94
2	23,54	4,25	8,14	0,90	1,13	62,04
3	23,44	4,19	6,60	0,80	0,84	64,13
4	23,04	5,27	4,59	0,96	0,61	65,53
5	24,31	3,89	5,01	0,75	0,61	65,43

Hodnocení struktury je obdobné pro delší výdrže na teplotě. U precipitátů neroste velikost, ale jejich množství. Po 168 hodinách byly ve struktuře objeveny drobné částice černé barvy Obr. 33. U jedné z větších velikostí bylo analyzováno chemické složení Tab. 10. Výsledek však odpovídá složení výchozí feritické matrice. Po maximální výdrži 245 hodin nebyly kromě zvyšujícího se počtu precipitátů objeveny žádné nové skutečnosti.



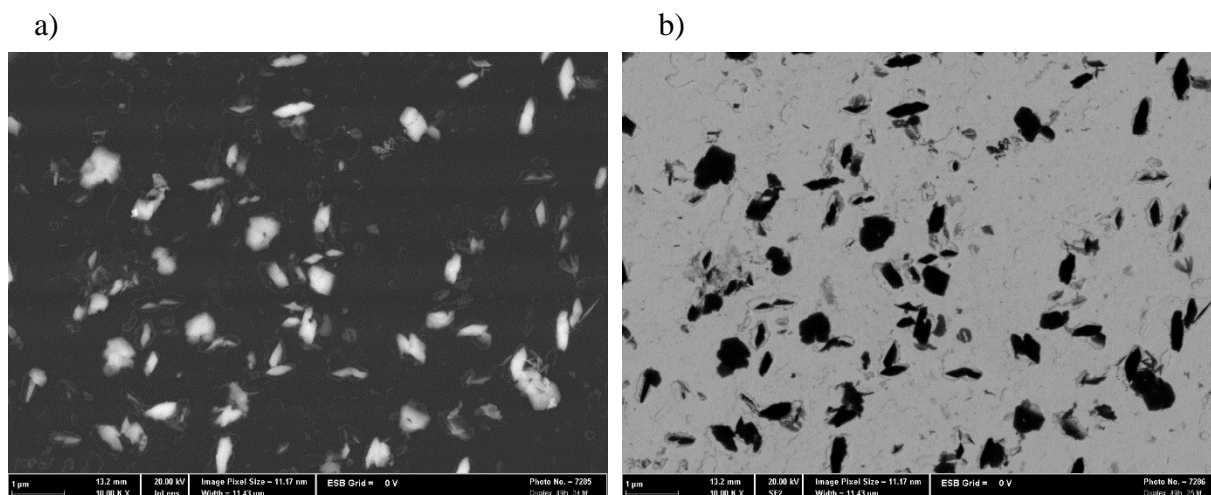
Obr. 33 Detail feritu na vzorku 595°C/168 hodin

Tab. 10 Analýza chemického složení míst 13 až 15 zobrazených na Obr. 33

Spektrum	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	Fe (%)
13	24,28	4,46	13,52	1,05	1,27	55,42
14	24,42	4,32	2,58	1,03	0,27	67,38
15	24,56	4,10	9,88	1,05	0,97	59,44

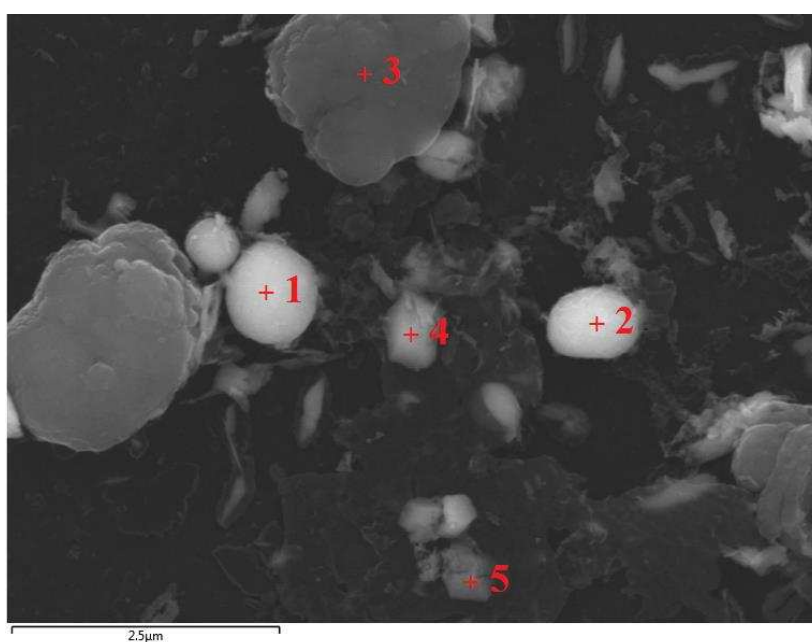
### 8.3.1 Extrakční repliky

Pro indentifikaci minoritních fází malé velikosti byly ze vzorků žíhaných po dobu 49 a 72 hodin sejmuty extrakční uhlíkové repliky. Na uhlíkovou repliku jsou extrahovány částice, které lze analyzovat bez příspěvku matrice. Repliky byly na STEM zobrazeny detekováním běžných sekundárních elektronů Obr. 34a), kde světlá místa odpovídají precipitátům, a v módu detekování sekundárních elektronů vyvolaných transmisními elektrony Obr. 34b), kde světlá místa znamenají snadný průchod elektronů.



Obr. 34 Extrakční repliky zobrazeno v a) SE b) SE vyvolaných transmisními elektrony

Analýza probíhala v zobrazení SE elektornů. Po detailním studiu byly u vzorku žíhaném 49 i 72 hodin nalezeny tři skupiny částic, které lze rozdělit podle morfologie a barvy na masivní výrazné mnohostěny tmavě šedé barvy, světle bílé elipsoidy a světle šedá nepravidelná seskupení Obr. 35. Analýzou chemického složení bylo zjištěno, že chemické složení částic v rámci jednotlivých skupin je přibližně stejné Tab. 11.



Obr. 35 Analýza extrakční repliky 595°C/168 hodin

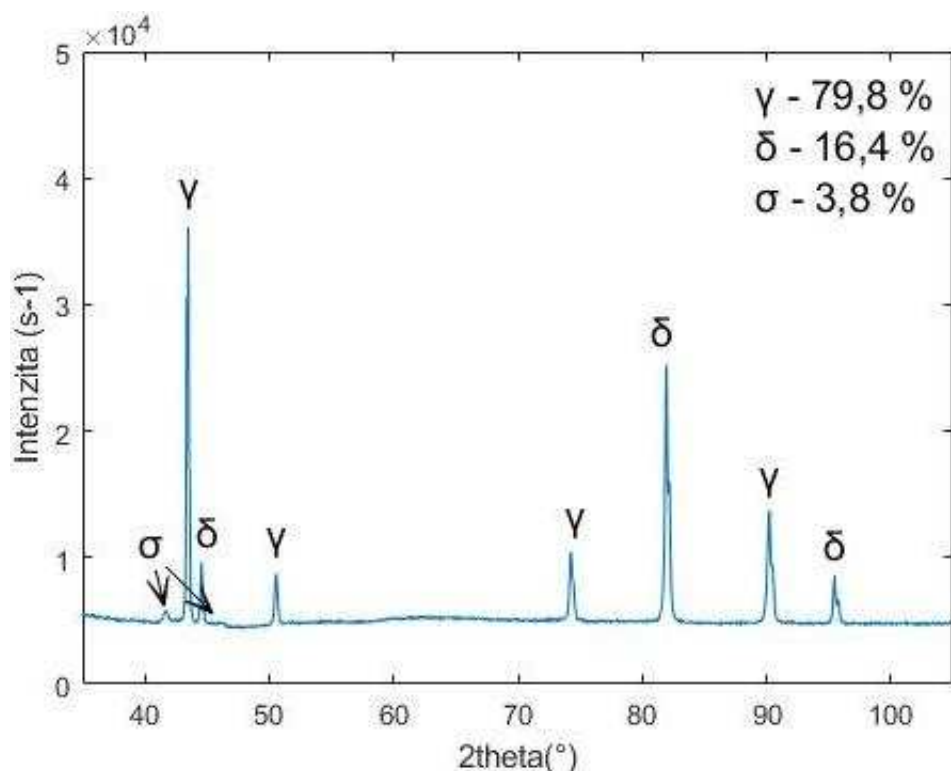
Tab. 11 Chemické složení míst 1 až 5 z Obr. 35

