



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# VYSOKOTEPLTNÍ PROVOZNÍ ZKŘEHNUTÍ OCELI EUROFER'97

HIGH TEMPERATURE SERVICE EMBRITTLEMENT OF EUROFER'97 STEEL

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. LUDĚK STRATIL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. HYNEK HADRABA, Ph.D.

BRNO 2009

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství  
Akademický rok: 2008/09

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Stratil Luděk, Bc.

který/která studuje v **magisterském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

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

### **Vysokoteplotní provozní zkřehnutí oceli EUROFER'97**

v anglickém jazyce:

#### **High temperature service embrittlement of EUROFER'97 steel**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Zvýšení účinnosti budoucích fúzních reaktorů je podmíněno zvýšením teploty reaktorové nádoby. Při vyšších teplotách (kolem 600°C) dochází u ocelí k mikrostrukturním změnám spojeným s karbidickými reakcemi, hrubnutím zrna a zkřehnutím hranic zrn atomy nečistot. Detailní poznání lomového mechanismu těchto ocelí v tepelně neovlivněném a ovlivněném stavu je klíčové pro jejich budoucí použití. Cílem práce je popsat vliv krátkodobé a dlouhodobé teplotní zátěže na lomové vlastnosti oceli Eurofer'97, která je kandidátním konstrukčním materiálem reaktorové nádoby fúzního reaktoru.

Cíle diplomové práce:

Na základě literárních dat a vlastních poznatků detailně popsat vliv dlouhodobé teplotní zátěže na mikrostrukturu a vlastnosti oceli Eurofer'97 a posoudit vliv dlouhodobé teplotní zátěže této oceli na její křehkolomové chování. Hodnocení mikrostruktury studované oceli ve výchozím stavu a ve stavu po dlouhodobém teplotním ovlivnění metalografickými metodami (světelná mikroskopie a elektronová mikroskopie). Studium křehkolomového chování oceli a návazná fraktografická analýza lomových ploch. Diplomová práce bude řešena ve skupině Křehký lom na Ústavu fyziky materiálu AVČR, v.v.i. v rámci grantu GAČR 106/08/1397 "Vliv ultrajemné disperze částic na štěpný lom chromových ocelí".

Seznam odborné literatury:

Diplomant se v řešení diplomové práce bude, vedle obecné literatury, opírat především o cizojazyčné práce:

[1] Pokluda, J., Kroupa, F., Obdržálek, L.: Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek. PC-DIR, s.r.o. Brno, 1994.

[2] Holzmann, M.: Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu : Křehký lom materiálu a konstrukcí. VUT v Brně, 1982.

[3] Fernandez, P. et al.: Metallurgical characterization of the reduced activation ferritic/martensitic steel Eurofer'97 on as-received condition. Fusion Engineering and Design 58-59 (2001) 787.

[4] Fernandez, P. et al.: Metallurgical properties of reduced activation martensitic steel Eurofer'97 in the as-received state and after thermal ageing. Journal of Nuclear Materials 307-311 (2002) 495.

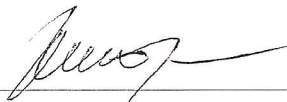
[5] Fernandez, P. et al.: Grain boundary microchemistry and metallurgical characterization of Eurofer'97 after simulated service conditions. Journal of Nuclear Materials 329-333 (2004) 273.

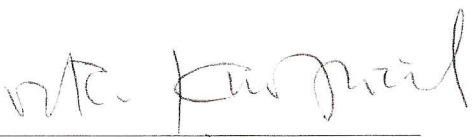
Vedoucí diplomové práce: Ing. Hynek Hadraba, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2008/09.

V Brně, dne 19.1.2009



  
\_\_\_\_\_  
prof. RNDr. Jaroslav Cihlář, CSc.  
Ředitel ústavu

  
\_\_\_\_\_  
doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.  
Děkan fakulty

## KLÍČOVÁ SLOVA

- fúzní reaktor, radiační poškození, zkřehnutí, hrubnutí karbidů, lomové chování

## KEY WORDS

- fusion reactor, radiation damage, embrittlement, carbide coarsening, impact properties

## ANOTACE

Tato práce popisuje vliv dlouhodobé teplotní zátěže na mikrostrukturu a vlastnosti oceli Eurofer'97. Ocel Eurofer'97 je feriticko-martenzitická ocel se sníženým aktivačním průřezem zvolená jako kandidátní konstrukční materiál pro jadrové komponenty navrhovaných fúzních reaktorů. Práce se především věnuje studiu popisu křehkolomového chování oceli. Ocel byla zkoumána v dodaném stavu a ve stavu po dlouhodobém žíhání. V experimentální části práce byl proveden detailní rozbor mikrostruktury oceli na úrovni světelné a elektronové mikroskopie a také na úrovni kvantitativní elektronové mikroskopie. Mechanické vlastnosti byly zkoumány také v obou stavech a to měřením tvrdosti, zkouškou tahem a rázem v ohybu. Na vzorcích po zkoušce rázem v ohybu byla provedena fraktografická analýza lomových ploch.

## ANNOTATION

The thesis describes effect of long-time ageing on the microstructure and properties of the Eurofer'97 steel. The ferritic-martensitic reduced activation steel Eurofer'97 is candidate structural material for in-core components of proposed fusion reactors. Thesis is focused on examination and description of brittle-fracture behaviour of the steel. Properties of the steel were investigated in as-received state and state after long-time ageing. Detailed microstructure studies were carried out by means of optical and electron microscopy and also by means of quantitative electron microscopy. Mechanical properties were evaluated also in both states by means of hardness testing, tensile testing and Charpy impact testing. Fractography analysis of fracture surfaces was carried out on samples after Charpy impact testing.

## BIBLIOGRAFICKÁ CITACE PRÁCE

STRATIL, L. *Vysokoteplotní provozní zkřehnutí oceli EUROFER 97*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 44 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Hynek Hadraba, Ph.D.

## **ČESTNÉ PROHLÁŠENÍ**

„Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením Ing. Hynka Hadraby, Ph.D. a uvedl jsem v seznamu literatury všechny použité literární a odborné zdroje.“

V Brně dne 26. května 2009

---

## **PODĚKOVÁNÍ**

Na tomto místě bych chtěl poděkovat vedoucímu své práce Ing. Hynkovi Hadrabovi, Ph.D. za odborné vedení a konzultace, které mi při psaní práce poskytl, a všem lidem, kteří my byli s prací nápomocni.

## Obsah

<b>Obsah</b> .....	<b>1</b>
<b>1 Úvod</b> .....	<b>2</b>
<b>2 Cíle práce</b> .....	<b>3</b>
<b>3 Teoretická část</b> .....	<b>4</b>
3.1  Radiační poškozování.....	4
3.2  Fúzní reaktory.....	6
3.2.1  Popis fúzní reakce.....	6
3.2.2  Princip činnosti.....	7
3.2.3  Zařízení.....	8
3.2.4  Materiály pro fúzní reaktory.....	8
3.3  Modifikované (9-12)%Cr oceli.....	10
3.3.1  Transformační charakteristiky.....	11
3.3.2  Mikrostruktura.....	12
3.3.3  Mikrostrukturní stabilita.....	17
3.3.4  Mechanismy zkrěhnutí.....	18
3.3.5  Kvantitativní elektronová mikroskopie.....	20
3.4  Vývoj RAFM oceli Eurofer '97.....	21
3.4.1  Tranzitní lomové chování ocelí.....	22
3.4.2  Vliv faktorů na křehký lom.....	24
3.5  Fraktografie.....	25
<b>4 Experimentální část</b> .....	<b>27</b>
4.1  Experimentální materiál.....	27
4.2  Metodická část experimentální práce.....	27
4.2.1  Chemické složení.....	27
4.2.2  Hodnocení mikrostruktury.....	27
4.2.3  Mechanické vlastnosti.....	29
4.2.4  Fraktografická analýza lomových ploch.....	30
4.3  Výsledky experimentů.....	31
4.3.1  Chemické složení.....	31
4.3.2  Mikrostruktura v původním stavu (AR).....	31
4.3.3  Mikrostruktura po dlouhodobém žíhání (DB).....	32
4.3.4  Mechanické vlastnosti.....	34
4.3.5  Fraktografická analýza lomových ploch.....	38
<b>5 Diskuze výsledků</b> .....	<b>40</b>
<b>6 Závěr</b> .....	<b>44</b>
<b>7 Použité zdroje</b> .....	<b>45</b>
<b>8 Seznam použitých zkratk a symbolů</b> .....	<b>47</b>
<b>9 Seznam tabulek, obrázků a grafů</b> .....	<b>48</b>
<b>10 Seznam příloh</b> .....	<b>50</b>
<b>11 Přílohy</b> .....	<b>51</b>

## 1 Úvod

Celosvětová spotřeba energie neustále vzrůstá spolu s celosvětově větší spotřebou a průmyslovou produkcí vyspělých ale i rozvíjejících se států. Co se týče primárních zdrojů, je v současné době celosvětově pro výrobu energie používáno převážně fosilních paliv a zbylou část tvoří vodní, jaderně-štěpné a obnovitelné zdroje. Zdroje fosilních paliv jsou omezené a navíc jejich spalováním dochází ke znečišťování životního prostředí. Z těchto důvodů se v současné době intenzivně vyvíjí nové energetické zdroje, jako jsou například štěpné reaktory IV. generace založené na cyklu uranu 238 a thoria 232, nebo podkritické reaktory založené na urychlovačem řízených štěpných reakcích. Velmi perspektivním budoucím zdrojem energie by se mohla stát jaderná fúze, uskutečňovaná cestou inerciálního držení, nebo v plazmatu drženého elektromagnetickým polem (stellarátory a tokamaky) [1].

Z hlediska vzniku odpadu je fúzní reakce „čistá“ a produkty fúzní reakce nejsou škodlivé a radioaktivní. Pro reakci stačí malé množství paliva, které je snadno dostupné a hojné (lithium, tritium, deuterium). V porovnání se štěpnými reakcemi je fúzní reakce „bezpečná“, tzn. že v případě nestability sama zanikne. V neposlední řadě nemůže být zneužita pro vojenské účely [1].

Pokusy na zařízení tokamak JET (Joint European Torus, Culham, VB) na konci 90. let minulého století potvrdily možnost uskutečnění fúzní reakce v pozemských podmínkách. Fúzní reakce vyžaduje pro svůj průběh teplotu několika miliónů stupňů Celsia, kdy dojde díky velkým tepelným pohybům obnažených atomů (plazma) deuteria a tritia k překonání odpuzivých sil jader a k jejich sloučení za vzniku helia. Podmínky, za kterých je možné uskutečnit fúzní reakci jsou tedy mnohem náročnější a kladou podstatně větší požadavky na materiály, které budou „vidět“ plazmu. Pro vývoj zařízení pro fúzní reakci je tedy otázka vývoje vhodných materiálů klíčová. V současné době probíhá v Cadarache (Francie) stavba tokamaku ITER (International Thermo-nuclear Experimental Reactor), který se svými rozměry bude blížit rozměrům uvažované fúzní elektrárny. Po tomto konečném ověření funkčnosti tokamaku jako fúzní reaktorové nádoby, se předpokládá, opět v Cadarache, stavba demonstrační fúzní elektrárny DEMO konečných rozměrů [2,3].

Neutronový tok, ozařování vysoce-energetickými částicemi  $\alpha$  a vystavení fúzního reaktoru vodíkovému toku bude v případě fúzních elektráren větší, než v případě reaktorových nádob klasických štěpných elektráren. Především v důsledku záchytu neutronů dochází u konvenčních ocelí ke vzniku indukované radioaktivity. Aby byla zachována největší výhoda fúzní elektrárny, nepřítomnost radioaktivního štěpného materiálu, byly vyvinuty RAFM oceli se sníženým aktivačním průřezem (Reduced Activation Ferritic-Martensitic) typu (9-12)Cr-1W(V-Ta). Vývojové verze RAFM ocelí typu (9-12)Cr-X byly vyvinuty na několika pracovištích v Evropě, Japonsku, USA, Číně a Rusku. Nejpokročilejší varianta, ocel typu 9Cr-1W(V-Ta) – Eurofer'97, byla zvolena jako základní kandidátní konstrukční materiál obálky a vnitřní stěny reaktoru prototypu fúzní elektrárny DEMO [2,3].

Tato práce si vytyčuje za cíl popsat vliv dlouhodobé teplotní zátěže na mikrostrukturu a vlastnosti oceli Eurofer'97 a posoudit její opad na křehkolomové chování oceli.

### Poděkování

Experimentální práce byly realizovány za podpory projektu GAČR 106/08/1397 „Vliv ultrajemné disperze částic na štěpný lom chromových ocelí“.



## 2 Cíle práce

Cílem této práce je popsat vliv dlouhodobé teplotní zátěže na mikrostrukturu a vlastnosti oceli Eurofer'97 a posoudit vliv dlouhodobé teplotní zátěže této oceli na její křehkolomové chování.

U oceli Eurofer'97 je dbáno na její vysokou čistotu, a proto je pro její ohodnocení nutné provést přesnou analýzu chemického složení. Dlouhodobé žíhání jako simulace dlouhodobé teplotní provozní zátěže oceli má vliv na její mikrostrukturu. Během žíhání může docházet k její rekrytalizaci a k precipitaci nových nebo hrubnutí původních precipitátů. Pro ohodnocení těchto mikrostrukturních změn je třeba provést důkladný metalografický rozbor oceli v dodaném a stárnutém stavu, a to jak metodami světelné, tak elektronové mikroskopie. Popsané mikrostrukturní změny oceli během dlouhodobého žíhání mohou mít vliv na její mechanické vlastnosti. Ty by měly být ohodnoceny měřením tvrdosti, zkouškou tahem a zkouškou rázem v ohybu. Pro ohodnocení vlivu dlouhodobého žíhání na křehkolomové vlastnosti jsou důležité především výsledky zkoušky rázem v ohybu. V souvislosti se zkouškou rázem v ohybu by také mělo být provedeno studium křehkolomového chování oceli a návazná faktografická analýza lomových ploch.

Pro posouzení vlivu dlouhodobého žíhání na vlastnosti, mikrostrukturu a křehkolomové chování oceli Eurofer'97 bylo provedeno:

- ověření chemického složení oceli v dodaném stavu,
- metalografický rozbor, tedy popsání mikrostruktury materiálu v dodaném stavu a ve stavu po dlouhodobém žíhání,
- zjištění mechanických vlastností v dodaném stavu a ve stavu po dlouhodobém žíhání,
  - měření tvrdosti,
  - zkouška v tahu,
  - zkouška rázem v ohybu,
- na přeražených vzorcích ze zkoušky rázem v ohybu provést fraktografickou analýzu lomových ploch.

### 3 Teoretická část

#### 3.1 Radiační poškození

Současné a budoucí jaderné zařízení jako štěpné reaktory, termonukleární fúzní reaktory, nebo urychlovačem řízené štěpné zdroje mají společné to, že „vidí“ energetické částice jako elektrony, protony, neutrony a/nebo ionty. Energie záření může ovlivnit stav atomů látky, na niž záření dopadá, a změnit některé jejich vlastnosti. Radiační poškození je spojeno s počátečním poškozením materiálu, který je vystaven ozáření [4,5].

Počáteční poškození materiálu je vyvoláno interakcí částic dopadajícího paprsku s atomy (elektrony a nukleony) ozařovaného materiálu. Tato interakce závisí na hmotnosti a elektrickém náboji dopadajících částic a také na vlastnostech ozařovaného materiálu.

Když je materiál ozařován, dopadající částice ztrácí svoji energii v krystalu dvěma typy procesů:

- neelastickou interakcí s elektrony materiálu, vedoucí k ionizaci a/nebo excitaci a následně k elektronově-energetickým ztrátám. Interakce se uplatňuje při záření  $\alpha$ ,  $\beta$ , a při záření  $\gamma$  o nízké energii. Mění významně vlastnosti látek s kovalentní a iontovou vazbou (např. plastů), u kovové vazby, tedy u kovů, je tento vliv nevýznamný.
- elastickými srážkami s atomovými jádry materiálu vedoucích k atomovému vyražení nebo atomových vyrážecích kaskádách a poté ke vzniku jednotlivých nebo skupinových vakancí. Atomy vyražené ze svých poloh v krystalové mřížce zůstávají po ztrátě přebytečné energie v intersticiálních polohách. Tento typ interakce se může uskutečnit absorbováním kvanta  $\gamma$  o vysoké energii nebo neutronu. Na druhou stranu, dopadající částice (neutrony) mohou být polapeny atomovými jádry materiálu, což může vést k jaderným transmutacím.

#### Atomové vyražení

Během elastické kolize mezi částicí a atomem může být předaná energie dostatečně velká, aby vytvořila tzv. Frenkelův pár (pár vakance-intrasticiála). Jestliže je energie primární kolize dostatečně vysoká, může způsobit další atomové přemístění prostřednictvím kolizní kaskády. Následkem tohoto jevu se ve struktuře vytvoří silně poničená oblast mající vysokou hustotu dislokací a intersticiálů.

#### Jaderné transmutační reakce

Dopadající částice, přesněji neutrony, mohou být polapeny jádry materiálu a to může vést k jaderným transmutacím a poté k produkci nečistot jako jsou atomy plynů (nejvýznamněji např. helia a/nebo vodíku). Tyto produkty značně degradují materiálové vlastnosti. Mimoto také mohou vzniknout nestabilní produkty jako jsou např. radioaktivní izotopy s dlouhým poločasem rozpadu. Jak vyzařovaná, tak transmutovaná jádra jsou bodovými defekty v krystalové mřížce. Při zvýšených teplotách mohou migrovat mříží, tvořit klastry a precipitovat při precipitačních reakcích. Pro daný materiál a pro různé typy dopadajících částic (tj. štěpné, fúzní neutrony, protony s vysokou energií, elektrony, těžké ionty aj.) se vytvářejí různé struktury atomových kolizních kaskád, a také se liší rychlosti produkce defektů nebo nečistot.

Hlavní defekty tvořící se v ocelích indukované buď štěpnými neutrony nebo fúzními neutrony nebo vysoce energetickými protony jsou uvedeny v Tab. 1.

Tabulka 1: Vznik defektů v ocelích při různých modelech ozařování [4].

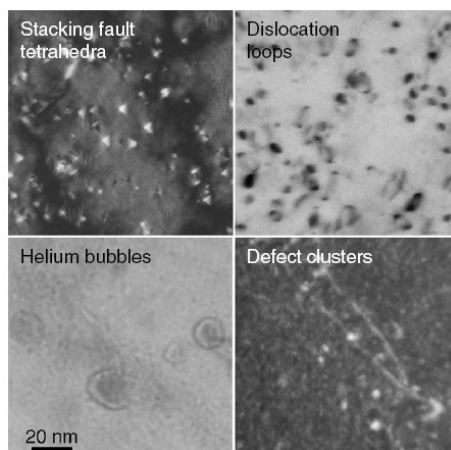
Vznik defektů (v ocelích)	Fúzní neutrony (3-4 GW reaktor, podmínky první stěny)	Štěpné neutrony (BOR 60 reaktor)	Vysoce energetické protony (590 MeV protonové urychlovače)	Smíšené spektrum vysoce energetických protonů a štěpných neutronů (SINQ)	IFMIF (modul s vysokým tokem)
Rychlost poškození ( $\text{dpa} \cdot \text{rok}^{-1}$ )	20-30	~20	~10	~10	20-55
Helium ( $\text{appm} \cdot \text{rok}^{-1}$ )	10-15	$\leq 1$	~130	~50	10-12
Vodík ( $\text{appm} \cdot \text{rok}^{-1}$ )	40-50	$\leq 10$	~800	~450	40-50

Z tabulky je patrné, že rychlost tvorby nečistot velmi závisí na typu částic vstupujících do reakce. Klíčovými parametry, které zahrnují ozařováním nahromaděné poškození, jsou: atomové vyražení „dpa“ (počet přemístění na atom), rychlost poškození ( $\text{dpa} \cdot \text{s}^{-1}$ ) a rychlosti produkce nečistot (př. počet appm He/dpa a appm H/dpa).

Štěpné neutrony produkují velmi málo helia a vodíku, zatímco vysoce energetické protony produkují velké množství nečistot zahrnující kovové nečistoty. Vysoce energetické fúzní neutrony budou pravděpodobně produkovat velké poškození v jednotkách dpa a relativně velké množství vodíku a helia. Nejvěrnější podmínky simulace poškození fúzními neutrony budou docíleny až pomocí zařízení IFMIF (International Fusion Material Irradiation Facility), které se buduje souběžně s tokamakem ITER v Cadarache. Zařízení IFMIF bude produkovat pomocí dvou 50 m urychlovačů a lithiových terčů vysoce energetická jádra deuteria – neutrony (opačný proces než je níže popsána produkce tritia z lithia obklopujícího fúzní reaktor) [4].

### Projevy radiačního poškození kovů

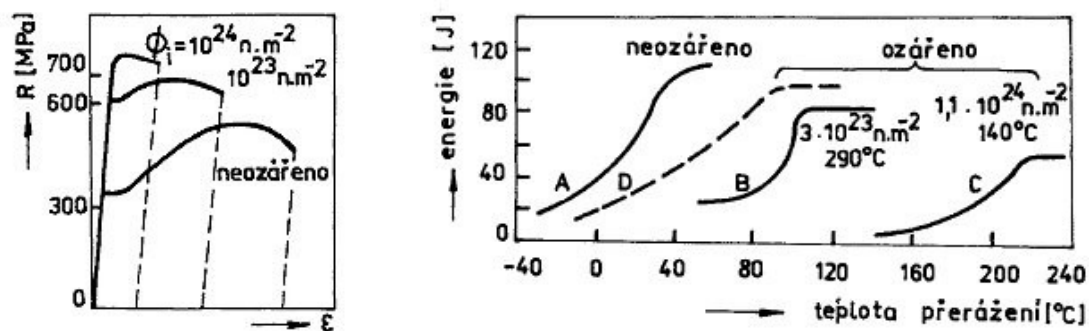
Radiační poškození vytváří různé typy poškození materiálu souhrnně nazývané jako projevy radiačního poškození. Tyto projevy radiačního poškození jsou dále posilovány a/nebo oslabovány vlivem pracovní teploty, tj. mikrostruktura ozářeného materiálu je určena původním stavem mikrostruktury a také interakcí mezi ozářením indukovanými defekty a defekty vzniklými difúzními procesy. Projevy radiačního poškození jsou závislé na počáteční kompozici a mikrostrukturu materiálu a na podmínkách ozáření. Jedná se o komplex sekundárních defektů, jako jsou klastry, dislokační smyčky vakancí nebo intersticiál, čtyřboké vrstevné chyby, precipitáty, dutiny a/nebo bubliny helia (Obr. 1) [4].



Obr. 1: Příklady komplexních sekundárních defektů v kovech odlišné čistoty a za různých podmínek ozařování [4].

Tyto mikrostrukturní změny jsou mnohem stabilnější než počáteční poškození a vedou ke změnám vlastností materiálů. Obecně ozáření vytváří spojitě se vyvíjející mikrostrukturu ve smyslu tvorby strukturních defektů a změn lokálního chemického složení. Následné lokální změny rozměrů, fyzikálních a mechanických vlastností mohou být extrémní. Změny v mechanických vlastnostech mohou zahrnovat zpevňování, ztrátu tažnosti, ztrátu lomové houževnatosti a/nebo ztrátu creepové pevnosti. Změny ve fyzikálních vlastnostech také mohou následně způsobit snížení elektrické vodivosti a/nebo tepelné vodivosti. Konečná struktura může také zplodit ztrátu rozměrové stability, tedy fenomén zvaný „bobtnání“.

Radiační poškození je také používáno jako obecný termín pro proces znehodnocování materiálů v prostředí radiace, který zahrnuje procesy jako radiační bobtnání, radiační creep, radiační (Obr. 2) a tepelné zkřehnutí, zkřehnutí vlivem helia apod. [5,6].



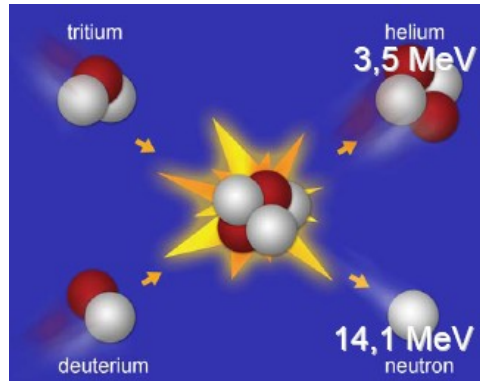
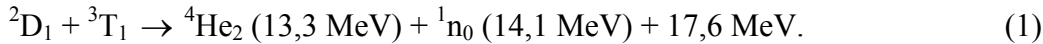
Obr. 2: Projevy radiačního zkřehnutí: tahový diagram (vlevo) a tranzitní křivka při zkoušce rázem v ohybu (vpravo) [5].

