

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

Vývoj mikrostruktury žárovevných ocelí během klasických a zrychlených zkoušek  
tečení

Autor: **Bc. Jakub VLASÁK**  
Vedoucí práce: **Doc. RNDr. Dagmar JANDOVÁ, Ph.D.**

Akademický rok 2016/2017

### **Prohlášení o autorství**

**Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.**

**Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.**

**V Plzni dne: .....**

**.....  
podpis autora**

## ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Vlasák	<b>Jméno</b> Jakub	
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	„Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
<b>VEDOUCÍ PRÁCE</b>	<b>Příjmení</b> Doc. RNDr. Jandová, Ph.D.	<b>Jméno</b> Dagmar	
<b>PRACOVISŤE</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>	<b>Nehodící se škrtněte</b>
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Vývoj mikrostruktury žárovečných ocelí během klasických a zrychlených zkoušek tečení		

<b>FAKULTA</b>	strojní	<b>KATEDRA</b>	KMM	<b>ROK ODEVZD.</b>	2017
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	94	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	94	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	
---------------	----	---------------------	----	----------------------	--

<b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b>  <b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b>	Cílem diplomové práce je porovnání mikrostruktury vzorků po klasických a zrychlených creepových zkouškách, které by měly odpovídat stejnému stupni degradace materiálu. Vzorky byly odebrány ze zkušebního heterogenního svarového spoje rotoru vyrobeného z ocelí COST FB2 a F. K porovnání mikrostruktury je použito světelné metalografie, řádkovací a transmisní elektronové mikroskopie. Součástí práce je kvantitativní hodnocení sekundárních fází v tepelně ovlivněné oblasti oceli COST F, kritické oblasti zkoumaného svarového spoje z hlediska creepového porušení, pomocí obrazové analýzy v programu NIS-Elements. Hlavním přínosem této práce by mělo být zjištění, zda zrychlené creepové zkoušky jsou schopny napodobit podobné degradační procesy jako standardní creepové zkoušky.
<b>KLÍČOVÁ SLOVA</b>	klasické a zrychlené zkoušky tečení, světelná metalografie, řádkovací a transmisní elektronová mikroskopie, obrazová analýza

## SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

<b>AUTHOR</b>	<b>Surname</b> Vlasák	<b>Name</b> Jakub	
<b>FIELD OF STUDY</b>	„Materials Engineering and Engineering Metallurgy”		
<b>SUPERVISOR</b>	<b>Surname</b> Doc. RNDr. Jandová, Ph.D.	<b>Jméno</b> Dagmar	
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>TYPE OF WORK</b>	<b>DIPLOMA</b>	<b>BACHELOR</b>	Delete when not applicable
<b>TITLE OF THE WORK</b>	The microstructure evaluation of creep resistant steels during conventional and accelerated creep tests		

<b>FACULTY</b>	Mechanical Engineering	<b>DEPARTMENT</b>	KMM	<b>SUBMITTED IN.</b>	2017
----------------	------------------------	-------------------	-----	----------------------	------

### NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

<b>TOTALLY</b>	94	<b>TEXT PART</b>	94	<b>GRAPHICAL PART</b>	
----------------	----	------------------	----	-----------------------	--

<b>BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	The goal of this thesis is to compare microstructure of samples used for conventional and accelerated creep tests, which should simulate the same degree of the material degradation. Samples were machined from a trial dissimilar weld joint of the rotor made of the COST FB2 and F steels. Microstructure was observed using light metallography, scanning and transmission electron microscopy. The thesis includes the quantitative evaluation of secondary phases in the heat affected zone of the steel COST F, the critical part of the weld joint investigated from a point of view of the creep failure using the image analysis software NIS-Elements. The main goal of this thesis should be verification if accelerated creep tests can simulate degradation processes taking place during conventional creep tests.
<b>KEY WORDS</b>	conventional and accelerated creeps tests, light metallography, scanning and transmission microscopy, image analysis

## **Poděkování**

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucí této diplomové práce paní doc. RNDr. Dagmar Jandové, Ph.D. za odborné vedení, pomoc, rady a za veškerý věnovaný čas a trpělivost, které pomohly k vyřešení zadaného problému. Následně také rodině za její podporu.

## **Použité zkratky a jednotky**

### **Zkratky**

Obr. – obrázek

Tab. – tabulka

Max. – maximální, maximálně, maximum

Min. – minimální, minimálně, minimum

Lok. – lokální

### **Jednotky**

°C – stupeň Celsia

K – kelvin

nm – nanometr

μm – mikrometr

mm – milimetr

s – sekunda

min – minuta

h – hodina

MPa – megapascal

Pa – pascal

N – newton

W – watt

MW - megawatt

g – gram

kg – kilogram

## Obsah

Úvod.....	8
1 Oceli pro komponenty parních turbín pracujících v podmínkách nadkritických parametrů páry.....	9
2 Žáropevné vlastnosti a mikrostruktura modifikovaných (9-12)%Cr ocelí COST F a COST FB2.....	15
2.1 Žáropevné vlastnosti.....	15
3 Vliv tečení na mikrostrukturu svarových spojů modifikovaných (9-12)%Cr ocelí.....	26
4 Standardní a zrychlené zkoušky tečení svarových spojů.....	33
4.1 Standardní zkoušky tečení.....	33
4.2 Zrychlené zkoušky tečení.....	37
4.2.1 Plastometr Gleeble 3800.....	37
4.2.2 Zrychlené creepové testy.....	37
5 Vliv tečení na mikrostrukturu svarových spojů modifikovaných (9-12)%Cr ocelí.....	40
6 Cíl diplomové práce a návrh experimentálního programu.....	42
7 Experimentální část.....	43
7.1 Makrostrukturní rozbor.....	45
7.2 Fraktografické hodnocení.....	48
7.3 Měření tvrdosti.....	50
7.4 Analýza mikrostruktury pomocí světelné mikroskopie.....	52
7.5 Analýza mikrostruktury pomocí řádkovací elektronové mikroskopie.....	63
7.6 Analýza uhlíkových replik pomocí transmisní elektronové mikroskopie.....	74
8 Obrazová analýza.....	80
8.1 Distribuce velikosti částic na snímcích ŘEM.....	83
8.2 Distribuce velikosti částic na snímcích TEM.....	85
9 Diskuze výsledků.....	88
10 Závěr.....	92
11 Literatura.....	93
Seznam obrázků.....	94
Seznam tabulek.....	97

## Úvod

V současnosti stále nejrozšířenější zdroj elektrické energie představují tepelné elektrárny spalující uhlí. Polovina světové produkce energie je vyrobena v tepelných elektrárnách. Vzhledem k dostupným zásobám uhlí se i nadále předpokládá dlouhodobé využívání tepelných elektráren, přestože je věnováno velké úsilí rozšíření obnovitelných energetických zdrojů. Tento stav by měl vydržet několik desítek let. Největším problémem těchto elektráren je vznik zplodin při spalování fosilních paliv, přesto jsou tyto elektrárny hojně používány z důvodu nejvýhodnějšího poměru ceny k výkonu. Dalším problémem je zvyšující se cena fosilních paliv. V budoucnu se počítá s výstavbou nových moderních elektráren v rozvojových zemích, kde se předpokládá s výrazným přírůstkem spotřeby elektrické energie. Dále lze očekávat významnou investiční aktivitu v Evropě, USA, Číně a Japonsku při náhradách zastaralých, neefektivních elektrárenských bloků

Hnací silou pro zvyšování účinnosti nově budovaných elektráren je snižování ceny elektrické energie a zároveň snižování množství škodlivých emisí. Zvýšení účinnosti lze dosáhnout zvyšováním parametrů páry, tj. teploty a tlaku páry na vstupu do parních turbín. Zatímco před dvaceti lety se teplota pohybovala v rozmezí 540-565 °C s tlakem 18-24 MPa, dnes se uvádějí do provozu turbíny pracující v podmínkách tzv. ultra super kritických (USC) parametrech páry a to nad 600°C/30MPa. V podmínkách USC neexistuje rozdíl mezi plynným a kapalným skupenstvím vody. Tyto podmínky umožňují významně zvýšit tepelnou účinnost elektráren, tím snížit spotřebu fosilních paliv, čímž dochází ke snižování množství škodlivých emisí. V případě srovnání standardních parametrů páry 540 °C/18 MPa a USC parametrů páry 610 °C/30 MPa je dosaženo zvýšení tepelné účinnosti o 8 % a snížení emise oxidu uhličitého o 20 % [5].

Možnost využití USC parametrů páry je podmíněno dostupností vhodných konstrukčních materiálů. Pro komponenty, které pracují v oblasti creepu, např. rotory, lopatky turbín, parovody, atd., je důležitou materiálovou vlastností odolnost proti tečení. Dále konstrukční materiály musí vykazovat zvýšenou odolnost proti oxidaci v prostředí vodní páry. Požadované vlastnosti splňují CrNi(Mo) austenitické oceli, ale jejich použití je omezeno jejich relativně nízkou tepelnou vodivostí a zároveň velkou tepelnou roztažností, a to v případě cyklického provozu elektrárny vytváří nebezpečí vzniku únavového poškození materiálu. Po dobu několika desetiletí byly úspěšně používány nízkolegované a modifikované chromové oceli, ale žárovevné vlastnosti těchto ocelí nevyhovují požadavkům kladeným na materiály pro USC parametry páry. Z tohoto důvodu je věnováno velké úsilí vývoji nových martenzitických ocelí na bázi 9-12%Cr, které vykazují výrazné zvýšení meze pevnosti při tečení. Uvažuje se o použití této skupiny ocelí až do pracovní teploty 650 °C. Intenzivní vývoj modifikovaných ocelí 9-12%Cr je podnícen relativně nízkou cenou materiálů na bázi železa ve srovnání s jinými vysokoteplotními materiály např. niklovými superslitinami.



# 1 Oceli pro komponenty parních turbín pracujících v podmínkách nadkritických parametrů páry.

Komponenty turbosoustrojí jako např. rotory, kryty, ventily, šrouby, lopatky a trubky jsou při provozu vystaveny různým podmínkám, podle nichž musí být zvolen vhodný konstrukční materiál. Musí být zaručena zejména dostatečná odolnost vůči tečení (žáropevnost), oxidaci v prostředí páry a únavovému porušení. Parní turbíny dosahující výkonu až 1100 MW se rozdělují na:

- vysokotlaké (high pressure-HP) turbíny s vysokou teplotou a tlakem ( $\geq 530^{\circ}\text{C}/180\text{bar}$ ),
- střednětlaké (intermediate pressure-IP) s vysokou teplotou a sníženým tlakem ( $\geq 530^{\circ}\text{C}/30\text{bar}$ ),
- nízkotlaké (low pressure-LP) turbíny ( $\leq 350^{\circ}\text{C}/10\text{bar}$ ).

Kombinované typy HP-IP a IP-LP je používají pro menší výkony paroplynových elektráren. Rotory jsou z jednoho kusu nebo svařené z několika částí. Musí být splněny specifické konstrukční požadavky na materiál, aby bylo možno nabídnout určitou flexibilitu pro různé požadavky zákazníků elektráren. Flexibilita je důležitá, protože jednotlivé komponenty turbosoustrojí jako např. rotory, kryt, ventily, šrouby, lopatky a trubky v elektrárně jsou používány za různých pracovních podmínek. Materiálové vlastnosti komponent parních turbín musí brát v úvahu tlak páry a okolní prostředí [2].

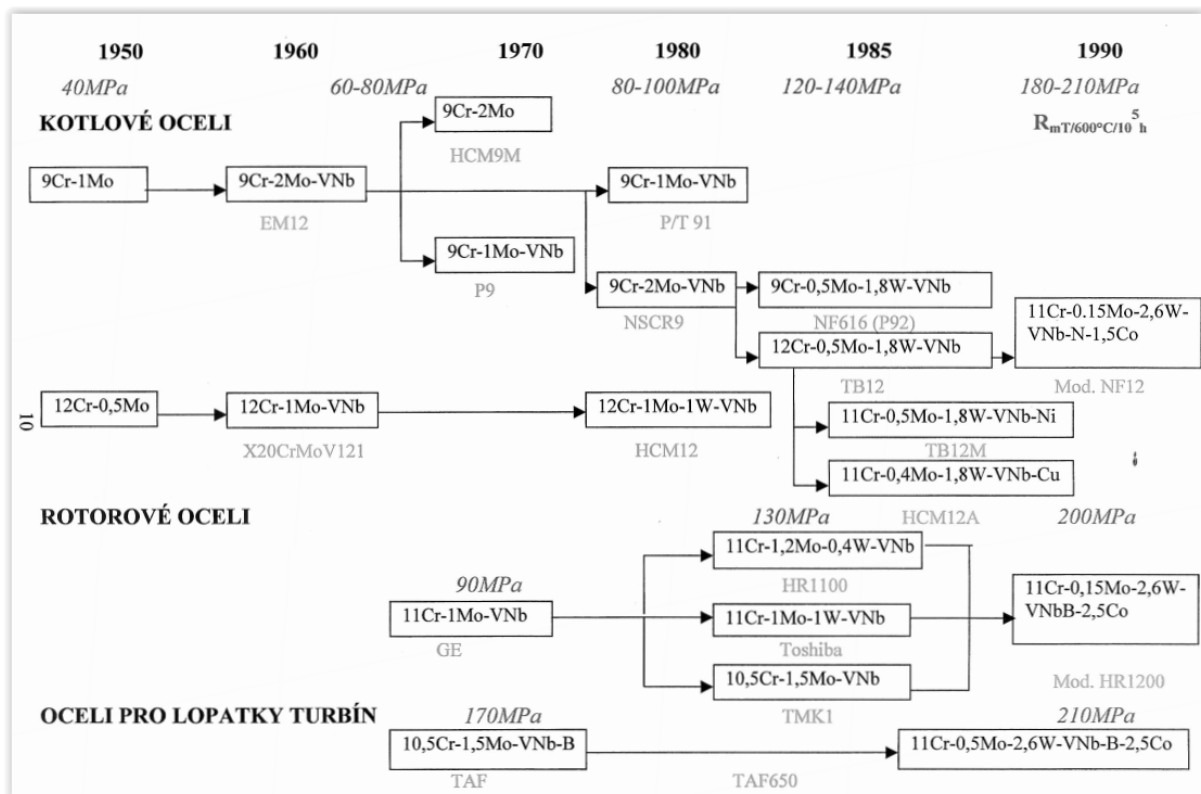
HP a IP kované rotory o průměru až 1200 mm musí být vyrobeny z materiálu, který splňuje všechny požadavky. Creepové chování hraje důležitou roli pro oblasti, jako je např. střed rotoru a lopatky, zatímco odolnost proti únavě je důležitá hlavně na povrchu komponent. Z hlediska materiálových vlastností i ekonomických nákladů se jeví pro velké rotory jako nejvhodnější skupina martenzitických 9-12%CrMoV ocelí. Přehled používaných ocelí tohoto typu je uveden na obr. 1.

Snaha o vylepšení dostupných ocelí 9-12%CrMoV spadá do vývoje Evropských programů COST (Co-operation in the field of Science and Technology), které byly zahájeny v 80. letech 20. století. Stejnou problematikou se kromě programu COST zabývá celá řada národních i mezinárodních projektů nejen v Evropě, ale i v Americe a v Asii (zejména v Japonsku). Cílem vývoje bylo splnění následujících požadavků [1,2]:

- $R_{mT/10^5h/600^{\circ}\text{C}} \geq 100 \text{ MPa}$ ,
- $R_{p0,2\text{min}} = 600 \text{ MPa}$  u ocelí pro rotory a  $R_{p0,2\text{min}} = 450 \text{ MPa}$  u ocelí pro odlitky,
- lomová tažnost při creepu a houževnatost by měly být podobné nebo lepší než u dříve používaných nízkolegovaných 12CrMoV ocelí,
- vysoká odolnost proti zkrěhnutí v průběhu dlouhodobého působení vysokých teplot v průběhu provozu,
- dobrá tvařitelnost za tepla,
- dobrá slévatelnost,
- schopnost prokalení do průměru 1200 mm u rotorů a do 500 mm u odlitků,
- dobrá svařitelnost,
- dobrá odolnost vůči oxidaci v prostředí vodní páry,
- nižší cena než austenitické a niklové slitiny.

Dosažení velmi vysoké úrovně všech požadovaných mechanických a technologických vlastností u jediné oceli je nemožné, proto je vývoj nových ocelí prováděn odděleně pro základní kategorie výrobků, tj. turbíny, kotle a odlitky, kdy každá součást má své prioritní vlastnosti. Vývoj nových materiálů v rámci programů COST postupuje dle několika bodů [2,3]:

- návrh chemického složení nových ocelí na základě empirických zkušeností a termodynamických simulací rovnovážného stavu ocelí,
- odliti laboratorních taveb a identifikace nejvhodnějších ocelí dle mechanických a technologických vlastností,
- výroba zkušebních výrobků z nejvhodnějších ocelí s cílem vyhodnotit metalurgické technologie a posoudit technologické vlastnosti,
- konečnou část představuje výroba reálných částí z vyvinutých ocelí a jejich umístění do nových tepelných elektráren.



Obr. 1 – Příklad vývoje (9-12)%Cr ocelí. [5]

Vývoj modifikovaných 9-12%Cr-Mo ocelí v rámci programů COST probíhal ve třech etapách. V programu COST 501 (1986 – 1997) byla studována řada taveb ocelí s empiricky navrženými obsahy uhlíku, chromu, molybdenu, vanadu, wolframu, niobu, dusíku a bóru. Z experimentálních taveb byly vybrány nejslibnější varianty – ocel CB2 pro odlitky a ocel FB2 pro výkovky. V další etapě, v programu COST 522 (1998 – 2003), byly z těchto ocelí vyrobeny pro výzkumné účely ventily a rotory v reálné velikosti použitelné pro turbínu tepelné elektrárny. Z nich byly vyrobeny vzorky pro mechanické, creepové a korozní

zkoušky. V posledním programu COST 536 (2004 – 2009) byly vyhodnoceny výsledky zkoušek.

Program COST 522 demonstroval možnost výroby velkých rotorů z oceli FB2 pro aplikace při teplotě 625 °C. Dlouhodobé zkoušky tečení při teplotách 600 °C až 650 °C prokázaly lepší chování než v případě konvenčních 12%Cr ocelí při teplotě 530 °C. Díky tomu bylo rozhodnuto začít vyrábět nové rozměrné rotory z této slitiny. Poslední vývojový program COST 536 je příkladem projektu, jehož výsledkem jsou nové martenzitické oceli použitelné pro výrobu komponent v modernizovaných i nových elektrárnách v Evropě. Modernizace spočívá v dosažení vyšší provozní teploty, zvýšení z původních 530-565 °C na 580-610 °C [1,3].

Mechanické a fyzikální vlastnosti modifikovaných 9-12%Cr ocelí umožnily jejich použití v podmínkách creepu za teplot  $T \geq 600$  °C. Cíl vývoje těchto ocelí určených pro rotory byl definován následovně [1,4]:

- creepová pevnost 100 000 h při teplotě 600-620 °C a tlaku 100 MPa,
- dobrá tažnost při tečení  $\geq 10$  %,
- prokalitelnost do průměru 1200 mm,
- minimální  $R_{p0,2}$  600-700 MPa,
- ostatní vlastnosti jako náchylnost ke křehnutí by neměla být horší než u konvenčních rotorových ocelí 12%CrMoV.

Martenzitické (9-12)%Cr oceli odolné proti tečení jsou rozhodující materiály pro zvyšování parametrů páry v elektrárnách spalující fosilní paliva. Tyto oceli poskytují unikátní kombinaci odolnosti proti vysokoteplotnímu tečení, tepelné únavě a oxidaci v prostředí páry. Také finanční náklady na jejich výrobu jsou výrazně nižší než u austenitických ocelí nebo niklových slitin. Během 50. let tyto oceli našly uplatnění v řadě komponentů používaných v tepelné elektrárně (např. parovodní potrubí, velké výkovky a odlitky). Byla vyvinuta 9%CrMoV ocel s komerčním označením P91, která se používá pro výrobu parovodního potrubí v turbínách pracujících při teplotách 600 °C. Na jejím základě vznikla celá skupina modifikovaných 9%Cr ocelí. Všechny oceli 9-10%Cr jsou dobře zdokumentované, kdy vykazují stabilní odolnosti proti dlouhodobým zkouškám tečení nad 100 000 hodin. V současné době jsou nejlepší oceli P92 pro parovodní trubky, FB2 pro výkovky a CB2 pro odlitky. Jejich mez pevnosti v tečení při 600 °C je dvakrát větší než u oceli 12CrMoV. Srovnání je vidět v tab. 1 [1].