Spektrum	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Si (%)	Fe (%)
1	55,76	-	1,07	0,69	42,00
2	55,12	-	1,02	0,75	42,61
3	30,48	-	25,44	9,37	34,71
4	22,85	4,27	28,28	3,84	40,76
5	33,53	2,74	27,80	5,09	30,84

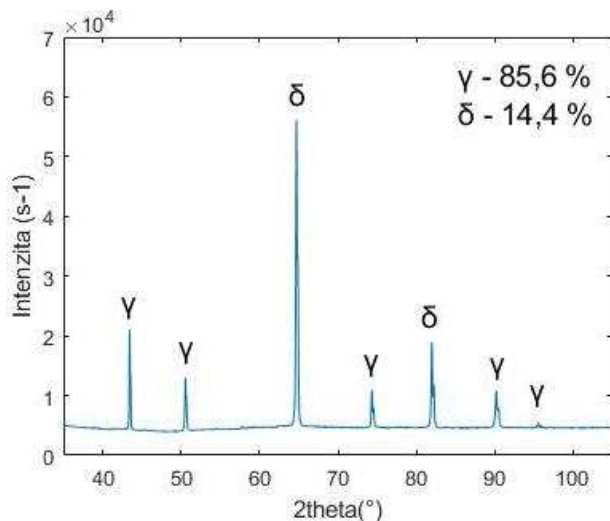
Extrahované částice 1 a 2 jsou bohaté na chrom. Morfologie napovídá, že by se nemuselo jednat o částici vyloženě precipitačního charakteru. Vysoký obsah chromu by pak odpovídal karbidům  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Podle chemického složení a velikosti částice 3 lze odhadovat, že se jedná pravděpodobně o intermetalikum. Přibližně stejně vysoký obsah chromu a železa a zvýšený obsah molybdenu je typický pro sigma fázi. Částice 4 a 5 je svým chemickým složením podobná Lavesově fázi  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ .

### 8.3.2 Rentgenová difrakce

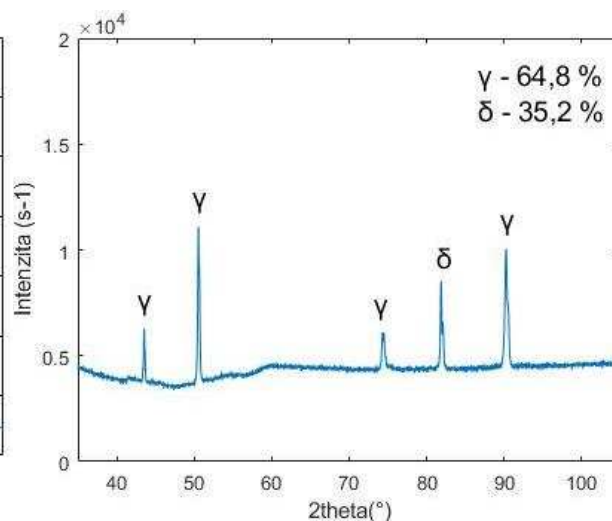
Na vzorcích žíhaných 168, 216 a 245 hodin byla provedena rentgenová difrakce zaměřena na výskyt sigma fáze. Po 168 hodinách bylo prokázáno 3,8 %  $\sigma$ -fáze Obr. 36. Po 216 a 245 hodinách nebyla  $\sigma$ -fáze nalezena. Difraktogramy ukázaly pouze výraznou přednostní orientaci BCC struktury Obr. 37 a Obr. 38.



Obr. 36 Difraktogram vzorku 595°C/168 hodin



Obr. 38 Difraktogram vzorku 595/216 hodin



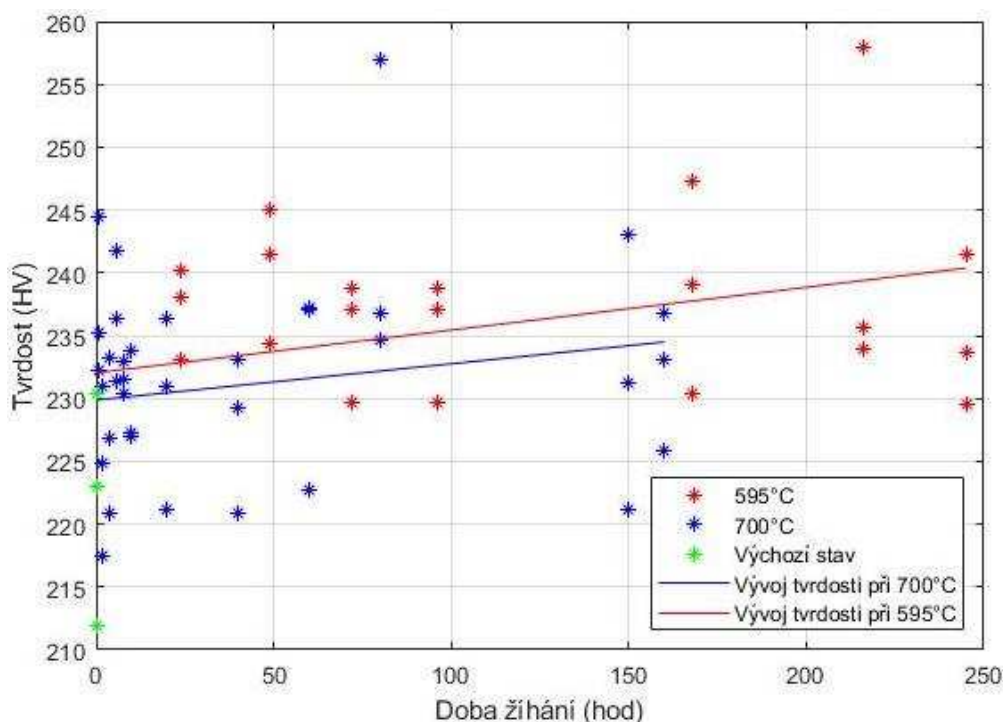
Obr. 37 Difraktogram vzorku 595/245 hodin

## 8.4 Mechanické zkoušky

Vliv strukturních změn na mechanické vlastnosti byl ověřen měřením tvrdosti dle Vickerse a zkouškou rázem v ohybu.

### 8.4.1 Měření tvrdosti

Na vzorcích bylo provedeno měření tvrdosti dle Vickerse se zatížením 30 kg, odpovídající zatěžovací síle 294,2 N, s dobou vtisku 10 sekund. Na každém vzorku proběhla série tří vpichů. Pro přibližné znázornění vývoje tvrdosti v závislosti na době žíhání byly výsledky aproximovány metodou nejmenších čtverců a proloženy přímkou Obr. 39. Naměřené hodnoty vykazují poměrně velký rozptyl hodnot, přesto je nárůst tvrdosti u obou teplot srovnatelný.



Obr. 39 Grafické znázornění tvrdosti v závislosti na době žíhání

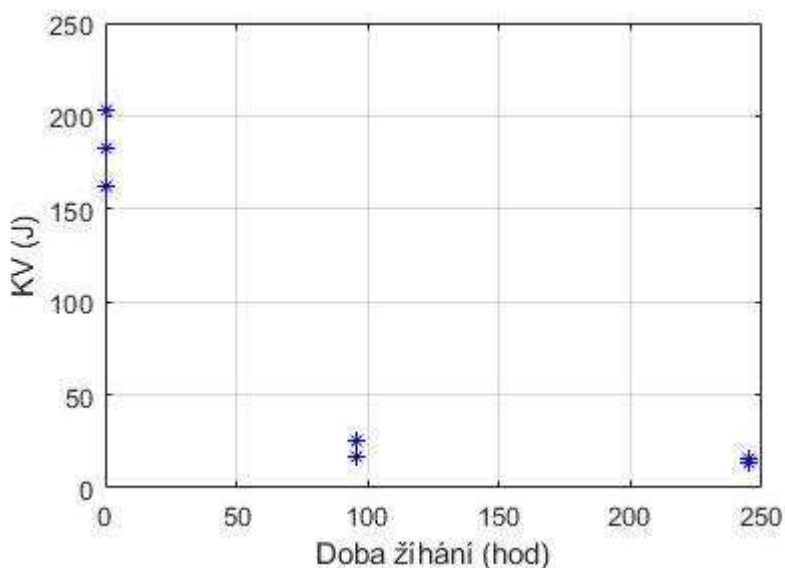


### 8.4.2 Zkouška rázem v ohybu

Vzorky žíhané na teplotě 595 °C po dobu 96 a 245 hodin byly opatřeny V-vrubem a přeraženy na standardním 300 J Charpyho kladivu při teplotě 23 °C. Výsledky nárazových prací udává Tab. 12. Grafické znázornění je na Obr. 40 **Chyba! Nenalezen zdroj odkazů..** Od naměřených hodnot bylo odečteno tření v ložiskách, které činí 1,3 J. Hodnoty nárazové práce jsou po 96 hodinách přibližně 10x a po 245 hodinách 13x menší.