## 3.2 Fúzní reaktory

### 3.2.1 Popis fúzní reakce

Ve fúzních reaktorech je energie vyráběna spojením jader (fúzí) lehkých prvků, viz Obr. 3. V pozemských podmínkách se nejdosažitelnější (kvůli nenižší teplotě reakce)

a nejuhodnější fúzní reakce děje mezi jádry dvou těžkých izotopů vodíku (deuteria a tritia) za vzniku jádra helia spojeného s uvolněním neutronu a energie dle rovnice:



Obr. 3: Schéma fúzní jaderné reakce [1].

Teplota nutná k nastartování této reakce (řádově miliony stupňů Celsia) je dosahována ohřevem např. pomocí mikrovln. Při takové teplotě se plyny mění z plynného stavu na plazma. Plazma je magneticky držena ve vakuové nádobě a izolovaná od stěn nádoby. Po nastartování reakce je potom teplota sama udržována samotnou reakcí. Nejnadějnějším zařízením pro jadernou fúzi je magnetický toroidní systém, z něhož je nejpokročilejší variantou tokamak. V podstatě se jedná o vnitřně stíněný fúzní systém, ve kterém je energie vyráběna opakovaným zapalováním tablet z deuteria a tritia fokusovaným laserovým paprskem. Deuterium je jako palivo snadno extrahovatelné z vody. Tritium může být vyráběno bombardováním lithia neutrony (lithium je udržováno jako obálka obklopující zevnitř vakuovou nádobu za účelem množení tritia) [1,6].

### 3.2.2 Princip činnosti

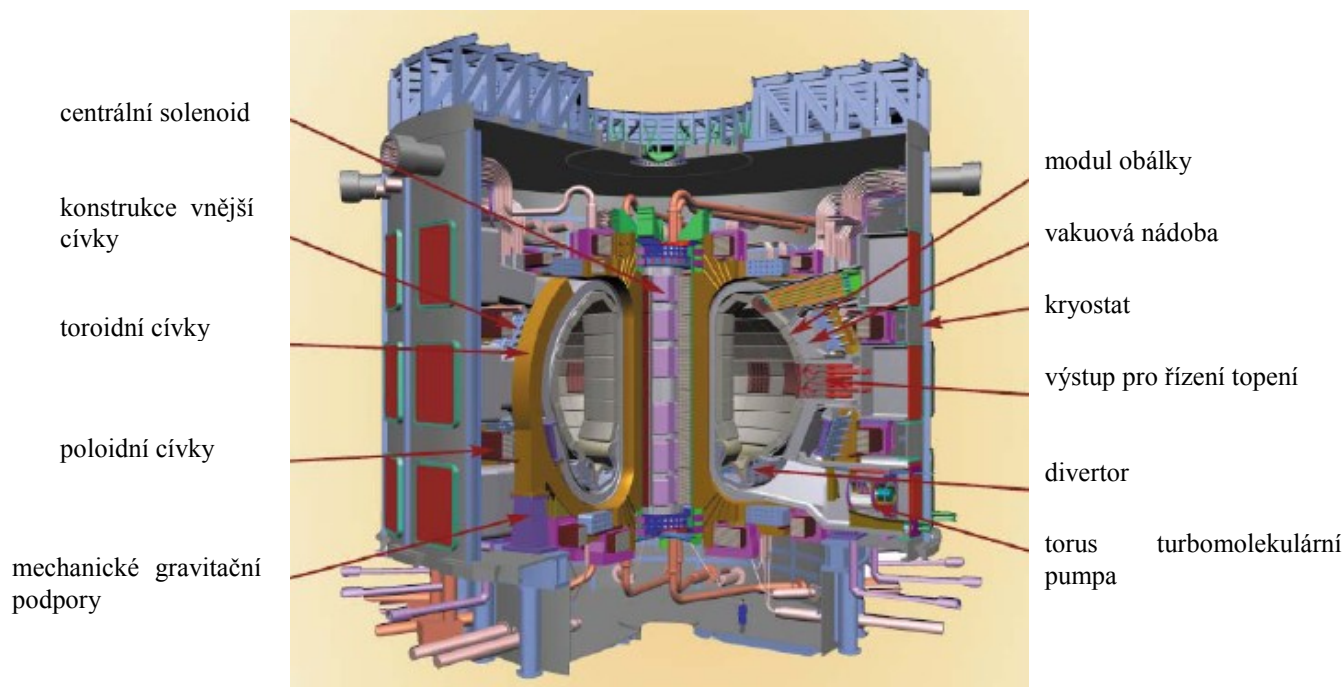
Jádra helia vzniklé při reakci popsané rovnicí (1) budou zpomaleny uvnitř plazmatu a budou přispívat k jeho ohřevu. Vysoce energetické fúzní neutrony budou unikat z plazmatu a pronikat komponenty rektoru umístěným okolo plazmatu, kde budou zpomalovány a jejich kinetická energie bude odnímána chladivou (např. voda, He, tekuté Pb-Li, tekuté Li). Páry vzniklé tímto procesem budou použity pro pohon turbíny, která bude vyrábět elektřinu [5].

Na rozdíl od štěpných reaktorů, u fúzních reaktorů nejsou výsledkem jaderné fúze vysoce radioaktivní produkty. Vnitřní stěna reaktorové fúzní nádoby, která „vidí“ plazma a je vystavena jaderné radiaci a produktům fúze, je často popisována jako „první stěna“. První stěna je vystavena těmto provozním podmínkám:

- mechanické a elektromagnetické zatížení, střídající se tepelné napětí indukované povrchem a ohřívání vlastní pulznímu charakteru procesu,
- ozařování vysoce energetickými (14,1 MeV) fúzními neutrony způsobujícími vyražení atomů a tvorbu helia, vodíku a jaderné přeměny, způsobující následné změny objemových vlastností materiálu,
- bombardování ionty a energeticky neutrálními atomy z plazmatu, způsobující povrchové a podpovrchové poškození [5].

### 3.2.3 Zařízení

ITER je anglická zkratka pro International Thermo-nuclear Experimental Reaktor (Obr. 4). Jedná se v podstatě o prototyp fúzního reaktoru, jehož stavba probíhá v současné době v Cadarache ve Francii. Jde o ambiciózní mezinárodní vědecký projekt, který má za cíl ověřit funkčnost tokamaku, jako fúzní reaktorové nádoby, a navázat tak na výzkum využití energie jaderné fúze v pozemských podmínkách. Po tomto konečném ověření funkčnosti reaktoru, se předpokládá, opět v Cadarache, stavba demonstrační fúzní elektrárny DEMO konečných rozměrů. ITER se svými rozměry a výkony bude blížít uvažované fúzní elektrárně (vnější průměr prstence 12,5 m, vnitřní průměr prstence 4 m).



Obr. 4: Popis hlavních částí experimentálního tokamaku ITER [1].

Podobně velká pozornost, jaká byla v předchozích letech věnována nalezení podmínek udržení plazmatu, je v současné době soustředěna na vývoj konstrukčních materiálů vhodných pro stavbu nejexponovanější části budoucí fúzní elektrárny – reaktorové nádoby. V sousedství tokamaku ITER vyrůstá laboratoř IFMIF. Toto zařízení bude kritické pro posouzení vhodnosti zvolených materiálů, neboť na základě dnešních znalostí a experimentálních možností není možná spolehlivá predikce chování materiálů při extrémních neutronových tocích, jaké budou ve fúzních reaktorech [3,5].

### 3.2.4 Materiály pro fúzní reaktory

#### Komponenty a materiály primárního zájmu

Komponenty fúzního reaktoru přicházející do styku s plazmatem budou vystaveny nejintenzivnějšímu toku vysoce-energetických 14 MeV neutronů. Jedná se především o první stěnu, divertor a komponenty plodivé obálky (Obr. 4).

Hlavní oblastí zájmu současného vývoje jsou tři typy materiálů:

- materiály vystavené přímému vlivu plazmatu,
- funkční materiály,
- konstrukční materiály.

Životnost komponent bude záviset na životnosti všech zmíněných materiálů. Tato práce je zaměřena na popis tepelného zkřehnutí oceli Eurofer '97, která je uvažována jako kandidátní konstrukční materiál elektrárny DEMO a jako taková bude podrobena testům v reaktoru ITER a zařízení IFMIF [5].

### Konstrukční materiály

Kvalifikace konstrukčních materiálů je základním předpokladem pro konstrukci fúzních reaktorů. Strukturální materiály budou podrobeny ozáření, ale také vysokým mechanickým a tepelně-mechanickým napětím.

Tepelná účinnost reaktoru je podle Carnotova cyklu úměrná teplotě chladiče a nepřímo úměrná rozdílu teplot mezi chladivem vstupujícím a vystupujícím z reaktoru. Tyto teploty jsou především omezeny teplotní oblastí použití, tj. oblastí použití konstrukčních materiálů, která je pak především určena jejich mechanickými vlastnostmi během ozáření a po aplikaci ozáření.

### Konstrukční materiály pro ITER

V ITER budou materiály podrobny mnohem méně závažným podmínkám než ve fúzních elektrárnách, jak je zřejmé z Tab. 2. Pro samotnou konstrukci experimentálního reaktoru ITER budou použity komerční materiály. Tyto materiály musí být kvalifikovány pro provozní podmínky ITER, hlavně ve smyslu podmínek ozařování, operačního teplotního rozmezí a mechanických napětí [4,18]. S ohledem na provozní podmínky ITER bude použito jak austenitických (zejména austenitická ocel 316LN-IG „ITER grade“), tak i feriticko-martenzitických ocelí. Zatímco austenitické oceli jsou určeny pro komponenty s nižšími provozními teplotami, feriticko-martenzitické oceli, které vykazují lepší vlastnosti při vyšších teplotách a v prostředí tavenin Pb-Li a vyšší odolnost vůči deformaci za radiace a heliovému křehnutí, budou testovány ve formě modulů první stěny reaktoru [4,20].

Tabulka 2: Srovnání přepokládaných provozních podmínek první stěny ITER a DEMO [1].

	ITER	DEMO
Energie fúze	0,5 GW	2 - 2,5 GW
Tepelný tok (FW)	0,1 – 0,3 MW/m <sup>2</sup>	0,5 MW/m <sup>2</sup>
Neutronové zatížení stěny (první stěna)	0,78 MW/m <sup>2</sup>	< 2 MW/m <sup>2</sup>
Sjednocené zatížení stěny (první stěna)	0,07 MW.rok/m <sup>2</sup>	5 - 8 MW.rok/m <sup>2</sup>
Atomové vyražení (dpa)	< 3 dpa	50 - 80 dpa

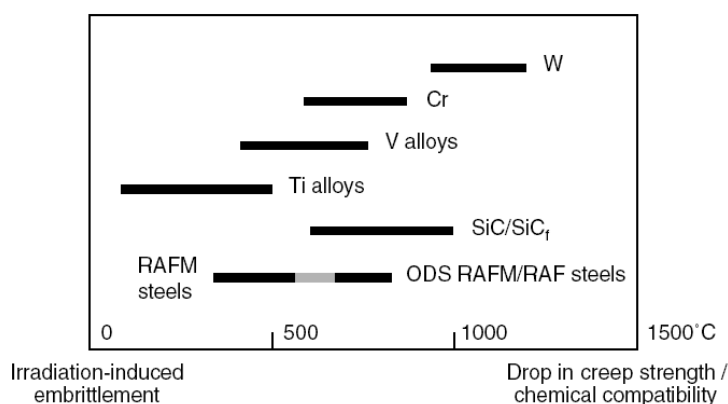
### Konstrukční materiály pro fúzní elektrárny (DEMO a následující)

Klíčové záležitosti výběru konstrukčních materiálů souvisí s jejich fyzikálními, mechanickými, chemickými vlastnostmi a vlastnostmi pod vlivem neutronového ozáření. Materiály musí vykazovat vysokou odolnost za vysokých teplot, vysokého tepelného namáhání, dobrou odolnost proti radiačnímu poškození, dobrou kompatibilitu s chladivem, dlouhou životnost, vysokou spolehlivost, snadnou výrobu a dostatečné zdroje surovin pro jejich výrobu, a v neposlední řadě také dobrou bezpečnost. Navíc materiály musí mít snížený

potenciál biologické nebezpečnosti, být šetrné k životnímu prostředí, a být po použití snadno recyklovatelné.

Kvůli poslední zmíněnému požadavku musí mít kandidátní strukturní materiály chemické složení založené na nízkoaktivních chemických prvcích. Materiály mající kompozici z těchto elementů (železo, chrom, vanad, titan, wolfram, křemík, uhlík) a vykazující vysokou pevnost při vysokých teplotách jsou hlavně RAFM oceli a ODS RAFM/RAF oceli, vanadové slitiny, keramické kompozity SiC/SiC a materiály z wolframu.

Hlavním cílem v oblasti odpadového hospodářství s radioaktivním materiálem je vyhnout se jejich geologickému skladování. Kandidátní strukturní materiály pro fúzní reaktory jsou v zájmu nejenom pro fúzní aplikace, ale také pro pokrokové štěpné reaktory (IV. generace) a urychlovačem řízené podkritické štěpné reaktory. Ve všech třech případech musí konstrukční materiály odolat vysokým teplotám a vysokým akumulovaným dávkám záření a musí být slučitelné buď s heliem a/nebo tekutým kovem.



Obr. 5: Současné „teplotní okénko“ pro použití kandidátních konstrukčních materiálů ve fúzních reaktorech [5].

Hodnocení kandidátních konstrukčních materiálů je obtížné, protože zahrnuje různé materiály v různých stavech vývoje a klasifikace, a to buď v neozářeném, nebo ozářeném stavu. Nízké teploty použití jsou obvykle limitovány ozářením-indukovanými vlivy zkřehnutí, které jsou dominantní při nízkých teplotách. Vyšší teploty jsou obvykle omezeny poklesem mechanické pevnosti a částečně i creepové pevnosti. Jak je patrné z Obr. 5, žádný z těchto materiálů nemůže být současně použit pro pokojové a zároveň pro vysoké teploty.

Hlavním omezením při hodnocení konstrukčních materiálů pro aplikace ve fúzních reaktorech je nemožnost provedení studií pro kandidátní materiály v reaktorovém prostředí [6].

### 3.3 Modifikované (9-12)%Cr oceli

V této kapitole bude řešena mikrostrukturní problematika modifikovaných (9-12)% chromových ocelí (dále zkráceně jako ModCr), z jejichž kompozice byla ocel Eurofer'97 vyvinuta. Tato kapitola je převážně zpracovaná podle publikace prof. Vodárka [7].

Vývoj ModCr ocelí pro aplikace do 600°C byl zahájen v 80. letech minulého století, ve kterém, kromě jiných, sehrával dominantní roli program COST (Co-operation in the field of Science and Technology). Vývojové práce byly motivovány zvýšenými požadavky na parametry páry, které by zlepšily účinnost tepelných a jaderných elektráren a také snížily

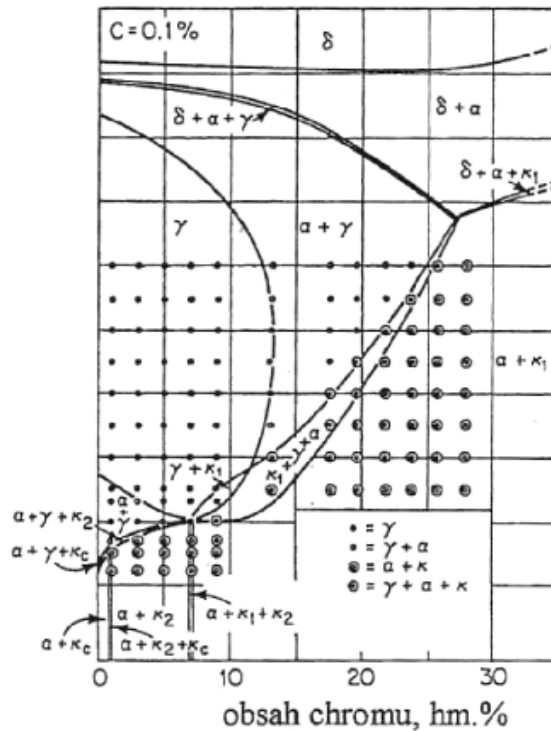


ekologické dopady celého procesu výroby elektřiny. Vývojové práce na této skupině ocelí byly proto zejména zaměřeny na:

- zlepšení meze pevnosti při tečení při 600°C,
- zlepšení lomové tažnosti při creepu a houževnatosti oproti klasickým nízkolegovaným CrMoV ocelím,
- zvýšení odolnosti proti zkřehnutí v průběhu dlouhodobé expozice při pracovních teplotách,
- dobré technologické vlastnosti (slévatelnost, prokalitelnost, tvařitelnost za tepla, svařitelnost, odolnost proti korozi v prostředí páry).

### 3.3.1 Transformační charakteristiky

Vysoký obsah legujících prvků v ModCr ocelích vyvolává posun křivek rozpadu austenitu v ARA diagramu k dlouhým časům. To má za následek velkou prokalitelnost těchto ocelí a to i v tlustých průřezích a dokonce i na vzduchu. ModCr oceli se používají buď ve stavu normalizačně žíhaném a popuštěném nebo kaleném a popuštěném.



Obr. 6: Řez rovnovážným fázovým diagramem Fe-Cr-C pro 0,1hm.%C,  $K_1, K_2, K_c$ -karbidické fáze [7].

Doba výdrže na austenitické teplotě může u rozměrných výrobků dosáhnout několika desítek hodin, a proto ModCr oceli zpravidla obsahují malé množství niobu. Niob tvoří částice NbX, kde X je uhlík, respektive dusík. Niob má velkou afinitu k uhlíku a dusíku, proto se částice bohaté na niob, uhlík a dusík tvoří jako jedny z prvních při tuhnutí taveniny. Částice NbX obsahují kromě niobu také malé množství chromu, vanadu, případně tantalu. Vliv tantalu je podobný vlivu niobu. Částice MX se v průběhu austenitizace rozpouštějí pouze částečně, nerozpouštěné pak brzdí růst austenitických zrn a slouží jako nukleární zárodky pro tvorbu nových zrn. Tyto částice jsou tedy zodpovědné za velmi jemnou mikrostrukturu oceli. Produktem kalení, tedy martenzitické transformace je latkový martenzit. Uvnitř původních austenitických zrn vzniká několik svazků rovnoběžných martenzitických látek. Martenzitické

laťky mohou být odděleny filmy zbytkového austenitu. Tvrdost martenzitu klesá se snižující se rychlostí ochlazování. Eutektoidní obsah uhlíku u ModCr ocelích činí ~0,15hm.%, a proto lze při pomalejším ochlazování ocelí s vyšším obsahem uhlíku očekávat vylučování částic chromem bohatých karbidů z austenitu. Touto precipitací potom tvrdost martenzitu klesá.

Teplotně-časové parametry popouštění ModCr ocelí závisí na jejich chemickém složení a účelu použití. Například oceli legované wolframem jsou popouštěny při vyšší teplotách nebo časech než oceli legované molybdenem.

### 3.3.2 Mikrostruktura

#### Vliv jednotlivých prvků na mikrostrukturu

V Tab. 3 je uveden přehled prvků, které jsou u RAFM ocelí nahrazeny jejich metalurgickými ekvivalenty s nízkým absorpčním průřezem.

Tabulka 3: Srovnání příměsových prvků u konvenčních a RAFM ocelí [7,8].

Legura	Nahrazení	Hlavní metalurgické vlivy
Ni	Mn	Oba prvky jsou austenitotvorné. V ModCr ocelích se používají především pro kompenzaci účinku feritotvorných prvků a eliminaci vzniku $\delta$ -feritu, který degraduje jejich žáruvzdorné vlastnosti. Vliv Ni je mnohem silnější než Mn. Oba prvky snižují teplotu $M_s$ .
Mo	W/V	Jsou prvky feritotvorné a karbidotvorné. Mo a W mají výrazně větší atomový poloměr než atomy železa, a pokud jsou rozpuštěné v tuhém roztoku, způsobují jeho zpevnění. Mo také stabilizuje precipitát $M_2X$ , pokud je rozpuštěný v této částici, zvyšuje její mřížkový parametr a tím i sekundární zpevnění tuhého roztoku. Stabilizované částice $M_2X$ také zvyšují odolnost proti popouštění, protože jsou ve struktuře přítomny i po silném popouštění.  W má stejný vliv jako Mo, ale není tak efektivní. Stejný efekt jako přidání jednoho hmotnostního dílu Mo má téměř dvojnásobný díl W.  Stejnou roli jako Mo a W hraje i V. Vhodné přísady V při správně zvolené technologii tepelného zpracování způsobují účinné precipitační zpevnění jemnými částicemi typu MX. Vanadem bohaté karbidy, nitridy a karbonitridy (MX typ) precipitují při vyšších teplotách než $M_2X$ . Částice MX jsou velmi stabilní a zvyšují odolnost vůči popouštění, intenzita precipitace těchto vanadem bohatých částic závisí také na obsahu dusíku v oceli a parametrech tepelné expozice.
Nb	Ta	Malá množství přísady Nb se používají především pro omezení růstu zrna austenitu během austenitizace. Nb je silně karbidotvorný a velice stabilní za vysokých teplot. Velmi zlepšuje popouštěcí odolnost slitiny formováním MX precipitátů na hranicích látek martenzitu (karbidy, nitridy a karbonitridy jako v případě vanadu). Vliv Ta je podobný vlivu Nb a také Ti.

### Uhlík, dusík

Uhlík zvyšuje úroveň žárupevnosti ocelí, ale se vzrůstajícím obsahem uhlíku dochází k degradaci technologických vlastností, především svařitelnosti a tvažitelnosti. Uhlík je prvek austenitotvorný, v moderních ocelích se pohybuje v rozmezí 0,08-0,20 hm. %. Žárupevné vlastnosti diskutovaných ocelí rovněž pozitivně ovlivňuje dusík, v některých ocelích je záměrně přítomen v obsahu 0,040-0,080 hm. %. Do určitého obsahu dusík podporuje tvorbu nitridů, přičemž zbylé prvky se mohou ve větší míře rozpustit v tuhém roztoku a vyvolávat tak jeho zpevnění.

### Chrom

Chrom je prvek feritotvorný a karbidotvorný, tvoří převážně karbid typu  $M_{23}C_6$ , v němž je bohatě zastoupen. Karbidy  $M_{23}C_6$  mají výrazný vliv na žárupevnost a creepovou odolnost. Vysoké obsahy chromu v ocelích zlepšují jejich odolnost vůči oxidaci, ale negativně ovlivňují rozměrovou stabilitu karbidů, a to především právě karbidů  $M_{23}C_6$ . Na Obr. 6 je uveden řez ternárním rovnovážným fázovým diagramem soustavy Fe-Cr-C, který dokumentuje vliv obsahu chromu na fázové složení oceli.

### Hliník

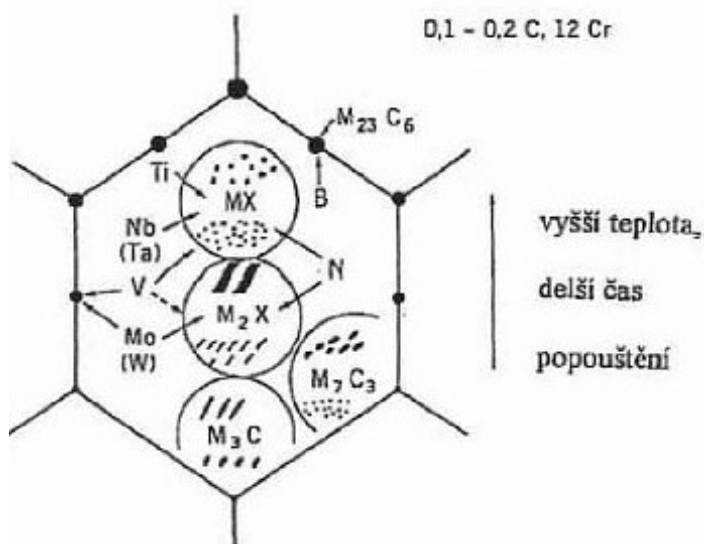
Tento prvek velmi negativně ovlivňuje žárupevnost ocelí, především v případě ocelí s přísadou dusíku. Hliník je nezbytný prvek při procesu dezoxidace oceli, proto je třeba dbát na to, aby výrobní technologie byly schopny minimalizovat jeho obsah v oceli.