Tab. 1 - Chemické složení, teplota tepelného zpracování a hodnoty meze tečení 9-12% Cr ocelí [1].

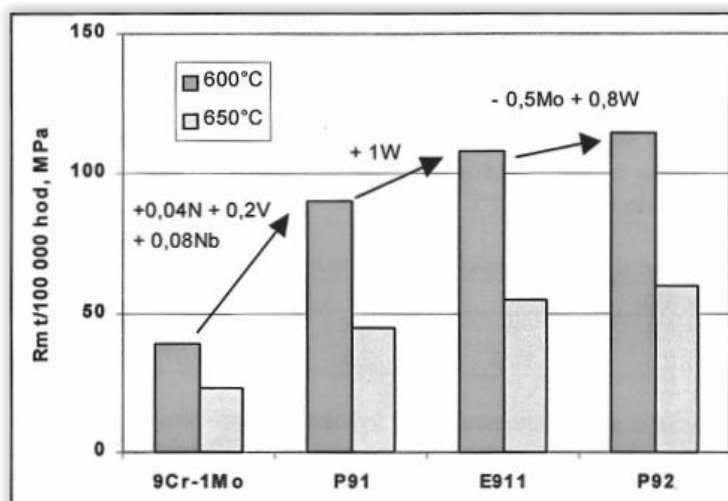
Obsah %	Parovodní oceli			Turbínové oceli		
	12CrMoV	P91	P92	E/F	FB2	CB2
C	0,2	0,1	0,1	0,1	0,13	0,12
Mn	0,5	0,5	0,5	0,5	0,8	0,9
Cr	11	9	9	10	9	9
Mo	0,9	0,9	0,5	1/1,5	1,5	1,5
W	-	-	1,8	1/0	-	-
Ni	0,5	0,1	0,05	0,6	0,15	0,15
Co	-	-	-	-	1	1
V	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Nb	-	0,05	0,06	0,05	0,05	0,06
N	-	0,06	0,06	0,05	0,02	0,2
B	-	-	0,001	-	0,0085	0,011
Austenitizace	1050 °C	1050 °C	1065 °C	1070 °C	1100 °C	1100 °C
Žihání	-	-	-	570 °C	570 °C	-
zušlechťování	750 °C	750 °C	770 °C	690 °C	710 °C	730 °C
$\sigma_{B/10^5h/600^\circ C}$	59 MPa	90 MPa	113 MPa	95 MPa	125 MPa	125 MPa

Zvýšená mez pevnosti při tečení martenzitických 9-12%Cr ocelí umožnila stavbu nových pokročilých elektráren spalující fosilní paliva. Došlo k zvýšení parametrů páry z předešlých sub kritických 180 bar a 530-540 °C na ultra kritické 300 bar a 600-620 °C. Nové elektrárny dosahují výkonu 1100 MW a mají široké využití nově vyvinutých materiálů k jejich plnému potenciálu. Zvýšením parametrů na ultra kritické došlo k výraznému zvýšení tepelné účinnosti z předešlých 30-35 % na současných 42-47 %, případně ke snížení emise CO<sub>2</sub> o cca 30 %. I přes tento impozantní vývoj je stále silná potřeba pro zdokonalení účinnosti elektrárny z hlediska ekonomického a životního prostředí. Tab. 2 ukazuje nejlepší dostupné oceli pro kriticky namáhané oceli v parním cyklu elektrárny. Nejvíce namáhané jsou pecní panely, parovodní trubky, hřídele a skříň turbíny. Zde je žádáno vylepšení pro dosažení zvýšení parametrů nad ultra kritické [1,3].

Tab. 2 - Nejlepší možné oceli pro kritické části v tepelné elektrárně [1].

Součást/materiál	Složení	Max. provozní teplota	Max. teplota při ultrakritických podmínkách (400MW/325bar)
Pecní panel			
T23	0,06C-2,25Cr-0,3Mo-1,6W-V-Nb-N-B	525 °C	625 °C
T24	0,7C-2,4Cr-1Mo-V-Ti-N-B	525 °C	625 °C
Přehřívač páry			
TP347HFG	18Cr-10Ni-1Nb	655 °C	≈620 °C
Super 304	18Cr-9Ni-0,4Nb-Cu-N	655 °C	≈620 °C
Sanicro 25	23Cr-25Ni-3,5W-3Cu-1,5Co-Nb-N	685 °C	≈650 °C
Parovodní trubka			
P92	0,1C-9Cr-0,5Mo-1,8W-V-Nb-N-B	600 °C	600 °C
Turbína			
FB2/CB2	0,13C-9Cr-1,5Mo-1Co-V-Nb-N-B	≈620 °C	≈620 °C

Z tab. 2 je patrné, že se počítá se zvýšením teploty na 650 °C, při takové teplotě by hodnota tlaku byla 325 bar. Pro takové podmínky je požadováno zvýšit dvakrát creepovou pevnost (pro po 10<sup>5</sup> h při teplotě 650 °C) ve srovnání s nejlepšími současnými 9 % oceli P92, FB2 a CB2. Dále je potřeba dosáhnout potřebné odolnosti proti oxidaci, která má být dosažena zvýšením obsahu Cr z 9 na 12 % namísto použití povrchových úprav [1].



Obr. 2 - Porovnání hodnot  $R_{mT/10^5h/600^\circ C}$  při 600 a 650 °C pro vybrané oceli [5].

Ocel, která splňuje podmínku  $R_{mT/10^5h/650^{\circ}C} \geq 100 \text{ MPa}$  je japonská ocel TAF 650, pro kterou Fujita uvádí hodnotu  $R_{mT/10^5h/650^{\circ}C} = 115 \text{ MPa}$ . Tato ocel obsahuje velký obsah bóru (0,03 % B), který má špatný vliv na technologické vlastnosti a houževnatost oceli, proto je použita jen pro výrobu malých komponent [1].

Naneštěstí všechny pokusy s vývojem 12% Cr ocelí v uplynulých 20-ti letech byly neúspěšné, protože vysoký obsah Cr způsoboval mikrostrukturní nestabilitu. Nestabilita vedla k nedostatečné odolnosti proti tečení a docházelo k lomům při hodnotách nižších než  $10^5$  h. V důsledku toho se projekt European AD 700 zaměřil až na teplotu 700 °C při použití velmi drahých niklových slitin (např. INCONEL 617, 62) 5, a Nimonic 263). Tyto slitiny jsou použity na proudnice, komponenty bojlerů a turbín [1].

Dosažení teploty 700 °C je zatím založeno na použití niklových slitin, ale ocel použitá pro teplotu 650 °C bude velkým konkurentem, a to ze dvou důvodů ekonomického a technického. V budoucnu se počítá s tím, že modifikované 12%Cr oceli budou schopny nahradit niklové slitiny u některých komponent turbín pracujících do teploty 700 °C [1,4].

Tradiční postup vývoje nových žárovečných ocelí je založen na experimentálním ověřování žárovečných vlastností ocelí, jejichž chemické složení bylo navrženo na základě empirických zkušeností. Jevy mikrostrukturní nestability mohou mít za následek změnu deformačního mechanismu v průběhu creepu, a proto je předpověď meze pevnosti při tečení závislá na datech dlouhodobých zkoušek tečení při teplotách, pro které jsou tyto oceli vyvíjeny. Vývojový plán je velmi časově i finančně náročný. Detailní poznatky o mechanismech degradace mikrostruktury ocelí jsou rovněž nezbytné pro rozvoj metod hodnocení zbytkové životnosti. Této problematice je věnována velká pozornost, neboť navrhovaná životnost, některých komponent tepelných elektráren je až 300 000 h [1,2].

Experimenty ukázaly, že oceli s vyšší mikrostrukturní stabilitou vykazují vyšší dlouhodobou creepovou pevnost. Další vývoj byl založen na zkušenostech získaných z programů COST 501 a 522. Na základě slibného chemického složení FB2 byl modifikován obsah uhlíku, chromu, wolframu a kobaltu. Byly provedeny různé typy tepelného zpracování pro zjištění vlivu austenitizační teploty na dlouhodobé vlastnosti. Naneštěstí, nebylo prokázáno žádné zlepšené chování oceli FB2. Poznatky a zkušenosti získané s novými typy (9-12)%Cr pro budoucí dosažení provozní teploty 620-630 °C se ukázaly být problematické [1,2].

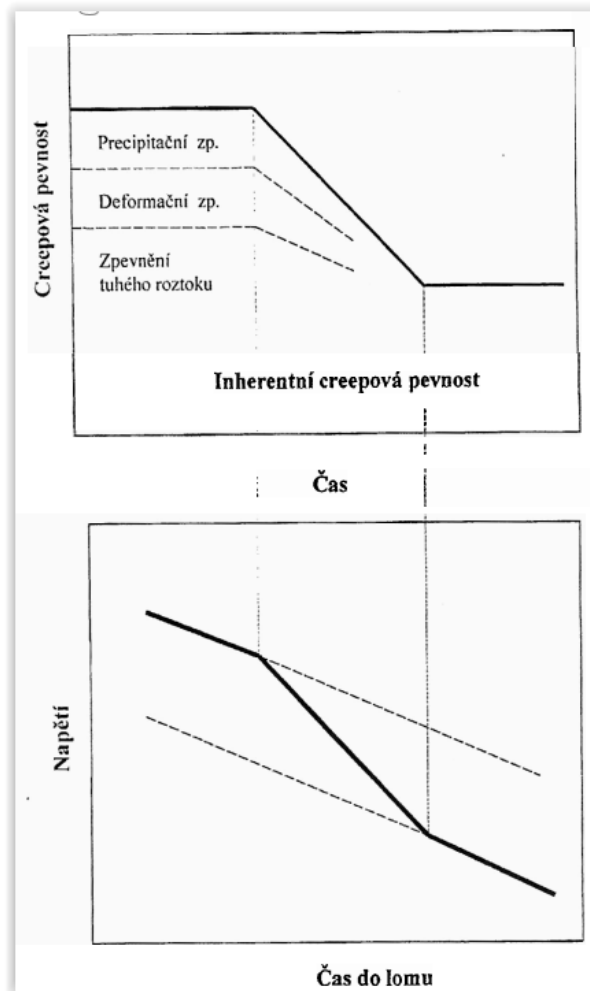
## 2 Žáropevné vlastnosti a mikrostruktura modifikovaných (9-12)%Cr ocelí COST F a COST FB2.

### 2.1 Žáropevné vlastnosti

Mikrostrukturní změny probíhající v žáropevných feritických ocelích během creepové expozice při teplotách nad 450 °C jsou důvodem vzniku inflexního bodu časové závislosti meze pevnosti při tečení, tzv. sigmoidálního chování. Prudký pokles meze pevnosti při tečení byl obvykle doprovázen nárůstem lomové tažnosti. Hodnocení probíhalo v rozmezí teplot 450-600 °C a nejdélní doby do lomu přesahovaly 10<sup>5</sup> h. Sigmoidální tvar časové závislosti meze pevnosti při tečení byl pozorován u většiny pozorovaných ocelí, ale vyskytly se, také případy, kde se tento jev v hodnoceném intervalu teplotně-časových parametrů creepové expozice nevyskytoval.

Sigmoidální chování žáropevných ocelí závisí na chemickém složení, výchozím tepelném zpracování a teplotě creepové expozice. Při zvýšení teploty creepové zkoušky se inflexní bod zpravidla vyskytuje při kratších dobách do lomu a nižších aplikovaných napětí. Toto chování úzce souvisí s postupnou degradací mikrostruktury ocelí v průběhu creepu. Také malé změny chemického složení ocelí mohou mít za následek výraznou změnu kinetiky důležitých mikrostrukturních procesů, nebo mohou modifikovat mechanismy degradace struktury. Např. v oceli 12CrMoVNbN posouvá přísada niklu inflexní bod na časové závislosti meze pevnosti při tečení ke kratším časům. Bylo prokázáno, že při použití Manson-Haferdovy parametrické rovnice lze dobře popsat creepová data a realisticky predikovat čas, při kterém se na časové závislosti creepové pevnosti objeví inflexní bod [5].

Podle rozboru creepových dat se zjistilo, že po dlouhodobé creepové expozici se creepová pevnost feritických ocelí blíží tzv. inherentní creepové pevnosti, která je definována jako creepová pevnost nezávislá na mikrostruktuře a čase. Maximální inherentní creepové pevnost je u feritických ocelí dosaženo při chemickém složení 0,2 % C a 0,03 % Mo. Schématické znázornění mechanismu sigmoidálního chování je na obr. 3. V případě modifikovaných 9-12%Cr ocelí dochází v průběhu creepu k výrazným mikrostrukturním změnám, což znesnadňuje predikci dlouhodobých žáropevných vlastností na základě krátkodobých zkoušek tečení [1,5].



Obr. 3 - Mechanismus vzniku inflexního bodu na časové závislosti meze pevnosti při tečení

Důvody vzniku inflexního bodu jsou specifické pro každou konkrétní ocel. Tyto důvody mohou být vysvětleny na základě degradačních mikrostrukturních procesů probíhajících v dané oceli v průběhu creepové expozice. Zvýšením mikrostrukturní stability je možné dosáhnout posuvu inflexního bodu k velmi dlouhým časům. V ideálním případě by se měl inflexní bod vyskytovat na křivce creepové pevnosti při pracovní teplotě až za hranicí předpokládané návrhové životnosti výrobků z dané oceli. Výskyt inflexního bodu na časové závislosti meze pevnosti při tečení žárovevných feritických ocelí významně komplikuje extrapolaci výsledků krátkodobých zkoušek tečení, a tím i spolehlivost predikce meze pevnosti při tečení [5].

Vlivem vysokého obsahu chromu a dalších legujících prvků v ocelích dochází k posuvu křivek rozpadu austenitu v ARA diagramech k dlouhým časům. Díky tomuto posuvu jsou plně prokalitelné v tlustých průřezích. Transformační charakteristiky ocelí závisí na chemické složení oceli. Vliv jednotlivých legujících prvků na teploty  $A_{c1}$  a  $M_s$  je obsažen v tab. 3 [1].

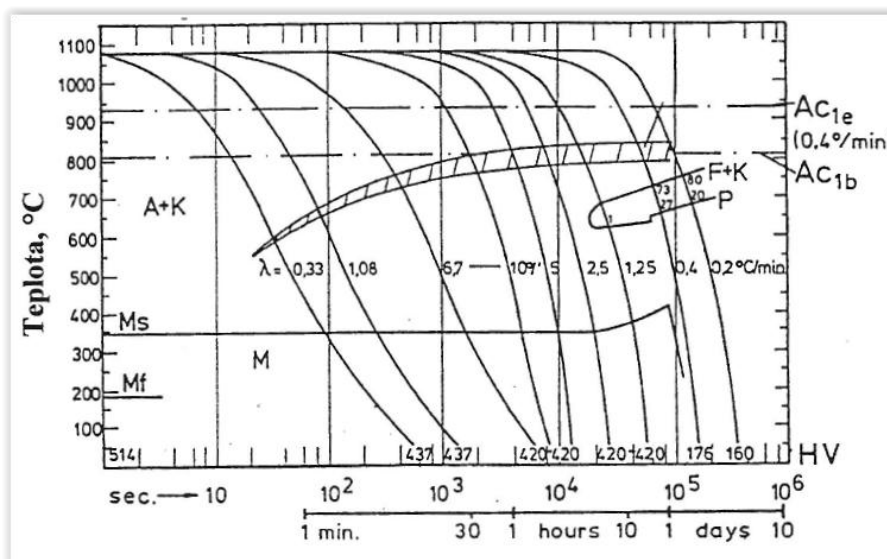


Tabulka 3 - Vliv 1hm% legujících prvků na teploty  $A_{c1}$  a  $M_s$  [1].

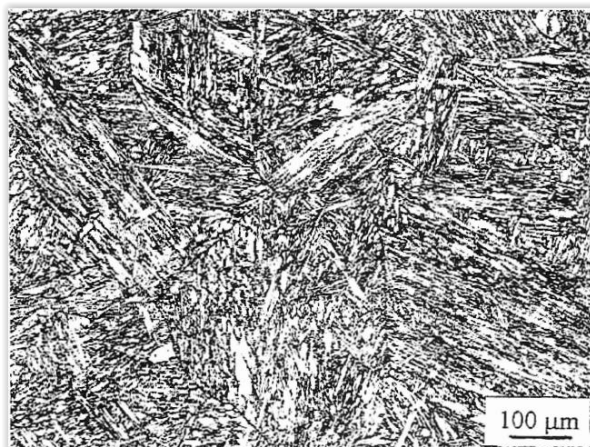
Prvek	Změna $A_{c1}$	Změna $M_s$
C		-474 °C
Nb		-11 °C
Cu		-10 °C
W		-11 °C
Cr		-17 °C
V	+50 °C	-11 °C
Co	-5 °C	+15 °C
Mo	+25 °C	-21 °C
Ni	-30 °C	-17 °C
Si	+25 °C	-11 °C
Mn	-25 °C	-33 °C
Al	+30 °C	

Modifikované oceli jsou především používány ve stavu normalizačně žíhaném nebo zušlechtěném. Zvolení optimální teploty austenitizace podléhá chemickému složení dané oceli. Zvolená austenitizační teplota by měla zabezpečit rozpuštění většiny částic minoritních fází, aniž by došlo k zvětšení zrna austenitu. Dále by během austenitizace neměl vznikat  $\delta$ -ferit [1,5].

Typické transformační charakteristiky této skupiny ocelí demonstruje obr. 3, kde je ARA diagram oceli 12CrMoVNb s vyznačením oblasti precipitace (šrafovaná oblast), který je podobný ARA diagramům ocelí COST F a FB2. K precipitaci dochází již během ochlazování z austenitizační teploty. Z diagramu vyplývá, že v širokém pásmu ochlazovacích rychlostí vzniká martenzit. V případě velmi nízkých rychlostech ochlazování se austenit rozpadá za vzniku feriticko-karbidické mikrostruktury. Výsledkem martenzitické transformace je laťkový martenzit (obr. 4).



Obr. 4 - ARA diagram oceli 12CrMoVNb [5]



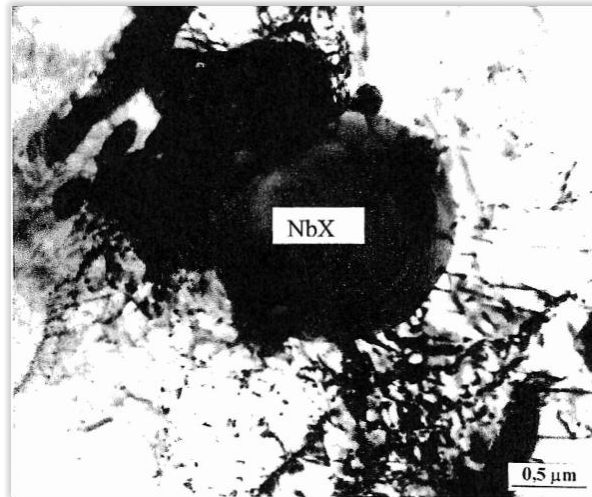
Obr. 5 - Lat'kový martenzit v oceli P91 (struktura odpovídá strukturám oceli F a FB2) [5]

Eutektoidní obsah uhlíku v modifikovaných (9-12)%Cr ocelích se pohybuje od 0,1 až 0,15 %, a proto je možné při nižších rychlostech ochlazování ocelí s vyšším obsahem uhlíku očekávat vylučování karbidů v austenitu bohatých na chrom. Oblast precipitace je vyznačena v ARA diagramu na obr. 4 jako šrafovaná oblast. Precipitací těchto karbidů dojde ke změně složení austenitu, především ke snížení obsahu uhlíku a chromu. Díky tomu dojde k mírnému nárůstu  $M_s$  a tím snížení tvrdosti vzniklého martenzitu.

Pokles tvrdosti martenzitu při středních rychlostech ochlazování souvisí s precipitací částic  $\epsilon$ -karbidu nebo cementitu. Při studiu martenzitu v oceli P91, vzniklého při středních rychlostech ochlazování, bylo prokázáno, že v mikrostruktuře se vyskytují velké desky obsahující četné částice cementitu a nižší hustotu dislokací než okolní martenzitické lat'ky, kdy částice  $\epsilon$ -karbidu vznikly mechanismem samopopuštění martenzitu.

