



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

SVAŘOVÁNÍ ODS MATERIÁLŮ ELEKTRONOVÝM

STAVKEM

ELECTRON BEAM WELDING OF ODS MATERIALS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Luděk Jankůj

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Bc. Luděk Jankůj**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.**
Akademický rok: 2015/16

Svařování ODS materiálů elektronovým svazkem

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Problematika výroby některých komponent perspektivních jaderných a plazmových reaktorů vyžaduje často spojování materiálů s velmi vysokými teplotami tavení nebo specifickou mikrostrukturou. Práce se zaměří na možnosti spojování ODS ocelí s wolframovými slitinami.

Cíle diplomové práce:

Porozumění problematice svařování nestejných materiálů formou literární studie. Hodnocení jednotlivých technologií spojování případajících v úvahu. Experimentální studie svařování ODS ocelí a wolframových slitin elektronovým paprskem.

Seznam literatury:

Shewmon, R.: Diffusion in Solids. Minerals, Metals & Materials Society

Grzybowski, B. A.: Chemistry in Motion: Reaction-Diffusion Systems for Micro- and Nanotechnology. Wiley, 2009

Sauthoff, G.: Intermetallic. Wiley-VCH Verlag GmbH

Meetham, G. W.: Materials for High Temperature Engineering Applications. Springer, 2000 edition

Schulz, H.: Electron beam welding. Woodhead Publishing; 1 edition (1994)

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16

V Brně, dne 10. 11. 2015

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.

ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D

děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práce na téma Svařování ODS materiálů elektronovým svazkem je rozčleněna na teoretickou a experimentální část.

V první části teoretické rešerše se práce zaměřuje na přehledný popis kandidátních materiálů ve výzkumném fúzním reaktoru ITER. Následně jsou detailně popsány konstrukční ODS materiály a wolframové slitiny, jako materiály první stěny. Druhá část rešerše se zabývá různými možnostmi spojování vysokotavitelných nesterjnorodých materiálů, jako jsou tvrdé pájení nebo také svařování elektronovým svazkem, na které bude navázáno i v experimentální části.

Experimentální část diplomové práce se zabývá spojováním ODS oceli MA 956 se slinutým karbidem WC-Co a také s ODS wolframem. Tyto materiály budou svařovány elektronovým svazkem. Jednotlivé vzorky jsou odlišeny použitým přídatným materiálem, předehřevem nebo parametry svařování. Práce obsahuje fotografickou dokumentaci mikrostruktury svařovaných vzorků, výsledky mikrostrukturních a chemických analýz z řádkovacího elektronového mikroskopu a výsledky průběhů mikrotvrdosti přes svarový kov.

Klíčová slova

Fúzní reaktor, ODS materiály, Wolfram, Slinutý karbid wolframu, Elektronový svazek, Svařování nesterjnorodých materiálů.

ABSTRACT

Thesis on Electron beam welding of ODS materials is divided into theoretical and experimental part.

In the first part the theoretical research work focuses on the accurate description of the candidate materials in a research fusion reactor ITER. Following are detailed constructional ODS materials and tungsten alloy as a material of the first wall. The second part of the theoretical research deals with various possibilities of joining high-melting dissimilar materials such as brazing or electron beam welding as well, which will be established in the experimental section.

The experimental part of the thesis deals with a joining ODS steel MA 956 with sintered carbide WC-Co and ODS tungsten. These materials are welded by electron beam. Individual samples are distinguished used filler material, preheating or welding parameters. This thesis contains photographic documentations of microstructure the welding samples, results from scanning electron microscopy, and measurements of microhardness across the weld metal.

Key words

Fusion reactor, ODS materials, Tungsten, Carbide of tungsten, Electron beam, Welding of dissimilar materials

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

JANKŮJ, L. *Svařování ODS materiálů elektronovým svazkem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 92 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Vít Jan, Ph.D

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma **Svařování ODS materiálů elektronovým svazkem** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který tvoří přílohu této práce.

Datum

.....

Bc. Luděk Jankůj

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji tímto doc. Ing. Vítu Janovi, Ph.D. za cenné připomínky, rady a čas při vypracování diplomové práce.

Dále bych chtěl poděkovat své přítelkyni Janě Chovancové za stylistickou úpravu, kontrolu pravopisu, podporu a rady při tvorbě diplomové práce. Děkuji také mým rodičům za svěřenou důvěru při studiu a zpracování závěrečné práce, firmě Minerál - Metal, s. r. o., Hluk za poskytnutí potřebných experimentálních materiálů. Za pomoc při svařování bych rád poděkoval Ing. Petru Havlíkovi, za přípravu vzorků elektrojiskrovým řezáním Janu Zavřelovi, DiS., a za výsledky chemických analýz a fotografií z řádkovacího elektronového mikroskopu Mgr. Janu Čuperovi.

OBSAH

1	ÚVOD	10
2	CÍLE PRÁCE	11
3	TEORETICKÁ ČÁST	12
3.1	FÚZNÍ REAKTOR A VOLBA MATERIÁLŮ PRO JEHO VÝSTAVBU	12
3.1.1	Magnety	14
3.1.2	Materiály pro kryogenní komponenty	15
3.1.3	Konstrukční materiály	15
3.1.4	Materiály první stěny	15
3.1.5	Materiály divertoru	17
3.2	ODS MATERIÁLY (KONSTRUKČNÍ MATERIÁL)	18
3.2.1	Historie, vývoj a aplikace ODS materiálů	18
3.2.2	Výroba ODS slitin	19
3.2.3	Druhy ODS materiálů a jejich vlastnosti a použití	24
3.2.4	Vlastnosti ODS materiálů	27
3.2.5	Mikrostruktura ODS ocelí	28
3.3	WOLFRAM (MATERIÁL PRVNÍ STĚNY)	31
3.3.1	Historie, vývoj a aplikace wolframu	31
3.3.2	Výroba wolframu	32
3.3.3	Druhy wolframových materiálů	33
3.3.4	Mikrostruktura wolframových materiálů	34
3.4	TECHNIKY SPOJOVÁNÍ VYSOKOTAVITELNÝCH MATERIÁLŮ	36
3.4.1	Technologie tvrdého pájení	36
3.4.2	Technologie svařování elektronovým svazkem	39
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	46
4.1	EXPERIMENTÁLNÍ METODY	46
4.1.1	Elektrojiskrové řezání	46
4.1.2	Světelná mikroskopie	46
4.1.3	Řádkovací elektronová mikroskopie	46
4.1.4	Měření mikrotvrdosti	47
4.2	EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁLY	47
4.2.1	MA 956	47
4.2.2	Wolframové materiály	48
4.3	PŘÍPRAVA VZORKŮ PRO SVAŘOVÁNÍ	49
4.4	PARAMETRY SVAŘOVÁNÍ ELEKTRONOVÝM SVAZKEM	49
4.4.1	Vzorek série A č. 1 MA 956/WC-Co	49
4.4.2	Vzorek série A č. 2 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ni	50

4.4.3	Vzorek série A č. 3 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ti.....	50
4.4.4	Vzorek série B č. 4 MA 956/WL10	52
4.4.5	Vzorek série B č. 5 MA 956/WL10 s předehřevem 400 °C.....	52
4.4.6	Vzorek série B č. 6 MA 956/WL10 s předehřevem 900 °C.....	53
4.4.7	Vzorek série B č. 7 MA 956/WL10 s přídavným materiálem Ni.....	53
4.5	METALOGRAFICKÁ PŘÍPRAVA VZORKŮ.....	54
4.5.1	Elektrojiskrové řezání.....	54
4.5.2	Broušení.....	54
4.5.3	Leštění	54
4.5.4	Leptání.....	54
4.6	PREZENTACE VÝSLEDKŮ SVAROVÝCH SPOJŮ.....	55
4.6.1	Vzorek série A č. 1 MA 956/WC-Co	55
4.6.2	Vzorek série A č. 2 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ti.....	59
4.6.3	Vzorek série A č. 3 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ni	63
4.6.4	Vzorek série B č. 4 MA 956/WL10	67
4.6.5	Vzorek série B č. 5 MA 956/WL10 s předehřevem 400 °C.....	69
4.6.6	Vzorek série B č. 6 MA 956/WL10 s předehřevem 900 °C.....	71
4.6.7	Vzorek série B č. 7a MA 956/WL10 s přídavným materiálem Ni.....	73
4.6.8	Vzorek série B č. 7b MA 956/WL10 s přídavným materiálem Ni.....	75
5	DISKUZE VÝSLEDKŮ	79
5.2	SVAROVÝ SPOJ MA 956/WC-Co	79
5.3	SVAROVÝ SPOJ MA 956/WL10	81
6	ZÁVĚR.....	84
	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	85
	SEZNAM OBRÁZKŮ	89
	SEZNAM TABULEK.....	91
	SEZNAM PŘÍLOH	91

1 ÚVOD

S rozvojem jaderné energie a neustále rostoucí spotřebě elektrické energie se uvažuje o dalších možnostech využití atomových reakcích v podobě termojaderné fúze.

Termojaderná fúze je proces, při kterém se slučují lehčí jádra, vznikají jádra těžší a uvolňuje se značné množství energie. Tento druh reakce můžeme pozorovat v nitru vesmírných hvězd a planet. Slunce například získává energii ze slučování jader vodíku na helium a těžší prvky. Fúze probíhá v omezené míře dokonce i na Jupiteru. Díky vysokému potenciálu termojaderné fúze se lidé snaží o její vytvoření v menším měřítku na Zemi. Termojaderná fúze by tak mohla být využita jako nový zdroj získávání energie.

Geniální myšlenka se zrodila v 50. letech Igorem Jevgeněvičem Tammem a Andrejem Sacharovem, kteří vynalezli zařízení zvané tokamak (toroidní komora v magnetických cívkách). Tokamak vytváří toroidální magnetické pole pro udržení vysokoteplotního plazmatu. V 90. letech byly do provozu uvedeny obrovské tokamaky (evropský tokamak JET, americký tokamak TFTR). Tyto tokamaky již dokázaly produkovat velké množství termojaderné energie, která se má v budoucnu využít pro výrobu elektrické energie. Dnes se tokamaky považují za jednu z nejnadějnějších cest k realizaci kontrolované jaderné fúze. Aby částice překonaly odpudivou Coulombickou bariéru, musí se vzájemně srážet velkou rychlostí. Nejeftektivnějším způsobem jak toho dosáhnout, je ohřátí paliva na velmi vysokou teplotu.

Nezodpovězenou otázkou však zůstává, který materiál použít pro vnitřní stěnu pracovní komory, kde probíhá termojaderná fúze. Kandidátní materiály budou muset podstoupit v průběhu výboje kontakt s horkým plazmatem a budou také silně ozářeny fúzními neutrony.

Demonstrátorem, který by měl skloubit všechny technologické a fyzikální požadavky na budoucí elektrárnu, bude právě budovaný tokamak ITER. Ten by měl být uveden do provozu v roce 2020. Pokud bude úspěšný, měla by být v roce 2040 až 2050 postavena první fúzní elektrárna DEMO [1, 2].

2 CÍLE PRÁCE

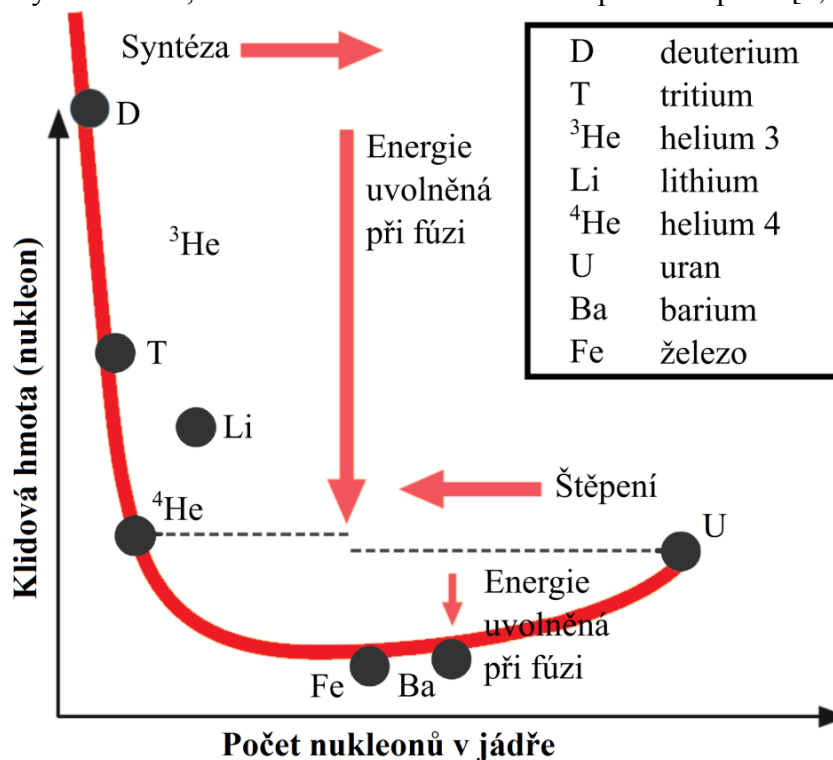
- Literární rešerše se bude zabývat charakteristikou kandidátních materiálů pro použití ve fúzním reaktoru ITER, speciálně ODS materiály, wolframovými slitinami a jejich jednotlivých technologií spojování připadající v úvahu.
- Experimentální studie se bude zabývat svařováním ODS oceli MA 956 s wolframovými materiály pomocí elektronového paprsku. K hodnocení mikrostruktury vzorků bude využito světelné mikroskopie a řádkovací elektronové mikroskopie. Jednotlivé vzorky budou mezi sebou porovnávány z důvodu různých teplot předehřevů a použitých přídavných materiálů. Dále bude u vzorků analyzována mikrotvrdoost dle Vickerse a bude zjištěn průběh chemického složení ve svarovém spoji.
- Identifikace fázového složení svarového spoje s využitím ternárního diagramu Fe-W-Cr.
- Na základě všech získaných výsledků bude posouzena vhodnost heterogenního svarového spoje MA 956/WL10 do heliem chlazeného divertoru fúzního reaktoru ITER.

3 TEORETICKÁ ČÁST

3.1 FÚZNÍ REAKTOR A VOLBA MATERIÁLŮ PRO JEHO VÝSTAVBU

Jadernou energii lze uvolnit dvěma způsoby. Štěpením jader těžkých prvků, nebo slučováním jader prvků lehkých. Z Obrázku 1 je vidět, že slučování lehkých jader je mnohem energeticky účinnější, než štěpení jader těžkých. V přírodě existují štěpné reakce, při nichž se jádra těžkých prvků rozpadají samovolně, zatímco slučování jader na Zemi nenajdeme.

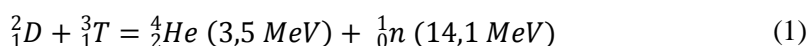
Aby došlo ke sloučení jader, a aby začala působit přitažlivá jaderná síla, je třeba atomy přiblížit na vzdálenost 10^{-14} m a před tím překonat elektrostatickou odpudivou sílu souhlasně nabitých jader. To je možné tak, že jsou jádra sražena dostatečnou rychlostí, která je jim udělena buď urychlovačem, nebo ohřevem na takzvanou zápalnou teplotu [1, 2].



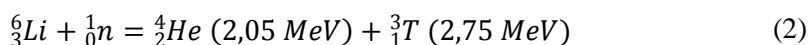
Obr. 1 Závislost průměrné klidové hmotnosti nukleonu v jádře na počtu nukleonů v jádře [1]

Celková hmotnost reagujících produktů (jádra deuteria a tritia) je větší než celková hmotnost výsledných produktů (jádro helia, neutron). Rozdíl hmotnosti je skryt v pohybové energii výstupu, viz rovnice 1. Těžký izotop vodíku (deuterium) lze získat z mořské vody, zatímco supertěžký izotop vodíku (tritium) se v přírodě volně nevyskytuje a musí se uměle vyrobit. Uvnitř vakuové komory fúzního reaktoru budou umístěny lithiové terče, které při bombardování neutrony uvolní tritium, viz rovnice 2. Celková energetická bilance je zapsána v rovnici 3 [1, 2].

Deuterium-tritiová fúze (Hořící plazma):



Lithium-neutronová fúze (Plodící obal):



Celková energetická bilance:



Tato reakce byla vybrána z důvodu nejnižší zápalné teploty (desítky milionů Kelvinů). Hmota zahřátá na tuto nejnižší zápalnou teplotu (zápalná teplota D-T reakce), se nachází ve stavu, kdy jsou všechny atomy ionizované (záporně nabitě elektrony a kladně nabitě ionty se pohybují „nezávisle“). Tento stav hmoty se nazývá plazma. Toto plazma je velice náročné udržet při této teplotě s dostatečnou hustotou po dostatečně dlouhou dobu. Postupem času se jako potencionálně použitelné ukázaly dvě metody: magnetické udržení pomocí tokamaků (nebo stellarátorů) a inerciální udržení [1, 2].

Termojaderná D-T reakce by měla vyprodukovat více energie, než je třeba k vytvoření plazmatu a jeho ohřevu, dále náhradě ztrát zářením a únikem částic plazmatu. Jsou zde určité požadavky na hustotu plazmatu n [počet částic $\cdot m^{-3}$] a teplotu plazmatu T [°C], respektive na dobu udržení jeho energie t_E [s]. Za předpokladu, že zdrojová termojaderná energie a ztrátová energie záření a unikajících částic jsou vráceny do tepelného cyklu s účinností nepřevyšující 33 %, bylo odvozeno Lawsonovo kritérium [1].

Pro syntézu deuteria s tritiem při teplotě iontů ($T_i = 2 \cdot 10^8$ °C) platí rovnice 4:

$$n \times t_E \geq 0,5 \times 10^{20} \quad [m^{-3}s] \quad (4)$$

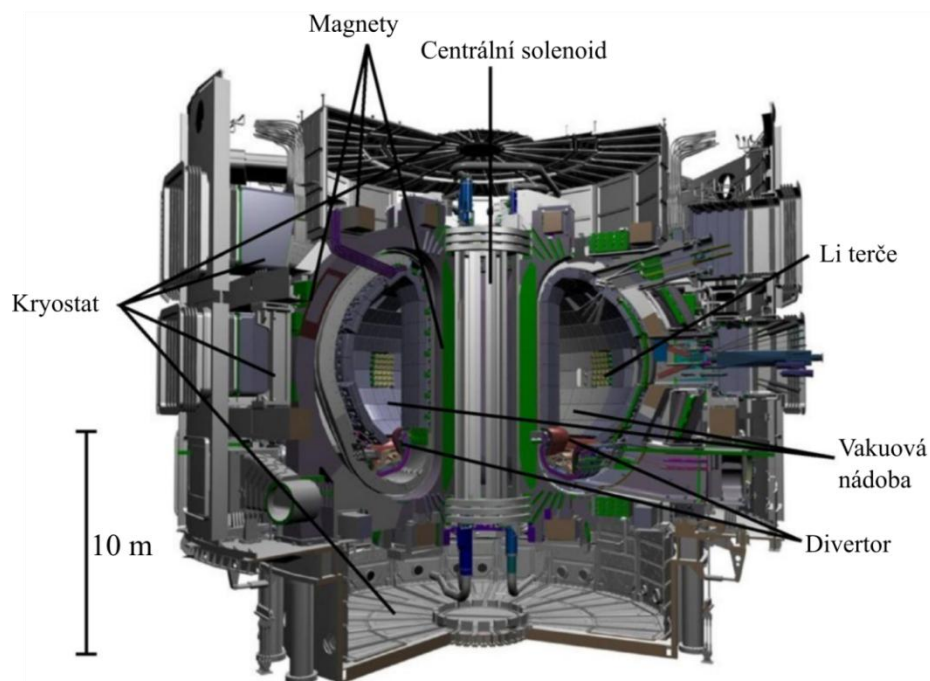
Z kritéria pak vyplývají dva základní způsoby, jak dosáhnout kladného zisku termojaderné reakce. První způsob je inerciální udržení, které je reprezentováno velkou hustotou ($\approx 10^{31} m^{-3}$) a krátkou dobou udržení ($\approx 10^{-10}$ s). Druhý způsob se nazývá magnetické udržení, které je pro změnu reprezentováno malou hustotou ($\approx 10^{20} m^{-3}$) a dlouhou dobou udržení (několik sekund). Koeficient zesílení „Q“ popisuje, zda fúzní reaktor vyrobí více elektrické energie, než sám potřebuje. Je-li $Q < 1$ znamená to, že je k ohřevu plazmatu třeba dodat víc energie, než kolik jí vzniká při termojaderné fúzi. Provoz je ziskový tehdy, pokud se plazma samostatně udrží, tzn., když většina energie pro ohřívání plazmatu přichází z vlastní fúzní reakce a hodnota $Q > 1$ (nejblíže JET s $Q = 0,65$) [1].

Inerciální udržení plazmy má ve snaze dosáhnout takových podmínek (zejména hustoty), aby materiál nestihl expandovat dříve, než dojde k fúzní reakci. Materiál je tedy udržován jen svou setrvačností (inertia), která mu brání v rychlé explozi. Nejintenzivnějším dostupným zdrojem energie je laser. Ten má schopnost velmi rychle dodat velké množství energie do velmi malého objemu. Účinnost velkých laserů je menší než 1 % a opakovací frekvence je menší než jeden výstřel za hodinu. Pokud by měla být využita energie inerciální fúze, bylo by třeba několika výstřelů za sekundu s účinností větší než 10 % [1].

U **magnetického udržení plazmy** jsou rozlišovány dva základní typy magnetických nádob: otevřené a uzavřené. Vývoj toku intenzity magnetického pole otevřených magnetických nádob byl využit do uzavřených nádob. Základními typy uzavřených nádob jsou tokamaky, stellarátory a toroidální pinče.

K potřebě vyprodukovat magnetického pole využívají tokamaky složení pole vnějších magnetických cívek a stokrát slabší magnetické pole vodícího proudu v plazmatu. Naproti tomu sřížné pole stellarátorů je tvořeno pouze vnějšími cívkami. Proud v plazmatu tokamaku se budí induktivně (tokamak je ve své podstatě transformátor s jediným závitkem a plazmatickým provazcem v sekundárním vinutí), jedná se principiálně o impulzní zařízení. Oproti tomu uspořádání stellarátoru umožňuje práci ve stacionárním režimu, navíc v plazmatu stellarátoru neteče elektrický proud a stellarátor tak nezná obtíže s tzv. proudovými nestabilitami. Vzhledem k problémům s odstraněním Bohmovi difúze a ohřevem plazmatu (stellarátorům chyběl účinný počáteční ohřev Jouleovým teplem) získaly tokamaky před stellarátory náskok. Z tohoto důvodu bude také mezinárodní experimentální termojaderný reaktor ITER postaven na principu tokamaku [1, 2].

V práci je dále řešena pouze problematika zařízení tokamaku ITER, který bude sestaven z různých druhů materiálů. Výčet nejdůležitějších materiálů můžeme rozdělit do pěti hlavních skupin: magnety, materiály pro kryogenní teploty, konstrukční materiály, materiály první stěny a materiály divertoru. Umístění důležitých komponent fúzního reaktoru ITER je zobrazeno na Obrázku 2.



Obr. 2 Schéma mezinárodního termonukleárního výzkumného reaktoru - ITER [2]

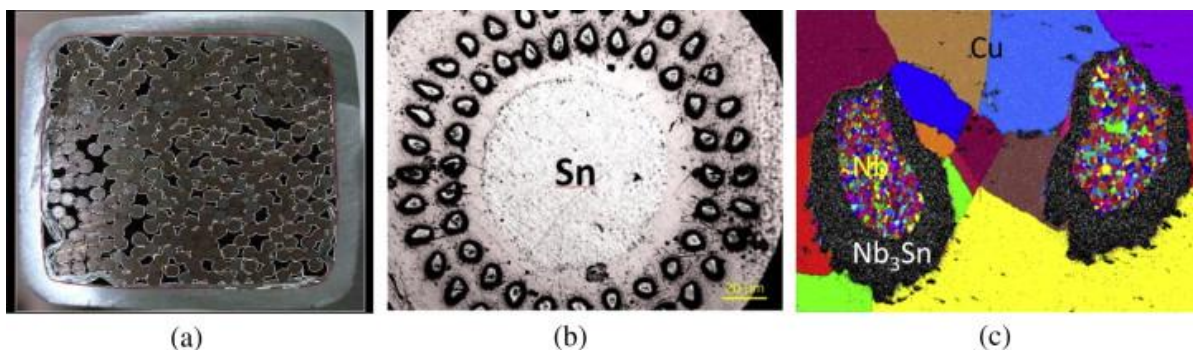
3.1.1 Magnety

Supravodivé magnety mají za úkol vytvořit stabilní a intenzivní magnetické pole, které bude mít schopnost udržet horkou plazmu deuteria a tritia bez doteku se stěnami reaktoru. Toto magnetické pole bude produkované velkými vysokoproudovými supravodivými magnety. Tyto robustní supravodivé magnety jsou obvykle konstruovány z kabelů NbTi, Nb₃Sn a Nb₃Al supravodičových kompozitů začleněných do konfigurace kabel-v-potrubičce (Cable-In-Conduit Conduct = CICC). Nejdůležitějším požadavkem je, aby supravodivé CICC zůstaly stabilní v pracovní části plazmového reaktoru.

Protože vývoj vysokoteplotních supravodičů ještě není zdaleka vyřešen, bude nutné použít materiály chlazené kapalným héliem. Zvolen byl supravodič II. typu, materiál Nb₃Sn, který je schopen udržet supravodivost i v podmínkách velmi silného magnetického pole. Kritická teplota supravodivosti materiálu je 18 K. Centrální cívky budou produkovat magnetické pole o velikosti 13,5 T a toroidní cívky budou pracovat při maximální oblasti okolo 11,8 T. Jeho hlavní nevýhodou je křehkost, která komplikuje výrobu drátů a vynutí. Technologický postup se skládá ze zhotovení Cu-Nb-Sn kompozitu. Nejdříve jsou niobové a cínové pruty vyrobeny zvlášť a poté jsou vloženy do měděného pouzdra. Postupně se přidávají měděné obálky k vytvoření polotovaru ve tvaru válce. Následným protahováním se tento válec stále prodlužuje a ztenčuje až do formy drátu, uvnitř kterého jsou v matici Cu vlákna Nb a Sn. Tento drát se použije např. k navinutí cívky a teprve poté je tepelně zpracován na vysokou teplotu, tak aby Nb a Sn pomocí difúze vytvořily supravodivou intermetalickou fázi Nb₃Sn.

Celkem bude potřeba do tokamaku okolo 600 tun Nb₃Sn pramenů a 250 tun NbTi pramenů. Obrázek 3a představuje 100 m dlouhý drát CICC 30 kA na bázi NbTi. Obrázek 3b

zobrazuje řez kompozitním drátem, který má vnitřní jádro z cínu s obsahem 59 prutů. Obrázek 3c znázorňuje difrakci zpětně odražených elektronů (electron backscatter diffraction = EBSD) mapu kompozitem Cu-Nb-Sn [2, 3].



Obr. 3 a) Drát na bázi Nb-Ti b) Řez kompozitním drátem c) EBSD kompozitu Cu-Nb-Sn [3]

3.1.2 Materiály pro kryogenní komponenty

Chlazení supravodivých magnetů, které jsou rozmístěny po obvodu vakuové komory, bude zajištěno kryostatem obklopující celý reaktor. Nejdůležitější část kryostatu je středový válcový elektromagnet, tzv. centrální selonoid, ve kterém bude docházet kvůli teplotním gradientům a magnetostrikčnímu jevu k velkým napětím. Požadavky na materiály jsou vysoká mez kluzu ($Re > 1000$ MPa) a vysoká houževnatost ($K_{IC} > 130$ MPa $m^{1/2}$) za teplot -270 °C. Typickým materiálem pro kryogenní aplikace je austenitická ocel 316L, která ale nedosahuje požadovaných mechanických vlastností. Na základě přísných požadavků výzkumného reaktoru byla vyvinuta speciální austenitická ocel s označení JK2LB se zvýšeným podílem Mn, Cr a Ni [2, 3].

3.1.3 Konstrukční materiály

Pro kontinuální pracovní režim tokamaku, kde konstrukční materiály musí odolávat vysokým dávkám rychlých neutronů, je zapotřebí aplikace speciálních materiálů, které jsou schopné odolat radiacnímu poškození o vysokých dávkách. Při výstavbě ITERu je z velké části použita austenitická ocel 316L. Dalšími kandidátními materiály pro použití jsou například vanadové slitiny nebo oxidačně disperzně zpevněné oceli, které budou probrány v další části práce [2].

Vanadové slitiny na bázi vanadu V4Cr4Ti a V5Cr5Ti, jsou velmi zajímavé jako konstrukční materiály pro první stěnu s jejich nízkou aktivací, dobrou vysokoteplotní pevností, povrchovou stálostí, odolností proti objemovým změnám (swelling). Dále vykazují nízkou tranzitní teplotu křehce tvárného přechodu v neozářeném stavu a zanedbatelné křehnutí indukované ozářením při teplotách více než 673 K. Mají však silnou afinitu k rozpuštěným látkám (kyslík, uhlík a dusík), což vede ke zkřehnutí matrice a snížení kompatibility s kapalným lithiem. Také mají vysokou rozpustnost, difuzivitu a prostupnost tritia, což může vést ke křehnutí při nízkých teplotách [3].

3.1.4 Materiály první stěny

Opláštění vakuové komory vyžaduje materiál, který by odolal extrémním podmínkám (vysoké teploty a vystavení záření elektrony, protony, neutrony a alfa-částic). V moderní konstrukci fúzního reaktoru budou kandidátní materiály vystaveny vysoké teplotě, velkému toku tepelných neutronů a vysoké energii (nad 1 MW \cdot m⁻²).

Vlastnosti ideálního materiálu první stěny:

- vysoká teplota tání a stabilní mechanické vlastnosti za vysokých teplot,

- nízké atomové číslo,
- nízká teplotní roztažnost,
- vysoká odolnost proti rozprašování,
- nereaktivnost s tokem plazmatu (aby se zabránilo vzniku nestálých produktů),
- vynikající tepelná vodivost materiálu (podobná kompozitu s uhlíkovými vlákny),
- odolnost proti teplotním šokům,
- materiály s nízkou aktivací a krátkým poločasem rozpadu pod neutronovým zářením,
- odolnost proti erozním procesům.

Výše zmíněných vlastností lze dosáhnout kombinací různých materiálů. Hlavní stěna komory (750 m²) bude pokryta dlaždicemi beryllia, zatímco na divertor bude použit wolfram (120 m²) a uhlík (35 m²). Nejdůležitější tepelně-fyzikální vlastnosti všech tří materiálů jsou shrnuty v Tabulce 1. Během provozu fúzního reaktoru ITER budou kazety divertoru několikrát vyměněny [4, 5].

Tabulka 1 Porovnání vlastností materiálů pro první stěnu ITERu [4]

	Beryllium	Uhlík	Wolfram
atomová hmotnost	9,01	12,011	183,84
tepelná vodivost λ [W m ⁻¹ K ⁻¹]	190	200-500	140
teplota tavení [K]	1560	>2500	3695
tepelná roztažnost [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	11,5	0-4	4,5
tepelná kapacita [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	1825	709	134
chování pod neutronovým zářením	bobtnání	pokles tepelné vodivosti	aktivace
hlavní výhody	nízké protonové číslo	odolnost proti teplotním šokům	nízká eroze nízké znečištění
hlavní nevýhody	nízká teplota tavení	znečištění paliva chemická eroze	aktivace vysoké protonové číslo

Uhlíkový vláknový kompozit (Carbon Fiber Composite - CFC), který byl zvolen pro svou vynikající tepelnou vodivost a nízkému atomovému číslu. Uhlík se netaví, je odolný vůči teplotním šokům. Nevýhodou je nízká odolnost proti rozprašování a vyšší stupeň eroze, který způsobuje znečištění plazmatu a může ovlivnit její stabilitu. V dalších návrzích reaktoru je předpokládána eliminace materiálu CFC. Pouze specifické místa divertoru budou pokryta CFC.

Beryllium je schopno odolat určitému energetickému zatížení na hlavní stěně 1 MW · m⁻² v běžném provozu. Speciálně tvarované dlaždice beryllia mohou být použity i při spouštění a doběhu fáze s energetickým zatížením až do 7,5 MW · m⁻². Díky nízkému atomovému číslu, beryllium způsobuje velmi nízkou kontaminaci plazmatu, avšak s nízkou teplotou tání není možné použít beryllium v divertoru, kde energetické zatížení dosahuje hodnot 10 MW · m⁻². Další výhodou beryllia je, že při oxidaci tvoří stabilní oxid beryllia (BeO).

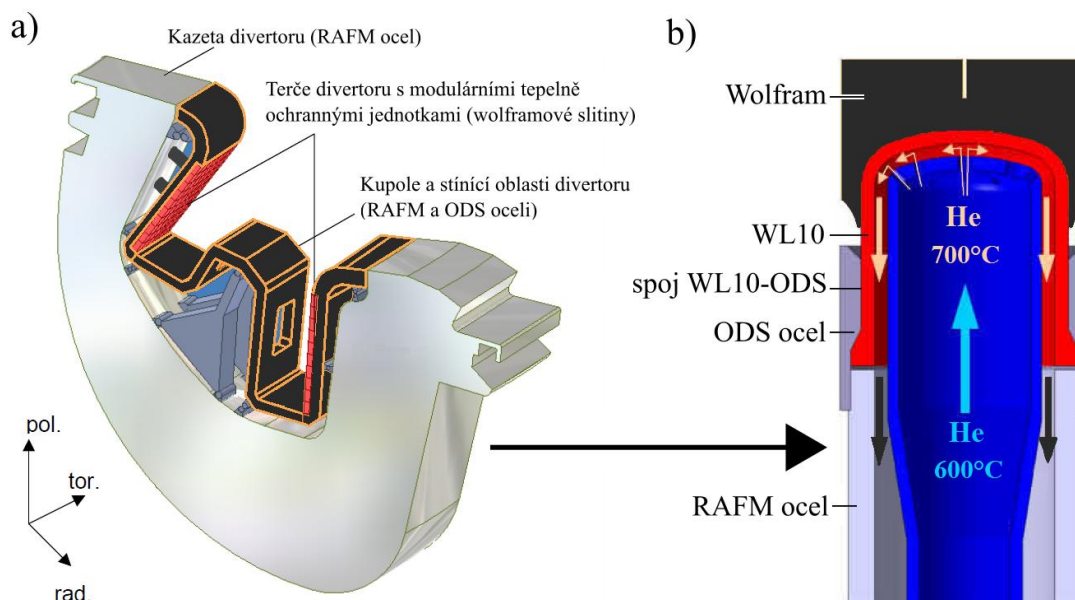
Wolfram je považován za nejperspektivnější kandidátní materiál pro komponenty první stěny v budoucích fúzních reaktorech. Dále má nejvyšší bod tání ze všech potencionálních prvků a také má vysokou odolnost proti rozprašování, což z něj činí vhodnou volbu pro komponenty divertoru, které budou mít delší životnost. Nicméně wolframové slitiny mají problém hned s několika typy křehkostí (nízkoteplotní, vysokoteplotní, rekrytalizační,

indukovaná radiační). Znamená to nižší houževnatost a ztrátu tažnosti se změnami teploty, navíc podléhá neutronovému záření, které může způsobit objemové změny. Wolfram nemůže být použit pro teploty nižší než je tranzitní teplota, která způsobuje interkrystalický lom, který je důsledkem slabší koheze hranic W-W [4, 5].

3.1.5 Materiály divertoru

Divertor je zařízení, které odsává vyhořelé palivo (helium) a nečistoty vytvořené termonukleární reakcí z plazmatu. Je nezbytný pro udržení čistoty plazmatu a pro dlouhodobý provoz reaktoru jaderného štěpení. Protože se předpokládá, že materiál terčů vydrží pouze krátkou dobu, jsou moduly divertoru uchyceny pouze rychlozámky, aby mohly být moduly průběžně vyměňovány. Divertor jako hlavní komponenta na rozhraní mezi plazmatem a povrchů materiálů, proto musí snášet jak vysoké tepelné zátěže, tak zároveň poskytuje neutronové krytí pro plášť vakuové komory a magnetické cívky v blízkosti odchylovacího ústrojí (divertoru). Tato část fúzního reaktoru je navržena ve třech různých provedeních: divertor chlazený vodou, tekutým kovem a héliem. V této práci bude probírána varianta divertoru chlazeného héliem.

Divertor chlazený héliem (Obr. 4a) je navržen v různém množství konfigurací od největšího konceptu desky o rozměrech v řádu 1 m, přes konfiguraci T-trubice s rozměry v řádu 10 cm, až po velmi malou konfiguraci, tzv. prstový koncept o rozměrech řádu 1,5 cm. Trend vývoje konfigurace divertoru směřuje k použití malých modulárních jednotek, které by minimalizovaly tepelné napětí, a také umožnily rozmístění tepelného toku. Tyto požadavky splňuje tzv. prstový koncept, který je zobrazen na Obrázku 4b. Všechny tyto návrhy využívají wolframu nebo wolframové slitiny (WL10) jako materiálu, který vyžaduje materiálový vývoj k rozšíření provozní teploty omezené dolním limitem 600 °C (hodnota určena tranzitní teplotou wolframu) a horním limitem 1300 °C (hodnota určena rekrystalizací wolframu). Při návrhu tohoto prstového konceptu (Obr. 4b) jsou možné dvě varianty spojení. První možnost spojení je umístění měděného přechodového dílu mezi chladicí prst z wolframové slitiny WL10 a konstrukční desku z ODS oceli. Tento díl kompenzuje velký nesoulad mezi tepelnou roztažností wolframu a oceli. Druhá možnost spojení těchto komponent je pomocí technologie tvrdého pájení. Koncept je navržen tak, aby dokázal pojmout dopadající tepelný tok nejméně $10 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2}$ [6, 7].



Obr. 4 a) Kazeta divertoru b) Modulární jednotka kazety divertoru [7]

3.2 ODS MATERIÁLY (KONSTRUKČNÍ MATERIÁL)

Oxidačně disperzně zpevněné (ODS) materiály jsou vyráběny práškovou metalurgií, speciálně procesem mechanického legování. Tyto slitiny jsou určeny zejména pro vysokoteplotní aplikace (950 °C a výš) v jaderném průmyslu, kde uplatňují specifické vlastnosti, jako jsou vysoká odolnost proti tečení, vynikající korozní odolnost, radiační odolnost. ODS materiály jsou zpevněny nanočásticemi stabilního oxidu (v dnešní době zejména oxidem yttria), které působí jako překážky proti pohybu dislokací a spolu s vysokým obsahem chromu zajišťují žáruvzdornost a odolnost proti oxidaci [8, 9].

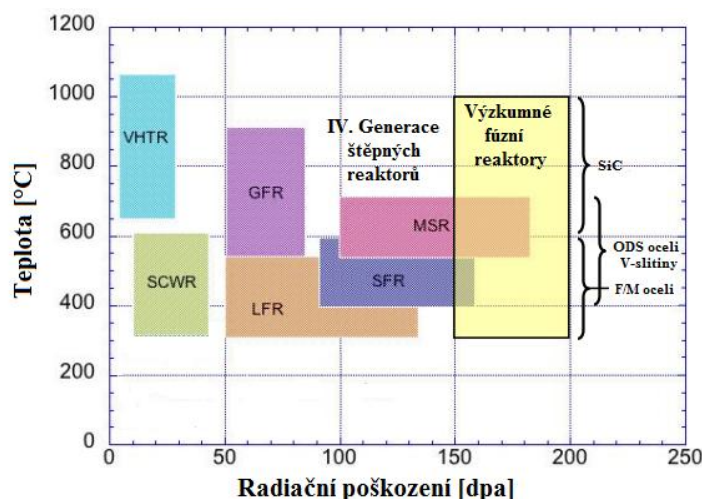
ODS slitiny musí splňovat tyto požadavky:

- oxid musí být stabilní,
- velikost částic oxidu 10 až 50 nm,
- množství oxidu 0,4 až 4 obj. %,
- střední vzdálenost mezi částicemi 50 až 300 nm,
- teplota tavení vyšší než 1300 °C [10].

3.2.1 Historie, vývoj a aplikace ODS materiálů

Původní MA (Mechanical alloying = Mechanické legování) proces byl objeven jako vedlejší produkt při výzkumu společnosti INCO (The International Nickel Company). Tato technologie byla vyvinuta v roce 1966 jako část programu na výrobu slitin, která kombinovala výhody disperzně zpevněných oxidů s vytvrzenými precipitáty fáze gamma v superslitině na bázi niklu. V roce 1970 představil vědecký pracovník Benjamin průkopnický rozvoj techniky mletí pomocí kulových mlýnů pro komplexní ODS oceli. Jedno z prvních použití ODS materiálů byly vysokoteplotní aplikace, jako například použití u částí tryskových motorů. Tato jedinečná metoda byla úspěšně použita pro přípravu jemných, rovnoměrně rozložených částic oxidů (Al_2O_3 , Y_2O_3 , ThO_2) v niklových superslitinách [8].

Feritické ODS oceli jsou schopné odolávat radiačnímu poškození, které je měřeno v dávkách neutronů viz Obrázek 5, proto byly v roce 1987 použity jako materiály pro opláštění palivových tyčí ve francouzských rychlých štěpných reaktorech chlazené sodíkem (Phénix, Superphénix). V současné době jsou navrhovány jako kandidátní materiály na opláštění palivových tyčí a prvků chladicího okruhu jaderných štěpných reaktorů IV. generace, a také pro fúzní reaktory typu tokamak [11, 12].

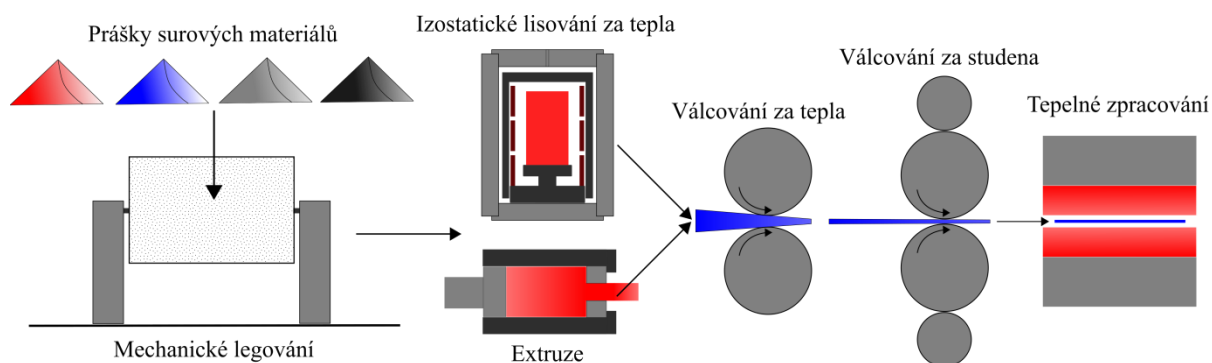


Obr. 5 Nároky na konstrukční materiály ve štěpných a fúzních reaktorech [12]

V roce 2024 je plánována výstavba první fúzní elektrárny tokamak DEMO, ve které se uvažuje o použití feritické ODS oceli ve formě povlaku, která bude nanášena na tzv. „první stěně“, která by měla pracovat za teplot vyšších než 750 °C a odolat radiačnímu poškození o dávce 30 až 100 dpa. Dále je feritická ODS ocel navrhována v rychlých štěpných reaktorech chlazených sodíkem (Sodium cooled Fast Reactor = SFR) jako kandidátní materiál na opláštění palivových tyčí, kde je pracovní teplota 350 až 700 °C a radiační poškození 200 dpa [12].

3.2.2 Výroba ODS slitin

ODS slitiny jsou vyráběny práškovou metalurgií. Schematický postup výroby ODS je zobrazen na Obrázku 6.



Obr. 6 Schematický postup výroby ODS materiálu [11]

Technika mechanického legování byla speciálně vyvinuta pro mísení kovových a nekovových prášků (např. žáruvzdorné oxidy) s kontrolovanou mikrostrukturou a morfologií v mlecích mlýnech. Po mechanickém promísení částic prášku nastává jeho zhutňování, například izostatickým lisováním nebo protlačováním za tepla, kde je poté ihned zpracován válcováním za tepla s následným tepelným zpracováním. [8, 13].

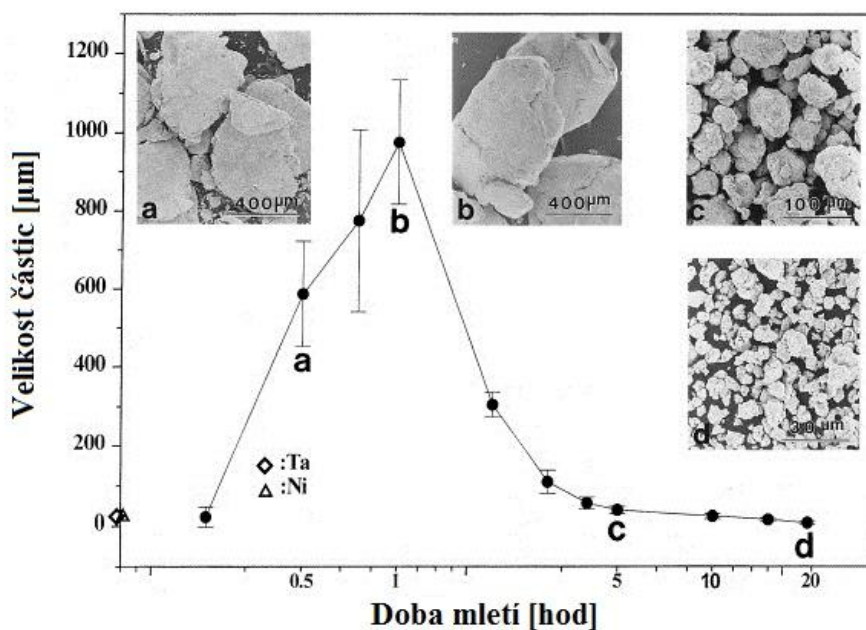
Surové materiály

Surové materiály používané pro mechanické legování disperzně zpevněných superslitin jsou široce komerčně dostupné v podobě čistých prášků, které mají různou velikost částic od 1 do 200 μm . Tato velikost částic prášku nemusí být směrodatná, kromě toho, že musí být menší, než je velikost mlecího média. Velikost částic prášku je snižována exponenciálně s časem, a proto se dosahuje hodnot přibližně mikrometrů až po několika minutách mletí.