## **Mikrostrukturní změny během popouštění**

Mikrostrukturní změny během popouštění zmírňují nerovnovážnost struktury vnesené do součásti při kalení a probíhají tedy na úkor snižování Gibbsovy energie. Obecně lze konstatovat, že se jedná o proces snižování přesycení tuhého roztoku atomy uhlíku doprovázený precipitací karbidových fází, která se projevuje snižováním tvrdosti tuhého roztoku.

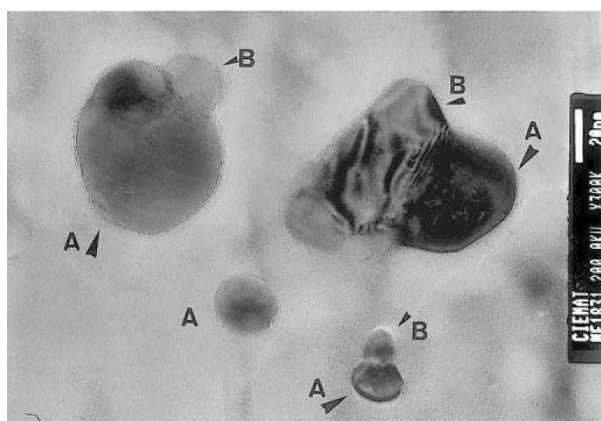
Schéma precipitačních sekvencí u oceli podobného chemického složení jako Eurofer '97 je patrné z Obr. 7. S rostoucím časem nebo teplotou výdrže klesá stabilita fází  $M_3X$  a  $M_7C_3$  a ty jsou postupně nahrazeny chromem bohatými karbidy  $M_{23}C_6$ . Také fáze typu  $M_2X$  mohou být při ještě delším čase nebo teplotě výdrže nahrazeny fází typu MX. Při vysokých teplotách nebo dlouhých časech jsou popsány procesy navíc doprovázeny postupnou rekrystalizací kovové matrice.

Nejdůležitější karbidickou fází v ModCr ocelích je chromem bohatá fáze typu  $M_{23}C_6$ . Karbidy  $M_{23}C_6$  nukleují převážně na hranicích původních austenitických zrn a rovněž podél hranic martenzitických latěk. Nukleují-li podél hranic latěk martenzitu (rychlé difúzní cesty), jsou obvykle mírně protažené. V karbidech  $M_{23}C_6$  se rozpouští významné množství železa, molybdenu, wolframu a malé množství vanadu a tantalu, naopak křemík a dusík se v této částici prakticky nerozpouští. Při studiu ModCr ocelí po dlouhodobém žíhání nebo creepové expozici bylo prokázáno významné obohacení mezifázového rozhraní karbid/matrice fosforem.



Obr. 7: Precipitační reakce v 12%Cr oceli v závislosti na teplotě a době popouštění [7].

Izostrukturní fáze  $M_2X$  se navzájem odlišují parametry hexagonální mříže a chemickým složením. Hlavním substitučním prvkem je chrom, dále vanad a příměsi železa, molybdenu nebo wolframu. Částice  $M_2X$  precipitují převážně uvnitř martenzitických latěk. Zpravidla mají tvar jehlic, které rostou podél krystalografických směrů. Stabilita částic  $M_2X$  v průběhu dlouhodobé expozice závisí jak na chemickém složení oceli, tak i na teplotě expozice. Se zvyšující se teplotou creepové expozice se stabilita  $M_2X$  snižuje a tato fáze může být nahrazena termodynamicky stabilnějšími fázemi, např. MX.



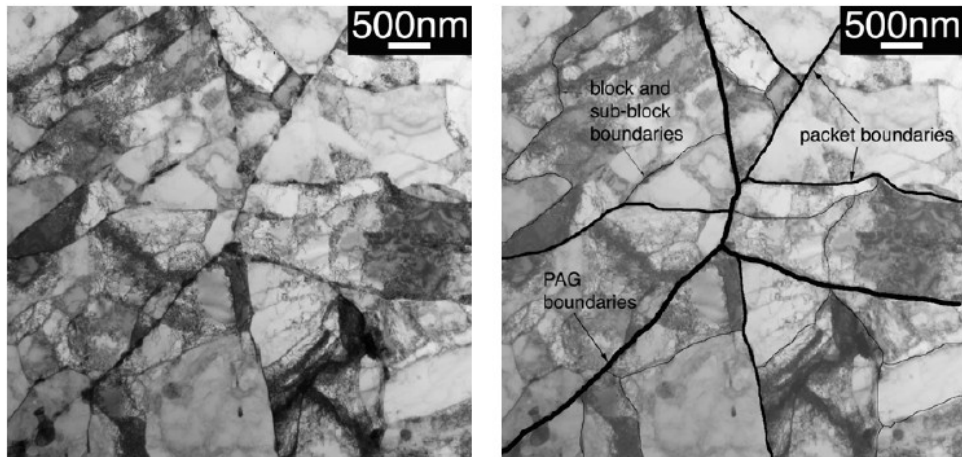
Obr. 8: Částice „V-wings“, (A) tantalem bohaté a (B) vanadem bohaté částice [9,10].

V průběhu popouštění na teplotě kolem  $700^\circ\text{C}$  a vyšší precipitují v martenzitické matici částice MX kde X je uhlík, dusík. Tato fáze je zpravidla označována jako sekundární MX fáze nebo  $(V,Nb)X$ , s cílem ji odlišit od nerozpuštěných primárních MX částic.

Sekundární MX fáze je bohatá vanadem, kromě kterého se v dané fázi ještě rozpouští chrom, tantal nebo niob. Kromě odlišného chemického složení od primární fáze MX, (niob/tantal se vyčerpal na tvorbu primární fáze MX) je sekundární fáze MX podstatně menší. Karbidy a nitridy typu MX jsou navzájem plně rozpustné a vytváří kontinuální tuhé roztoky karbonitridů. Částice MX precipitují ve formě malých destiček na dislokacích uvnitř latěk nebo subzrn kovové matrice. Vzhledem k velmi malé velikosti sekundárních částic MX je jejich identifikace na fóliích v TEM obtížná. V některých případech byla pozorována

heterogenní nukleace sekundárních MX částic na povrchu nerozpuštěných, globulárních MX částic. Tyto komplexní částice jsou označovány jako „V-wings“ (Obr. 8).

V průběhu popouštění dochází v martenzitické matici k významným změnám dislokační struktury. Intenzita změn závisí na chemickém složení a parametrech popouštění. V některých případech dochází pouze k poklesu hustoty statisticky náhodně uspořádaných dislokací uvnitř martenzitických latěk, zatímco v jiných případech vznikají dislokační buňky nebo zřetelně definovaná subzrna (Obr 9). Změny dislokační hustoty jsou bržděny částicemi precipitátu přítomnými v matici.



Obr. 9: Snímek zachycující pouštěnou martenzitickou strukturu oceli s obsahem 12 hm.% Cr. Hranice charakteristických strukturních útvarů jsou zvýrazněny napravo [8].

### Vývoj mikrostruktury během dlouhodobého žhání

Během provozní expozice při zvýšených teplotách, blízcích se pondektoidním nebo nižším, dochází u ocelí k mikrostrukturám změnám. Tyto změny jsou komplexním projevem dějů, jako je precipitace částic minoritních fází a jejich hrubnutí, tvorba a růst subzrn, segregace atomů, rekrystalizace a pokles dislokační hustoty. Intenzita a průběh těchto změn závisí na teplotě, účinku vnějšího zatížení a době expozice. Vyšší teplota a působení tahového zatížení zmíněné procesy urychluje [7,12,13,14].

Struktura kovové součásti je ovlivněna způsobem výroby součásti a jejím tepelným zpracováním. Do struktury součásti vystavené dlouhodobé teplené expozici se pak kromě uvedeného ještě projeví podmínky vlastní tepelné expozice.

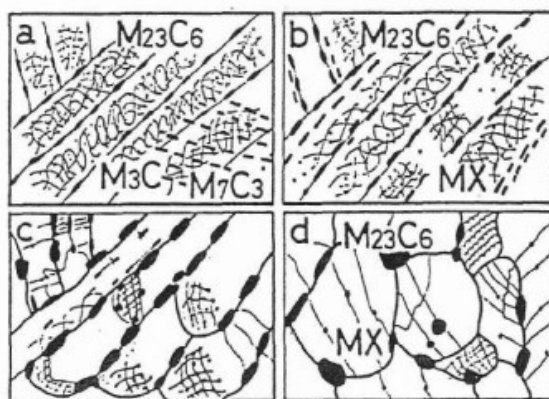
Zásadní význam z hlediska odolnosti ModCr ocelí vůči tečení mají tyto mechanismy zpevnění:

- zpevnění tuhého roztoku,
- precipitační zpevnění,
- dislokační zpevnění.

Ke zpevnění tuhého roztoku ModCr ocelí přispívají především atomy molybdenu a wolframu. V případě, že obsah molybdenu a/nebo wolframu v oceli překračuje mez rozpustnosti, dochází v průběhu tepelné expozice k precipitaci molybdenem a wolframem bohatých minoritních fází, především Lavesovy fáze, příp. fáze typu  $M_6X$ . Následkem

vylučování částic molybdenem a wolframem bohatých minoritních fází dochází k prudkému poklesu obsahu molybdenu a wolframu v tuhém roztoku.

Precipitační zpevnění v průběhu dlouhodobého žhání nebo creepové expozice závisí na rozměrové a termodynamické stabilitě jednotlivých minoritních fází. Stabilita částic minoritních částic má také klíčový vliv na kinetiku změn dislokační substruktury. Kinetiku změn mikrostruktury urychluje creepová deformace. Důležitou podmínkou pro dosažení vysoké žáruvzdornosti zmiňovaných ocelí je, aby změny dislokační substruktury probíhaly v průběhu creepové expozice co nejpomaleji. Strukturální morfologie se při dlouhodobé expozici mění tak, že původní martenzitické laťky jsou postupně nahrazovány subzrny, která pozvolna rostou (Obr. 10).



Obr. 10: Mikrostrukturní změny během creepu 12%Cr ocelí,  $t_a < t_b < t_c < t_d$  [7].

Na stabilizaci hranic subzrn mají významný vliv částice precipitátu, především karbidy  $M_{23}C_6$ . Tento mechanismus zpevnění je označován jako „karbidy stabilizované strukturální zpevnění“. Významný vliv na stabilitu dislokační substruktury uvnitř laťek/subzrn mají intergranulární částice precipitátu, především sekundární MX fáze.

Karbidy typu  $M_{23}C_6$  tvoří majoritní podíl částic minoritních fází. V průběhu dlouhodobé expozice při teplotách 500 až 600°C dochází k pozvolným změnám chemického složení této fáze. Hnací sílu těchto změn představují rozdíly mezi termodynamicky rovnovážným složením dané fáze při teplotě popouštění a teplotě dlouhodobé expozice, která je obvykle o 100 až 200°C nižší. V průběhu tepelné expozice dochází k růstu a následně k hrubnutí částic  $M_{23}C_6$ , což se projevuje poklesem počtu částic a zvětšováním jejich střední velikosti. Rychlost hrubnutí částic  $M_{23}C_6$  roste se zvyšujícím se obsahem chromu a také niklu v oceli.

Stabilita disperzních částic  $M_2X$  v průběhu tepelné expozice silně závisí na chemickém složení ocelí a teplotě zkoušení. Částice  $M_2X$  jsou nestabilní v důsledku vylučování částic termodynamicky stabilnější sekundární MX fáze. Obecně je možné předpokládat, že do teplot 550°C, době expozice kolem 100.000 hod. a obsahu niklu do 0,5 hm.% jsou fáze  $M_2X$  v diskutované skupině ocelí stabilní.

Ve struktuře ModCr ocelí v závislosti na chemickém složení se dále mohou vyskytovat tyto fáze:  $M_6X$ , Lavesova fáze a Z-fáze. Tyto fáze v sobě rozpouští významné množství molybdenu nebo wolframu a rychle hrubnou. Takové hrubé částice nepřispívají k precipitačnímu zpevnění oceli. Také tím, že v sobě rozpouštějí atomy legur z tuhého roztoku, zmenšují jeho substituční zpevnění. Částice  $M_6X$ , Lavesovy fáze a Z-fáze jsou

termodynamicky stabilnější než  $M_2X$  nebo  $MX$  částice. Proto jsou při delších výdržích na vyšších teplotách částice  $M_2X$  a  $MX$  rozpuštěny za jejich současné precipitace.

### **Vliv minoritních fází na mechanické vlastnosti a mikrostrukturní stabilitu**

#### Fáze $M_{23}C_6$

Karbidy  $M_{23}C_6$  vyloučené na hranicích zrn nebo subzrn brání jejich růstu a stabilizují jejich hranice a působí jako překážky pohybu dislokací. Svým celkovým přínosem karbidy  $M_{23}C_6$  podstatně zlepšují creepové vlastnosti ModCr ocelí.

#### Fáze $MX$

Částice  $MX$  spolu s karbidy  $M_{23}C_6$  jsou hlavními minoritními fázemi zajišťujícími v předmětné skupině ocelí dobrou creepovou pevnost. Pokud jsou částice  $MX$  vyloučeny uvnitř zrn nebo subzrn, způsobují výrazné precipitační zpevnění tím, že deformují krystalovou mřížku a brání tak pohybu dislokací.

#### $M_6X$ , Z-fáze a Lavesova fáze

Tyto fáze rozpouštějí podstatné množství atomů substitučních prvků, jako je molybden a wolfram. Následkem toho je jejich precipitace doprovázena snížením zpevnění tuhého roztoku. Uvedené fáze mohou také tvořit hrubé částice nepřispívající k precipitačnímu zpevnění oceli. Heterogenní nukleace částic Lavesovy fáze na původních částicích snižuje potenciál precipitačního vytvrzení vyvolaného hostitelskými fázemi.

### **3.3.3 Mikrostrukturní stabilita**

V průběh žíhání nebo creepové expozice ModCr oceli při zvýšených teplotách dochází k pozvolným změnám mikrostruktury směrem k rovnovážnému stavu, kterému odpovídá minimální hodnota Gibbsovy energie. Mezi nejdůležitější mikrostrukturní procesy patří snižování celkové plochy hranic zrn, pokles hustoty dislokací, rozpouštění metastabilních fází a precipitace stabilních fází. Odolnost ModCr ocelí vůči tečení je významně závislá, na interakcích mezi dislokacemi a částicemi precipitátů. Také nevhodná precipitace částic na hranicích zrn může snižovat křehkolomové vlastnosti oceli. Vliv precipitačních procesů je významný na popsané vlastnosti. Precipitační procesy jsou obvykle formálně rozděleny do etapy nukleace, po které následuje etapa růstu a závěrečnou etapou precipitace je hrubnutí precipitátu.

Podmínky nukleace určují lokální distribuci precipitátů a závisí na místním přesycení tuhého roztoku prvky atomů. Nukleaci je možné podle vzniku rozdělit na homogenní a heterogenní. Heterogenní nukleace, např. na vrstevné chybě, je snazší a vyžaduje menší přesycení tuhého roztoku. Aby částice dále rostla, potřebuje dosáhnout určité velikosti, tedy tzv. kritického poloměru. Během růstu velké částice rostou na úkor malých částic. Malé částice mají větší poměr povrchu a objemu částic, a proto je jejich rozpustnost větší než rozpustnost velkých částic. Další růst je možný pouze v případě těch částic, jejichž poloměr je větší než kritický poloměr. Tento proces se nazývá hrubnutí precipitátu. Stádia růstu a hrubnutí částic se vzájemně překrývají. Důsledkem procesu hrubnutí je pokles počtu částic a růst jejich střední velikosti. Objemový podíl precipitátů se ve stádiu hrubnutí nemění. Hnací silou procesu hrubnutí je snižování povrchové energie systému.

### 3.3.4 Mechanismy zkřehnutí

Významné omezení pro aplikace vysoce chromových feriticko/martenzitických ocelí představuje zkřehnutí ocelí, které může být vyvoláno celou řadou mechanismů. Obecně je možné zkřehnutí rozdělit do dvou skupin:

- nedostačující lomová houževnatost a tranzitní chování za teplot kolem 0°C, což je nebezpečné při odstávkách zařízení,
- pokles lomové houževnatosti během dlouhodobé expozice při zvýšených teplotách nebo v agresivním prostředí, což způsobuje pokles creepové tažnosti a nevyhovující lomovou houževnatost.

Některé mechanismy vyvolávají oba mechanismy, tj. při zvýšené i při pokojové teplotě. Typickým příkladem je popouštěcí křehkost, která může být způsobena segregací atomů povrchově aktivních prvků, především fosforu nebo cínu. Rovněž hrubé austenitické zrno může být příčinou nízké úrovně lomové houževnatosti při pokojové teplotě a zároveň nízké creepové tažnosti. Zkřehnutí diskutovaných ocelí v průběhu dlouhodobé expozice při zvýšených teplotách je zpravidla interpretováno jako synergický efekt segregace atomů škodlivých příměsí a precipitačních jevů.

#### Zkřehnutí vlivem segregace

Segregace je projevem chemické heterogenity. Segregace se dělí na makrosegregaci, která se převážně týká projevů nerovnoměrného tuhnutí u odlitků, a mikrosegregaci, která souvisí s obohacením hranic zrn doprovodnými prvky. Změny lokálního složení mohou být velmi významné. Vzhledem k oblasti použití předmětné skupiny ocelí se bude tato kapitola zabývat mikrosegregací.

V matici kovových materiálů jsou přítomny poruchy krystalové struktury a strukturní nehomogenity, které mají nižší úroveň volné entalpie a jsou potencionálními místy pro segregaci (např. volné povrchy, hranice zrn, mezifázová rozhraní, vrstevné a bodové poruchy). K nejvýraznější segregaci dochází na hranicích původních austenitických zrn, která jsou nekoherentní a disponují mnohem větším „volným objemem“ než převážně maloúhlové hranice mezi martenzitickými lankami. Tloušťka vrstev segregovaných atomů se pohybuje v jednotkách atomů, přičemž poměr obsahu příměsí v segregované vrstvě a v matici může být  $10^2$  až  $10^6$ . Ke zkřehnutí hranic zrn rovněž přispívají hrubé částice minoritních fází, které usnadňují tvorbu dutin. Typickým projevem takového zkřehnutí je interkrystalický mikromechanismus porušení. V případě takového mechanismu porušení jsou na lomové ploše přítomny hladké plošky odpovídající velikostně i strukturně hranici zrna nebo případně vyloučené precipitáty na hranicích zrn. V této souvislosti je důležité, aby oceli nebyly „přelegovány“, tj. obsahy legujících prvků, které tvoří minoritní fáze s vysokou rychlostí hrubnutí, by neměly výrazněji převyšovat mez rozpustnosti v matici.

Ke zkřehnutí ocelí atomy příměsí dochází, pokud je snížení volné entalpie při segregaci atomů škodlivého prvku na hranice zrn menší, než když atomy tohoto prvku segregují na volný povrch. Z Tab. 4 je zřejmé, že prvky jako fosfor, antimon, cín a síra mají potenciál vyvolat zkřehnutí ocelí. Segregační procesy jsou nejintenzivnější při teplotě ~500°C. Při nižších teplotách je pohyblivost atomů příměsí malá, kdežto při vyšších teplotách dochází ke změnám kinetiky segregace na hranice zrn v důsledku termodynamických faktorů.



Tabulka 4: Volné entalpie segregace vybraných prvků na hranice zrna a volný povrch [7].

Prvek	$-\Delta G_{\text{hranice zrn}}$	$-\Delta G_{\text{volný povrch}}$
uhlík	50 - 75	73 - 85
cín	30 - 35	61 - 87
fosfor	32 - 41	76 - 80
antimon	8 - 25	85 - 130
síra	50 - 58	165 - 190
vodík	65 - 68	71 - 109

Klasický způsob, jak snížit náchylnost ocelí na zkřehnutí, spočívá jak v redukci atomů nečistot, dále křemíku a manganu, tak přísadou prvků, které potlačují vliv atomů nečistot. Zkřehnutí je vyvoláno snížením kohezních sil hranic zrn. Ty prvky, které zvyšují vazbu se směrech kolmém k hranicím zrn redukují rozsah zkřehnutí. Ab initio výpočty vazebných sil se slitinách železa potvrdily, že fosfor způsobuje zkřehnutí, zatímco bor zvyšuje lomovou houževnatost. Pozitivní vliv vůči zkřehnutí rovněž vykazuje přísada molybdenu.

Náchylnost ocelí ke zkřehnutí lze orientačně posoudit pomocí empirických rovnic, tzv. X-faktor a J-faktor, nebo na základě stupňovitého tepelného zpracování v kritickém intervalu teplot (step-cooling).

### Zkřehnutí vlivem žihání

V důsledku zkřehnutí modifikovaných ModCr ocelí během jejich dlouhodobé expozice při provozních teplotách dochází k degradaci úrovně nárazové práce a posunu tranzitní teploty vrubové houževnatosti směrem k vyšším teplotám. Toto zkřehnutí je odstranitelné pouze úplným tepelným zpracováním zahrnujícím kalení/normalizaci a popouštění [7].

#### Vliv žihání na lomovou houževnatost 9Cr-1Mo ocelí

Výzkumy lomové houževnatosti týkající se 9Cr-1Mo ocelí ukázaly, že fosfor a síra zvyšují tranzitní teplotu  $t_{\text{DBTT}}$  a snižují horní prahovou hodnotu nárazové práce (USE) jako následek segregace a zvýšení obsahu  $\delta$ -feritu [6].

Dále se ukázalo, že 9Cr-1Mo oceli ztrácí tažnost za pokojové teploty, houževnatost a také dochází k posunu  $t_{\text{DBTT}}$  v důsledku dlouhodobé expozice při 500-600°C. Během dlouhodobého žihání bylo největší znehodnocování mechanických vlastností přisouzeno mikrostrukturním změnám vzniklých během tepelné expozice [6].

Mikrostrukturní změny během dlouhodobého žihání 9Cr-1MoVNb oceli do výdrže délky 25.000 hod mohou být podle rozdílných efektů žihání rozděleny do dvou teplotních intervalů. Při nižších teplotních intervalech žihání 482-593°C byly pozorovány malé změny hranic latěk/subzrn, precipitační karbidické struktury a přechodné zvýšení hustoty dislokací mezi subzrny. Nejvýznamnějším efektem tepelné expozice byla tvorba významného množství  $\text{Fe}_2\text{Mo}$  typu Lavesovy fáze (u oceli s vyšším obsahem křemíku), preferenčně na hranicích zrn a latěk feritu. Byl také pozorován malý přírůstek jemných VC karbidů. Na rozdíl od toho, bylo při žihání při vyšších teplotách, v intervalu teplot 593-704°C, pozorováno znatelné zotavení a hrubnutí hranic latěk/subzrn v rovnoosá zrna. Dále se podstatně projevovalo hrubnutí precipitátů.

Co se týče mechanických vlastností, hodnoty  $t_{\text{DBTT}}$  a USE narůstaly do teploty žihání 593°C, kdy dosahovaly maxima  $t_{\text{DBTT}}$ , respektive minima USE. Toto zhoršení mechanických

vlastní je často spojováno s precipitací Lavesovy fáze, ačkoli přesný mechanismus nebyl objeven. Množství precipitátů a relativního množství Lavesovy fáze dosáhlo maxima po žhání při 593°C. Při teplotách žhání 650°C a vyšších USE rychle klesá, což je vysvětleno hrubnutím precipitátů.

Výzkumy provedené v případě 9Cr-1Mo oceli ukázaly, že tepelné a vodíkové zkřehnutí spoluvytváří silný synergický efekt a tím větší pokles mechanických vlastností. Dominujícím faktorem řídicí interakci byla precipitace Lavesovy fáze a rozpustnost fosforu v této fázi.

Další významný faktor zkřehnutí ModCr ocelí představuje dlouhodobá expozice na teplotě kolem 475°C. Toto zkřehnutí oceli úzce souvisí s rozpadem feritické fáze za vzniku chromem bohaté  $\alpha$ -Cr fáze a železem bohaté  $\alpha$ -fáze [7].