Tab. 12 Hodnoty nárazové práce

Označení	Stav	KV (J)
0-1	výchozí stav	161,9
0-2	výchozí stav	203,1
0-3	výchozí stav	183
1-1	595 °C / 96 h	25,5
1-2	595 °C / 96 h	17,2
1-3	595 °C / 96 h	25,8
2-1	595 °C / 245 h	15,1
2-2	595 °C / 245 h	16,1
2-3	595 °C / 245 h	13,8



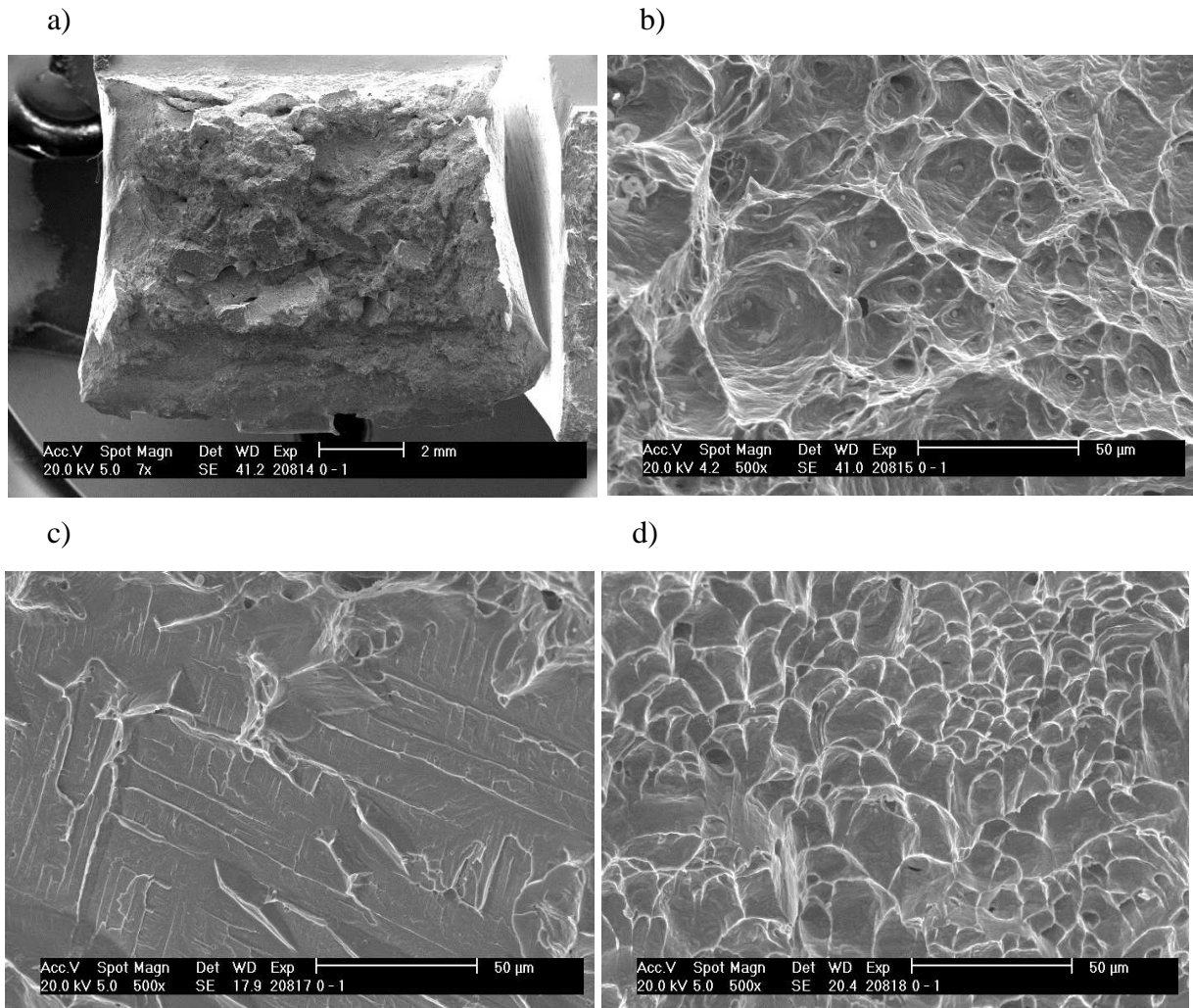
Obr. 40 Grafické znázornění nárazové práce v závislosti na době žihání

### 8.4.3 Fraktografie

Lomové plochy zkušebních tyčí s nejnižší nárazovou prací označené 0-1, 1-2 a 2-3 byly podrobeny fraktografické analýze.

Lomová plocha vzorku ve výchozím stavu po rozpouštěcím žihání označená 0-1 byla hodnocena ve třech oblastech. V místě vrubu, tedy v místě iniciace, je lom transkrystalický tvárný s jamkovou morfologií Obr. 41b). V jamkách jsou pozorovány vměstky. Ve středu lomové plochy charakter lomu přechází ve smíšený, kde se v převážně tvárné oblasti vyskytují

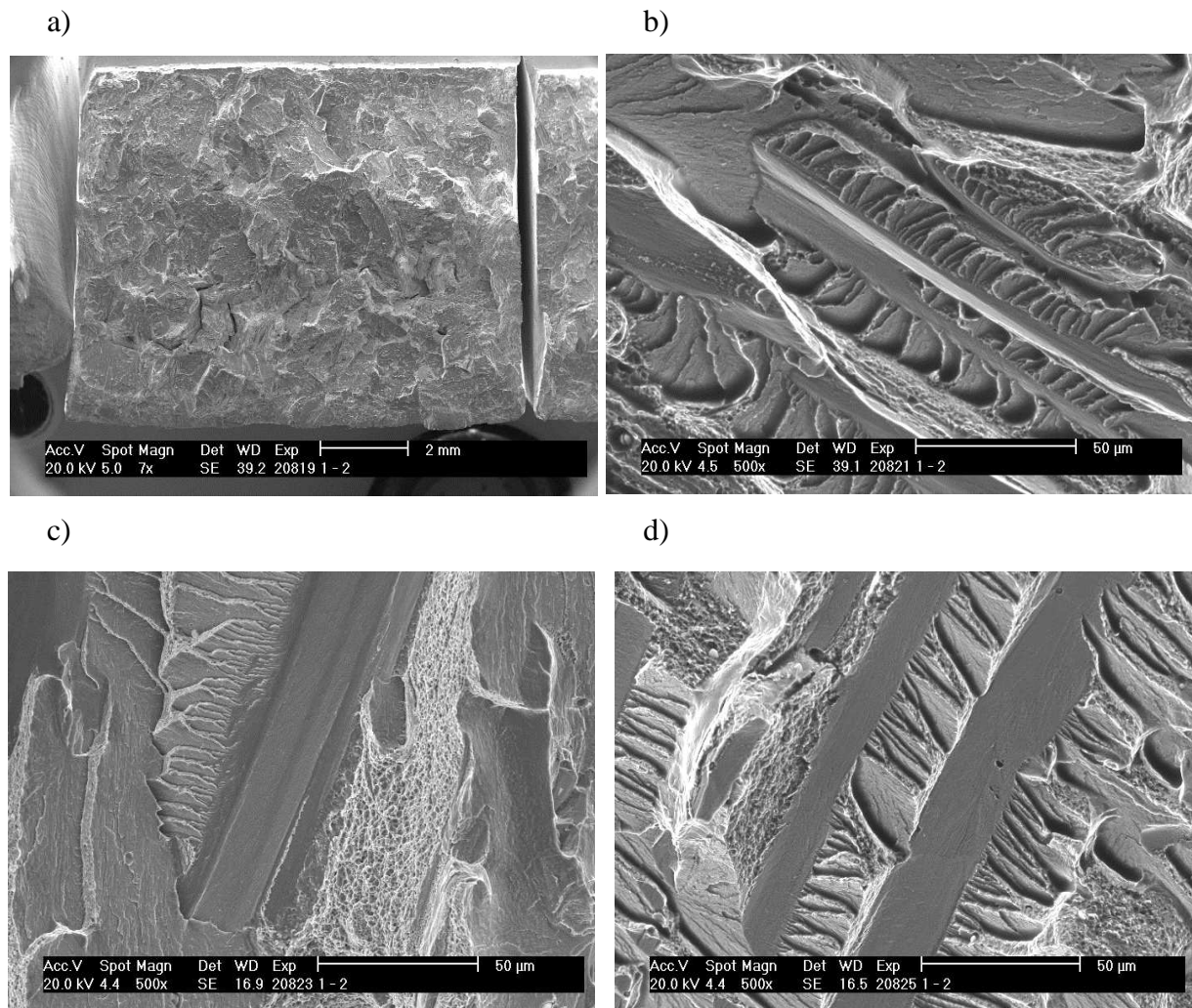
transkrystalická štěpná pásma. Detailní zobrazení štěpné oblasti ukázalo rovné, štěpné fazety s malým množstvím tvárných jamek Obr. 41c). Lom koresponduje s licím zrnem. V místě nárazu kladiva lom opět přechází v transkrystalický tvárný s jamkovou morfologií Obr. 41d). Jamky jsou vlivem dynamického účinku kladiva přednostně orientovány směrem ke středu lomové plochy.