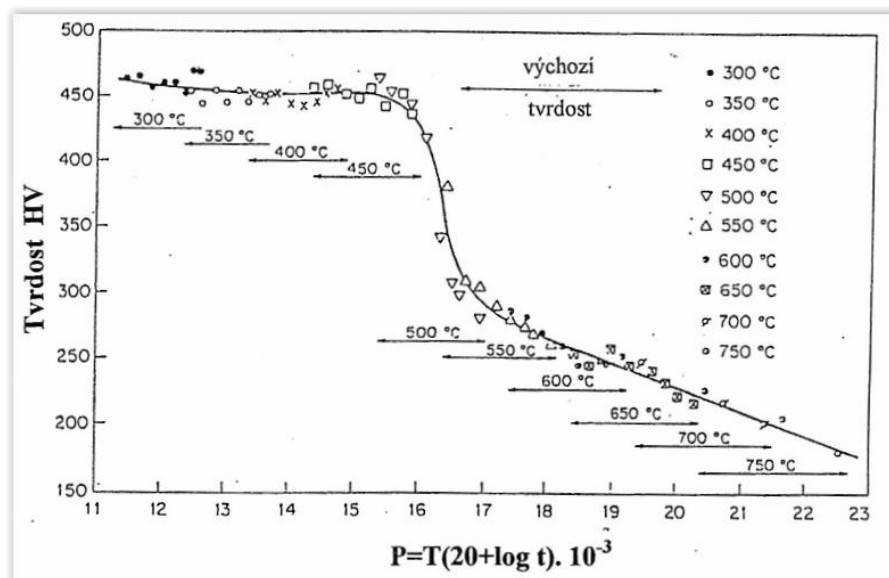
Vlivem pomalých rychlostí ochlazování dochází ke vzniku feriticko-karbidické směsi v mikrostruktuře, tento jev je doprovázen výrazným poklesem tvrdosti materiálu. Snížená tvrdost vede k nežádanému poklesu žárovevných vlastností ocelí.

Doba austenitizace může u rozměrných součástí dosáhnout několika desítek hodin, a proto modifikované 9-12%Cr oceli obsahují malé množství niobu. Díky přítomnosti niobu se vytvoří částice NbX, kde X je uhlík nebo dusík. Rovnovážná rozpustnost niobu v kovové matici je i při vysokých teplotách velmi malá, a proto se částice NbX v průběhu austenitizace rozpouštějí částečně, viz obr. 6. Nerozpuštěné částice NbX brání růstu austenitických zrn. Dále tyto částice obsahují malá množství chromu, vanadu a tantalu. [1,2,5]



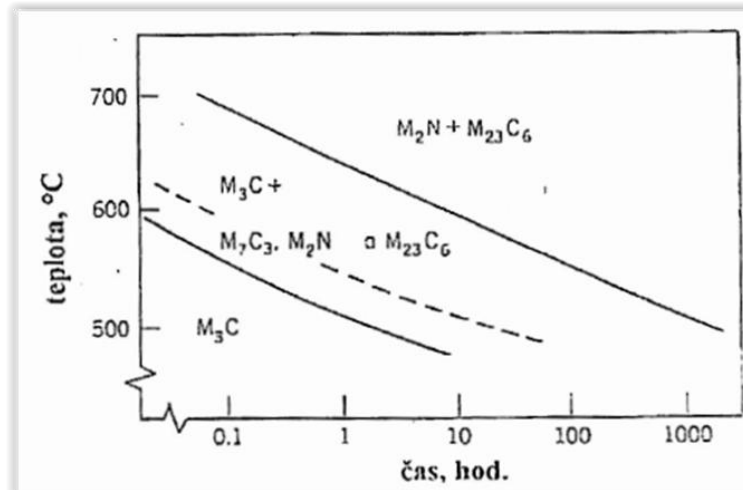
Obr. 6 - Nerozpuštěná globulární částice NbX v modifikované oceli po austenitizaci na teplotě 1150 °C [5]

Tvrdość martenzitu 12%Cr-0,14%C oceli je závislá na teplotně-časových parametrech popouštění. Tato závislost je zdokumentována na obr. 7. Průběh závislosti ukazuje, že k nejvyššímu poklesu dochází při hodnotách  $P = 16 \div 17$ , což odpovídá popouštění na teplotách 500-550 °C. Dále při vyšších a nižších hodnotách parametru P jsou změny tvrdosti martenzitu pozvolnější. Podobný průběh mají i popouštěcí křivky modifikovaných 9-12%Cr ocelí, což prokazuje, že přísada silných feritotvorných a karbidotvorných prvků v ocelích nevyvolává v průběhu popouštění jev sekundárního vytvrzení.

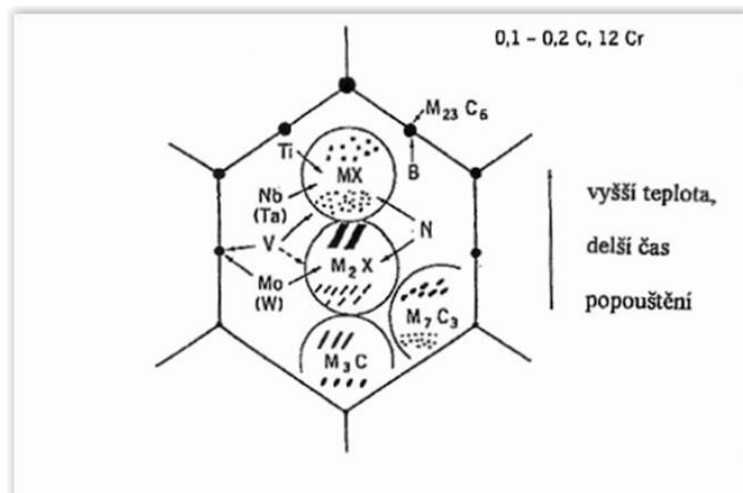


Obr. 7 - Závislost tvrdosti martenzitu oceli 12%Cr-0,14%C na teplotně-časových parametrech popouštění [5]

Precipitační reakce probíhající v 12%Cr ocelích v závislosti na časově-teplotních parametrech popouštění jsou znázorněny na obr. 8 a 9. Částice cementitu  $M_3C$  precipitují v martenzitické matici při nízkých teplotách popouštění. Při vyšších teplotách anebo delších časech popouštění je precipitace  $M_3C$  doprovázena vylučováním částic  $M_2X$  a karbidů  $M_7C_3$ , které jsou bohaté na dusík. Výrazný pokles tvrdosti při hodnotách  $P = 16 \div 17$  je spojen s intenzivní precipitací částic minoritních fází a poklesem hustoty dislokací v martenzitu. Zvýšením hodnot  $P$  dochází k poklesu stability fází  $M_3C$  a  $M_7C_3$ , kde ty karbidické fáze jsou následně nahrazeny karbidy typu  $M_{23}C_6$  bohaté na chrom. Rovněž může dojít k náhradě části  $M_2X$  za fáze  $MX$ . Precipitační procesy při vysokých teplotách anebo dlouhých časech popouštění jsou doprovázeny postupnou rekrystalizací matrice [1,3,5].



Obr. 8 - Diagram precipitace minoritních fází v 12%Cr oceli během popouštění [5]



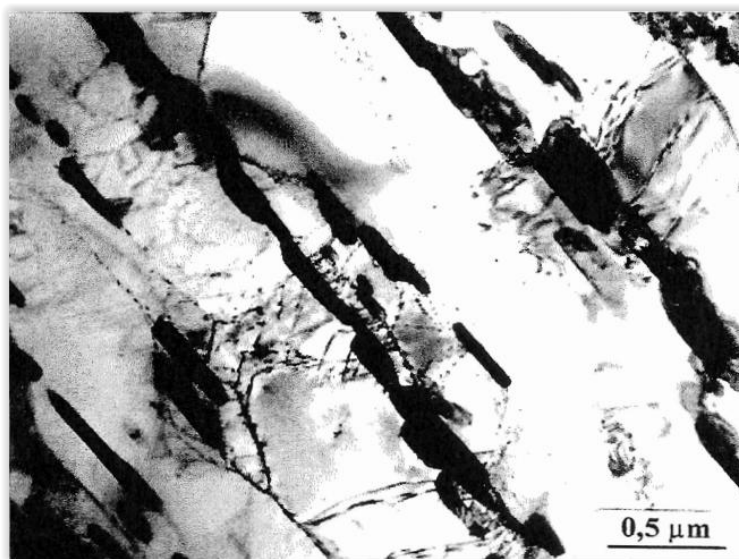
Obr. 9 - Schéma precipitačních reakcí v 12%Cr oceli v závislosti na teplotě a době popouštění [5]

Chemické složení a účel použití diskutovaných ocelí nejvíce ovlivňuje teplotně-časové parametry popouštění. Např. u ocelí legovaných wolframem musí být pro dosažení určité pevnosti použity vyšší teploty a delší doba popouštění než u ocelí legovaných molybdenem. V případě ocelí pro spalovací kotle je popouštění prováděno na teplotách těsně pod  $A_{c1}$ , čímž se dosáhne mikrostruktury s nejvyšší stabilitou. Teplota popouštění je zpravidla o 100-200 °C

vyšší než provozní teplota. U ocelí používaných pro rotory se využívá dvoustupňového popouštění. Účelem prvního stupně popouštění na teplotě cca 570 °C je potlačení izotermického rozpadu zbytkového austenitu, ke kterému dochází při následném vychlazení rotorů. Teplota druhého popouštění se volí v závislosti na požadované úrovni meze kluzu, obvykle je vyšší než 690 °C [5].

Nejdůležitější z přítomných karbidických fází v 9-12%Cr ocelí je chromem bohatá fáze typu  $M_{23}C_6$ . Tyto karbidické částice nukleují nejčastěji na hranicích původních austenitických zrn a podél hranic martenzitických latěk, obr. 10. V případě nukleace podél hranic martenzitických latěk jsou částice mírně potaženy. V této fázi se dále kromě chromu a uhlíku rozpouštějí významná množství železa, molybdenu a wolframu. Dále částice  $M_{23}C_6$  obsahují malá množství vanadu a niobu. Dusík a křemík se v této fázi prakticky nerozpouští.

Je-li ocel legována bórem, bylo zjištěno, že částice  $M_{23}C_6$  obsahují bór. Množství bóru obsaženého v karbidech se pohybuje od 50 do 100 % z celkového obsahu bóru v oceli. Kalením dojde, že se významné množství bóru bude koncentrovat na hranicích původních austenitických zrn, a proto částice  $M_{23}C_6$  vyloučené na těchto hranicích obsahují více bóru než částice vyloučené na hranicích martenzitických latěk. Jeden z předpokladů udává, že bór zvyšuje rychlost nukleace částice  $M_{23}C_6$ , a to má za následek jemnější distribuci částic této fáze v kovové matici. Výsledky distribuce atomů bóru v částicích  $M_{23}C_6$  nejsou však jednotné. Např. Lundin zjistil rovnoměrné rozdělení atomů bóru uvnitř karbidů  $M_{23}C_6$ , zatímco Schwind popsal zvýšené koncentrace bóru těsně pod povrchem karbidů  $M_{23}C_6$ . Výsledky rozměrové stability karbidů  $M_{23}C_6$  poukazují na fakt, že rychlost tuhnutí částic  $M_{23}C_6$  v ocelích s přísadou bóru je zřetelně pomalejší [1,5].



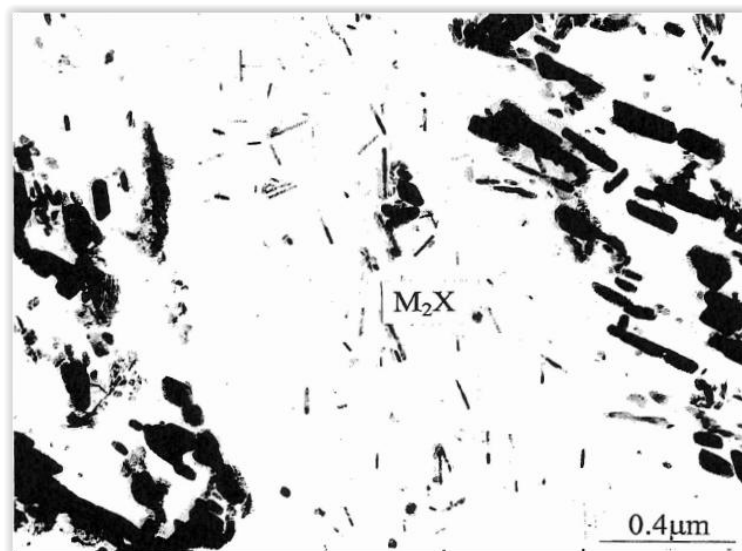
Obr. 10 - Preferenční precipitace částic  $M_{23}C_6$  podél rozhraní martenzitických latěk [5]

Provádí-li se popouštění martenzitu, vylučují se částice dusíkem bohatých minoritních fází. Typ precipitujících fází závisí na chemickém složení ocelí a parametrech popouštění. Mikrostrukturním rozbohem 12CrMoVNbN ocelí bylo zjištěno, že pokud dochází k popouštění na teplotách pod 700 °C, jsou v kovové matici přítomny částice  $M_2X$ , místo toho u popouštění při vyšších teplotách se v matici vyskytují MX fáze.

V každém typu 9-12% Cr ocelí byla identifikována celá řada izostrukturních  $M_2X$  fází. Tyto fáze se odlišují chemickým složením a parametry hexagonální krystalové mříže. Difrakce  $M_2X$  prokázala, že se jedná o fázi izostrukturní s  $Cr_2N$  s mřížovými parametry  $a = 0,476\text{nm}$  a  $c = 0,433\text{nm}$ . Pomocí EDX mikroanalýzy bylo potvrzeno, že hlavním substitučním prvkem v této fázi je chrom. Při analýze velmi lehkých prvků bylo zjištěno, že se jedná o téměř čisté nitridy [5].

Částice  $M_2X$  precipitují převážně uvnitř martenzitických latěk mající tvar jehlic, obr. 11. V případech popouštění při nízkých teplotách 450-500 °C však byly zjištěny i globulitické  $M_2X$  částice.

V ocelích používané převážně na rotory dochází k intenzivní precipitaci částic  $M_2X$  v průběhu prvního stupně popouštění na teplotě 570 °C a částice této fáze jsou v mikrostruktuře zachovány i po následném popouštění na vyšší teplotě. Stabilitu částic  $M_2X$  během dlouhodobé creepové expozice ovlivňuje hlavně chemické složení oceli a teplota expozice. V případě ocelí typu 12Cr-5MoV bylo zjištěno, že během creepu na teplotě 550 °C mohou být částice této fáze v mikrostruktuře obsaženy i po expozici delší než 100 000 h. Se zvyšující se teplotou creepové expozice se stabilita částic  $M_2X$  snižuje a snaží se přejít do termodynamicky stabilnějšího stavu, může být nahrazena fázemi MX [1,5].



Obr. 11 - Jehlice fáze  $M_2X$  uvnitř martenzitických latěk [5]

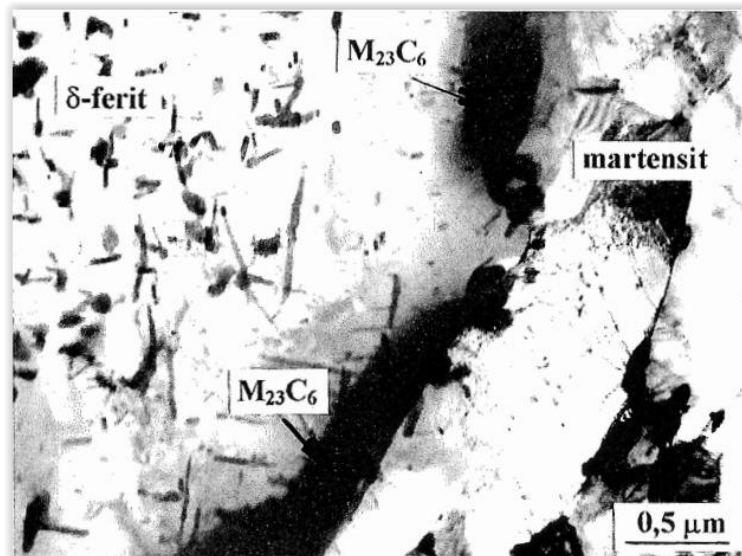
Zkoumání oceli 10Cr1,5MoVNbB po tepelném zpracování prokázalo jehlicovité částice v popouštěném martenzitu jako částice  $M_2X$  přesněji typu  $Mo_2C$ . Předpokladem precipitace této minoritní fáze v 9-12%Cr ocelí je vysoký obsah molybdenu. V důsledku uspořádání intersticiálních atomů na dlouhou vzdálenost dochází ke vzniku super mřížky ve fázi  $Mo_2C$  podobně jako u  $Cr_2N$ . Zatímco pro fázi  $Cr_2N$  je typická hexagonální nadmřížka, fáze se vyznačuje ortorombickou nadmřížkou.

V průběhu popouštění 9-12%Cr ocelí na teplotě  $\sim 700$  °C a vyšší precipitují v martenzitické matici částice MX. Tato fáze je zpravidla označována jako sekundární MX fáze nebo (V, Nb)X, s cílem odlišit ji od nerozpuštěných primárních NbX částic. Sekundární MX fáze je bohatá vanadem, kromě toho se v dané fázi rozpouští chrom a niob. Karbidy a nitridy typu MX jsou navzájem plně rozpustné a vytváří kontinuální tuhé roztoky karbonitridů. V případě 9-12% Cr ocelí bylo prokázáno, že se jedná o téměř čisté nitridy. Fáze MX precipitují ve formě malých destiček. Částice sekundární MX fáze se výhradně vylučují na dislokacích uvnitř latěk/subzrn kovové matrice. V několika případech byla pozorována heterogenní nukleace sekundárních MX částic na povrchu nerozpuštěných, globulárních NbX částic. Tento komplex částice je označován jako „V-wings“. Mechanismus, jenž slouží k vylučování fáze MX, způsobuje snížení precipitačního zpevnění vyvolané částicemi této fáze. Dále bylo zjištěno, že precipitaci sekundárních částic MX fáze v 9-12%Cr ocelích významně ovlivňuje obsah hliníku. Např. ocel typu 12CrMoV s obsahy 0,048 % Al a 0,0172 % N vykazovala přibližně o jeden řád vyšší rychlost tečení a o cca 30 % nižší hodnotu  $R_m$  než stejná značka oceli s obsahem hliníku v rozmezí 0,003-0,013 %. V případě vyššího obsahu hliníku dochází k precipitaci částic AlN, které brání precipitaci jemných částic dusíkem bohatých fází typu MX případně  $M_2X$ . Dalším negativním příspěvkem hliníku je nadstechiometrický poměr Al:N, který způsobuje anomálie na creepových křivkách [5,6,7].

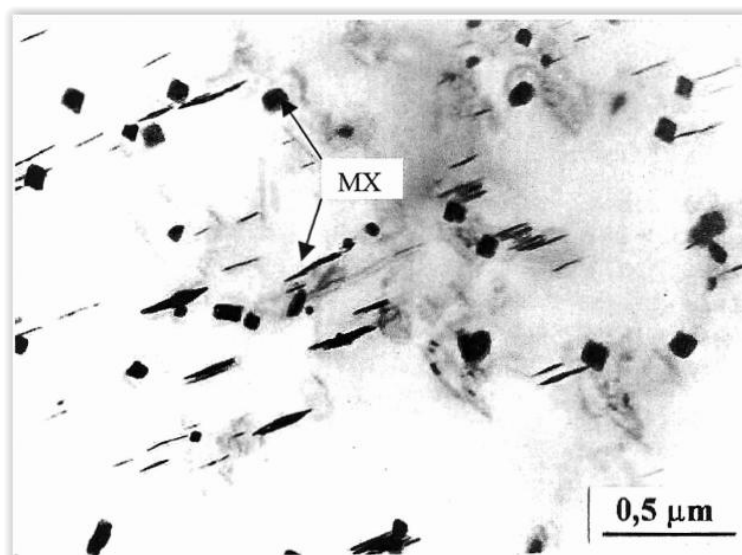
Částice dusíkem bohatých minoritních fází  $M_2X$  a MX jsou obvykle distribuovány heterogenně v popuštěném martenzitu. Obě fáze  $M_2X$  a MX nukleují přednostně uvnitř martenzitických latěk na dislokacích. Bylo-li provedeno normalizační žihání, vyskytly se v martenzitu molekulární ionty  $MoN^+$ . Tento jev byl popsán jako důsledek interakce mezi atomy dusíku a molybdenu v austenitu po martenzitické transformaci. Následné popouštění způsobilo rozpad komplexních iontů a precipitaci nitridických fází. Příčinou heterogenní distribuce fází s dusíkem v kovové matici mohou být lokální rozdíly v hustotě dislokací po martenzitické transformaci.