### 3.3.5 Kvantitativní elektronová mikroskopie

Vývoj ModCr ocelí vyžadoval mimo jiné také objasnění procesů, které řídí kinetiku mikrostrukturních změn v průběhu tepelné/creepové expozice. Proto je pozornost také věnována kvantitativnímu popisu mikrostrukturních parametrů pomocí obrazové analýzy elektromikroskopických zobrazení. Základní metrické a topologické parametry používané k popisu změn jednak ve velikosti a distribuci minoritních fází a dislokační substruktuře jsou uvedeny v Tab. 5.

Je dobře známo, že kvantitativní hodnocení elektromikroskopických projektovaných zobrazení může být zatíženo velkými chybami. Bylo zjištěno, že nejzávažnějším zdrojem chyb je subjektivní interpretace zobrazení. V této souvislosti je problematické porovnávat kvantitativní mikrostrukturní údaje publikované různými autory, zvláště pokud nejsou k dispozici detailní informace metodice měření.

Tabulka 5: Základní parametry kvantitativní elektronové mikroskopie [7].

Základní parametry kvantitativní elektronové mikroskopie	
Minoritní fáze	Subzrna
ekvivalentní průměr ( $D_{ekv}$ )	minimální šířka ( $L_{min}$ )
minimální rozměr ( $D_{min}$ )	maximální šířka ( $L_{max}$ )
maximální rozměr ( $D_{max}$ )	poměr $L_{min}/L_{max}$
poměr $D_{min}/D_{max}$	hustota dislokací ( $\rho$ )
počet částic na jednotku plochy ( $N_A$ )	
plošný podíl částic ( $A_A$ )	
počet částic na jednotku objemu ( $N_V$ )	
mezičásticová vzdálenost ( $\lambda$ )	
Pozn. ekvivalentní průměr odpovídá průměru kruhu, který má stejnou plochu, jako je plocha měřeného objektu nepravidelného tvaru	

V ModCr ocelích zpravidla koexistuje několik minoritních fází, které ve většině případů nejsou rozlišitelné na konvenčních elektromikroskopických zobrazeních v případě

pozorování ve světlém poli pouze na základě velikosti a tvaru částic. Proto lze při studiu kinetiky hrubnutí precipitátu většinou vyhodnotit pouze zdánlivou rychlost hrubnutí, která reprezentuje průměrnou rychlost hrubnutí koexistujících minoritních fází.

### 3.4 Vývoj RAFM oceli Eurofer '97

Oceli s nízkou aktivací byly vyvinuty z vysokoteplotních 12%Cr ocelí, které byly a jsou používány pro aplikace v konvenčních elektrárnách, továrnách a turbínách (Obr. 11).

V r.1965 začaly vývojové aktivity FZK/IMF (Forschungszentrum Karlsruhe/Institut für Materialforschung, Karlsruhe, SRN) s ocelí 1.4922 bez niobu a s ocelí 1.4914 obsahující 0,25 hm.% niobu. Následovala modifikovaná verze oceli 1.4914 se zlepšenou houževnatostí v rámci projektu rychlého množivého reaktoru.

V dalším kroku byla vyvinuta martenzitická ocel MANET s optimalizovaným chemickým složením, které přineslo zlepšení vysokoteplotní stability a tranzitního chování. Současně byla u této oceli zlepšena odolnost proti zkřehnutí díky jemnějšímu zrně. Nové poznatky ohledně optimalizace poměru obsahu dusíku a hliníku vyústily ve stabilnější strukturu bez  $\delta$ -feritu se zdokonalenou creepovou houževnatostí.

Na základě těchto zkušeností byly následně v r. 1986 vyrobeny první nízko-aktivní oceli obsahující CeTa a TaHf. Legující prvky, které při interakci s neutrony vytvářejí radioaktivní izotopy s dlouhým poločasem rozpadu (Nb, Mo, Ni, Al) byly v tomto kroku nahrazeny jejich metalurgickými ekvivalenty s nižší aktivitou (Ta, W a Ce). Přesný popis chemického složení nízko-aktivních ocelí byl založený na studiu aktivace prvků v různých spektrech záření podloženém výpočtovými metodami a na experimentálním studiu srážek částic. Díky tomu byly některé přísadové prvky zamítnuty nebo omezeny a byly stanoveny striktnější limity pro všechny nežádoucí příměšové prvky. Tyto limity jsou stanoveny řádově v ppm nebo ještě v nižších obsazích. Takto nízké obsahy prvků v současnosti nemohou být dosaženy metalurgicky nebo být měřitelné analytickými metodami. Z tohoto důvodu je toto stádium vývoje označováno jako oceli se sníženou aktivitou (RAFM oceli).

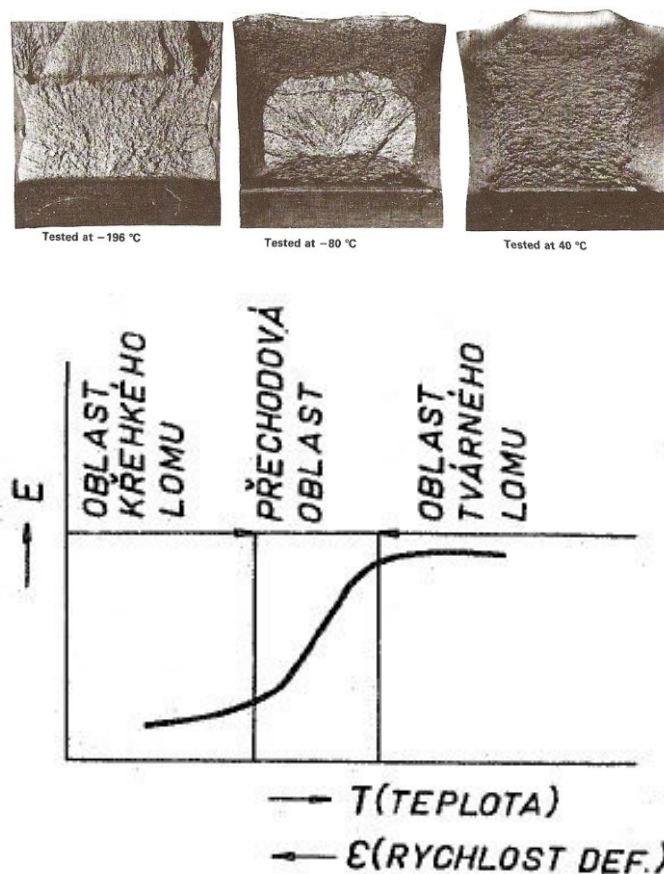
Výpočty také ukázaly, že v principu odlišné kovy mohou být použity jako základ pro nízko-aktivní slitiny, jako např. V, Cr, Ti, Fe. Kromě požadavků nízké aktivity je nutné souběžně klást požadavky také na fyzikální, mechanické, výrobní a technologické vlastnosti nízko-aktivních ocelí. S těmito závěry a zkušenostmi začal vývoj řady ocelí OPTIFER ve FZK v r. 1992. OPTIFER oceli jsou oceli typu 9,5%Cr-Mn-V-Ta obsahující 1%W nebo Ge. Současně byla v r. 1994 vyvinuta japonská verze 8%Cr-Mn-V oceli s 2 % W s názvem F82H - mod vyrobená v JAERI/NKK (Japan Atomic Energy Research Institute/ Nippon Kōkan Kk) [15,22].

Na základě fyzikálních, mechanických a strukturních dat získaných pro OPTIFER a F82H - mod a spolu s poznatky různých Evropských institucí a ohledem na nízko-aktivní slitiny byl stanoven přesný popis pro Evropskou referenční slitinu Eurofer '97 [15].



nebo je původně hladké těleso opatřeno vrubem, nebo se jedná o těleso s trhlinou, dojde ke změně lomového chování v tom smyslu, že se místo houževnatého lomu objeví lom křehký.

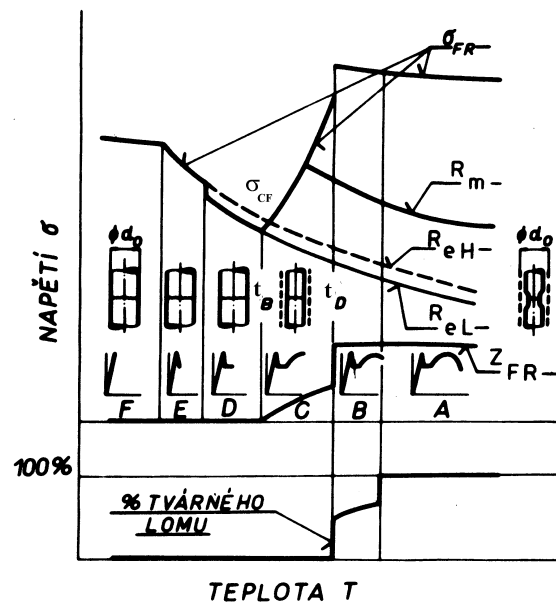
Ke zkoušení materiálu na odolnost proti křehkému porušení se používá relativně jednoduchá zkouška rázem v ohybu. Tato zkouška je normována (viz 4.2.3). Při zkoušce se měří množství absorbované energie při přeražení normovaného tělesa. Pokud při zachování podmínek zkoušky měníme pouze teplotu zkoušeného tělesa, získáváme závislost množství energie nutné na přeražení zkušebního tělesa. Tato závislost bývá označována jako tranzitní křivka (Obr. 12). Na pravé straně má křivka oblast USE, kde nárazová práce prakticky na teplotě nezávisí. V bezprostředním okolí lomové plochy zkušební vzorku je výrazná deformace, lomová plocha je tvárná. V závislosti na poklesu teplot od jisté teploty hodnota nárazové práce klesá a mění se jak rozsah plastické deformace v okolí lomové plochy, tak i její vzhled. Na lomové ploše se objevují malé lesklé plošky, dochází ke štěpení krystalové mřížky zrn, lomová plocha je štěpná. Tvar i poloha tranzitní křivky na ose teplot výrazně závisí na chemickém složení oceli a tedy také na struktuře oceli [16].



Obr. 12: Tranzitní křivka a vzhled lomových ploch Charpyho těles pro charakteristické oblasti [16,17].

Tranzitní křivku lze také zjistit při zkoušce tahem, pokud je prováděna v dostatečném rozsahu teplot a to zejména v oblasti minusových teplot. Obr. 13 schematicky znázorňuje teplotní závislosti  $R_{eH}$ ,  $R_{eL}$ ,  $R_m$ , skutečného lomového napětí  $\sigma_{FR} = \frac{F_{FR}}{S_{FR}}$ ,  $Z$  a % tvárného lomu na lomové ploše. Podle charakteru porušení a podle poměru  $\sigma_{FR}$  k mezi kluzu lze stanovit šest oblastí porušení: A - tvárný lom po velké plastické deformaci, B - smíšené

porušení, uprostřed lomové plochy je lom tvárný a na okrajích štěpný, C - velikost deformace do porušení v závislosti na poklesu teploty klesá, lom je štěpný, D - k lomu dochází při napětí  $\sigma_{FR} = R_{eL}$  v celé oblasti, z makroskopického hlediska bylo v této oblasti dosaženo křehkého lomu, E - štěpný lom při napětí  $\sigma_{FR} = R_{eH}$  v celé oblasti, F - lomové napětí je menší než mez kluzu a s klesající teplotou se lomové napětí prakticky nemění.



Obr. 13: Schématické znázornění teplotních závislostí mechanických charakteristik při zkoušce tahem [16].

Z výsledků tahových zkoušek při nízkých teplotách se vyvodily závěry: (1) lomu vždy přechází, byť malá, plastická deformace, (2) kritické napětí je mnohem menší než teoretická pevnost daná spontánním porušením vazeb mezi atomy. Tyto dvě skutečnosti vedly k názoru, že se mechanismus lomu skládá ze tří na sebe navazujících stádií:

- 1 - nukleace štěpné submikrotrhliny plastickou deformací pod účinkem smykového napětí,
- 2 - růst mikrotrhliny podél štěpné roviny uvnitř feritického zrna pod účinkem tahového napětí,
- 3 - růst štěpné mikrotrhliny přes první silnou bariéru (hranice zrna, paketu apod.) pod účinkem tahového napětí.

### 3.4.2 Vliv faktorů na křehký lom

#### Vnější faktory

V praxi se setkáváme s tím, že ke štěpnému porušení a tedy ke křehkým lomům ocelí dochází za provozních podmínek jako je pokles teploty součásti, růst rychlosti zatěžování, vliv napjatosti.

#### Vnitřní (strukturní) faktory

Na strukturu materiálu má vliv chemické složení, tepelné zpracování, výrobní technologie. Za strukturu, která nejlépe odolává křehkému lomu, se považuje popuštěný martenzit. Pozitivní vliv na odolnost kovové součásti proti křehkému lomu mají tyto pochody: zjemnění struktury tepelně mechanickým zpracováním, vytváření strukturních bariér proti

šíření štěpné trhliny (otupení trhliny plastickou deformací, fázovou transformací), zvýšení jemnosti a homogenity primárních struktur oceli, čistota oceli.

Při hodnocení vlivu vnitřních faktorů na křehkolomové chování ocelí se zpravidla používá nárazová práce měřená zkouškou rázem v ohybu na rázovém kladivu.

### 3.5 Fraktografie

Metoda zabývající se hodnocením lomových ploch materiálů zapříčiněných působením vnějších sil.

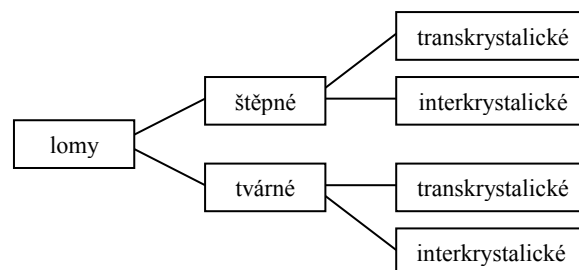
Fraktografie se zabývá souvislostmi mezi vzhledem lomu a vlastnostmi materiálů, slouží jako prostředek k poznání vlastností materiálů. Cílem fraktografie je přesně pospat morfologii a mechanismus porušování a iniciaci lomu. Je podobně jako metalografie do jisté míry subjektivní metoda [17].

Hodnocení lomových ploch se dělí do dvou linií, a to makrografie a mikrografie.

Makrografické hodnocení lomových ploch se zabývá prohlídkou lomové plochy, a hodnocením vzhledu vzorku do třicetinasobného zvětšení. Využívá pozorovacích metod jako je stereolupa, stereomikroskop, nebo pouze pozorování vzorku lidským okem. Předmětem makrografie je hodnocení rozsahu plastické deformace, průběhu lomové plochy a členitosti jejího povrchu, existence vad, orientace lomu, místa iniciace, způsobu namáhání a „lesku“ lomové plochy.

Mikrografické hodnocení lomových ploch hodnotí jednotlivé mechanismy lomu, sleduje místa iniciace lomu, přítomnost nežádoucích fází a jejich vliv na mechanismus lomu. Mikrografie obecně pracuje se zvětšením více než třicetinasobným, využívá pozorovací metody jako je SEM a TEM (extrakční repliky). Mikrografie dále využívá mikroanalýzu EDS a v menší míře také VDS.

Porušování materiálu můžeme popisovat podle dvou hledisek a to podle fyzikálního a energetického hlediska. Podle fyzikálního hlediska se porušování dělí na lomy tvárné, štěpné, únavové, koroze pod napětím a creepové. Podle energetického hlediska porušování dělíme lomy na stabilní (houževnaté), v průběhu něhož musíme dodávat energii pro šíření lomu a nestabilní (křehké), v jehož průběhu energii dodávat nemusíme, přičemž lom se šíří sám na úkor energie akumulované v tělese. Lomové plochy můžeme popsat podle mechanismu porušování, při jejichž klasifikaci se používá schématu na Obr. 14.



Obr. 14: Klasifikace lomů podle mechanismu porušení [17].

Při transkrystalickém mechanismu porušení se uplatňuje objem zrn, kdežto při interkrystalickém mechanismu je porušení lokalizované na hranice zrn.

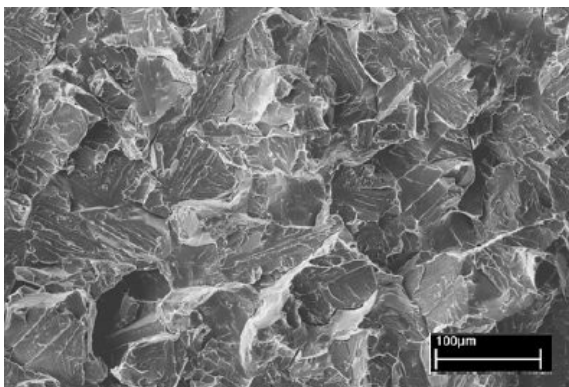
### Tvárný lom

Tvárný lom je definován jako postupná ztráta vazeb mezi atomy od účinkem smykových napětí. Dělíme jej na tři stádia a to na nukleaci dutiny, růst dutiny a na propojení dutin. Typickým projevem tvárného lomu jsou dutiny nebo důlky na lomové ploše. Při hodnocení lomové plochy se pak hodnotí jejich velikost, hloubka a rozsah. Na lomovém tělese i na lomové ploše je také patrná plastická deformace přecházející lomu. Platí, že čím větší plastické přetvoření lomového tělesa nebo lomové plochy, tím více energie lom spotřeboval.

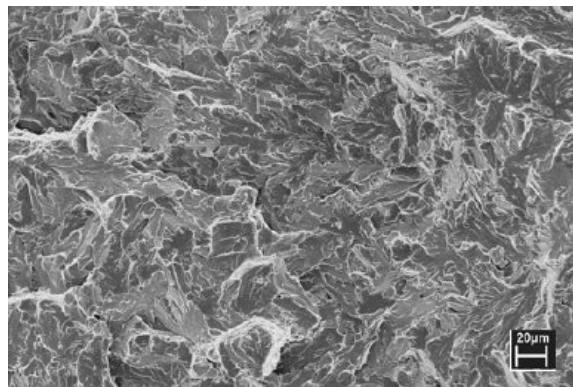
### Štěpný lom

Štěpný lom je definován stejně jako tvárný lom, ale působící napětí je tahové. Dělíme jej taktéž na tři stádia a to na nukleaci mikrotrhliny, růst mikrotrhliny přes strukturní jednotku (zrno, paket martenzitu), propojování mikrotrhlin.

Typickým projevem štěpného lomu jsou fazety. Štěpná fazeta je rovinná a odráží světlo. Na lomové ploše se také mohou objevit říčky (Obr. 15) jako interakce štěpné roviny se šroubovými dislokacemi). Podobně jako říčky i ševrony se šíří z jednoho místa a lze podle nich vyhledat místo iniciace lomu. Při hodnocení lomové plochy štěpného lomu se hodnotí fazety, jejich velikost, rozsah a orientace, dále pak „lesk“ lomové plochy.



Obr. 15: Typický vzhled lomové plochy s transkrystalickým štěpným porušením [8].



Obr. 16: Typický vzhled lomové plochy porušené kvazištěpením [8].

### Smíšený lom

Smíšený lom představuje přechod mezi tvárným a štěpným porušením. Obvykle se těleso poruší komplexním účinkem obou mechanismů. Vzhled lomové plochy je takový, že se v jejím středu nachází oblast se štěpným porušením, kterou ostře ohraničuje a obklopuje oblast s tvárným porušením, která na okrajích vzorků může přecházet ve smykové okraje. Smíšený lom se v praxi vyskytuje nejčastěji.

### Kvazištěpení

Transkrystalické štěpení doprovázené tvárným porušením s přibližně rovnocenným uplatněním obou lomových mikromechanismů je nazýváno jako kvazištěpení. Tohoto termínu je užíváno zejména při popisu lomů vysoce pevných ocelí s martenzitickou strukturou. V takovéto struktuře se šíří štěpná trhlinka mechanismem opakované iniciace doprovázenou velkou plastickou deformací, která vede k tvárnému porušení na hranicích jednotlivých desek nebo latěk martenzitu (Obr. 16). Jedná se v podstatě o tvárný lom se štěpnou iniciací.



## 4 Experimentální část

### 4.1 Experimentální materiál

Ocel Eurofer'97 byla dodána ve formě dvou plechů a to plechu o tloušťce 14 mm (tavba č. 993393) a plechu o tloušťce 25 mm (tavba č. 993402). Materiál byl dodaný FZK Karlsruhe, Spolková republika Německo. Plechy v dodaném (výchozím) stavu byly vyrobeny válcováním za tepla. Poté byly tepelně zpracovány procesem austenitizace za podmínek 980°C/21,6 min/vzduch a následně žiháním za podmínek 760°C/90 min/vzduch.

Plech tloušťky 25 mm byl podroben dlouhodobému tepelnému žihání bez zatížení za podmínek 550°C/5.000 hod/ vzduch z důvodu simulace dlouhodobé provozní teplotní zátěže. Vzorek oceli byl zavařen v žáruvzdorné krabici obsahující titanové třísky z důvodu pohlcení kyslíku.

### 4.2 Metodická část experimentální práce

Mikrostruktura a mechanické vlastnosti byly u 25 mm plechu zkoumány v dodaném stavu (dále jako AR - as received) a ve stavu po dlouhodobém žihání (dále jako DB - dlouhodobě žihány). Plech tloušťky 14 mm byl zkoumán pouze v dodaném stavu (AR).

#### 4.2.1 Chemické složení

Chemické složení slitiny bylo ověřeno emisní spektrální analýzou na přístroji Spectrumat GDS 750 (Leco, USA). Byly analyzovány plechy obou tloušťek jednak proto, že se jednalo o plechy z dvou různých taveb, a také proto, aby bylo ověřeno chemické složení oceli stanovené výrobcem.

#### 4.2.2 Hodnocení mikrostruktury

##### Příprava vzorků

Z obou typů experimentálního materiálu (14mm a 25mm plech) byly standardními postupy připraveny metalografické výbrusy. Mikrostruktura takto připravených vzorky byla pro účely světelné mikroskopie a rastrovací elektronové mikroskopie zviditelněna leštěním slabě leptající koloidní suspenzí SiO<sub>2</sub> (OP-S, Struers, Holandsko) a následně chemicky naleptány pomocí činidla Nital a Villela-Bain.

Vzorky pro TEM, extrakční repliky a fólie, byly vyrobeny z 25 mm plechu v dodaném a vyžihaném stavu. Jednostupňové extrakční repliky byly připraveny pro ohodnocení hrubnutí karbidů, které je možné po dlouhodobém žihání očekávat, a také pro porovnání chemického složení obou stavů. Pro přípravu replik byly nejprve připraveny standardní metalografické výbrusy (broušením a leštěním), a poté byly takto připravené plochy silně vyleptány leptadlem (HF : HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O, 7 : 3 : 30) a nauhličeny. Přepleptáním se docílí uvolnění minoritních částic z povrchové vrstvy výbrusu, které se následně zachytí v nauhličené vrstvě. Sejmutím nauhličené vrstvy jsou pak částice extrahovány z povrchu výbrusu. Příprava fólií se sestávala z vyřezání plátků materiálu o tloušťce 1mm, které byly oboustranně obroušeny na tloušťku asi 70 μm a poté bylo z takto obroušených plátků vyraženy kotoučky o průměru

3 mm. Pomocí přístroje Tenu Pol (Struers, Holandsko) byl v kotoučcích proleptán otvor, jehož okraje byly dostatečně tenké a vhodné pro pozorování pomocí TEM.

Hodnocení mikrostruktury ocelí bylo provedeno na světelném mikroskopu G30 (Olympus, Japonsko) vybaveném 5 Mpix kamerou Color View IIIu (Olympus, Japonsko), rastrovacím elektronovým mikroskopu JSM 6460 (Jeol, Japonsko) a transmisním elektronovým mikroskopu CM12 (Philips, Holandsko).

Na vzorcích připravených z 14 mm a z 25 mm plechu v dodaném stavu byla zjišťována velikost zrna podle ASME E112, a to lineární metodou měření velikosti zrna. Z každého vzorku bylo pořízeno 10 snímků z náhodně vybraných oblastí při zvětšení 500×. Takto pořízené snímky byly vytištěny a bylo na nich provedeno měření velikosti zrna. Konečné výsledky byly statisticky zpracovány a uvedeny v příslušné tabulce.