Obr. 41 Lomová plocha výchozího stavu a) makroskopický pohled b) místo pod vrubem c) střed lomové plochy d) v místě nárazu kladiva

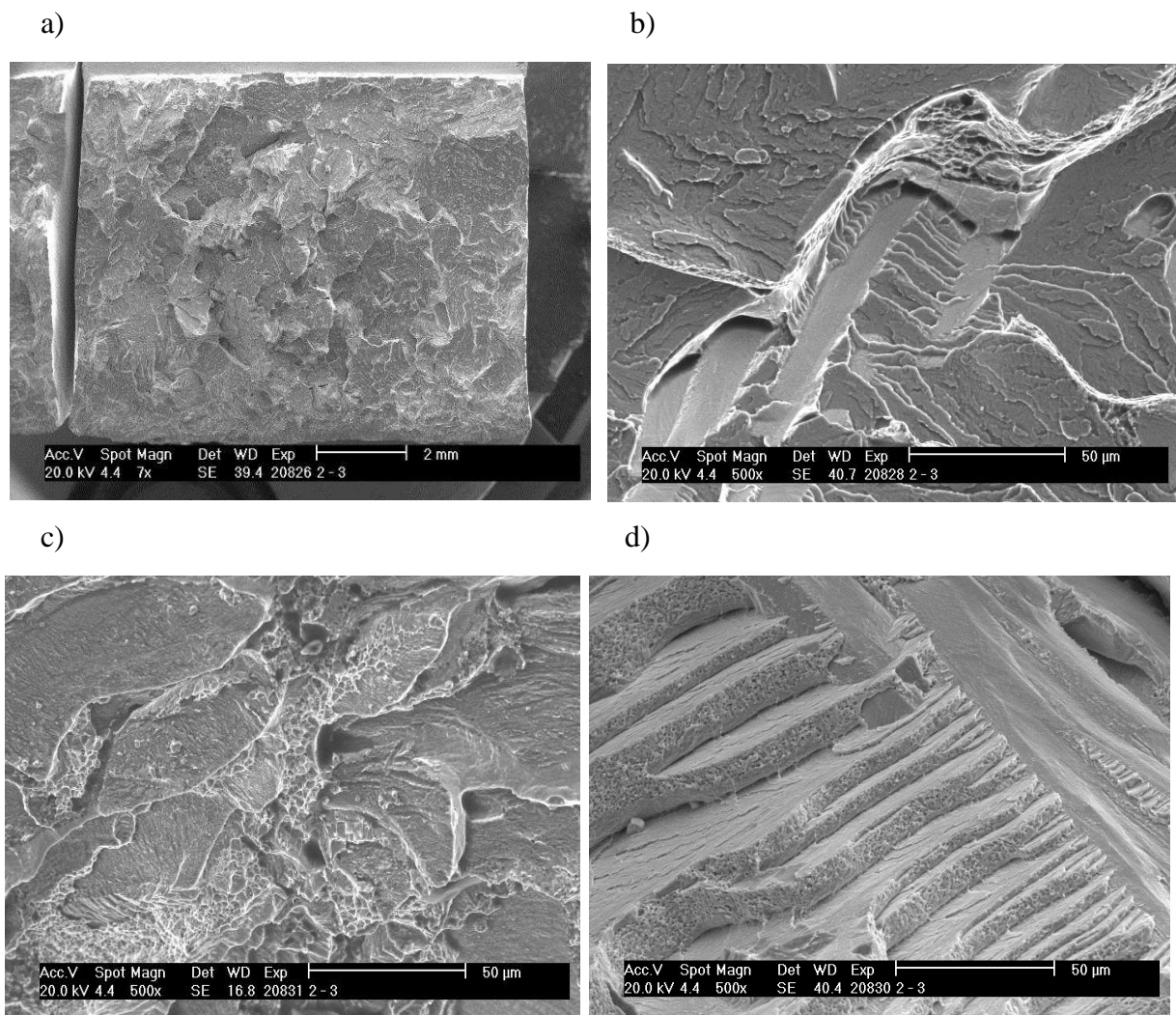
Charakter lomové plochy vzorku žíhaném 96 hodin označeném 1-2 se při malém zvětšení jeví jako transkrystalický štěpný Obr. 42a). Detailní vzhled lomové plochy vzorku pod vrubem ukazuje na smíšený lom související s dendritickou strukturou Obr. 42b). Většina plochy je porušena štěpně, zatímco v prostorách mezi osami byly pozorovány malé oblasti s tvárným porušením s jamkovou morfologií. Oblasti feritu jsou štěpné. Uprostřed plochy vzorku lze v rámci jednoho licího zrna rozeznat orientované oblasti feritu a austenitu Obr. 42c). Lom je smíšený. Oblasti austenitu jsou porušeny tvárně s jamkovou morfologií. Oblasti feritu jsou štěpné. Lomová plocha v místě nárazu kladiva Obr. 42d) je v určitém smyslu obdobou místa

pod vrubem. Struktura připomíná dendritickou stavbu a v místech vhodné orientace lze od sebe rozeznat oblasti austenitu a feritu, se kterými lom koresponduje. Jedná se opět o smíšený lom.



Obr. 42 Lomová plocha vzorku žíhaném 96 hodin a) makroskopický pohled b) místo pod vrubem c) střed lomové plochy d) místo nárazu kladiva

Charakter lomové plochy vzorku žíhaném 245 hodin označeném 2-3 lze hodnotit z makroskopického hlediska jako převážně transkrystalický štěpný (Obr. 43a). V místě pod vrubem se v některých místech jeví jako interkrystalický probíhající po hranicích zrn. Jamková morfologie tvárného porušení nebyla v této oblasti nalezena. Lom v místě vykazuje štěpné fazety (Obr. 43b). Střed odpovídá transkrystalickému štěpení (Obr. 43c). Na štěpných fazetách byly nalezeny důlky po vypadaných precipitátech. V oblastech nárazu kladiva převládá štěpení s menším podílem jamkové morfologie (Obr. 43d). Lom je přes celou šířku lomové plochy vzorku smíšený. Lomová plocha vzorku jako celku je smíšeného charakteru s výrazně s převažujícím štěpným podílem.



Obr. 43 Lomová plocha vzorku žíhanem 245 hodin a) makroskopický pohled b) místo pod vrubem c) střed lomové plochy d) místo nárazu kladiva

## 9 DISKUZE

Mikrostruktura výchozího stavu po rozpouštěcím žíhání je tvořen světlými ostrůvky austenitu uzavřených v tmavé feritické matici. Identifikace těchto základních fází byla potvrzena prostřednictvím jejich chemického rozboru. Tmavší zobrazení fáze znamená menší podíl těžkých prvků. Těžším prvkem s velkým procentuálním zastoupením ve slitině je austenitotvorný nikl, a proto by měl dominovat ve světlé fázi. Úvaha byla podpořena analýzou chemického složení, která prokázala vyšší obsah austenitotvorných prvků niklu a manganu ve světlé fázi a zvýšený obsah feritotvorného chromu a molybdenu v tmavé fázi. Na základě těchto výsledků byla světlá fáze označena za austenit a tmavá za ferit. Studium zcitlivěné struktury proběhlo na světelném a později na rastrovacím mikroskopu. Pro studium na světelném mikroskopu bylo potřeba zvolit vhodný chemický prostředek pro vyvolání struktury. Nejprve bylo odzkoušeno leptadlo Beraha II, které sice zobrazilo strukturu, ale nepřineslo požadovaný kontrast matrice. Článek [18] doporučuje pro zobrazení hranic zrn a sigma fáze leptadlo