Tyto prášky jsou rozděleny do následujících kategorií: čisté kovy, předlegované prášky a žáruvzdorné směsi. Čisté kovy jsou například nikl, chrom, železo, kobalt, wolfram, molybden a niob. Předlegované prášky zahrnují sloučeniny na bázi niklu s poměrně velkým množstvím seskupených prvků (hliník, titan, zirkon nebo hafnium), které splňují jak funkci legované složky, tak mohou být použity pro vyvážení nečistot. Ke tvorbě ODS slitin se používají tři základní směsi prášků: tvárné-tvárné, tvárné-křehké a křehké-křehké [9, 13].

Mechanické legování

Podstatou MA procesu je syntéza kompozitu s řízeným, rovnoměrným rozložením druhé fáze v kovové matici. Samotný proces začíná u míchání prášků ve správném poměru a vkládání práškové směsi do mlýna spolu s brusným médiem (zpravidla ocelové kuličky). Tato směs se potom mele po dobu, dokud není dosaženo požadovaného stavu, a dokud není složení každé práškové částice stejné jako poměr prvků ve výchozí práškové směsi. Závislost velikosti částic na době mlecího procesu je zobrazena na Obrázku 7 [8, 10, 13].



Obr. 7 Závislost velikosti částic na době mletí [13]

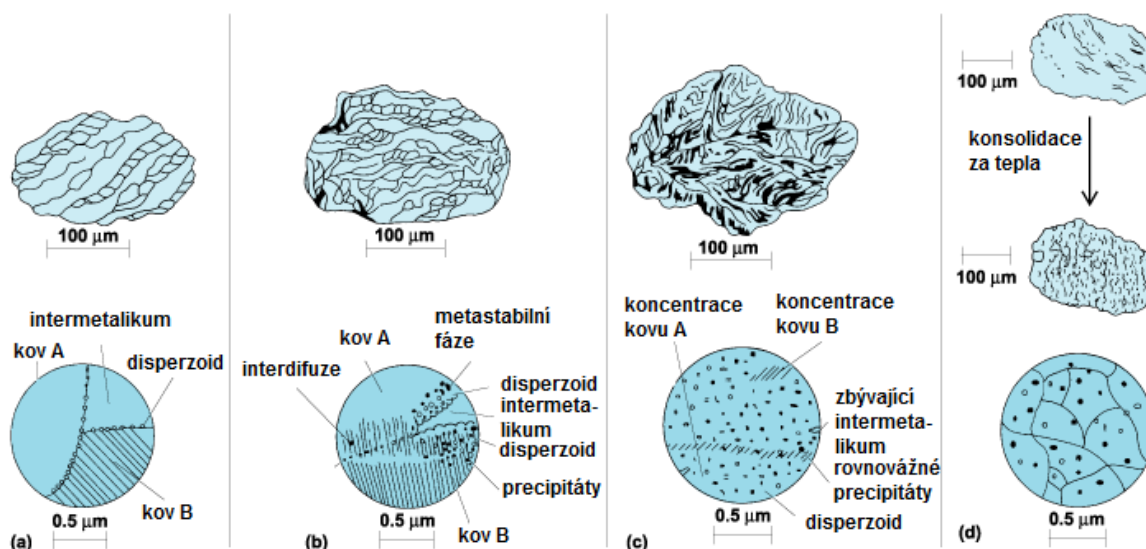
Mletí

Cílem této fáze procesu výroby je mletí prášku za účelem snížení velikosti, směšování, promíchávání a následného tvarování částic. Tato fáze procesu je velice důležitá pro rovnoměrné rozložení oxidů yttria, které při nekorektně zvolených podmínkách mohou způsobit pokles mechanických vlastností (lomová houževnatost) nebo snížení radiační odolnosti v podobě radiační zkřehnutí.

Mechanické legování ovlivňují tyto faktory:

- typ mlýnu a mlecího média,
- mlecí prostředí,
- teplota a doba mletí,
- poměr hmotnosti mlecího média k hmotnosti prášku,
- mlecí atmosféra,
- materiál nástroje (mlýnu).

Velikost částic v prvotním stádiu mletí pozvolně narůstá, to je způsobeno tím, že tvárné částice prášku jsou spojovány (svařovány) dohromady. Jemné disperzoidy, například Y_2O_3 mají tendenci se roztříštit/rozdrtit a obvykle se implementují do objemu tvárné fáze v mezi-vrstevných prostorech (Obr. 8a). Složené částice v této fázi mají charakteristickou vrstvenou strukturu, která je sestavena z různých kombinací výchozích složek. S pokračující plastickou deformací jsou částice více poškozovány a vznikají úlomky. Takto generované fragmenty se podílejí na dalším snižování velikosti částic (Obr. 8b). Tendence k poškozování částic v této fázi převažuje nad mechanismem spojování za studena. Proces pokračuje opakovaným lomem a svážením částic jednotlivých složek za studena mlecími koulemi. Struktura částic se neustále uhlazuje, ale velikost částic zůstává stejná. V důsledku toho se mezi-vrstevná vzdálenost snižuje, počet vrstev v částici se zvyšuje a křehké částice jsou rovnoměrně rozptýleny (Obr. 8c). Proces je zakončen zhutněním prášku za tepla (Obr. 8d) [10, 13].



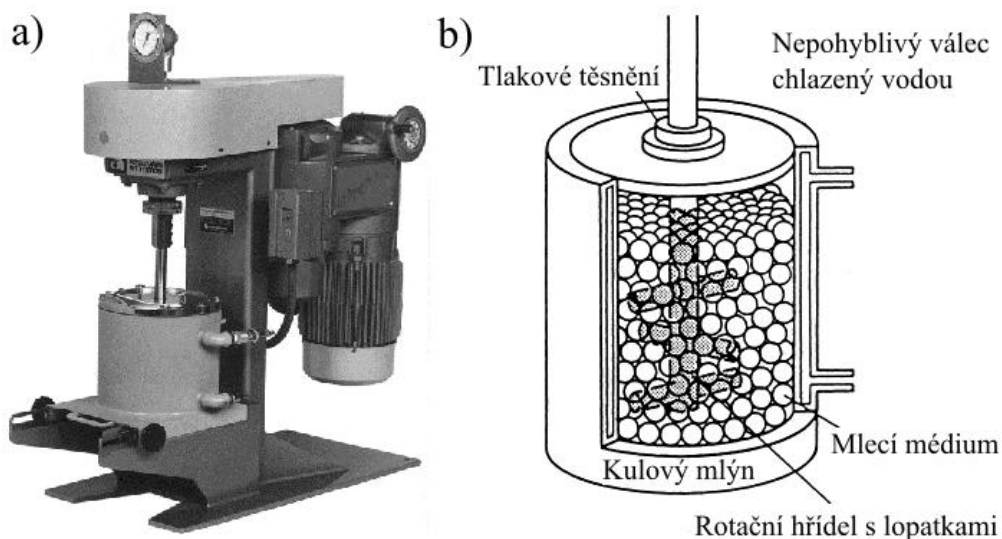
Obr. 8 Princip mechanického legování a) intenzivní svaření za studena b) lom (roztržení) c) ztlumení svaření za studena d) konec procesu [10]

Typy mlýnů

Ve výrobě ODS slitin lze mletí provádět v nízko-energetických mlýnech (bubnových mlýnech) nebo také ve vysoce-energetických mlýnech (attritorech a planetových mlýnech). Tyto mlýny se liší ve své funkci, účinnosti mletí a dodatečných opatření pro chlazení, vytápění, atd.

1) Attritor

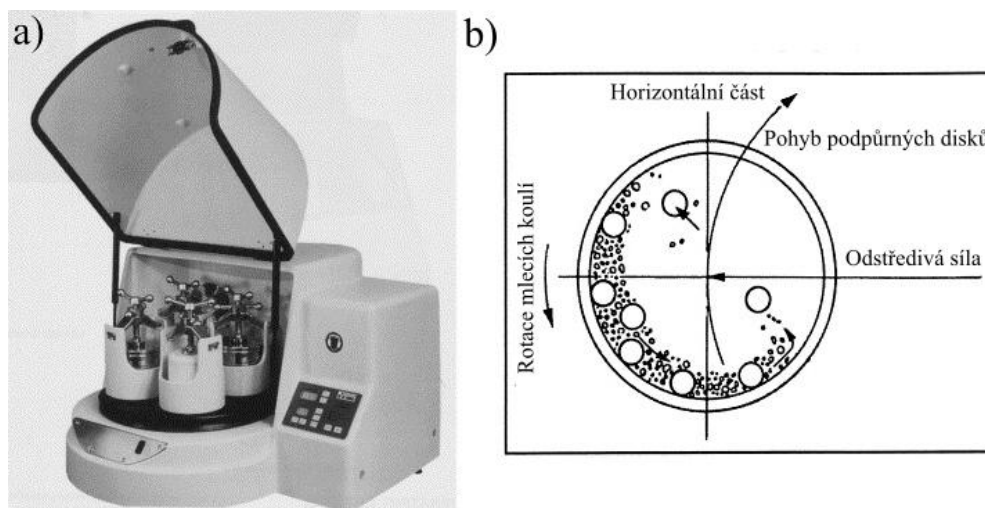
Attritor je vysoce-energetický mlýn (Obr. 9a), který byl zaveden do průmyslu v roce 1922. Kapacita attritoru se pohybuje v rozmezí od 0,5 do 40 kg prášku. Při samotném mlecím procesu se ve středu nepohyblivého válce pohybuje míchadlo, které je složeno ze svislého rotačního hřídele s vodorovně upevněnými lopatkami (Obr. 9b). Obsluha attritoru je velice jednoduchá. Prášek je umístován do stacionárního válce, kde je směs promíchána hřídelem s lopatkami, která se otáčí rychlostí 250 otáček za minutu. Laboratorní attritory pracují až 10krát rychleji než běžné kulové mlýny [8, 13].



Obr. 9 a) Model attritoru 1-S b) Uspořádání komponent v attritoru [13]

2) Planetový mlýn

Dalším nejrozšířenějším mlýnem je vysoce-energetický planetový mlýn (zobrazen na Obrázku 10a), který může najednou zpracovat pouze několik stovek gramů prášku. Mlecí nádoby rotují kolem vlastní osy a v opačném směru kolem společné osy talířového kola. Díky vlivu odstředivé síly je prášek tlačěn na stěnu nádoby a dochází tak k mletí média. K mletí dochází při vysokých rychlostech 360 otáček za minutu (Obr. 10b). Poměrně velké odstředivé síly dosahované u planetového typu mlýna umožňují krátkou dobu mletí [8, 13].



Obr. 10 a) Model planetového mlýnu PulverisetteP-5 b) Řez planetovým mlýnem [13]

Konsolidace prášku

Požadovaného tvaru, rozměrů a vlastností ODS slitin se dosáhne zhuťováním prášku s použitím tlaku. Metody formování prášku s použitím tlaku jsou kování, izostatické lisování, průtláčné lisování, válcování, lisování za tepla. Pokud se nebude přihlížet ke gradientům napětí a hustoty, které jsou zapříčiněny třením na stěnách přípravku, je docílená hustota výlisku jen funkcí tlaku. Výsledná disperze nanočástic oxidů je ovlivněna konsolidační teplotou.

S rostoucím tlakem probíhají ve výlisku následující pochody:

- Dochází k uspořádání částic, odstraňují se vzniklé shluky a zaplňují se dutiny.
- Zvětšuje se kontakt mezi částicemi v důsledku plastické deformace a povrch částic se vyrovnává. Oxidační vrstva se trhá a mechanickým spojením částic dochází k tvorbě jejich aglomerátu. Částice se zpevňují.
- Při dalším vzrůstu tlaku dochází ke zvětšení kontaktní plochy mezi částicemi a dalšímu zpevnění částic. Zvětšuje se adheze mezi částicemi a částice, u kterých byla vyčerpána jejich plasticita, se rozpadají.

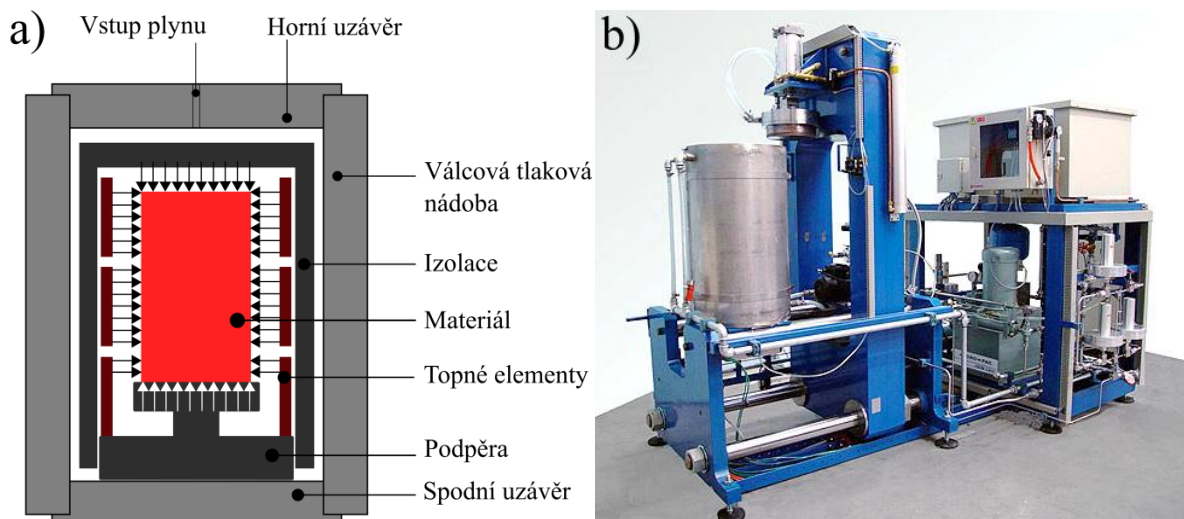
Vybrané technologie konsolidace prášku

1) Izostatické lisování za tepla (Hot isostatic dressing = HIP)

Metoda izostatického lisování prášku za tepla se provádí při teplotách až 2000 °C. Uvnitř tlakové nádoby je nainstalováno topné zařízení (Obr. 11a). Významnou součástí je tepelně izolační materiál ve tvaru válce, který má za úkol oddělit pracovní prostor od ocelové tlakové nádoby, jejíž teplota nesmí překročit 150 °C, aby se nesnížila pevnost ocelového pláště [10].

V průběhu výrobního procesu je prášková směs vložena do kontejneru (patrony), který je většinou z tenkých svařených plechů, nebo keramické formy. Kontejner je postupně zahříván, odplyní se vakuováním, a tím se odstraní vzduch a vlhkost z prášku. Patrona

je poté hermeticky utěsněna a vložena do pracovního prostoru lisu, kde je izostaticky lisována. Na těleso působí rovnoměrně ze všech stran tlak inertního plynu (argon, helium). Tato média slouží pro přenos tlaku. Použití vysokého tlaku (až do 200 MPa) inertního plynu a vysoké teploty se dosáhne odstranění vnitřních dutin a pevné vazby v materiálu. Doba trvání procesu se pohybuje v rozmezí od 2 do 6 hodin. Kontejner může být odstraněn obráběním (jednoduché tvary) nebo loužením kyselinou (komplexní tvary). Výsledkem HIP procesu je čistý homogenní materiál s jednotnou velikostí zrn a s hustotou, která se blíží 100 %. Na Obrázku 11b je zobrazeno kompletní laboratorní zařízení [10, 14].



Obr. 11 a) Schéma tlakové nádoby pro HIP b) Laboratorní zařízení pro HIP [10]

2) Protlačování (Extrusion)

Mimo lisování a válcování za tepla je možné prášky zhutňovat protlačováním. Tímto způsobem je možné tvarovat součásti za studena i za tepla. V případě průtláčného lisování za normální teploty je směs z prášku a plastifikátoru lisována přes trysku do formy tyčí nebo trubek. Plastifikátor je přísada, obvykle organická látka, která se přidává ke kovovým práškům pro vznik plastické těstovité hmoty vhodné ke tvarování. Protlačováním za tepla se většinou zvýší teplota (slinovací teplota) nad teplotu rekrystalizace, a tím se dosáhne vyšší pevnosti a větší redukce průřezu. Extrudováním se většinou tvarují profilové polotovary, trubky a tyče popřípadě součásti nevhodné k lisování, které mají poměrně velkou délku (ve vztahu k průřezu) [10, 14].

Lisovací tlak je zde zprostředkován např. pomocí pístu nebo šneku. Tento proces má velmi nízké protlačovací rychlosti ($5 \text{ až } 10 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$). Jemné prášky vyžadují vyšší pracovní tlaky než v případě protlačování hrubých prášků, protože zde vzniká více spojů, které se v procesu lámou a opět spojují (svažují). Velmi efektivní je průtláčné lisování slinutých materiálů disperzně zpevněných oxidy, u kterých se dosahuje prakticky bezpórezní struktury. Přímé protlačování je znázorněno na Obrázku 12a a nepřímé protlačování na Obrázku 12b [10, 14].



Obr. 12 Způsoby protlačování: a) přímé protlačování b) nepřímé protlačování [10]

3.2.3 Druhy ODS materiálů a jejich vlastností a použití

Oxidačně disperzně zpevněné slitiny jsou rozděleny do dvou skupin. Na bázi železa: MA 956, MA 957, PM 2000, ODM 751, ODS EUROFER a na bázi niklu: MA 754, MA 758, MA 760, MA 6000, PM 1000 a PM 3030. Chemické složení výše zmíněných slitin je uvedeno v Tabulce 2.

Tabulka 2 Chemické složení vybraných komerčních ODS slitin [9, 11]

Distributoři	Označení slitiny	Chemické složení [%]											
		Cr	Al	Ti	W	Mo	Ta	Y ₂ O ₃	C	B	Zr	Ni	Fe
Special Metals Cor.	MA754	20,0	0,30	0,50				0,60	0,05			báze	
Special Metals Cor.	MA758	30,0	0,30	0,50				0,60	0,05			báze	
Special Metals Cor.	MA760	20,0	6,00		3,50	2,00		0,95	0,05	0,01	0,15	báze	
Special Metals Cor.	MA6000	15,0	4,50	2,50	4,00	2,00	2,00	1,10	0,05	0,01	0,15	báze	
Special Metals Cor.	MA956	20,0	4,50	0,50				0,50	0,05				báze
Special Metals Cor.	MA957	14,0		0,90		0,30		0,25	0,01				báze
Dour Metal S. A.	ODM751	16,5	4,50	0,60		1,50		0,50	0,05				báze
PlanseeGmbH	PM2000	19,0	5,50	0,50				0,50	0,05				báze
PlanseeGmbH	PM1000	20,0	0,30	0,50				0,60	0,05			báze	3,00
PlanseeGmbH	PM3030	17,0	6,00		3,50	2,00	2,00	0,90	0,05		0,15	báze	
PlanseeGmbH	Eurofer	9,0	0,01		1,11	0,01	0,08	0,30	0,07				báze

Díky nižšímu difúznímu koeficientu vykazují austenitické ODS slitiny lepší odolnost proti tečení a kvůli minimálnímu obsahu chrómu a hliníku dostačující odolnost proti oxidaci. Ale jejich odolnost proti hrubnutí částic oxidů (strukturní stabilita), která je dána součinem rozpustnosti oxidu v matici a jejím difúzním koeficientem, je nízká. Na rozdíl od feritických ODS slitin, ve kterých nedochází tak rychlému hrubnutí částic oxidů (dáno předchozím součinem). Z tohoto důvodu je použití feritických ODS slitin dominantnější [15].

ODS na bázi železa jsou nejlepší volbou ze slitin, které odolávají oxidačnímu prostředí, proto jsou používány jako kandidátní materiály pro vysoké teploty až 1100 °C v tepelných výměnících. Při této teplotě mají mez pevnost při tečení 40 MPa (hrubozrnná struktura) a 6 MPa (jemnozrnná struktura). Nevýhody těchto slitin jsou poměrně nízká tažnost, a také anizotropní mechanické vlastnosti. V současné době jsou ODS oceli schopné tvořit ochranné vrstvy oxidu hlinitého. Takto pokryté ODS oceli nachází další uplatnění jako aplikace v budoucích jaderných zařízeních, a vzhledem k jejich odolnosti proti korozi také v agresivním prostředí vody. Další aplikace mohou být například ve spalovacích komorách proudových motorů, hořácích a tryskách v kotlích nebo také v příslušenství tepelného zpracování [9, 13, 15].

ODS na bázi Ni

Slitina MA 754

Patří do skupiny prvních mechanicky legovaných ODS slitin, které byly produkovány sériově. Tato slitina na bázi niklu s 20 hmot. % chrómu je zpevněna přibližně 1 obj. % oxidu yttria. MA 754 je srovnatelná s dřívější ODS slitinou TD NiCr, která byla zpevněna oxidy thoria, ta však neodolávala radiaci. Vzhledem ke svým vlastnostem, jako jsou vysoká pevnost za teplot přibližně 1000 °C, odolnost proti tepelné únavě a rozměrové stabilitě, je široce používána jako materiál lopatek v proudových motorech, a dále jako zkušební přípravek pro vysokoteplotní aplikace [9, 10].

Slitina MA 758

Je upravená verze MA 754, která má podobné mechanické vlastnosti. Díky vyššímu obsahu chrómu ji lze použít i při teplotách 1150 °C, kde je nutná výborná odolnost proti oxidaci, jako například v průmyslu tepelného zpracování nebo také ve sklářském průmyslu [9, 10].

Slitina MA 760

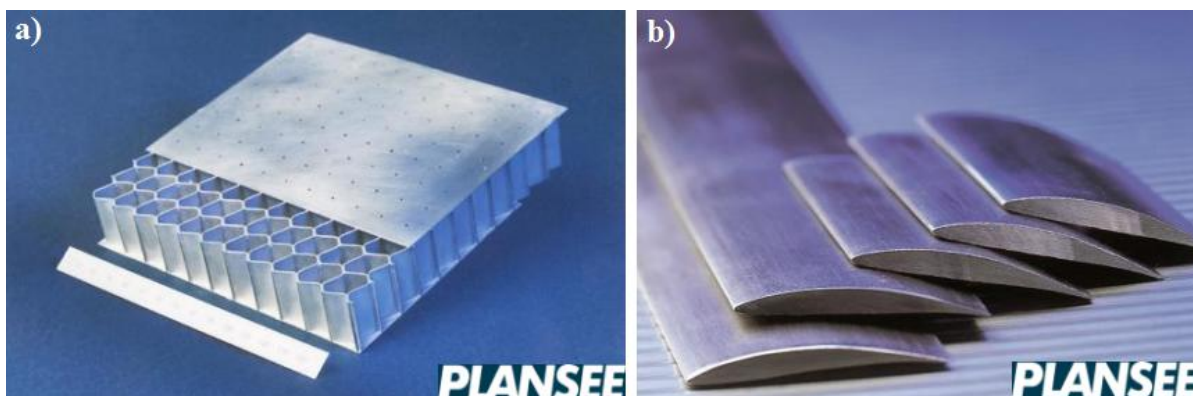
Je precipitačně vytvrzená slitina na bázi niklu s chemickým složením, které poskytuje žárupevnost, dlouhodobou strukturní stabilitu a odolnost vůči korozi. Předpokládané využití této slitiny je v leteckých proudových motorech. Její výborné vlastnosti jsou zaručeny vytvrzovací fází γ' . Další výhodou je tepelné zpracování v pásmu žíhacích teplot, které vytvoří hrubé podlouhlé zrna, ty pak slitině zajišťují větší žárupevnost, než má například slitina MA 754 [9].

Slitina MA 6000

Její složení bylo vytvořeno na základě filozofického rozvoje podobných slitin u propracovaných tvářených a litých superslitin. Tento materiál obsahuje mezní rovnováhu prvků tak, aby byla zaručena žárupevnost, korozivzdornost a žáruvzdornost. MA 6000 kombinuje zpevnění vytvrzovací fáze γ' z hliníku, titanu a tantalu spolu s oxidačně disperzně zpevněnou strukturou yttriem. Odolnost proti oxidaci zaručují složky hliníku a chrómu. Prvky jako titan, tantal, chrom a wolfram společně poskytují odolnost proti sulfidaci. Wolfram a molybden významně zpevňují tuhý roztok slitiny. MA 6000 je vhodná slitina pro lopatky a klapky proudových motorů v letectví, kde je požadována mimořádná pevnost za vysokých teplot až 1000 °C [9, 10].

Slitina PM 1000

Austenitická ODS slitina PM 1000 vychází z materiálu INCONEL MA 954, který je obohacený o disperzně zpevněné oxidy yttria. Slitina s hrubozrnnou strukturou poskytuje vysokou pevnost za zvýšených teplot a odolnost proti tečení. S 20% hmot. obsahem chrómu vykazuje PM 1000 výborné žáruvzdorné vlastnosti. Typické oblasti použití jsou například pájené plástvové díly (honeycomb) odolávající vysokým teplotám v leteckém průmyslu (Obr.13a) a rozváděcí (statické) lopatky v proudových motorech (Obr. 13b) [16].



Obr. 13 ODS slitina PM 1000 použitá jako a) pájené honeycomb součásti b) vodící lopatky proudového motoru [11]

Slitina PM 3030

ODS slitina na niklové bázi s austenitickou maticí je podobná svým chemickým složením slitině MA 6000. V materiálu se nachází koherentní fáze γ' Ni_3Al , dále je matrice zpevněna o prvky molybdenu tantalu a wolframu. Slitina PM 3030 je vyráběna společností Plansee GmbH [17].

ODS na bázi Fe

Slitina MA 956

Feritická Fe-Cr-Al slitina disperzně zpevněná $YAlO_3$ je vytvořena za přídavku 1 obj. % yttria. MA 956 byla vyráběna v nejširším rozsahu ze všech forem produktů mechanicky legovaných ODS slitin, protože je obecně dobře zpracovatelná za studena i za tepla. U slitin, které jsou vyráběny válcováním (převážně plechy), mohou být po jejich tepelném zpracování nalezena zrna velkých placatých tvarů (pancake-shape). Výsledná struktura zrn zajišťuje výborné izotropní vlastnosti ve směru válcování. MA 956 je využívána jako materiál pro pecní přípravky, regály, koše a trysky hořáku v závodech tepelného zpracování. Dále je jako pokročilý materiál aplikována u leteckých komponent, kde uplatňuje dobrou pevnost za vysokých teplot spolu s odolností proti oxidaci a sulfidaci [9].

Slitina MA 956 má velmi vysoký bod tání, relativně nízkou hustotu (v porovnání s ostatními ODS slitinami) a relativně nízký koeficient teplotní roztažnosti. Tyto vlastnosti jsou uvedeny v Tabulce 3.

Tabulka 3 Porovnání fyzikálních vlastností vybraných ODS slitin [9]

Označení slitiny	Teplota tání	Modul pružnosti	Hustota	Koeficient teplotní roztažnosti od 20 do 980°C
	[°C]	[GPa]	[g · cm ⁻³]	[$\mu\text{m} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]
MA 754	1400	151	8,30	16,9
MA 956	1480	269	7,20	14,8
MA 6000	1296-1375	203	8,11	16,7
PM1000	1408	210	8,24	16,9
PM2000	1483	215	7,18	15,1

Slitina MA 957 (ODM 401)

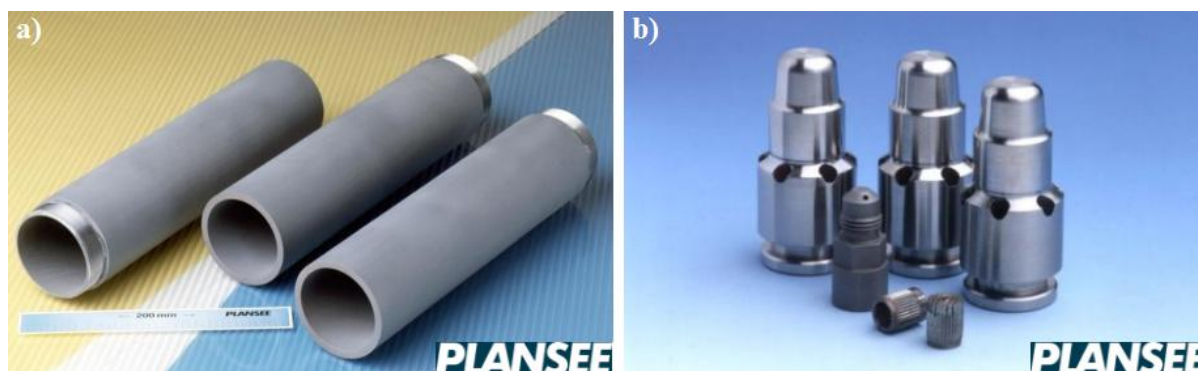
Slitina ODM 401 je chemickým ekvivalentem ODS slitiny MA 957. Slitina MA 957 s 14 hmot. % chrómu je jednou z ODS ocelí vyvinutou v šedesátých až sedmdesátých letech minulého století, jako konstrukční materiál pro výrobu trubek u rychlých štěpných reaktorů. Slitina je takto používána zásadně kvůli její vysokoteplotní pevnosti a odolnosti proti tečení v prostředí radiace. O této slitině je v současné době uvažováno jako o pokročilém materiálu pro obálky a tepelné výměníky ve fúzních reaktorech [18].

Slitina ODM 751

Feritická slitina ODM 751 má dobrou odolnost proti atmosférické korozi (díky své Fe-Cr-Al matici). Tento materiál s 16 hmot. % chrómu poskytuje nejlepší kompromis mezi pevností, tvárností a odolností proti oxidaci. Vynikající výsledky creepových vlastností byly nalezeny u slitiny ve formě tyčí. Po expozici 1000 hodin při teplotě 1100 °C vykazovala slitina ODM 751 vyšší mez pevnosti při tečení ve srovnání se slitinou MA 956 o 20 MPa [19].

Slitina PM 2000

Feritická slitina PM 2000 je vysoce odolná proti oxidaci, kvůli homogennímu disperznímu zpevnění částicemi Y_2O_3 . Mikrostruktura po tepelném zpracování je hrubozrnná a přispívá tak k odolnosti proti tečení až do 1350 °C. Tato ODS slitina se používá v oxidačních atmosférách při vysokých teplotách, a to vzhledem ke svému vysokému obsahu chrómu a hliníku, pomocí kterých se tvoří kompaktní a přilnavá vrstva oxidů Al_2O_3 . PM 2000 se používá jako materiál pro bezešvé hořákové trubice (Obr. 14a), trysky hořáku s nízkou tvorbou NO_x (Obr. 14b) v průmyslu tepelného zpracování, míchadlech ve sklářském průmyslu, komponentech spalovacích motorů, i jako pouzdra termočlánků [16].



Obr. 14 ODS slitina PM 2000 použitá jako a) bezešvé hořákové trubice
b) trysky hořáků s nízkou tvorbou NO_x [11]

ODS Eurofer

Nízkoaktivační feriticko-martenzitická ocel ODS Eurofer je homogenně disperzně zpevněná jemnými a stabilními oxidy yttria. Tato slitina byla vyvinuta z oceli Eurofer 97, která má podobné chemické složení, avšak není obohacená o nanočástice Y_2O_3 . Ocel ODS Eurofer by měla být využívána ve štěpných reaktorech jako materiál na opláštění palivových tyčí a prvků chladicího okruhu štěpných reaktorů IV. generace [20].

3.2.4 Vlastnosti ODS materiálů

Radiační poškození

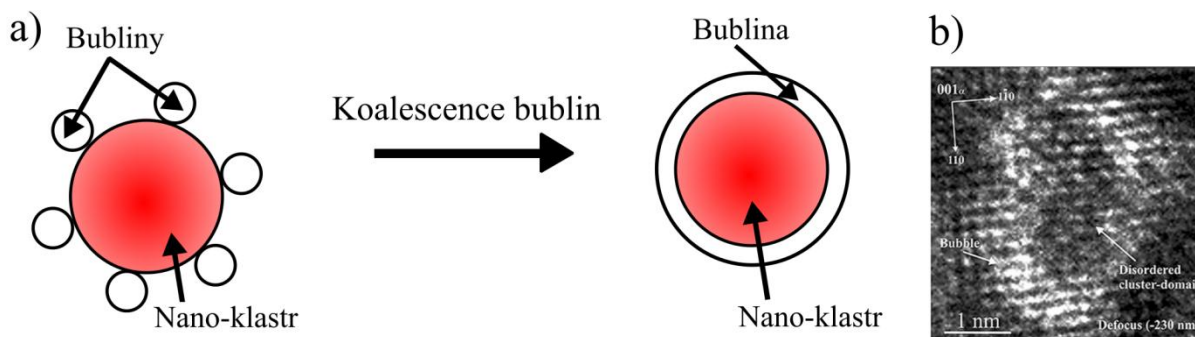
Radiační poškození způsobuje radiační záření, které je schopno vyvolat změny ve struktuře materiálu doprovázené změnou mechanických vlastností. Z různých typů záření (α , β , γ a neutrony) je z praktického hlediska nejvýznamnější složkou neutronové záření. Pro konstrukční materiály první stěny je kritickým problémem vysoké poškození vysokoenergetickými tzv. tepelnými neutrony, které jsou ve fúzních reaktorech intenzivnější, než ve štěpných reaktorech. Při penetraci neutronů materiálem, může dojít k pružnému rozptylu, nepružnému rozptylu, jaderné reakci s emisí nabitě částice, radiačnímu zachytu a v neposlední řadě ke štěpení jádra. Největší vliv na poškození struktury pružný a nepružný rozptyl.

Náraz neutronu do jádra atomu může vyrazit atom z jeho rovnovážné pozice, a vznikne tak primárně vyražený atom (dále jen PVA). V další fázi dráhy PVA dochází k vyražení dalších atomů z mřížkových poloh a ke vzniku tzv. kaskády kolizí. PVA je postupně zpomalován a na jeho dráze vznikají vakance a intersticiální atomy (Frenkelův pár). Na konci dráhy PVA nastává velmi rychlé odevzdání zbylé kinetické energie okolním atomům, což zvýší frekvenci kmitů mřížky (lokální zvýšení teploty na 1000 K po dobu 10^{-10} s), a je vytvořena zóna intenzivního poškození (velikost je odhadována na objem 10^4 atomů). Vzniká tak radiační poškození materiálu ve formě tvorby bodových poruch, dislokačních smyček, rychle ochlazených oblastí s fázově transformovanou strukturou. Jadernou reakcí s emisí nabitě částice (zejména bór) vznikají dokonce vodíkové nebo heliové atomy, které difundují k hranicím zrn a způsobují zkřehnutí materiálu. Množství hélia vytvořené termojadernými reakcemi je tak vysoké, že se v materiálu bude hromadit a vzhledem k tomu, že je rozpustnost hélia v jakékoli kovové matici nulová, je vysokoteplotní heliové křehnutí hlavním problémem materiálů.

Dávka ozáření se v případě materiálů nejlépe charakterizuje jednotkou dpa (počet přemístění na atom), neboli jaký zlomek atomů byl vyražen ze své mřížkové polohy.

K zamezení vysokoteplotního heliového křehnutí v ODS oceli slouží částice oxidu yttria, které jsou rozptýleny v oceli v dostatečném počtu (10^{23} částic \cdot m⁻³) o průměru menším než

5 nm a za podmínky, že s titanem tvoří tzv. Y-Ti-O komplexy. Y-Ti-O komplexy pak působí jako nukleační místa pro malé bubliny hélia, které většinou aglomerují kolem částice (Obr. 15a). Mechanismem polapením héliové bubliny nanočásticí oxidu, tak dochází k zamezení růstu oblasti s menší hustotou a ke zvýšení radiační odolnosti. Obrázek 15b zobrazuje snímek z HRTEM, kde byla ODS ocel vystavena ozáření těžkými ionty a héliem, a na kterém je vidět bílá oblast podobně uskupených héliových bublin kolem Y-Ti-O komplexu jako na Obrázku 15a [2, 3, 21].



Obr. 15 Radiační poškození héliem a) Mechanismus koalescence He bublin b) Aglomerace He bublin kolem Y-Ti-O komplexu na snímku z HRTEM [21]

Oxidace v prostředí SO₂ a O₂.

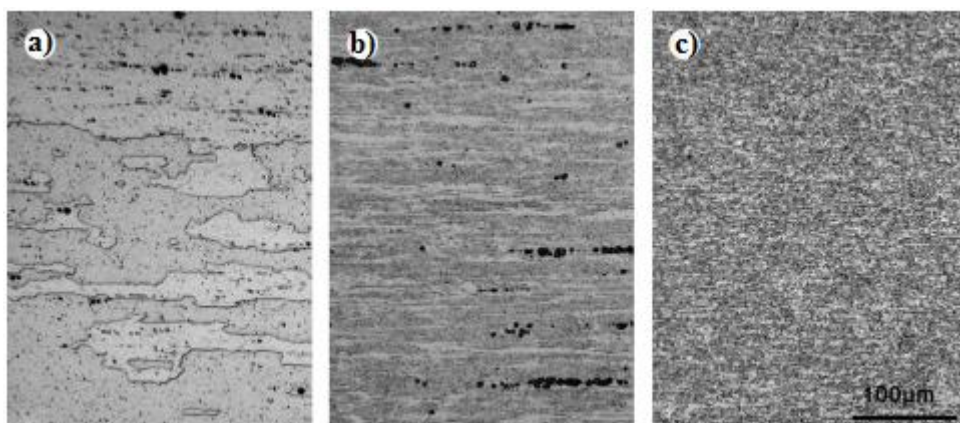
Slitiny Fe-Cr-Al a Ni-Cr-Al jsou velice důležité materiály pro většinu vysokoteplotních aplikací, speciálně pro letecké proudové motory.

V případě, že je prostředí na začátku expozice oxidační (tj. prostředí má dostatek kyslíku pro vytvoření ochranného filmu oxidu hlinitého nebo oxidu chromitého), budou slitiny vykazovat dobré žáruvzdorné vlastnosti a bude tak zajištěno neporušení ochranné bariéry (trhlinami nebo roztržitím vrstvy). V případě, že bude rozsah porušení vrstvy větší, může oxidace vést až k degradujícím účinkům materiálu. Většina slitin s vrstvou oxidu hlinitého mají silnou tendenci k hlubokému štěpení, kvůli tomu jsou slitiny s přísadou chrómu vhodnější. Pro použití slitin s přísadou hliníku, musí mít slitina také dostatek chrómu, aby se během expozice vytvořila rychle hojící vrstva buďto oxidu chromitého nebo oxidu hlinitého. Předpokládá se, že slitiny na bázi železa se budou lépe chovat v prostředí SO₂ než slitiny na bázi niklu, protože tvorba FeS způsobuje menší poškození, než tvorba NiS. To je důvod, proč se ODS oceli MA 956 a PM2000 chovají lépe v prostředí SO₂, než niklové superslitiny MA6000 a MA760 [22].

3.2.5 Mikrostruktura ODS ocelí

Podle typu a množství legovaných prvků (většinou podle chrómu) v ODS oceli může být mikrostruktura feritická, či feriticko-martenzitická. V ODS ocelích, které jsou běžně používány v energetickém průmyslu, jsou nejčastěji přítomny nízkoaktivační prvky nebo alespoň prvky s omezenou aktivací jako jsou Ti, V, Cr, Zr, W a Y. Chrom poskytuje oceli korozivzdornost, oxidační odolnost tvorbou povrchové ochranné vrstvy a stabilizuje feritickou strukturu. Hliník působí podobně jako chrom, také tvoří ochrannou oxidovou vrstvu. Titan zajišťuje odolnost vůči oxidaci a zabraňuje odpařování chromu během žhání a jeho malé množství navíc zabraňuje zkrěhnutí po hranicích zrn tvorbou precipitátů TiC a TiN. Tyto stabilní karbonitridy zpevňují tuhý roztok α -Fe. Wolfram zaručuje zvýšení tvrdosti a vysokoteplotní stability jemnými precipitáty typu M₂₃C₆. Molybden zlepšuje houževnatost oceli. Nejvýznamnější přísadou v ODS ocelích jsou rovnoměrně rozptýlené nanočástice stabilních oxidů (zejména oxid yttria), které působí jako překážky proti pohybu dislokací. Nanočástice oxidu yttria zlepšují mez pevnosti při tečení a zlepšují odolnost vůči radiačnímu poškození [9].

Mikrostruktury komerčních ODS slitin na bázi železa jsou zobrazeny na snímcích ze světelné mikroskopie. V důsledku výroby ODS ocelí práškovou metalurgií je struktura anizotropní (odlišné vlastnosti v různých směrech) a liší se jinou velikostí zrna (kvůli rozdílnému výrobnímu postupu při konsolidaci prášku, následným válcováním a tepelným zpracováním). Slitina MA956 (Obr. 16a) má relativně velkou velikost zrna, zatímco ocel PM 2000 (Obr. 16c) má jemnozrnnou strukturu. V mikrostruktuře oceli MA 957 (Obr. 16b) jsou vidět známky velkých částic sekundární fáze, které jsou řádkovitě usměrněny ve směru válcování [23].



Obr. 16 Mikrostruktura ODS ocelí a) plech MA 956 b) trubice MA 957 c) tyč PM 2000 [23]

Disperzní oxidy

Disperzní kulové oxidy (nejčastěji Y_2O_3) mají obvykle pod 1 obj. % s průměrnou velikostí částic okolo 1 až 30 nm.

Klasifikaci ODS slitin na základě jejich předpokládaného použití je možné rozdělit do dvou skupin. První skupinou ODS slitin jsou tzv. nanostrukturované feritické slitiny (NFA), které jsou určeny pro použití v jaderných aplikacích. Obsahují mezi 9 a 14 hmot. % Cr a jsou charakterizovány vysokou hustotou částic ($>10^{23}$ částic $\cdot m^{-3}$) a malou velikostí yttrium-titan oxidů s průměrem 1 až 5 nm. Tyto oxidy jsou schopné vytvořit mnohem větší mezipovrchový prostor dostupný pro zachycování a rekombinování bodových poruch. Vývoj NFA je zatím v rané fázi výzkumu, ale vědečtí pracovníci se domnívají, že nanometrické Y-Ti-O skupiny precipitátů jsou zodpovědné za vynikající tepelné a mechanické vlastnosti a dobré chování v radiačním prostředí.

V tomografii atomovou sondou (atom probe tomography = APT) byly indikovány Y-Ti-O precipitáty, které mají různé složení než stechiometrické fáze oxidu. APT také naznačuje, že některé Y-Ti-O skupiny precipitátů mají strukturu „core-shell“, ve kterém jádra obsahují vyšší koncentrace Y, zatímco slupky jsou obohacené Ti a O. HRTEM studie ukazují, že velké precipitáty Y-Ti-O jsou semikoherentní a oblasti bohaté na nanoprecipitáty Y-Ti-O jsou koherentní (Obr. 17c).

Varianty yttrium titanových oxidů, které byly nalezeny v ODS slitinách pro jaderné aplikace:

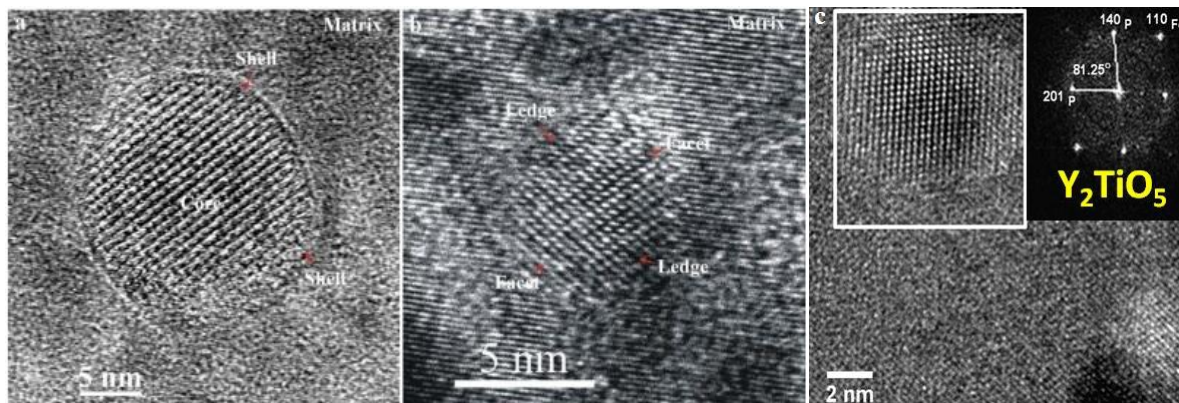
- pyrochlorová struktura $Y_2Ti_2O_7$,
- ortorombický Y_2TiO_5 ,
- ortorombický $YTiO_3$,
- ortorombický YTi_2O .

Druhou skupinou výše zmíněných ODS slitin určených pro použití při homologických a vysokých teplotách, jsou slitiny legované vyšší koncentrací Cr (16 až 20 hmot. %) a s nižší přísadou Al (přibližně 5 hm. %). Tyto prvky vytvářejí povrchově ochranné vrstvy oxidů. Takto legované ODS slitiny obsahují oxidy yttrito-hlinité, které jsou větší (10 až 30 nm) a s menší hustotou (10^{20} až 10^{21} částic \cdot m⁻³) než u předchozí skupiny. Tyto slitiny, které obsahují Y-Al také mají tendenci obsahovat nízký počet poměrně hrubých částic oxidů hlinitého a karbonitridu titanu [15, 24, 25].