### Obrazová analýza

Pro zachycení plošného podílu oblastí s rozdílnou leptací schopností bylo na vzorku z 14 mm a z 25 mm plechu v dodaném stavu pořízeno 10 snímků z náhodně vybraných oblastí vzorku při zvětšení 200×. Snímky byly dále zpracovány obrazovou analýzou (OA).

Hrubnutí precipitátů bylo hodnoceno v rámci jediné repliky na 10 snímcích od každého stavu. Vzhledem k obtížnosti a rozsáhlosti identifikace částic byly všechny částice hodnoceny dohromady nehlédě na jejich chemické složení. V daném případě se jedná o používanou metodiku (viz 3.3.5). Snímky pořízené v TEM byly vytištěny a jednotlivé částice byly obkreslovány na fóliích, které byly následně oskenovány. Takto získané snímky byly vyhodnoceny OA. Velikost precipitátu byla charakterizována jako průměr kruhu ( $D_{ekv}$ ) mající stejný obsah jako precipitát.

Na fóliích byla pozorována mikrostruktura obou stavů materiálu. Velikosti subzrn a látek martenzitu byly hodnoceny OA. Použitá metodika byla stejná jako pro hrubnutí precipitátů. Měření jak subzrn, tak i látek martenzitu bylo hodnoceno na 7 snímcích z každého stavu. Velikost subzrna byla charakterizována jako ekvivalentní průměr kruhu ( $D_{ekv}$ ). Látky martenzitu byly charakterizovány podle své šířky, tedy nejmenšímu rozměru kolmém na podélnou osu látky ( $D_{min}$ ).

Snímky byly zpracovávány OA pomocí programu analySIS (Olympus, Japonsko), DiPS (Sofa, ČR). Konečné výsledky v příslušných tabulkách jsou statistickým zpracováním výsledků z jednotlivých polí.

### Mikroanalýza v TEM

Pro zjištění chemického složení částic zachycených replikou byly tyto částice analyzovány mikroanalýzou EDS v TEM. U každé částice, která byl takto analyzována, byla také následně změřena její velikost. Měření velikosti částic se provádělo ručně milimetrovým měřítkem na snímcích pořízených z analyzované oblasti zrna. Takto určená velikost částic pak byla přepočítána podle měřítka daných snímků na ekvivalentní průměr ( $D_{ekv}$ ). Tímto způsobem bylo analyzováno asi 40 částic v rámci jednoho zrna z každého stavu, tedy dohromady kolem osmdesáti částic. Konečné výsledky v příslušné tabulce jsou statistickým zpracováním výsledků z jednotlivých polí.

### 4.2.3 Mechanické vlastnosti

#### Měření tvrdosti

Dalším krokem pro porovnání vlastností materiálu byla zkouška tvrdosti dle Vickerse v souladu s ČSN EN ISO 6507. Tvrdost byla měřena na výbrusech připravených standardními metalografickými postupy. Pro měření tvrdosti HV2 byl použit instrumentovaný tvrdoměr sestávající ze zkušebního stroje Z 2,5 osazeného tvrdoměrnou hlavou ZHU 0,2 (Zwick/Roell, SRN). Výsledky měření byly zpracovány pomocí programu TestXpert (Zwick/Roell, SRN).

Postup měření tvrdosti byl navrhnut tak, aby byla charakterizována homogenost struktury plechů. U každého plechu byly provedeny čtyři řady po pěti vtiscích. Vzdálenost jednotlivých vtisků od sebe odpovídala příslušné normě.

#### Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena dle normy ČSN EN 10002-1. Zkoušky se prováděly na zkušebním stroji Z050 (Zwick/Roell, SRN) do přetržení zkušební tyče. Pro zkoušku tahem byly použity poměrné válcové zkušební tyče se závitovou hlavou s počátečním průměrem měrné délky  $D_0$  4 mm a měřenou délkou  $L_0$  20 mm. Délka  $L_0$  byla na vzorku označena ryskou tak, aby netvořila vrub, který by mohl vést k předčasnému lomu. Pro stanovení počátečního příčného průřezu  $S_0$  byl použit počáteční průměr  $D_0$ . Zkušební tyč byla upnuta do čelistí trhacího stroje tak, aby osa zkušební tyče byla totožná s osou upínacích čelistí. Zatěžování bylo prováděno rychlostí 2 mm/min. Zkoušky byly prováděny při pokojové teplotě. Z diagramu zkoušky byly vyhodnoceny charakteristiky:

- mez kluzu v tahu –  $R_e$ ,
- mez pevnosti v tahu –  $R_m$ ,
- tažnost –  $A$ ,
- kontrakce –  $Z$ .

#### Zkouška rázem v ohybu

Zkoušky rázem v ohybu byly provedeny v souladu s normou ČSN EN 10045 – 1, která určuje postup při měření nárazové práce KV za okolní teploty a s normou ČSN EN ISO 14556, která určuje postup při měření nárazové práce za použití instrumentovaného kladiva. Měření nárazové práce při záporných teplotách bylo provedeno v souladu s normou ISO 148. Pro zkoušku byla použita standardní zkušební tělesa Charpy s V-vrubem. Pro zkoušky bylo použito instrumentované rázové kladivo PSWO 3 (WEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig, SRN) o kapacitě 300 J a v průběhu zkoušky byla současně s měřením KV snímána závislost síla  $F$  – přemístění (průhyb) v průběhu rázu zkušební tělesa. Zkoušky byly prováděny v teplotním intervalu  $-110^\circ\text{C}$  až  $-20^\circ\text{C}$ . Ochlazování zkušebních těles bylo prováděno v lihové lázni, která byla ochlazována kapalným dusíkem. Po dosažení požadované teploty bylo nutno opět zkušební těleso temperovat na dané teplotě po dobu 15 minut. Přeražení vzorku proběhlo do 5 s po vytažení tělesa z temperovací lázně. Zkouškou a následně z diagramu zkoušky byly vyhodnoceny charakteristiky:

- nárazová práce – KV,
- síla na mezi kluzu na křivce síla-přemístění –  $F_{gy}$ ,
- maximální zatížení na křivce síla-přemístění –  $F_m$ ,
- teplota při které dochází k lomu v okamžiku zplastizování průřezu pod vrubem –  $t_{gy}$ .

#### 4.2.4 Fraktografická analýza lomových ploch

Byly hodnoceny lomové plochy všech přeražených vzorků, tedy vzorky z 14 mm plechu a vzorky z 25 mm v obou stavech. Lomové plochy byly dokumentovány a studovány pomocí světelného mikroskopu G30 (Olympus, Japonsko) vybaveném 5 Mpix kamerou Color View 3u (Olympus, Japonsko) a pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu JSM 6460 (Jeol, Japonsko). Faktografická analýza lomových ploch byla provedena na úrovni makrografie i mikrografie.

Na úrovni makrografie byl hodnocen celkový vzhled lomové plochy. U každého vzorku byl také hodnocen podíl štěpného lomu. Snímky zachycující celou lomovou plochu zkušební vzorku byly vždy pořízeny z obou částí lomové plochy vzorku. Z těchto snímků pak byla v softwaru Atlas (Tescan, ČR) změřena plocha štěpného lomu a celková plocha lomu. Podíl štěpného lomu (ŠL) byl stanoven jako poměr plochy se štěpným lomem a celkové plochy lomu. Nakonec byly poměry z obou lomových ploch vzorku zprůměrnovány. Podíl tvárného lomu (TL) byl pak dopočítán do sta procent, tedy:

$$\% TL = (1 - \% ŠL) * 100. \quad (2)$$

Na úrovni mikrografie byly studovány lomové plochy všech vzorků prostřednictvím SEM. U každého vzorku byl zjišťován mechanismus lomu a pokud to bylo možné, bylo identifikováno místo iniciace.

### 4.3 Výsledky experimentů

#### 4.3.1 Chemické složení

Chemické složení 14 a 25 mm plechu dokumentuje Tab. 6, která představuje průměrné výsledky z 3 měření emisní spektrální analýzou.

Tabulka 6: Chemické složení studovaných ocelí.

Tloušťka [mm]			14	25
Prvek/[hm.%]	směrné		nominální	
	min	max		
C	0,09	0,12	0,11	0,11
Si		≤0,05	0,03	0,03
Mn	0,2	0,6	0,55	0,56
P		≤0,005	0,001	0,002
S		≤0,005	0,001	0,001
Ni		≤0,01	0,03	0,02
Cr	8,5	9,5	8,7	8,8
Mo		≤0,005	0,01	0,01
V	0,15	0,25	0,23	0,23
Ta	0,1	0,14		
W	1	1,2	1,07	1,09
Ti		≤0,02	0	0
Cu		≤0,01	0	0,01
Nb		≤0,005	0,01	0,01
Al		≤0,01	0,017	0,018
N	0,015	0,045		
B		≤0,002	0,001	0,001
Co		≤0,01	0	0,01
O		≤0,01		
As+Sn+Sb+Zr		≤0,05	0,02	0,04

#### 4.3.2 Mikrostruktura v původním stavu (AR)

Po uvedeném tepelném zpracování (viz 4.1) byla mikrostruktura obou studovaných ocelí plně martenzitická bez stop  $\delta$  - feritu. Žádné významné inkluze nebo strukturní defekty nebyly pozorovány. Vzhled struktury přibližují Obr. 25 a 26 v příloze. Struktura oceli byla také velmi homogenní a jemnozrná, přesto se v mikrostruktuře obou plechů vyskytovaly rozpadové oblasti, které byly naleptány jinak než okolní matrice (Obr. 27). Výsledky hodnocení plošného podílu těchto oblastí a stanovené velikosti původního austenitického zrna pro oba plechy jsou uvedeny v Tab. 7.

Tabulka 7: Stanovené velikosti původního austenitického zrna studovaných ocelí.

tl.plechu [mm] / veličina	$\bar{l}$ [ $\mu\text{m}$ ]	G dle ASME	Rozpadové oblasti [%]
14	7,94 ± 0,68	10,68 ± 0,25	12,97 ± 6,85
25	8,83 ± 1,62	10,75 ± 0,41	30,63 ± 21,7

Při pozorování struktury na fóliích v TEM bylo potvrzeno, že morfologie mikrostruktury byla tvořena latkami popuštěného martenzitu (Obr. 29), tvořící strukturálně vyšší útvary – subzrna (pakety latek martenzitu). Hodnocení velikosti subzrn a latek martenzitu ze snímků fólií dokumentuje Tab. 8.

Tabulka 8: Hodnocení velikosti subzrn, latek martenzitu a precipitátů v dodaném stavu a po žihání.

Vzorek	Subzrno	Latky	Precipitáty	
	$D_{\text{ekv}}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$D_{\text{min}}$ [nm]	$D_{\text{ekv}}$ [nm]	$\langle D_{\text{min}}; D_{\text{max}} \rangle$
AR	$0,96 \pm 0,26$	$104 \pm 43$	$52,32 \pm 49,28$	$\langle 9; 345 \rangle$
DB	$1,31 \pm 0,27$	$112 \pm 45$	$55,56 \pm 52,23$	$\langle 2; 411 \rangle$

Pozorování struktury v SEM a TEM také ukázalo, že v mikrostruktuře byly přítomny částice precipitátů podél hranic zrn a podél rozhraní latek martenzitu (Obr. 26, 29). Precipitace částic se v menší míře uskutečnila také uvnitř martenzitických latek (Obr. 28, 31). EDS analýzou bylo zjištěno, že se v převážné míře jednalo o chromem bohaté precipitáty a tantalem nebo vanadem bohaté precipitáty.

Typ precipitátů bohatých na chrom byl podle výsledků elektronové difrakce identifikován jako karbid typu  $M_{23}C_6$ . Průměrné chemické složení kovového podílu v tomto karbidu je uvedeno v Tab. 9. Tato tabulka reprezentuje výsledky analýz precipitátů z extrakčních replik v původním a žihaném stavu v rámci jednoho zrna. Analyzované precipitáty byly charakterizovány jednak chemickým složením a také velikostí. Celkem bylo takto analyzováno kolem osmdesáti částic. Karbidy  $M_{23}C_6$  se vyskytovaly převážně podél hranic zrn a subzrn a byly co do počtu a objemového podílu hlavními precipitáty v mikrostruktuře studovaných ocelí. Karbidy  $M_{23}C_6$  vyloučené na hranicích zrn nebo uvnitř matrice byly polygonálního tvaru, kdežto karbidy vyloučené na hranicích subzrn nebo latek martenzitu měly spíše jehlicový tvar. Velikostně se chromem bohaté karbidy pohybovaly v rozmezí 6 až 220 nm (Tab. 9).

Uvnitř latek martenzitu a v menší míře také na hranicích subzrn byly pozorovány tantalem a vanadem bohaté precipitáty. Tantalem bohaté částice jsou mnohem početnější než vanadem bohaté částice, přičemž oba typy částic měly většinou kulový tvar. Průměrné chemické složení kovového podílu v těchto precipitátech je uveden taktéž v Tab. 9. Přesněji se jedná o precipitáty s převládajícím obsahem tantalu a precipitáty bohaté na tantal a vanad. Tantalem a vanadem bohaté precipitáty dosahovaly velikosti 8 až 75 nm (Tab. 9). Objemový podíl těchto precipitátů byl menší než objemový podíl precipitátů bohatých na chrom.

Obsah Ta a zároveň W je při analýze EDS analýzy těžko odhalitelný, protože se spektra obou prvků jemně překrývají. V Tab. 9 je proto u precipitátů typu MX obsah W nulový.

### 4.3.3 Mikrostruktura po dlouhodobém žihání (DB)

Pozorování vzorků po dlouhodobém žihání pomocí světelné mikroskopie a SEM neprokázalo žádné změny mikrostruktury oproti dodanému stavu. Mikrostruktura oceli byla opět plně martenzitická bez stop  $\delta$ -feritu. Průměrná velikost austenitického zrna nebyla hodnocena.

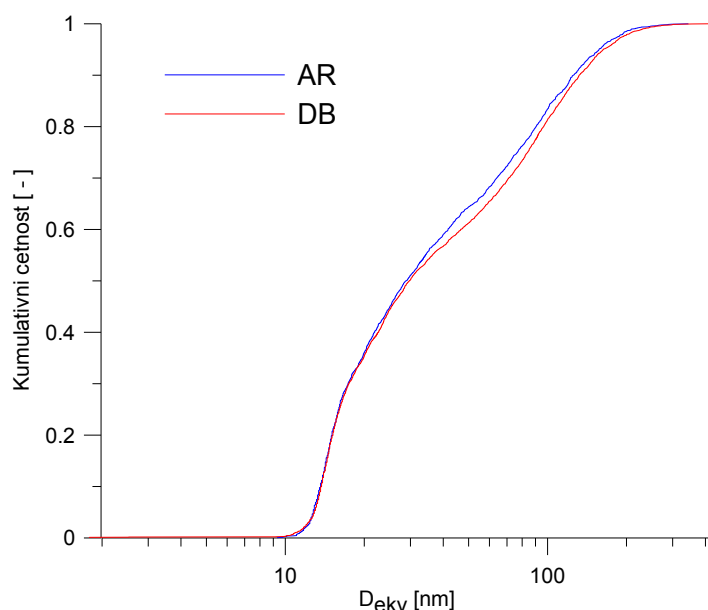
Důkazy o očekávaných mikrostrukturních změnách přineslo až pozorování fólií v TEM. Morfologie struktury bylo tvořena mírně rekrystalizovanými subzrny, také hranice martenzitických latěk uvnitř subzrn částečně rekrystalizovaly (Obr. 30). Dále byl pozorován zřetelný pokles hustoty dislokací v rámci jednotlivých subzrn. Hodnocení velikosti subzrn a latěk martenzitu po dlouhodobém žíhání dokumentuje Tab. 8.

Tabulka 9: Průměrné chemické složení kovového podílu a velikost precipitátů v původním a vyžíhaném stavu.

Částice	$M_{23}C_6$		TaX		(Ta,V)X	
	původní	po žíhání	původní	po žíhání	původní	po žíhání
Prvek	[at.%]					
Cr	61,16 ± 1,45	66,23 ± 3,28	6,75 ± 4,08	6,23 ± 2,60	15,05 ± 5,69	11,67 ± 5,61
Fe	26,18 ± 1,43	20,37 ± 2,44	2,69 ± 1,35	4,48 ± 2,06	5,29 ± 3,58	2,85 ± 1,55
Ta	2,78 ± 1,78	3,15 ± 3,32	81,45 ± 4,39	80,06 ± 8,86	50,37 ± 5,26	51,69 ± 8,54
W	8,42 ± 0,73	8,63 ± 1,26	0	0	0	0
V	1,46 ± 1,17	1,62 ± 1,31	9,11 ± 3,82	9,23 ± 8,95	29,29 ± 9,87	33,79 ± 8,81
Rozměr	[nm]					
$D_{min}$	6	6	8	3	11	4
$D_{max}$	221	298	65	13	73	11

Morfologie obou typů precipitátů,  $M_{23}C_6$  a MX byla stejná jako v původním stavu. Žádná významná dodatečná precipitace karbidů obou typů během tepelné expozice nebyla pozorována.

Pro porovnání velikosti karbidických částic v původním stavu a stavu po žíhání byly precipitáty extrahovány z matrice pomocí uhlíkových replik a hodnoceny pomocí OA. Konečný výsledek této analýzy je uveden Tab. 8 a na Obr. 17.



Obr. 17: Graf distribuce ekvivalentního průměru precipitátů v dodaném (AR) a vyžíhaném stavu (DB).

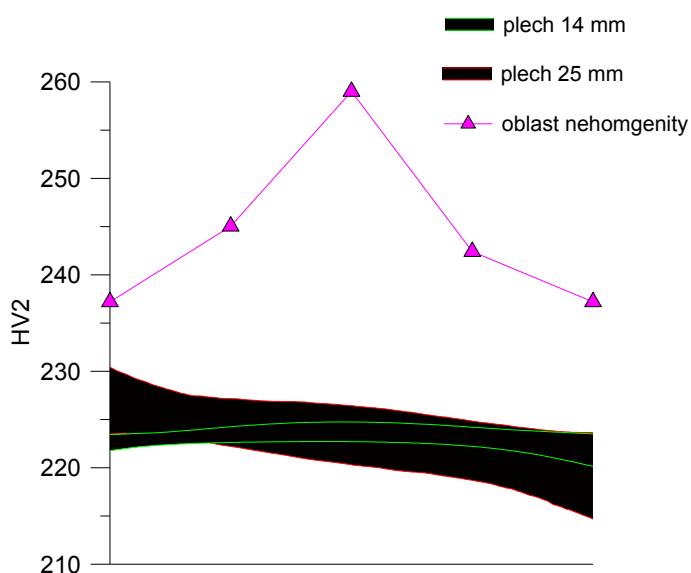
### 4.3.4 Mechanické vlastnosti

#### Měření tvrdosti

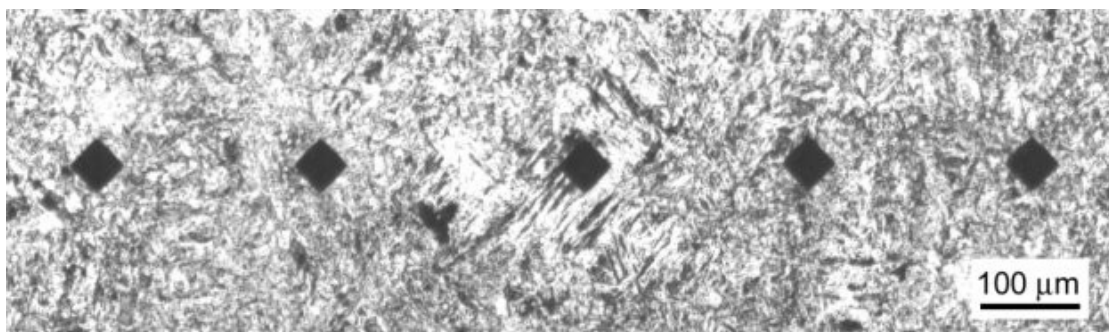
Průměrné hodnoty tvrdosti se pro oba plechy pohybovaly kolem hodnoty 222 HV2. Při bližším srovnání se však ukazuje, že plech tloušťky 25 mm vykazoval zřetelně větší rozptyl hodnot tvrdosti (Obr. 18 a Tab. 10).

Tabulka 10: Výsledky měření tvrdosti pro 14 mm a 25 mm plech.

Plech	14 mm	25 mm		Rozpadové oblasti	
		AR	DB	AR	DB
HV2	$222,95 \pm 1,55$	$223,15 \pm 3,85$	$219,59 \pm 0,75$	$235,93 \pm 10,38$	$223,00 \pm 1,04$



Obr. 18: Konfidenční intervaly 95% hodnot tvrdosti pro 14 a 25 mm plech AR, a hodnoty tvrdosti měřené přes oblast nehomogenity.



Obr. 19: Fotografie zachycující řadu vpichů přes oblast nehomogenity (třetí vpich), hodnoty viz graf na Obr.18.



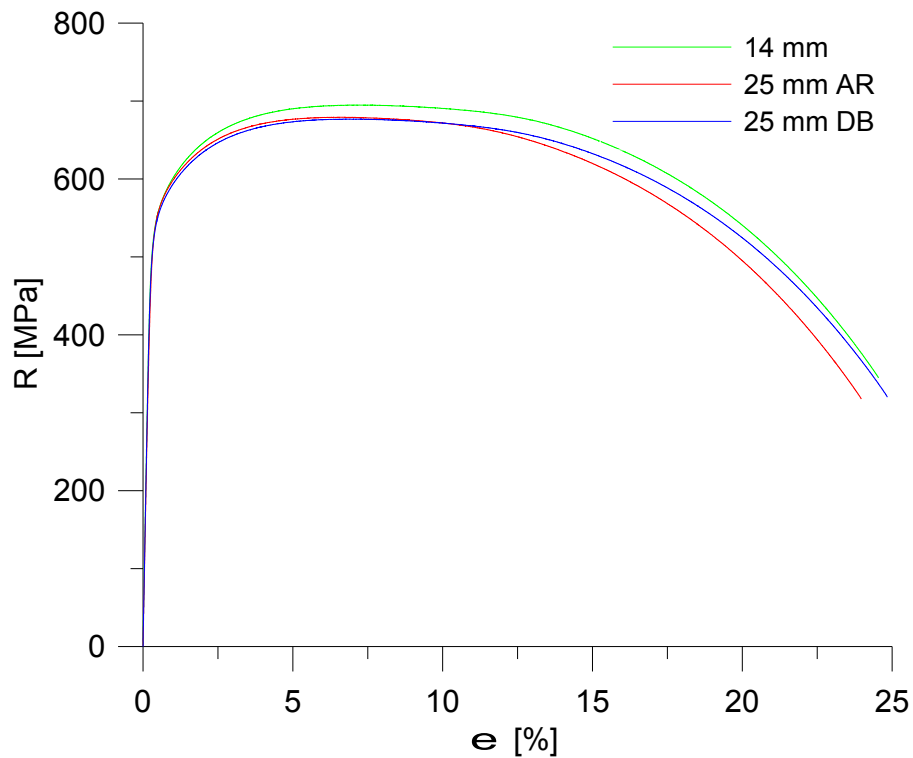
V mikrostruktuře obou plechů se vyskytovaly rozpadové oblasti, které byly naleptány jinak než okolní matrice. Popsaný rozdílný účinek leptadla by mohl být způsoben odlišným chemickým složením nebo jinou strukturní složkou. Přes pět takových oblastí byla u 25 mm plechu v dodaném a vyžíhaném stavu měřena tvrdost a to jako linie vpichů jdoucí přes oblast. Měření tvrdosti na jedné takové oblasti u 25 mm plechu v dodaném stavu reprezentuje Obr. 19. Tyto oblasti byly u 14 mm a 25 mm plechu v dodaném stavu hodnoceny obrazovou analýzou, jejíž výsledky ukazuje Tab. 6.

### Statická zkouška tahem

Výsledky získané při zkouškách tahem pro 14 mm a 25 mm plech v dodaném stavu a pro 25 mm plech ve vyžíhaném stavu reprezentuje Obr. 20 a Tab. 11.

Tabulka 11: Výsledky tahových zkoušek.