Glyceregia. Na základě toho článku bylo použito dostupné leptadlo Aquaregia, které se liší pouze v nosném médiu ovlivňující smáčivost, kterým je místo glycerolu voda. Pramen [15] udává, že chrom a molybden mají ve feritu nejen vyšší obsahy, ale i vyšší difusní rychlost než v austenitu, a proto strukturní změny probíhají pouze ve feritu, zatímco austenit není dotčen. Toto tvrzení koresponduje s touto prací, protože všechny strukturní změny byly pozorovány právě ve feritu. První strukturní změna při teplotě 700 °C byla pozorována již po jedné hodině výdrže. První větší seskupení částic, která by mohla být prvními náznaky vyloučení sigma fáze eutektoidním mechanismem, byla nalezena po 4 hodinách. Autoři v článku [17] pozorovali při stejné teplotě v oceli s podobným chemickým složením fáze  $\chi$  a  $\sigma$  již po 2 hodinách. Po 4 hodinách pouze fázi  $\sigma$  rozrůstající se na úkor  $\chi$ . Tyto fáze byly identifikovány na SEM až při zvětšení 8000x. Z hlediska našich analýz byla seskupení částic na vzorku po 4 hodinách pozorována pouze na OM. Na SEM byla seskupení částic pozorována až na vzorku žíhaném 10 hodin. S ohledem na velikost částic a možnosti použité analytické techniky nebylo možné bezpečně zjistit jejich chemické složení. Velikost seskupení byla výrazně pod hranicí identifikovatelnosti. Na stejném vzorku byla podél rozhraní fází  $\delta/\gamma$  pozorována souvislá linie černých precipitátů. Zkoumáním rozvinutější struktury u vzorků s delší výdrží bylo zjištěno, že linie postupně migruje směrem do feritu a vytváří souvislou konturu podél rozhraní fází. Na základě teoretických znalostí lze předpokládat, že jde o karbidy nebo nitridy chromu, které ze svého okolí odebírají chrom. Ochuzená oblast transformuje na sekundární austenit a rozhraní se posouvá směrem do feritu. Podobné oblasti sekundárního austenitu s konturou potenciálních karbidů chromu se kromě rozhraní  $\delta/\gamma$  nachází i uvnitř feritu. Vyloučení těchto precipitátů zřejmě předcházelo transformaci  $\delta$  na  $\gamma_2$  a proběhlo na hranici zrn  $\delta/\delta$ . Pro potvrzení úvahy, že jde o karbidy nebo nitridy chromu byla ve vhodném místě na vzorku žíhaném po dobu 150 hodin provedena liniová analýza chemického složení Obr. 27. Analýza ukazuje, že v místě potenciálního karbidu na rozhraní  $\delta/\gamma$  vzrůstá lokální množství chromu až na 40 %. To by mohlo odpovídat stechiometrickému vzorci  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  a z něho vyplývajícímu ochuzení okolní matrice o chrom. Následně množství chromu klesá a mírně vzrůstá obsah niklu. Mohlo by se tedy jednat o sekundární austenit. Při přechodu přes druhou černou linii plynule vzrůstá obsah chromu odhadem o 5 % při současném poklesu niklu o přibližně stejnou hodnotu. Vzhledem k plynulému nárůstu množství chromu by mohlo jít o nitridy typu  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Předpoklad podporuje studie [48], která uvádí, že karbidy chromu precipitují pouze na rozhraní fází  $\delta/\gamma$  a nitridy chromu na rozhraní  $\delta/\gamma$  i  $\delta/\delta$ . Znamená to zvýšení pravděpodobnosti, že linie uvnitř feritu je tvořena nitridy chromu, které původně precipitovaly na rozhraní  $\delta/\delta$  a způsobily přeměnu okolí na sekundární austenit.

Chemické složení precipitátů bylo poprvé analyzováno na vzorku při teplotě 700 °C až po výdrži 80 hodin. Chemická analýza oblasti obsahující eutektoid prokázala vysoký obsah chromu a železa a zvýšený obsah molybdenu ve světle šedé fázi Obr. 26b). Výsledek nasvědčuje, že by mohlo jít o  $\sigma$ -fázi. Tento předpoklad byl potvrzen u rozvinutější struktury po 150 hodinách, při které analýza prokázala rovněž zvýšený obsah chromu, železa a molybdenu v předpokládané sigma fázi. Společně s výsledkem rentgenové difrakce Obr. 30, která potvrdila

přítomnost 10 % sigma fáze ve struktuře, lze toto intermetalikum označit za sigma fázi. V okolí ochuzeném o chrom a molybden dominuje austenitotvorný nikl. Oblast je označena za sekundární austenit a tím je také potvrzeno vyloučení eutektoidním mechanismem stejně tak jako v člancích [49] a [50]. Po 80 a 150 hodinách bylo také analyzováno chemické složení bílých částic nepravidelného tvaru, které se vyskytují uvnitř feritu i na rozhraní fázi. V obou případech jsou částice bohaté na chrom a molybden. Vysoké obsahy těchto prvků naznačují, že se jedná s největší pravděpodobností o Lavesovu fázi. První vyloučení této fáze bylo zpozorováno po 10 hodinách na rozhraní  $\delta/\gamma$ . Celá analýza byla provedena ve smyslu reversní analýzy, kdy bylo chemické složení bezpečně určeno na velkých precipitátech a porovnáním chemického složení se stechiometrickými vzorci v literatuře [27], případně s fázovým diagramem z Thermo-Calcu Obr. 19, byl určen druh fáze, a poté na základě chemické a morfologické podobnosti byl odhadnut druh menších precipitátů u vzorků s kratší výdrží. To vše s vědomím, že diagram z Thermo-Calcu odpovídá rovnovážnému stavu, ve kterém se experimentální materiál nenachází.

Při žíhání na teplotě 595 °C bylo dle rovnovážného diagramu z programu Thermo-Calc očekáváno vyloučení velkého množství sigma fáze. Po 24 hodinách nebyla prostřednictvím světelné mikroskopie nalezena žádná větší seskupení. Zpozorovány byly pouze velmi jemné precipitáty převážně uvnitř feritu a zvýraznění hranic zrn  $\delta/\delta$ . Podle článku [51] zvýrazněné hranice znamenají vysoko energetické rozhraní s velkým množstvím defektů, které jsou vhodné pro nukleaci sekundárních fází. Výrazné zviditelnění feritických zrn při žíhání na teplotě 600 °C bylo potvrzeno také ve studii [52]. Při experimentu na vzorku žíhaném při teplotě 595 °C po dobu 72 hodin bylo porovnáno množství precipitátů na rozhraní  $\delta/\gamma$  a na zvýrazněných hranicích  $\delta/\delta$ . Rozhraní  $\delta/\gamma$  obsahovalo méně precipitátů, a proto bylo studium struktury zaměřeno na hranice  $\delta/\delta$ . Na těchto hranicích ani uvnitř feritu nebyly precipitáty dostatečně velké pro chemickou analýzu. Pro identifikaci těchto drobných fází byly staženy uhlíkové extrakční repliky. Detailní studium a následné analýzy replik prokázaly ve struktuře přítomnost sigma fáze, Lavesovy fáze a karbidy chromu. Na replikách stažených ze vzorků byly na SEM pozorovány pouze drobné bílé precipitáty se zvýšeným obsahem molybdenu. Karbidy ani sigma fáze na těchto vzorcích nebyly nalezeny. Po 168 hodinách byly ve struktuře objeveny drobné černé částice. Mohlo by se podobně jako na teploty 700 °C jednat o karbidy nebo nitridy chromu nahodile rozmístěné ve feritu. Rentgenová difrakce prokázala po 168 hodinách 3,8 %  $\sigma$ -fáze. Při 216 a 245 hodinách pouze výraznou přednostní orientaci BCC struktury. V litém materiálu přednostní orientace není překvapující. Zvláštní je úbytek stabilní sigma fáze. Jedno z možných vysvětlení je heterogenita materiálu a neznalost umístění vzorku ve výchozím odlitku. Očekávané vyloučení velkého množství  $\sigma$ -fáze se nepotvrdilo. Podle vývoje struktury lze očekávat vyloučení této fáze po delších výdržích přímo z feritu na rozhraní  $\delta/\delta$ , kde probíhá více precipitačních dějů. Precipitační rozpad feritu je spojen se znehodnocením mechanických vlastností. Nárazová práce vzorku žíhaném 96 hodin na teplotě 595 °C je přibližně 10x menší než ve výchozím stavu po rozpouštěcím žíhání. Z makroskopického hlediska se lomová plocha tohoto vzorku jeví jako transkrystalická štěpná.