Varianty yttrium hlinitkových oxidů, které byly nalezeny v ODS slitinách pro vysokoteplotní aplikace:

- tetragonální $Y_3Al_5O_{12}$ (YAT),
- perovskitová struktura $YAlO_3$ (YAP),
- hexagonální oxid (YAH),
- kubický yttrium hlinit granát (YAG),
- monoklinický $Y_4Al_2O_9$ (YAM).

Ve slitině s chemickým složením podobným ODS oceli typu ODM 751 jsou v největším počtu zastoupeny nanočástice oxidu s monoklinickou strukturou $Y_4Al_2O_9$ (YAM). Velké nanočástice (>20 nm) mají obvykle kulovitý tvar a mají tendenci být nekoherentní s maticí, zatímco malé nanočástice (<10 nm) jsou obvykle navázány fazetami a vaznicemi na rozhraní oxid-matrice a mají tendenci být koherentní nebo semikoherentní s maticí viz Obrázek 17 [24, 26].



Obr. 17 Snímky z HRTEM [26]

- a) velká částice $Y_4Al_2O_9$ (> 20 nm) nekoherentní rozhraní
b) malá částice $Y_4Al_2O_9$ (< 10 nm) semikoherentní rozhraní
c) malá částice Y_2TiO_5 (< 10 nm) koherentní rozhraní

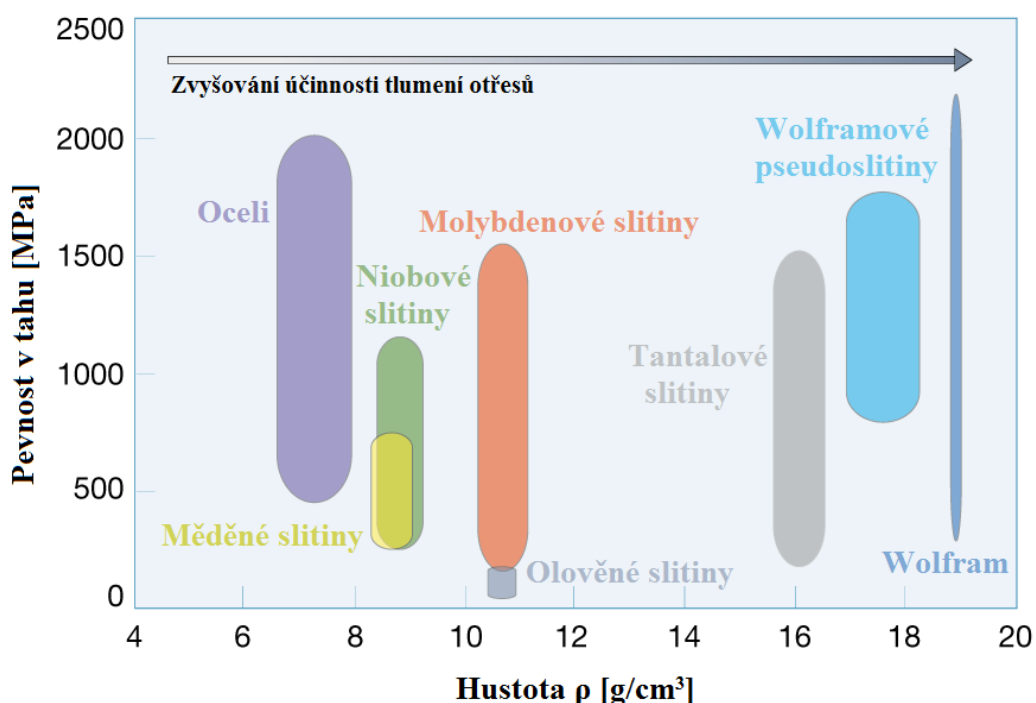
3.3 WOLFRAM (MATERIÁL PRVNÍ STĚNY)

Wolfram patří do skupiny žáruvzdorných kovů, které mají teplotu tání vyšší než platina (1772 °C). Tento prvek s atomovým číslem 74 je významný žáruvzdorný kov s vysokým bodem tání (3420 °C) odlišující se od ostatních kovů svou vysokou hustotou $19,3 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ (Obr. 18) a stálými vlastnostmi za vysokých teplot.

Wolfram je specifický vlastnostmi, jako jsou vysoká pevnost, odolnost proti korozi za zvýšených teplot, tvrdost (360 až 460 HV), odolnost proti opotřebení, vysoký modul pružnosti (410 GPa) a pevnost v tlaku. Dále je charakterizován nízkým koeficientem tepelné roztažnosti a s ním spojenou vysokou úrovní rozměrové stability. Polykrystalický wolfram (struktura kubická prostorově středěná = bcc) má špatnou tažnost a je přirozeně křehký. Další vlastnosti wolframu, jako jsou elektrická vodivost a vysoký koeficient emise elektronů, jsou použity pro elektrické kontakty a jako topná tělesa ve vysokých pecích.

Existují dvě modifikace wolframu: α -W a β -W. Obě mají kubickou mřížku s mřížkovým parametrem 3,160 Å (α -W) a 5,036 Å (β -W). Beta modifikace je nežádoucí a její tvorbě lze předejít důkladným výběrem surovin (čisté suroviny bez nežádoucích příměsí) a vytvořením takových procesních podmínek, za kterých dojde k absolutní redukci výchozích oxidů.

Wolfram je důležitou složkou nástrojových ocelí, vysoce legovaných slitin, žárupevných slitin na bázi niklu a také se používá v průmyslu tvrdých kovů jako legující prvek. Jednou z nejrozvinutější aplikací je použití wolframu ve slinutých karbidech, jako je karbid wolframu (WC), který je používán jako obráběcí nástroj ve formě destiček [5, 27].



Obr. 18 Porovnání různých druhů slitin v závislosti na pevnosti v tahu a jejich hustotě [28]

3.3.1 Historie, vývoj a aplikace wolframu

Wolfram byl poprvé nalezen v Krušných horách ve střední Evropě, a to během procesu redukce cínu, kdy horníci zjistili, že některé rudy narušují redukci cínovce a vytvářejí strusku. Wolfram je odvozen z německého Wolf Rahm - vlčí slina, zřejmě je tak míněna struska při tavení cínových rud, čímž lze získat i wolfram. V roce 1758 švédský chemik a mineralog Axel Fredrik Cronstedt objevil a popsal neobvykle těžkou horninu a nazval

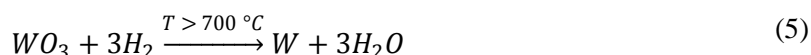
jí "tung-sten", což ve švédštině znamená „těžký kámen“. Byl přesvědčen o tom, že tato hornina obsahuje nový, dosud neobjevený prvek.

První průmyslovou aplikací wolframu byly legované a kalené oceli na konci 19. století. Následoval rychlý nárůst výroby a rozšiřování jejich aplikací. První rychlořezné oceli byly představeny v roce 1900. Wolfram s nízkou tažností a poměrně značnou křehkostí bylo obtížné zpracovat jako čistý materiál, ale s rozvojem práškové metalurgie byly vytvořeny v roce 1903 tvárné wolframové slitiny ve formě drátu, který byl později použit jako vlákno v žárovce. Krátká životnost žárovkových vláken wolframu je vysvětlována jeho nízkou odolností proti tečení. Za další historický milník lze považovat rok 1923, kdy Karl Schröter vynalezl slinutý karbid WC-Co.

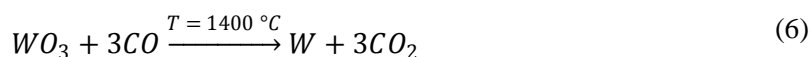
Při použití wolframu, jako kandidátního materiálu první stěny, se musí počítat s vysokoteplotní rekrystalizací, mikrostrukturní stabilitou a dalšími faktory, kterými je třeba se zabývat. Rekrystalizace v materiálu zhoršuje vysokoteplotní pevnost wolframu, odolnost proti tečení a omezuje jeho nasazení v praxi při extrémně vysokých teplotách. Vysokoteplotní šoky a napětí způsobené velkými tepelnými toky při teplotách plazmatu ve fúzním reaktoru požadují wolframový materiál s vyšší rekrystalizační teplotou. Tyto problémy mohou být překonány precipitačním vytvrzením nebo disperzním zpevněním [5, 27, 29].

3.3.2 Výroba wolframu

Většina wolframových slitin se vyrábí metodami práškové metalurgie. Wolfram je získáván z wolframové rudy, která se nejčastěji vyskytuje ve formě wolframitu ((Fe/Mn)WO₄) a scheelitu (CaWO₄). Největší naleziště wolframu se nacházejí v Číně, Rusku a USA. Z výchozích surovin se postupnými procesy získá oxid wolframový (WO₃). Čistý práškový wolfram je poté vyroben redukcí WO₃ vodíkem podle rovnice 5 (rovnice je zjednodušena, ve skutečnosti reakce probíhá v několika stupních, kdy se postupně tvoří mezoxydy).



Další možností výroby práškového wolframu z WO₃ je redukce pevným uhlíkem ve formě sazí, které jsou smíchány s oxidem wolframovým, poté je směs vyžihána při teplotách 1400 až 1800 °C. Výhodou procesu redukce uhlíkem, ve srovnání s redukcí vodíkem, je jemnozrnější struktura vyrobeného práškového wolframu (částice wolframu mají malé rozměry, protože se vylučují na vysoce disperzních částicích saze). Redukci uhlíkem lze provádět i z plynné fáze, pomocí oxidu uhelnatého podle rovnice 6.



Wolframové prášky promíchané s legujícími prvky obvykle vyžadují vysoké slinovací teploty v důsledku velmi vysokého bodu tání. Výsledná směs uložená do formy se poté zhutňuje při tlacích okolo 200 MPa. Zhutněný výlisek je dále slinován ve speciálních pecích při teplotách nad 2000 °C. V průběhu tohoto procesu se částečně získává požadovaná hustota a tvoří se mikrostruktura materiálu. Další zvýšení hustoty výlisků se dosáhne mechanicko-tepelným zpracováním, protože relativní hustota je jedním z hlavních faktorů, které určují mechanické vlastnosti wolframových materiálů.

Během časově delšího zpracování wolframu při vysokých teplotách nastává rychlejší růst zrna. Větší zrna wolframu způsobují pokles mechanických vlastností výsledného produktu z důvodu oslabení hranice zrn. Vylepšení zpracovatelnosti materiálů na bázi wolframu lze dosáhnout legováním. Legování se ukázalo jako efektivní způsob zlepšení lomové houževnatosti (snížení tranzitní teploty) a tažnosti materiálů na bázi wolframu. Vrozená

křehkost materiálu může být snížena návrhem různých wolframových slitin a kompozitních systémů například WC-Co a W-Re slitinou [5, 27, 29].

3.3.3 Druhy wolframových materiálů

U wolframových slitin je předpokládáno zlepšení určitých vlastností čistého wolframu pro konkrétní aplikace. Přehled změn těchto vlastností jsou vypsány v Tabulce 4.

Tabulka 4 Změna vlastností vybraných wolframových slitin [27]

Vlastnosti	W	WHA	WC20	WL	WLZ	WRe	WCu	WK
Tepelná vodivost	~	~	~	~	~	~	+	~
Odolnost proti tečení	~	-	+	+	++	+	--	++
Stabilita za vysokých teplot	~		+	+	++	+		++
Rekrystalizační teplota	~		+	+	++	+		++
Jemnost zrna	~	+	+	+	+	~		+
Tažnost	~	++	+	+	+	++	++	+
Obrobitelnost	~	++	++	+	+	+	++	+
Výstupní práce elektronů	~	--	--	--	--	+		~

Legenda: ~ srovnatelné s čistým wolframem (W), + vyšší než čistý W, - nižší než čistý W.

Wolframové pseudoslitiny (WHA – wolfram heavy alloys)

Pseudoslitiny wolframu mají obsah wolframu nad 90 % a jsou doplněny prvky jako je Ni, Fe, Mo, Cu, Co. Tyto legující prvky spolu tvoří pojivo mezi wolframovými částicemi. Vyznačují se mimořádně vysokou hustotou (v rozmezí 17 až 18,6 g · cm⁻³), vynikající korozní odolností, dobrou obrobitelností, nízkou ekologickou zátěží. Dále se využívají jako materiál pro radiační stínění, kvůli dobré schopnosti odstínit rentgenové záření a záření gama. Využití wolframových pseudoslitin je velmi variabilní, zahrnuje řadu průmyslových odvětví, jako je výroba: kontejnerů pro přepravu radioizotopů, kolimačních systémů pro onkologické ozařovače, penetrátorů probíjející vysoce pevné pancíře, vyvažovacích závaží v letectví, vysoce tuhých držáků, nástrojů s nízkou vibrační a vrtací tyčí [28, 30].

Oxidačně disperzně zpevněné wolframové slitiny

Další skupinou materiálů jsou tzv. oxidačně disperzně zpevněné - wolfram kompozity. Vývoj ODS-wolframových kompozitů je dnes zaměřen na zpevnění žáruvzdornými kovovými oxidy, jako jsou La₂O₃, Y₂O₃, HfO₂, ZrO₂, CeO₂, které nejsou radioaktivní. Disperzní částice oxidů potlačují rekrystalizaci a růst zrna, stejně jako je zlepšována vysokoteplotní pevnost a odolnost proti pokluzu hranic zrn v materiálu [5, 27].

Například WC20 (2 hmot. % CeO₂) se používá jako svařovací elektroda. Na rozdíl od čistého wolframu má nižší minimální energii elektronů potřebnou k opuštění povrchu směrem do vakua (electron work function), lepší zapalovací charakteristiky a delší životnost [27].

Dalšími příklady oxidačně disperzně zpevněných slitin wolframu jsou WL10, WL15 a WL20 s přísadou oxidu v rozmezí 1 až 2 % hmot. La₂O₃, tak aby byla zlepšena odolnost proti tečení a zvýšena rekrystalizační teplota. Slitina WL od společnosti Plansee-Group se lépe obrábí v důsledku jemně distribuovaných oxidových částic ve struktuře. Výstupní práce elektronů slitiny WL je výrazně nižší než u čistého wolframu. V důsledku toho je WL

vhodnou volbou pro iontové zdroje, elektrody zářivek a svařovací elektrody. WLZ s přísadou 2,5 hmot. % La_2O_3 a 0,07 hmot. % ZrO_2 má podobné vlastnosti jako WT20, ale na rozdíl od thoria není radioaktivní. WLZ je vhodný materiál pro použití jako katoda vystavená prostředí s vysokou zátěží. Katoda vyrobená z WLZ tak zůstává stabilní v rozsahu extrémně vysokých teplot [27].

Slitina W-Re

Wolfram s přísadou rhenia vykazuje lepší tažnost a zároveň nižší hodnoty tranzitních teplot. Dále je zlepšena rekrytalizační teplota a lepší odolnost proti tečení. Slitiny WRe5 (5 hmot. % Re) a WRe26 (26 hmot. % Re) se používají jako materiály pro termočlánky za provozních teplot přesahující 2000 °C, také jsou používány v kosmickém a leteckém průmyslu [27].

Slitina W-Cu

Slitina W-Cu je charakterizována porézní wolframovou maticí s přísadou přibližně 10 až 40 hmot. % Cu. Je velmi odolná vůči obloukové erozi, vykazuje dobrou elektrickou vodivost, vysokou úroveň tepelné vodivosti a nízkou tepelnou roztažnost. Tyto kompozity se využívají na konstrukci jističů vysokého napětí, optoelektroniku a vysokofrekvenční elektroniku a mohou být použity i jako základní desky u radarové technologie [27].

Slitina WK

Nejstarší aplikací wolframu je nestékavý wolfram používaný jako wolframové vlákno žárovky. Toto vlákno disponuje zvýšenou odolností proti tečení, kterou zapříčiňuje přítomnost draslíkových bublin ve wolframových drátech. U takto naplněných wolframových drátů je snížena rekrytalizace, zlepšena rozměrová stabilita a odolnost proti tečení, která je způsobena omezenou difuzí po hranicích zrn. [5, 27].

Slinutý karbid wolframu (WC-Co)

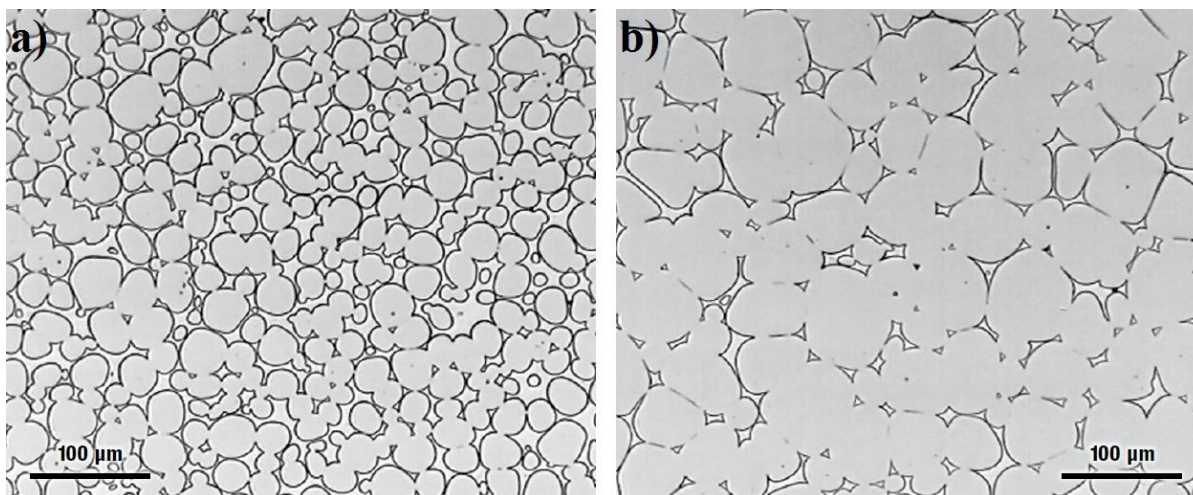
V současné době je největší množství wolframu používáno pro výrobu slinutých karbidů. V roce 1999 bylo spotřebováno 73 % veškeré produkce wolframu na jejich výrobu. Karbid wolframu slinutý s kobaltem je významný v oblasti řezných materiálů pro svou vysokou tvrdost 1600 až 1700 HV a dobrou lomovou houževnatost. Slinuté karbidy mají vyšší modul pružnosti v tahu a mnohem vyšší mez kluzu než oceli. Hodnoty tepelné vodivosti u slinutého karbidu WC-Co jsou přibližně dvakrát až třikrát vyšší než u oceli. V běžné atmosféře začíná karbid wolframu oxidovat v rozmezí teplot od 500 do 600 °C. Měrná tepelná vodivost WC se pohybuje okolo hodnoty $80 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ a koeficient teplotní roztažnosti okolo hodnoty $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [29].

3.3.4 Mikrostruktura wolframových materiálů

1) Wolframové pseudoslitiny

S výjimkou některých speciálních wolframových slitin je většina wolframových pseudoslitin tvořena dvěma fázemi: fází wolframu (bcc) a kovové matrice (fcc). V kovové matici je téměř vždy přítomen wolfram ve formě metastabilního tuhého roztoku pro maximální tažnost, vysokoteplotní pevnost, životnost materiálu a obrobiteľnost. Fáze wolframu je zodpovědná za vysokou hustotu, modul pružnosti, radiační stínění, odolnost proti tečení a nízký koeficient teplotní roztažnosti. Globulární wolfram je zaoblený a má přibližně stejný průměr (obvykle 30 až 60 μm). Na Obrázku 19 je vidět různá teplota slinování v kapalně fázi, která má největší vliv na velikost wolframových kuliček a také na jejich tvar. Wolframová pseudoslitina s nižším obsahem pojiva, přibližně 3 obj. % (Obr. 19b), má větší velikost zrna v důsledku nezbytné vyšší konsolidační teploty, než u wolframové pseudoslitiny s větším obsahem pojiva přibližně 10 obj. % (Obr. 19a). Dále bylo u slitiny

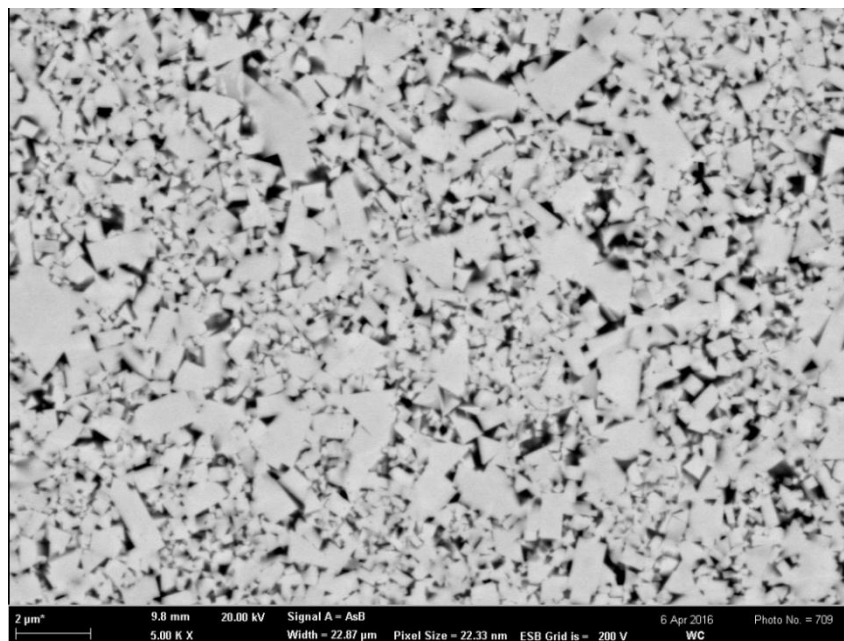
s nižším obsahem pojiva dosaženo plnější hustoty. Klíčové vlastnosti těchto slitin jsou odvozeny od vlastností legujících přísad a také od množství kontaktních ploch W-W zrn. Například při nízkém poměru přísad Ni-Fe se na rozhraní wolfram-matice zvyšuje pravděpodobnost výskytu křehké μ -fáze Fe_7W_6 . Křehká fáze bude vznikat i po přidání kobaltu do Ni-Fe pojiva ve tvaru $(\text{Fe}, \text{Co})_7\text{W}_6$ [30].



Obr. 19 Mikrostruktura wolframové pseudoslitiny a) s větším množstvím pojiva b) s nižším obsahem pojiva [30]

2) Slinutý karbid WC-Co

Zrnitost karbidické fáze WC ve slinutých karbidech se pohybuje v rozmezí 0,5 až 5,0 μm . Na Obrázku 20 jsou zobrazeny slinuté karbidy WC-Co, které jsou tvořeny heterogenní soustavou karbidu wolframu a kobaltu. Hlavní karbidická složka má světle šedou až namodralou barvu a vyskytuje se ve formě ostrohranných zrn WC. Zrna jsou rozdělena podle tvaru do čtyř typů: f1 (menší nepravidelná nerekrystalizovaná zrna), f2 (větší pravidelná krystalická zrna), f3 (větší rekrystalizovaná zrna s jehlicovitým podlouhlým tvarem) a f4 (smíšená zrna kombinace typu f1 a f2). Další strukturální složkou je pojící kov (kobalt) s malým množstvím rozpuštěného karbidu wolframu. V struktuře se také může vyskytovat nežádoucí podvojný karbid $\text{W}_3\text{Co}_3\text{C}$ a grafit [29].



Obr. 20 Mikrostruktura slinutého karbidu WC-Co zvětšeno 5000x

3.4 TECHNIKY SPOJOVÁNÍ VYSOKOTAVITELNÝCH MATERIÁLŮ

3.4.1 Technologie tvrdého pájení

Pájení patří k nejstarším způsobům spojování materiálů za tepla, při kterém nedochází k tavení základního materiálu (dále jen ZM). Nástrojem při pájení je pájedlo, kterým se taví přídatný materiál tzv. pájka. Pájky mohou být ve formě prášku, drátu, trubičky, tyčinky, pásku nebo pasty. Obecně jsou pájky rozděleny podle teploty tavení na měkké a tvrdé. Na rozdíl od měkkého pájení se tvrdé pájení vyznačuje tím, že dochází k difúzi ZM. Pájky jsou z materiálu, který má teplotu tavení větší než 450 °C, a proto má vzniklý spoj vyšší pevnost. Pevnost spoje v tahu dosahuje hodnot až 400 MPa a pevnost ve stříhu 100 až 300 MPa. Tvrdé pájky jsou obvykle na bázi Cu, Cu-P, Au, Ag, Al a mosazi [31, 32].

Hlavní požadavky pájek jsou:

- nižší bod tavení než u základního materiálu,
- interval tavení by měl být úzký (eutektické složení pájky),
- jiné složení než základní materiál, nízký obsah nečistot,
- nesmí se základním materiálem vytvářet křehké intermediární fáze,
- nesmí docházet k elektrochemické korozi,
- musí mít dobré pájecí vlastnosti (sočivost, roztékavost, kapilarita) [32].

Do procesu pájení se přidávají také chemické látky tzv. tavidla, která snižují povrchové napětí, zlepšují technologii pájení a kvalitu povrchu. Tavidla mohou být ve formě prášku, kapaliny, pasty nebo ochranné atmosféry (vakuum) [31, 32].

Hlavní požadavky tavidel jsou:

- dobré smáčení základního materiálu i pájky a stálé povrchové napětí,
- reakční teplota musí být o 50 až 150 °C nižší než teplota tavení pájky,
- ochrana pájky i základního materiálu před účinky okolního prostředí (oxidací),
- zdravotní nezávadnost a chemická stálost [32].

Lze pájet oceli, litinu, hliník, měď, nikl, žárovečné a intermetalické materiály. Ostatní materiály jako jsou korozivzdorné oceli, wolfram, tantal, niob, grafit a keramické materiály se musí před pájením poniklovat, pomědit a postříbřit. Pájení je dále rozdělováno podle použitého zdroje, způsobu spojení, tvaru pájeného spoje, prostředí a způsobu nanesení pájky na stykové plochy (kapilární, nánosové). Nejpoužívanějšími metodami tvrdého pájení jsou indukční pájení, pájení v peci, pájení ponorem, pájení paprskem a plamenové pájení [31, 32].

Procesy probíhající při tvrdém pájení

1) Smáčivost a roztékavost pájky

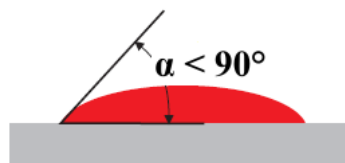
Smáčivost je definována jako schopnost tekuté pájky, popřípadě tavidla, přilnout k čistému povrchu spojeného materiálu při určité teplotě. Druhá vlastnost pájky je roztékavost, což je schopnost tekuté pájky roztéci se po rovném povrchu ZM při určité teplotě. Při smáčení je důležitá povrchová energie systému ZM – pájka – tavidlo, jejíž minimální energie určuje tvar kapky. V místě styku roztavené pájky a ZM působí na kapku pájky tři druhy sil: adhezní, kohezní a přitažlivé (atomy plynného prostředí). Kvantitativním kritériem smáčení je stykový úhel α , který je svírána tečnou povrchu roztavené pájky s povrchem ZM. Podle velikosti stykového úhlu α jsou rozeznávány různé stupně smáčení (Obr. 21) [31, 32].

NANESENÍ PÁJKY



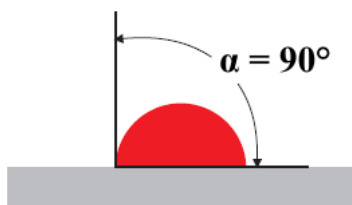
Pájka nanesená na povrchu připraveného základního materiálu (před pájením)

DOBŘÁ SMÁČIVOST



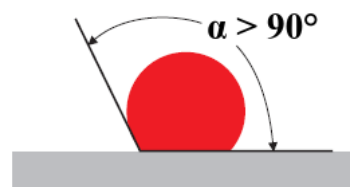
Podmínky jsou vhodné k tomu, aby se pájka rozložila po základním materiálu

SLABÁ SMÁČIVOST



Špatné podmínky během pájení zabraňují pájce ve smáčení

NESMÁČIVOST



Podmínky jsou nevhodné, pájka se vytáhla nahoru pryč od základního materiálu

Obr. 21 Schematické znázornění smáčení během tvrdého pájení [33]

2) Kapilarita

Vzlínavost je definována jako schopnost tekutého přídavného materiálu (pájký) vyplnit při pracovní teplotě úzkou mezeru spoje působením kapilárních sil. Kapilární síla umožňuje pájce v kapalném stavu se vytáhnout podél pevných kontaktních ploch dvou komponent a tím je zaručeno pájení slepých spojů. Závislost kapilárního tlaku na velikosti mezery spoje mezi pájenými materiály je zobrazeno na Obrázku 22.

	ŠIROKÁ MEZERA	SPRÁVNÁ MEZERA
Před pájením	$b > 0,5$	$b = 0,1 - 0,2$
Během pájení	$b > 0,5$	$b = 0,1 - 0,2$
Po pájení	$b > 0,5$	$b = 0,1 - 0,2$

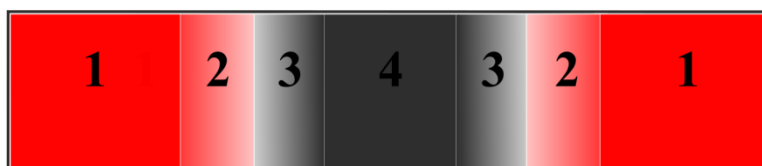
Obr. 22 Vliv šířky mezery na plnění dutiny pájkou [32, 33]

3) Povrchové napětí roztavených kovů

Povrchové napětí v kapce tekuté pájky vzniká tím, že molekuly na povrchu kapaliny nejsou obklopeny dalšími molekulami stejného druhu, a jsou proto molekulovými silami přitahovány do vnitřku kapaliny. Molekuly nacházející se na povrchu mají proti vnitřku přebytek energie. Ta je snížena tehdy, když bude mít kapka dokonalý kulový tvar. Velikost povrchového napětí roztavených kovů závisí na jejich struktuře. Povrchové napětí je zjišťováno pomocí kapilární zkoušky pro určitou teplotu a tloušťku mezery. Toto napětí klesá s rostoucí teplotou, pouze u čisté mědi je tento jev opačný [31].

4) Metalurgické reakce při pájení (difúze)

Tekutá pájka a tuhý ZM je při procesu pájení určitou dobu ve vzájemném styku. Podle druhu ZM a pájky mohou nastat na hranici jejich styku tyto typy reakcí: adhezní spojení, vzájemná difúze prvků pájky a ZM, rozpouštění ZM použitou pájkou a reakce složek pájky s povrchovým oxidem ZM. U adhezního spoje nedochází ke vzájemné rozpustnosti pájky a základního materiálu (není zde změna chemického složení ZM). Tento spoj má dobrou elektrickou vodivost, ale menší pevnost v ohybu a ve smyku. Ve většině případů se při procesu pájení vytvoří přechodové oblasti, které vznikají v důsledku vzájemné difúze. Pájený spoj se obvykle skládá ze čtyř oblastí, které jsou znázorněny na Obrázku 23 [31,32].



- 1 - Základní materiál
- 2 - Přechodová oblast ZM
- 3 - Přechodová oblast pájky
- 4 - Pájka

Obr. 23 Přechodové oblasti vytvořené vzájemnou difúzí [31]

Podmínkou vzniku difúze při procesu pájení je přeskupení atomů pájky a ZM. Toto přemísťování je důsledkem nehomogenního složení. Směr pohybu je určen koncentračním gradientem. Pro gradient koncentrace rovnoběžný s osou x platí I. Fickův zákon. Ten ověřuje známý jev, že tok se zmenšuje tím více, čím více se složení pájky a ZM přibližuje homogennímu stavu. Za předpokladu, že je zachováno celkové množství atomů přemísťovaného prvku, je možné pomocí II. Fickova zákona vyjádřit časovou změnu koncentrace v daném bodě nebo ploše. Výše uvedené vztahy platí jen pro difúzi v čistých kovech. Difúze ve vícesložkových slitinách je jev velmi složitý. Pro případ pájení je dostačující hodnocení charakteru a rychlosti difúze, určení hloubky difúzní vrstvy x [m] jako závislost na součiniteli difúze D [$m^2 \cdot s^{-1}$] a čase t [s] viz rovnice 7.

$$x^2 = 2Dt \rightarrow x = \sqrt{2Dt} \quad [m] \quad (7)$$

Difúzní procesy v tuhých kovech jsou závislé na nepravidelnosti a typu stavby jejich krystalické mřížky. Se zvyšováním hustoty poruch krystalické mřížky, vzrůstá také součinitel difúze. Difúze prvků roztavené pájky je menší, než u materiálů s horší tepelnou vodivostí, jako je tomu například u vysokolegovaných ocelí [31, 32].

Spojování oceli a wolframu tvrdým pájením

Pájení laserem

V experimentální studii laserového pájení oceli s omezenou aktivací (ocel Eurofer) a wolframové slitiny byl použit přídatný materiál 55Ni45Ti. Jako zdrojem tepla byl použit paprsek z výkonového diodového laseru (high power diode laser = HPDL) s vyzařováním o vlnové délce 810 až 940 nm. Přídatný materiál Ni-Ti ve formě drátu byl vybrán z důvodu koeficientu teplotní roztažnosti (vysokoteplotní fáze: $6,6 \cdot 10^{-6} K^{-1}$; nízkoteplotní fáze:

$11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), který je schopen ve vztahu k oceli Eurofer (10 až $14 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) a wolframu ($4,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) snížit tepelné napětí v pájeném spoji a také omezit riziko praskání [35].

Pájení v peci s vakuovou atmosférou

V další experimentální studii je zkoumáno pájení monokrystalického wolframu a oceli ODS Eurofer, které má být využito ve spojování komponent heliem chlazeném divertoru a materiálu první stěny. W-ODS pájené spoje byly vytvořeny v peci s vakuovou atmosférou při teplotě $1150 \text{ }^\circ\text{C}$. Mezi spojované materiály byl vložen mezikus z tantalu o tloušťce $0,1 \text{ mm}$, který vykazuje koeficient teplotní roztažnosti ($6,6$ až $8,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), který je hodnotou mezi oběma spojovanými materiály. Spojení bylo provedeno pájkou na bázi železa se složením $\text{Fe}_{\text{zákl.}}-\text{Ta}-\text{Ge}-\text{Si}-\text{B}-\text{Pd}$. Pájky na bázi Fe jsou lacinější, než pájky na bázi Ni, zároveň však mají vyšší teplotu tavení i v případech, kdy obsahují legury Si a B. Tato pájka je vhodná pro pájení vysokotavitelných materiálů ve vakuu. Zde jsou uplatňovány prvky Ge a Pd, které mají odpařovací tlak při pájecí teplotě nižší než 10^{-1} Pa [31, 36].

Vybrané pájky pro pájení oceli a wolframu jsou zobrazeny v Tabulce 5.

Tabulka 5 Pájky pro pájení oceli a wolframu [34]

Označení pájky	Chemické složení	T tavení T pracovní	Použití
	[%]	[$^\circ\text{C}$]	
Stříbrná pájka bez Cd B-Ag45CuZnSn-640/680	Ag 45 Zn 25,5 Sn 2,5 Si 0,15 Cu zákl.	640-680 670	Kapilární pájení nástrojů. Speciální pájka s dobrou smáčivostí.
Stříbrná pájka s obsahem Cd B-Ag50CdZnCuNi-645/690	Ag 50 Cu 15,5 Cd 16 Ni 3 Zn 15,5	645-690 655	Pájka s obzvlášť dobrou smáčivostí na oceli a tvrdokovech, odolností vůči mořské vodě.
Stříbrná pájecí pasta B-Ag49ZnCuMnNi-670/710	Ag 49 Cu 27,5 Zn 20,5 Mn 2,5 Ni 0,5	670-710 690	Dávkovatelná pasta s obsahem tavidla pro pájení tvrdokovů na ocel a pro pájení wolframu atd.
Stříbrná pájecí pasta B-Ag49ZnCuMnNi-680/705	Ag 49 Cu 27,5 Zn 20,5 Mn 2,5 Ni 0,5	680-705 690	Dávkovatelná pasta s obsahem tavidla pro kapilární pájení nástrojů. Speciální pájka s dobrou smáčivostí.
Niklová pájka pro vysokotep. pájení v pecích B Cu87MnNi 980-1030	Ni 3 Mn 10 Cu zákl.	980-1030 1120	Pájení nástrojů v ochranné atmosféře štěpeného amoniaku, nebo ve vakuu. Dobrá smáčivost a tečení pájky.

3.4.2 Technologie svařování elektronovým svazkem

Aplikace vysoce urychlených elektronů je jako nástroj pro zpracování materiálu v oblastech vytvrzování, žíhání, tavení, obrábění, svařování a povrchové úpravy znám již od padesátých let minulého století. Od té doby prošel elektronový paprsek řadou proměn od laboratorní úrovně, až po konkrétní aplikace v průmyslu. Specifické postavení má svařování elektronovým svazkem při spojování nesteroidních materiálů, které nelze svařit jinými konvenčními metodami. V současné době se rozvíjejí nové metody svařování elektronovým svazkem, jako je například mnohóláznové (multikapilární) svařování. Mezi hlavní výhody této nové metody svařování patří minimalizace deformací vznikajících v důsledku tepelného ovlivnění svařovaných součástí. [38, 39].

Výhody svařování ES:

- svařování tlustých a tenkých plechů (od $0,1 \text{ mm}$ do 300 mm),
- extrémně úzké svary (poměr tloušťka šířka $50:1$),
- malý vstup tepla (omezení deformací, smršťování a tepelně ovlivněných oblastí),

- kombinace velmi různých materiálů,
- vysoká účinnost, rychlost a určení parametrů svařování,
- optimální ochrana vůči vnějším vlivům – vakuum,
- dlouhodobá stabilita a říditelnost.

Nevýhody svařování ES:

- paprsek může být vychýlen magnetickým polem,
- vysoká rychlost ochlazování může způsobit vznik trhlin,
- vysoká počáteční investice,
- velikost svařovaných součástí je omezena rozměry pracovní komory,
- tvorba rentgenového záření [39].

Základní vztahy

Elektron jako elementární částice obsažený v každém atomu nese záporný náboj a je zodpovědný za mechanické a chemické vlastnosti a také funguje jako nosič elektrického proudu. Na elektron lze působit jak elektrickým, tak magnetickým polem. Elektromagnetické pole nemění se s časem působí na pohybující elektron Lorentzovou silou \mathbf{F}_L , která je formulována v rovnici 8, kde $q_e = -1,602 \cdot 10^{-19}$ C je náboj elektronu, \mathbf{E} je vektor elektrické intenzity, \mathbf{v} jako vektor rychlosti elektronu a \mathbf{B} je vektor magnetické indukce vnějšího magnetického pole [37, 38].

$$\mathbf{F}_L = q_e (\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad (8)$$

Rychlost elektronů \mathbf{v} [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$] urychlených z klidu v nerelativistickém přiblížení je vyjádřena v rovnici 9, kde je U_A [V] urychlovací napětí a $m_e = 9,1 \cdot 10^{-31}$ [kg] klidová hmotnost elektronu.

$$v = \sqrt{2 \frac{|U_A q_e|}{m_e}} \quad (9)$$

Ve výše uvedeném vztahu je v čitateli zapsána kinetické energie, kterou elektrony získají (ztratí) při pohybu v elektrostatickém poli, konkrétně je to součin urychlovacího napětí a náboje elektronu. Jednotkou kinetické energie E_k je elektronvolt [eV] odpovídající energii, kterou získá volná částice (elektron) urychlená elektrickým polem o rozdílu potenciálů 1 V ($1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19}$ J) [38].

Základní části elektronové svářečky

Dnešní komerčně dostupná zařízení mají pracovní komory nejrůznějších rozměrů, od miniaturních s objemem pár litrů, až po obrovské zařízení s objemem 630 m^3 . Používaná urychlovací napětí se pohybují v rozmezí od 30 do 200 kV, obvyklé jsou elektronové svářečky s urychlovacím napětím 60 a 150 kV. Svářečka elektronového paprsku se skládá z těchto hlavních částí: zdroj elektronů, elektronové optiky a manipulačně-pracovní komory. Tyto komponenty mohou mít také oddělené vakuové systémy [39].

1) Zdroj elektronu

Pro vytvoření elektronového paprsku je nejdůležitější částí elektronové svářečky termoemisioní katoda, která je přímo žhavana průchodem elektrického proudu U_C . Při termoemisi se uvolňují ty elektrony, které mají dostatečnou energii, aby mohly opustit povrch materiálu. Tato energie musí být větší, než je tzv. výstupní práce, neboli energie

nutná na přerušení sil, kterými je elektron přitahován k atomovým jádrům daného materiálu. Výstupní práce je jiná u různých látek a pohybuje se v řádech jednotek elektronvolt. Z praktických zkušeností se většinou používají pouze katody z čistých kovů. Katoda bývá nejčastěji vyrobena z materiálu s vysokou teplotou tavení proto, aby byla dosažena velká proudová hustota svazku. Typickým příkladem termoemisní katody je wolfram (výstupní práce cca 4,8 eV), tantal (vyšší tvárnost a výstupní práce cca 4,4 eV) a hexaborid lanthanu LaB_6 (výstupní práce cca 2,7 eV zaručuje vyšší proudové hustoty).

Na termoemisní katodu je z vysokého napětí U_A přiveden záporný potenciál, kdežto anoda má nulový potenciál. Mezi oběma elektrodami je vytvořeno silné elektrické pole, které uvolněné elektrony urychluje směrem do ohniska anody, kde je středový otvor, kterým dále svazek prochází. Třetí elektrodou tzv. Wehneltovým válcem lze pomocí potenciálu ovlivňovat množství emitovaných elektronů a tím i hustotu proudu svazku paprsků [37, 38, 39].

2) Elektronová optika

Aby bylo možné s elektronovým svazkem pracovat, je nutné ho zaměřit na určité místo o požadovaných rozměrech, k tomuto účelu slouží magnetické cívký. Tyto fokusační cívký působí na vodiče elektrického proudu stejně jako optické čočky na světelný paprsek. Magnetické čočky, stejně jako optické čočky, vykazují určité optické vady, jako je například chromatická a sférická, proto bývá magnetická čočka doplněna o centrovací systém, který upravuje průchod elektromagnetického svazku čočkou, tak aby byly vady minimálního rozsahu a potlačen nežádoucí efekt posunutí svazku při změně zaostření. Dalším doplňkem je pomocná čočka, která slouží pro dynamické přeastřování [37, 38].

Ohnisková vzdálenost těchto magnetických čoček závisí na energii elektronů, protékajícím proudem v cívce a tvaru cívký. Snadného zaměření svazku na různé vzdálenosti lze dosáhnout změnou proudu v cívce. Uspořádáním dvou cívek kolmo ke svazku je vytvořeno magnetické pole, kterým je elektronový paprsek vychýlen do stran. Druhý pár cívek, který je otočen o úhel 90 stupňů k prvnímu páru způsobuje, že se paprsek může pohybovat v libovolném směru přes povrch vzorku. Tvar a fokusace elektronového svazku závisí na kvalitě vakua. Díky elektronickému ovládání je vychylování velice rychlé, flexibilní a není zde potřeba žádný mechanický pohyb [37, 38].

3) Vakuum

Aby nedocházelo k rozptylu elektronového svazku srážkami s molekulami vzduchu, je nutné mít zapotřebí dostatečné vakuum. Potřebný podtlak je vytvářen v oddělených vakuových pumpách pro pracovní komoru a elektronové dělo. V pracovní komoře dosahuje tlak hodnot přibližně 0,1 Pa, zatímco v prostoru termoemisní katody je vhodné udržovat tlak o hodnotě 0,001 Pa. Vakuovou atmosférou je zamezeno nežádoucích reakcí rozžhavené katody se zůstatky vzduchu. Na rozdíl od jiných technologií svařování je použití vakua technicky náročnější, ale za to poskytuje výbornou ochranu zpracovaným materiálům proti reakcím s okolní atmosférou [38, 39].