Dalším typem jemných částic jsou nitridy a karbidy titanu typu MX v kovové matici 9-12%Cr ocelí. Tyto fáze se vyznačují nízkou rozpustností jak ve feritu, tak i v austenitu. Nízká rozpustnost značně komplikuje řízené ovládání mikrostruktury a mechanických vlastností ocelí zpevněných částicemi těchto fází konvenčním tepelným zpracováním [5,6].

Částice vysokoteplotního  $\delta$ -feritu v předmětné skupině ocelí jsou obohaceny atomy feritotvorných prvků, především chromu, molybdenu, wolframu, křemíku a vanadu. Tyto feritotvorné prvky vytváří předpoklady pro intenzivní precipitační procesy uvnitř těchto útvarů v průběhu popouštění. Typy precipitujících fází a intenzita precipitačních procesů závisí na chemickém složení i na parametrech popouštění. Na rozhraní  $\delta$ -ferit/martenzit se zpravidla vyskytují hrubé částice karbidického typu  $M_{23}C_6$  a uvnitř  $\delta$ -ferit se mimo karbidických částic nachází větší množství částic MX než v okolní martenzitické matici, které je možné vidět na obr. 12 a obr. 13.



Obr. 12 - Hrubé částice karbidů  $M_{23}C_6$  na rozhraní  $\delta$ -ferit/martenzit [5]

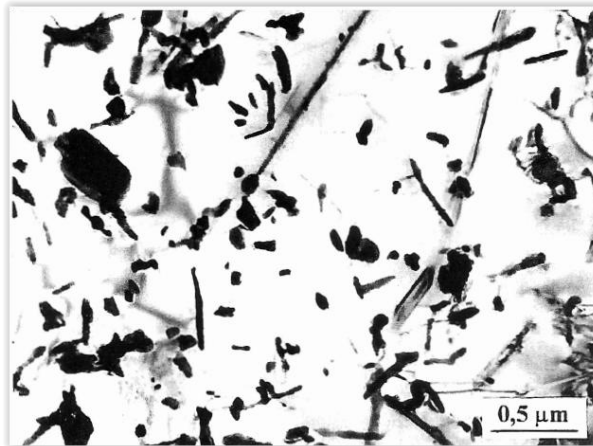


Obr. 13 - Precipitace částic MX v  $\delta$ -feritu [5]

Obsahuje-li ocel 1,8 % wolframu, dochází k intenzivní precipitaci částic  $Fe_2W$  Lavesovy fáze, kdy v případě popouštěném martenzitu částice této fáze nebyly pozorovány. Lavesova fáze je znázorněna na obr. 14. Při pomalém ochlazení dvoufázové struktury austenitu a  $\delta$ -feritu se mohou na povrchu útvarů vysokoteplotního  $\delta$ -feritu vylučovat filmy proeutoidního feritu, vlivem epitaxiálního mechanismu. V důsledku rozdílného chemického složení  $\delta$ -feritu a proeutoidního feritu vznikají v průběhu popouštění na okrajích feritických útvarů zóny bez precipitátu. Popouštěním dochází k významným změnám dislokační substruktury v martenzitické matici, kdy změna těchto změn závisí hlavně na chemickém složení oceli a parametrech popouštění. V některých případech dochází pouze k poklesu hustoty statisticky náhodně uspořádaných dislokací uvnitř martenzitických latic, zatímco v jiných případech vznikají dislokační buňky nebo zřetelně definovaná subzrna. Změny



dislokační substrukтуры jsou bržděny částicemi precipitátu přítomnými v kovové matici [1,5,6].



Obr. 14 - Precipitace Lavesovy fáze typu  $Fe_2W$  v  $\delta$ -feritu [5]

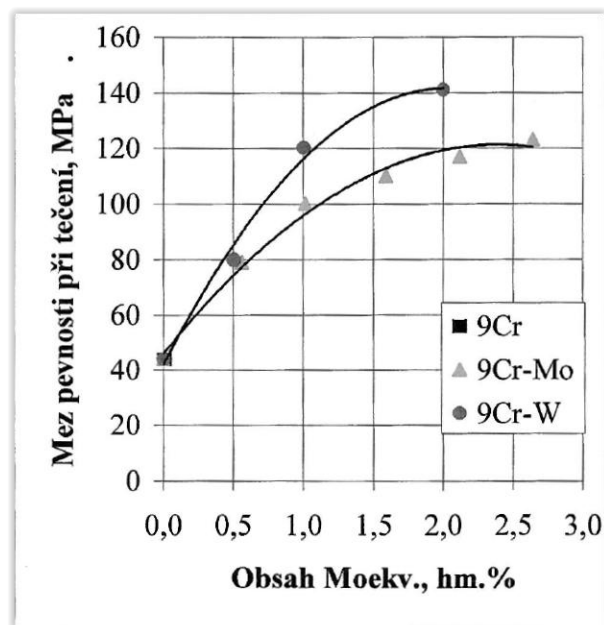
Modifikované 9-12%Cr oceli jsou tvořeny popuštěnou martenzitickou mikrostrukturou, posléze jsou tepelně zpracovány (normalizační žíhání a popouštění). Přestože v některých místech se může vytvořit značné množství  $\delta$ -feritu. Popuštěný martenzit skládající se z původních austenitických zrn je oddělen vysokoúhlovou hranicí zrn. Tato zrna jsou dále dělena v pakety martenzitických latic. Popouštěním se vytvoří subzrna nízkoúhlovou hranicí. Hustota dislokací popuštěného martenzitu je vysoká  $10^{14} m^{-2}$ .

### 3 Vliv tečení na mikrostrukturu svarových spojů modifikovaných (9-12)%Cr ocelí.

Nejvýznamnější z hlediska odolnosti 9-12%Cr ocelí proti tečení mají tyto mechanismy zpevnění:

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

Hlavním příspěvkem pro zpevnění tuhého roztoku v 9-12%Cr ocelích jsou především atomy molybdenu a wolframu. Překračuje-li obsah molybdenu anebo wolframu mez rozpustnosti, dochází v průběhu creepové expozice k precipitaci minoritních fází bohatých na molybden a wolfram, především Lavesovy fáze, případně částic  $M_6X$ . Následkem vylučování těchto fází dochází k prudkému poklesu obsahů molybdenu a wolframu v tuhém roztoku. Např. v případě oceli 92 obsahující 1,8 % W bylo zjištěno, že po creepové expozici po dobu 20 000 h na teplotě 600 °C klesne obsah wolframu v matici na jednu třetinu celkového obsahu [5].

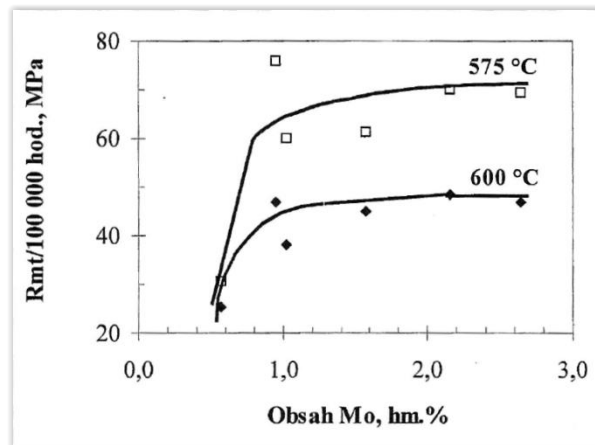


Obr. 15 – Závislost meze pevnosti při tečení na obsazích molybdenu a wolframu [5]

Na obr. 15 je znázorněna závislost mezi pevností při tečení  $R_{mT/10^5h/600^{\circ}C}$  obsahu molybdenu a wolframu v 9%Cr oceli. Z obr. 15 vyplývá, že lineární závislost mezi úrovní meze pevnosti při tečení a obsahy molybdenu a wolframu je zachována jen do hodnoty  $Mo_{ekv} \sim 1 \%$ .

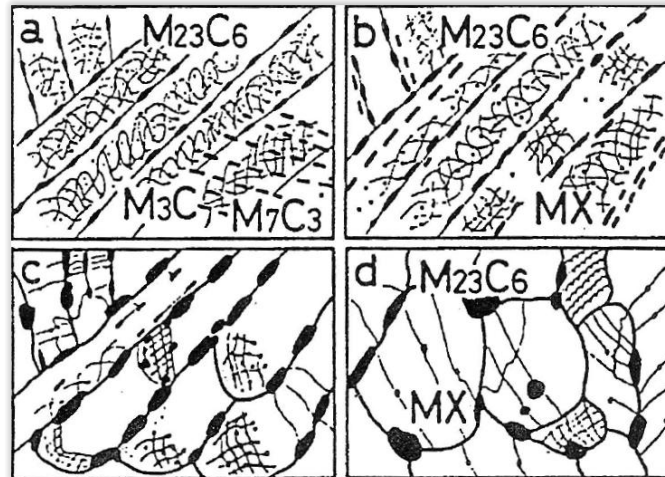
S poklesem rychlosti tečení dochází k dalšímu snižování efektivní hodnoty  $Mo_{ekv}$  obr. 16. Na základě těchto údajů se doporučuje limitovat celkový obsah Mo a W na hodnoty  $Mo_{ekv} \geq 1 \%$ . V případě  $Mo_{ekv} \sim (1,2-1,5)$  je překročena mez rozpustnosti prvků, a proto

dochází k intenzivní precipitaci molybdenem anebo wolframem bohatých fází při creepové expozici.

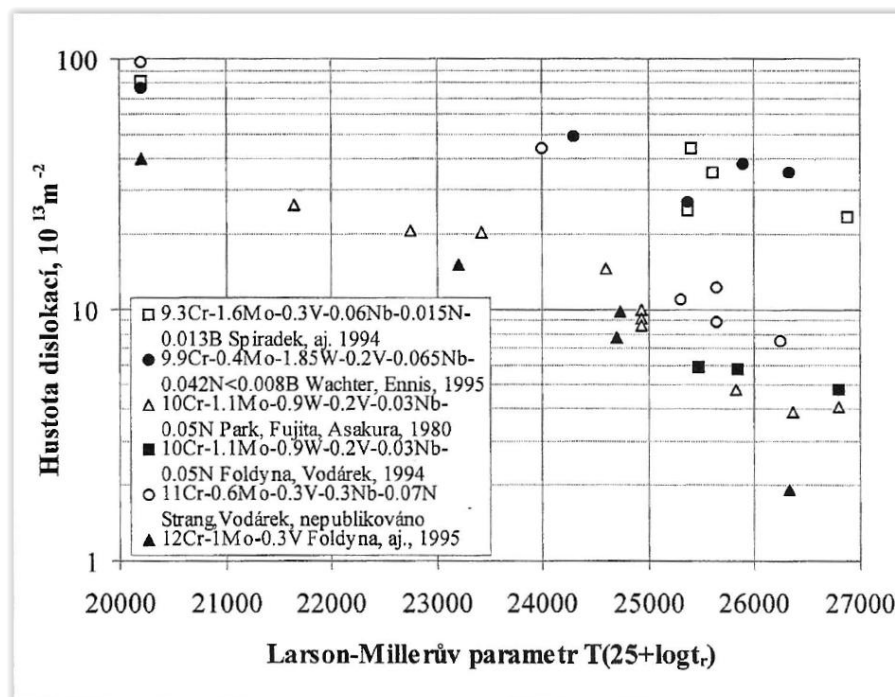


Obr. 16 - Vliv obsahu molybdenu v 9%Cr oceli na mez pevnosti při tešení pro 100000h [5]

Precipitační zpevnění v průběhu dlouhodobého žhání nebo creepu závisí na rozměrové a termodynamické stabilitě jednotlivých fází, které v oceli precipitují. Klíčový vliv na kinetiku změn dislokační substruktury má stabilita částic. Creepová deformace urychluje kinetiku změn mikrostruktury. Pro dosažení vysoké žárovečnosti 9-12%Cr ocelí je důležité, aby změny dislokační substruktury probíhaly v průběhu creepové expozice co nejpomaleji. Původní martenzitické laťky jsou pozvolna nahrazovány subzrny, které pozvolna rostou (obr. 17). Největší význam pro stabilizaci hranic subzrn mají karbidické částice precipitátu  $M_{23}C_6$ . Tento mechanismus zpevnění je označován jako „karbidy stabilizované substrukturní zpevnění“. Dále v průběhu žhání nebo creepu dochází k přerozdělení dislokací. Toto přerozdělení je doprovázeno výrazným poklesem hustoty dislokací v kovové matici. Významný vliv na stabilitu dislokační substruktury uvnitř latěk/subzrn mají intragranulární částice precipitátu, především sekundární MX fáze. Bylo prokázáno, že-li v 9-12%Cr oceli přisada bóru, dochází k výrazně pomalejšímu poklesu hustoty dislokací (obr. 18). Příčina tohoto jevu by mohla souviset s opakovanou precipitací velmi jemných částic MX na dislokacích (latent creep resistance). Vzhledem k tomu, že zpomalení zotavení dislokační substruktury se projevuje i v ocelích s nízkým obsahem dusíku, kde je podíl precipitujících částic MX malý, je pravděpodobné, že snížení pohyblivosti dislokací je důsledek segregace atomů bóru k dislokacím [1,2,5,].



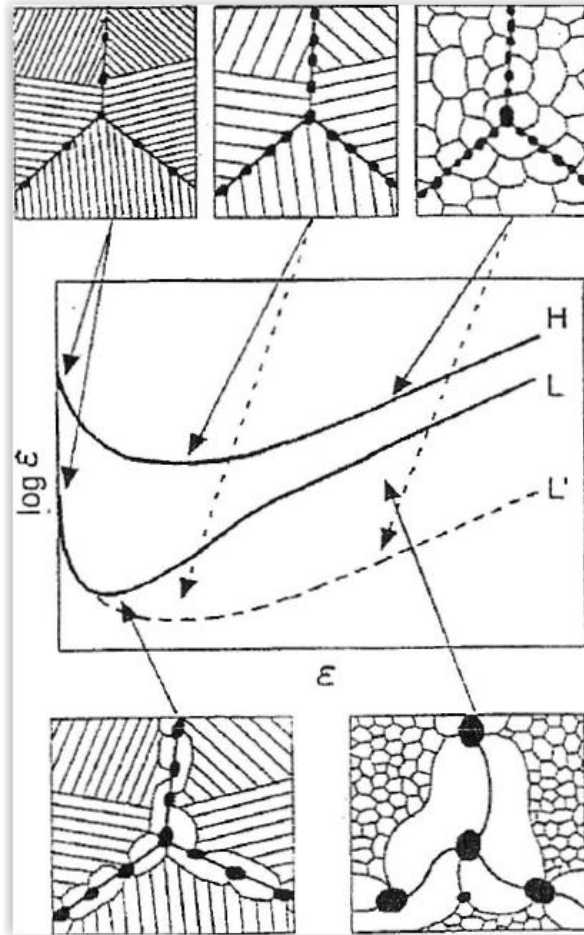
Obr. 17 - Mikrostrukturní změny během creepu 12%Cr ocelí, a) PLM =21500, b) PLM =23500, c) PLM =25000, d) PLM =26500 (PLM- Larson-Millerův parametr) [5]



Obr. 18 - Pokles hustoty dislokací v modifikovaných 9-12%Cr ocelích v průběhu creepu na teplotě 600°C [5]

Studiem vzorků z oceli P91 po zkouškách tečení byly pozorovány jevy heterogenního zotavení případně rekrystalizace kovové matrice v blízkosti hranic původních austenitických zrn. Při vysokých napětích probíhala tvorba a růst subzrn rovnoměrně v celé deformované části zkušební tyče, zatímco při nízkých napětích probíhaly procesy zotavení heterogenně a v okolí hranic původních austenitických zrn byla pozorována pásma hrubých subzrn s nízkou hustotou dislokací. V případě vysokých napětí bylo dosaženo minimální rychlosti creepu při vysoké deformaci (obr. 19). Přednostní rekrystalizace v okolí hranic původních

austenitických zrn při nízkých napětích urychlila začátek terciárního creepu a minimální rychlosti creepu bylo dosaženo při nižší hodnotě deformace. Příčinou výrazného snížení lomové houževnatosti by mohlo být heterogenní zotavení případně rekrytalizace, protože creepová deformace byla koncentrována především do zotavených oblastí v okolí hranic původních austenitických zrn [5,7].



Obr. 19 - Schématické znázornění vlivu heterogenní rekrytalizace na rychlosti creepu [5]

V nejvíce zastoupené částice v mikrostruktura ocelí jsou  $M_{23}C_6$ . Během creepové expozice dochází k pozvolným změnám chemického složení fáze  $M_{23}C_6$ , které při teplotách 550-600 °C probíhají několik desítek tisíc hodin. Hnací silou těchto změn je rozdíl mezi termodynamicky rovnovážným složením dané fáze při teplotě popouštění a teplotě creepu, která je obvykle nižší o 100 až 200 °C. V průběhu creepové expozice dochází k nárůstu a následně k hrubnutí částic  $M_{23}C_6$ , což má za následek snížení počtu částic a zvětšování jejich střední velikosti. S rostoucím obsahem chromu (a též niklu) v (9-12)%Cr ocelích roste rychlost hrubnutí částic  $M_{23}C_6$  [5,6].

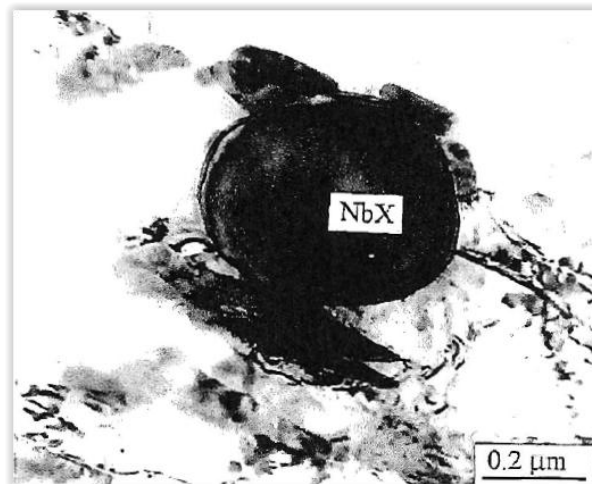
Stabilita disperzních částic  $M_2X$  během creepu závisí na chemickém složení a teplotě zkoušení. V průběhu creepové expozice v teplotním intervalu 600 až 650 °C jsou částice  $M_2X$  nestabilní kvůli vylučování sekundární MX fáze. Stabilita fáze  $M_2X$  silně závisí na obsahu niklu. Obsahuje-li ocel 0,5 % Ni, jsou částice  $M_2X$  stabilní po dobu delší než 100 000 h při

teplotě 550 °C. V případě obsahu niklu většího než 0,5 % dochází k redukci fáze  $M_2X$  v důsledku precipitace termodynamicky stabilnější fáze  $M_6X$ .

Vysoká odolnost 9-12%Cr ocelí proti tečení je připisována precipitací jemných částic sekundární MX fáze. Jedná se o nitridy, a proto objemový podíl částic této fáze je závislý na obsahu dusíku v tuhém roztoku. Částice MX mohou být v mikrostruktuře přítomny po tepelném zpracování nebo creepové expozici. Hlavní důvod precipitace částic MX je přesycení tuhého roztoku nebo přítomnost termodynamicky méně stabilních fází bohaté na dusík. Tyto částice jsou během žíhání nebo creepu velmi stabilní. V případě ocelí s přísadou niobu bylo prokázáno, že fáze MX nepředstavuje termodynamicky stabilní fázi. Dochází k rozpouštění této fáze v důsledku precipitace stabilnějšího nitridu s obecným vzorcem  $Cr(V,Nb)N$ . Jedná se o modifikovanou Z-fázi [4,5].