Detailní zobrazení prokázalo oblasti štěpení i tvárného porušení. Lom je smíšený. U vzorku žíhaném 245 hodin na teplotě 595 °C je situace obdobná. Nárazová práce je v porovnání s výchozím stavem přibližně 13x menší. Z makroskopického hlediska lze lom hodnotit jako převážně transkrystalický štěpný. Detailní zobrazení ukázalo, že je lom smíšený s převažujícím štěpným podílem. Autoři v článku [53] udávají, že sigma fáze mění lom z transkrystalického na interkrystalický. Podle autorů přechod mezi transkrystalickým a interkrystalickým lomem není náhlý, ale probíhá postupně. Interkrystalický lom byl zpozorován při 30 %  $\sigma$ -fáze. Přechodovou oblast tvoří smíšený lom. To koresponduje s touto prací, kde lomové plochy zapadají do oblasti smíšeného lomu. Při malém zvětšení se v určitých místech lomová plocha vzorku žíhaném 245 hodin jeví jako interkrystalická. Detailní pohled zobrazil souvislost lomové plochy s dendritickou strukturou, která je spojena s licím zrnem. Pak by v případě interkrystalického lomu měl být na lomové ploše vidět povrch licího zrna, což není. U obou výdrží lomová plocha kopíruje orientované oblasti feritu a austenitu. Při pozorování struktury vzorků bylo zjištěno, že vyloučené precipitáty nejsou ve všech místech feritu. Je předpokládáno, že štěpný lom způsobují vyloučené precipitáty. Pak v místě jejich výskytu lze očekávat štěpné porušení a v místech omezeného výskytu tvárné porušení.

## ZÁVĚR

V teoretické části této práce byly shrnuty literární poznatky z oblasti korozivzdorných ocelí. Experimentální část zmapovala vývoj struktury izotermicky žíhaných vzorků z duplexní oceli A890 Grade 4A na teplotě 700 °C po výdržích 1, 2, 4, 6, 8, 10, 20, 40, 60, 150 a 160 hodin a na teplotě 595 °C po výdržích 24, 49, 72, 96, 168, 216 a 245 hodin. Podrobné strukturní analýzy vzorků byly doplněny o hodnoty tvrdosti dle Vickerse a u vybraných vzorků žíhaných na teplotě 595 °C o hodnoty nárazové práce s fraktografickou analýzou lomové plochy. Všechny výsledky byly porovnány s výchozím stavem, kterým je stav po rozpouštěcím žíhání. Klíčová zjištění jsou shrnuta v následujících bodech.

- Na teplotě 700 °C se po jedné hodině objevují první ojedinělé částice na rozhraní  $\delta/\gamma$ , které s rostoucí výdrží vytváří souvislou konturu podél tohoto rozhraní a postupně migrují směrem do feritu. Pravděpodobně jde o karbidy chromu  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ .
- První náznak vyloučení  $\sigma$ -fáze při teplotě 700 °C byl zpozorován po 4 hodinách. S jistotou byla tato fáze prokázána po 10 hodinách, kdy rentgenová difrakce prokázala 2,2 % ve struktuře. Sigma fáze precipituje eutektoidním mechanismem podle rovnice  $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ . Po 150 hodinách je dle výsledků rentgenové difrakce ve struktuře 10 %  $\sigma$ -fáze.
- Po 10 hodinách na teplotě 700 °C začíná na rozhraní  $\delta/\gamma$  precipitovat rovněž Lavesova fáze, která postupně hrubne a rozrůstá se. Po delších výdržích se objevuje nejen na rozhraní  $\delta/\gamma$  ale i uvnitř feritu.
- Po 20 hodinách na teplotě 700 °C byly zpozorovány černé kontury podél rozhraní  $\delta/\gamma_2$  tvořené pravděpodobně nitridy chromu  $\text{Cr}_2\text{N}$ .
- Při teplotě 595 °C se v průběhu žíhání ve struktuře objevuje velké množství malých precipitátů neznámého druhu, jejichž velikost se s prodlužující dobou žíhání nemění, pouze přibývá jejich množství.
- Rozbor extrakčních replik po žíhání na teplotě 595 °C po 49 a 72 hodinách prokázal ve struktuře karbidy chromu, sigma fázi a Lavesovu fázi.
- Očekávané vyloučení velkého množství sigma fáze, dle termodynamických výpočtů v programu Thermo-Calc, se nepotvrdilo.
- Rentgenová difrakce prokázala po 168 hodinách výdrže na teplotě 595 °C 3,8 %  $\sigma$ -fáze. Po 216 a 245 hodinách výdrže však nebyla přítomnost  $\sigma$ -fáze ve struktuře prokázána, pouze jen výrazná přednostní orientace BCC struktury.
- Precipitace sekundárních fází má vliv na snížení nárazové práce, která je po 96 hodinách na teplotě 595 °C v porovnání s výchozím stavem přibližně 10x a po 245 hodinách přibližně 13x menší.
- Vývoj tvrdosti na teplotách 700 i 595 °C má vzrůstající tendenci a odpovídá probíhajícím precipitačním dějům.
- Charakter lomu se vlivem vyloučení precipitátů změnil z transkrystalického tvárného na smíšený s převažujícím štěpným podílem.



Značná část uváděných výsledků je v této práci založena na metalografických pozorováních, na chemických analýzách a morfologických podobnostech. Pro přesné určení povahy pozorovaných precipitátů by bylo nutné propracovat techniku extrakčních uhlíkových replik a tyto sejmovat z celé série hodnocených vzorků. Kvalitu extrahovaných částic pak ověřit elektronovou difrakční analýzou na TEM. Pro praktický přesah práce je vhodné doplnit zkoušku rázem v ohybu o výsledky nárazových prací z krátkých intervalů žhání.

## POUŽITÁ LITERATURA

- [1] OUTOKUMPU STAINLESS AB. Handbook of stainless [online]. Espoo: Outokumpu Oyj, 2013, 92 s. [cit. 2018-09-29]. Dostupné z:  
<https://www.outokumpu.com/en/campaigns/downloads>
- [2] FREMUNT, Přemysl a Tomáš PODRÁBSKÝ. *Konstrukční oceli*. 1. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 1996. ISBN 80-858-6795-8.
- [3] Korozivzdorné oceli jako konstrukční materiály. *MM průmyslové spektrum: technický měsíčník*. Praha: Vogel Publishing, 2003, (4), 84. ISSN 1212-2572.
- [4] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-720-4248-3.
- [5] MOORE, Peter. The Atlas Steels Technical Handbook of Stainless Steels [online]. Melbourne: Atlas Steels Technical Department, 2013, 49 s. [cit. 2018-09-29]. Dostupné z:  
<http://www.atlassteels.com.au/site/pages/technical-handbooks-of-stainless-steel.php>
- [6] LEFFLER, Béla. STAINLESS: stainless steels and their properties [online]. b.r. [cit. 2018-09-29]. Dostupné z:  
[https://www.researchgate.net/profile/Emil\\_Yankov/post/surface\\_tension\\_of\\_the\\_molten\\_metals/attachment/5a188e5b4cde267c3e6e6fa0/AS%3A564332444348416%401511558747346/download/outokumpu-stainless-steel-handbook.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Emil_Yankov/post/surface_tension_of_the_molten_metals/attachment/5a188e5b4cde267c3e6e6fa0/AS%3A564332444348416%401511558747346/download/outokumpu-stainless-steel-handbook.pdf)
- [7] STEWART, Donald. The electrochemistry of corrosion Part 4: Passivity. *Anti-Corrosion Methods and Materials*. 1979, **26**(6), 8-10. DOI: 10.1108/eb007100. ISSN 0003-5599. Dostupné také z: <http://www.emeraldinsight.com/doi/10.1108/eb007100>
- [8] ČÍHAL, Vladimír. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Vyd. 1. Praha: Academia, 1999. Česká matice technická (Academia). ISBN 80-200-0671-0.
- [9] MCGUIRE, Michael. *Stainless steels for design engineers*. Materials Park, Ohio: ASM International, 2008. ISBN 978-0-87170-717-8.
- [10] ČSN EN 10088-1. *Korozivzdorné oceli: Přehled korozivzdorných ocelí*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2015.
- [11] LAMBERT, P. 6 - Sustainability of metals and alloys in construction. *Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering*. Woodhead Publishing, 2009, s. 148-170. DOI: <https://doi.org/10.1533/9781845695842.148>. ISBN 978-1-84569-349-7. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9781845693497500060>
- [12] SMITH, William a Javad HASHEMI. *Foundations of materials science and engineering*. 5th ed. Boston: McGraw-Hill, 2010. ISBN 978-007-3529-240.