4) Manipulace s polotovarem

Během svařování elektronovým svazkem je někdy zapotřebí kombinovat polohování svazku s mechanickým posouváním. Zacházení s polotovarem je zprostředkováno mechanickým manipulátorem v podobě stolku, který se pohybuje v rovinných směrech x-y spolu s rotací, naklápěním a posunem v ose z. Nejčastější pohon těchto numericky řízených stolků jsou krokové motory a stejnosměrné motory s permanentními magnety, které jsou umístěny mimo pracovní komoru kvůli jejich chlazení a také z důvodu ovlivnění elektronového svazku magnetickým polem motorů. S ohledem na vakuové prostředí musí být konstrukce

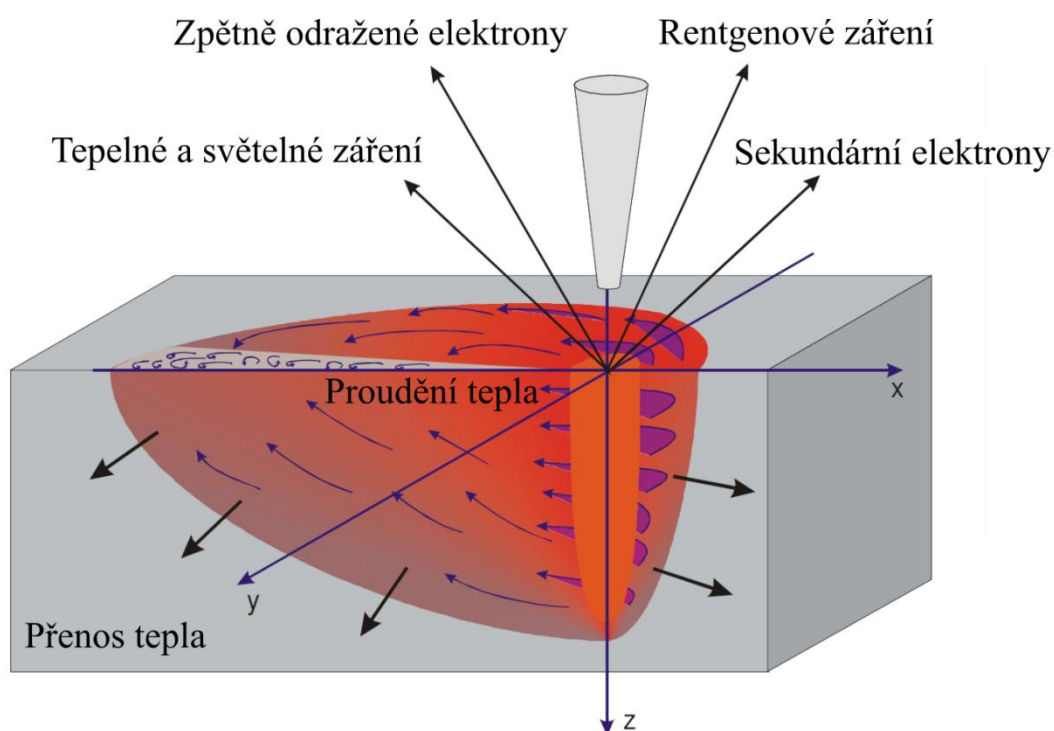
manipulátoru odolná vůči vysokým teplotám, nesmí obsahovat nevodivé části, které by se mohly elektricky nabíjet a oblasti ovlivněné magnetickým polem, z důvodu vychylování elektronového svazku [38].

Interakce elektronů s materiálem

Problematika interakce elektronů s pevnou látkou je značně rozsáhlá, proto bude použit jednoduchý model. Primární elektrony po dopadu na pevnou látku pronikají pod povrch materiálu do poměrně malé hloubky. Tato skutečnost je vyjádřena empirickým vztahem 10, kde je hloubka vniku d_V [μm], urychlovací napětí U_A [V] a hustota materiálu ρ [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$].

$$d_V = 2,1 \cdot 10^{-5} \frac{U_A^2}{\rho} \quad [\mu\text{m}] \quad (10)$$

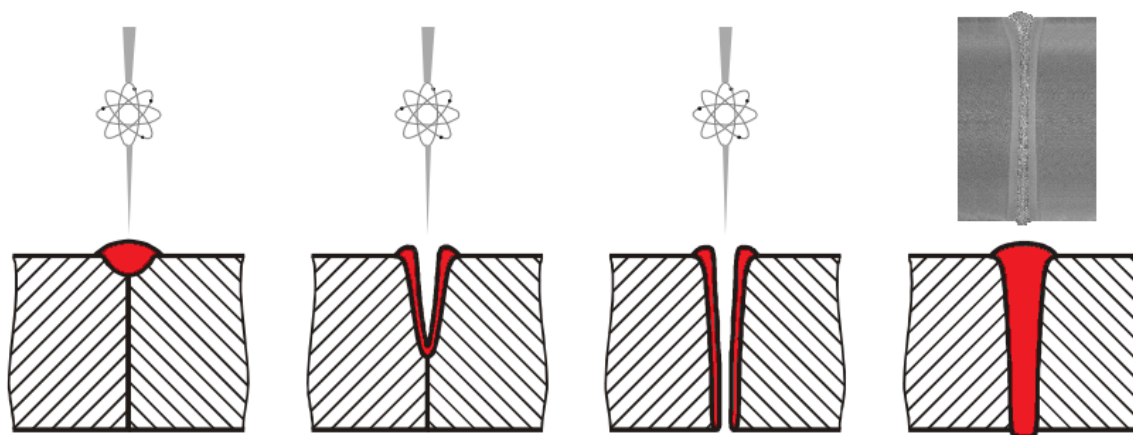
Hloubka vniku je podle druhu materiálu a energie svazku různá, pohybuje se v rozmezí od tisícín do desetin milimetrů. Například elektrony pronikají hliníkem 7krát hlouběji než wolframem. Obvykle je hloubka průniku menší než 0,1 mm, přičemž většina elektronů je zachycena v kovu. Část dopadajících elektronů (primárních elektronů) se může zpětně rozptýlit. Rozptýlené elektrony, označovány zkratkou BSE (backscattered electron), pronikají pod povrch, kde předají jen část své kinetické energie, než jsou zpětně emitovány nad povrch materiálu. Počet těchto zpětně odražených elektronů je závislý na hloubce penetrace. Jiná část primárních elektronů je vyražena z orbitalu atomového obalu v podobě sekundárních elektronů zkratkou SE (secondary electron). Díky principu Augerova jevu vznikají augerovy elektrony s označením AE. Pravděpodobnost, jestli se uvolněné energie vyzáří jako rentgenové záření X nebo Augerovými elektrony, závisí na atomovém čísle prvku. Při uvolnění SE vzniká zlomek energie, který je vyzářen ve formě rentgenového záření, proto musí mít vakuová komora dobré stínění. Stejně jako rentgenové záření vznikají podobným způsobem i záření s jinou vlnovou délkou, například světelné a tepelné záření. Interakce primárních elektronů s materiálem je zobrazena na Obrázku 24 [37, 38, 39].



Obr. 24 Interakce primárních elektronů s materiálem [39]

Při penetraci materiálem předají elektrony většinu své kinetické energie nepružnými srážkami ostatním částicím látky, tato skutečnost je pozorována jako zvýšení teploty materiálu. Přibližně 95 % dodávaného výkonu vzorek zahřívá, a v důsledku toho rychle roste teplota vybrané oblasti, dochází k rychlé změně skupenství materiálu. Parametr pro určování tepelného účinku svazku se nazývá plošná hustota výkonu (od 10^{-1} do 10^7 $\text{W} \cdot \text{mm}^{-2}$), pro svařování je tento parametru hodnotu 10^4 až 10^6 $\text{W} \cdot \text{mm}^{-2}$ [37, 38].

Vysoká hustota energie v okamžiku nárazu způsobí, že se fokusované místo zahřeje natolik, že vznikne kapilární otvor (keyhole = klíčová dírka). Ten je vytvořen tlakem par v roztaveném kovu, který umožňuje elektronovému paprsku proniknout dále do materiálu (Obr. 25). Tento efekt umožňuje použít elektronový paprsek pro vytvoření hlubokých (až 300 mm) a úzkých svarů v poměru šířky k hloubce průvaru 1:30. Tyto svary navíc vynikají minimální šířkou tepelně ovlivněné oblasti, která bývá obvykle nejslabším místem struktury svarového spoje, v důsledku tvorby křehkých fází. Průměr dutiny obvykle odpovídá přibližně průměru paprsku [37, 38].

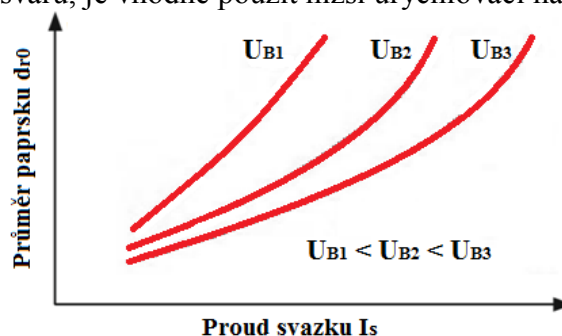


Obr. 25 Princip procesu hlubokého svařování v důsledku tvorby kapilárního otvoru [39]

Parametry svařování

1) Urychlovací napětí

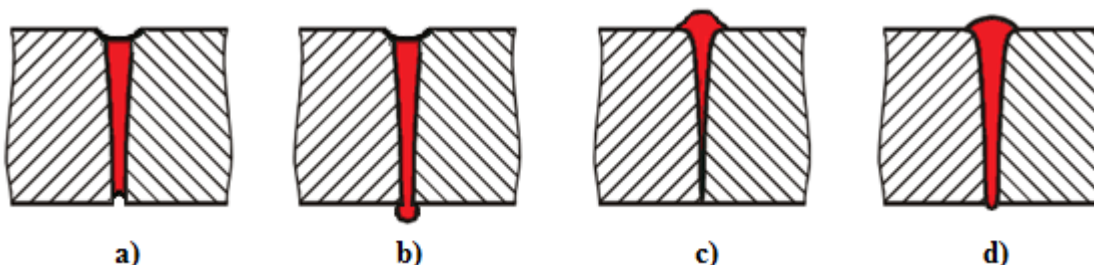
Z fyzikálního hlediska patří urychlovací napětí mezi základními požadavky potřebné k vyprodukování svazku elektronů o vysoké energii pro svařování materiálů. Kdežto v technologickém hledisku není urychlovací napětí zahrnuto mezi důležité parametry. Ve většině svařovacích operací je urychlovací napětí vyjádřeno jako konstanta $U_{B\max}$, která je závislá na typu vysokonapěťového zdroje elektronového děla a její hodnota se pohybuje v rozmezí od 60 kV do 150 kV. Z Obrázku 26 je vidět, že nejmenšího průměru svazku v ohnisku lze dosáhnout nejnižším proudem pro požadovaný výkon paprsku. Pokud je však požadována velká šířka svaru, je vhodné použít nižší urychlovací napětí [40].



Obr. 26 Vliv proudu svazku a urychlovacího napětí na průměr svazku [40]

2) Proud svazku

Proud svazku společně s urychlovacím napětím určuje energii svazku a hlavně výsledný tvar svaru. Konkavitu hlavy svaru a kapky na okrajích kořene svaru způsobuje větší hodnota proudu svazku vlivem povrchového napětí podél klíčové dírky. (Obr 27a, 27b). Naopak při nízkém proudu svazku se nemusí natavit plná tloušťka materiálu a bude vznikat příliš konvexní tvar hlavy svaru (Obr. 27c). V případě optimálního proudu svazku se vytvoří hladký konvexní tvar hlavy a kořene svaru (Obr. 27d).



Obr. 27 Různé efekty při svařování a, b) konkávní tvar hlavy a kapky v kořeni svaru, c) příliš konvexní tvar hlavy svaru, d) hladký konvexní tvar hlavy a kořene svaru [40]

3) Rychlost svařování

Rychlost svařování ze všech ostatních parametrů ovlivňuje z největší části dynamický proces svařování, ve kterém je zahrnuto tuhnutí a chladnutí. Dále rychlost svařování spolu s energií svazku udávají jak hloubku tavné oblasti, tak šířku svaru. Při vysokých rychlostech svařování se může tloušťka roztaveného pláště obklopující klíčovou díрку snížit, to může narušit jednotné přemístování materiálu do svarové lázně a vést k tvorbě kapkovitých kontrakcí podél návaru a kořene svaru. Odlišná rychlost svařování může způsobit vnitřní pnutí ve svarovém kovu a jeho tepelně ovlivněné oblasti, což může vést ke tvorbě trhlin [40].

4) Zaostření svazku

Hlavní parametr, který ovlivňuje tvar svaru je zaostření svazku. Zaostření svazku, neboli poloha nejmenšího průřezu svazku, tzv. křížiče, je možné měnit změnou fokusačního proudu ve fokusační elektromagnetické cívice. Za zaostřený svazek je považován takový stav, kdy se křížiče nachází na povrchu součásti. U hlubokých svarů (od 10 mm) se většinou křížiče nachází pod povrchem materiálu (přibližně v 1/3 výšky svaru) z důvodu zamezení vzniku dutin ve svarovém spoji, které by vznikaly nerovnoměrným odpařováním materiálu [40].

5) Pracovní tlak

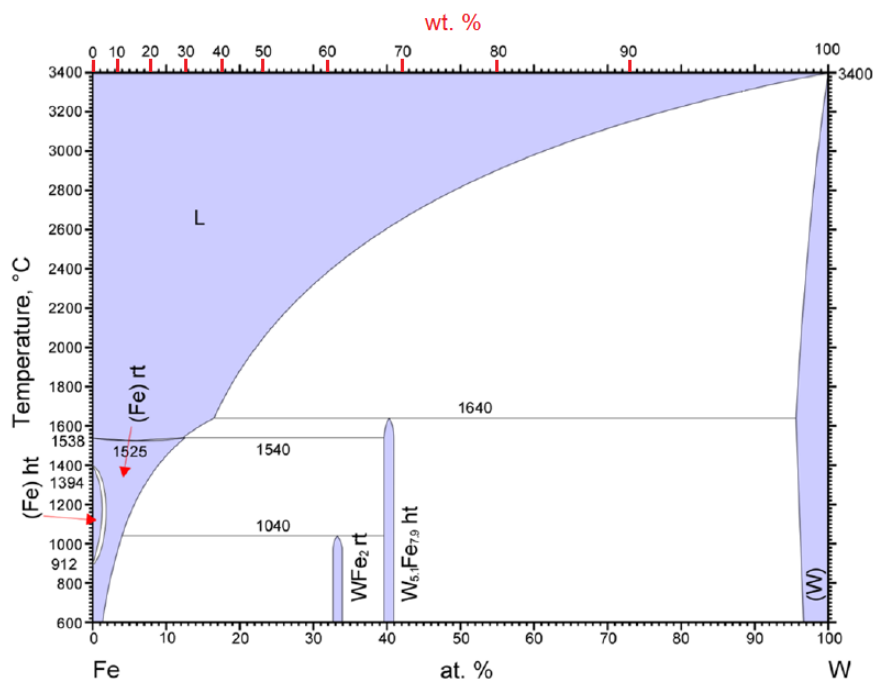
Vysokovakuový stroj má pracovní tlak v komoře přibližně $5 \cdot 10^{-4}$ mbar a jeho elektronový svazek je úzký stejně jako výsledné svary s menší tepelně ovlivněnou oblastí. Tento nízký pracovní tlak se využívá pro svařování reaktivních materiálů, jako jsou titan, niob a zirkon. Stroj s běžným vakuem v pracovní komoře ($5 \cdot 10^{-2}$ mbar) způsobuje rozšíření elektronového svazku a snížení hustoty výkonu. Výsledné svary s použitím běžného vakua jsou pak širší a nedosahují takovou hloubku průvaru. Méně kvalitní vakuum se používá při svařování běžných materiálů, jako jsou ocel, hliník a měď [40].

Svařování oceli a wolframu elektronovým svazkem

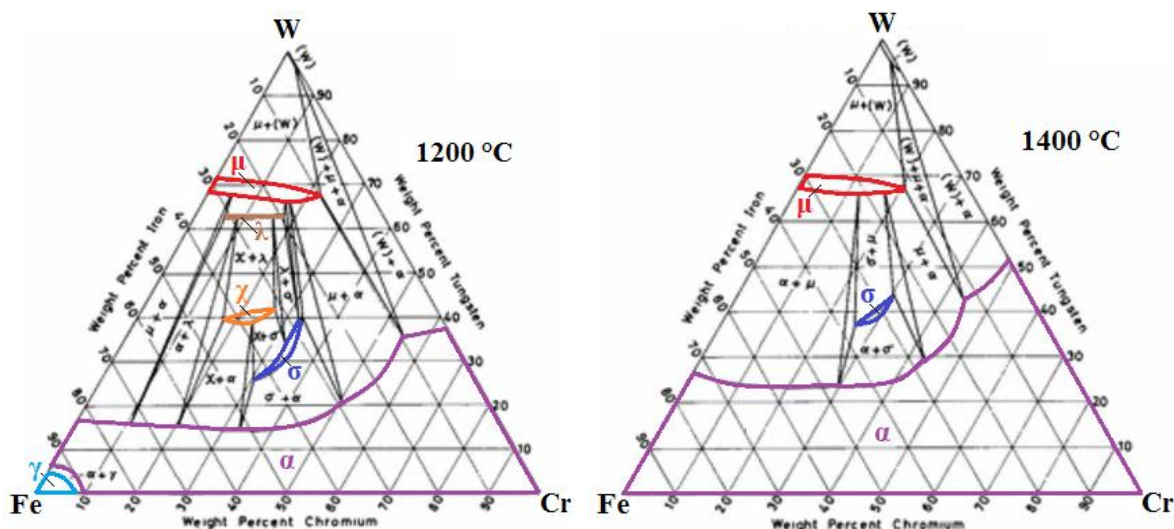
V experimentální studii [41] je zkoumáno svařování slinutého karbidu wolframu a oceli s použitím přídavného materiálu Ni-Fe. Nejdříve byly materiály svařovány bez vloženého materiálu, zde byl elektronový svazek fokusován na ocel. Mikrostruktura svarového kovu byla tvořena dendritickou (Fe - 85 %, Co - 5 až 10 %, W - 5 až 10 %) a eutektickou fází (Fe - 65 %, Co - 10 %, W - 20 %). Na rozhraní mezi slinutým karbidem wolframu

a svarovým kovem se vyskytovala obohacená vrstva karbidů typu M_6C a $M_{12}C$, které zapříčinily vznik makroskopických trhlin. Pro zvýšení tvárnosti a houževnatosti svarového spoje a zamezení vzniku karbidů na rozhraní SK-WC byl zvolen přídavný materiál Ni-Fe vyrobený práškovou metalurgií. Mikrostruktura spoje byla tvořena z tuhého roztoku (Fe, Ni) a karbidů. Na rozhraní SK-WC se nevytvořila přechodová vrstva s křehkými fázemi. Ve výsledném svarovém spoji byla snížena mikrotvrdość, dále byla zlepřena tvárnost a houževnatost, a tím bylo zabráněno vzniku makroskopických trhlin [41].

Při svařování ODS ocelí a wolframových materiálů jsou zapotřebí znalosti vznikajících struktur ve svarovém spoji. Pro základní identifikaci fází ve svarovém kovu slouží rovnovážný binární fázový diagram Fe-W (Obr. 28). Pro přesnější identifikaci fází ve svaru jsou používány izotermální řez ternárním diagram Fe-W-Cr (Obr. 29) s vyskytujícími se fázemi: μ -fáze Fe_3W_2 (často označovaná jako Fe_7W_6 ($Fe_{7,9}W_{5,1}$)), λ metastabilní fáze Fe_2W (Lavesova fáze), χ -fáze $Fe_{0,55}W_{0,20}Cr_{0,25}$ (Struktura αMn), σ -fáze $Fe_{0,48}Cr_{0,52}$, α -fáze (intersticiální tuhý roztok železa α), γ -fáze (intersticiální tuhý roztok železa γ) [42, 43].



Obr. 28 Rovnovážný binární fázový diagram Fe-W [42]



Obr. 29 Izotermální řez ternárním diagramem Fe-W-Cr a) při 1200 °C b) při 1400 °C [43]

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část diplomové práce je zaměřena na metalografické hodnocení heterogenní struktury svarů svařených elektronovým paprskem, kde jsou svařované materiály ODS ocel (MA 956) se slinutým karbidem wolframu (WC-Co) a s ODS wolframem (WL10).

4.1 EXPERIMENTÁLNÍ METODY

4.1.1 Elektrojiskrové řezání

Speciální metoda řezání je využívána tam, kde není možné odřezat velmi tvrdé materiály, jako je například wolfram, konvečními způsoby dělení. Částice materiálu jsou elektroerozivně odebírány účinkem tepelného a tlakového působení elektrických výbojů mezi nástrojovou elektrodou a obrobkem, ponořenými do speciální kapaliny s vysokým elektrickým odporem (tzv. dielektrikum). V místě zásahu elektrického výboje se částice materiálu na povrchu obrobku prudce ohřívají, taví, částečně vypařují a tlakem kovových par jsou roztavené kovové částice z místa vymrštny. U tohoto druhu obrábění je materiál řezán elektrodou ve formě tenkého drátu (nejčastěji z mosazi), který je převíjen z jedné kladky na druhou. Napnutý drát je pomalu odvíjen a řez se promývá deionizovanou vodou a má charakter přímkové plochy. U moderních zařízení bývá počítačově řízený stůl, ve kterém je většinou otvor pro procházející drát. Vzorky byly řezány na elektrojiskrové drátové řezače od firmy CHMER G32S [44].

4.1.2 Světelná mikroskopie

Jako nástroj pro zobrazení strukturních detailů slouží metalografický světelný mikroskop už od roku 1864. Základní nutností v každé materiálové laboratoři je světelný mikroskop, který se skládá ze soustavy dvou čoček, objektivu a okuláru. Objektiv je v těsné blízkosti pozorovaného vzorku a paprsky, které jím projdou, poskytují skutečný, převrácený a hlavně zvětšený obraz vzorku. Okulár jej pak převede na neskutečný zvětšený a přímý obraz. Celkové zvětšení světelné mikroskopu je charakterizováno součinem zvětšení objektivu a okuláru. U mikroskopu je důležité zejména užitečné zvětšení dané rozlišovací schopnosti, která je definována jako nejmenší vzdálenost dvou bodů od sebe rozlišitelných. Zvětšení objektivu je také dáno číselnou aperturou, která v sobě zahrnuje velikost polovičního otvorového úhlu kužele paprsků objektivu a index lomu prostředí mezi čočkou objektivu a povrchem vzorku. Při metalografickém pozorování je důležitá hloubka ostrosti objektivu na straně vzorku, která závisí na minimální rozlišitelné vzdálenosti a na vstupním úhlu použitého objektivu. Základní optické metody pro zviditelnění struktury jsou světlé a tmavé pole, polarizované světlo, fázový kontrast a interferenční kontrast [45].

4.1.3 Řádkovací elektronová mikroskopie

Elektronové záření poskytuje lepší zobrazovací schopnost než světelné. Elektronová mikroskopie navazuje na světelnou, doplňuje ji o chemickou analýzu a identifikaci fází na vzorku pomocí energiově a vlnově disperzních spektrometrů. Primární svazek elektronů emitovaných katodou dopadá na povrch vzorku a dochází tak k pružnému a nepružnému rozptylu elektronů. Vznikají tak jevy, které poskytují signály použitelné pro vytvoření obrazu a mikroanalýzu v určitém objemu vzorku. Speciálně je řádkovací elektronový mikroskop používán pro pozorování neprozařitelných tlustších vzorků, které jsou elektricky vodivé. Osvětlovací soustava ŘEM je téměř stejná jako u TEM, ale pro vytvoření obrazu využívá sekundární elektrony uvolněné z velmi tenké povrchové vrstvy a zpětné rozptýlené elektrony emitované z poměrně většího objemu. Základní části mikroskopu jsou: tubus, vakuový systém, elektrické zdroje, mechanické soustavy, zobrazovací části a zdroje vysokého napětí a proudu. Výše zmíněné signály zachycuje tzv. detektor, který vykresluje oblast pozorované

plochy na monitor. Obraz je pak tvořen řádek po řádku a je celý pozorovatelný z důvodu poměrně dlouhého dosvitu obrazovky. ŘEM je dále využíván pro hodnocení lomových ploch (fraktografie) [45].

4.1.4 Měření mikrotvrdomsti

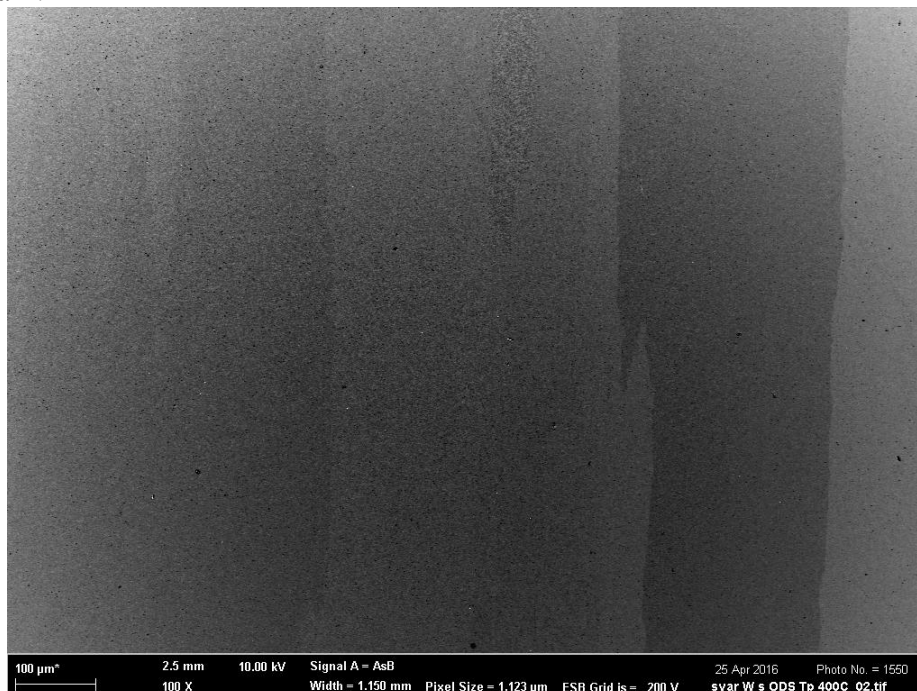
Metody měření tvrdosti byly postupně vyvíjeny podle potřeb výroby jiných typů materiálů a postupem času také normalizovány. Pro zjištění tvrdosti materiálů jsou používány měření podle Brinella, Rockwella a Vickerse. Při měření mikrotvrdomsti podle Vickerse je indentor charakterizován jako diamantový čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° . U moderních mikrotvrdoměřů s rozsahem zatížení od 2 g do 10 kg je celý proces automatizován. Nejdříve je vybráno zatížení a vhodná oblast vpichu nebo série liniových vpichů. Výpočet tvrdosti provádí počítač, který zapisuje souřadnice vpichu a změří velikost úhlopříček vpichu, které jsou přepočítány na tvrdost. Měření mikrotvrdomsti podle Vickerse má důležitý význam pro identifikaci fází ve struktuře, informace o distribuci difúzních vrstev nebo například pro hloubky vrstev nanosených povrchových úprav. Mikrotvrdomst byla u všech vzorku měřena metodou dle Vickerse při zatížení HV 0,3 podle normy ČSN EN ISO 9015-2. Měření bylo provedeno pomocí mikrotvrdoměru LECO LM 247AT, který pracuje v poloautomatickém režimu [45].

4.2 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁLY

Experimentální materiály použité pro tuto práci byly vybrány na základě jejich vysokoteplotní aplikace ve fúzním reaktoru ITER a později i ve fúzní elektrárně DEMO. Jako konstrukční materiál byla zvolena oxidačně disperzně zpevněná ocel typu MA 956, která bude spojena s materiálem první stěny wolframem.

4.2.1 MA 956

Jak už bylo zmíněno v teoretické části, slitina MA 956 je vyráběna práškovou metalurgií, speciálně procesem mechanické legování společností INCONEL za přídavku 1 obj. % yttria. Na Obrázku 30 je BSE snímek slitiny MA 956, na kterém je zobrazena anizotropní struktura. Na snímku jsou usměrněné zrna feritu ve svislém směru z důvodu pozice vzorku při svařování.



Obr. 30 BSE Snímek slitiny MA 956 zvětšeno 100x

Tato feritická Fe-Cr-Al slitina je využívána jako materiál pro pecní přípravky, regály, koše a trysky hořáku v závodech tepelného zpracování, dále je jako pokročilý materiál aplikována u leteckých komponent, kde uplatňuje dobrou pevnost za vysokých teplot spolu s odolností proti oxidaci a sulfidaci. Slitina MA 956 má velmi vysoký bod tání, vysokou mez pevnosti při tečení, vynikající odolnost proti dlouhodobé expozici (až do 1300 ° C), relativně nízkou hustotu (v porovnání s ostatními ODS slitinami) a relativně nízký koeficient teplotní roztažnosti. Chemické složení je uvedeno v Tabulce 6.

Tabulka 6 Chemické složení experimentální slitiny MA 956

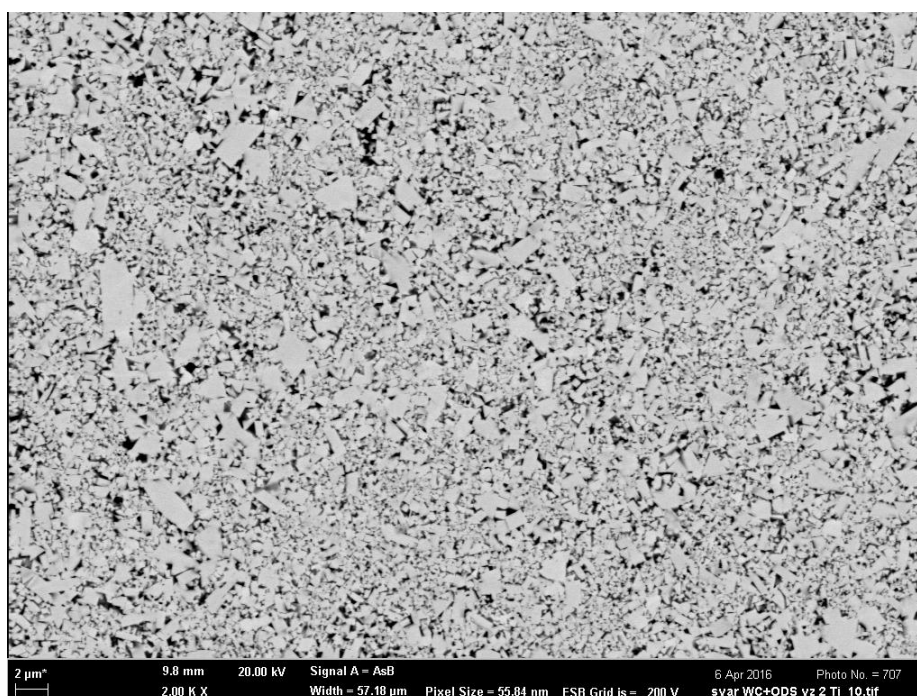
Označení slitiny	Chemické složení [hmot. %]						
	Fe	Cr	Al	Ti	C	Ni	Y ₂ O ₃
MA 956	báze	20,0	4,50	0,50	0,05	0,50	0,50

4.2.2 Wolframové materiály

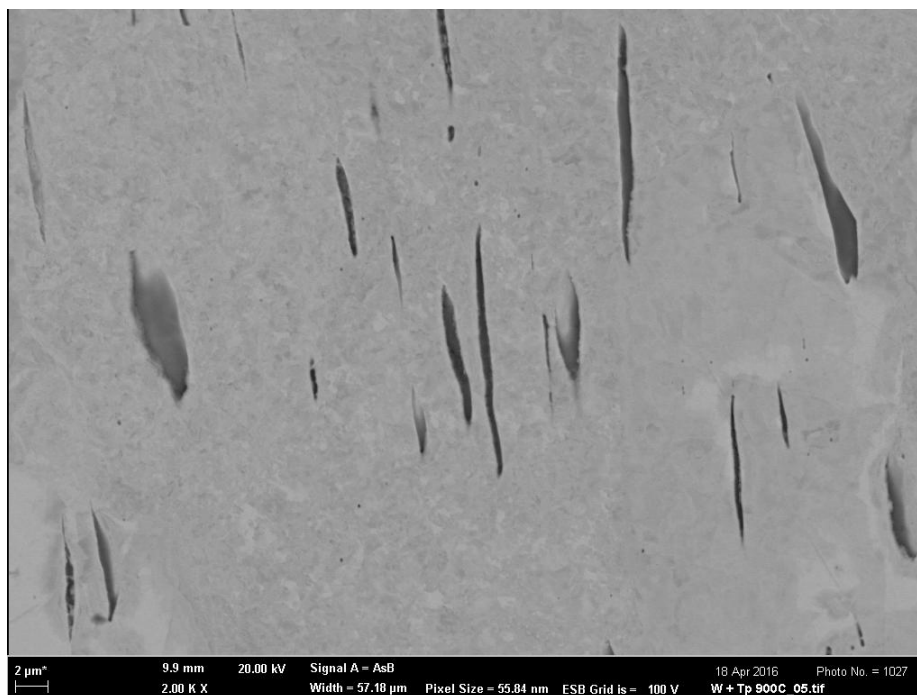
V práci jsou použity dva druhy wolframových materiálů, které byly vyrobeny práškovou metalurgií. První experimentální materiál, který je označen jako série A, je slinutý karbid WC-Co s chemickým složením uvedeném v Tabulce 7. Na Obrázku 31 je BSE snímek struktury slinutého karbidu WC-Co. Druhým experimentálním materiálem byl zvolen oxidačně disperzně zpevněný wolframový kompozit oxidem lanthanu WL10 označen jako série B s chemickým složením uvedeným v Tabulce 7. Na Obrázku 32 je BSE snímek struktury wolframového kompozitu WL10, kde jsou wolframové zrna a subzrna disperzně zpevněné tmavými protáhlými oxidy lanthanu.

Tabulka 7 Chemické složení experimentální wolframových slitin

Označení slitiny	Označení vzorků	Chemické složení [hmot. %]			
		W	Co	Ni	La ₂ O ₃
WC-Co	Série A	90,00	7,00	3,00	
WL10	Série B	99,00			1,00



Obr. 31 BSE Snímek slinutého karbidu wolframu WC-Co zvětšeno 2000x



Obr. 32 BSE Snímek wolframového kompozitu WL10 zvětšeno 2000x

4.3 PŘÍPRAVA VZORKŮ PRO SVAŘOVÁNÍ

Vzorky z ODS oceli MA 956 (pro WC-Co) byly nařezány na válečky s výškou přibližně 6 mm z tyče kruhového profilu o průměru 16 mm na zařízení Discotom-2 od firmy Struers. Poté byly rozřezány na polovinu pomocí pomaluběžné olejové řezačky VC-50 od firmy Leco, kde byl použit diamantový kotouč s označením M0D13 od firmy Struers. Rychlost řezání byla z důvodu prokluzování kotouče zvolena $9 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$.

Vzorky z ODS oceli MA 956 (pro WL10) byly nařezány na válečky s výškou přibližně 7 mm z tyče kruhového profilu o průměru 16 mm na zařízení Discotom-2 od firmy Struers. Dále byla do každého vzorku vyvrtána díra o průměru 6,3 mm pro vložení malého válečku wolframového kompozitu. Vzorky byly vrtány na univerzálním soustruhu monolitním vrtákem z rychlořezné oceli.

Vzorek slinutého karbidu WC-Co byl připraven metodou elektrojiskrového řezání, kterou lze obrábět (řezat) i velmi tvrdé materiály. Vzorek byl ve formě tyčky kruhového profilu o průměru 10 mm drátem rozdělen na poloviny rovnoběžně s osou tyčky. Z těchto dvou částí byly vzorky nařezány na poloviční válečky s výškou přibližně 6 mm. Vzorek wolframového kompozitu ve formě malého válečku o průměru 6,3 mm s výškou 7 mm byl použit v dodaném stavu bez dalších technologických úprav.

4.4 PARAMETRY SVAŘOVÁNÍ ELEKTRONOVÝM SVAZKEM

Svařování bylo provedeno na zařízení Universal chamber machine ProBeam K26. V Příloze č. 1 je zobrazen směr svařování série A. V Příloze č. 2 je zobrazen směr svařování série B.

4.4.1 Vzorek série A č. 1 MA 956/WC-Co

Parametry svařování vzorku č. 1:

Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [$\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	20	15	○	Ø 0,2	-2	500	2347,6	5572	621

Vzhledem k nestejně tloušťce a velikosti svařovaných materiálů byl elektronový svazek fokusován na povrch ODS oceli, který ležel 0,3 mm pod povrchem wolframové slitiny. Na Obrázku 33 je zobrazena fotodokumentace svařeného vzorku č. 1.

4.4.2 Vzorek série A č. 2 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ni

Přídavný materiál ve formě tenkého plechu z niklu o tloušťce 0,05 mm byl umístěn mezi spojované materiály. Elektronový svazek byl fokusován na střed spoje svařovaných materiálů. Na Obrázku 34 je zobrazena fotodokumentace svařeného vzorku č. 2.

Parametry svařování vzorku č. 2:

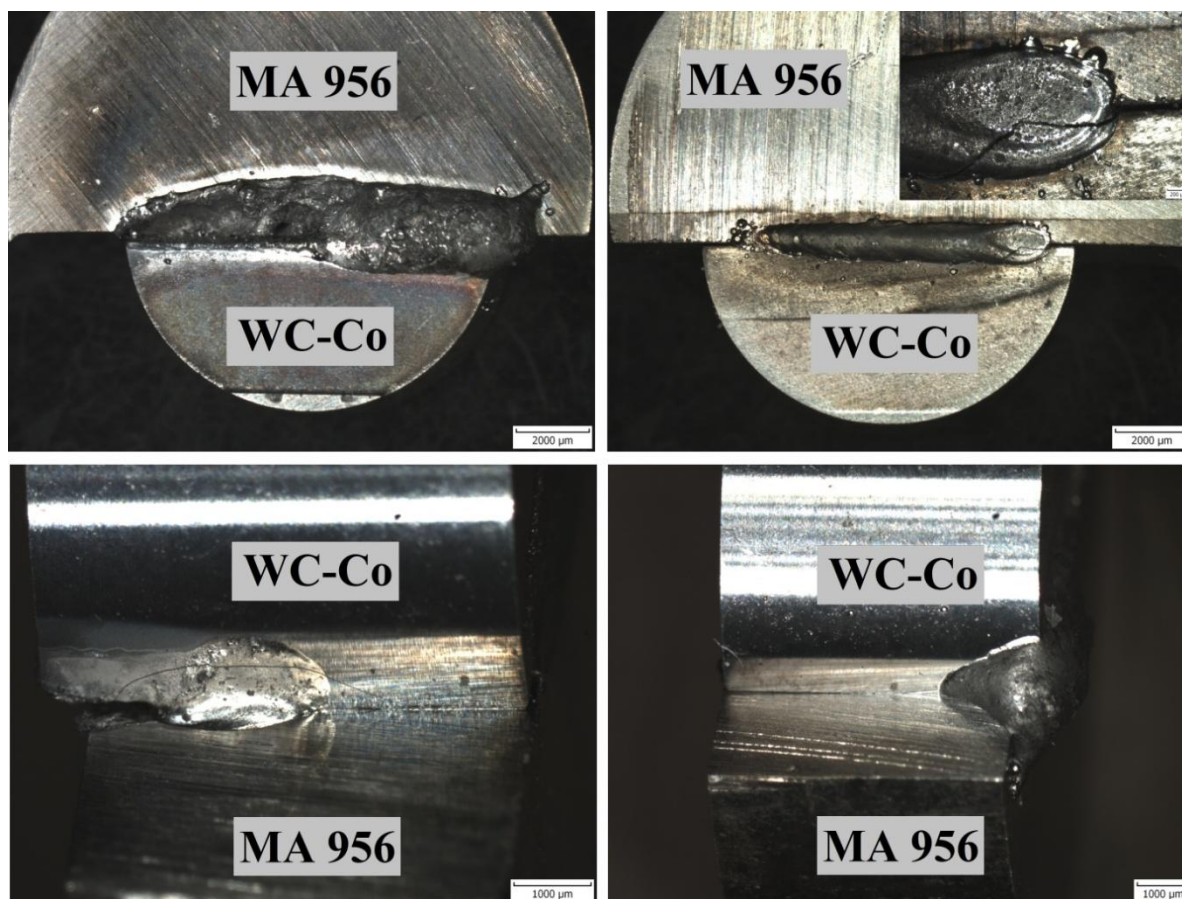
Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [mm·s ⁻¹]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	20	15	○	Ø 0,2	-2	500	2346,8	5536	618

4.4.3 Vzorek série A č. 3 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ti

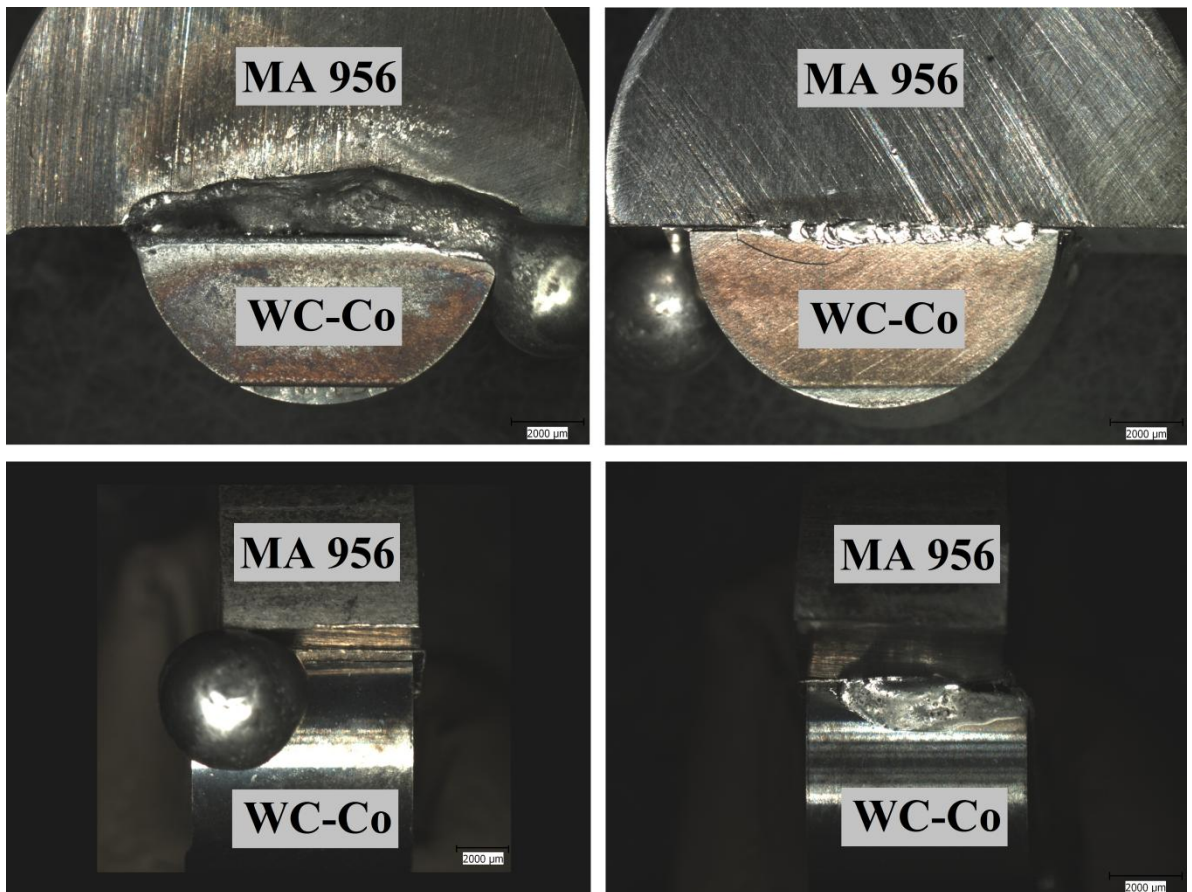
Přídavný materiál ve formě tenkého plechu z titanu o tloušťce 0,1 mm byl umístěn mezi spojované materiály. Elektronový svazek byl fokusován na střed spoje svařovaných materiálů. Na Obrázku 35 je zobrazena fotodokumentace svařeného vzorku č. 3.