Nukleační rychlost modifikované Z-fáze v 9-12%Cr ocelí je velmi malá. Částice Z-fáze se vylučují ve formě tenkých destiček, které rychle rostou, a proto nepřispívají k precipitačnímu zpevnění. V těsné blízkosti částic Z-fáze byly často pozorovány částice karbidů typu  $M_{23}C_6$ . Je možné předpokládat, že některé z těchto karbidických částic vyprecipitovaly v průběhu creepové expozice v důsledku uvolnění uhlíku z rozpouštějících se částic NbX. Vylučování Z-fáze bylo postupně identifikováno v celé řadě 9-12%Cr ocelí s přísadou niobu a dusíku [1].

Částice modifikované Z-fáze byly často pozorovány na povrchu primárních částic NbX (obr. 20), které se během dlouhodobé tepelné nebo creepové expozice postupně rozpouštěly. Dále docházelo k rozpouštění jemných vytvrzujících částic  $M_2X$  a MX. Díky tomu, můžeme označit precipitaci modifikované Z-fáze za významný mechanismus degradace mikrostruktury 9-12%Cr ocelí. Vylučování Z-fáze bylo postupně identifikováno v celé řadě 9-12%Cr ocelí s přísadou niobu a dusíku [1,5,6].



Obr. 20 - Precipitace Z-fáze na povrchu primární NbX částice, expozice: 600°C/7247h [5]

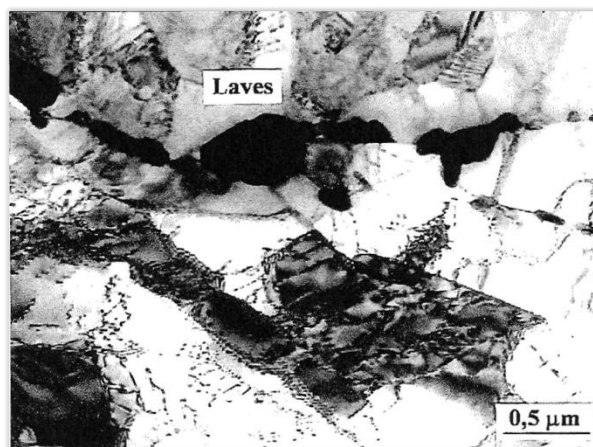
V závislosti na obsahu molybdenu anebo wolframu v 9-12%Cr ocelích může docházet k precipitaci Lavesovy fáze v průběhu žíhání či creepové expozice. Precipitace Lavesovy fáze probíhá již při obsahu 0,6 % Mo v oceli. Stabilita fáze závisí na typu. Lavesova fáze typu  $Fe_2Mo$  je stabilní pouze do teploty 650 °C, zatímco fáze typu  $Fe_2W$  je stabilní do 750 °C.

Tyto fáze jsou izostrukturální (hexagonální mříž, strukturální typ  $MgZn_2$ ) a mají podobné mřížové parametry. Strukturální podobnost je příčinou vzájemné zastupitelnosti wolframu a molybdenu v Lavesově fázi v závislosti na chemickém složení ocelí. Dalšími prvky, které se rozpouští v Lavesově fázi jsou chrom a křemík. Obsahuje-li ocel větší obsah křemíku, dochází k akceleraci tvorby Lavesovy fáze. Předpokládá se, že křemík má za následek rozšíření oblasti stability Lavesovy fáze.

Částice Lavesovy fáze často nukleují na jiných minoritních fázích, především  $M_{23}C_6$ ,  $\epsilon$ -Cu nebo MX, a je pro ně typická velká hustota mřížových poruch, zejména vrstevných chyb. Výhradní nukleace částic Lavesovy fáze na částicích  $M_{23}C_6$  souvisí se skutečností, že v těsné blízkosti rozhraní  $M_{23}C_6$ /matrice je vyšší obsah křemíku než v okolní matrici. To je způsobeno faktem, že křemík se v karbidech  $M_{23}C_6$  nerozpouští a je vytěsňován do okolní matrice. Nukleace částic Lavesovy fáze na cizorodých částicích snižuje potenciál precipitačního vytvrzení vyvolaného touto fází. Nejčastějším místem výskytu Lavesovy fáze jsou hranice původních austenitických zrn nebo subzrn. Útvary této fáze rychle rostou. Růst Lavesovy fáze je závislý na chemickém složení oceli a teplotě expozice. Po dlouhé creepové expozici je obvykle Lavesovo fáze tvořena nejhrubšími částicemi, a proto není příliš významný příspěvek k dlouhodobému precipitačnímu zpevnění 9-12%Cr ocelí. Lavesovy fáze v oceli typu HCM12A po tepelné expozici na teplotě 600 °C je ukázána na obr. 23 [1,5,6].

Další minoritní fází, která tvoří v mikrostruktuře oceli hrubé částice je  $M_6X$ , kde X je uhlík, dusík. Tvorbu této fáze v 9-12%Cr ocelích usnadňuje vysoký obsah molybdenu a wolframu. Precipitace  $M_6X$  je doprovázena rozpouštěním jemných  $M_2X$  nebo MX částic.

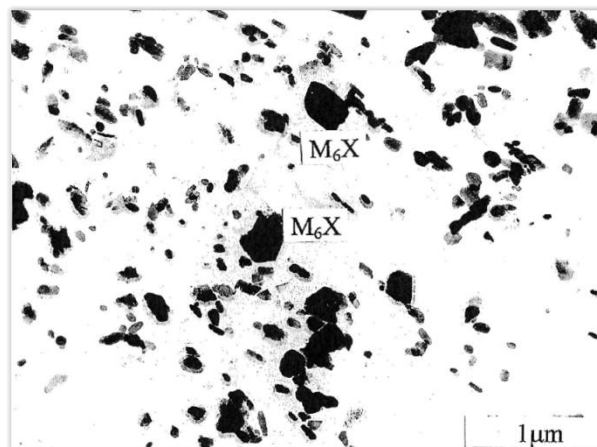
Fáze  $M_6X$  rozpouští významná množství molybdenu, wolframu, chromu a niklu. Mimo jiné se v dané fázi rozpouští množství křemíku, vanadu a železa. Rozpouštění disperzních částic nitridických fází v průběhu precipitace  $M_6X$  ukazuje, že tato fáze obsahuje uhlík i dusík. Hrubé částice  $M_6X$  nepřispívají k precipitačnímu zpevnění ocelí. Výsledkem vysokého obsahu molybdenu a wolframu je precipitace  $M_6X$  doprovázená redukcí zpevnění tuhého roztoku.



Obr. 21 - Precipitace Lavesovy fáze v oceli HCM12A, parametry žhání: 600°C/12855h [5]

Podobně jako Z-fáze vylučování částic  $M_6X$  představuje významný mechanismus degradace mikrostruktury 9-12%Cr ocelí. Na obr. 21 je znázorněna distribuce částic minoritních fází v oceli 12Cr0,5MoV s obsahem 1,26 % niklu po žihání na teplotě 550 °C po dobu 14 731 h. Nejhrubší částice jsou tvořeny fází  $M_6X$ .

V oceli HCM12A byla k eliminaci vysokého obsahu feritotvorných prvků použita přísada 1 % Cu. Rozpustnost klesá s teplotou. Pokles rozpustnosti mědi usnadňuje nukleaci Lavesovy fáze. V průběhu creepové expozice v oceli HCM12A na teplotě 600 °C byl zaznamenán prudký pokles obsahu mědi v kovové matici. Rozměrová stabilita precipitujících částic  $\epsilon$ -Cu byla nízká, a proto nelze předpokládat významnější příspěvek těchto částic k precipitačnímu zpevnění 9-12%Cr ocelí. Tento výsledek odpovídá sekundárnímu vytvrzování feritických ocelí s přísadou mědi, kdy při teplotách popouštění nad 550 °C dochází k „přestárnutí“ [5].



Obr. 22 - precipitace  $M_6X$  částic v oceli 12Cr0,5MoV po tepelné expozici 550°C/14731h

Zkoumáním mikrostruktury žárovevných 9-12%Cr ocelí s přísadou do 6 % Co se prozatím neprokázala precipitace žádné kobaltem bohaté minoritní fáze. Nelze však její přítomnost vyloučit v případě ocelích legovaných wolframem a kobaltem, kde může precipitovat fáze  $M_6X$  typu  $W_3Co_3(C,N)$ . Předpokládá se, že částice této fáze hrubnou pomaleji než v případě ostatních fází typu  $M_6X$ . Pravděpodobnost precipitace této fáze však výrazně snižuje skutečnost, že během žihání nebo creepové expozice je z kinetických důvodů preferováno vylučování částic Lavesovy fáze typu  $Fe_2W$ , což má za následek výrazné ochuzení tuhého roztoku o wolfram a tím dochází k degradaci stability mikrostruktury oceli [1,6].

V těsné blízkosti částic Z-fáze byly často pozorovány částice karbidů typu  $M_{23}C_6$ . Je možné předpokládat, že některé z těchto karbidických částic vyprecipitovaly v průběhu creepové expozice v důsledku uvolnění uhlíku z rozpouštějících se částic NbX. Vylučování Z-fáze bylo postupně identifikováno v celé řadě 9-12%Cr ocelí s přísadou niobu a dusíku [1].



## 4 Standardní a zrychlené zkoušky tečení svarových spojů

### 4.1 Standardní zkoušky tečení

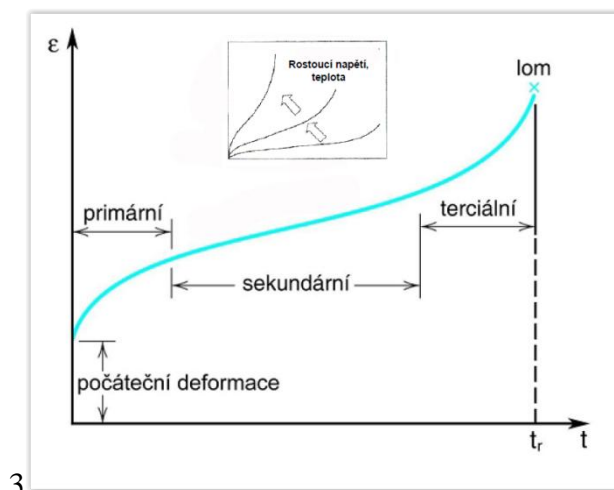
Mnohé součásti musí pracovat dlouhodobě při napětí za zvýšených teplot. Přitom dochází k nárůstu plastické deformace, nastává tečení (creep) materiálu. Obecně je plastická deformace ireverzibilní děj a skládá se z časově závislé a časově nezávislé složky. Creep se vztahuje k časově závislé složce deformace, kde se jedná o pomalou trvalou plastickou deformaci materiálu při zatěžování po dlouhou dobu. Creep probíhá při každé teplotě, ale jeho výskyt je spojován s časově závislou plastickou deformací při zvýšených teplotách nad 0,4 homologické teploty  $T_h = \frac{T}{T_t}$  ( $T$  je teplota a  $T_t$  je teplota tání v [K]). V závislosti na výši teplot, popřípadě velikosti napětí, vznikají různé tvary křivek časové závislosti plastické deformace. Časová změna deformace  $\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$  se nazývá rychlost tečení a je závislá na teplotě  $T$ .

Složité procesy probíhající v provozovaných dílech jsou studovány za zjednodušených dobře definovaných podmínek. Zkoušky žáropevnosti (tečení, creepu) mohou být prováděny při konstantním zatížení (působící síle), nebo při konstantním napětí. Zkoušky jsou nejčastěji prováděny při konstantním tahovém zatížení a při konstantní teplotě. Mohou se použít i testy při víceosém zatížení.

Výsledkem zkoušek je tzv. creepová křivka, která vyjadřuje závislost deformace materiálu  $\epsilon$  na čase  $t$ , nebo závislosti rychlosti deformace  $\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt}$  na čase. Za vhodných podmínek po dosažení určité deformace  $\epsilon_0$ , která vzniká v okamžiku zatížení vlivem napětí a kterou nelze považovat za důsledek procesu creepu, lze rozlišit tři stadia viz obr. 23:

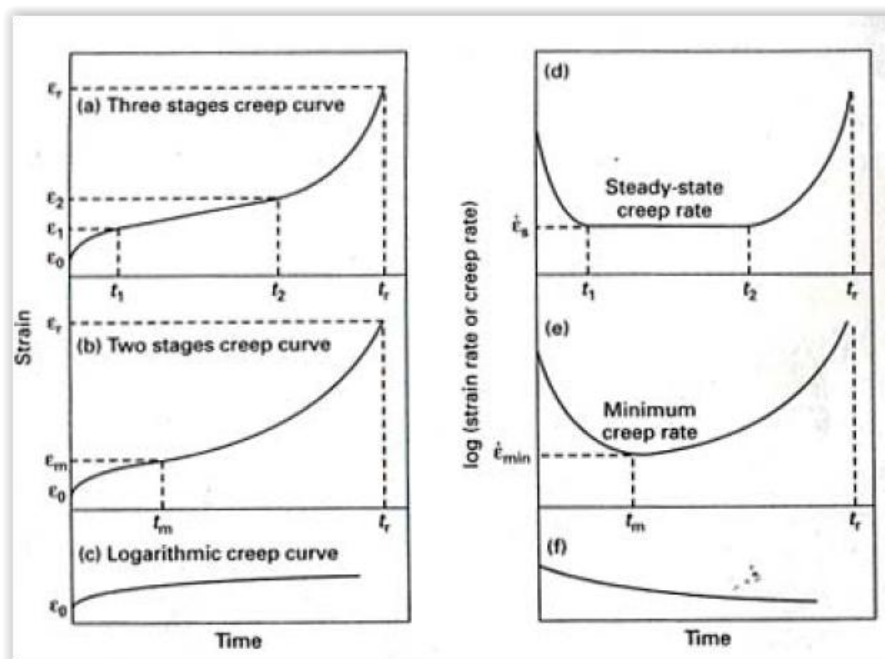
- I. Stadium – přechodový creep
- II. Stadium – sekundární creep
- III. Stadium – zrychlený creep

Okamžitá deformace  $\epsilon_0$  obsahuje elastickou a v závislosti na působícím napětí i plastickou složku.



Obr. 23 - Schématická křivka tečení - závislosti deformace na čase za konstantního tahového napětí a teploty [10]

V oblasti primárního creepu rychlost tečení (obr. 24 a, d) mezi hodnotami deformací  $\varepsilon_0$  a  $\varepsilon_1$  postupně klesá na určitou minimální hodnotu, která pro daný materiál závisí na teplotě a na napětí. Materiál vykazuje odpor proti creepové deformaci a dochází k deformačnímu zpevňování nárůstem hustoty dislokací nebo zamezení jejich pohybu. V oblasti sekundárního creepu rozsah deformací  $\varepsilon_1$  a  $\varepsilon_2$  je rychlost tečení  $\dot{\varepsilon}'_s$  konstantní. Délka ustáleného tečení závisí na velikosti zatížení a teplotě. V této fázi dochází v materiálu k rovnováze mezi zpevňováním a zotavením v důsledku tepelně aktivovaných dějů. S vyšší úrovní teploty a zatížení se doba sekundárního creepu zkracuje a při vysokých hodnotách napětí a teploty může degradovat do jediného bodu charakterizovaného na křivce tečení určitou minimální rychlostí deformace  $\dot{\varepsilon}'_m$  při době  $t_m$  (obr. 27 b, e). V tomto bodě přechází klesající rychlost primárního creepu plynule do fáze terciárního zrychleného creepu. Délka sekundárního creepu je nulová. Závěrečnou fází zakončenou lomem po době  $t_r$  při deformaci  $\varepsilon_r$  je oblast terciárního creepu. V této fázi rychlost tečení roste až do lomu. Tento stav je pozorován, pokud je zkušební tyč namáhána stálým napětím [10].



Obr. 24 - Schématické křivky tečení - závislosti deformace a rychlosti deformace na čase za konstantního tahového napětí teploty [10]

Při nízkých homologických teplotách (pod 0,3), při kterých není difúze výrazná, dochází jen k primárnímu creepu do deformací nižších než 1 %, které nejsou zakončeny lomem.

Při nižších napětích a dlouhými dobami do lomu odrážejí creepové křivky komplexní vývoj mikrostruktury během tečení. U ocelí jsou při vysokých napětích creepové křivky relativně jednoduché. Skládají se jen z primární a terciární oblasti. Nárůst rychlosti deformace je zpomalen v důsledku precipitace částic nové sekundární fáze. Pokud dojde k hrubnutí, rychlost deformace se zvětšuje.

Pro creepové vlastnosti martenzitických ocelí platí, že na oblast primárního creepu navazuje po dosažení minimální rychlosti creepu  $\dot{\varepsilon}'_m$  oblast terciárního creepu. Sekundární (stacionární) oblast se nevyskytuje. Mikrostrukturní změny žárovečných martenzitických

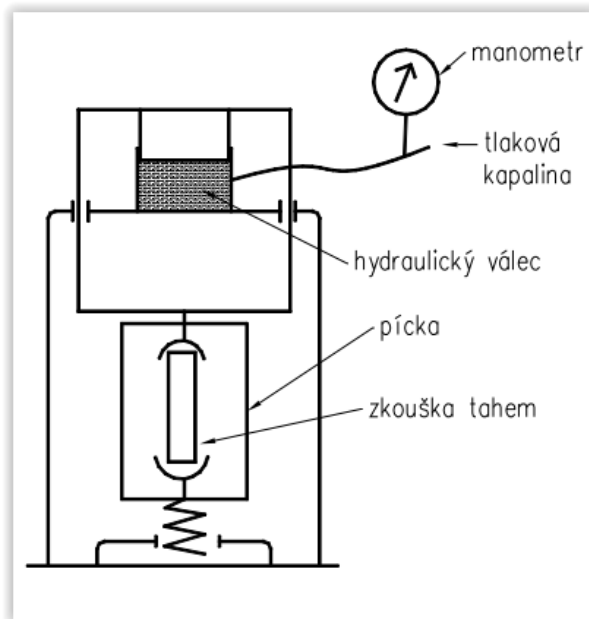
ocelí vedou ke vzniku inflexního bodu na časové závislosti meze pevnosti při tečení tzv. sigmoidálnímu chování. Sigmoidální chování závisí na prvkovém složení, výchozím tepelném zpracování a teplotě. Vzniká v důsledku postupné degradace mikrostruktury. Po dlouhodobé expozici se creepová pevnost blíží inherentní creepové pevnosti. Inherentní creepová pevnost není závislá na mikrostruktuře a na čase. Inflexní bod na creepové křivce pevnosti by měl být až za hranicí předpokládané životnosti [5, 10].

Průběh creepu je výslednicí působení složitých jevů a deformační proces může probíhat uvnitř zrn a po hranicích. V creepové oblasti se vyskytuje dva typy porušení, a to transkrystalického creepového lomu při vysokém napětí a interkrystalického creepového lomu při nízkém napětí, které jsou spojeny s tvorbou kavit. Vznik kavit je převážně podmíněn difúzí vakancí a pokluzy po hranicích zrn. Lom způsobený kavitačním porušením se vyznačuje minimální kontrakcí průřezu a minimálním poměrným prodloužením do lomu [6,10].

Stadia vývoje creepového porušení:

- nukleace kavit,
- růst kavit,
- koalescence (spojování) kavit a vznik trhliny,
- šíření hlavní (magistrální) trhliny,
- konečný lom.

Při dlouhodobých zkouškách se zjišťuje závislost deformace na čase při dané teplotě a daném zatížení. Tyto zkoušky jsou velmi zdoluhavé (trvají i několik měsíců) a drahé. Provádějí se na speciálních strojích, které připomínají trhací stroj (obr. 25). Konstantní zátěž je vyvozována pružinou přes pákový mechanismus a tenzometrický snímač. Zkušební tyčinka je umístěna ve svislé poloze a stále udržovaná na požadované teplotě pískou. Z naměřených hodnot se sestavují křivky tečení. Každá z těchto křivek odpovídá jednomu zatížení a jedné teplotě [6,10].