- [13] PARTINGTON, Eric a Ampney ST.MARY. *Korozivzdorné oceli v potravinářském a nápojářském průmyslu*. Lucemburk: Euro Inox, 2008. ISBN 978-2-87997-191-9.
- [14] CHAUDHURI, S. Heat Treatment of Stainless Steels [online]. Jamshedpur: Workshop on Heat Treatment & Surface Engineering of Iron & Steels, 1994 [cit. 2018-09-26]. Dostupné z: <http://eprints.nmlindia.org/5764/1/H1-H12.PDF>
- [15] SIEURIN, Henrik a Rolf SANDSTRÖM. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, **444**(1), 271-276. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.08.107>. ISSN 0921-5093. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509306019587>
- [16] KAHAR, Dr. Duplex Stainless Steels-An overview. *International Journal of Engineering Research and Applications*. 2017, **07**(04), 27-36. DOI: 10.9790/9622-0704042736. ISSN 22489622. Dostupné také z: [http://www.ijera.com/papers/Vol7\\_issue4/Part-4/D0704042736.pdf](http://www.ijera.com/papers/Vol7_issue4/Part-4/D0704042736.pdf)
- [17] ESCRIBA, D.M., E. MATERNA-MORRIS, R.L. PLAUT a A.F. PADILHA. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2009, **60**(11), 1214-1219. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2009.04.013>. ISSN 1044-5803. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580309001545>
- [18] LLORCA-ISERN, Núria, Héctor LÓPEZ-LUQUE, Isabel LÓPEZ-JIMÉNEZ a Maria BIEZMA. Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. *Materials Characterization*. 2016, **112**, 20-29. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.12.004>. ISSN 1044-5803. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580315300747>
- [19] LYMAN, Taylor. *Metals handbook*. 8th ed. Metals Park: American Society for Metal, 1971.
- [20] TOTTEN, George. *Steel heat treatment: metallurgy and technologies*. 2nd ed. Boca Raton, FL, 2007. ISBN 978-0-8493-8455-4.
- [21] ČSN EN 10027-2. *Systémy označování ocelí - Část 2: Systém číselného označování*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2016.
- [22] BRINGAS, John. *Handbook of comparative world steel standards*. 3rd ed. W. Conshohocken, PA: ASTM International, 2004. ASTM data series publication, DS 67B. ISBN 08-031-3362-6.
- [23] COBB, Harold. THE NAMING AND NUMBERING OF STAINLESS STEELS. *ADVANCED MATERIALS & PROCESSES* [online]. Pennsylvania, 2007, **165**(9), 39-44 [cit. 2018-11-28]. Dostupné z: <https://www.asminternational.org/c/portal/pdf/download?articleId=AMP16509P039&groupId=10192>

- [24] Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel. 3rd ed. London: International Molybdenum Association, 2014. ISBN 978-1-907470-09-7.
- [25] Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications. Cambridge: Abington Publishing, 1997. ISBN 18-557-3318-8.
- [26] Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys: Brief History and Some Recent Alloys. 2008, **1**(1), 51 s. DOI: <http://dx.doi.org/10.2174/2212797610801010051>.
- [27] ALVAREZ-ARMAS, Iris a Suzanne DEGALLAIX-MOREUIL. Duplex stainless steels. Hoboken, NJ: J. Wiley, 2009. ISBN 978-184-8211-377.
- [28] PAULRAJ, Prabhu a Rajnish GARG. EFFECT OF INTERMETALLIC PHASES ON CORROSION BEHAVIOR AND MECHANICAL PROPERTIES OF DUPLEX STAINLESS STEEL AND SUPER-DUPLEX STAINLESS STEEL. Advances in Science and Technology Research Journal. 2015, **9**(27), 87-105. DOI: 10.12913/22998624/59090. ISSN 2080-4075. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.12913/22998624/59090>
- [29] HSIEH, Chih-Chun a Weite WU. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. 2012, **2012**. DOI: 10.5402/2012/732471.
- [30] VODÁREK, Vlastimil. *Precipitační procesy v duplexních ocelích jakosti 17381 A UN 52 N*. Ostrava, 2004.
- [31] RAJA, V. a Tetsuo SHOJI. Stress corrosion cracking: theory and practice. Philadelphia: Woodhead Pub., 2011. ISBN 978-184-5696-733.
- [32] CICEK, Volkan. Corrosion engineering. Hoboken, New Jersey: Scrivener Publishing/Wiley, 2014. ISBN ISBN:9781118720837.
- [33] ŠENBERGER, Jaroslav. Metalurgie oceli na odlitky. Vyd. 1. V Brně: VUTIUM, 2008. ISBN 978-802-1436-329.
- [34] XU, Xiu-qing. A Comparative Study of Critical Pitting Temperature (CPT) of Super Duplex Stainless Steel S32707 in NaCl Solution. International Journal of Electrochemical Science. 2018, , 4298-4308. DOI: 10.20964/2018.05.173. ISSN 14523981. Dostupné také z: <http://www.electrochemsci.org/abstracts/vol13/130504298.pdf>
- [35] NOVÁK, P. Druhy koroze kovů. *Koroze a ochrana materiálu* [online]. 2005, **49**(4), 75-82 [cit. 2018-12-01]. Dostupné z: [http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady\\_kmt\\_magistri/KPU/koroze%20druhy%20vscht.PDF](http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/KPU/koroze%20druhy%20vscht.PDF)
- [36] DULAVA, Martin, Jaroslav ŠENBERGER a Antonín ZÁDĚRA. Dezoxidace duplexních korozivzdorných ocelí. *Slévárství*. 2012, **60**(7-8), 284-288.

- [37] ZHANG, Qingdong, Sridhar NIVERTY, Arun Sundar S. SINGARAVELU, Jason J. WILLIAMS, Enyu GUO, Tao JING a Nikhilesh CHAWLA. Microstructure and micropore formation in a centrifugally-cast duplex stainless steel via X-ray microtomography. *Materials Characterization*. 2019, **148**, 52-62. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.12.009>. ISSN 1044-5803. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580318322769>
- [38] HERRERA, Catalina, D PONGE a Dierk RAABE. Characterization of the Microstructure, Crystallographic Texture and Segregation of an As-cast Duplex Stainless Steel Slab. 2008, **79**. DOI: 10.2374/SRI08SP014-79-2008-482.
- [39] YOUSSEF, Helmi. *Machining of stainless steels and super alloys: traditional and nontraditional techniques*. Chichester, West Sussex, United Kingdom: Wiley, 2016. ISBN 978-1-118-91956-9.
- [40] KROLCZYK, Grzegorz a Stanislaw LEGUTKO. *The Machinability of Duplex Stainless Steel – Solutions in Practice*. 2013, **13**, 473 – 478.
- [41] FARRAR, J. *The alloy tree: a guide to low-alloy steels, stainless steels, and nickel-base alloys*. Cambridge, Eng.: Woodhead Pub., 2004. ISBN 18-557-3766-3.
- [42] VODÁREK, Vlastimil. *Metody studia struktury: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5.
- [43] AKHTAR, Kalsoom, Shahid KHAN, Sher KHAN a Abdullah ASIRI. Scanning Electron Microscopy: Principle and Applications in Nanomaterials Characterization: Principle and Applications in Nanomaterials Characterization. Cham: Springer International Publishing, 2018, s. 113-145. DOI: 10.1007/978-3-319-92955-2\_4. ISBN 978-3-319-92955-2. Dostupné také z: [https://doi.org/10.1007/978-3-319-92955-2\\_4](https://doi.org/10.1007/978-3-319-92955-2_4)
- [44] KRATOCHVÍL, BOHUMIL, MICHAL HUŠÁK, JIŘÍ BRYNDA a JURAJ SEDLÁČEK. CO NABÍZÍ SOUČASNÁ RTG STRUKTURNÍ ANALÝZA. *Chemické listy* [online]. 2008, **2008**(102), 889-901 [cit. 2019-03-09]. Dostupné z: [http://w.chemicke-listy.cz/docs/full/2008\\_10\\_889-901.pdf](http://w.chemicke-listy.cz/docs/full/2008_10_889-901.pdf)
- [45] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I. 2.*, opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003. ISBN 80-720-4283-1.
- [46] J. PENNYCOOK, S, A R. LUPINI, Maria VARELA, Albina BORISEVICH, Yingquan PENG, M P. OXLEY, Klaus VAN BENTHEM a M F. CHISHOLM. 6 Scanning Transmission Electron Microscopy for Nanostructure Characterization. 2006, **2**. DOI: 10.1007/978-0-387-39620-0\_6.
- [47] HAWKES, P. a John SPENCE. *Science of microscopy*. New York: Springer, 2007. ISBN 978-0387252964.