Parametry svařování vzorku č. 3:

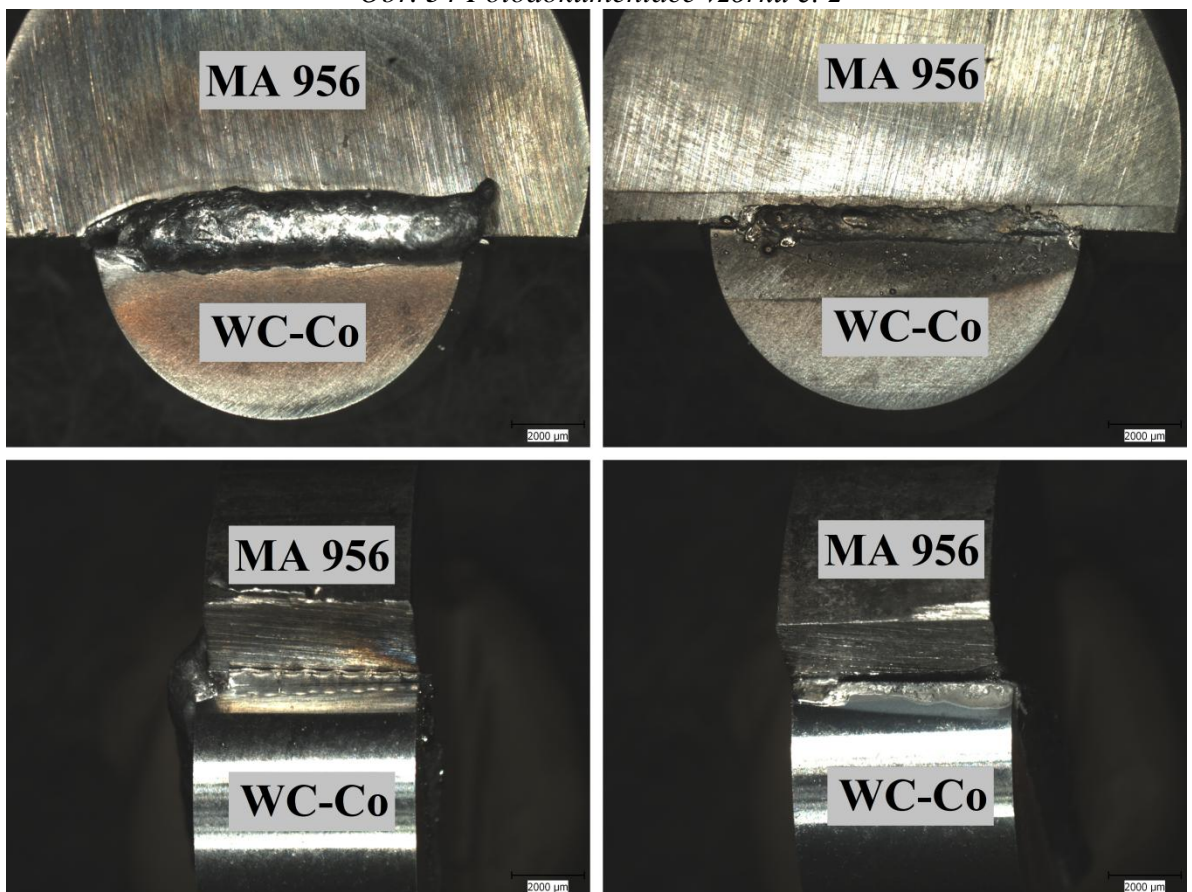
Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [mm·s ⁻¹]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	20	15	○	Ø 0,2	-2	500	2346,8	5536	618



Obr. 33 Fotodokumentace vzorku č. 1



Obr. 34 Fotodokumentace vzorku č. 2



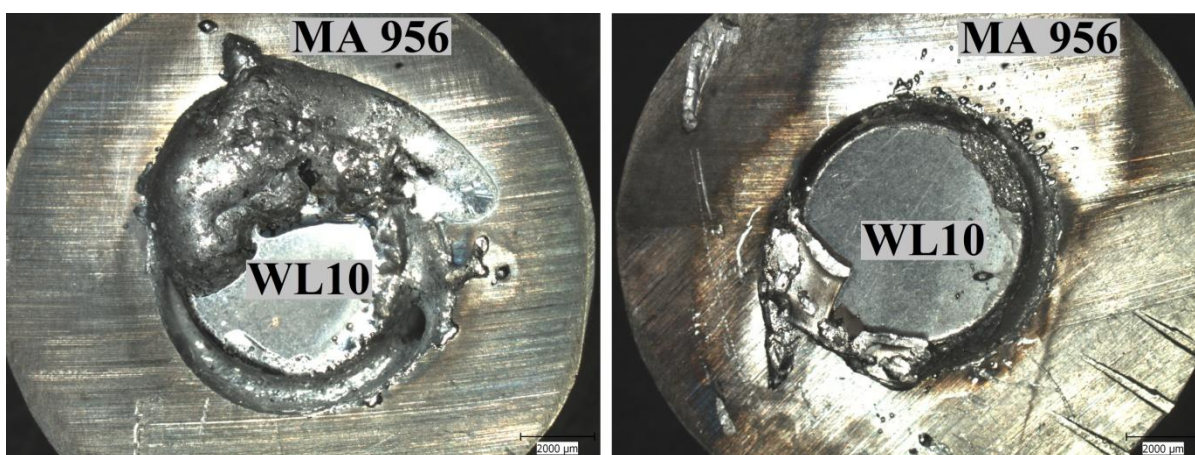
Obr. 35 Fotodokumentace vzorku č. 3

4.4.4 Vzorek série B č. 4 MA 956/WL10

U vzorků série B byl wolframový váleček umístěn do vyvrtaného otvoru v ODS oceli o průměru 6,3 mm a obvodově svařován. Elektronový svazek byl fokusován na rozhraní spoje svařovaných materiálů. Obrázek 36 zobrazuje fotodokumentaci svařeného vzorku č. 4.

Parametry svařování vzorku č. 4:

Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [$\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	17	15	○	Ø 0,35	-2	500	2385,6	5438	64



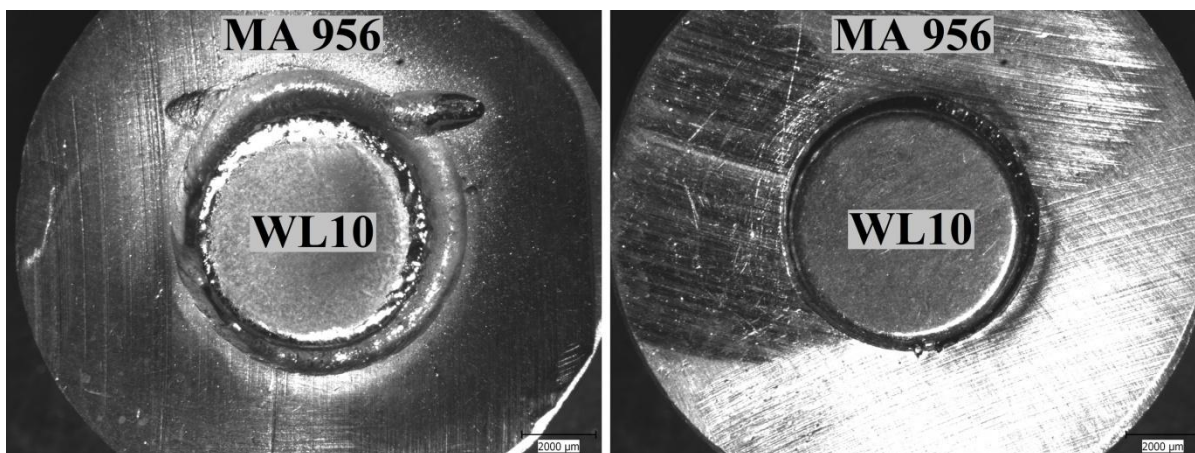
Obr. 36 Fotodokumentace vzorku č. 4

4.4.5 Vzorek série B č. 5 MA 956/WL10 s předehřevem 400 °C

Na vzorek č. 5 byl aplikován předehřev. Elektronový svazek předehříval střed wolframového válečku, u kterého bezdotkový teploměr v pracovní komoře naměřil před svařením 410 °C. Těsně po svaření bylo pyrometrem naměřeno 480 °C, z důvodu vyrovnání teploty ODS oceli a wolframu. Konečná teplota vzorku po odvakování pracovní komory byla 200 °C. Na Obrázku 37 je zobrazena fotodokumentace svařeného vzorku č. 5.

Parametry svařování vzorku č. 5:

Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [$\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	10	15	○	Ø 0,35	-2	500	2385,6	5438	649



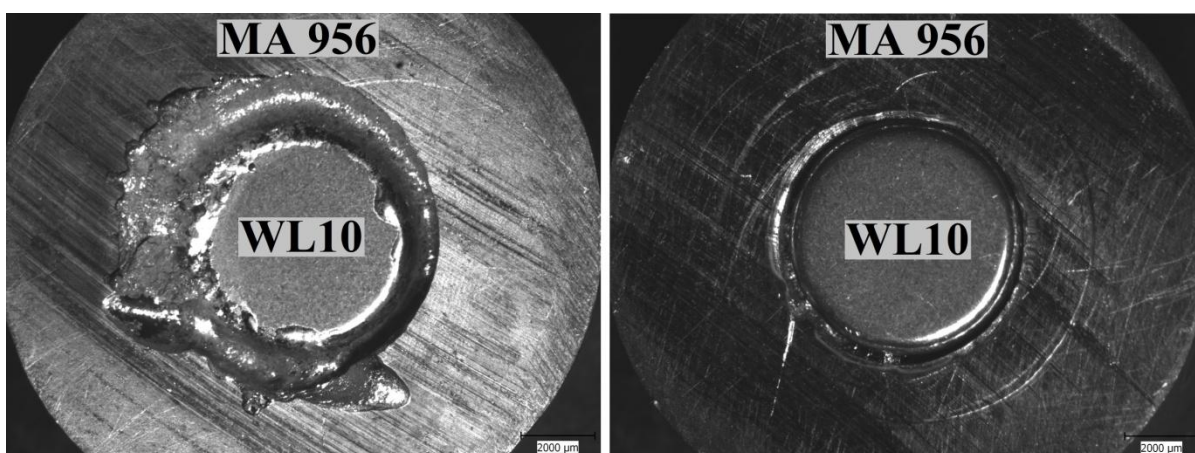
Obr. 37 Fotodokumentace vzorku č. 5

4.4.6 Vzorek série B č. 6 MA 956/WL10 s předehřevem 900 °C

Na vzorek č. 6 byl aplikován předehřev. Elektronový svazek předehříval střed wolframového válečku, u kterého bezdotykový teploměr v pracovní komoře naměřil před svařením 920 °C. Těsně po svaření bylo pyrometrem naměřeno 720 °C, z důvodu vyrovnání teploty ODS oceli a wolframu. Konečná teplota vzorku po odvakouování pracovní komory byla 200 °C. Na Obrázku 38 je zobrazena fotodokumentace svařeného vzorku č. 6.

Parametry svařování vzorku č. 6:

Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [mm·s ⁻¹]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	7	15	○	Ø 0,35	-2	500	2385,6	5438	649



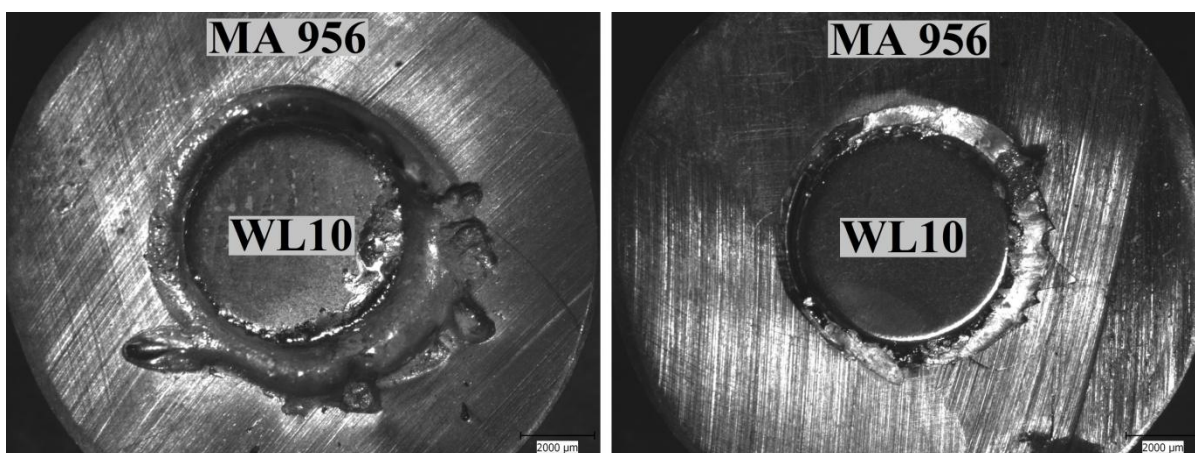
Obr. 38 Fotodokumentace vzorku č. 6

4.4.7 Vzorek série B č. 7 MA 956/WL10 s přídavným materiálem Ni

Přídavný materiál ve formě tenkého plechu z niklu o tloušťce 0,05 mm byl umístěn mezi spojované materiály. Elektronový svazek byl fokusován na střed spoje svařovaných materiálů. Na Obrázku 39 je zobrazena fotodokumentace svařeného vzorku č. 7.

Parametry svařování vzorku č. 7:

Urychlovací proud U_a [kV]	Proud svazku I_b [mA]	Rychlost svařování v [mm·s ⁻¹]	Tvar spotu EB [-]	Velikost EB spotu [mm]	SURF* [mA]	Frekvence f [Hz]	Fokusační proud I_f [mA]	Kalwert* [-]	Pracovní vzdálenost [mm]
120	15	15	○	Ø 0,35	-2	500	2385,6	5438	649



Obr. 39 Fotodokumentace vzorku č. 7

4.5 METALOGRAFICKÁ PŘÍPRAVA VZORKŮ

4.5.1 Elektrojiskrové řezání

Vzorky svařených materiálů byly řezány přes vyznačenou rysku na elektrojiskrové drátové rezačce od firmy CHMER G32S. Vzorky série A byly řezány kolmo na svarový spoj. Válcové vzorky série B byly uprostřed rozřezány na dvě poloviny. Na jedné části vzorku se vyskytovaly dva svary (rozříznuté mezikruží). U všech vzorků bez přídavného materiálu série B byl vyhodnocen pouze jeden svar. Speciálně u vzorku č. 7 byly vyhodnoceny oba svary, proto se u tohoto vzorku setkáváme s označením 7a (svar vpravo od středu) a 7b (svar vlevo od středu).

4.5.2 Broušení

Broušení vzorků bylo provedeno pomocí brusných papírů SiC na brusce a leštičce Dap-7 s držákem Pedemin-2 od firmy Struers. Vzorky byly usazeny do držáků metalografických brusek. Za intenzivního chlazení vodou byly vzorky broušeny od hrubší zrnitosti 120 až do jemnější 1200 na otočném kotouči rychlostí 125 otáček za minutu. Mezi jednotlivými výměny brusných papírů byly vzorky s podložkou opláchnuty vodou a následně byla očištěna i otočná hlava.

4.5.3 Leštění

Po broušení bylo na vzorky aplikováno mechanické leštění. Do leštičky byla vložena magnetická podložka a na ni připevněno leštící plátno pro ocel a leštící prostředek o určité velikosti diamantových částic. Leštící prostředek ve formě pasty (monokrystalické částice diamantu) o velikosti 3 μm byl nanesen na plátno. Vzorky byly smáčeny etanolem a leštěny po dobu 9 minut rychlostí otočného kotouče 125 otáček za minutu. Po leštění byl vzorek opláchnut etanolem a leštící plátno bylo očištěno mycím prostředkem. Další leštění bylo provedeno stejně jako předchozí s použitím jiného leštícího plátna a leštícího prostředku o velikosti diamantových částic 1 μm . Po tomto procesu byly vyleštěné vzorky hodnoceny na světelném mikroskopu.

4.5.4 Leptání

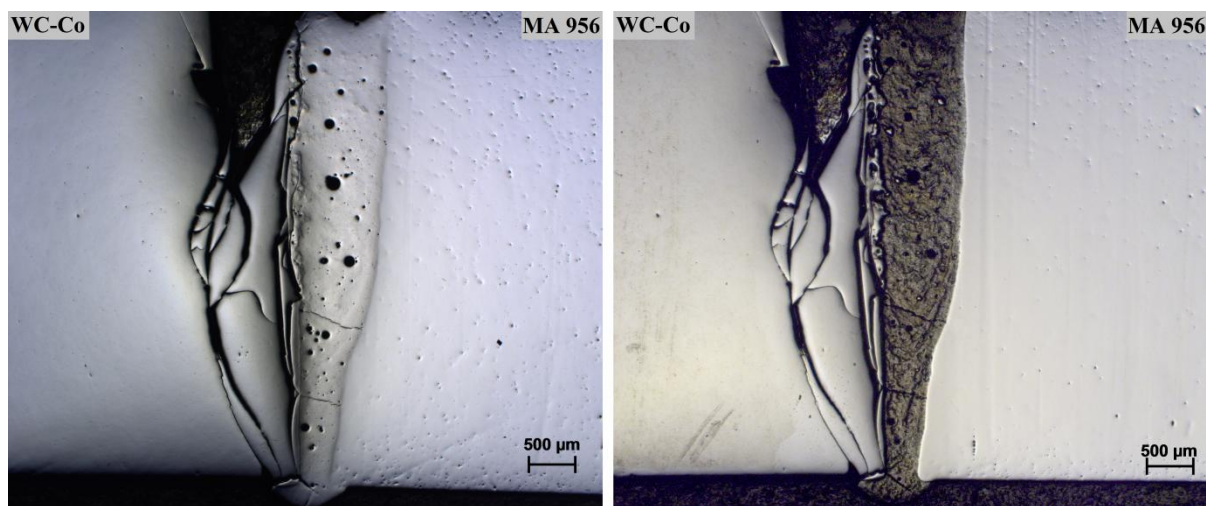
Chemické leptání vzorků bylo provedeno pomocí leptacího činidla o koncentraci roztoku kyselin 15 ml HNO_3 a 3 ml HF a 80 ml destilované H_2O . Nejdříve byl roztok připraven do Petriho misky, do níž byly vzorky ponořeny. Po kratší době leptání (přibližně 20 s) byla naleptána mikrostruktura svarového kovu. Zatímco při delší době leptání (přibližně 120 s) byla zviditelněna struktura ODS oceli. Po každém leptání byly vzorky opláchnuty etanolem a vysušeny horkým vzduchem. Poté byly leptané vzorky hodnoceny na světelném mikroskopu.

4.6 PREZENTACE VÝSLEDKŮ SVAROVÝCH SPOJŮ

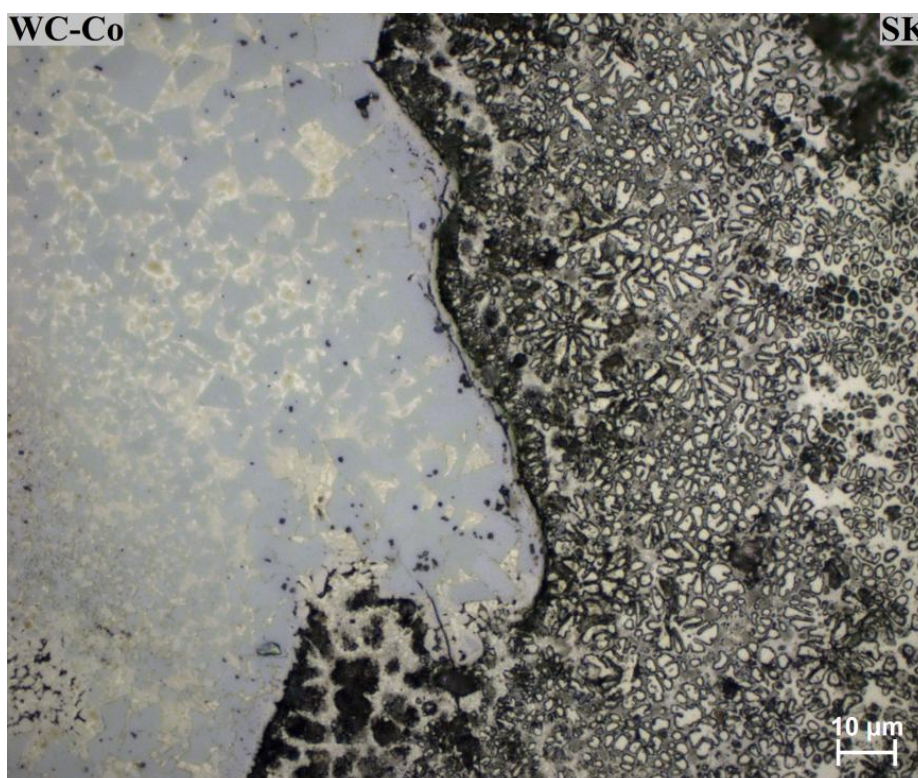
4.6.1 Vzorek série A č. 1 MA 956/WC-Co

Světelná mikroskopie

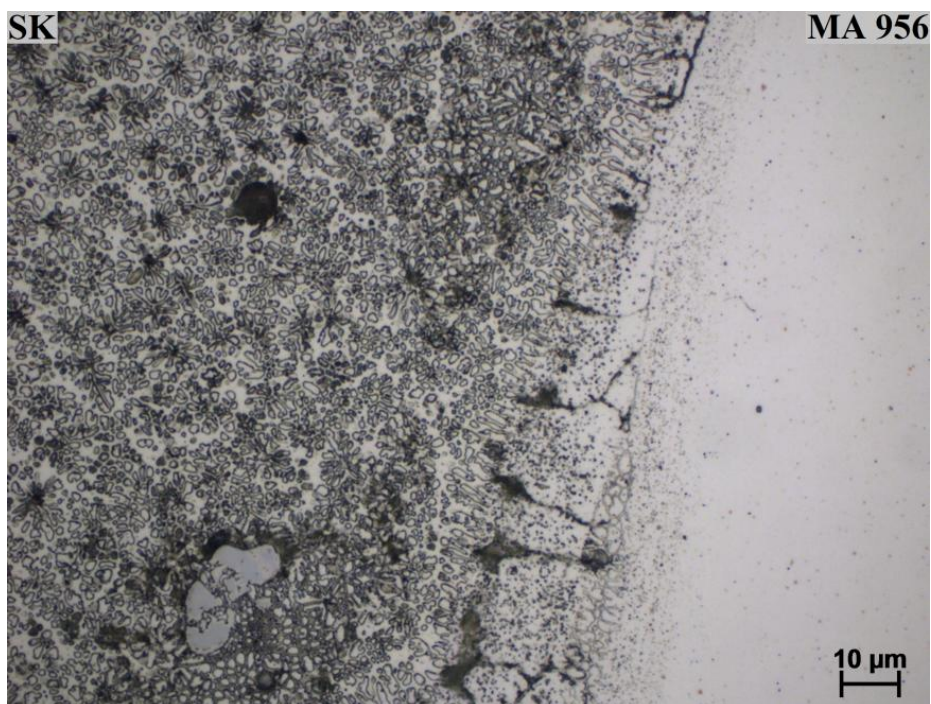
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 1 MA956/WC-Co bez přídavného materiálu je po leštění a leptání zobrazena na Obrázku 40. U vzorku byla většina energie elektronového svazku soustředěna na povrch MA 956, kde se vytvořil svarový kov. Svarový kov je velice pórovitý. Největší pór dosahuje velikosti 160 μm . Svarový spoj obsahuje spoustu trhlin v základním materiálu WC-Co a také studených spojů na rozhraní karbidu wolframu a svarového kovu. V oblasti přechodu od svarového kovu do zóny částečného promísení slinutého karbidu se vyskytuje trhlinka od návaru až po kořen svaru, která se dále rozvětjuje do všech stran. Mikrostruktura rozhraní svarového spoje je vyobrazena na Obrázku 41 a 42.



Obr. 40 Makrostruktura SK vzorku č. 1 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x



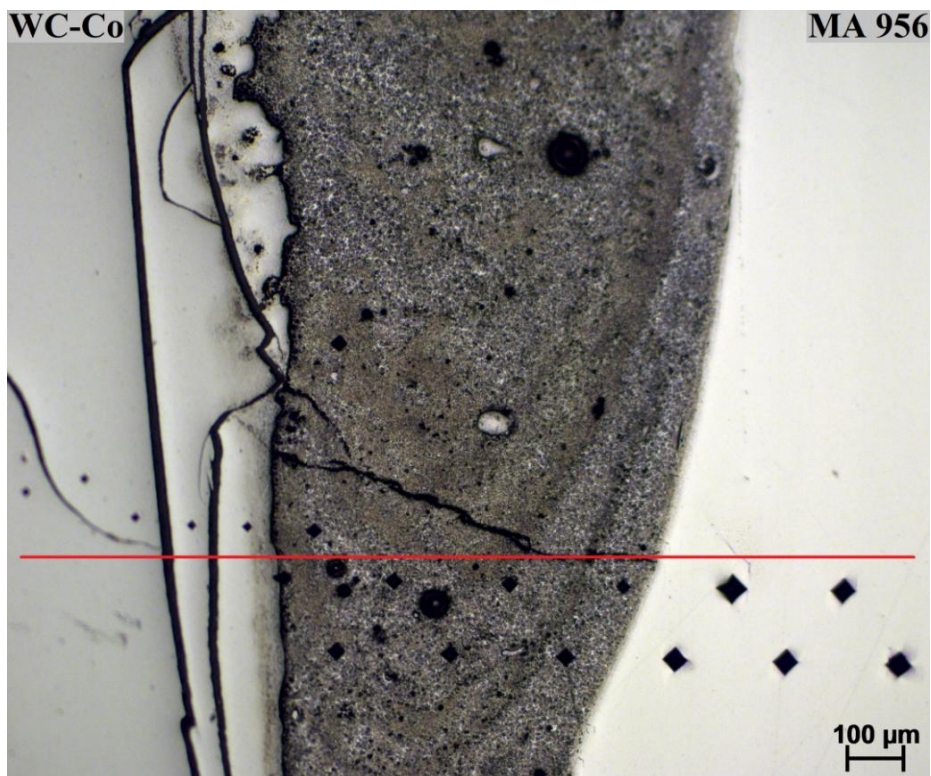
Obr. 41 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi WC-Co a SK vzorku č. 1 zvětšeno 1000x



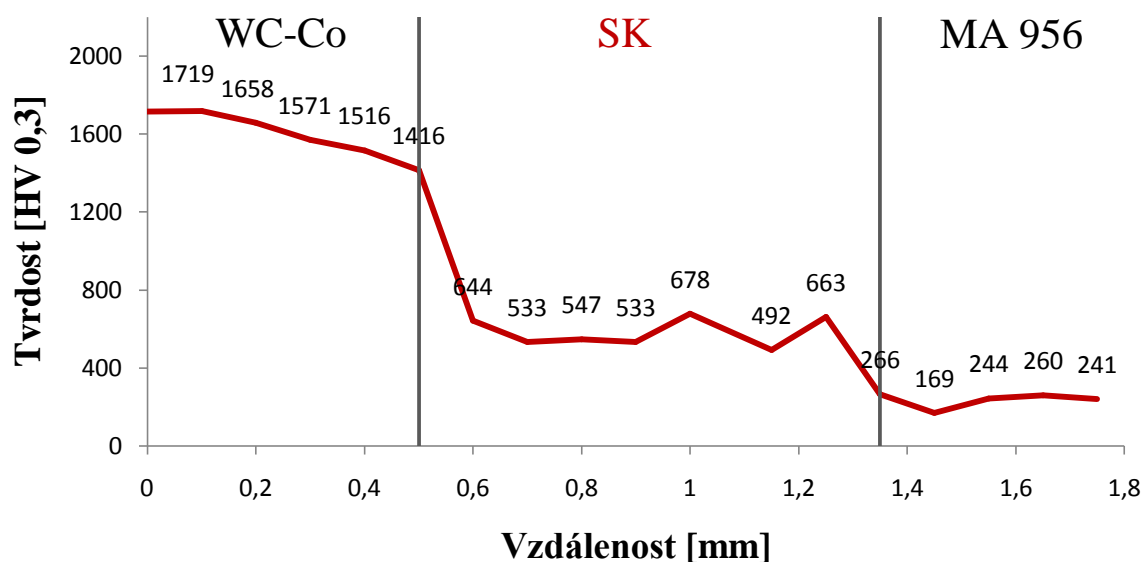
Obr. 42 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a MA 956 vzorku č. 1 zvětšeno 1000x

Mikrotvrdość

Oblast měření tvrdosti heterogenního svarového spoje je zobrazena na Obrázku 43 červenou přímkou. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 1 ve střední části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 44. Na Obrázku 44 jsou jednotlivé části svarového spoje odděleny přímkou (šedá barva). Prudký pokles tvrdosti je zaznamenán na obou rozhraních spojovaných materiálů. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 584 HV.



Obr. 43 Oblast měření mikrotvrdości svarového spoje vzorku č. 1 zvětšeno 100x

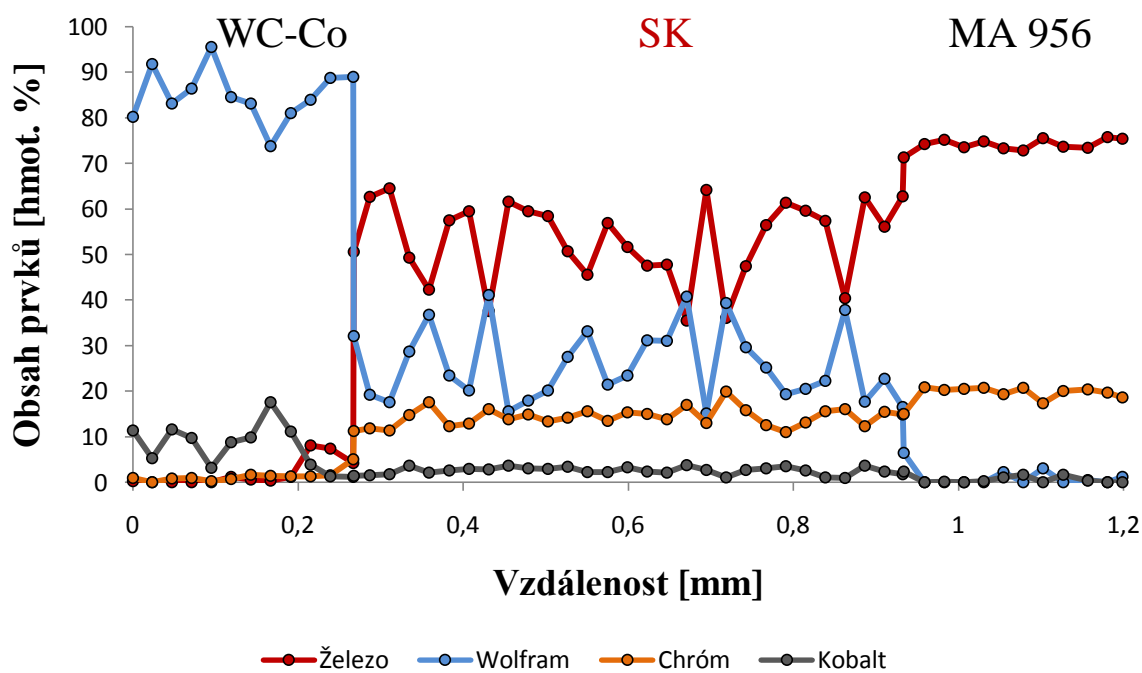


Obr. 44 Průběh mikrotvrlosti svarového spoje vzorku č. 1

Řádkovací elektronová mikroskopie

1) Chemická analýza

Oblast měření (červená přímka) chemické analýzy je uvedena na Obrázku 43. Na Obrázku 45 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj slinutého karbidu a ODS oceli MA 956. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 54 %, W – 25 %, Cr – 14,6 %. Na rozhraní WC-Co a svarového kovu se vyskytuje oblast se záměnou pojiva ve slinutém karbidu. Kobalt, který se vyskytoval na rozhraní svarového spoje, byl nahrazen železem.



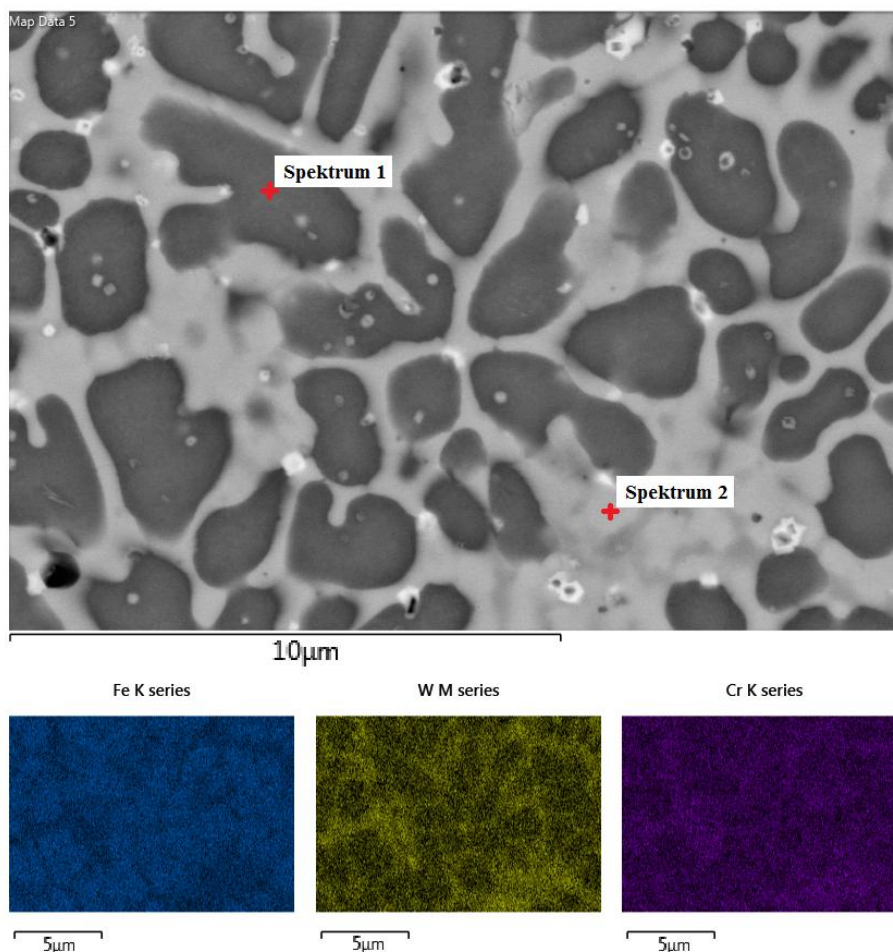
Obr. 45 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 1

2) Mikrostruktura

Na Obrázku 46 je zobrazena mikrostruktura svarového kovu. Dendritická struktura (spektrum 1) je tvořena tuhým roztokem železa α s minoritním podílem wolframu a chrómu. Mezidendritický prostor (spektrum 2) podle chemického složení odpovídá oblasti v ternárním fázovém diagramu Fe-W-Cr směsi χ -fáze $\text{Fe}_{0,55}\text{-W}_{0,20}\text{-Cr}_{0,25}$ a tuhého roztoku železa α . Jednotlivá spektra jsou podrobně umístěna v Tabulce 8.

Tabulka 8 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 1

	Chemické složení [hmot. %]		
	Spektrum 1	Spektrum 2	celkově SK
Fe	65	46	56
W	15	30	22
Cr	12	21	15

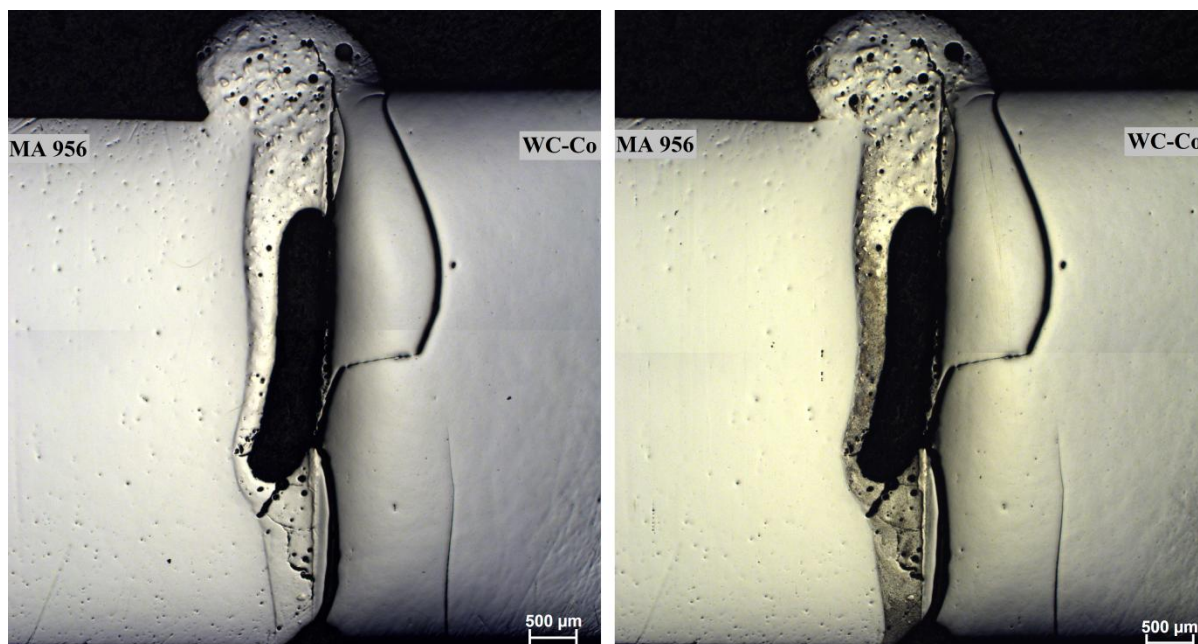


Obr. 46 Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 1

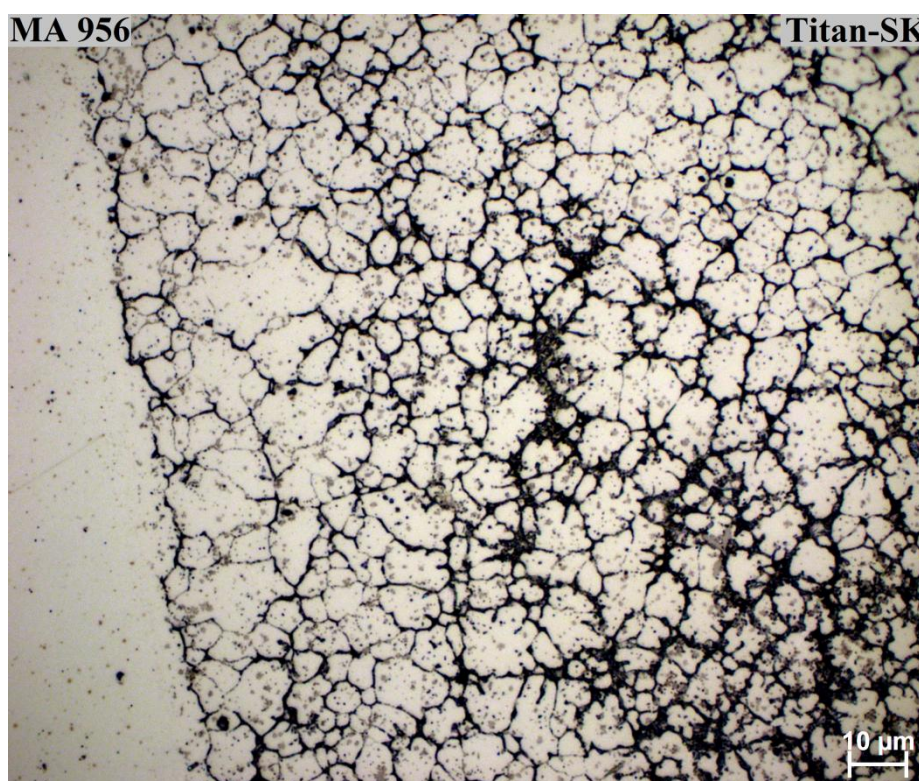
4.6.2 Vzorek série A č. 2 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ti

Světelná mikroskopie

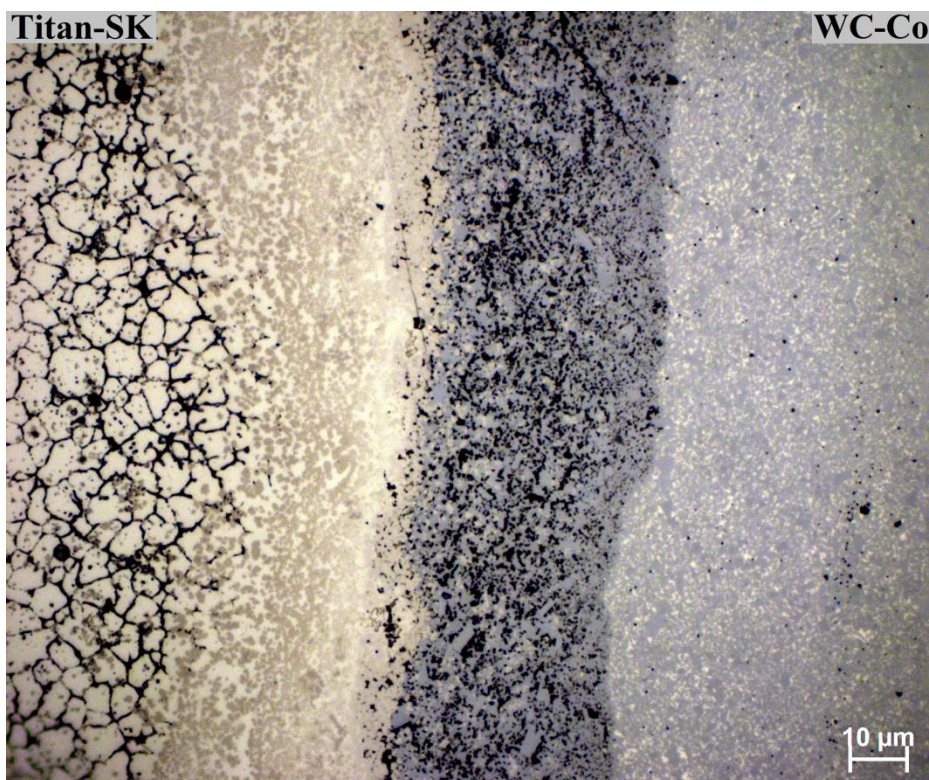
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 2 MA956/WC-Co s přídavným materiálem Ti po leštění a leptání je zobrazena na Obrázku 47. U vzorku byl elektronový svazek fokusován na rozhraní mezi svařovanými materiály. Svarový kov je pórovitý s obrovskou červovitou dutinou na straně karbidu wolframu, ve kterém se také vyskytuje trhlinka napříč celým objemem materiálu. Ve vrchní části svarového spoje se vytvořil návar titanu. Mikrostruktura rozhraní svarového spoje je vyobrazena na Obrázku 48 a 49.



Obr. 47 Makrostruktura SK vzorku č. 2 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x



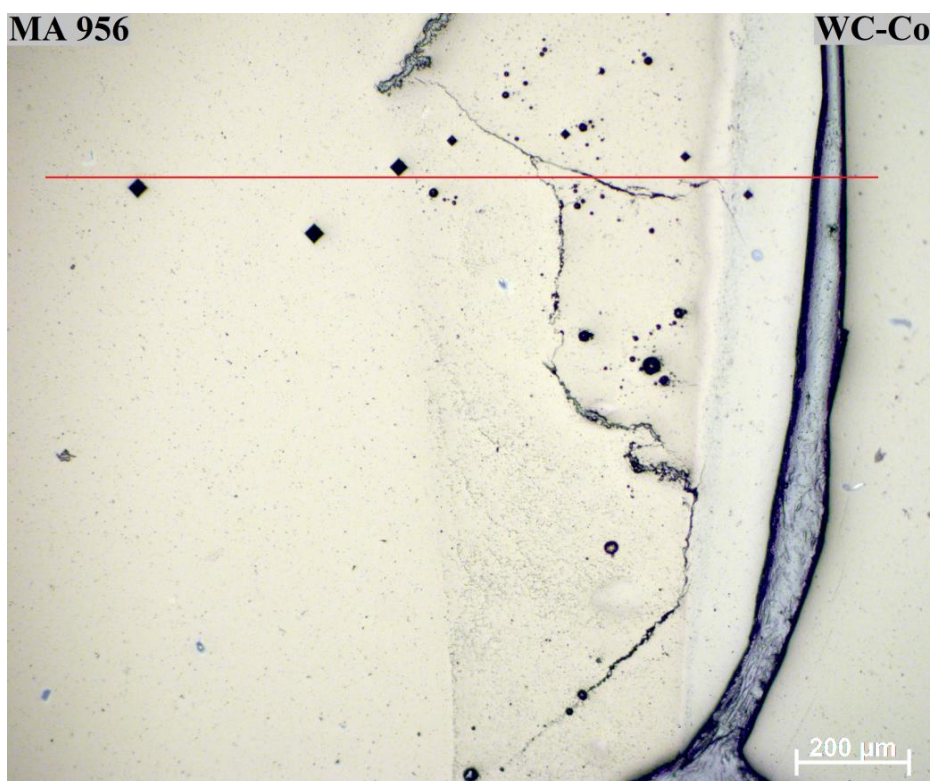
Obr. 48 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi MA 956 a SK vzorku č. 2 zvětšeno 1000x



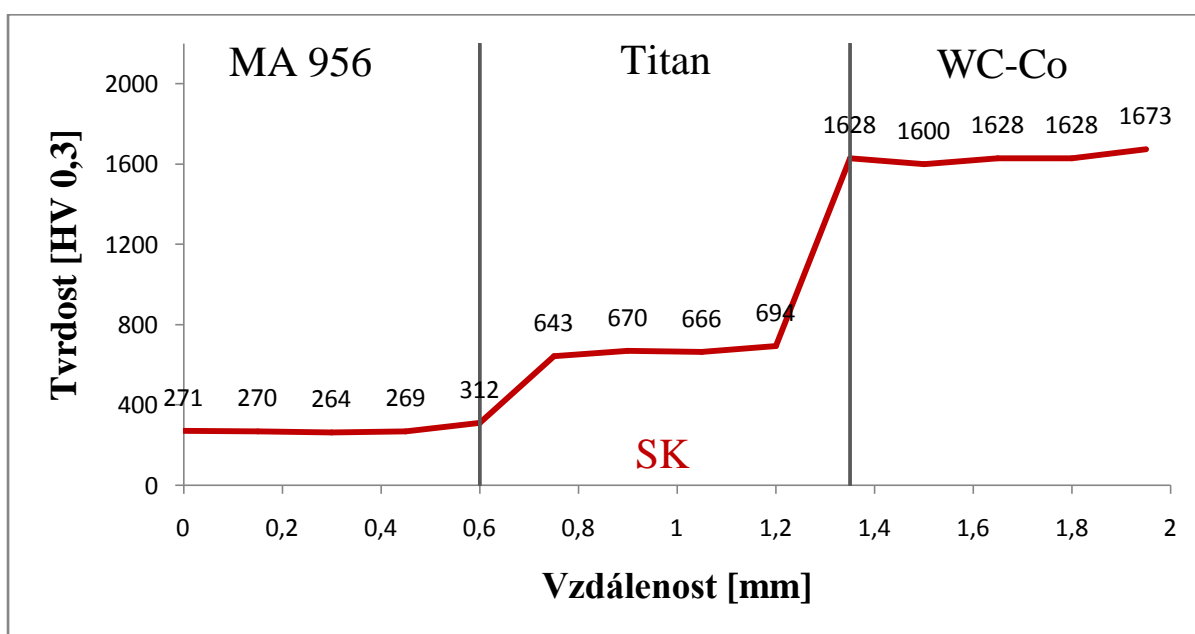
Obr. 49 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a WC-Co vzorku č. 2 zvětšeno 1000x

Mikrotvrdoost

Oblast měření tvrdosti heterogenního svarového spoje je zobrazena na Obrázku 50 červenou přímkou. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 2 ve spodní části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 51. Náhlá změna tvrdosti je zaznamenána na obou rozhraních spojovaných materiálů. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 668 HV.