Obr. 25 - Schéma zařízení pro zkoušky creepu [10]

Creepové zkoušky probíhají dlouho dobu, řádově obvykle  $10^3 - 10^4$  hodin. V praxi, ale musí mnoho součástí fungovat desítky let. V současnosti se počítá s životností elektráren až 30 let, což odpovídá zhruba 260 000 h. Data ze zkoušek se tedy extrapolují na větší časové intervaly. Nejčastěji používaná extrapolace využívá tzv. Larson-Millerův parametr [9]:

$$P_{LM} = T(\log(t_r) + C), \quad (1)$$

kde  $P_{LM}$  je Larson-Millerův parametr,  $T$  je teplota [K],  $C$  je materiálový parametr a  $t_r$  je čas [h] do lomu. Postup řešení je naznačen v tab. 4:

Tabulka 4 – Příklad výpočtů [10]

Popis kroku	Rovnice a výsledky
Na základě experimentu nebo z literatury (graf, tabulky atd.) stanovíme $C$ a $P_{LM}$	$C = 20[\log(h)]$ $P_{LM} = 20000$
Životnost při teplotě $T=800$ K	$\log t_r = \frac{P_{LM}}{T} - C = \frac{20000}{800} - 20 = 8$ $t_r = 10^{\log t_r} = 10^8 h$
Teplota při životnosti $t_r=7$ h	$T = \frac{P_{LM}}{\log t_r + C} = \frac{20000}{7 + 20} = 740 K$

## 4.2 Zrychlené zkoušky tečení

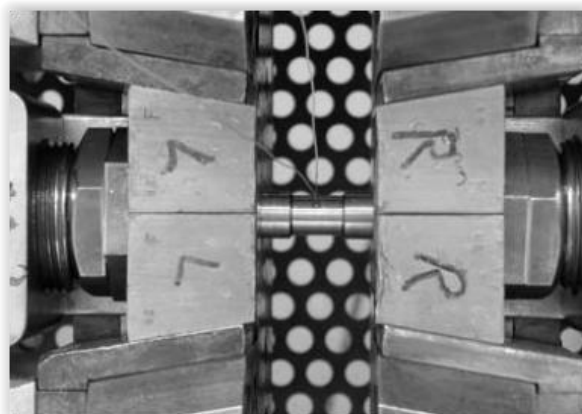
### 4.2.1 Plastometr Gleeble 3800

Plastometr Gleeble 3800 (obr. 26) je zařízení s odporovým ohřevem, na kterém lze simulovat různé tepelně-mechanické cykly. Servohydraulický plastometr s jednoosým zatěžováním je plně integrovaný teplotně-mechanický testovací systém s uzavřenou (zpětnovazebnou) řídicí smyčkou. Digitální systém řízení procesů, archivace a zpracování naměřených dat kombinuje průmyslové procesy s programy pracujícími na řídicím PC. Při odporovém ohřevu materiálu a simulaci tepelného zpracování včetně zušlechťování je možno rychlostí až  $10000\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  dosáhnout maximální teploty vzorku  $1700\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Rychlost teplotních změn, délka ohřívání zóny a teplotní profil po délce vzorku je zásadně ovlivňován druhem aplikovaných čelistí (tzn. jejich tvarem, kontaktní plochou se vzorkem a materiálem – tím je měď nebo ocel). Teplota vzorku je měřena navařenými termočlánky [11].

### 4.2.2 Zrychlené creepové testy

Simulační zrychlené creepové testy na Gleeble plastometru byly odpovědí na potřebu získat v krátké době užitečná data pro odhad dlouhodobého chování materiálu vystaveného provozu při vysokých teplotách. Standardní postupy a zařízení nejsou pro testování creepového chování dokonalé. Vztahují se ke konstantnímu zatížení vzorků a vzorky jsou umístěny vertikálně a tím se projevuje tzv. „chimney effect“ tepelného toku, kde u většiny vzorků dojde k porušení v horní části. Nakonec nekontrolovaná atmosféra, která mění chemické složení povrchu zkoušených slitin. Odhad životnosti tepelných elektráren je založen na dlouhodobých zkouškách tečení, které jsou obecně k dispozici pro za tepla válcované a tepelně zpracované žáropevné desky a trubky. Problém nastává pro svařované komponenty v elektrárně, kde je obtížné tato data získat. Při svařování je mnoho faktorů, které negativně ovlivní mez pevnosti a životnost svarů.

Největší problém nastává při opravě svarů. Při zrychlených zkušebních postupech zaměřených na odhad času do selhání kritických součástí tepelných elektráren se používá malé napětí při nízkých rychlostech deformace. Cyklické zatěžování se používá k urychlení mikrostrukturních transformačních procesů probíhajících při creepu za vysokých teplot. Jedná se o postup urychlení mikrostrukturních změn elasticko-plastickými tahovými a tlakovými kmity (napětím), které jsou aplikované při dané teplotě tečení [8,9].

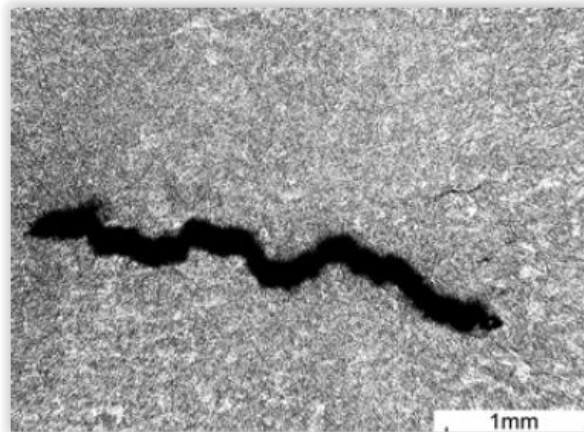


Obr. 26 - Příklad umístění vzorku do čelistí plastometru [8]



Obr. 27 - Tvar vzorku po testu [8]

Vzorky jsou umístěny v plastometru Gleeble do čelistí tzv. „pocket jaw“ (obr. 26 a obr. 27), kde je vzorek podroben naprogramovaným cyklům tepelně-mechanické únavy. Zkoušky jsou prováděny do lomu nebo do přednastaveného napětí či deformace. V mikrostrukturně homogenních materiálech se před vytvořením trhliny na povrchu obvykle vytvoří vnitřní trhlina kolmá k ose vzorku (obr. 28). V nehomogenních materiálech je trhlina tvořena v nejslabším místě mikrostruktury, a to je tepelně ovlivněná zóna svaru.



Obr. 28 - Vnitřní trhlina formována během testu [8]

Výsledkem zrychlených zkoušek nízkocyklové tepelně-mechanické únavy jsou časové závislosti deformace, napětí a teploty. Odezvou jsou různé napěťové charakteristiky při zvýšených teplotách testu. Doba trvání zkoušky a její teplota jsou zahrnuty v následujícím parametru [8]:

$$P_{ACT} = (7 + \log t) \times T/100 \quad (2)$$

,kde  $t$  je čas testu [ks] a  $T$  je teplota [K].

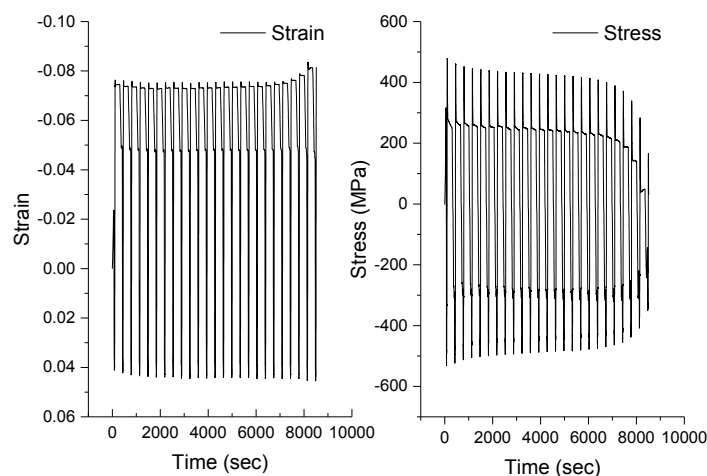
Potom faktor creepové pevnosti pro zrychlené zkoušky tečení může být spočítán jako:

$$F_{ACT} = P_{ACT} \times R_S/100$$

kde  $R_s$  je průměr napětí všech zrychlených cyklů měřených při relaxaci v tahu.

Zrychlené zkoušky tečení byly především vyvinuty pro svařované části, zejména pro opravu svarů. Tento postup byl později použit v programech COST pro studování nových ocelí odolných proti tečení a vyhodnocení zbytkové životnosti, již používaných komponentů elektráren.

Zrychlené creepové testy na plastometru Gleeble mohou být užitečnou alternativou standardních testů. Zejména tím, že odpovídající informace jsou k dostání v mnohem kratším čase, než konvenční testy. Urychlení creepových testů zrychleným namáháním se jeví oslabením matrice během tečení a napomáhá k porušení (do lomu). Tvrdost u zrychlených zkoušek blízké odpovídá tvrdosti tečení komponent v provozu [9].



Obr. 29 - Grafy závislosti deformace-čas a napětí-čas zrychlených zkoušek tečení zušlechtěné oceli COST F a COST FB2 [8]

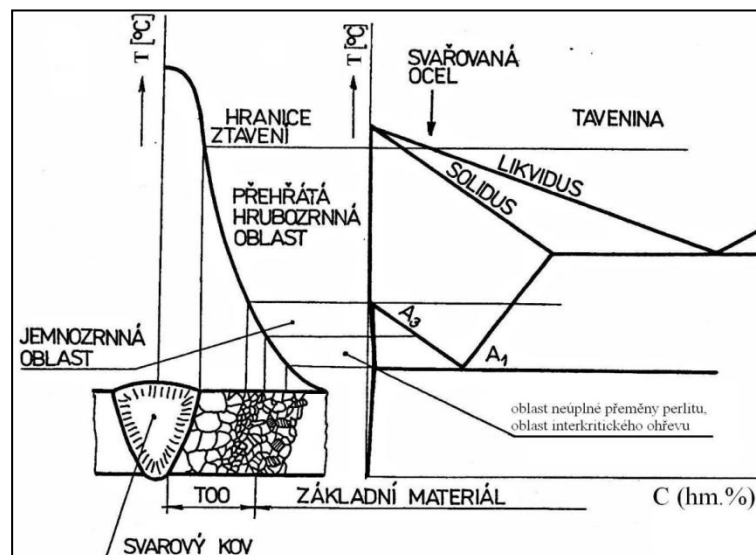
Při později prováděných experimentech bylo použito cyklování deformace tah-tlak s přibližně stejnou amplitudou s prodlevou při dosažení amplitudy tlakové deformace (obr. 29) [9, 11].

## 5 Vliv tečení na mikrostrukturu svarových spojů modifikovaných (9-12)%Cr ocelí

Svarové spoje představují heterogenní systém (obr. 30) z hlediska mikrostrukturního a u heterogenních svarů i chemického složení. Jsou-li vystaveny působení síly, tvoří zpravidla nejslabší články strojních konstrukcí. V případě creepových expozic mohou být z hlediska porušení kritickými oblastmi, v závislosti na odběru vzorků pro standardní a zrychlené zkoušky tečení, z různých tepelně ovlivněných zón.

Svarový spoj je tvořen svarovým kovem a tepelně ovlivněnou oblastí základního materiálu. Tepelně ovlivněná oblast svarového spoje obsahuje tři strukturálně odlišná pásma řazená podle rostoucí vzdálenosti od linie stavení, která jsou obdobná pro modifikované (9-12)%Cr oceli (obr. 30) [7]:

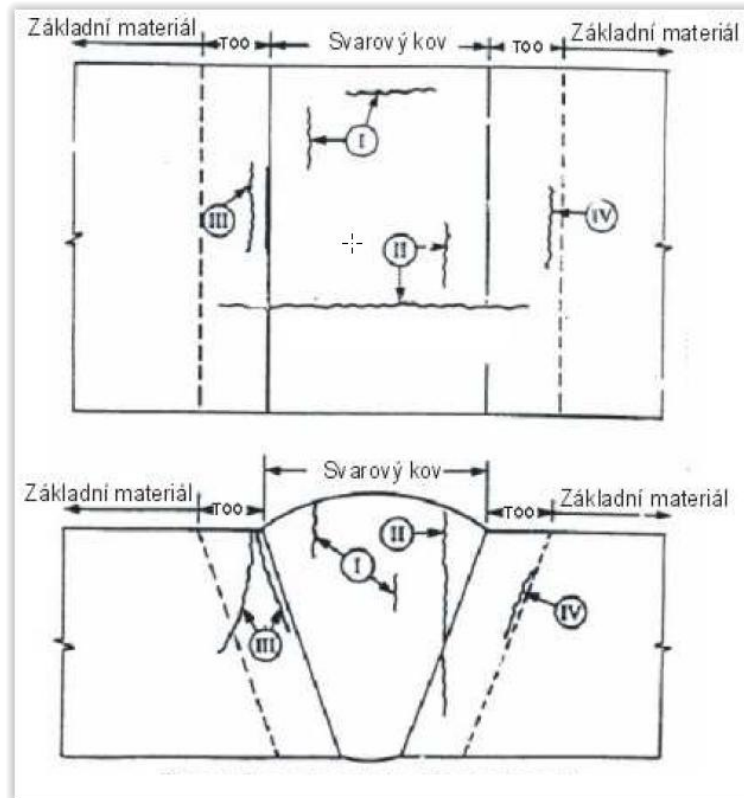
- hrubozrnnou oblast (HZ TOO),
- jemnozrnnou oblast (JZ TOO),
- interkriticky přehřátou oblast (IZ TOO).



Obr. 30 – Náčrt heterogenního svarového spoje uhlíkové oceli [12]

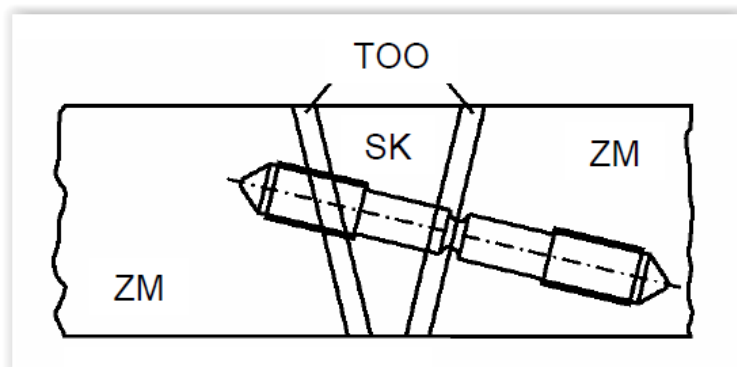
V heterogenním systému svarového spoje může dojít k porušení v různých částech. Vznik a typ porušení záleží na teplotě a napětí. U svarových spojů vznikají při zatěžování v oblasti creepu převážně trhliny typu IV. (obr. 31). Tyto trhliny se tvoří v jemnozrnné a interkriticky přehřáté tepelně ovlivněné oblasti, zpravidla při dlouhodobém provozu turbín pracujících při teplotách 600 °C. Uvádí se, že tvorba trhlin typu IV je spojena se zvýšeným výskytem hrubých karbidických částic v porovnání se základním materiálem [7].





Obr. 31 - Klasifikace trhlin ve svarových spojih [7]

Zkušební tyče standardních zkoušek tečení jsou tvořeny celým svarovým spojem. V případě zrychlených zkoušek tečení jsou vzorky tvořeny z jedné strany základním materiálem, TOO a svarovým kovem (obr. 32) [7].



Obr. 32 - Náčrt tyče pro zrychlené zkoušky tečení [7]

## **6 Cíl diplomové práce a návrh experimentálního programu**

Experimentální část diplomové práce se bude zabývat zkoumáním vývoje mikrostruktury vzorků svarového spoje zkušebního rotoru ocelí COST F (X14CrMoVNbN10-1) a COST FB2 (X13CrMoVNbN9-1-1). Vzorky byly odebrány ze svarového spoje a podrobeny dlouhodobým a zrychleným zkouškám tečení. Zkoumání mikrostruktury ocelí bude provedeno pomocí světelné a elektronové mikroskopie. U elektronové mikroskopie bude použito jak transmisní elektronové mikroskopie, tak řádkovací elektronové mikroskopie. Bude provedeno porovnání vývoje mikrostruktur po dlouhodobých a zrychlených creepových testech. Cílem tohoto zkoumání je určení, zda zrychlené creepové testy mohou s dostatečnou přesností simulovat vývoj mikrostruktury při tečení jako u dlouhodobých standardních zkoušek tečení, případně vývoje mikrostruktury v provozu elektrárny.

## 7 Experimentální část

Náplň praktické části práce je zaměřena na porovnání mikrostruktury vzorků po klasických a zrychlených creepových zkouškách, které by měly odpovídat podobnému stupni mikrostrukturní degradace. Za tímto účelem byly dodány firmou Doosan Škoda Power s.r.o. vzorky ze zkušebního heterogenního svaru určeného pro výrobu kombinovaného rotoru. Tento rotor byl vyroben z ocelí COST FB2 a COST F. Chemické složení ocelí je uvedeno v tab. 5. a 6. Zkušební svar byl vytvořen spojením dvou kotoučů o vnějším Ø 600 mm, tloušťce stěny 120 mm, výšce 250 mm. Svarový spoj byl vyroben na svařovacím standu Polysoude metodou TIG hot wire svarem do úzké mezery. Podmínky vytvoření podléhaly interním přepisům ŠPWR. Poté byl zkušební svarový spoj tepelně zpracován a rozřezán na jednotlivé části pro odběr vzorků, které byly ve VZÚ Plzeň podrobeny standardním creepovým zkouškám do lomu při teplotách 550 °C až 650 °C a napětích 70 MPa až 220 MPa. Vzorky byly vyrobeny napříč svarovým spojem tak, že ve středu zkušební tyče byl svarový kov. U všech dosud ukončených zkoušek (dvě zkoušky dosud běží) byl lom lokalizován do oblasti TOO oceli COST F (zejména JZ TOO) nebo při relativně vysokých napětích do základního materiálu oceli F. Ze souboru ukončených creepových zkoušek byly pro diplomovou práci vybrány vzorky č. 15 a 18, které měly nejlépe odpovídat stavu vzorku č. 1.2 simulovaného pomocí zrychlené creepové zkoušky. Podmínky zkoušek tečení jsou uvedeny v tab. 7. Zrychlená zkouška tečení byla provedena tak, aby simulovala stav materiálu v TOO oceli COST F po creepu za teploty 600 °C při napětí 100 MPa po dobu 22 464 h. Středová část vzorku pro zrychlenou zkoušku tečení byla umístěna do TOO oceli F (JZ TOO), která představuje kritickou oblast z hlediska creepového porušení svarového spoje. Uvedené zkušební vzorky stejně tak jako výchozí svarový spoj byly použity pro detailní rozbor makrostruktury, mikrostruktury a pro měření profilu tvrdosti napříč svarovým spojem.