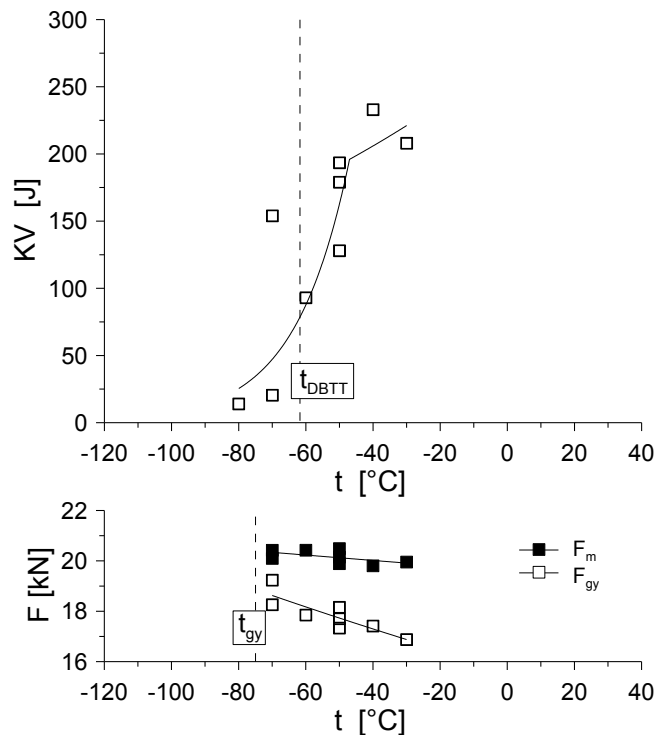
Vzorek	Re [Mpa]	Rm [Mpa]	Rf [Mpa]	A [%]	Z [%]
14 mm	550,41	692,98	343,48	25,08	9,44
25 mm AR	554,91	678,03	316,52	24,38	8,91
25 mm DB	539,12	676,83	319,97	25,01	9,37



Obr. 20: Statické tahové křivky studovaných materiálů.

### Zkoušky rázem v ohybu

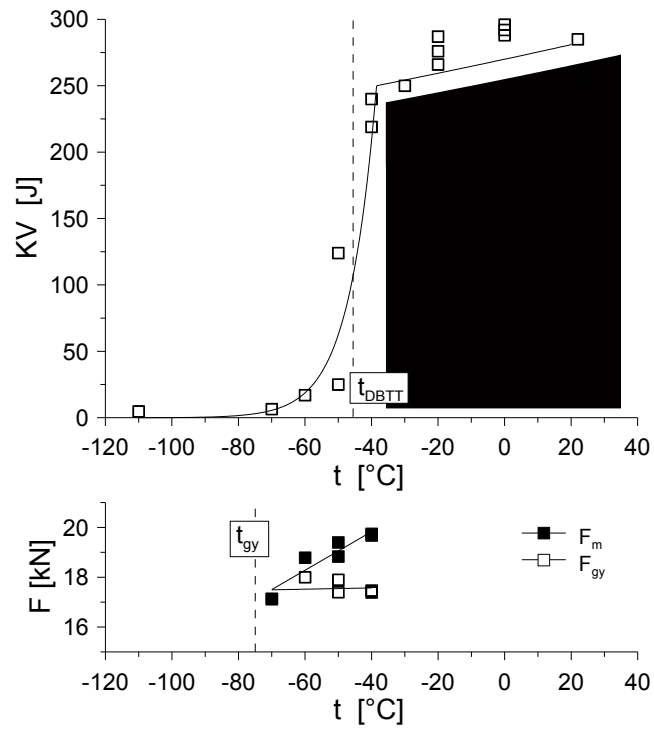
Na Obr. 21 je uvedena teplotní závislost nárazové práce 14 mm plechu. Z teplotních závislostí  $F_m$  a  $F_{gy}$  lze určit, že se  $t_{gy}$  zkoumané oceli pohybuje kolem  $-75^\circ\text{C}$ . Pro 14 mm plech byla  $t_{DBTT}$  stanovena na  $-60^\circ\text{C}$ , USE nabývala hodnot kolem 200 J.



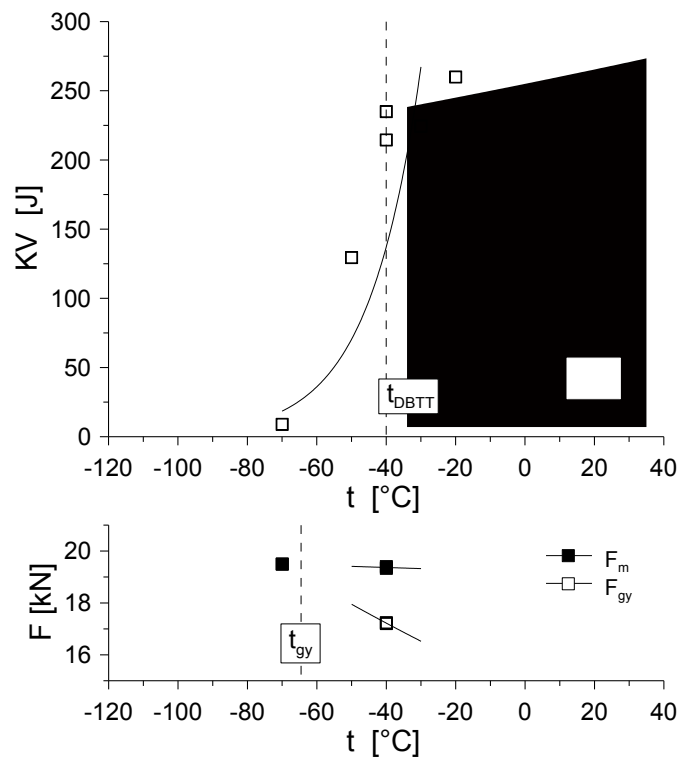
Obr. 21: Teplotní závislost KV,  $F_m$  a  $F_{gy}$ ; plech 14 mm AR.

Na Obr. 22 je uvedena teplotní závislost nárazové práce 25 mm plechu. Z teplotních závislostí  $F_m$  a  $F_{gy}$  lze určit, že se  $t_{gy}$  zkoumané oceli pohybuje kolem  $-75^\circ\text{C}$ , tj. obdobně jako v případě oceli tl. 14 mm. Hodnota  $t_{DBTT}$  byla stanovena na  $-45^\circ\text{C}$ , USE nabývala hodnot kolem 250 J.

Na Obr. 23 je uvedena teplotní závislost nárazové práce 25 mm plechu po dlouhodobém žíhání. Hodnoty  $t_{DBTT}$  a  $t_{gy}$  dlouhodobě žíhaného materiálu byly  $-40^\circ\text{C}$  a  $-65^\circ\text{C}$ .



Obr. 22: Teplotní závislost KV,  $F_m$  a  $F_{gy}$ ; plech 25 mm AR.



Obr. 23: Teplotní závislost KV,  $F_m$  a  $F_{gy}$ ; plech 25 mm DB.

### 4.3.5 Fraktografická analýza lomových ploch

Mechanismy lomů a vzhled lomových ploch byly pro oba plechy v odpovídajících si oblastech tranzitních křivek stejné. Pro lomové chování byly charakteristické čtyři teplotní intervaly.

Lomové plochy vzorků porušených při nízkých teplotách zkoušení (-110 až -80 °C) v oblasti LSE byly tvořeny štěpným lomem, byly rovinné a bez smykových okrajů. Na lomových plochách byly patrné komplikované říčkové kresby, díky kterým bylo možné dohledat místa iniciace lomů. V místech iniciace lomů byly pozorovány částice precipitátů, Obr. 33. Říčková kresba byla tvořena štěpnými fazetami radiálně orientovanými od místa iniciace. Velikost fazet byla srovnatelná s velikostí zrna (asi 10  $\mu\text{m}$ ) nebo menší. V malé vzdálenosti od místa iniciace některé fazety ojediněle přecházely ve stupně s tvárným dutinovým porušením. Mechanismus lomu byl kvalifikován jako transkrystalický štěpný. U 14 mm plechu v dodaném stavu a 25 mm plechu ve vyžíhaném stavu bylo na lomové ploše pozorováno v blízkosti místa iniciace lomu kaskádové štěpení (Obr. 34).

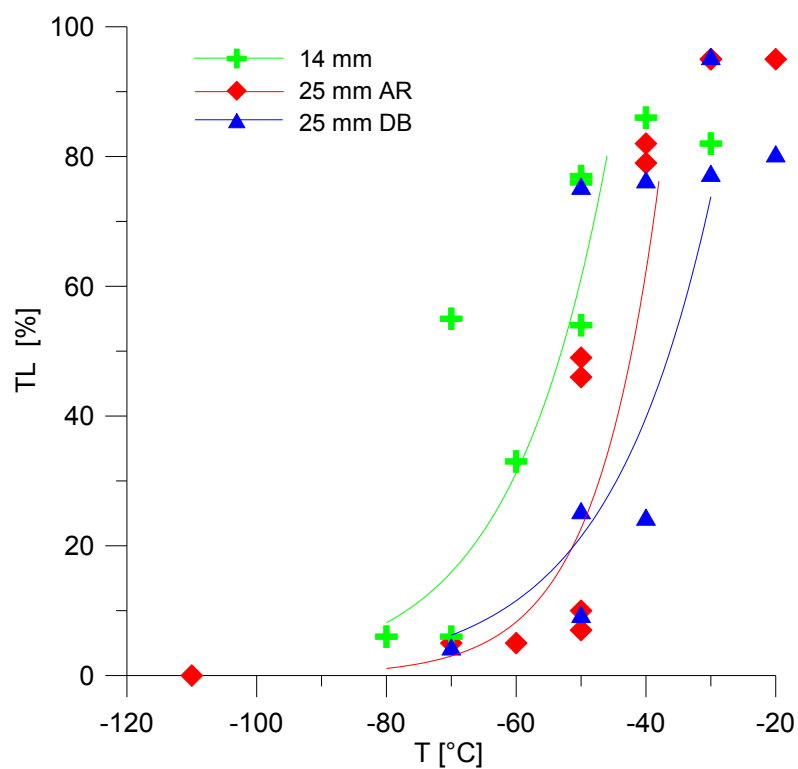
Štěpný lom byl pozorován také při teplotách zkoušení kolem -70°C. Na lomových plochách bylo již patrné tvárné natržení pod vrubem, okraje lomových ploch byly porušeny smykově, což vedlo k úměrnému snížení podílů štěpného lomu. V místech iniciace lomů byly ojediněle pozorovány částice precipitátů. Mikromechanismus lomu zůstal stejný jako při nižších teplotách.

V tranzitní oblasti (-60 až -40°C) byly pozorovány velké rozdíly ve vzhledu lomové plochy a rozptyly podílů tvárního lomu a to i v rámci jedné teploty. Plech tloušťky 14 mm vykazoval menší rozptyl než plech tloušťky 25 mm. Obecně s vyšší teplotou docházelo k zvětšení tvárního natržení pod vrubem, zvětšování smykových okrajů a zvýšení nerovnosti lomové plochy v oblastech s tvárným porušením. Mikromechanismus lomu byl opět transkrystalický štěpný, přičemž na lomové ploše nepatrně přibylo stupňů s tvárným porušením. Rozdíly ve vzhledu lomové plochy souvisí s energií spotřebovanou na iniciaci lomu. Na Obr. 35 až 37 v přílohách jsou uvedeny snímky vzorků, které nejvíce odpovídaly jak teplotou zkoušení, tak i hodnotou nárazové práce teplotě  $t_{DBTT}$ .

V oblasti USE (> -40°C) byly již vzorky výrazně deformované a jejich dolomení muselo být většinou provedeno po ochlazení nedolomeného vzorku v kapalném dusíku. Lomové plochy těchto vzorků byly tvořeny tvárným lomem až na malé podíly štěpného porušení v rámci několika procent. Mikromechanismem lomu bylo kvazištěpení, lomy byly iniciované na štěpných fazetách, které byly ohraničeny tvárnými stupni s výraznou plastickou deformací. Místa iniciace lomů nebylo možné určit, pravděpodobně docházelo k vícečetné nebo opakované iniciaci.

U všech vzorků se na lomových plochách v celém intervalu teplot zkoušení objevovalo místní praskání na hranicích zrn, latek nebo paketů martenzitu (Obr. 36). Okraje prasklin byly u lomů s vyšší energií dodatečně zdeformované. U vzorků z 25 mm plechu ve vyžíhaném nebyly pozorovány žádné mechanismy zkřehnutí (interkrystalické fazety, interkrystalicky vyloučené částice) ani zvýšené praskání na hranicích latek a paketů martenzitu.

U vzorků s podstatným podílem štěpného lomu bylo místo iniciace obvykle 1 mm pod vrubem. U vzorků s malým podílem štěpného lomu bylo místo iniciace těžko odhalitelné. Podíl tvárního lomu jednotlivých vzorků v závislosti na teplotě přibližuje Obr. 24.



Obr. 24: Podíl tvárného lomu jednotlivých vzorků v závislosti na teplotě.

## 5 Diskuze výsledků

### Chemické složení

Podle Tab. 1 se chemické složení oceli až na malé odchylky shoduje s jejím směrným složením. Neshody jsou v případě obsahů Mo, Al a Nb, které dosahují přibližně dvojnásobných a v případě Ni trojnásobných hodnot v porovnání s maximálním směrným složením. Vzhledem k tomu, že tyto prvky netvoří hlavní přísadové prvky oceli a jsou v oceli přítomny ve velmi malém obsahu, můžeme předpokládat, že nemají podstatný vliv na strukturu a vlastnosti oceli. Závažnější je, že tyto prvky jsou ovšem u RAFM ocelí nežádoucí, protože zvyšují indukovanou radioaktivitu a tím znehodnocují jejich výhodnou vlastnost.

Tato odchylka složení, zejména obsah Al, může ovlivnit vlastnosti oceli Eurofer'97. Obsah Al významně ovlivňuje precipitaci sekundární MX fáze v ModCr ocelích. Bylo prokázáno, že v ocelích s vyššími obsahy Al (~0,04 hm.%) a N (~0,02 hm.%) dochází k precipitaci částic AlN, což eliminuje precipitaci jemných částic dusíkem bohatých fází typu MX, případně  $M_2X$  [7].

### Mikrostruktura v původním stavu

Ocel Eurofer'97 vykazuje velmi jemnozrnnou a homogenní popuštěnou martenzitickou mikrostrukturu. Velikost původního austenitického zrna byla pro 25 mm plech nepatrně větší než pro 14 mm plech. V mikrostruktuře obou plechů byly pozorovány rozpadové oblasti s rozdílnou leptací schopností proti okolní matrice. Výsledky OA ukázaly, že u 25 mm plechu je plošný podíl těchto oblastí více než dvojnásobný ve srovnání s 14 mm plechem.

Morfologie struktury byla tvořena latkami popuštěného martenzitu, které tvoří strukturně vyšší útvary – subzrna. Během popouštění ve struktuře oceli vyprecipitovalo velkém množství precipitátů rozmístěných preferenčně podél hranic zrn a podél rozhraní latek martenzitu. Precipitace částic se v menší míře uskutečnila také uvnitř martenzitických latek. Podle literatury činí objemový podíl částic precipitátů 2,5 % [9,10].

Na hranicích zrn a latek martenzitu byly precipitáty převážně tvořeny karbidy typu  $M_{23}C_6$  bohatými na Cr, které jsou současně svou velikostí největšími precipitáty ve struktuře oceli. Oproti těmto precipitátům jsou precipitáty typu MX podstatně menší, bohaté na Ta a V a jsou vyloučené uvnitř martenzitických latek. Krystalovou strukturu tantalem a vanadem bohatých precipitátů nebylo možné pro jejich malou velikost v TEM stanovit. Podle literatury se jedná o precipitáty typu MX strukturního typu TaC v případě tantalem bohatých a VN v případě vanadem bohatých částic. Precipitáty s ekvivalentním obsahem tantalu a vanadu pravděpodobně korespondují se strukturním typem (Ta,V)C [7,8,9,10].

Na původ precipitátů MX se dá usuzovat podle chemického složení (viz 3.3.2). Tantalem bohaté precipitáty odpovídají primárním precipitátům MX nerozpuštěným během austenitzace a v podstatně menší míře vzniklých během popouštění. Precipitáty bohaté na tantal a vanad vznikaly převážně během popouštění. Převážná část tantalu se totiž spotřebovala na tvorbu primárních MX fází při austenitizaci a ten byl při tvorbě sekundárních MX fází nahrazen vanadem. Menší počet sekundárních MX fází pravděpodobně také vznikl během dlouhodobého žíhání [7].

V této práci vměstky nebyly hodnoceny. Podle jiných autorů se ve struktuře oceli vyskytují vměstky bohaté na Ta (0,6-1,4  $\mu\text{m}$ ), vměstky typu (Fe, Mn)S (1-2  $\mu\text{m}$ ) a vměstky spinelového typu na základě Al, Fe, Cr, Ti, V (4  $\mu\text{m}$ ) [9,10].

### Mikrostruktura po tepelné expozici

Pozorování žíhaného materiálu pomocí světelné mikroskopie neprokázalo zřetelné mikrostrukturní změny. Průměrná velikost austenitického zrna byla zjevně stejná jako v původním stavu. Teplota dlouhodobého žíhání byla v porovnání s austenitizační teplotou Euroferu '97 podstatně nižší a proto byl růst austenitického zrna vyloučen.

Na rozdíl od pozorování pomocí světelné mikroskopie se při pozorování vzorků v TEM projeví očekávané mikrostrukturní změny. Nejzřetelnější změnou byla částečná rekrytalizace subzrn a v nich zřetelný pokles hustoty dislokací. Rekrytalizace subzrn se projevila zvětšením jejich střední velikosti o třetinu. U latek martenzitu nebyla rekrytalizace téměř patrná, tloušťka latek byla v případě žíhaného stavu nepatrně větší než v dodaném stavu.

Morfologie obou typů precipitátů,  $M_{23}C_6$  a MX byla stejná jako v původním stavu. Žádná významná dodatečná precipitace karbidů obou typů během tepelné expozice nebyla pozorována. Průměrné chemické složení karbidu  $M_{23}C_6$  se nepatrně změnilo a to ve smyslu zvýšení obsahu chromu a tomuto zvýšení odpovídajícímu poklesu obsahu železa. Chemické složení precipitátů MX bylo ve srovnání s původním stavem v podstatě stejné. Je známo, že tyto částice jsou velmi stabilní jak chemicky, tak i rozměrově. Případný rozdíl v chemickém složení precipitátů v původním a žíhaném stavu byl způsoben malým počtem analyzovaných částic.

Během dlouhodobého žíhání došlo k hrubnutí precipitátů (Obr. 32) a to od středního průměru 32 nm až do maxima jeho hodnot (Obr. 17). Z velikosti precipitátů určených v původním stavu struktury plyne, že došlo k jemnému hrubnutí obou typů precipitátů. Střední velikost precipitátů během expozice vrostla podle Tab. 4 o asi 3,2 nm, což představuje průměrný přírůstek velikosti precipitátů. Za předpokladu, že hlavní objemový podíl precipitátů je tvořen karbidy  $M_{23}C_6$ , je zřejmé, že se výsledek bude ovlivněn převážně změnami této minoritní fáze.

Podle literatury lze hrubnutí částic precipitátů popsat s dobrou přesností podle Oswaldovy rovnice:

$$d_t^3 - d_t^0 = K_d \cdot t, \quad (3)$$

kdy je hrubnutí precipitátů řízeno objemovou difúzí. Podle této rovnice byla z velikosti středního průměru precipitátů v původním stavu a jeho přírůstku během žíhání odhadnuta konstanta hrubnutí precipitátů na  $K_d = 1,57 \times 10^{-30} \text{ m}^3 \cdot \text{sec}^{-1}$ . Vypočítaná hodnota konstanty hrubnutí precipitátů je vzhledem k výši a době teplotní expozice srovnatelná s literaturou [7,13].

Porovnání strukturního stavu před a po žíhání svědčí o velké strukturní stabilitě oceli Eurofer '97 během dané tepelné expozice. Projevené strukturní změny jsou malé a proto se neočekává významnější změna v mechanických vlastnostech.

Vlivem segregace atomů nečistot na hranice původních austenitických zrn by také mohlo dojít ke změně křehkolomových vlastností. Tento vliv nebyl pro obtížnost experimentů zkoumán. Jiní autoři pozorovali obohacení hranic zrn atomy fosforu [11,22]. Vzhledem k jeho velice malému obsahu v oceli a k převládajícímu mechanismu lomu v příslušné oblasti by byl jeho vliv zanedbatelný.

## Mechanické vlastnosti

### Měření tvrdosti

Při plošném měření tvrdosti, jako ukazatele homogenity plechů se prokázalo, že plech tloušťky 25 mm měl větší rozptyl hodnot tvrdosti.

Vzhledem k tomu, že oba plechy mají v podstatě identické chemické složení a mikrostrukturu, můžeme předpokládat, že pozorovaný rozptyl hodnot tvrdosti nemohl být vyvolán minoritními fázemi. Hodnoty tvrdosti měřené na rozpadových oblastech byly větší než hodnoty tvrdosti při jejím plošném měření. Popisované rozpadové oblasti byly hodnoceny OA. Ty oblasti byly stejně četné u plechů obou tloušťek, ale u 25 mm plechu byly podstatně větší. Původ oblastí nehomogenit nebyl blíže studován. Větší nestejnorodost v hodnotách tvrdosti u 25 mm plechu může znehodnocovat mechanické charakteristiky určované na vzorcích z něj vyrobených oproti charakteristikám určených na vzorcích z 14 mm plechu. To se také projevovalo při srovnání hodnot nárazové práce obou plechů a  $t_{DBTT}$ .

Hodnoty plošného měření tvrdosti se po dlouhodobém žihání zrovnoměrnily a jejich rozptyl se snížil. Hodnoty tvrdosti měřené přes rozpadové oblasti se také snížily a přiblížily se hodnotám z plošného měření. Došlo pravděpodobně k mírnému zotavení dislokací uvnitř rekrystalizovaných subzrn a tedy k relaxaci strukturních (vnitřních) pnutí a mírnému poklesu tvrdosti, které je možné vzhledem k aplikovanému žihání za podmínek 550°C/5.000 hod očekávat [5].

### Zkoušky tahem

Plech tl. 14 mm vykazoval lepší tahové vlastnosti než 25 mm plech. Z výsledků tahových zkoušek dále vyplývá, že dlouhodobé žihání nemělo vliv na  $R_e$  nebo  $R_m$ . U plechu tl. 25 mm došlo po žihání k mírnému nárůstu tažnosti, přičemž  $R_e$  a  $R_m$  se nepatrně snížily. Toto chování, stejně jako mírný pokles tvrdosti by mohlo být vysvětleno tím, že během žihání došlo k mírnému zotavení dislokací a tedy nárůstu tažnosti. Nebylo pozorováno žádné zhoršení tahových vlastností po dlouhodobém žihání. Tahové chování oceli Eurofer'97 po dlouhodobém žihání je výsledkem její mikrostrukturní stability, která byla kromě metalografického rozboru potvrzena také měřením tvrdosti.

### Zkoušky rázem v ohybu

Pro plech tl. 14 mm byla  $t_{DBTT}$  a  $t_{gy}$  stanovena na -60°C respektive -75°C. Lomové chování 25 mm plechu bylo odlišné od 14 mm plechu. Přechodová křivka plechu pro 25 mm plech byla posunuta ke kladným teplotám. Posun  $t_{DBTT}$  činil ve srovnání s hodnotami zjištěnými u plechu tl. 14 mm cca 15°C a USE byla vyšší asi o 50 J. Tranzitní křivka teplotní závislosti nárazové práce 25 mm plechu měla v tranzitní oblasti ostřejší přechod než tatáž křivka pro 14 mm plech a také větší rozptyl hodnot nárazové práce. Teplotní závislosti  $F_m$  a  $F_{gy}$  ukázaly, že se teplota  $t_{gy}$  u 25 mm plechu také pohybuje kolem -75°C. Síly  $F_m$  a  $F_{gy}$  u 25 mm plechu dosáhly nižších hodnot než v případě 14 mm plechu. Důvod pro takovéto rozdílné lomové chování plechů a to především v tranzitní oblasti je obtížné stanovit. Oba plechy mají v podstatě stejné chemické složení a stejnou mikrostrukturu, i když 25 mm plech vykazuje nepatrně větší rozptyl velikosti původního austenitického zrna a hodnot tvrdosti. Vysvětlení by mohlo být ve větším podílu oblastí s rozdílnou leptací schopností u 25 mm plechu. Jestliže oblasti vykazují jinou reakci na účinek leptadla než okolní struktura, mají tyto oblasti pravděpodobně také jiné chemické složení nebo strukturu. Tato strukturní nehomogenita ve větší míře zjištěná u 25 mm plechu by mohla mít vliv na jeho lomové chování.