Obr. 50 Oblast měření mikrotvrdoosti svarového spoje vzorku č. 2 zvětšeno 100x

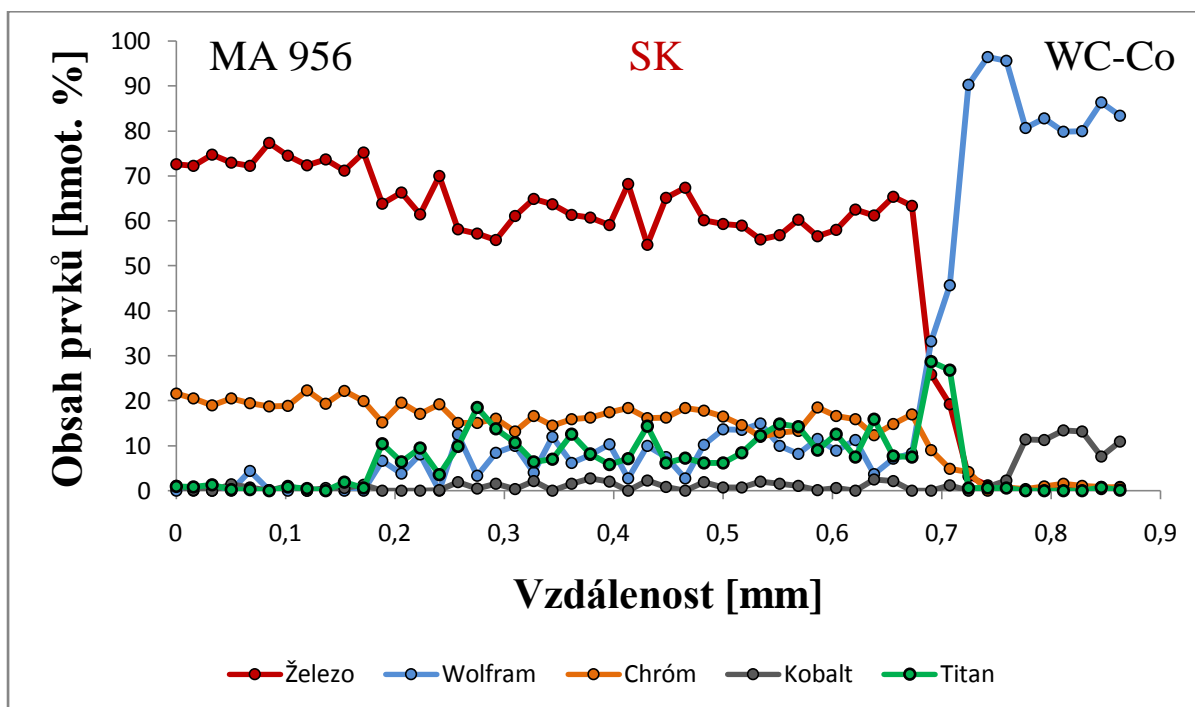


Obr. 51 Průběh mikrotvrdomosti svarového spoje vzorku č. 2

Řádkovací elektronová mikroskopie

1) Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 50. Na Obrázku 52 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj ODS oceli MA 956 a slinutého karbidu WC-Co. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 59 %, W – 10 %, Cr – 16 % a Ti – 10 %. Na rozhraní WC-Co a svarového kovu se vyskytuje oblast, kde je nedostatek pojiva mezi částicemi karbidu wolframu.



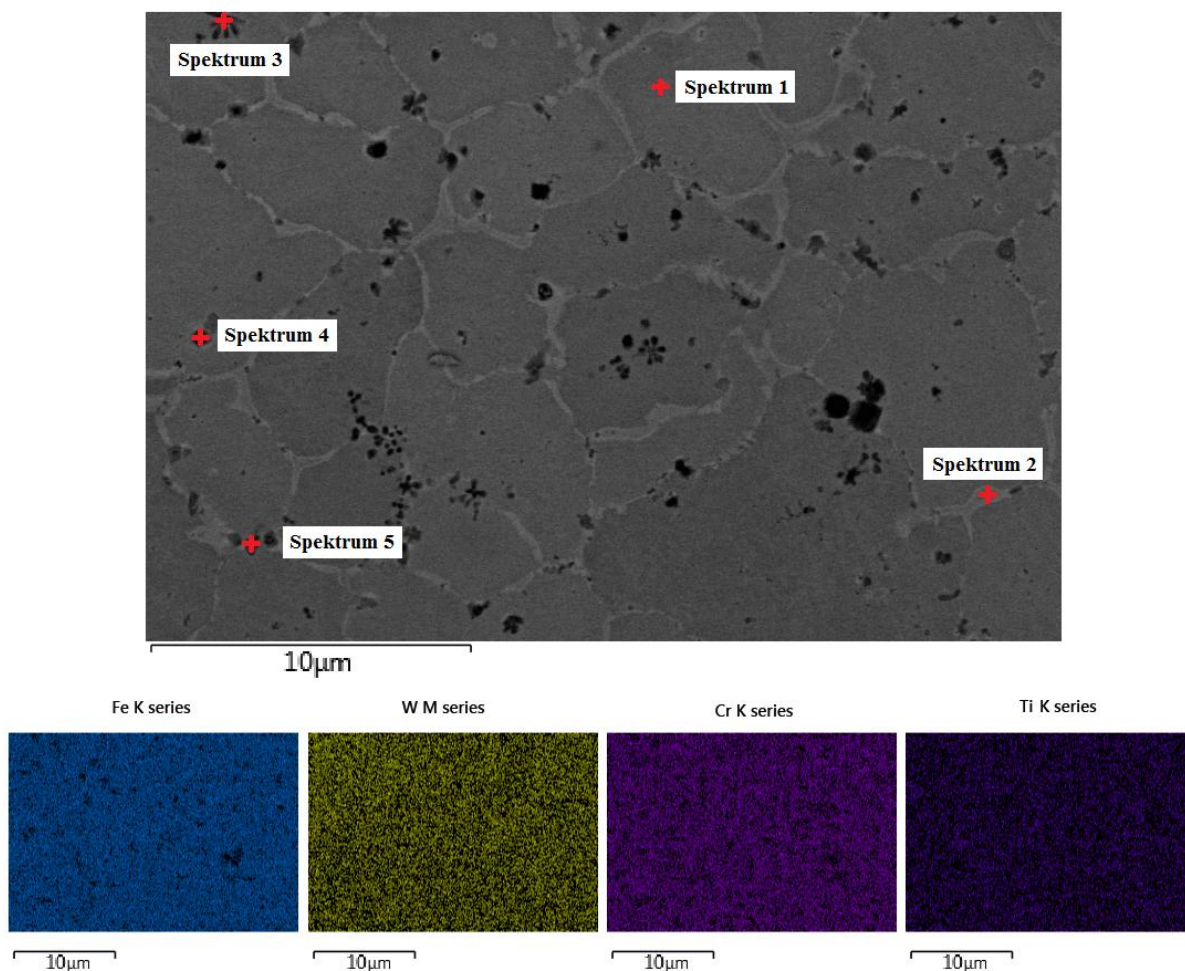
Obr. 52 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 2

2) Mikrostruktura

Na Obrázku 53 je snímek svarového kovu vzorku č. 2, který je tvořen tuhým roztokem železa alfa s rozpuštěnými minoritními prvky Cr, W a Ti (spektrum 1). Na hranicích zrn je větší množství titanu (spektrum 2). Ve struktuře byly dále nalezeny komplexní sloučeniny: oxidy titanu s menším množstvím yttria (spektrum 3), oxidy yttria (spektrum 4) a karbonitridy titanu (spektrum 5). Jednotlivá spektra jsou podrobně zobrazena v Tabulce 9.

Tabulka 9 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 2

	Chemické složení [hmot. %]		
	Spektrum 1	Spektrum 2	celkově SK
Fe	66	63	59
W	6	5	10
Cr	17	12	16
Ti	6	17	12

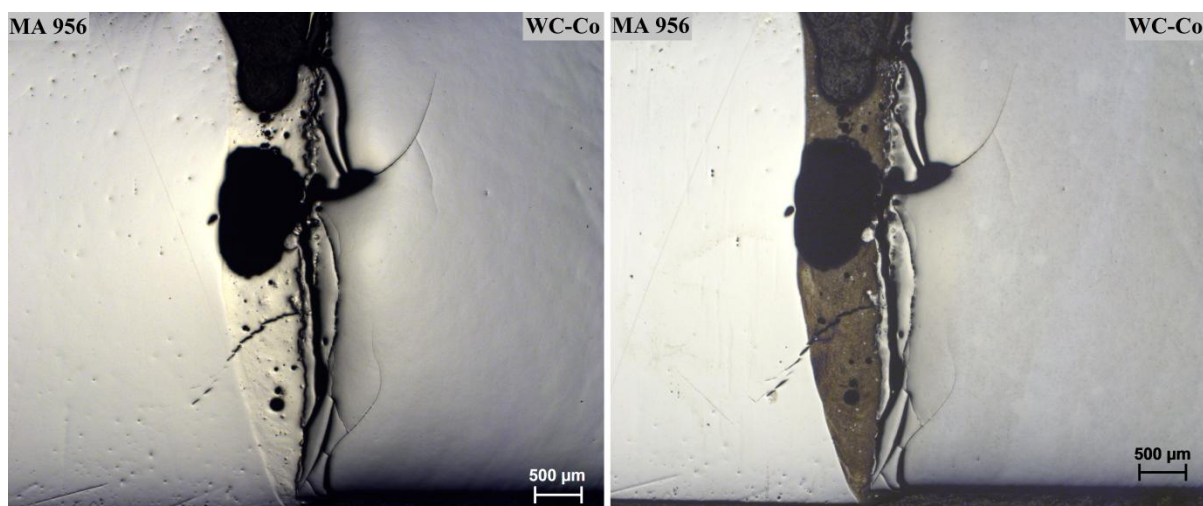


Obr. 53 Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 2

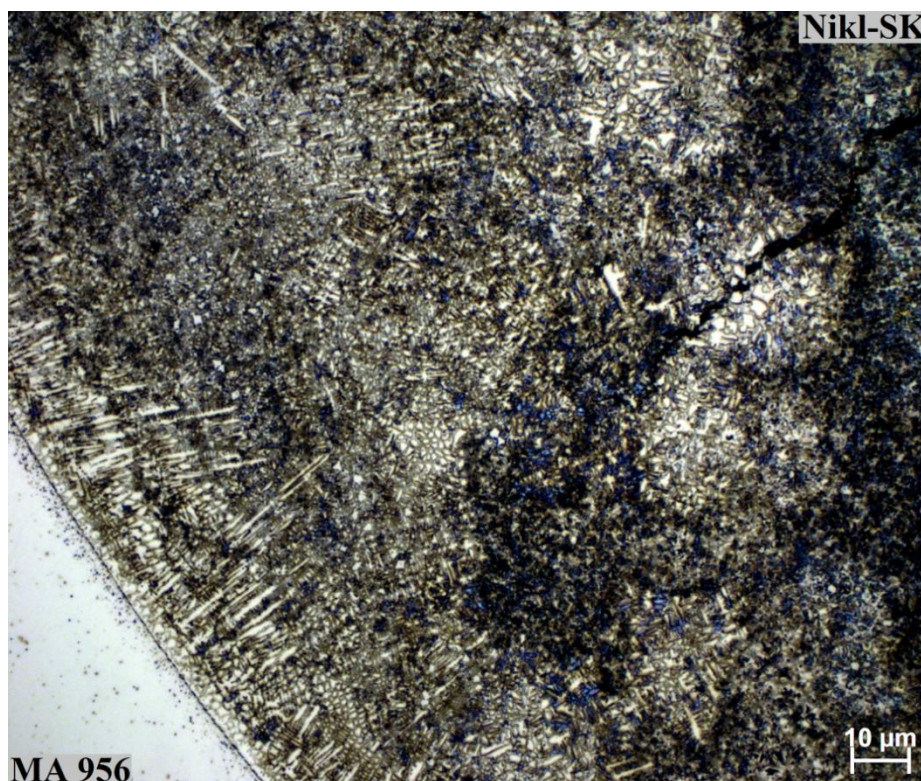
4.6.3 Vzorek série A č. 3 MA 956/WC-Co s přídavným materiálem Ni

Světelná mikroskopie

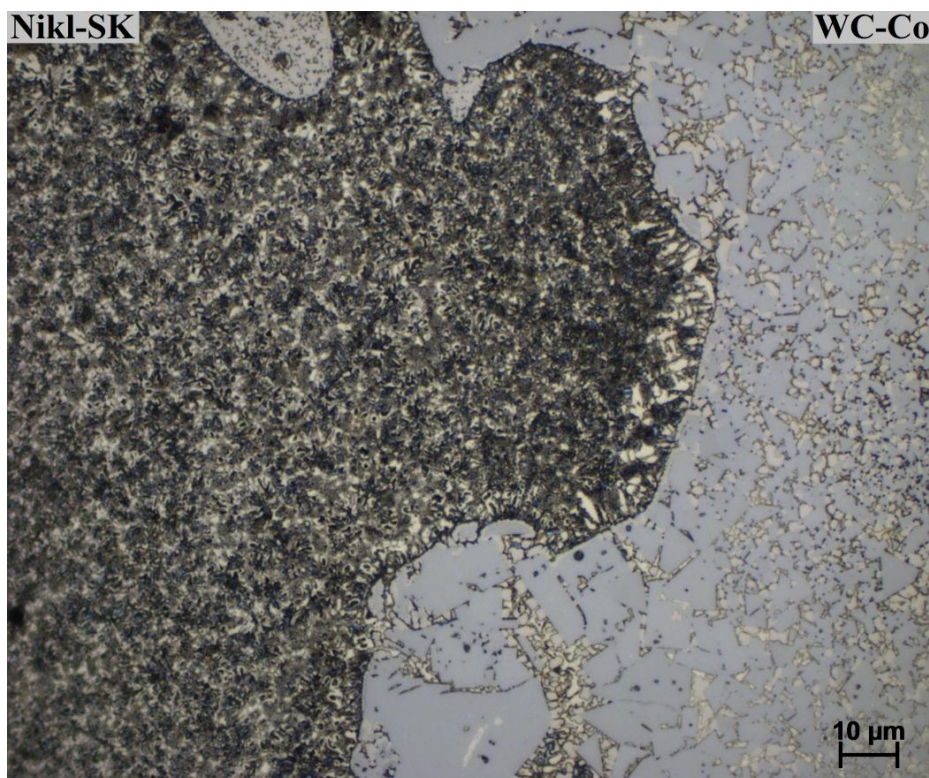
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 3 MA956/WC-Co s přídavným materiálem Ni je po leštění a leptání zobrazena na Obrázku 54. U vzorku byl elektronový svazek fokusován na rozhraní mezi svařovanými materiály. Svarový kov je velice pórovitý s obrovskou červovitou dutinou uprostřed spojovaných materiálů. Trhliny a studené spoje se opět vyskytují na rozhraní slinutého karbidu a svarového kovu. Jedna příčná trhlinka se rozšířila přes svarový kov a pronikla až do ODS oceli. Mikrostruktura rozhraní svarového spoje je vyobrazena na Obrázku 55 a 56.



Obr. 54 Makrostruktura SK vzorku č. 3 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x



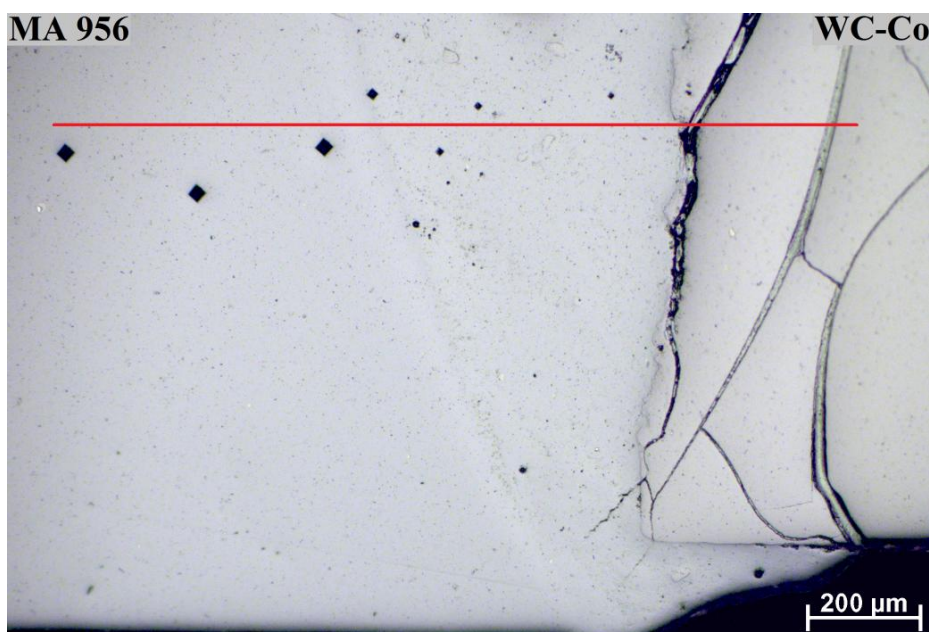
Obr. 55 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi MA 956 a SK vzorku č. 3 zvětšeno 1000x



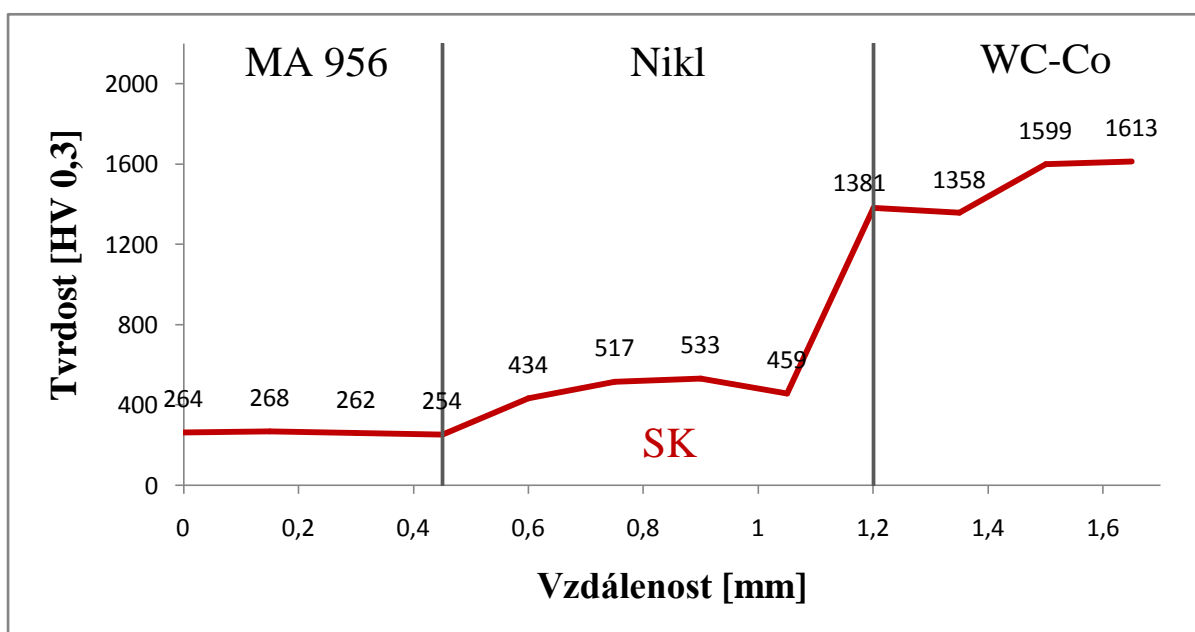
Obr. 56 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a WC-Co vzorku č. 3 zvětšeno 1000x

Mikrotvrдость

Oblast měření tvrdosti heterogenního svarového spoje je zobrazena na Obrázku 57 červenou přímkou. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 3 ve spodní části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 58. Skoková změna tvrdosti je zaznamenána na rozhraní svarového kovu a slinutého karbidu. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 486 HV.



Obr. 57 Oblast měření mikrotvrđosti svarového spoje vzorku č. 3 zvětšeno 100x

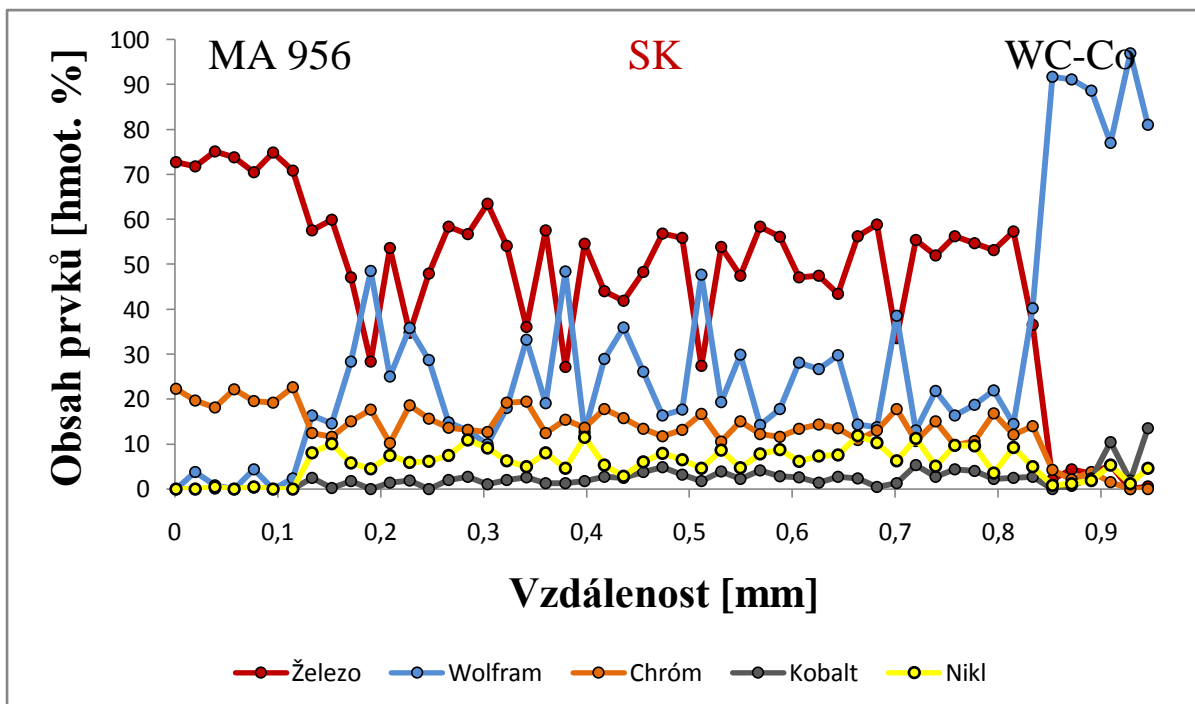


Obr. 58 Průběh mikrotvrlosti svarového spoje vzorku č. 3

Řádkovací elektronová mikroskopie

1) Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 57. Na Obrázku 59 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj ODS oceli MA 956 a slinutého karbidu WC-Co. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 48 %, W – 25 %, Cr – 14 % a Ni – 8 %.



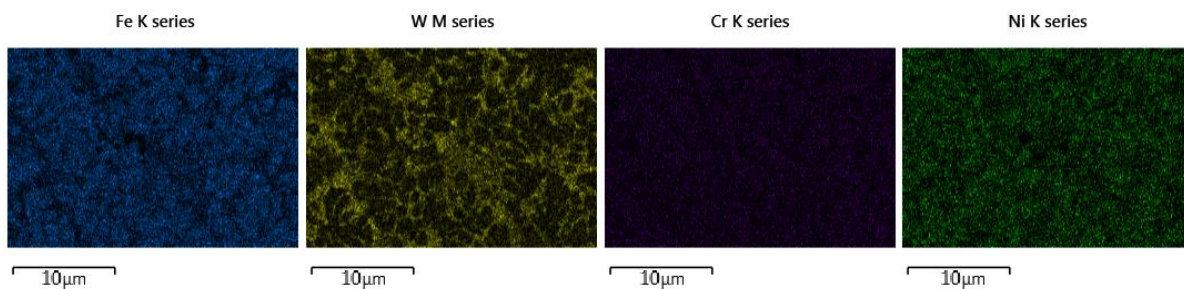
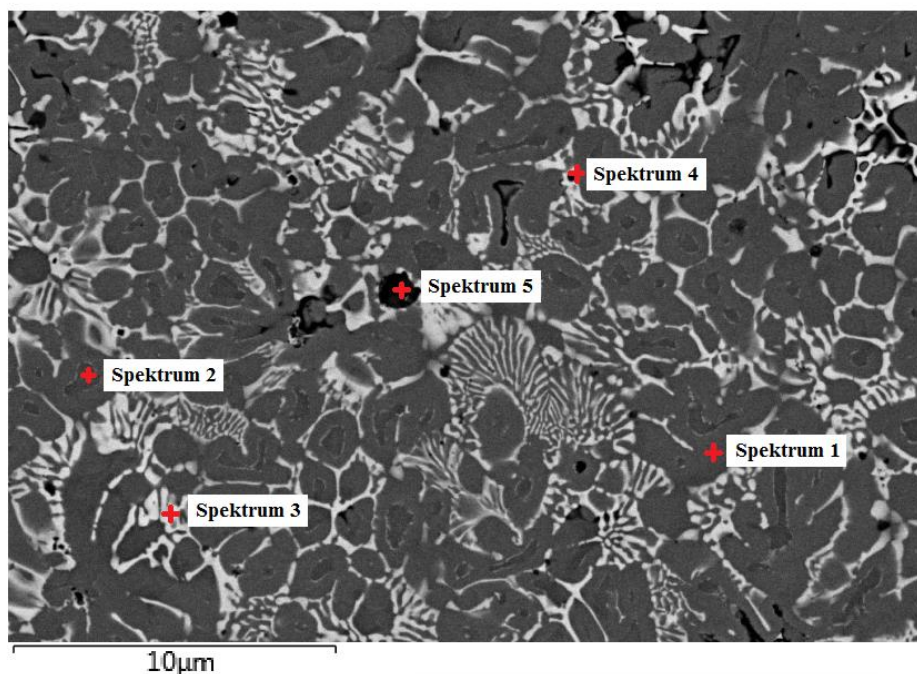
Obr. 59 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 3

2) Mikrostruktura

Na Obrázku 60 je snímek mikrostruktury svarového kovu vzorku č. 3, který je tvořen tuhým roztokem železa alfa s rozpuštěnými minoritními prvky Cr, W a Ni (spektrum 1 a 2). Ve struktuře byla dále nalezena nerovnovážná struktura, která svým chemickým složením ve fázovém ternárním diagramu Fe-W-Cr odpovídá μ -fázi (Fe_3W_2), často označovaná jako Fe_7W_6 (spektrum 3). Dále se zde vyskytovaly komplexní sloučeniny: menší oxidy yttria (spektrum 4) a větší komplexní oxidy yttrito-hlinité (spektrum 5). Jednotlivá spektra jsou podrobně zobrazena v Tabulce 10.

Tabulka 10 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 3

	Chemické složení [hmot. %]			
	Spektrum 1	Spektrum 2	Spektrum 3	celkově SK
Fe	59	60	16	47
W	14	12	64	27
Cr	11	9	18	14
Ni	10	12	2	8

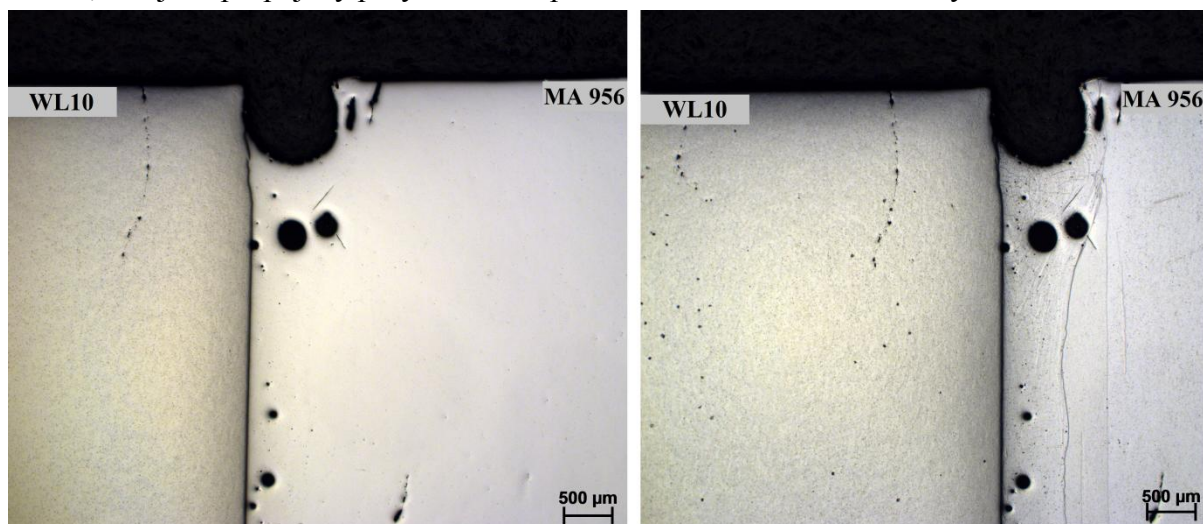


Obr. 60 Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 3

4.6.4 Vzorek série B č. 4 MA 956/WL10

Světelná mikroskopie

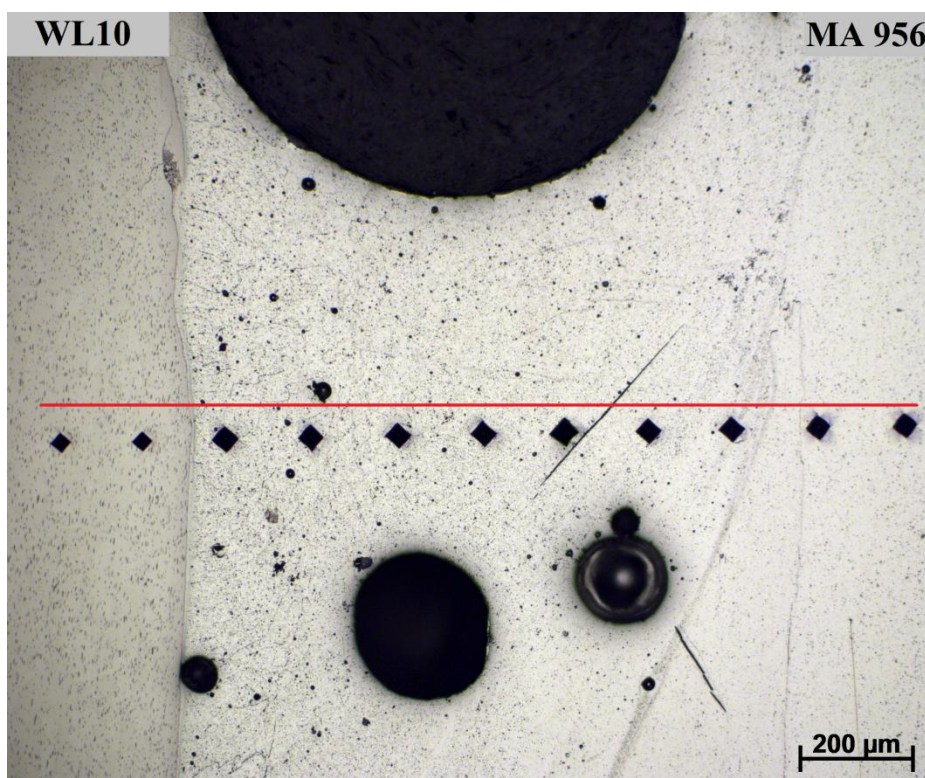
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 4 MA956/WL10 bez teploty předehřevu po leštění a leptání je zobrazena na Obrázku 61. U vzorku byla většina energie elektronového svazku soustředěna na povrch MA 956, kde se vytvořil svarový kov. Svarový kov obsahuje několik pórů. Největší pór dosahuje průměru 300 μm . V základním materiálu WL10 jsou patrné oblasti, kde jsou propojeny póry trhlinami převážně rovnoběžně se svarovým kovem.



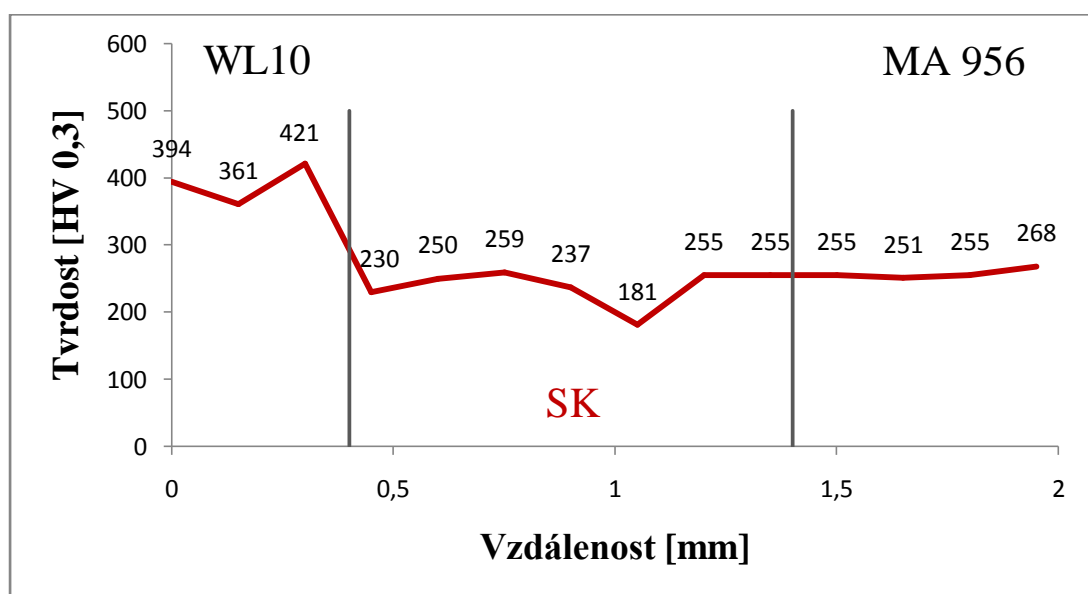
Obr. 61 Makrostruktura SK vzorku č. 4 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x

Mikrotvrдость

Na Obrázku 62 je vyznačen průběh tvrdosti od wolframového kompozitu WL10 přes svarový kov k ODS oceli MA 956. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 4 ve vrchní části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 63. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 238 HV.



Obr. 62 Oblast měření mikrotvrđosti svarového spoje vzorku č. 4 zvětšeno 100x

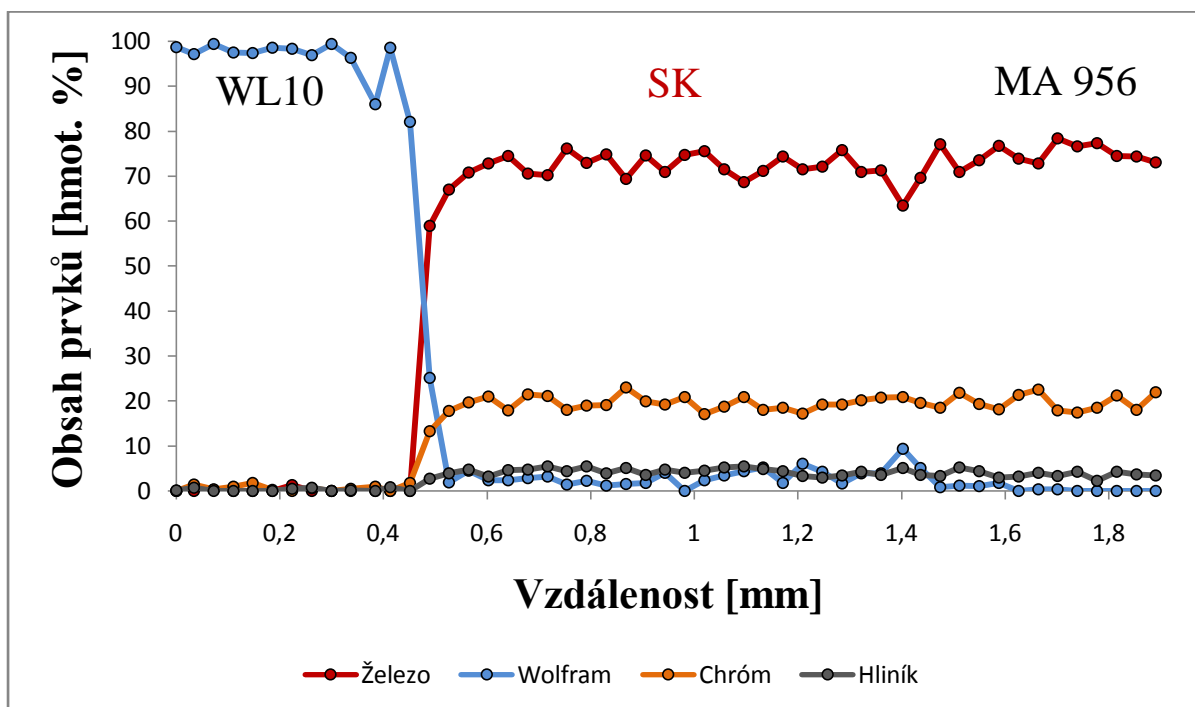


Obr. 63 Průběh mikrotvrlosti svarového spoje vzorku č. 4

Řádkovací elektronová mikroskopie

Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 62. Na Obrázku 64 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj wolframového kompozitu WL10 a ODS oceli MA 956. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 73 %, Cr – 20 %, Al – 4%, W – 3 %.

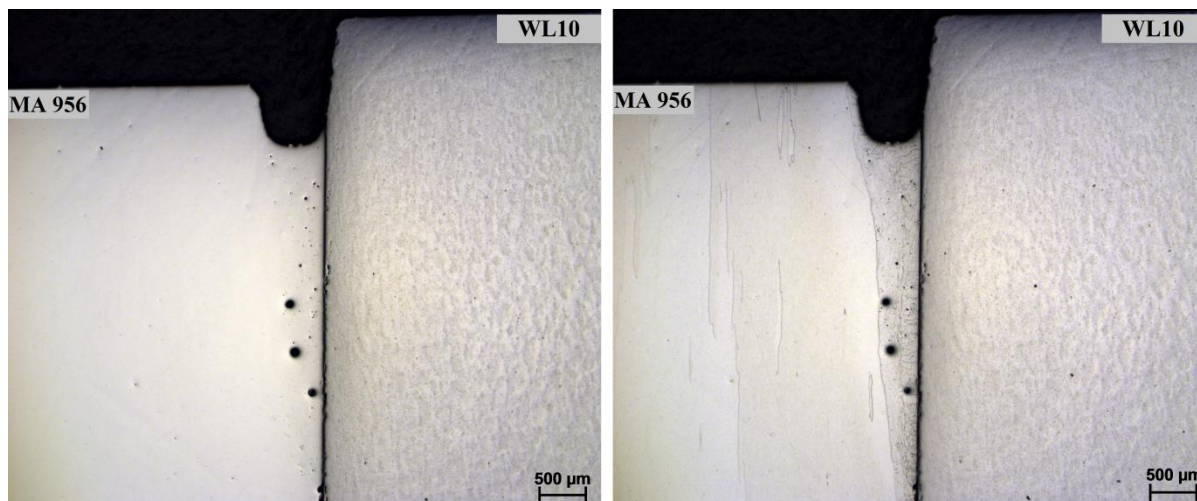


Obr. 64 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 4

4.6.5 Vzorek série B č. 5 MA 956/WL10 s předehřevem 400 °C

Světelná mikroskopie

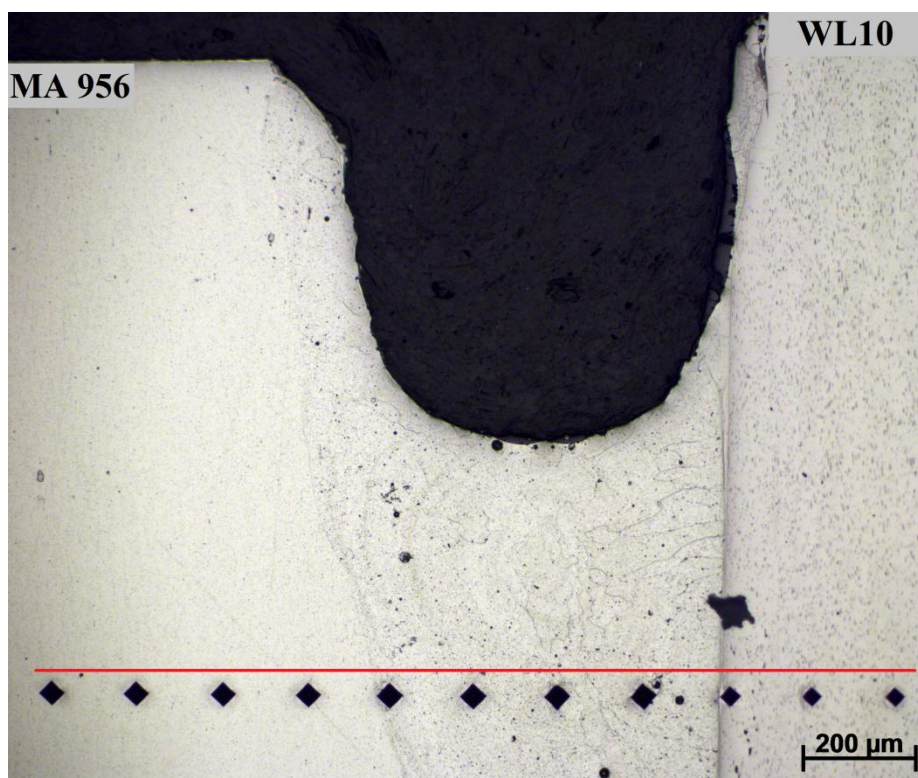
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 5 MA956/WL10 s teplotou předehřevu 400 °C po leštění a leptání je zobrazena na Obrázku 65. U vzorku byla většina energie elektronového svazku soustředěna na povrch MA 956, kde se vytvořil svarový kov. Svarový kov obsahuje tři póry o průměru 80 μm. Na rozhraní svarového kovu a základního materiálu WL10 je patrná kolumnární struktura krystalů orientovaná ve směru kolmo na osu svarového spoje.



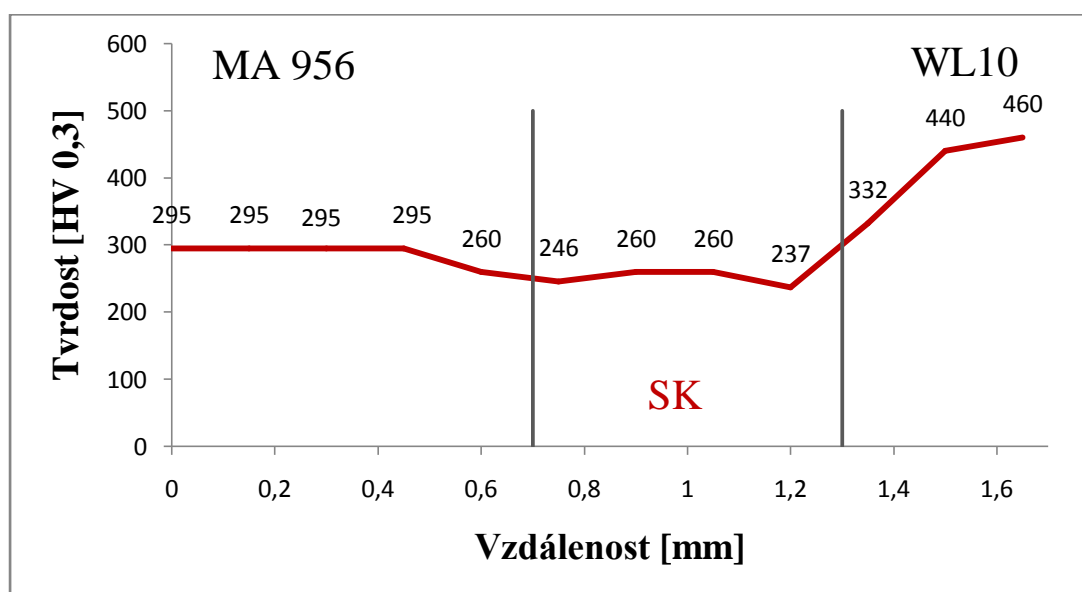
Obr. 65 Makrostruktura SK vzorku č. 5 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x

Mikrotvrdost

Na Obrázku 66 je vyznačen průběh tvrdosti od wolframového kompozitu WL10 přes svarový kov k ODS oceli MA 956. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 5 ve vrchní části svarového spoje jsou uvedeny na Obrázku 67. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 250 HV.