Tab. 5 - Chemické složení oceli COST F (ZM2) [22]

Prvek	Min. hodnota	Max. hodnota	Skutečná hodnota
C	0,11	0,16	0,12
Mn	0,40	0,60	0,57
Si	-	0,10	0,07
Cr	10,00	11,00	10,58
Ni	0,50	0,70	0,67
Mo	1,40	1,60	1,51
V	0,15	0,25	0,19
P	-	0,015	0,010
S	-	0,007	0,001
Nb	0,040	0,060	0,053
N	0,040	0,060	0,058
Al	-	0,012	0,007

**Tab. 6 - Chemické složení oceli COST FB2 (ZM1) [22]**

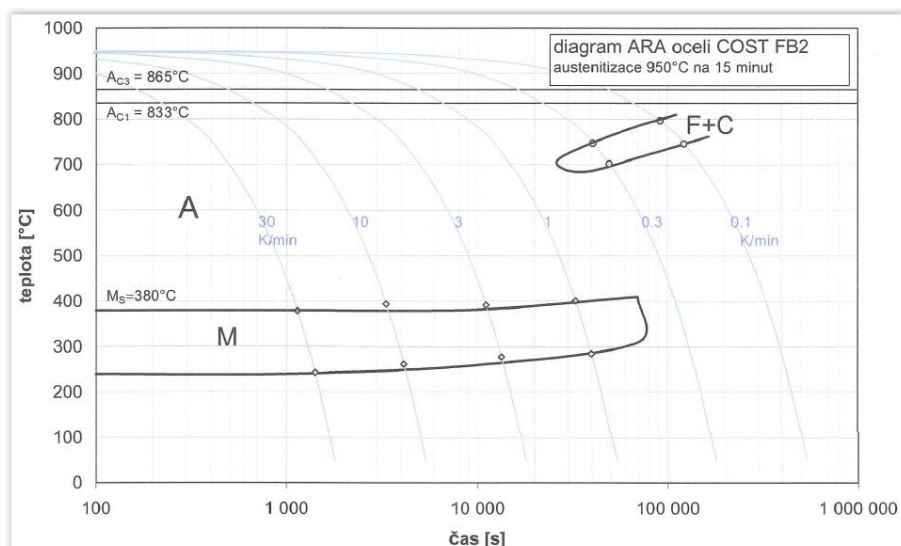
Prvek	Min. hodnota	Max. hodnota	Skutečná hodnota
C	0,12	0,14	0,13
Mn	0,30	0,40	0,34
Si	-	0,10	0,07
Cr	9,00	9,50	9,28
Ni	0,10	0,20	0,15
Mo	1,40	1,60	1,52
V	0,19	0,22	0,20
Co	1,20	1,35	1,29
P	-	0,010	0,007
S	-	0,005	0,001
Nb	0,045	0,065	0,058
N	0,015	0,030	0,018
B	0,0085	0,0110	0,0090
Al	-	0,010	0,006
Sn	-	0,004	0,004
As	-	0,012	0,003
Sb	-	0,0010	0,0007

**Tab. 7 – Podmínky zkoušek tečení**

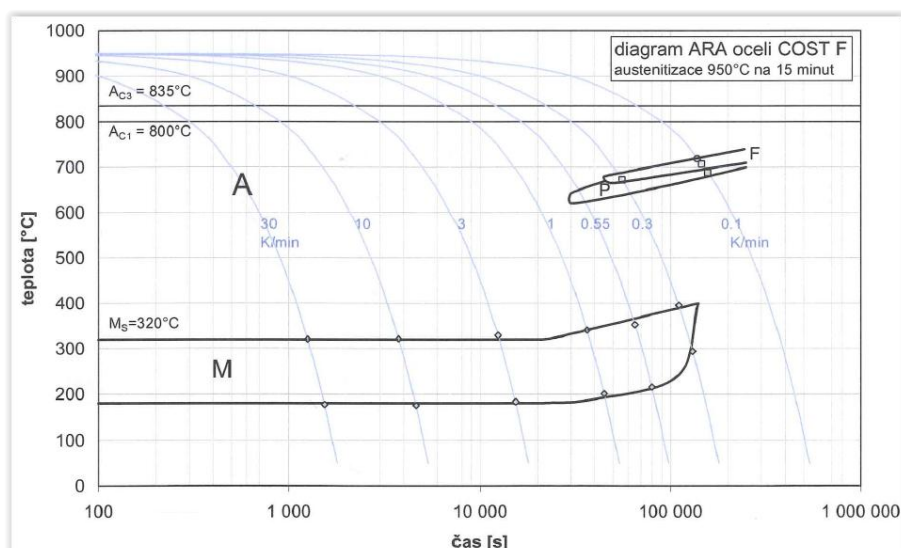
Vzorek	Teplota [°C]	Napětí [MPa]	Trvání [h]	Larson-Millerův parametr	A [%]	Z [%]	Oblast porušení
15	600	100	11 288	34 972	2,5	19,2	JZ TOO
18	600	90	21 294	35 213	3,2	16,7	JZ TOO
1.2	600	100	22 464	35 226	-	-	JZ TOO

\* stav simulovaný zrychlenou zkouškou tečení

Kotouče zkušebního rotoru z ocelí COST FB2 a COST F byly zpracovávány ve stavu po zušlechtnění. Teploty kalení a popuštění jsou uvedeny v tab. 3. Jedná se o oceli, které jsou samokalitelné, tudíž byly ochlazovány na vzduchu. Schopnost samokalitelnosti je možné pozorovat v ARA diagramech jednotlivých ocelí uvedených na obr 33. a 34.



Obr. 33 - ARA diagram oceli COST FB2



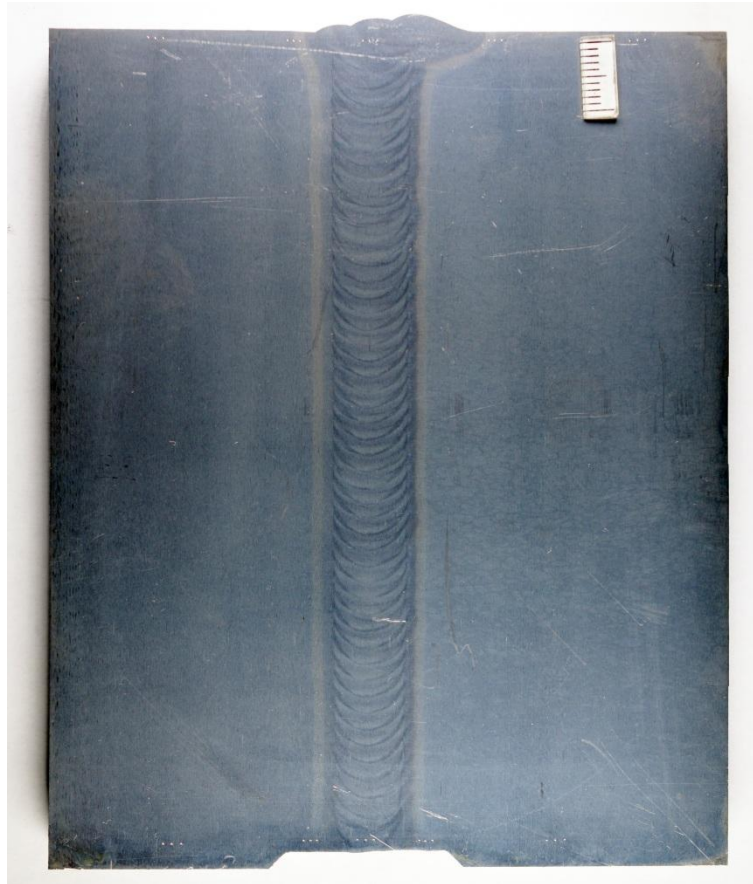
Obr. 34 - ARA diagram oceli COST F

Tab. 8 - teploty tepelného zpracování ocelí COST FB2 a F [22]

	Teplota kalení [°C]	Teplota popouštění [°C]
COST FB2	1050	570 a 720
COST F	1070	570 a 710

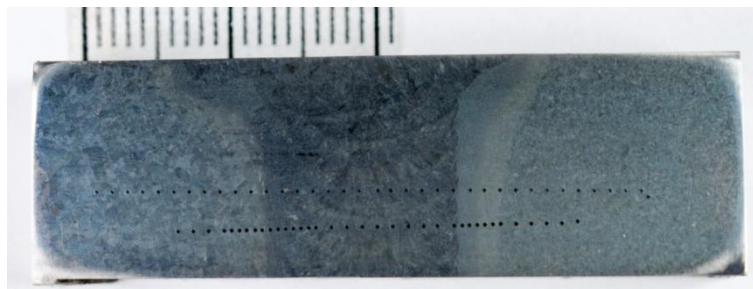
## 7.1 Makrostrukturní rozbor

Příčný výřez svaru zkušebního rotoru je vidět na obr. 35, kde je možné pozorovat tepelně ovlivněnou oblast (TOO). Zvláště viditelné jsou oblasti jemnozrné a hrubozrné, kde hrubozrná oblast je blíže ke svarovému kovu. Celková šířka TOO představuje cca 3mm, kde jemnozrná oblast odpovídá šířce cca 1,6mm a hrubozrná oblast 1,4mm.



**Obr. 35 - Makroskopický snímek celkového výřezu svarového spoje zkušebního rotoru**

Pro zvýraznění struktury byl vzorek mechanicky broušen, leštěn a leptán v leptadle Viella-Bain. V případě základního materiálu COST FB2 je pozorovatelná výrazně hrubší struktura oproti oceli COST F. Struktura je tvořena popuštěným martenzitem, tedy feriticko karbidickou směsí. Ferit je obsažen v původních martenzitických laťkách, na hranicích zrn a v laťkách vyprecipitovaly karbidické částice. Vzorek nebyl hodnocen na přítomnost vad, ale z obrázku je patrné, že se vady v makrostruktuře nevyskytují. Vady byly hodnoceny v předcházejících studiích, kde bylo konstatováno, že byly detekovány drobné vady typu pórů, všechny pod přípustným limitem podle předpisů pro svarové spoje [14].



**Obr. 36 - Viditelná makrostruktura části svarového spoje zkušebního rotoru**

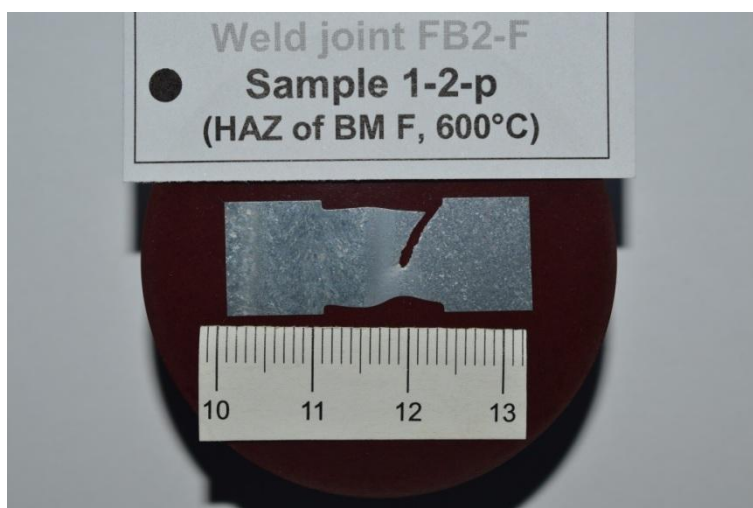
Druh a oblast porušení vzorků po standardních creepových testech je vidět na obr. 37 a 38. Makrosnímek vzorku 1.2 po zrychlených creepových testech je zobrazen na obr. 39.



Obr. 37 - Vzorek 15 po standardních creepových testech s porušením v oblasti TOO oceli COST F



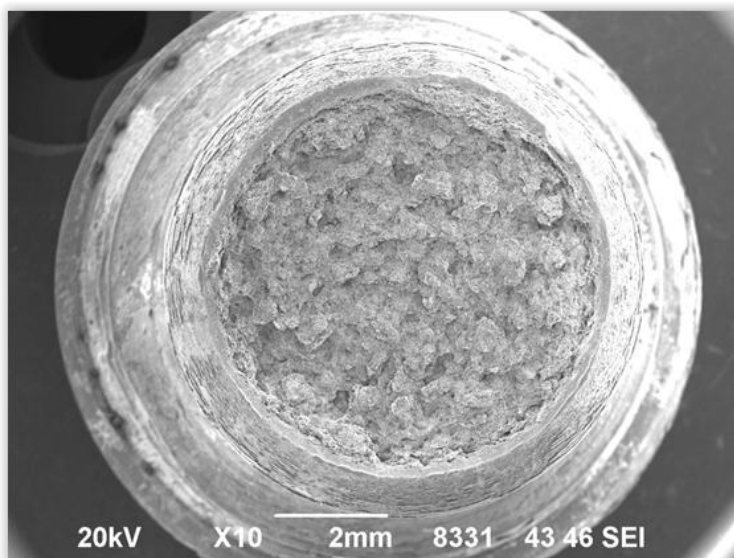
Obr. 38 - Vzorek 18 po standardních creepových testech s porušením v oblasti TOO oceli COST F



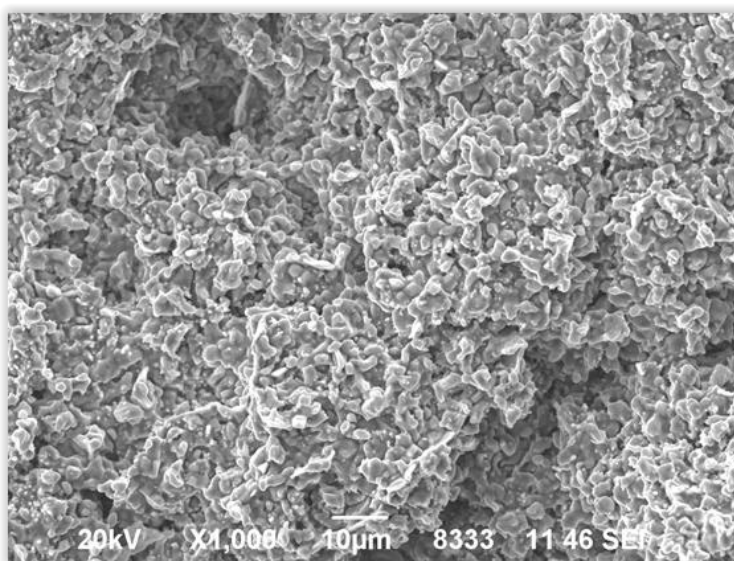
Obr. 39 - Vzorek 1.2 po zrychlených creepových testech

## 7.2 Fraktografické hodnocení

Lom vzorku 15 se vyznačuje malou kontrakcí. Lomová plocha je středně členitá, smyková ploška nevýrazná, střídavě vytažená na obou polovinách. Lomová plocha se nachází na rozhraní jemnozrnné a hrubozrnné části TOO ZM COST F (obr. 40 a 41).



Obr. 40 – Celkový pohled na lom vz. 15

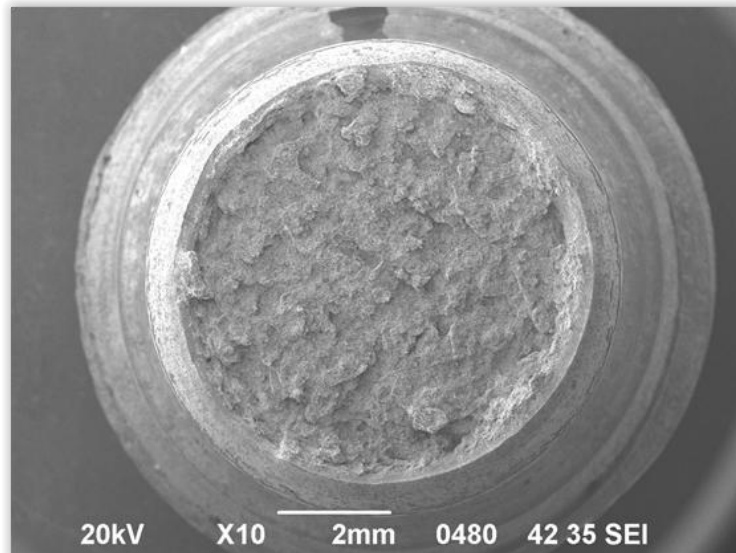


Obr. 41 – Oblast transkrystalického tvárného porušení

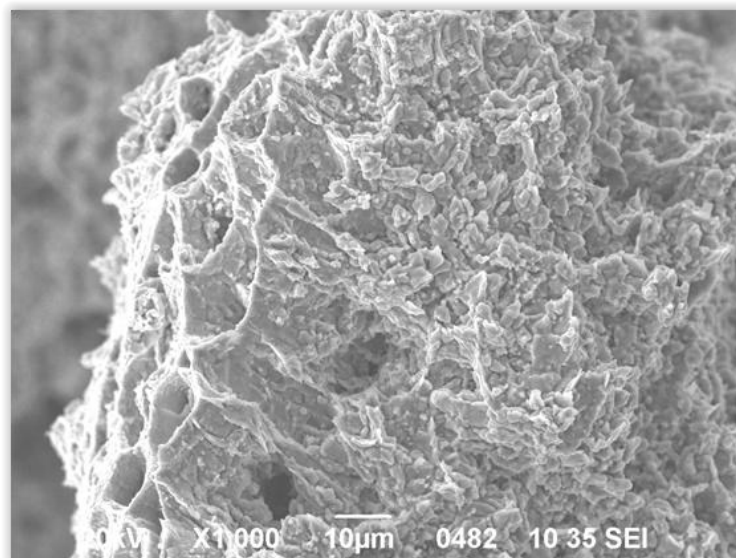
K porušení vzorku 15 došlo ve středové partii v rovině kolmé na podélnou osu zkušební tyče mechanismem postupného rozvoje a srůstání kavit. Jejich povrch je silně zoxidován. K dolomení došlo propojením můstků transkrystalickým tvárným porušením a usmýknutím materiálu v obvodové části zkušební tyče. Povrch je silně zoxidován s výjimkou propojovacích můstků a boční smykové plošky, na kterých je rozsah oxidace nižší.



Lomovou plochu vzorku 18 je možné charakterizovat jako rovinnou s nevýraznými rysy číškovitého lomu. Smyková ploška je vyvinutá (obr. 42 a 43). Středová oblast je orientovaná kolmo na podélnou osu (mírně členitá s ostrými hranami). Lomová plocha je silně zoxidovaná v oblastech rozvoje kavit a počátečních úseků rozvoje transkrystalického tvárného porušení [14].



Obr. 42 – Celkový pohled na lom vz. 18 [14]



Obr. 43 – Protážená a zdeformovaná oblast lomu [14]

K porušení zkušební tyče došlo rozvojem kavitáčního poškození v kombinaci s tvárným roztržením po relativně dlouhé době asi 21 000 hodin. Lomová plocha se nachází na rozhraní jemnozrnné a hrubozrnné části TOO ZM COST F [14].

Fraktografie vzorku 1.2 nebyla provedena, z toho důvodu, že nedošlo k úplnému lomu.

### 7.3 Měření tvrdosti

Hodnocení tvrdosti bylo provedeno dle normy ČSN EN ISO 6507-1, metodou dle Vickerse při zatížení HV10. Měření bylo provedeno napříč svarovým spojem, vzdálenost mezi jednotlivými vtisky byla 1mm. Zatížení pro HV10 odpovídá síle 98,1 N a doba zatížení 10 s. Normou ČSN EN ISO 6507-1 je stanovena 10 % odchylka z měření. Změřené hodnoty jsou vyneseny do grafu 1-3. Průměrné hodnoty tvrdosti pro jednotlivé oblasti svarového spoje a různé vzorky jsou uvedeny v tab. 9:

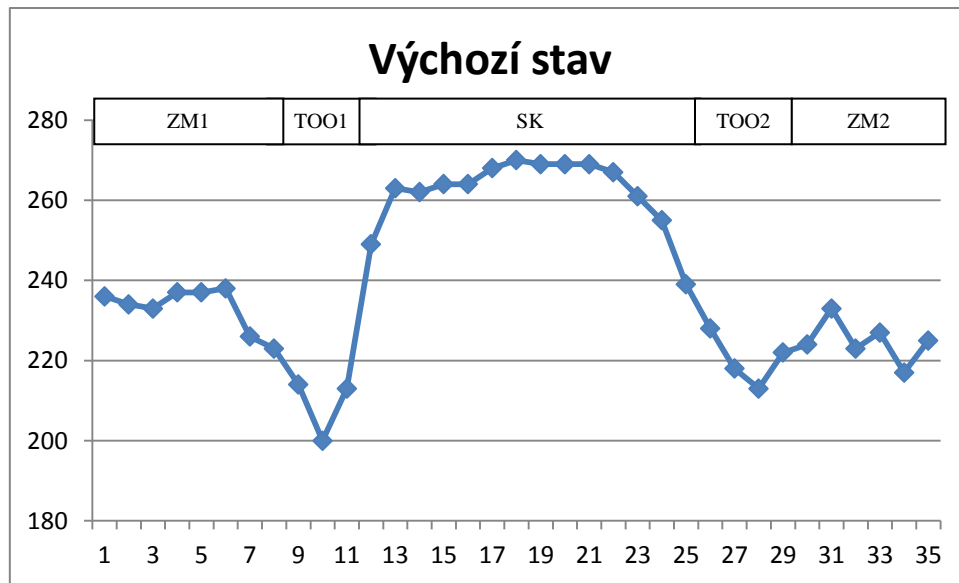
- ZM1 – základní materiál COST FB2,
- TOO1 – tepelně ovlivněná oblast mezi svarovým kovem a základním materiálem COST FB2,
- SK – svarový kov,
- TOO2 – tepelně ovlivněná oblast mezi svarovým kovem a základním materiálem COST F,
- ZM2 – základní materiál COST F.

Tab. 9 - Průměrné hodnoty tvrdosti HV10 v různých zónách svarového spoje.