- [48] MAETZ, J.-Y., T. DOUILLARD, S. CAZOTTES, C. VERDU a X. KLÉBER. M23C6 carbides and Cr<sub>2</sub>N nitrides in aged duplex stainless steel: A SEM, TEM and FIB tomography investigation: A SEM, TEM and FIB tomography investigation. *Micron*. 2016, **84**, 43-53. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.micron.2016.01.007>. ISSN 0968-4328. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0968432816300075>
- [49] GHOSH, S.K. a S. MONDAL. High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2008, **59**(12), 1776-1783. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2008.04.008>. ISSN 1044-5803. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580308001368>
- [50] KIM, YOON-JUN, OZAN UGURLU, CHAO JIANG, BRIAN GLEESON a L. CHUMBLEY. Microstructural Evolution of Secondary Phases in the Cast Duplex Stainless Steels CD3MN and CD3MWCuN. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2007, **38**(2), 203-211 [cit. 2019-05-11]. DOI: 10.1007/s11661-006-9049-6. ISSN 1073-5623. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-006-9049-6>
- [51] ZHANG, Binbin, Zhouhua JIANG, Huabing LI, Shucui ZHANG, Hao FENG a Heng LI. Precipitation behavior and phase transformation of hyper duplex stainless steel UNS S32707 at nose temperature. *Materials Characterization*. 2017, **129**, 31-39. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.04.018>. ISSN 1044-5803. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580316303655>
- [52] NILSSON, J.-O. a P. LIU. Aging at 400–600°C of submerged arc welds of 22Cr–3Mo–8Ni duplex stainless steel and its effect on toughness and microstructure. *Materials Science and Technology* [online]. 2013, **7**(9), 853-862 [cit. 2019-05-12]. DOI: 10.1179/mst.1991.7.9.853. ISSN 0267-0836. Dostupné z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/mst.1991.7.9.853>
- [53] BIEZMA, Maria, Carlos BERLANGA a Gorka ARGANDOÑA. Relationship between Microstructure and Fracture Types in a UNS S32205 Duplex Stainless Steel. 2013, **16**, 965 s. DOI: 10.1590/S1516-14392013005000085.

## SEZNAM POUŽITÝCH OBRÁZKŮ

Obr. 1 Schaefflerův diagram [9] .....	16
Obr. 2 Řez fázovým diagramem Fe-Cr-C při 17 % Cr [9].....	17
Obr. 3 Řez fázovým diagramem Fe-Cr-C při 12 % Cr [9].....	17
Obr. 4 Transformační diagram kontinuálního chlazení oceli AISI 410 [20] .....	22
Obr. 5 Vliv popouštěcí teploty na mechanické vlastnosti martenzitických ocelí [20].....	23
Obr. 6 Příklad značení duplexní oceli dle chemického složení [10]. .....	26
Obr. 7 Systém značení ocelí dle číselného systému [21] .....	27
Obr. 8 Fázový diagram 68%Fe-Cr-Ni znázorňující metalurgické chování duplexní oceli[24]29	
Obr. 9 Schéma mikrostrukturního vývoje lamelární precipitace karbidů $M_{23}C_6$ [27].....	29
Obr. 10 Vliv strukturních transformací na mechanické vlastnosti. A% - obsah austenitu, KCV- vrubová houževnatost ( $J.cm^{-2}$ ), HV5 tvrdost podle Vickerse při zatížení 5 kg [25] .....	30
Obr. 11 Mikrostrukturní vývoj růstu sigma fáze [29] .....	31
Obr. 12 Schematické zobrazení precipitace Chi fáze [28] .....	32
Obr. 13 Vliv dusíku na zvýšení $Rp_{0,2}$ a $R_m$ [25] .....	34
Obr. 14 Smluvní mez kluzu v závislosti na tloušťce stěny [25].....	34
Obr. 15 Vývoj vrubové houževnatosti oceli S31803 žíhané při 300 °C a 325 °C [25].....	34
Obr. 16 Mechanismus vzniku mezikrystalické koroze [27].....	37
Obr. 17 Fázový diagram Fe-Ni-19%Cr Zobrazující módy tuhnutí duplexních ocelí [27].....	39
Obr. 18 Zobrazení vlivu rychlosti na výslednou strukturu [27] .....	39
Obr. 19 Rovnovážný fázový diagram udávající druh a množství fází v závislosti na teplotě. 44	
Obr. 20 Schematické zobrazení bloku Y60 a místa odběru vzorků pro zkoušku rázem v ohybu .....	45
Obr. 21 Mikrostruktura duplexní oceli po rozpouštěcím žíhání a) OM 200x b) SEM 500x ...	46
Obr. 22 Difraktogram výchozího stavu.....	46
Obr. 23 Mikrostruktura vzorku žíhaném při 700 °C 10 hodin .....	47
Obr. 24 Difraktogram vzorku 700 °C/10 hodin .....	47
Obr. 25 Eutektoid na vzorku 700 °C/80 hodin zobrazen na OM zvětšení a) 200x b) 1000x... 48	
Obr. 26 Vzorek 700 °C/80 hodin zobrazen na SEM a) detail feritu 2000x b) eutektoid 750x 48	
Obr. 27 Liniová analýza chemického složení žíhaného vzorku na 700 °C 150 hodin.....	49
Obr. 28 Ferit po žíhání 150 hodin na teplotě 700 °C .....	50
Obr. 29 Eutektoid po žíhání 150 hodin na teplotě 700 °C .....	50
Obr. 30 Difraktogram vzorku 700 °C/150 hodin .....	51
Obr. 31 Mikrostruktura na OM zvětšeno 1000x a) 595 °C/24 hodin b) 595 °C/72 hodin.....	52
Obr. 32 Mikrostruktura vzorku 595 °C/72 hodin zobrazena na SEM a) ferit b) rozhraní fází 52	
Obr. 33 Detail feritu na vzorku 595°C/168 hodin.....	53
Obr. 34 Extrakční repliky zobrazeno v a) SE b) SE vyvolaných transmisními elektrony.....	54
Obr. 35 Analýza extrakční repiky 595°C/168 hodin.....	54
Obr. 36 Difraktogram vzorku 595°C/168 hodin .....	55
Obr. 37 Difraktogram vzorku 595/245 hodin.....	56

Obr. 38 Difraktogram vzorku 595/216 hodin.....	56
Obr. 39 Grafické znázornění tvrdosti v závislosti na době žíhání .....	56
Obr. 40 Grafické znázornění nárazové práce v závislosti na době žíhání.....	57
Obr. 41 Lomová plocha výchozího stavu a) makroskopický pohled b) místo pod vrubem c) střed lomové plochy d) v místě nárazu kladiva.....	58
Obr. 42 Lomová plocha vzorku žíhaném 96 hodin a) makroskopický pohled b) místo pod vrubem c) střed lomové plochy d) místo nárazu kladiva .....	59
Obr. 43 Lomová plocha vzorku žíhanem 245 hodin a) makroskopický pohled b) místo pod vrubem c) střed lomové plochy d) místo nárazu kladiva .....	60

## SEZNAM POUŽITÝCH TABULEK

Tab. 1 Základní skupiny duplexních ocelí a jejich chemické složení [16] .....	20
Tab. 2 Doporučené teploty rozpouštěcího žíhání duplexních ocelí [9].....	26
Tab. 3 Označení běžně používaných duplexních ocelí a jejich chemické složení [4] .....	27
Tab. 4 Chemické složení experimentálního materiálu .....	41
Tab. 5 Doba výdrže na teplotách 700 a 595 °C.....	44
Tab. 6 Plošná analýza chemického složení pomocí EDS.....	45
Tab. 8 Chemická analýza EDS bodů 1 až 4 na obr. 25a) a bodů 5 a 6 na obr. 25b).....	48
Tab. 9 Chemické složení míst 1 až 5 z obr. 29 a míst 7 až 9 z obr. 30 .....	51
Tab. 10 Chemické složení míst 1 až 5 z obr.30 a) a b) .....	53
Tab. 11 Analýza chemického složení míst 13 až 15 zobrazených na obr. 34 .....	53
Tab. 12 Chemické složení míst 1 až 5 z obr. 36.....	55
Tab. 13 Hodnoty nárazové práce.....	57