Obr. 66 Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 5 zvětšeno 100x

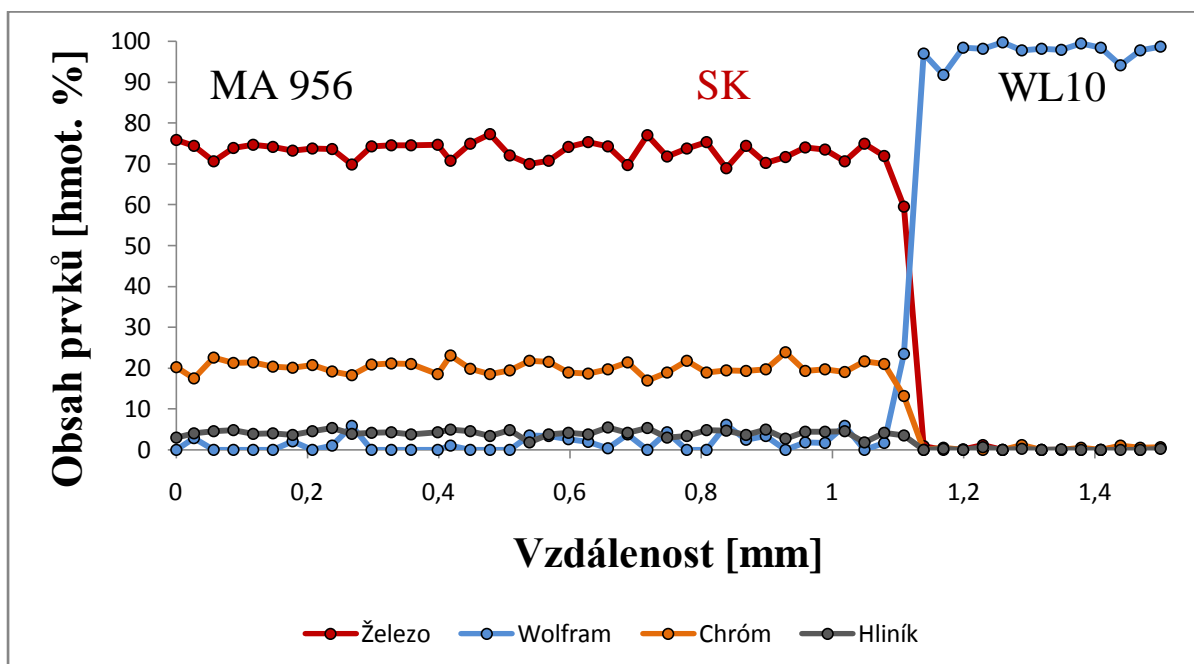


Obr. 67 Průběh mikrotvrlosti svarového spoje vzorku č. 5

Řádkovací elektronová mikroskopie

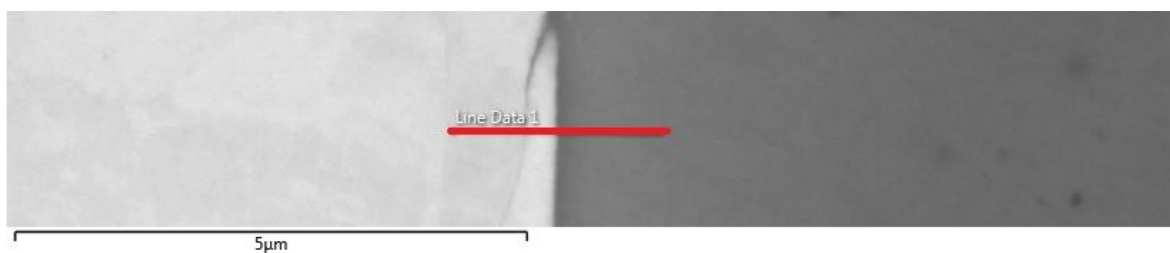
Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 66. Na Obrázku 68 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj ODS oceli MA 956 a wolframového kompozitu WL10. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 73 %, Cr – 20 %, Al – 4%, W – 3 %.

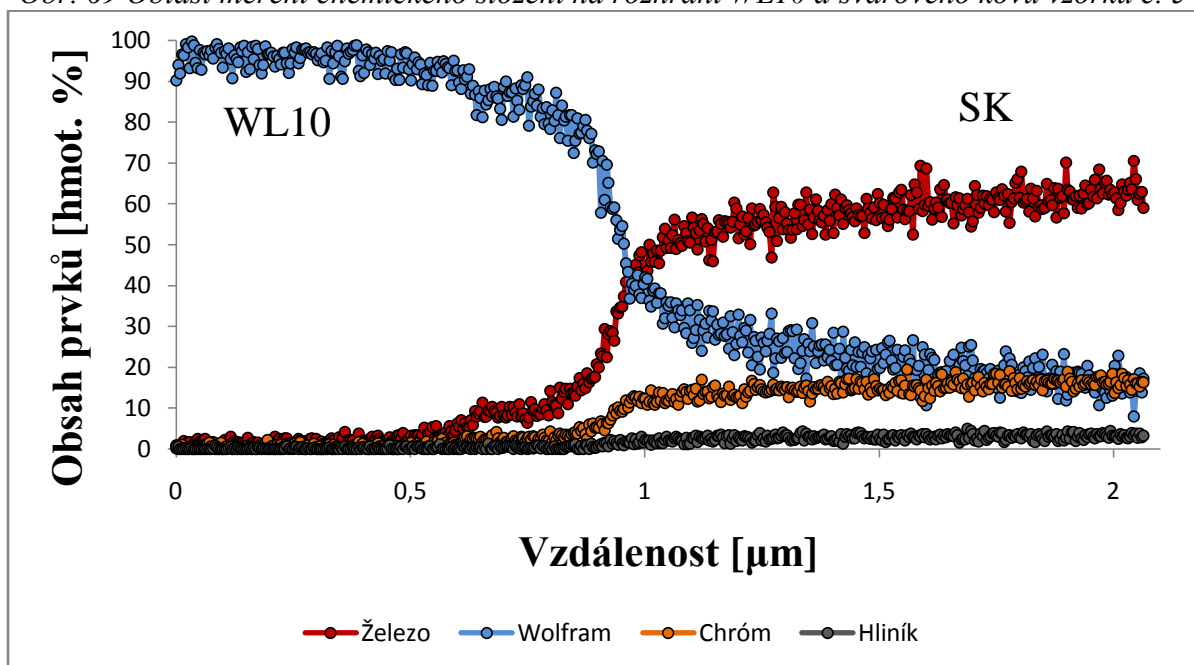


Obr. 68 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 5

Oblast měření detailní chemické analýzy promísení je uvedena na Obrázku 69. Na Obrázku 70 je zobrazen průběh chemického složení přes rozhraní svarového kovu a wolframového kompozitu WL10. Zóna intenzivního promísení svarového kovu a WL10 je přibližně 0,5 μm .



Obr. 69 Oblast měření chemického složení na rozhraní WL10 a svarového kovu vzorku č. 5

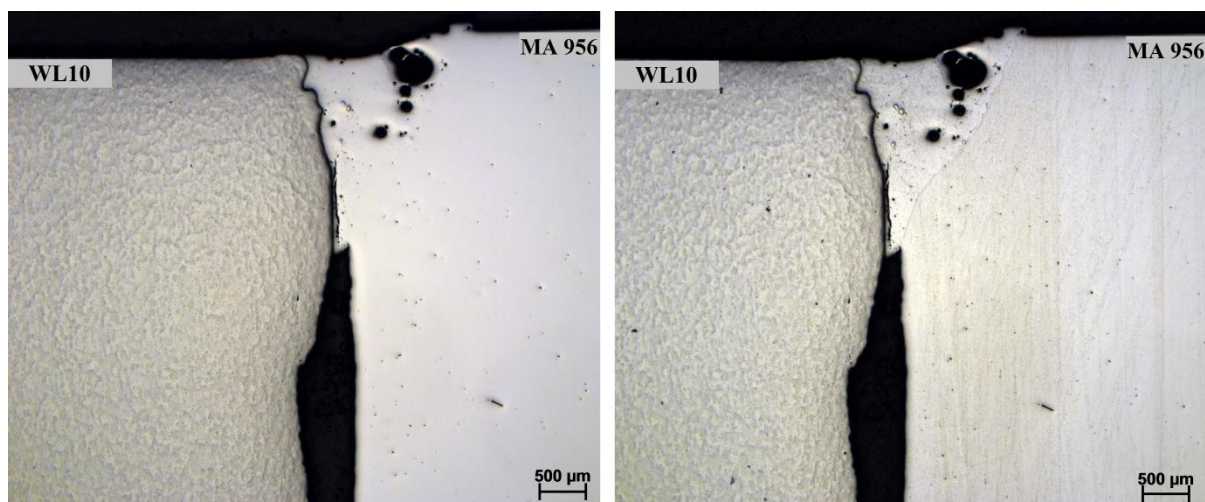


Obr. 70 Průběh chemického složení na rozhraní WL10 a svarového spoje vzorku č. 5

4.6.6 Vzorek série B č. 6 MA 956/WL10 s předehřevem 900 °C

Světelná mikroskopie

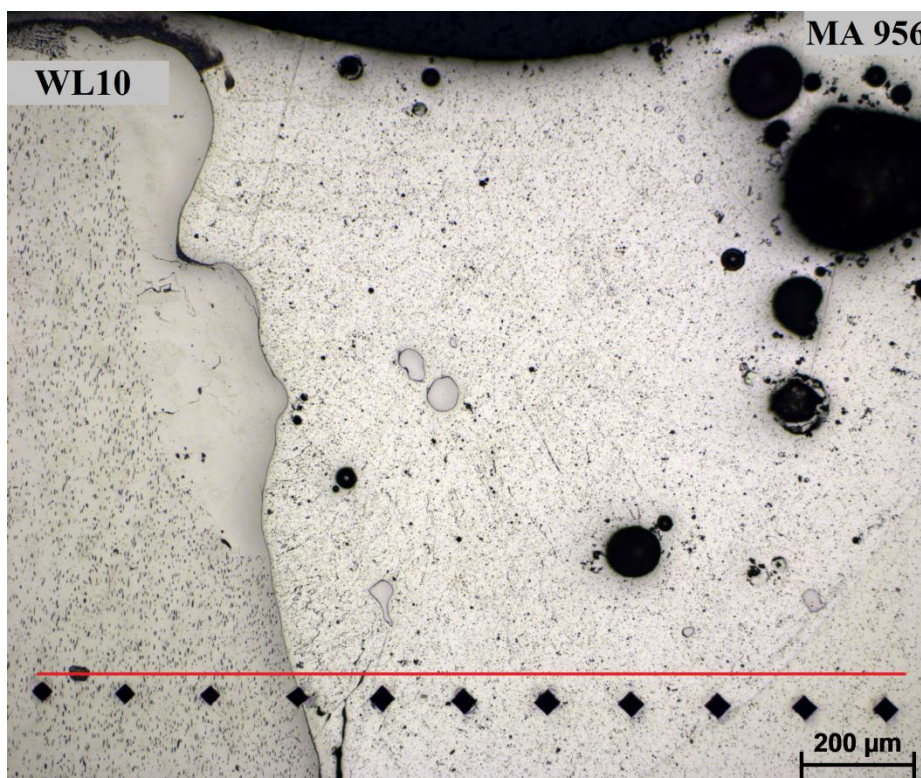
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 6 MA956/WL10 s teplotou předehřevu 900 °C po leštění a leptání je zobrazena na Obrázku 71. U vzorku byla většina energie elektronového svazku soustředěna na povrch MA 956, kde se vytvořil svarový kov. Svarový kov obsahuje několik pórů. Na Obrázku 72 je patrná oblast částečného natavení wolframu, která je bez oxidů lanthanu.



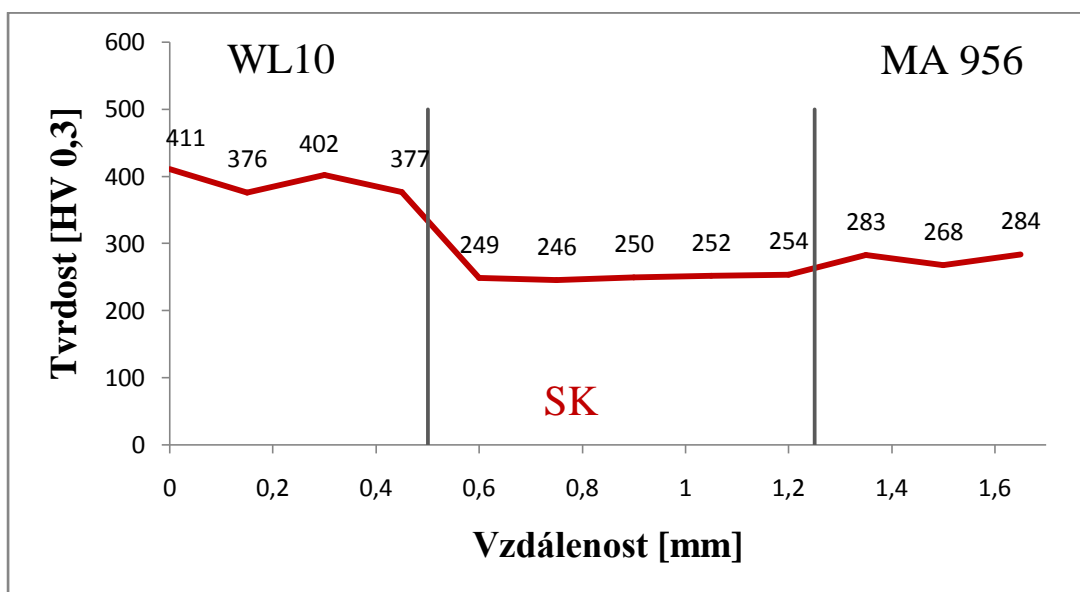
Obr. 71 Makrostruktura SK vzorku č. 6 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x

Mikrotvrdost

Na Obrázku 72 je vyznačen průběh tvrdosti od wolframového kompozitu WL10 přes svarový kov k ODS oceli MA 956. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 6 ve vrchní části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 73. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 250 HV.



Obr. 72 Oblast měření mikrotvrdomsti svarového spoje vzorku č. 6 zvětšeno 100x

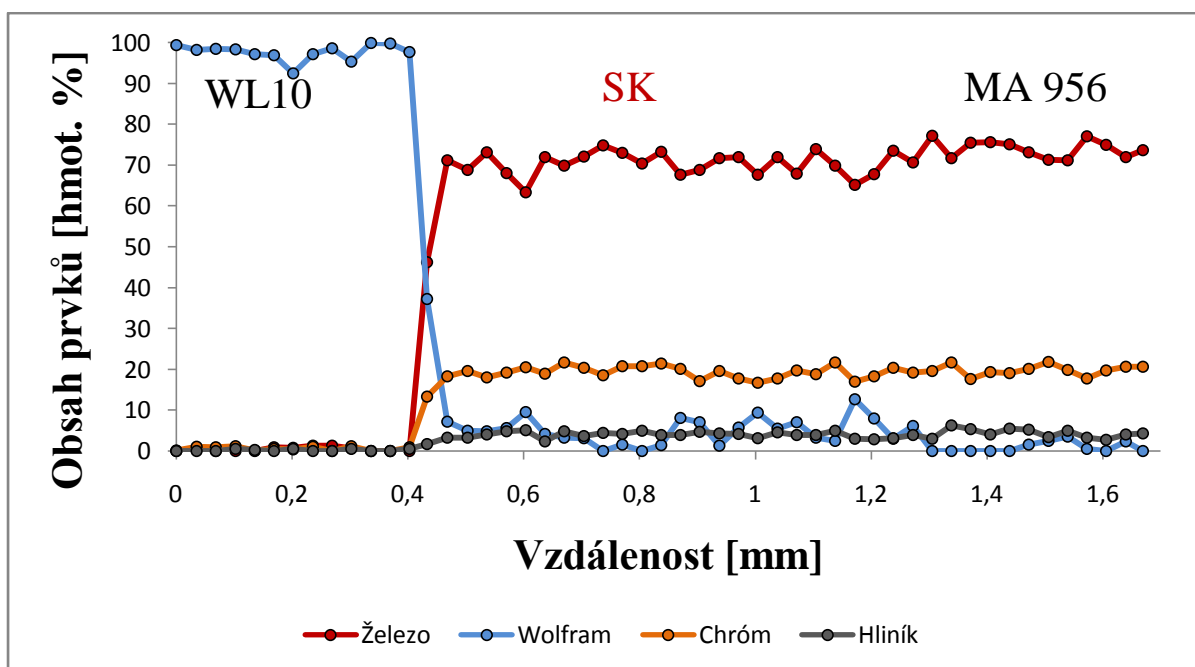


Obr. 73 Průběh mikrotvrdomsti svarového spoje vzorku č. 6

Řádkovací elektronová mikroskopie

Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 72. Na Obrázku 74 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj wolframového kompozitu WL10 a ODS oceli MA 956. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 71 %, Cr – 19 %, Al – 5 %, W – 5 %.

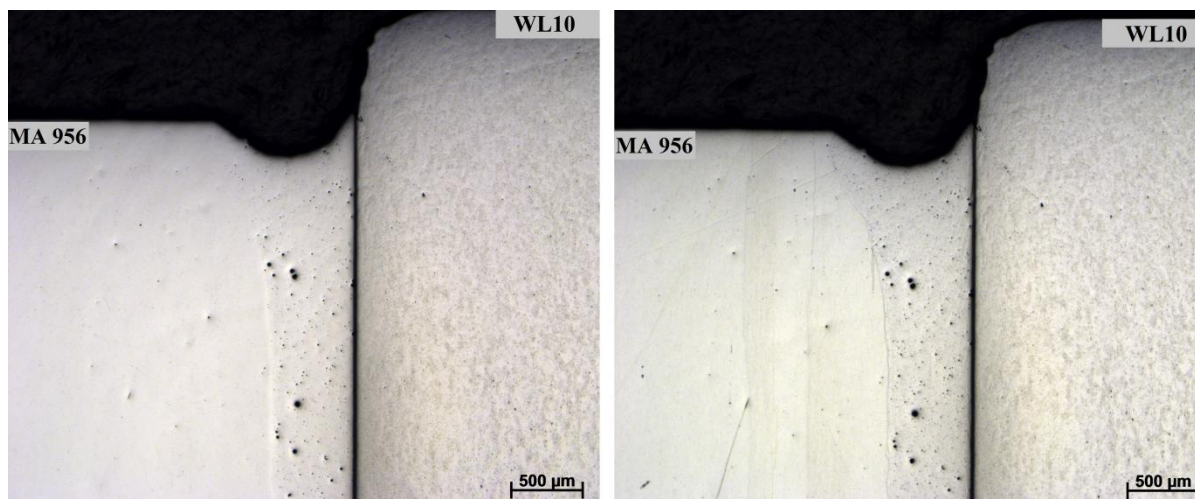


Obr. 74 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 6

4.6.7 Vzorek série B č. 7a MA 956/WL10 s přídavným materiálem Ni

Světelná mikroskopie

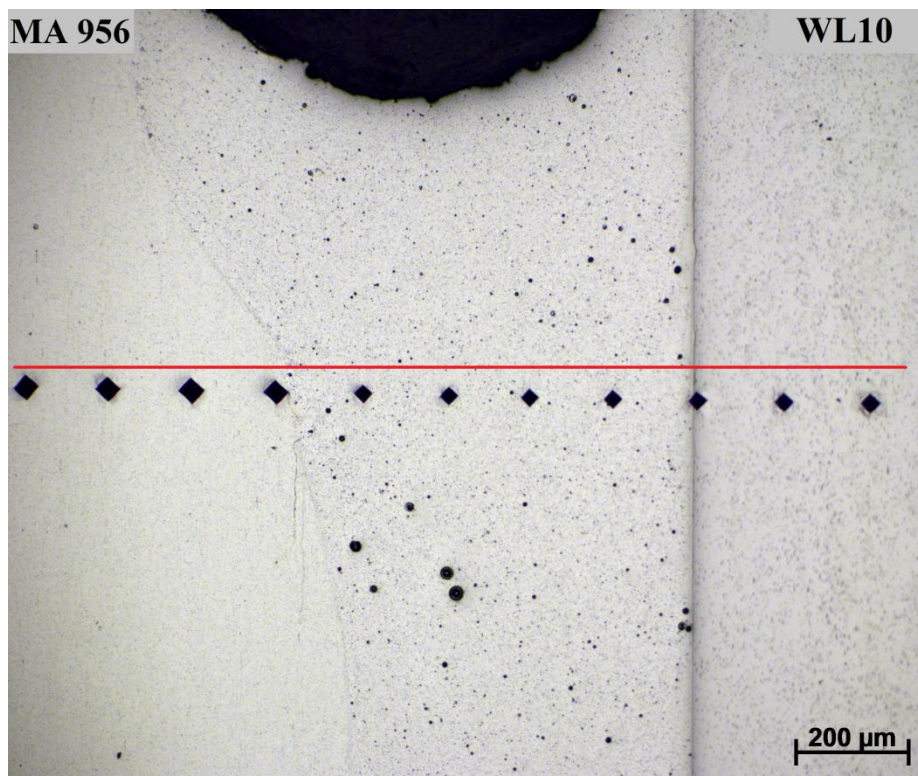
Makrostruktura svařovaného vzorku č. 7a MA956/WL10 s přídavným materiálem Ni po leštění a leptání je zobrazena na Obrázku 75. U vzorku byla většina energie elektronového svazku soustředěna na povrch MA 956, kde se vytvořil svarový kov. Svarový kov obsahuje několik menších pórů.



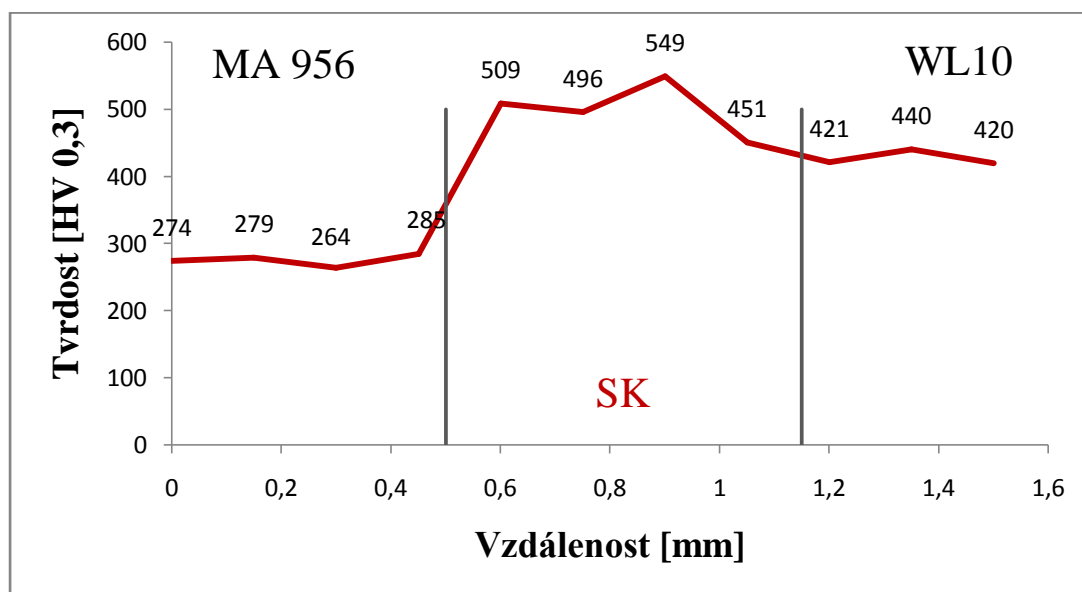
Obr. 75 Makrostruktura SK vzorku č. 7a vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x

Mikrotvrдость

Na Obrázku 76 je vyznačen průběh tvrdosti od wolframového kompozitu WL10 přes svarový kov k ODS oceli MA 956. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 7a ve vrchní části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 77. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 501 HV.



Obr. 76 Oblast měření mikrotvrđosti svarového spoje vzorku č. 7a zvětšeno 100x

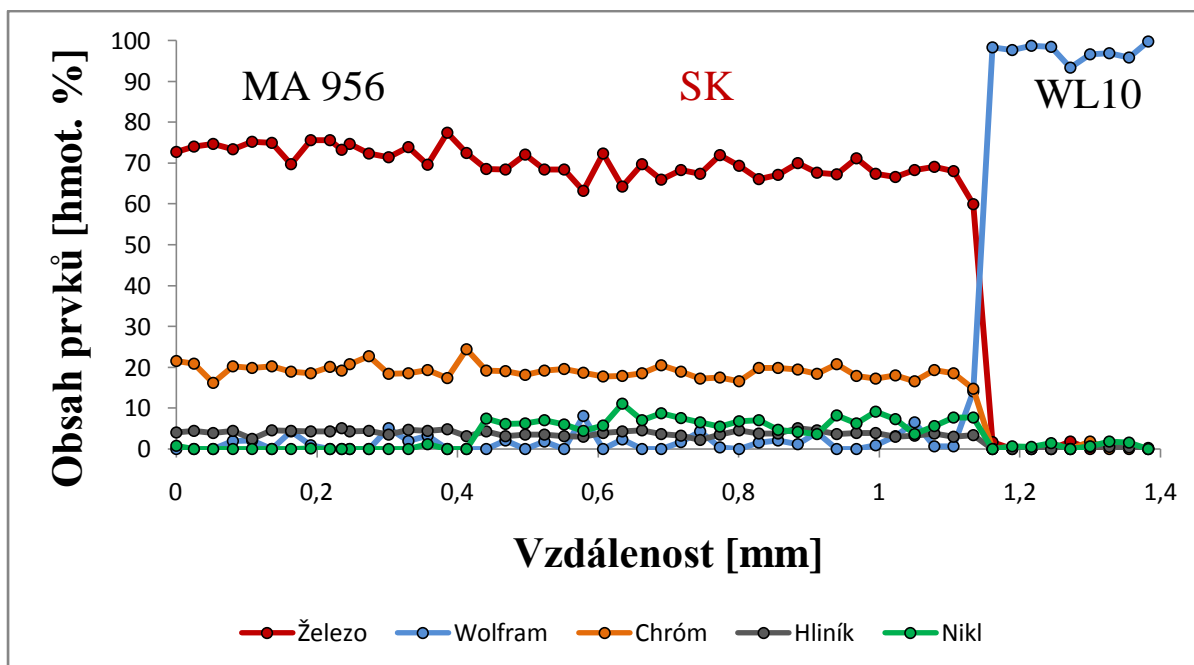


Obr. 77 Průběh mikrotvrđosti svarového spoje vzorku č. 7a

Řádkovací elektronová mikroskopie

Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 76. Na Obrázku 78 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj ODS oceli MA 956 a wolframového kompozitu WL10. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 68 %, Cr – 18 %, Ni – 7 %, Al – 4%, W – 2 %.

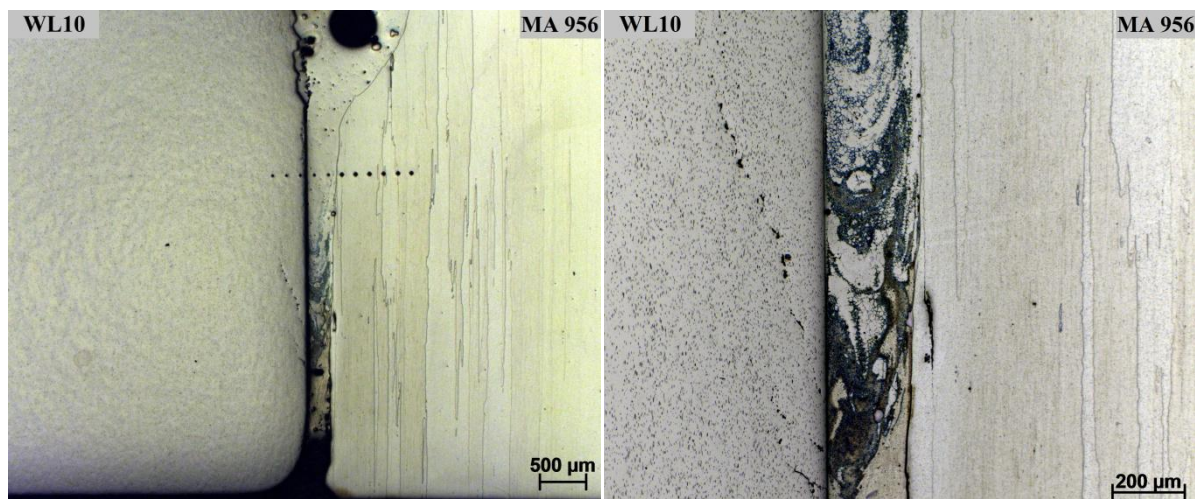


Obr. 78 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 7a

4.6.8 Vzorek série B č. 7b MA 956/WL10 s přídavným materiálem Ni

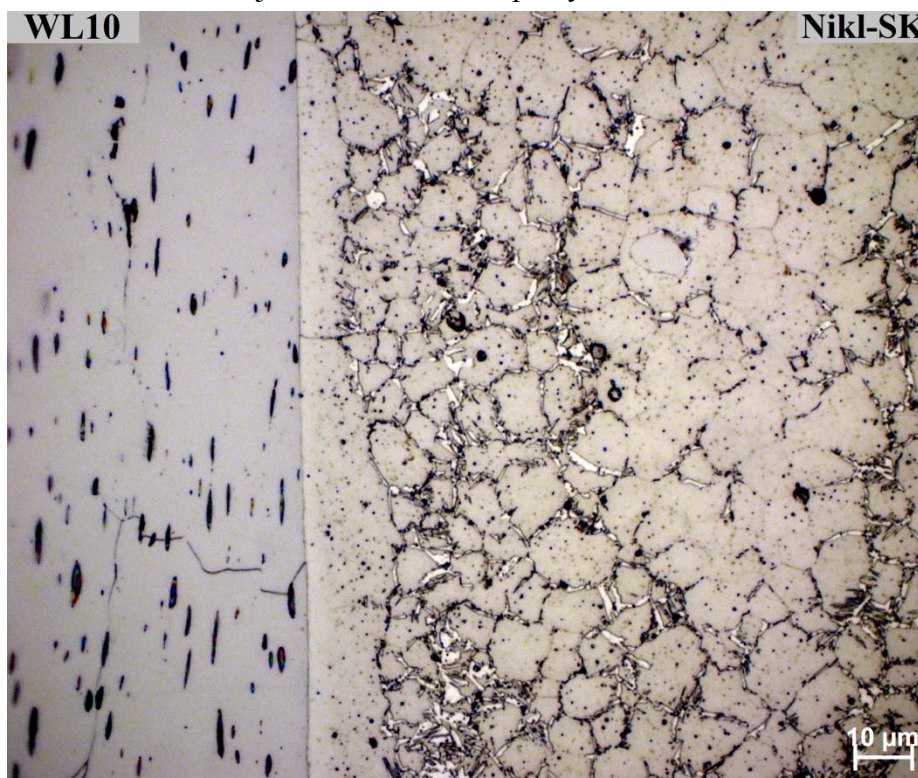
Světelná mikroskopie

Makrostruktura svařovaného vzorku č. 7b MA956/WL10 s přídavným materiálem Ni po leptání je zobrazena na Obrázku 79. U vzorku byla většina energie elektronového svazku soustředěna na povrch MA 956, kde se vytvořil svarový kov. Svarový kov obsahuje několik menších pórů a jeden větší v horní části svaru.



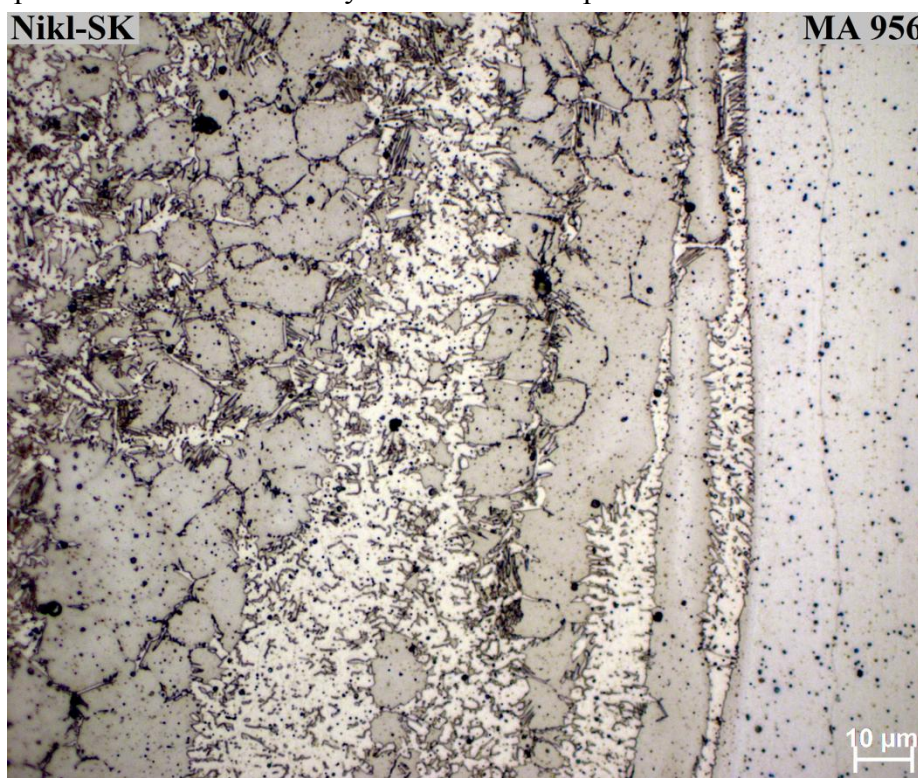
Obr. 79 Naleptaná makrostruktura SK vzorku č. 7b vlevo-zvětšeno 25x vpravo-zvětšeno 100x

Na Obrázku 80 je zobrazeno rozhraní svarového kovu a wolframového kompozitu WL10. Ve svarovém kovu jsou pozorovány oblasti vyloučeného síťoví po hranicích zrn. V základním materiálu WL10 jsou u rozhraní naleptány oblasti hranice zrn.



Obr. 80 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi WL10 a SK vzorku č. 7b zvětšeno 1000x

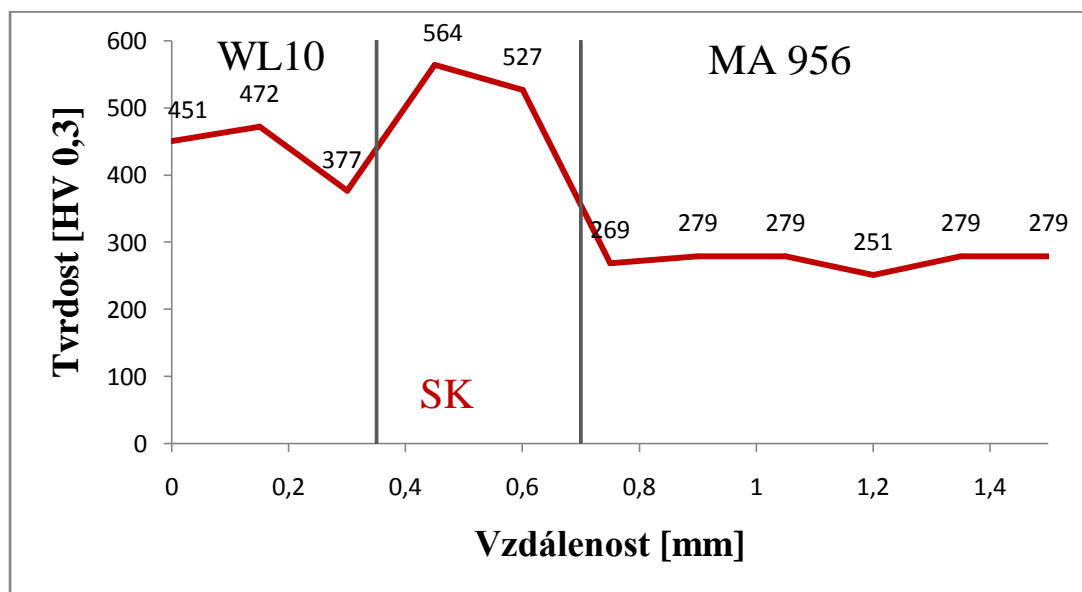
Na Obrázku 81 je zobrazeno rozhraní svarového kovu a ODS oceli MA 956. Na tomto rozhraní je pozorováno více oblastí vyloučeného síťoví po hranicích zrn.



Obr. 81 Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a MA 956 vzorku č. 7b zvětšeno 1000x

Mikrotvrdost

Na Obrázku 79 je vyznačen průběh tvrdosti od wolframového kompozitu WL10 přes svarový kov k ODS oceli MA 956. Výsledky měření tvrdosti vzorku č. 7b ve střední části svarového spoje jsou uvedené na Obrázku 82. Průměrná hodnota tvrdosti svarového kovu je 546 HV.

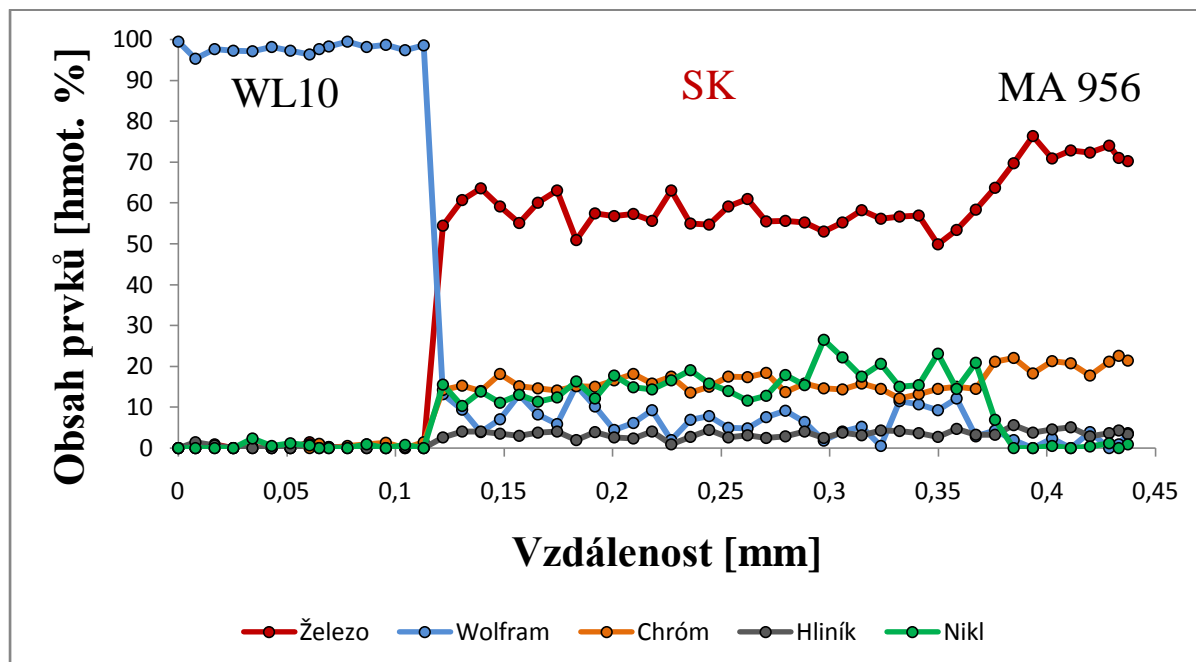


Obr. 82 Průběh mikrotvrdomsti svarového spoje vzorku č. 7b

Řádkovací elektronová mikroskopie

1) Chemická analýza

Oblast měření chemické analýzy je uvedena na Obrázku 79. Na Obrázku 83 je zobrazen průběh chemického složení přes heterogenní svarový spoj ODS oceli MA 956 a wolframového kompozitu WL10. Průměrné složení hlavních prvků ve svarovém kovu: Fe – 56 %, Ni – 16 %, Cr – 15 %, W – 8 %, Al – 3%.



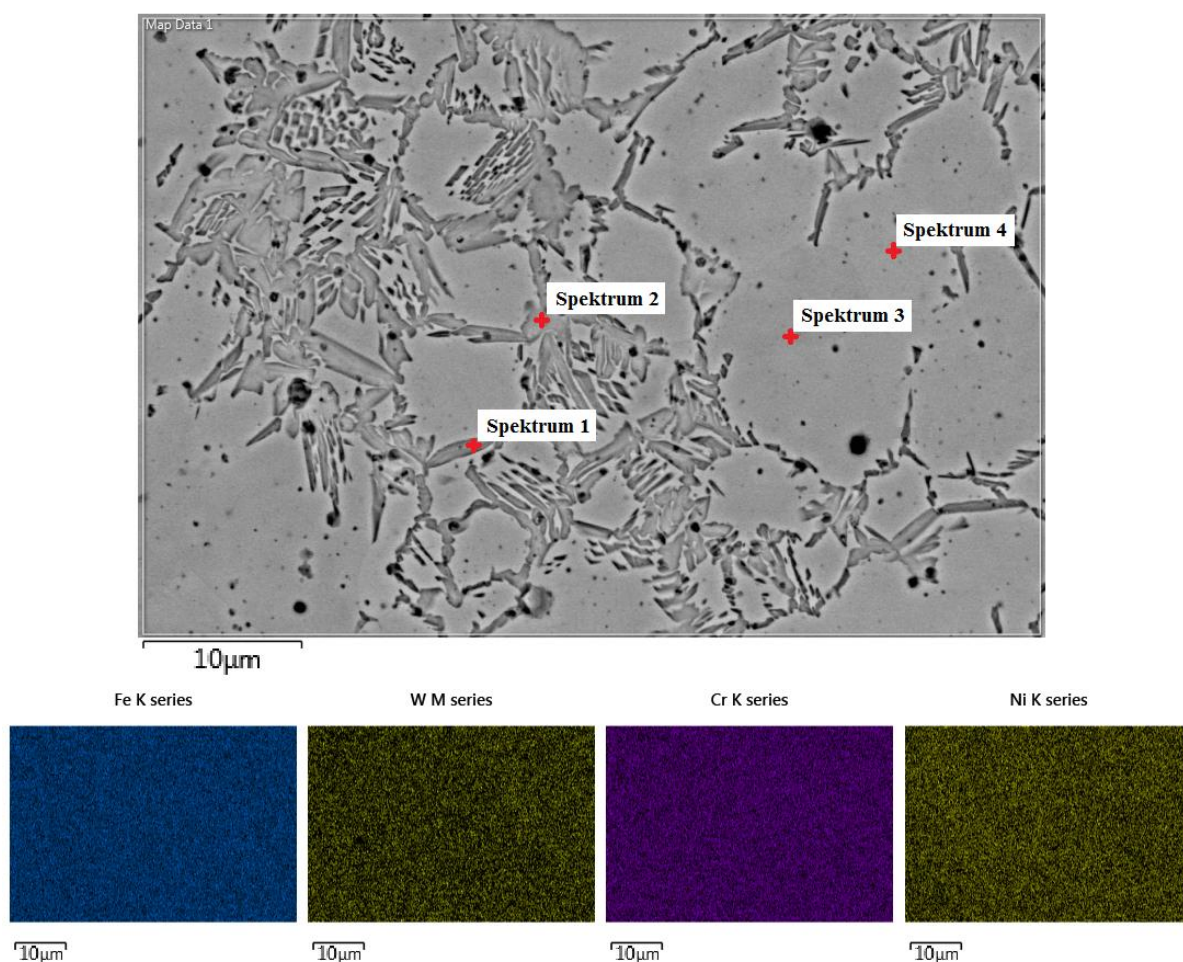
Obr. 83 Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 7b

2) Mikrostruktura

Na Obrázku 84 je snímek mikrostruktury svarového kovu vzorku č. 7b, který je tvořen tuhým roztokem železa alfa s rozpuštěnými minoritními prvky Cr, W a Ni (spektrum 3 a 4). Dále se ve svarovém kovu po hranicích vyloučila nerovnovázná struktura ve formě síťoví, kde bylo zjištěno větší množství niklu (spektrum 1 a 2). Jednotlivá spektra jsou podrobně zobrazena v Tabulce 11.

Tabulka 11 Chemické složení jednotlivých nerovnovázných struktur vzorku č. 7b

	Chemické složení [hmot. %]				
	Spektrum 1	Spektrum 2	Spektrum 3	Spektrum 4	celkově SK
Fe	55	54,5	54,5	55	54
W	8,5	9	10	10	10
Cr	14,5	14,5	15	15	15
Ni	17,5	16	14,5	14	15

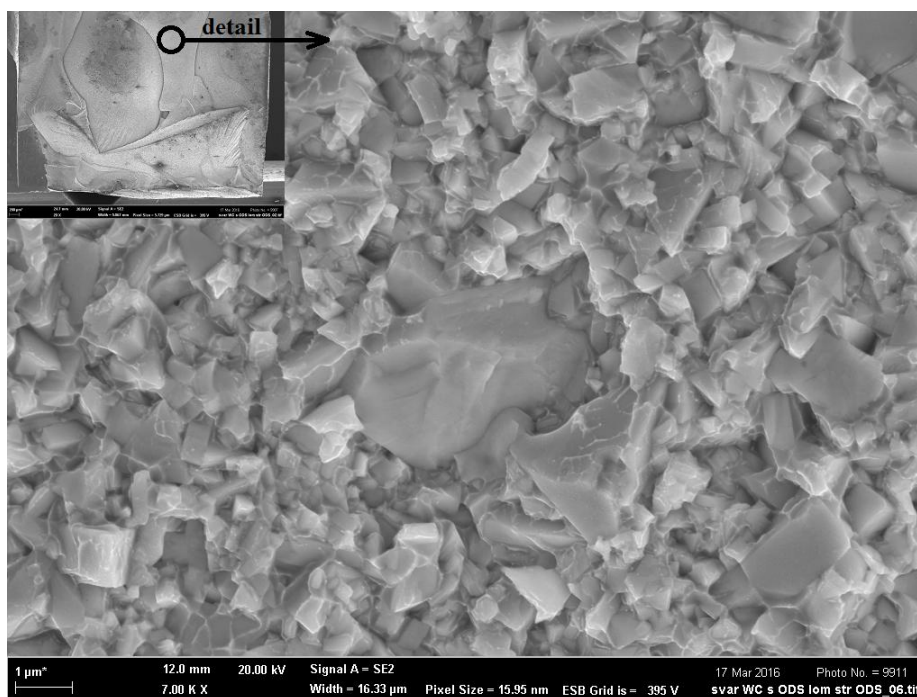


Obr. 84 Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 7b

5 DISKUZE VÝSLEDKŮ

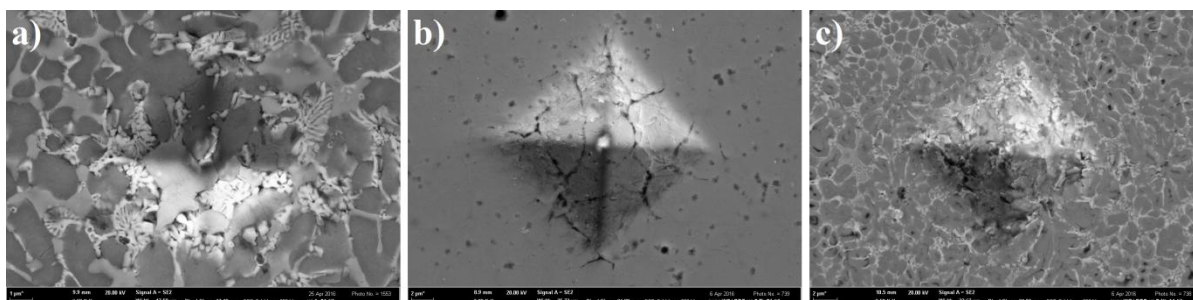
5.2 SVAROVÝ SPOJ MA 956/WC-Co

Svarové spoje slinutého karbidu WC-Co s ODS ocelí MA 956, které byly vytvořeny elektronovým svazkem, obsahovaly trhliny převážně v základním materiálu slinutého karbidu a na rozhraní svarového kovu se slinutým karbidem. Slinuté karbidy jsou nejčastěji porušeny štěpným lomem z důvodu iniciace trhliny na defektech struktury, jako jsou póry, segregace nečistot a velké tvrdé částice [29]. Na Obrázku 85 je fotodokumentace štěpného lomu s viditelnými transkrystalovými fazetami. Podobné trhliny se vyskytly v experimentální studii [41], kde byly odstraněny vhodným přídatným materiálem.