Hodnoty  $t_{DBTT}$  a  $t_{gy}$  pro dlouhodobě žíhaný 25 mm plech byly  $-40^{\circ}\text{C}$  a  $-65^{\circ}\text{C}$  respektive. Dlouhodobé žíhání vzorků 25 mm plechu způsobilo posun  $t_{DBTT}$  a  $t_{gy}$  o asi  $+5^{\circ}\text{C}$  respektive  $+10^{\circ}\text{C}$  oproti hodnotám určeným na 25 mm plechu v dodaném stavu. Tato změna v lomovém chování by mohla být spojena s pozorovaným jemným hrubnutím karbidů. Kvůli velmi nízkému obsahu fosforu v oceli se nebezpečí zkřehnutí hranic původních austenitických zrn jeho segregací zdá být velice malé, zatímco hrubnutí karbidů by mohlo způsobit pozorované zkřehnutí.

### **Fraktografická analýza lomových ploch**

Lomové mechanismy a vzhled lomových ploch byly stejné jak pro 14 a 25 mm plech v dodaném stavu, tak i pro 25 mm plech ve vyžíhaném stavu. V místě iniciace lomů byly pozorovány částice precipitátů nebo pouze štěpné fazety. Z toho lze usuzovat, že mechanismy iniciace lomů byly karbidické nebo dislokační.

U vzorků s podstatným podílem štěpného lomu bylo místo iniciace obvykle 1 mm pod vrubem, u vzorků s malým podílem štěpného lomu bylo místo iniciace těžko odhalitelné. Podíl tvárného lomu na lomových plochách vzorků odpovídá hodnotám nárazové práce na nich naměřených. Tedy s větším rozptylem hodnot nárazové práce v tranzitní oblasti pro 25 mm plech v dodaném a vyžíhaném stavu korespondoval i větší rozptyl podílu tvárného lomu. U vzorků z 25 mm plechu v žíhaném stavu nebyly pozorovány žádné mechanismy zkřehnutí (interkrystalické fazety, interkrystalicky vyloučené částice) ani zvýšené praskání na hranicích zrn, latěk a paketů martenzitu.

## 6 Závěr

Ocel Eurofer'97 byla hodnocena na vzorcích vyrobených z plechů tloušťky 14 a 25 mm. Plech tloušťky 25 mm byl hodnocen v dodaném stavu a ve stavu po dlouhodobém žíhání, zatímco plech tloušťky 14 mm byl hodnocen pouze v dodaném stavu. Z provedených měření a analýz byly stanoveny následující závěry:

- Analýza chemického složení potvrdila, že se jedná o ocel vysoké čistoty. Přesto byl naměřen vyšší obsah prvků, které jsou v předmětné oceli nežádoucí a znehodnocují jejich hlavní přednosti.
- Mikrostruktura oceli je vysoce homogenní a velmi jemnozrná. Během dlouhodobého žíhání nedošlo k takovým mikrostrukturním změnám, které by byly rozeznatelné světelnou mikroskopií. Velikost původního austenitického zrna se nezměnila. Teprve pozorování mikrostruktury transmisní elektronovou mikroskopií prokázalo částečnou rekrytalizaci subzrn a jemné hrubnutí karbidů. Srovnání stavu mikrostruktury v dodaném a dlouhodobě žíhaném stavu svědčí o velké strukturní stabilitě oceli.
- Dlouhodobé žíhání mělo také vliv na změnu mechanických vlastností. Tvrdost materiálu po se po žíhání ještě více zrovnoměnila, tahové vlastnosti zůstaly téměř stejné, kdežto tranzitní teplota přechodu tvárného a štěpného lomu oceli vrostla o + 5°C.
- Posun hodnot nárazové práce k vyšším teplotám byl způsoben tepelným zkřehnutím oceli, které bylo vyvoláno synergickým efektem hrubnutí precipitátů a mírnou rekrytalizací subzrn. Vzhledem k velmi malému obsahu atomů škodlivých příměsí v této oceli a mechanismu lomu, se zdá být vliv segregace na zkřehnutí zanedbatelný v porovnání s hrubnutím precipitátů a rekrytalizací subzrn.
- Plech tloušťky 14 mm vykazoval nepatrně jemnější a homogennější mikrostrukturu. Mechanické vlastnosti určené na vzorcích z 14 mm plechu byly z hlediska pevnostního a křehkolomového chování výhodnější než na vzorcích určených z 25 mm plechu.

## 7 Použité zdroje

- [1] JEZERŠEK, D.: *Unofficial ITER fan club* [online]. 15th June 2006, last revision June 2007 [cit. 2009-05-19]. Dostupné z: <[http://www.iterfan.org/index.php?option=com\\_content&task=view&id=46&Itemid=41](http://www.iterfan.org/index.php?option=com_content&task=view&id=46&Itemid=41)>.
- [2] HADRABA, H.: Vysokoteplotní zkřehnutí oceli Eurofer'97. In *Porušování a design materiálu. Sborník semináře Křehký lom 2007*. Ed. Ivo DLOUHÝ. Brno: ÚFM AV ČR, 2007, 85-96. ISBN 978-80-2540725-7.
- [3] HADRABA, H., DLOUHÝ, I.: Fracture Behaviour of EUROFER'97 Steel After Thermal Ageing; *17th European conference on Fracture*, Brno, 2008, 1389-1396.
- [4] BALUC, N.: Materials for fusion power reactors. *Plasma Phys. Kontrol. Vision*, 48 (2006), B165-B177.
- [5] PLUHAŘ, J. a kol.: *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*, 1. vyd. Bratislava: SNTL/ALFA, 1987. 420 s.
- [6] ABE, F., TORSTEN-ULF KERN, WISWANTHAN, R.: *Creep-resistant steel*, WOODHEAD PUBLISHING LTD, Cambridge 2008, ISBN 978-1-84569-178-3.
- [7] VODÁREK, V.: *Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí*, VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ-TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, OSTRAVA 2003. 158 s., ISBN 80-2484329-1.
- [8] BONADÉ, R. A.: *Constitutive behavior and fracture properties of tempered martensitic steels for nuclear applications: experiment and modeling*. PhD Thesis No 3405, Lausanne: EPFL, 2006.
- [9] FERNÁNDEZ, P. et al: Metallurgical characterization of the reduced activation ferritic/martensitic steel Eurofer'97 on as-received state. *Fusion Engineering and Design*, 58-59 (2001), 787-792.
- [10] FERNÁNDEZ, P. et al: Metallurgical properties of reduced activation martensitic steel Eurofer'97 in the as-received condition and after thermal ageing. *Journal of Nuclear Materials*, 307-311 (2002), 495-499.
- [11] FERNÁNDEZ, P. et al: Grain boundary microchemistry and metallurgical characterization of Eurofer'97 after simulated service conditions. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 (2004), 273-277.
- [12] ORLOVÁ, A. et al: Microstructural development during high temperature creep of 9% Cr steel. *Material Science and Engineering*, A245 (1998), 39-48.
- [13] BURŠÍK, J., MERK, N.: Quantitative microstructural assessment of P91 ferritic steel after long term creep at high temperature. In *Mechanical Behaviour of Materials at High Temperature, Sesimbra 12. - 22. September 1995.*, Ed. BRANCO, C. M. et al, Dordrecht: Kluwer Academic Publisher, 1996, s.299-307, ISBN 0-7923-4113-9.

- [14] POLČÍK, P. et al: On the microstructural development of the tempered martensitic Cr-steel P91 during long-term creep-a comparison of data. *Material Science and Engineering*, A260 (1999), 252-259.
- [15] RIETH, E. et.al: *FZKA 6911 Scientific report*, FORSCHUNGSZENTRUM KALSRUHE GmbH, Karlsruhe 2003, ISSN 0947-8620.
- [16] HOLZMANN, M.; KLESNIL, M.: *Křehký a únavový lom materiálů a konstrukcí*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1972. 199 s.
- [17] MILLS, K.: *ASM Handbook Volume 12 Fractography*, May 1992, ISBN: 0-87170-018-2.
- [18] TAVASSOLI A-A.F et al: Materials design data for reduced activation martensitic steel type EUROFER. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333 (2004), 257-262.
- [19] LAPENĀ, J. et al: Chemical segregation behaviour under thermal aging of the low-activation F82H-modified steel. *Journal of Nuclear Materials*, 283-287 (2000), 662-666.
- [20] SCHAAF van der, B. et al: The development of EUROFER reduced activation steel. *Fusion Engineering and Design*, 69 (2003), 197-203.
- [21] BALUC, N. et al: Status of reduced activation ferritic/martensitic steel development. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370 (2007), 33-41.

## 8 Seznam použitých zkratk a symbolů

Značka	Název	Jednotka
A.....	tažnost	[%]
Z.....	kontrakce	[%]
$\sigma_{FR}$ .....	lomové napětí určené ze skutečného průřezu vzorku	[MPa]
R <sub>e</sub> .....	mez kluzu v tahu	[MPa]
R <sub>eH</sub> .....	horní mez kluzu v tahu	[MPa]
R <sub>eL</sub> .....	dolní mez kluzu v tahu	[MPa]
R <sub>m</sub> .....	mez pevnosti v tahu	[MPa]
Ø.....	průměr	[mm]
$\bar{l}$ .....	střední délka úseku	[mm]
t <sub>DBTT</sub> .....	tranzitní teplota přechodu tvárného a štěpného lomu, Ductile-Brittle Transition Temperature, 50%-ní hodnota mezi USE a LSE	[°C]
t <sub>gy</sub> .....	teplota při které dochází k lomu v okamžiku zplastizování průřezu pod vrubem	[°C]
F <sub>m</sub> .....	maximální zatížení na křivce síla-přemístění	[N]
F <sub>gy</sub> .....	síla na mezi kluzu na křivce síla-přemístění	[N]
KV.....	nárazová práce	[J]
USE.....	oblast horních prahových hodnot nárazové práce	[J]
LSE.....	oblast dolních prahových hodnot nárazové práce	[J]
ModCr.....	modifikované (9-12)% chromové oceli	
OA.....	obrazová analýza	
EDS.....	energievě disperzní analýza	
VDS.....	vlnově disperzní analýza	
SEM.....	rastrovací elektronový mikroskop	
TEM.....	transmisní elektronový mikroskop	
TL.....	tvárný lom	
ŠL.....	štěpný lom	

## 9 Seznam tabulek, obrázků a grafů

### Seznam tabulek

- Tabulka 1: Vznik defektů v ocelích při různých modelech ozařování.
- Tabulka 2: Srovnání přepokládaných provozních podmínek první stěny ITER a DEMO.
- Tabulka 3: Srovnání příměsových prvků u konvenčních a RAFM ocelí.
- Tabulka 4: Volné entalpie segregace vybraných prvků na hranice zrna a volný povrch.
- Tabulka 5: Základní parametry kvantitativní elektronové mikroskopie.
- Tabulka 6: Chemické složení studovaných ocelí.
- Tabulka 7: Stanovené velikosti původního austenitického zrna studovaných ocelí.
- Tabulka 8: Hodnocení velikosti subzrn, latěk martanzitu a precipitátů v dodaném stavu a po žíhání.
- Tabulka 9: Průměrné chemické složení kovového podílu a velikost precipitátů v původním a vyžíhaném stavu.
- Tabulka 10: Výsledky měření tvrdosti pro 14 mm a 25 mm plech.
- Tabulka 11: Výsledky tahových zkoušek.

### Seznam obrázků

- Obr. 1: Příklady komplexních sekundárních defektů v kovech odlišné čistoty a za různých podmínek ozařování.
- Obr. 2: Projevy radiačního zkřehnutí: takový diagram (vlevo) a tranzitní křivka při zkoušce rázem v ohybu (vpravo).
- Obr. 3: Schéma fúzní jaderné reakce.
- Obr. 4: Popis hlavních částí experimentálního tokamaku ITER.
- Obr. 5: Současné „teplotní okénko“ pro použití kandidátních konstrukčních materiálů ve fúzních reaktorech.
- Obr. 6: Řez rovnovážným fázovým diagramem Fe-Cr-C pro 0,1 hm.%C,  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_C$  - karbidické fáze.
- Obr. 7: Precipitační reakce v 12%Cr ocelí v závislosti na teplotě a době popouštění.
- Obr. 8: Částice „V-wings“, (A) tantalem bohaté a (B) vanadem bohaté částice.

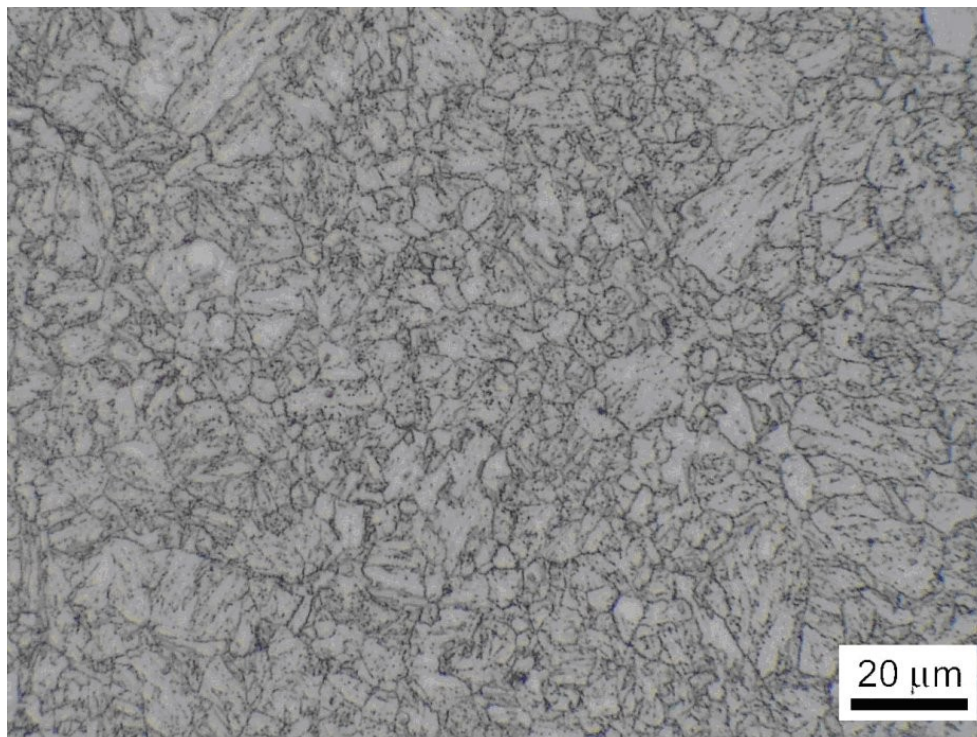
- Obr. 9: Snímek zachycující pouštěnou martenzitickou strukturu oceli s obsahem 12hm.% Cr. Hranice charakteristických strukturních útvarů jsou zvýrazněny napravo.
- Obr. 10: Mikrostrukturní změny během creepu 12%Cr ocelí,  $t_a < t_b < t_c < t_d$ .
- Obr. 11: Vývojové práce 9-12 % Cr ocelí ve FZK/IMF.
- Obr. 12: Tranzitní křivka a vzhled lomových ploch Charpyho těles pro charakteristické oblasti.
- Obr. 13: Schématické znázornění teplotních závislostí mechanických charakteristik při zkoušce tahem.
- Obr. 14: Klasifikace lomů podle mechanismu porušení.
- Obr. 15: Typický vzhled lomové plochy s transkrystalickým štěpným porušením.
- Obr. 16: Typický vzhled lomové plochy vzniklé kvazištěpením.
- Obr. 17: Graf distribuce ekvivaletního průměru precipitátů v dodaném (AR) a vyžíhaném stavu (DB).
- Obr. 18: Konfidenční intervaly 95% hodnot tvrdosti pro 14 a 25 mm plech AR, a hodnoty tvrdosti měřené přes oblast nehomogenity.
- Obr. 19: Fotografie zachycující řadu vpichů přes oblast nehomogenity (třetí vpich), hodnoty viz graf na Obr.18.
- Obr. 20: Statické tahové křivky studovaných materiálů.
- Obr. 21: Teplotní závislost KV,  $F_m$  a  $F_{gy}$ ; plech 14 mm AR.
- Obr. 22: Teplotní závislost KV,  $F_m$  a  $F_{gy}$ ; plech 25 mm AR.
- Obr. 23: Teplotní závislost KV,  $F_m$  a  $F_{gy}$ ; plech 25 mm DB.
- Obr. 24: Podíl tvárného lomu jednotlivých vzorků v závislosti na teplotě.

## 10 Seznam příloh

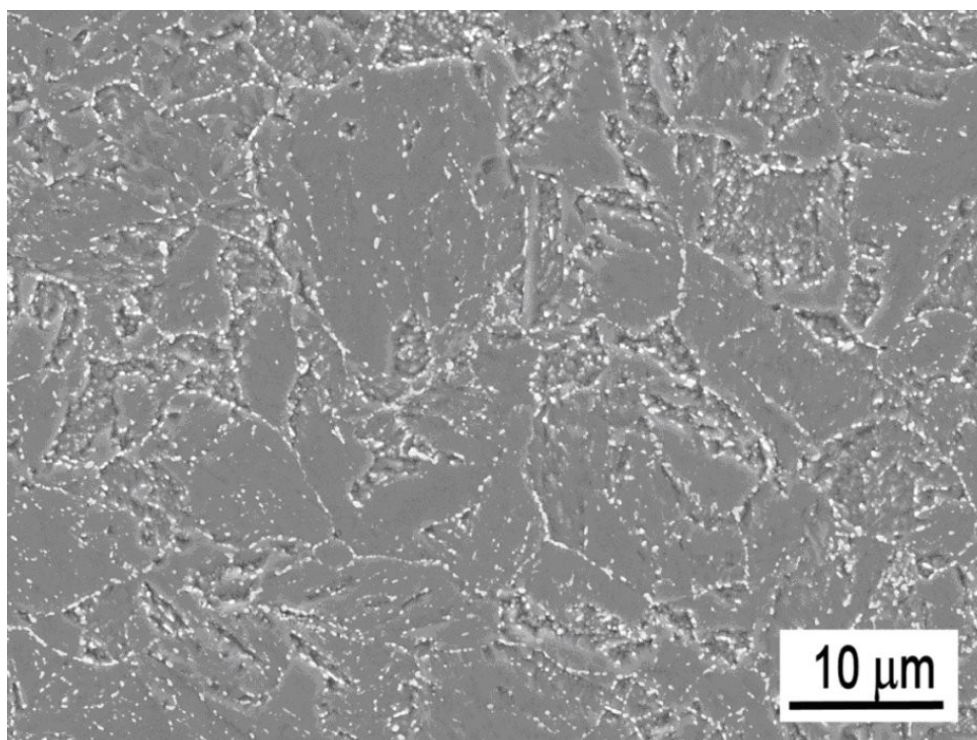
- Obr. 25: Mikrostruktura oceli v naleptaném stavu, 25 mm AR, SM.
- Obr. 26: Mikrostruktura oceli v naleptaném stavu, 25 mm AR, SEM.
- Obr. 26: Rozpadové oblasti v mikrostruktuře, 25 mm plech AR, SM.
- Obr. 28: Karbidy ve struktuře oceli, 25 mm AR, fólie TEM.
- Obr. 29: Subzrna v oceli, 25 mm AR, fólie TEM.
- Obr. 30: Subzrna v oceli, plech 25 mm DB, fólie TEM.
- Obr. 31: Karbidy v mikrostruktuře plechu 25 mm AR, fólie TEM.
- Obr. 32: Karbidy v mikrostruktuře plechu 25 mm DB, fólie TEM.
- Obr. 33: Místo iniciace lomu s důlkem po částici precipitátu, 25 mm AR, SEM.
- Obr. 34: Kaskádové štěpení, 14 mm, SEM.
- Obr. 35: Fraktografické snímky pro plech 14 mm; teplota zkoušení  $-60^{\circ}\text{C}$ ,  $KV = 93 \text{ J}$ ,  
TL = 33 %.
- Obr. 36: Fraktografické snímky pro plech 25 mm AR; teplota zkoušení  $-50^{\circ}\text{C}$ ,  $KV = 124 \text{ J}$ ,  
TL = 46%.
- Obr. 37: Fraktografické snímky pro plech 25 mm DB; teplota zkoušení  $-40^{\circ}\text{C}$ ,  $KV = 62 \text{ J}$ ,  
TL = 24%.



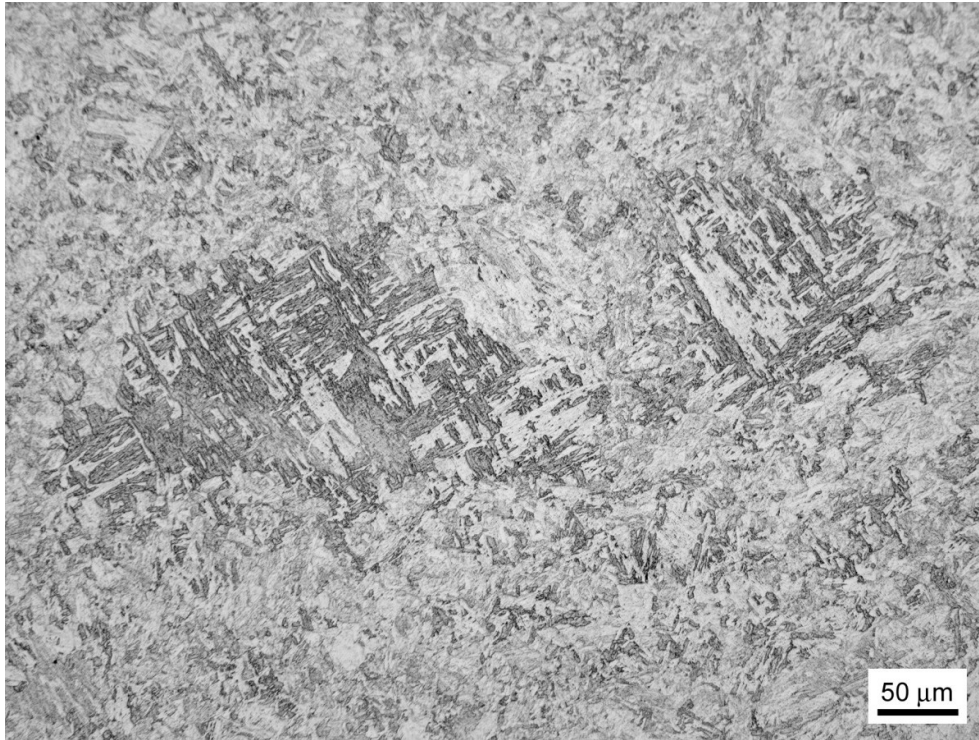
## 11 Přílohy



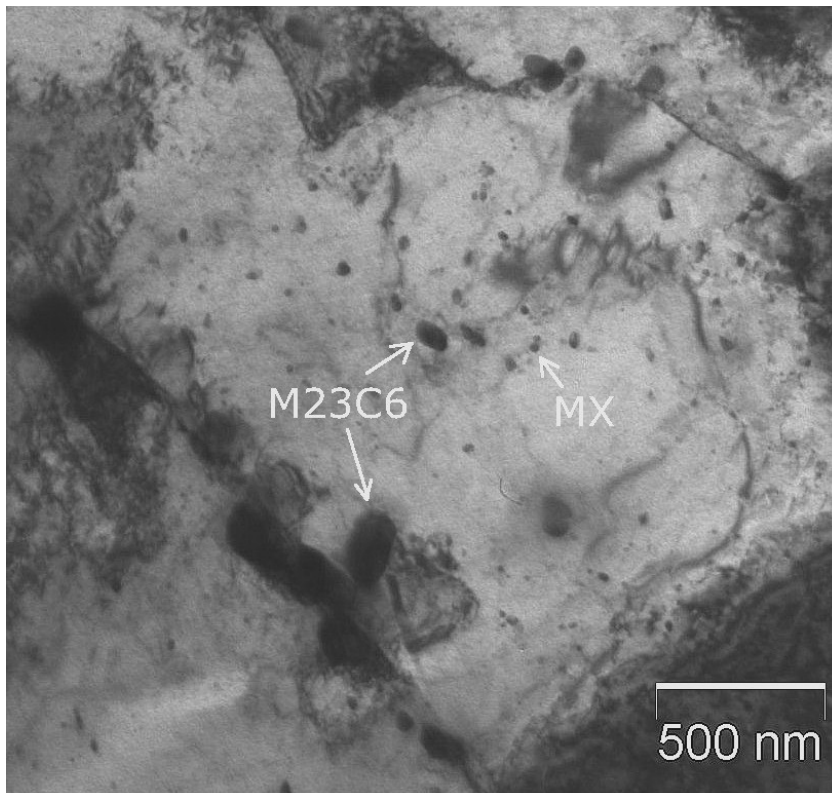
Obr. 25: Mikrostruktura oceli v naleptaném stavu, 25 mm AR, SM.