Obr. 85 Štěpný lom na rozhraní slinutého karbidu a SK vzorku č. 1 zvětšeno 2000x

Indentační vtisky všech vzorků ve svarovém kovu jsou bez známek porušení (Obr. 86). U indentačního vtisku vzorku č. 1 (Obr. 86a) byla naměřena tvrdost 584 HV. U vzorku č. 2 (Obr. 86b) s vysokou tvrdostí 668 HV byly nalezeny komplexní oxidy yttrium-titanové a karbonitridy titanu. Vzorek č. 3 vykazuje nejmenší tvrdost (486 HV) z důvodu absence karbonitridů titanu, které se vyskytují u vzorku č. 2. Na rozhraních svarových spojů u všech vzorků je zaznamenána náhlá změna tvrdosti, což koresponduje s rozdílnou tvrdostí ZM.

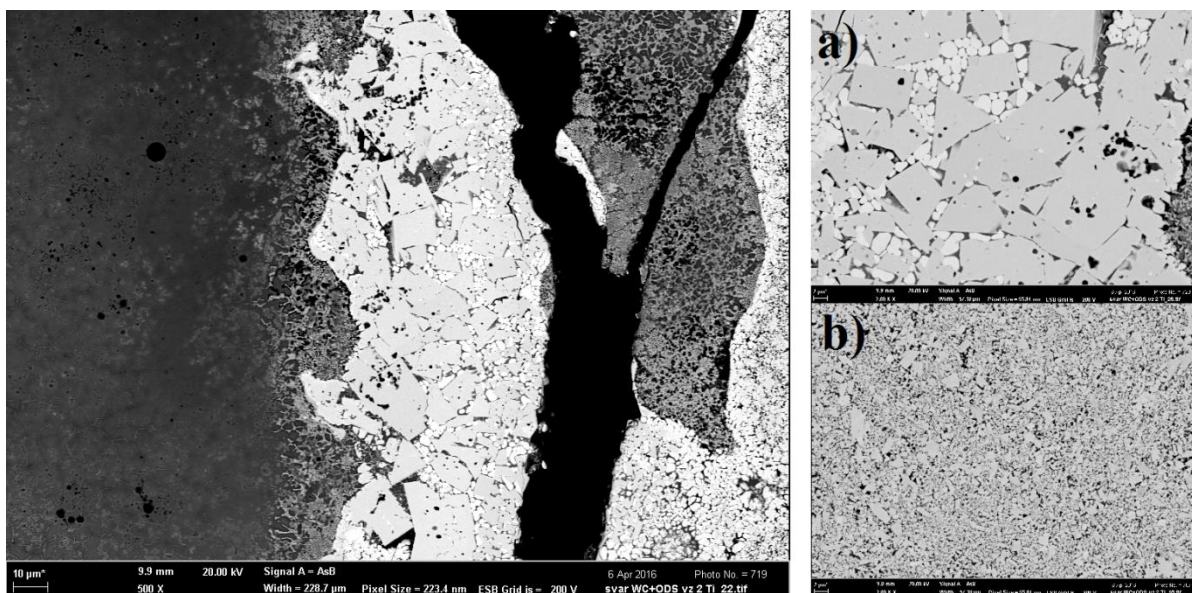


Obr. 86 Indentační vtisky a) vzorku č. 1 zvětšeno 6500x
b) vzorku č. 2 zvětšeno 3200x c) vzorku č. 3 zvětšeno 3500x

Tepelně ovlivněná oblast svarového kovu a ODS oceli MA 956 vykazovala nárůst mikrotvrdosti a změnu mikrostruktury. Na rozhraní MA 956 a svarového kovu

se vyskytovaly oblasti s menšími trhlinkami, které mohly být zapříčiněny rozdílnými koeficienty teplotní roztažnosti nebo zbytkovým napětím ve svarovém kovu.

Od rozhraní svarového kovu a karbidu wolframu přes tepelně ovlivněnou oblast základního materiálu WC-Co byly nalezeny trhliny většího i menšího charakteru. U trhliny (Obr. 87), která se vyskytovala v tepelně ovlivněné oblasti vzorku č. 2 s přídavným materiálem titanem, byly objeveny zhrubnuté ostrohranné částice karbidu wolframu. Na Obrázku 87a je zachycena oblast hrubozrnných karbidických částic a při stejném zvětšení byl vytvořen Obrázek 87b, kde je vidět velikost částic v základním materiálu slinutého karbidu wolframu. Částice na rozhraní byly až 10krát větší než částice v základním materiálu. Tyto hrubozrnné karbidické částice působily jako koncentrátoři napětí na rozhraní svarového spoje a podporovaly tak vznik a šíření trhlín. Na rozhraní SK a WC-Co byla u všech vzorků pozorována oblast ochuzení pojiva kobaltu mezi částicemi karbidu wolframu. Pouze u vzorku č. 1, který byl svařován bez přídavného materiálu, došlo k záměně kobaltu za železo, které splňovalo tutéž funkci. Dále byly na rozhraní u vzorku č. 1 konkrétně v natavené oblasti objeveny karbidy železa a chrómu. U vzorku č. 2 a 3, kde byl zvolen přídavný materiál titan a nikl, bylo zabráněno difúzi železa do mezikarbidických oblastí. V těchto prostorách se také vyskytovalo malé množství chrómu (3 hmot. %) společně s nataveným uhlíkem se zde vytvořily karbidy. Dále zde mohl chróm vytvořit sloučeninu s nataveným wolframem Cr_3W .



Obr. 87 Trhlina na rozhraní SK a WC-Co vzorku č. 2 zvětšeno 500x;
velikost částic a) na rozhraní zvětšeno 2000x b) v základním materiálu zvětšeno 2000x

Ve svarovém kovu u vzorku č. 1 se vyskytují především menší póry, které vznikly nejspíš sníženou rozpustností plynů v roztaveném kovu a už nestihly uniknout z tuhajícího svarového kovu. U vzorků č. 2 a 3 byly na makrostruktuře patrné obrovské dutiny uprostřed svarového kovu. Podle Schulze [40] se jedná o extrémně rychlé ztuhnutí, které způsobí uzavření klíčové dírky. Příčin toho jevu je více: od neroztavených ploch základních materiálů, přes nedokonalé smršťování, až po nestabilní procesy probíhající ve spodní části klíčové dírky. Tyto dutiny představují nebezpečné vruby a iniciátory napětí.

Mikrostruktura svarového kovu byla u všech tří vzorků tvořena především dendritickou strukturou tuhého roztoku železa α s minoritním podílem chrómu a wolframu. V mezidendritickém prostoru bylo vyloučeno větší množství wolframu. Zejména u vzorku č. 3 s přídavným materiálem niklem se vytvořilo „bílé síťoví“ (64 hmot. % W) a podle

chemického složení bylo identifikováno jako μ -fáze Fe_3W_2 (Fe_7W_6). Přesná identifikace této Frank-Kasperovi fáze s romboedrickou strukturou, by měla být provedena EBSD analýzou. Ve svarové lázni bylo nalezeno několik částic karbidu wolframu, které nebyly rozpuštěny a tvořily shluky. Podobné chování bylo zjištěno i v experimentální studii [41]. Nejmenší obsah wolframu byl u vzorku č. 2 s přídatným materiálem titanem. Tlustší titanová fólie způsobila menší promísení wolframu do svarového spoje.

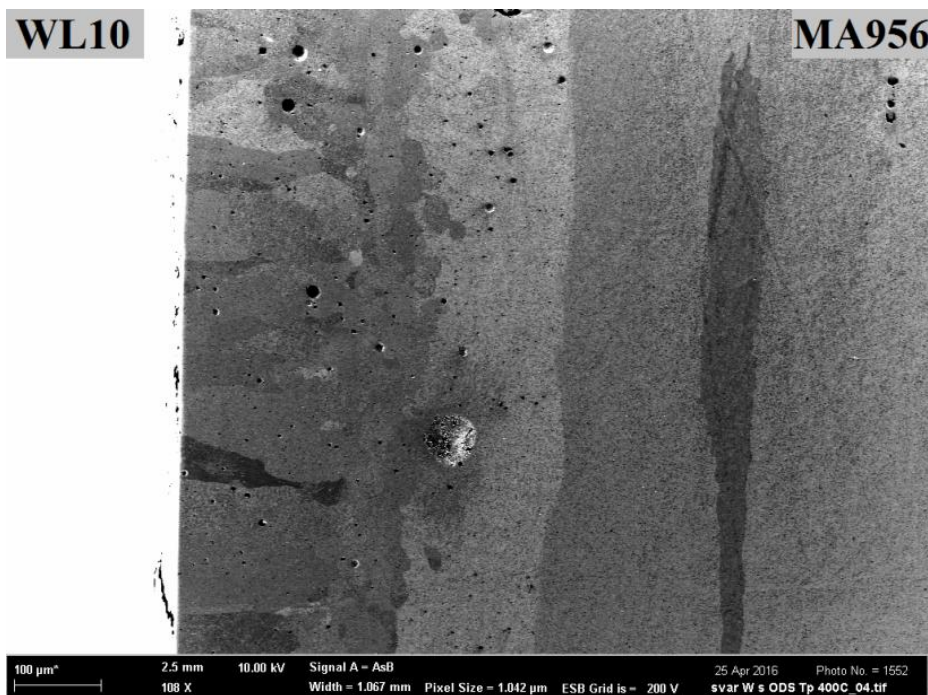
Pomocí EDS analýzy byly u všech třech vzorků ve svarovém kovu nalezeny oxidy yttria, které se vyskytovaly jak samostatně, tak i skupinově s hliníkem a titanem. Typicky pak u vzorku č. 2 s přídatným materiálem titanem byly objeveny komplexní oxidy yttrium-titanové a společně s karbonitridy titanu tvořily shluky po hranicích zrn. U vzorku č. 3 s přídatným materiálem niklem vznikly komplexní oxidy yttrium-hlinité. Důsledkem vzniku těchto komplexních sloučenin je zřejmě promísení jednotlivých složek během svařování a částečné natavení oxidu yttria, který pak reagoval buďto s rozpuštěným hliníkem nebo titanem za vzniku komplexních oxidů. Další prvek, který mohl přispět ke tvorbě komplexních sloučenin, byl volný uhlík. Ten se neodpařil při svařování a reagoval především s afinitními prvky titanem a chrómem. Pro přesnější identifikaci komplexních sloučenin by bylo zapotřebí vytvořit repliky vzorků na HRTEM a dosažené výsledky porovnat s literaturou [24, 25, 26].

5.3 SVAROVÝ SPOJ MA 956/WL10

Svarové spoje wolframového kompozitu WL10 s ODS ocelí MA 956, které byly vytvořeny elektronovým svazkem, byly převážně fokusovány na povrch ODS oceli. Na makrostruktuře vrchní části svaru je patrná oblast s kroužkovým tuhnutím, která je význačná pro vysokolegované materiály. Podle Schulze [40] jsou ztuhnuté kroužky výsledkem různé rychlosti tuhnutí, zejména pak kvůli legujícím prvkům a nečistotám, které způsobují podchlazení. Malé plochy obohacené o nečistoty a legující prvky, které se vyskytují podél tuhnuoucích kroužků, jsou zanedbatelné. Důsledkem jsou vytvořené zóny s odlišnou dendritickou strukturou. Prstence jsou zřetelné zejména u vzorku č. 4 bez teploty předehřevu a vzorku č. 5 s teplotou předehřevu 400 °C.

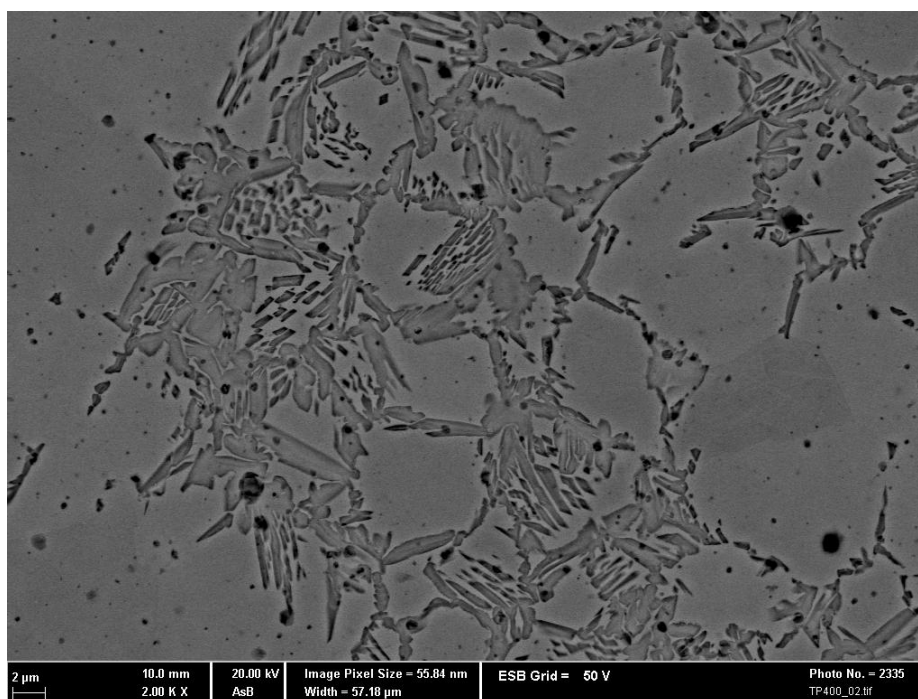
U vzorku č. 4 bez teploty předehřevu byly nalezeny v základním materiálu WL10 oblasti, kde jsou patrné póry propojené trhlinami převážně rovnoběžně se svarovým kovem. U vzorků č. 5 a 6 s teplotou předehřevu 400 °C a 900 °C byl základní materiál WL10 bez známek necelistvosti. Důvodem vzniku těchto trhlin je oblast křehce tvárného přechodu wolframu, kde pod teplotou přibližně 350 °C nedochází k rekombinaci jádra šroubových dislokací. Jelikož je plasticita řízena nejpomalejším segmentem, tak pevnost wolframu s klesající teplotou roste a wolfram se stává křehkým. Vzorek č. 6 s nejvyšší teplotou předehřevu měl největší průměrný obsah wolframu ve svarovém kovu (5 hmot. %), to bylo dáno tím, že vzorek byl předehřevu vystaven po delší dobu a wolfram tak mohl difundovat do svarového kovu ve větším množství.

Výsledky měření mikrotvrdości svarového kovu byly ve všech vzorcích bez přídatného materiálu nižší (přibližně 250 HV), než je tvrdost ODS oceli MA 956 (280 HV) z důvodu vyžádané struktury materiálu, oproti původní dislokační usměrněné struktuře po tváření. Tuto skutečnost potvrzuje vznik struktury kolumnárních krystalů orientovaných ve směru kolmo na osu svarového spoje, které jsou očividné na všech vzorcích bez přídatného materiálu. Na rozhraní wolframového kompozitu a svarového kovu je zobrazena (Obr. 88) orientace kolumnárních krystalů. U vzorku č. 7 s přídatným materiálem niklem byla naměřena vysoká tvrdost (nad 500 HV), která byla způsobena vznikem nerovnovážných struktur a fází. Dále se mohlo jednat o substituční zpevnění tuhého roztoku železa α různými prvky jako je wolfram, nikl, chróm a hliník.



Obr. 88 Makrostruktura kolumnárních krystalů na rozhraní WL10 a SK vzorku č. 5 zvětšeno 108x

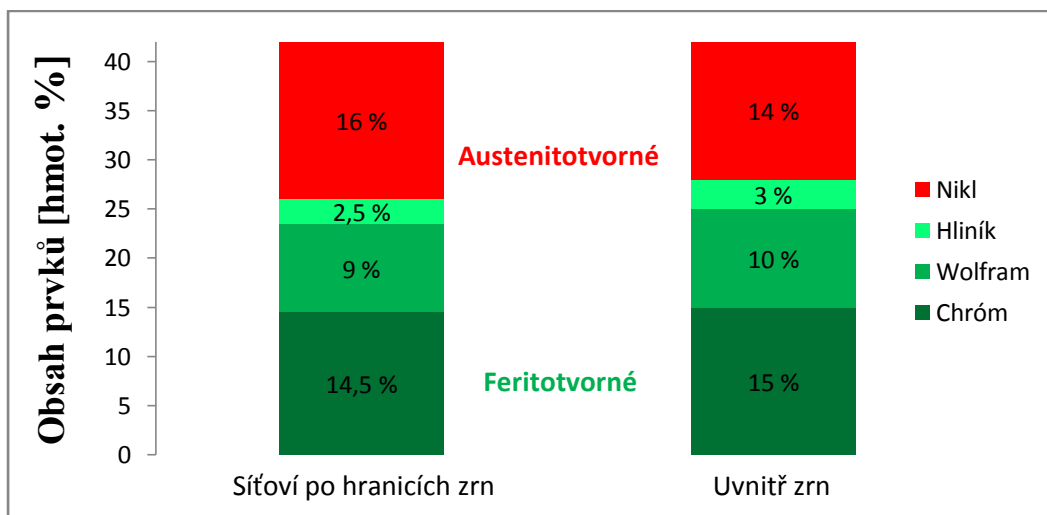
U všech zkoumaných vzorků svarového spoje MA956/WL10 bylo nalezeno ve svarovém kovu malé množství wolframu (rozmezí 3 až 8 hmot. %). U vzorku č. 5 ($T_p = 400\text{ °C}$) s nejnižším obsahem wolframu 3 hmot. % byla provedena chemická analýza na rozhraní WL10 a svarového kovu, na kterém se nachází oblast výrazného promísení prvků o délce $0,5\ \mu\text{m}$. Toto promísení bylo nalezeno i u vzorku č. 7b s přídavným materiálem niklem, kde došlo ke stejnému jevu. Délka pozvolného gradientu prvků přes rozhraní byla stejná jako u vzorku č. 4 a to $0,5\ \mu\text{m}$. Výsledky prokázaly, že se rozhodně nejedná o studené spoje. Pro stanovení přesnější pevnosti rozhraní by měly být provedeny mechanické zkoušky svarového spoje.



Obr. 89 Mikrostruktura svarového kovu vzorku č. 7b zvětšeno 2000x

Zajímavá mikrostruktura vznikla u vzorku č. 7b s přídavným materiálem niklem. Na Obrázku 89 jsou pozorovány oblasti vyloučených struktur v matici. Podobná mikrostruktura svarového kovu byla nalezena v disertační práci inženýra Šohaje, podle kterého je struktura svarového kovu v jeho práci tvořena feriticko-austenitickou maticí. Většina austenitu je vyloučena ve formě síťoví na hranicích feritických zrn. Část austenitu je vyloučena v podobě jehlic či desek uvnitř feritických zrn [46].

Po EDS analýze chemického složení mikrostruktury vzorku č. 7b byl vytvořen sloupcový graf (Obr. 90) pro kontrolu rozložení prvků ve svarovém kovu. Součet chemického složení prvků uvnitř zrn je 28 % feritotvorných a 14 % austenitvorných. Součet chemického složení prvků tvořící síťoví po hranicích zrn je 25 % feritotvorných a 16 % austenitvorných. Při 14,5-15 % chromu a 15-16 % niklu se v Schaefflerově diagramu vyskytuje fáze austenitu. Nicméně feritotvorné prvky jako je wolfram a hliník mohou ovlivnit chromový ekvivalent a posunout oblast v Schaefflerově diagramu do pásma austenitu s feritem. V této oblasti dochází ke křehnutí vlivem Sigma fáze v rozmezí teplot 500 °C až 900 °C. Ve struktuře se dále může nacházet Lavesova fáze Fe_2W , která není strukturně stabilní a při vyšší teplotě dochází k hrubnutí a poklesu odolnosti proti tečení. Pro potvrzení je však nutné provést další experimentální analýzy.



Obr. 90 Rozložení prvků ve svarovém kovu vzorku č. 7b

6 ZÁVĚR

Teoretická část diplomové práce obsahuje popis kandidátních materiálů rozdělených do důležitých skupin podle aplikace ve výzkumném fúzním reaktoru ITER. Pro detailní popis byly vybrány ODS materiály (zástupce konstrukčních kandidátních materiálů) a wolframové materiály (zástupce kandidátních materiálů první stěny). Pozornost v poslední kapitole teoretické části je věnována možnostem spojování nestejnorodých materiálů, jako jsou tvrdé pájení a svařování elektronovým paprskem. V experimentální části byly zkoumány dva typy svarových spojů MA956/WC-Co a MA956/WL10 svařované elektronovým svazkem.

Spoj MA956/WC-Co byl vytvořen u všech tří vzorků. Bylo zjištěno, že u toho typu spoje se na rozhraní svarového kovu a slinutého karbidu wolframu vyskytovaly trhliny, které byly zapříčiněny křehkostí karbidu wolframu, zejména pak v oblasti bez pojiva. Další příčiny vzniku trhlin byly zhrubnuté částice karbidu wolframu (10x větší než v ZM) a vznik karbidů chrómu a železa. K odstranění některých vad by bylo vhodné aplikovat přehřev, snížit podíl vneseného tepla a použít slinutý karbid s větším množstvím pojiva. Promísení jednotlivých prvků základních materiálů proběhlo úspěšně. U vzorku č. 1 bez přídavného materiálu a vzorku č. 3 s přídavným materiálem niklem bylo průměrné složení wolframu ve svarovém kovu 25 hmot. %. Hmotnostní obsah wolframu v některých nerovnovážných strukturách dosahoval až 64 hmot. %. Dendritická struktura byla tvořena tuhým roztokem železa α s minoritními prvky chrómem a wolframem. V mezidendritickém prostoru svarového kovu byl zjištěn výskyt μ -fáze a χ -fáze podle ternárního diagramu Fe-W-Cr. Dále zde byly nalezeny komplexní oxidy yttrium-hlinité a yttrium-titanové. Speciálně ve vzorku č. 2 s přídavným materiálem titanem byly objeveny karbonitridy titanu, které byly zodpovědné za vysokou tvrdost (668 HV) svarového kovu.

U spoje MA956/WL10 byly porovnány výsledky vzorků s různou teplotou přehřevu. Vzorek č. 6 (s nejvyšší teplotou přehřevu) měl největší průměrný obsah wolframu ve svarovém kovu (5 hmot. %). Z makroskopického hlediska byly nalezeny v základním materiálu vzorku č. 4 bez teploty přehřevu oblasti s trhlínami, které byly způsobeny vrozenou křehkostí wolframu za nízkých teplot. Promísení wolframu do svarového kovu bylo na rozdíl od předchozího typu spoje velice nízké (rozmezí 3 až 8 hmot. %), avšak bylo zjištěno, že se nejedná o studený spoj, protože na rozhraní svarového kovu a WL10 byla nalezena oblast výrazného přerozdělování prvků o délce 0,5 μm . Struktura svarového kovu vzorků č. 4, 5 a 6 bez přídavného materiálu byla složena z kolumnárních krystalů orientovaných ve směru kolmo na osu svarového spoje. Pouze u posledního vzorku č. 7b byla mikrostruktura svarového kovu tvořena feritickými zrny s vyloučeným síťovým po hranicích zrn. Speciálně tento vzorek se vyznačoval nejvyšší tvrdostí (nad 500 HV), z důvodu vzniku nerovnovážných struktur a fází, na rozdíl od ostatních vzorků, které měly tvrdost přibližně 250 HV.

Z výše provedených experimentů se jeví jako nejvhodnější svarový spoj MA956/WL10 svařovaný technologií elektronového svazku pro aplikaci v heliem chlazeném divertoru fúzního reaktoru ITER. Na závěr by bylo vhodné u spoje MA956/WL10 provést mechanické zkoušky pevnosti a zkoušky dlouhodobé vysokoteplotní strukturní stability a pozorovat zde možný výskyt Sigma fáze a Lavesovy fáze Fe_2W .

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] ŘÍPA, Milan, et al. *Řízená termojaderná syntéza pro každého*. 1. vyd. Praha: Ústav fyziky plazmatu AV ČR, 2004, 151 s. ISBN 80-902724-7-9.
- [2] KRUML, Tomáš. *Vývoj materiálů pro jadernou fúzi*. In: *Objective Source E-Learning* [online]. Telč: Objective Source E-Learning, s. r. o., 30. 08. 2013, [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.osel.cz/7095-vyvoj-materialu-pro-jadernou-fuzi.html>
- [3] BANERJEE, Srikumar. Overview of Indian activities on fusion reactor materials. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2014, roč. 455, č. 1-3, s. 217-224 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00223115. Dostupné z: www.sciencedirect.com
- [4] IVANOVA, Darya. *Plasma-facing components in tokamaks: material modification and fuel retention*. Stockholm Švédsko, 2012. Dizertační práce. KTH School of Electrical Engineering. Vedoucí práce Marek Rubel.
- [5] YAR, Mazher Ahmed. *Development of Nanostructured Tungsten Based Composites for Energy Applications*. Stockholm Švédsko, 2012. Dizertační práce. KTH School of Electrical Engineering. Vedoucí práce Mamoun Muhammed
- [6] RAFFRAY, Alphonse René, Siegfried MALANG a Xueren WANG. Optimizing the overall configuration of a He-cooled W-alloy divertor for a power plant. *Fusion Engineering and Design* [online]. 2009, roč. 84, č. 7-11, s. 1553-1557 [cit. 2016-04-01]. ISSN 09203796. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0920379608004614>
- [7] NORAJITRA, Prachai. *Divertor Development for a Future Fusion Power Plant*. 1. vyd. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing, 2011, 150 s. ISBN 978-3-86644-738-7.
- [8] EL-ESKANDARANY, M. Sherif. *Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials*. Norwich, N.Y.: Noyes Publications, 2001, 242 s. ISBN 0-8155-1462-X.
- [9] ASM International Handbook Committee. *ASM Handbook, Volume 07 - Powder Metal Technologies and Applications*. ASM International, 1998, 2752 s. ISBN 978-0-87170-387-3.
- [10] SKOTNICOVÁ, Kateřina. *Prášková metalurgie: studijní opory: učební text, scénáře, testy*. 1. vyd. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2013, 153 s. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [11] JONES, R. Andy. *Historical perspective – ODS alloy development* [online]. Liverpool UK: University of Liverpool, 2010 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.netl.doe.gov/>
- [12] KAMENDJE, Richard a Sehila GONZALES. *Materials for nuclear facilities* [online]. Francie: Physics Section IAEA, 2015 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <https://www.iaea.org/>

- [13] SURYANARAYANA, V. Challapalli. Mechanical Alloying and Milling. *Progress in Materials Science* [online]. 2001, roč. 46, č. 1-2, s. 1-184 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00796425. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642599000109>
- [14] KRÍŽ, Antonín a Ondřej CHOCHOLATÝ. *Prášková metalurgie* [online]. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2005 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/praskova_metalurgie.pdf
- [15] MAŠEK, Bohuslav, et al. *Evaluation on mechanical behaviour of new ods alloys* [online]. Lisabon, Portugalsko: 10th International Conference on Composite Science and Technology, 2015 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.dem.ist.utl.pt/iccst10/>
- [16] *MatWeb: Material property data* [online]. Blacksburg, USA: MatWeb, 1996 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.matweb.com/search/QuickText.aspx?SearchText=ODS>
- [17] NGANBE, Michel a Martin HEILMAIER. Modelling of particle strengthening in the γ' and oxide dispersion strengthened nickel-base superalloy PM3030. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, roč. 387-389, s. 609-612 [cit. 2016-04-01]. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509304006598>
- [18] HADRABA, Hynek, et al. Microstructure and impact properties of ferritic ODS ODM401 (14%Cr-ODS of MA957 type). *Journal of Nuclear Materials*. 2011, roč. 417, č. 1-3, s. 241-244 [cit. 2016-04-01]. ISSN 0022-3115.
- [19] KAZIMIERZAK, Bohumil, et al. Fe Base ODS alloys with improved mechanical strength. *Anti-Corrosion Methods and Materials* [online]. 1990, roč. 37, č. 10, s. 4-9 [cit. 2016-04-01]. ISSN 0003-5599. Dostupné z: <http://www.emeraldinsight.com/doi/abs/10.1108/eb007280>
- [20] ZILNYK, D. Kahl, et al. Long-term microstructural stability of oxide-dispersion strengthened Eurofer steel annealed at 800 °C. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2014, roč. 448, č. 1-3, s. 33-42 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311514000439>
- [21] CAMS Staff. *Radiation Damage/Materials Modification: High-energy ion irradiation is an important tool for studying radiation damage effects*. In: *Center for Accelerator Mass Spectrometry* [online]. Livermore, USA: LLNL, 2014 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <https://cams.llnl.gov/cams-competencies/radiation-damage-materials-modification>
- [22] KUTZ, Myer. *Handbook of environmental degradation of materials*. 2. vyd. Oxford: William Andrew /Elsevier, 2012, 910 s. ISBN 978-1437734553.
- [23] KLUEH, L. Ronald, et al. Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2005, roč. 341, č. 2-3, s. 103-114 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311505000176>

- [24] DAWSON, Karl, et al. Nano-particle precipitation in mechanically alloyed and annealed precursor powders of legacy PM2000 ODS alloy. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2015, roč. 464, s. 200-209 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0022311515002494>
- [25] DEMKOWICZ, Michael, Pascal BELLON a Brian D. WIRTH. Atomic-scale design of radiation-tolerant nanocomposites. *MRS Bulletin* [online]. 2010, roč. 35, s. 992-998 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/1721.1/69095>
- [26] HSIUNG, Luke, et al. HRTEM *Study of Oxide Nanoparticles in 16Cr-4Al-2W-0.3Ti-0.3Y2O3 ODS Steel*. Boston, USA: MRS Fall Meeting, 2009 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <https://e-reports-ext.llnl.gov/pdf/382849.pdf>
- [27] *Tungsten* [online]. Buštěhrad: Plansee, 2015 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.plansee.com/en/materials/tungsten.html#c869>
- [28] *Tungsten heavy alloys* [online]. Buštěhrad: Plansee, 2015 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.plansee.com/en/materials/tungsten-heavy-metal.html>
- [29] HUMÁR, Anton. *Materiály pro řezné nástroje*. 1. vyd. Praha: MM Publishing, 2008, 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [30] *Tungsten heavy alloys* [online]. Latrobe, USA: Kennametal Densalloy, 2014 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.kennametal.com/en/home.html>
- [31] RUŽA, Viliam. *Pájení*. 2. vyd. Praha: SNTL, 1988. 456 s. ISBN 04-216-88.
- [32] MORAVEC, Jaromír. *Pájení* [online]. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2006 [cit. 2016-04-01]. Dostupný z: http://www.ksp.tul.cz/cz/ksm/obsah/vyuka/materialy/cvicheni13_prezetace.pdf
- [33] *An Introduction to Brazing* [online]. Winterthur, Švýcarsko: Oerlikon Metco, 2014 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-materials/braze/>
- [34] *Pájení kovů* [online]. Praha: Bohler welding group, 2014 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://www.kskct.cz/images/materialy/cz/fontargen.pdf>
- [35] MÚNEZ, Claudio José, et al. Experimental study of W–Eurofer laser brazing for divertor application. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, roč. 418, č. 1-3, s. 239-248 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002231151100660X>
- [36] KALIN, A. Boris, et al. Development of brazing foils to join monocrystalline tungsten alloys with ODS-EUROFER steel. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2007, roč. 367-370, s. 1218-1222 [cit. 2016-04-01]. ISSN 00223115. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S002231150700582X>

- [37] VOLKER, Adam, et al. *Electron beam welding: The fundamentals of a fascinating technology*. 1. vyd. Germany: pro-beam AG&Co. KGaA, 2011, 98 s. ISBN neuvedeno.
- [38] ZOBACĚ, Martin. *Řízení a diagnostika elektronového svazku pro pokročilé technologie*. Brno, 2009. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Bohumila Lencová
- [39] *Electron Beam Welding* [online]. Soul: Korea Aerospace University, 2009 [cit. 2016-04-01]. Dostupné z: <http://mercury.kau.ac.kr/welding/>
- [40] SCHULTZ, Helmut. *Electron beam welding*. 1. vyd. Cambridge: Abington, 1993. 232 s. ISBN 18-557-3050-2.
- [41] CHEN, Guoqing a Binggang ZHANG. Electron beam welding–brazing of hard alloy to steel with Ni–Fe intermediate. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2013, roč. 40, s. 58-63 [cit. 2016-04-01]. ISSN 02634368. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0263436813000620>
- [42] ENGLISH, J. J. *Tungsten-Iron System, Binary and Ternary Phase Diagrams of Cb, Mo, Ta, and W*. ASM International Materials Park, 1961 [cit. 2016-04-01].
- [43] RAGHAVAN, V. Cr-Fe-W (chromium-iron-tungsten). *Journal of Phase Equilibria* [online]. 1994, roč. 15, č. 5, s. 539-542 [cit. 2016-04-01]. ISSN 1054-9714. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02649413>
- [44] *Uživatelská příručka pro CNC drátové řezačky*. Praha, ČR: Penta Trading, 2007 [cit. 2016-04-01].
- [45] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-7204-283-1.
- [46] ŠOHAJ, Pavel. *Strukturní stabilita svarových spojů austenitických a feritických ocelí*. Brno, 2014. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Rudolf Foret.

SEZNAM OBRÁZKŮ

- Obrázek 1 Závislost průměrné klidové hmotnosti nukleonu v jádře na počtu nukleonů v jádře [1]
- Obrázek 2 Schéma fúzního reaktoru ITER [2]
- Obrázek 3 a) Drát na bázi Nb-Ti b) Řez kompozitním drátem c) EBSD kompozitu Cu-Nb-Sn [3]
- Obrázek 4 a) Kazeta divertoru b) Modulární jednotka kazety divertoru [7]
- Obrázek 5 Nároky na konstrukční materiály ve štěpných a fúzních reaktorech [12]
- Obrázek 6 Schematický postup výroby ODS materiálu [11]
- Obrázek 7 Závislost velikosti částic na době mletí [13]
- Obrázek 8 Princip mechanického legování a) intenzivní svaření za studena b) lom (roztříštění) c) ztlumení svaření za studena d) konec procesu [10]
- Obrázek 9 a) Model attritoru 1-S b) Uspořádání komponent v attritoru [13]
- Obrázek 10 a) Model planetového mlýnu PulverisetteP-5 b) Řez planetovým mlýnem [13]
- Obrázek 11 a) Schéma tlakové nádoby pro HIP b) Laboratorní zařízení pro HIP [10]
- Obrázek 12 Způsoby protlačování: a) nepřímé protlačování b) přímé protlačování [10]
- Obrázek 13 ODS slitina PM 1000 použitá jako a) pájené honeycomb součásti b) vodící lopatky proudového motoru [11]
- Obrázek 14 ODS slitina PM 2000 použitá jako a) bezešvé hořákové trubice b) trysky hořáků s nízkou tvorbou NO_x [11]
- Obrázek 15 Radiační poškození hélia a) mechanismus koalescence He bublin b) aglomerace He bublin kolem Y-Ti-O komplexu na snímku z HRTEM [21]
- Obrázek 16 Mikrostruktura ODS ocelí a) plech MA 956 b) trubice MA 957 c) tyč PM 2000 [23]
- Obrázek 17 Snímky z HRTEM [26] a) velká částice Y₄Al₂O₉ (> 20 nm) nekoherentní rozhraní b) malá částice Y₄Al₂O₉ (< 10 nm) semikoherentní rozhraní c) malá částice Y₂TiO₅ (< 10 nm) koherentní rozhraní
- Obrázek 18 Porovnání různých druhů slitin v závislosti na pevnosti v tahu a jejich hustotě [28]
- Obrázek 19 Mikrostruktura wolframové pseudoslitiny a) s větším množstvím pojiva b) s nižším obsahem pojiva [30]
- Obrázek 20 Mikrostruktura slinutého karbidu WC-Co zvětšeno 500x
- Obrázek 21 Schematické znázornění smáčení během tvrdého pájení [33]
- Obrázek 22 Vliv šířky mezery na plnění dutiny pájkou [32, 33]
- Obrázek 23 Přechodové oblasti vytvořené vzájemnou difúzí [31]
- Obrázek 24 Interakce primárních elektronů s materiálem [39]
- Obrázek 25 Princip procesu hlubokého svařování v důsledku tvorby kapilárního otvoru [39]
- Obrázek 26 Vliv proudu svazku a urychlovacího napětí na průměr svazku [40]
- Obrázek 27 Různé efekty při svařování a, b) konkávní tvar hlavy a kapky v kořeni svaru, c) příliš konvexní tvar hlavy svaru, d) hladký konvexní tvar hlavy a kořene svaru [40]
- Obrázek 28 Rovnovážný binární fázový diagram Fe-W [42]
- Obrázek 29 Izotermální řez ternárním diagram Fe-W-Cr a) při 1200 °C b) při 1400 °C [43]
- Obrázek 30 BSE Snímek slitiny MA 956 zvětšeno 100x
- Obrázek 31 BSE Snímek slinutého karbidu wolframu WC-Co zvětšeno 2000x
- Obrázek 32 BSE Snímek wolframového kompozitu WL10 zvětšeno 2000x
- Obrázek 33 Fotodokumentace vzorku č. 1
- Obrázek 34 Fotodokumentace vzorku č. 2
- Obrázek 35 Fotodokumentace vzorku č. 3
- Obrázek 36 Fotodokumentace vzorku č. 4
- Obrázek 37 Fotodokumentace vzorku č. 5
- Obrázek 38 Fotodokumentace vzorku č. 6

Obrázek 39	Fotodokumentace vzorku č. 7
Obrázek 40	Makrostruktura SK vzorku č. 1 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 41	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi WC-Co a SK vzorku č. 1 zvětšeno 1000x
Obrázek 42	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a MA 956 vzorku č. 1 zvětšeno 1000x
Obrázek 43	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 1 zvětšeno 100x
Obrázek 44	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 1
Obrázek 45	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 1
Obrázek 46	Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 1
Obrázek 47	Makrostruktura SK vzorku č. 2 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 48	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi MA 956 a SK vzorku č. 2 zvětšeno 1000x
Obrázek 49	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a WC-Co vzorku č. 2 zvětšeno 1000x
Obrázek 50	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 2 zvětšeno 100x
Obrázek 51	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 2
Obrázek 52	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 2
Obrázek 53	Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 2
Obrázek 54	Makrostruktura SK vzorku č. 3 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 55	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi MA 956 a SK vzorku č. 3 zvětšeno 1000x
Obrázek 56	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a WC-Co vzorku č. 3 zvětšeno 1000x
Obrázek 57	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 3 zvětšeno 100x
Obrázek 58	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 3
Obrázek 59	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 3
Obrázek 60	Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 3
Obrázek 61	Makrostruktura SK vzorku č. 4 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 62	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 4 zvětšeno 100x
Obrázek 63	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 4
Obrázek 64	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 4
Obrázek 65	Makrostruktura SK vzorku č. 5 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 66	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 5 zvětšeno 100x
Obrázek 67	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 5
Obrázek 68	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 5
Obrázek 69	Oblast měření chemického složení na rozhraní WL10 a svarového kovu vzorku č. 5
Obrázek 70	Průběh chemického složení na rozhraní WL10 a svarového spoje vzorku č. 5
Obrázek 71	Makrostruktura SK vzorku č. 6 vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 72	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 6 zvětšeno 100x
Obrázek 73	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 6
Obrázek 74	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 6
Obrázek 75	Makrostruktura SK vzorku č. 7a vlevo-leštění vpravo-leptání zvětšeno 25x
Obrázek 76	Oblast měření mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 7a zvětšeno 100x
Obrázek 77	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 7a
Obrázek 78	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 7a
Obrázek 79	Naleptaná makrostruktura SK vzorku č. 7b vlevo-zvětšeno 25x vpravo-zvětšeno 100x
Obrázek 80	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi WL10 a SK vzorku č. 7b zvětšeno 1000x
Obrázek 81	Mikrostruktura přechodové oblasti mezi SK a MA 956 vzorku č. 7b zvětšeno 1000x
Obrázek 82	Průběh mikrotvrdosti svarového spoje vzorku č. 7b
Obrázek 83	Průběh chemického složení svarového spoje vzorku č. 7b
Obrázek 84	Mikrostruktura a EDS mapping svarového kovu vzorku č. 7b

- Obrázek 85 Štěpný lom na rozhraní slinutého karbidu a SK vzorku č. 1 zvětšeno 2000x
Obrázek 86 Indentační vtisky a) vzorku č. 1 zvětšeno 6500x b) vzorku č. 2 zvětšeno 3200x
c) vzorku č. 3 zvětšeno 3500x
Obrázek 87 Trhlina na rozhraní SK a WC-Co vzorku č. 2 zvětšeno 500x; velikost částic a) na
rozhraní zvětšeno 2000x b) v základním materiálu zvětšeno 2000x
Obrázek 88 Makrostruktura kolumnárních krystalů na rozhraní WL10 a SK vzorku č. 5
zvětšeno 108x
Obrázek 89 Mikrostruktura svarového kovu vzorku č. 7b zvětšeno 2000x
Obrázek 90 Rozložení prvků ve svarovém kovu vzorku č. 7b

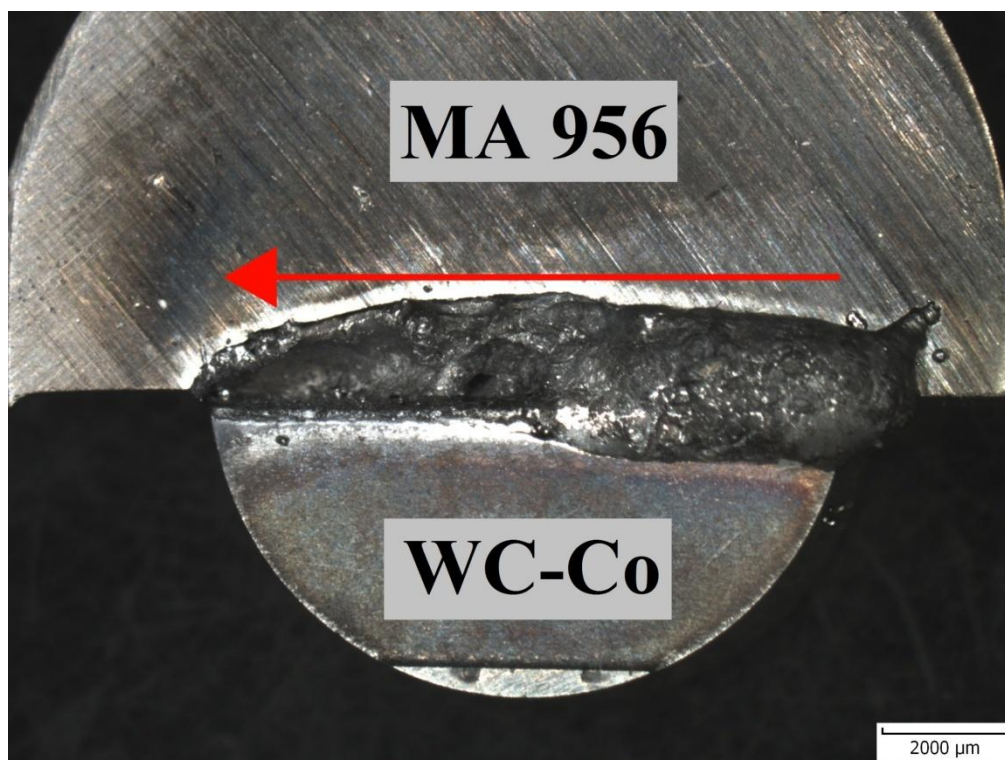
SEZNAM TABULEK

- Tabulka 1 Porovnání vlastností materiálů pro první stěnu ITERu [4]
Tabulka 2 Chemické složení vybraných komerčních ODS slitin [9, 11]
Tabulka 3 Porovnání fyzikálních vlastností vybraných ODS slitin [9]
Tabulka 4 Změna vlastností vybraných wolframových slitin [27]
Tabulka 5 Pájky pro pájení oceli a wolframu [34]
Tabulka 6 Chemické složení experimentální slitiny MA 956
Tabulka 7 Chemické složení experimentální wolframových slitin
Tabulka 8 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 1
Tabulka 9 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 2
Tabulka 10 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 3
Tabulka 11 Chemické složení jednotlivých nerovnovážných struktur vzorku č. 7b

SEZNAM PŘÍLOH

- Příloha 1 Směr svařování vzorku série A
Příloha 2 Směr svařování vzorku série B

PŘÍLOHA 1: SMĚR SVAŘOVÁNÍ U VZORKU SÉRIE A



PŘÍLOHA 2: SMĚR SVAŘOVÁNÍ U VZORKU SÉRIE B