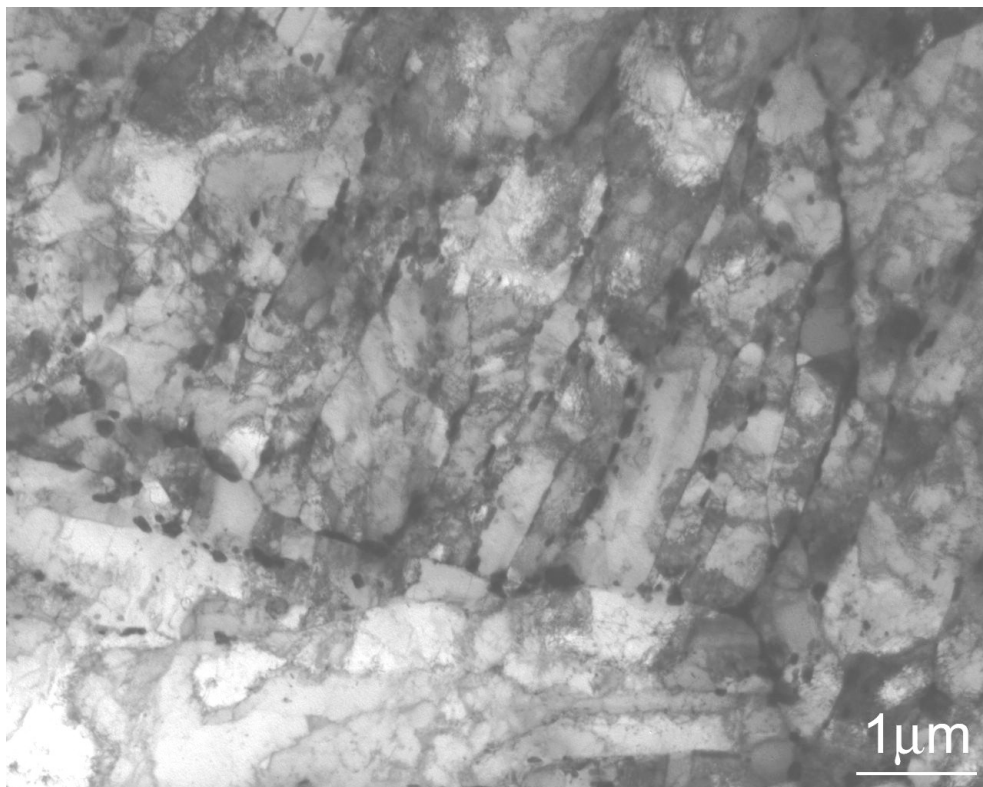
Obr. 26: Mikrostruktura oceli v naleptaném stavu, 25 mm AR, SEM.



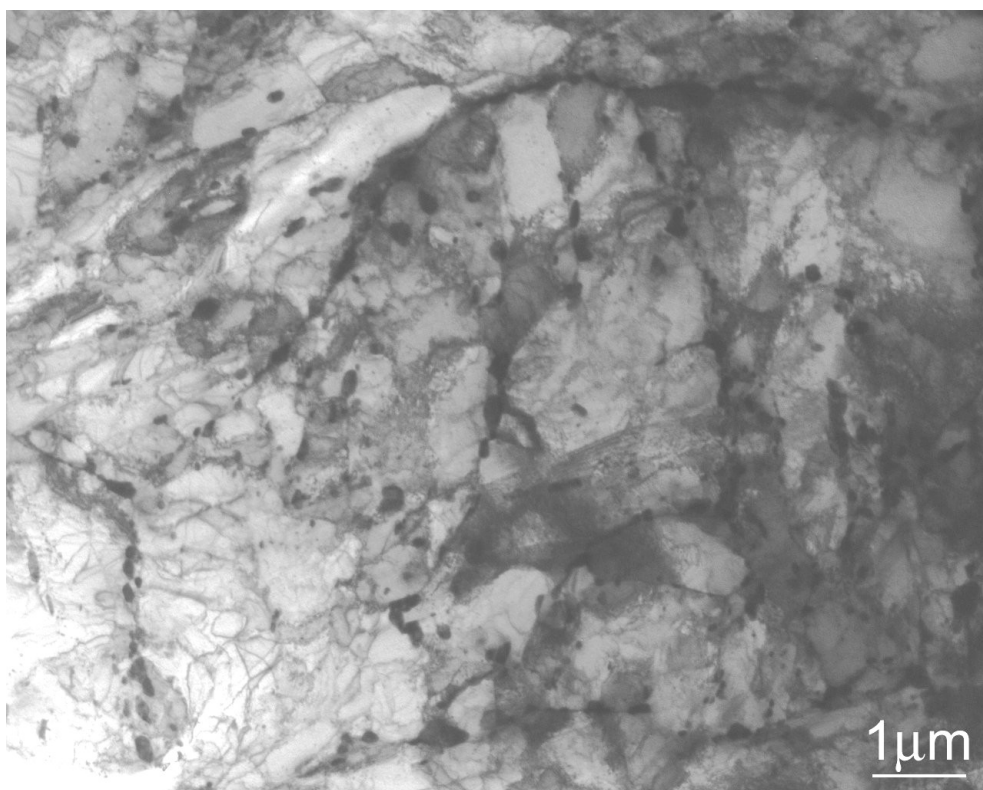
Obr. 27: Rozpadové oblasti v mikrostruktuře, 25 mm AR, SM.



Obr. 28: Karbidy ve struktuře oceli, 25 mm AR, fólie TEM.



Obr. 29: Subzrna v oceli, 25 mm AR, fólie TEM.

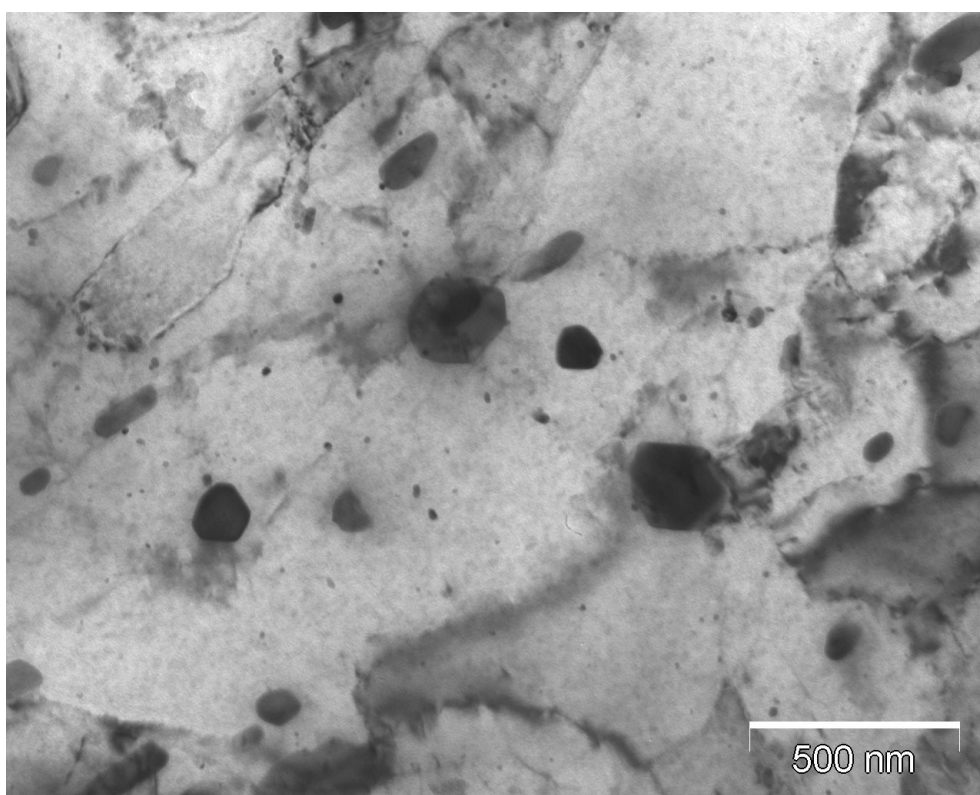


Obr. 30: Subzrna v oceli, plech 25 mm DB, fólie TEM.

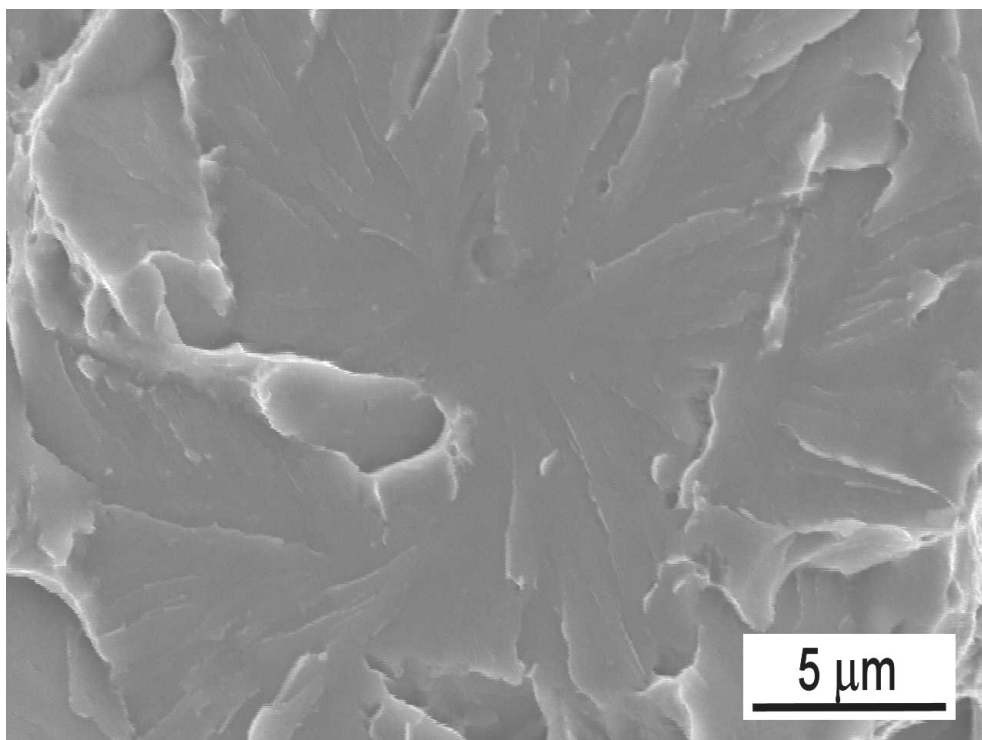




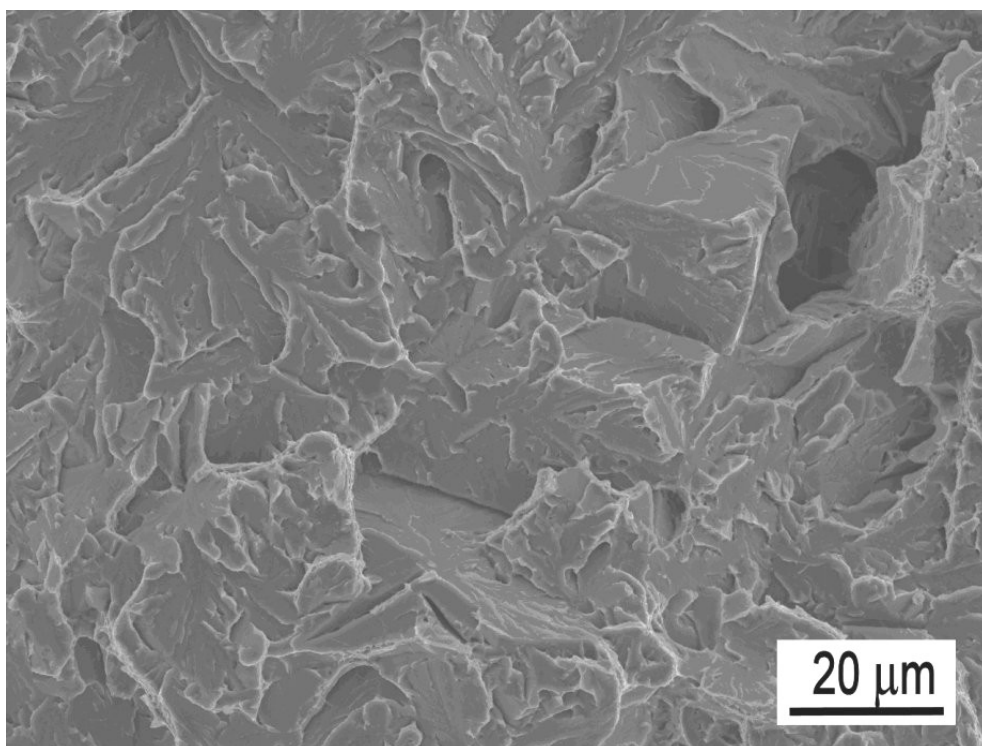
Obr. 31: Karbidy v mikrostruktuře plechu 25 mm AR, fólie TEM.



Obr. 32: Karbidy v mikrostruktuře plechu 25 mm DB, fólie TEM.



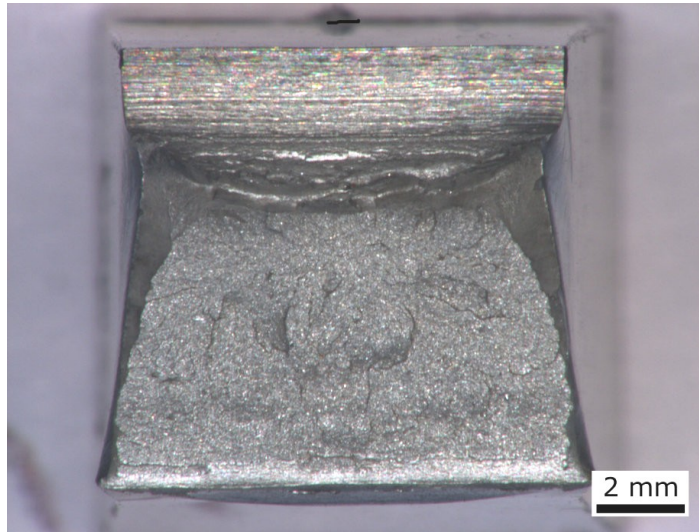
Obr. 33: Místo iniciace lomu s důlkem po částici precipitátu, 25 mm AR, SEM.



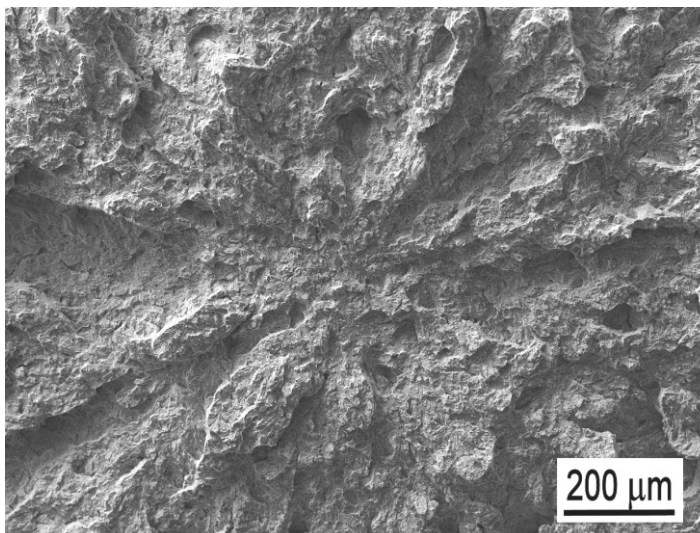
Obr. 34: Kaskádové štěpení, 14 mm, SEM.

Obr. 35: Fraktografické snímky pro plech 14 mm; teplota zkoušení  $-60^{\circ}\text{C}$ ,  $KV = 93 \text{ J}$ ,  $TL = 33 \%$ .

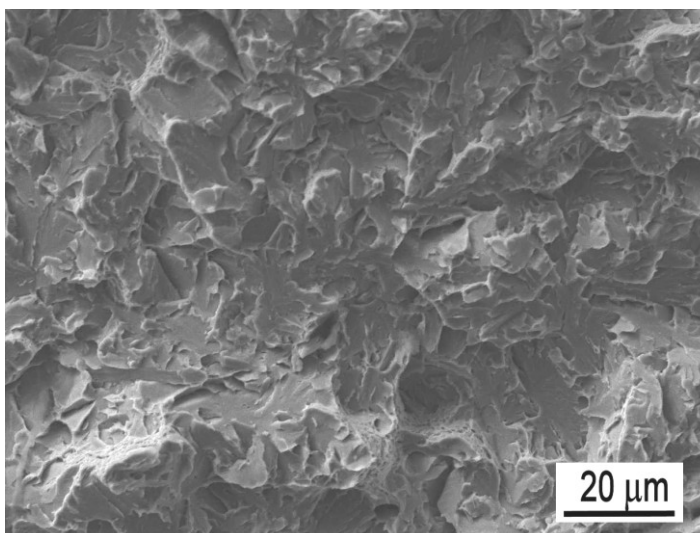
a) makrosnímek lomové plochy, SM



b) snímek iniciačního místa, SEM



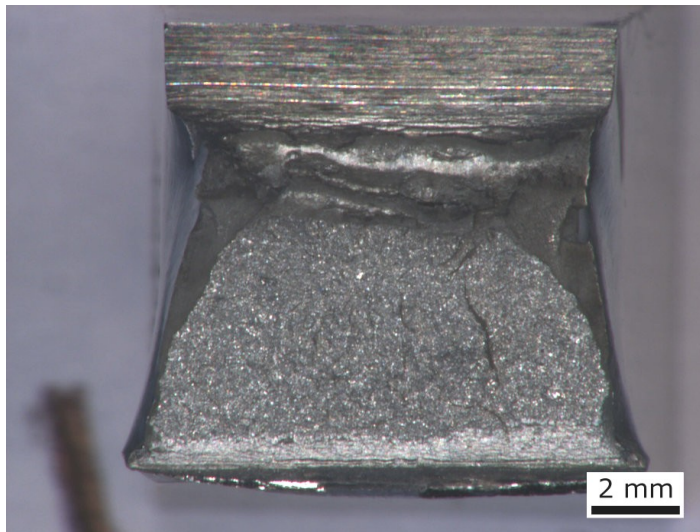
c) detail mechanismu lomu v místě iniciace, SEM



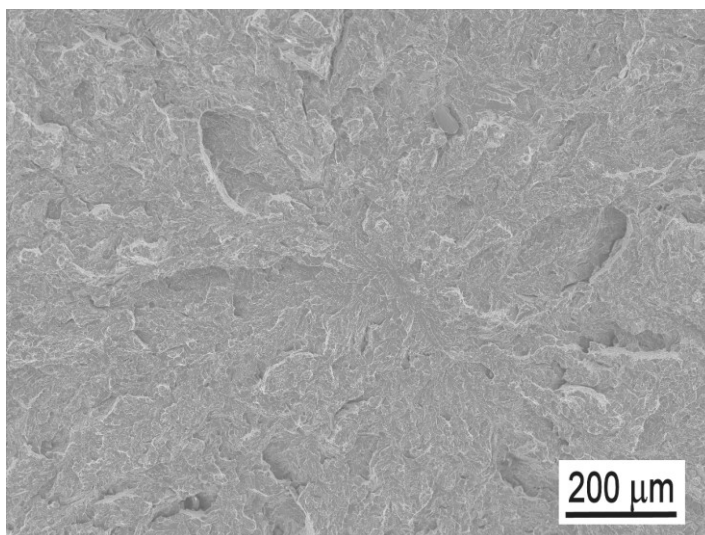


Obr. 36: Fraktografické snímky pro plech 25 mm AR; teplota zkoušení  $-50^{\circ}\text{C}$ , KV = 124 J, TL = 46%.

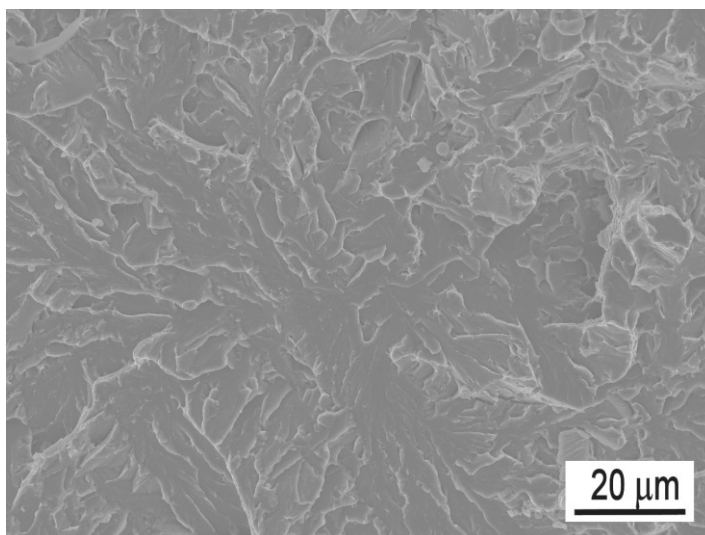
a) makrosnímek lomové plochy, SM



b) snímek iniciačního místa, SEM

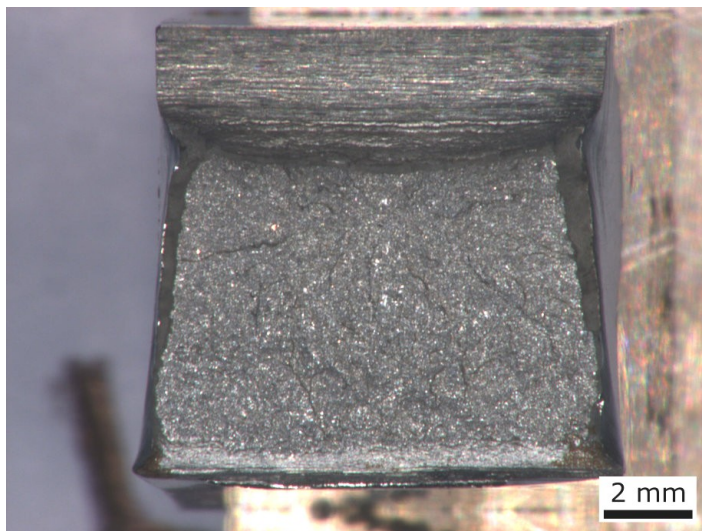


c) detail mechanismu lomu v místě iniciace, SEM

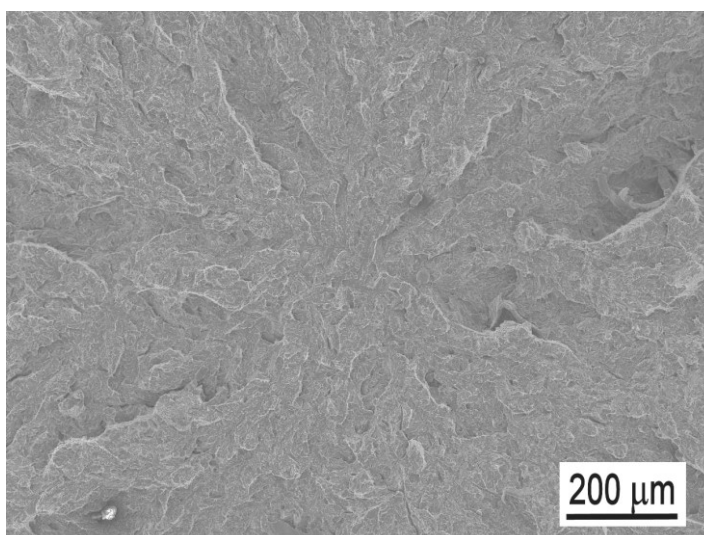


Obr. 36: Fraktografické snímky pro plech 25 mm DB; teplota zkoušení  $-40^{\circ}\text{C}$ , KV = 62 J, TL = 24%.

a) makrosnímek lomové plochy, SM



b) snímek iniciačního místa, SEM



c) detail mechanismu lomu v místě iniciace, SEM