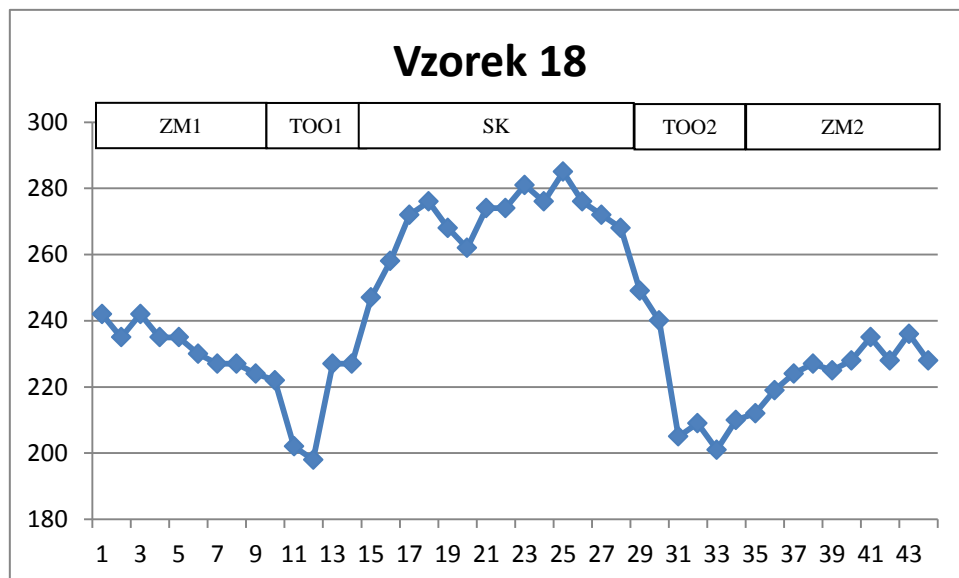
Vzorek/oblast	ZM1	Lok. min JZ TOO1	TOO1	SK	TOO2	Lok. min JZ TOO2	ZM2
15	225	203	252	280	236	202	218
18	226	198	246	274	226	201	222
výchozí	233	200	219	264	212	213	222

Průměrná tvrdost vzorku po zrychlených creepových testech 1.2 naměřená v tepelně ovlivněné oblasti ve středové části vzorku odpovídá hodnotě 198 HV10.

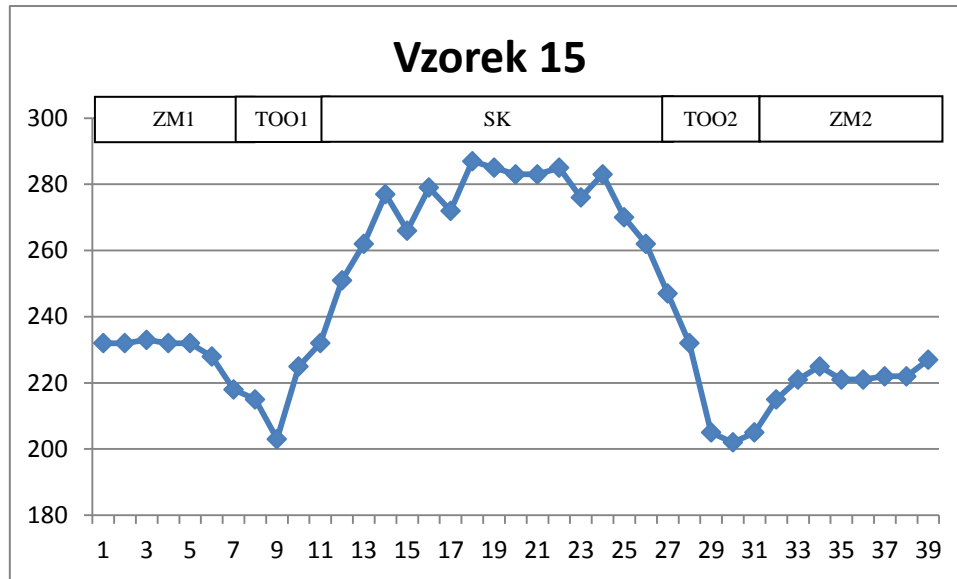
Z porovnání tvrdostí po standardních creepových testech a ve výchozím stavu plyne, že se hodnoty výrazně neliší. Jednotlivé oblasti lze přesně odlišit dle poklesu nebo nárůstu hodnot. V TOO dochází při svařování ke strukturním změnám, které se projevují výrazným poklesem tvrdosti. Lokální minima tvrdostí se vyskytovala ve vzdálenosti 2 až 3 mm od linie stavení. Nejvyšších hodnot tvrdosti dosahuje svarový kov.



Graf 1- Tvrdości HV10 výchozího stavu



Graf 2 - Tvrdość HV10 vzorek 18



Graf 3 - Tvrdość HV10 vzorek 15

## 7.4 Analýza mikrostruktury pomocí světelné mikroskopie

Mikrostrukturní studium svarového spoje ocelí COST FB2 a COST F zahrnovalo světelnou (SM), řádkovací (SEM) a transmisní elektronovou mikroskopii (TEM).

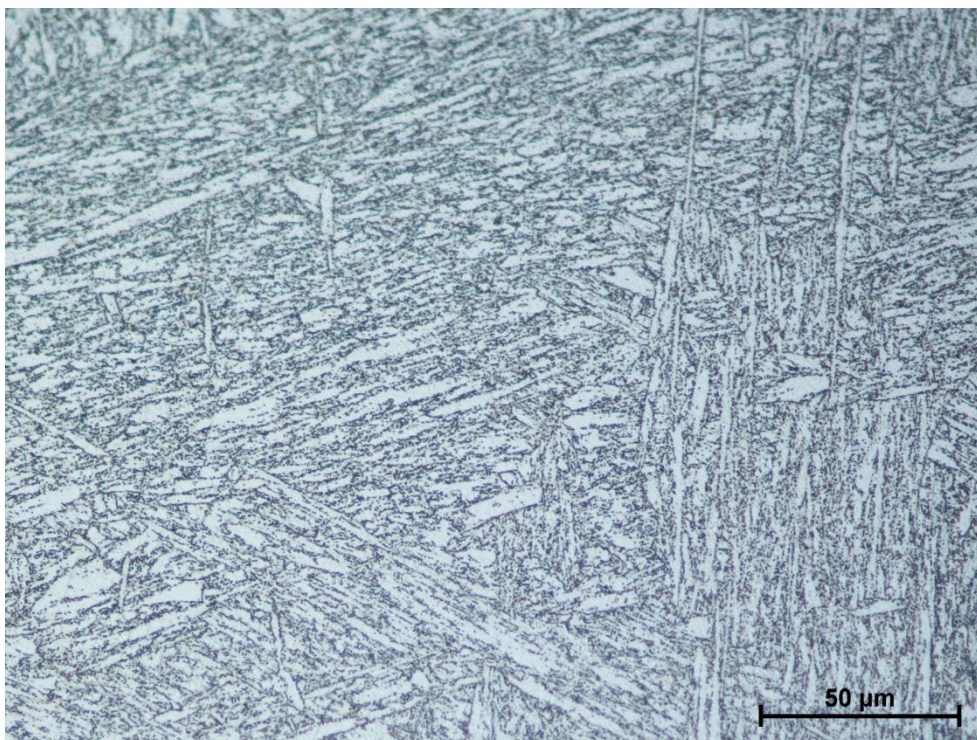
Broušené a mechanicky leštěné vzorky byly naleptány pomocí leptadla Vilella-Bain pro zviditelnění mikrostruktury v oblastech, linií stavení, tepelně ovlivněných zón (TOO) a základních materiálů (obr. 36). Mikrostrukturní analýza byla provedena na metalografickém mikroskopu NIKON Epiphot 300. Příprava vzorků pro hodnocení světelné metalografie není časově náročná v porovnání se správným vyhodnocením mikrostruktur. Postup přípravy vzorků:

- Mechanické broušení a leštění,
- Leptání struktury 60s v leptadle Vilella-Bain.

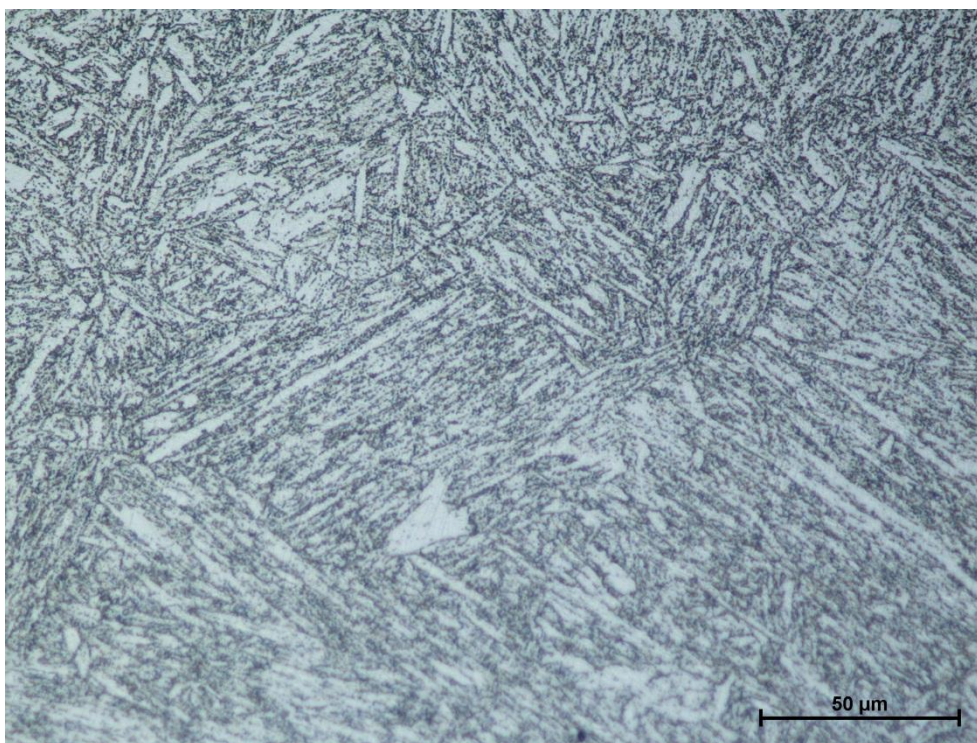
Struktury byly analyzovány jak ve výchozím stavu tak po standardních a zrychlených creepových testech. Strukturu základních materiálů COST FB2 a COST F je možné charakterizovat jako popuštěný martenzit s evidentní jehlicovitou martenzitickou maticí (obr 44 a 45). Porovnáním základních materiálů ZM1 – COST FB2 (obr. 46) a ZM2 – COST F (obr. 47) je možné zhodnotit, že ZM1 vykazuje zřetelnější hrubozrnnou strukturu. Tento stav je způsoben rozdílným chemickým složením, teplotou austenitizace a rychlostí ochlazování.

Analýza mikrostruktury vzorků je prováděna hlavně jemnozrnné tepelně ovlivněné oblasti svarového kovu a oceli COST F (SK – COST F). Zvolení tohoto místa je vztaženo k faktu, že nejčastějším místem porušení zkušebních tyčí při creepových testech, je právě tato oblast.

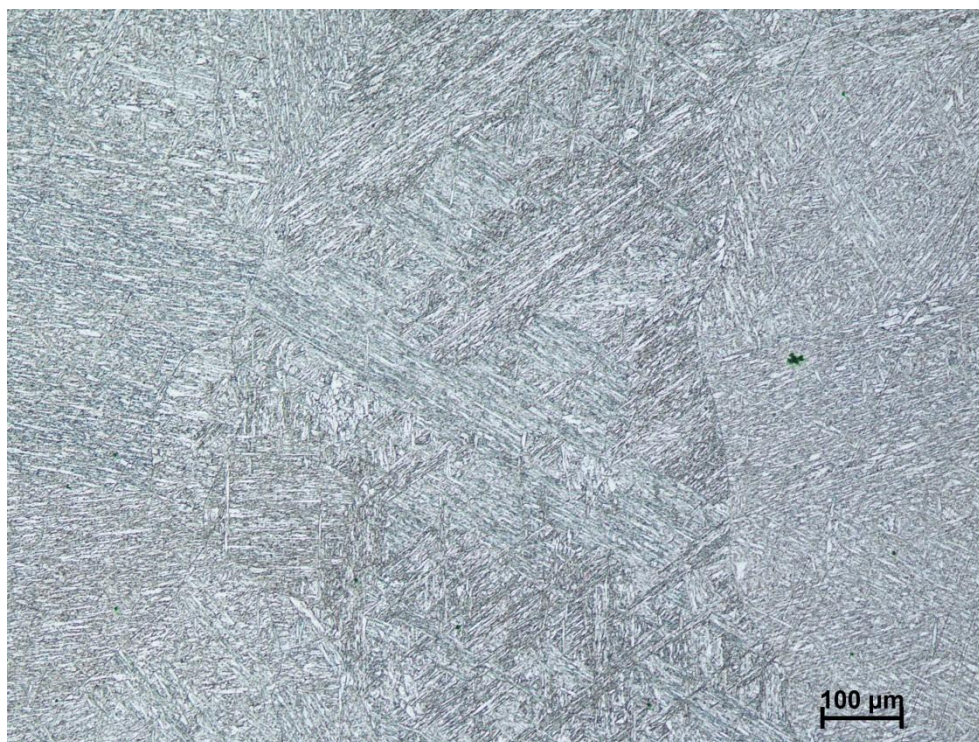
Výchozí mikrostruktura jemnozrnné oblasti oceli COST FB2 a F je znázorněna na obr. 48 a 49. Při vzájemném porovnání jemnozrnných oblastí po obou stranách svarového spoje nejsou ve světelném mikroskopu znatelné rozdíly. Oblast svarového kovu je znázorněna na obr. 50, kde je možné pozorovat zrna svarových housenek protažená do směru největšího odvodu tepla.



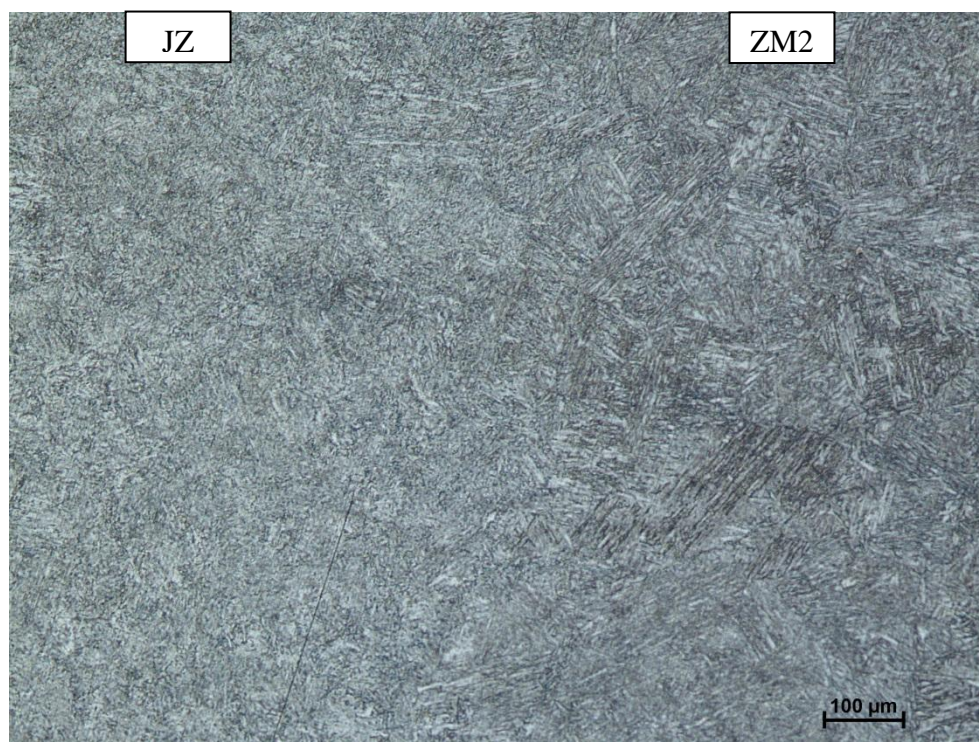
Obr. 44 - Mikrostruktura základního materiálu oceli COST FB2



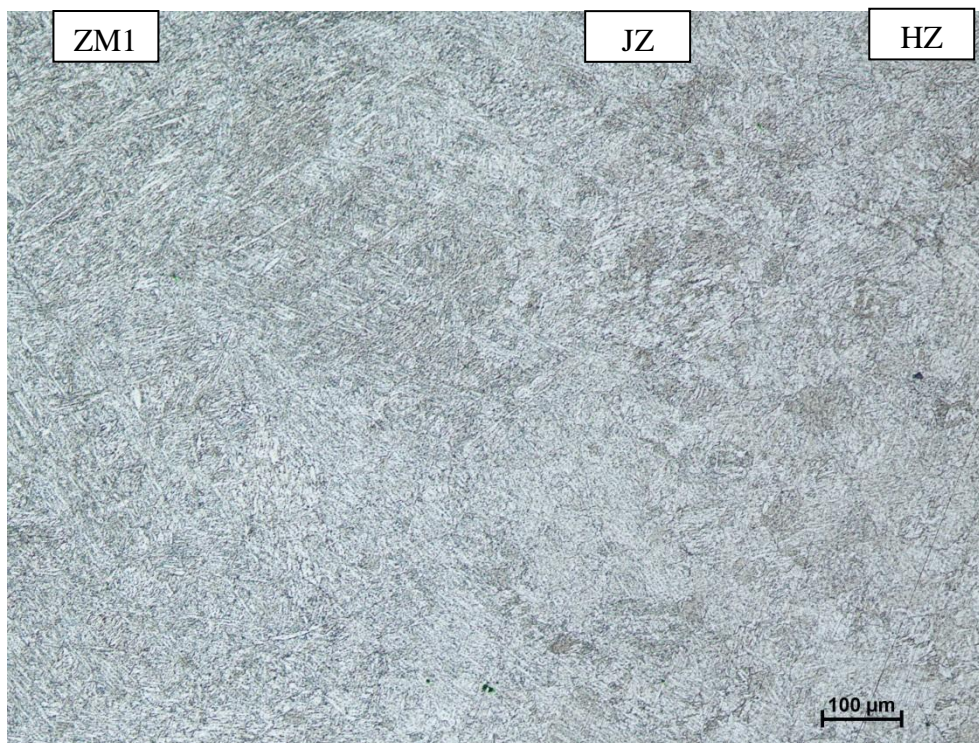
Obr. 45 - Mikrostruktura základního materiálu oceli COST F



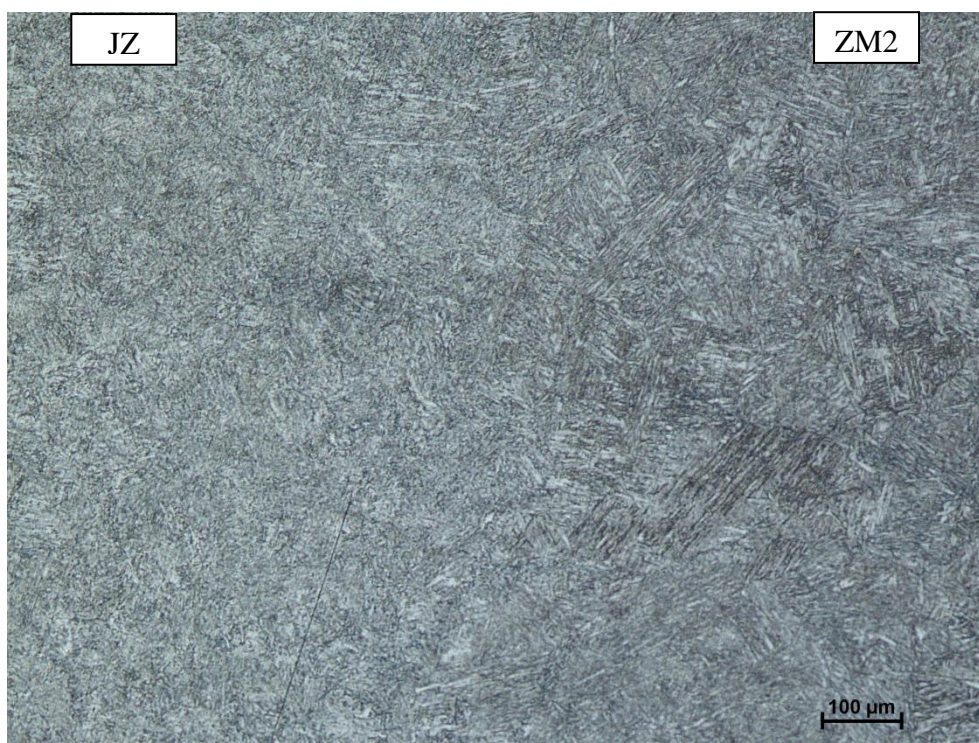
Obr. 46 - Mikrostruktura základního materiálu COST FB2 vně TOO



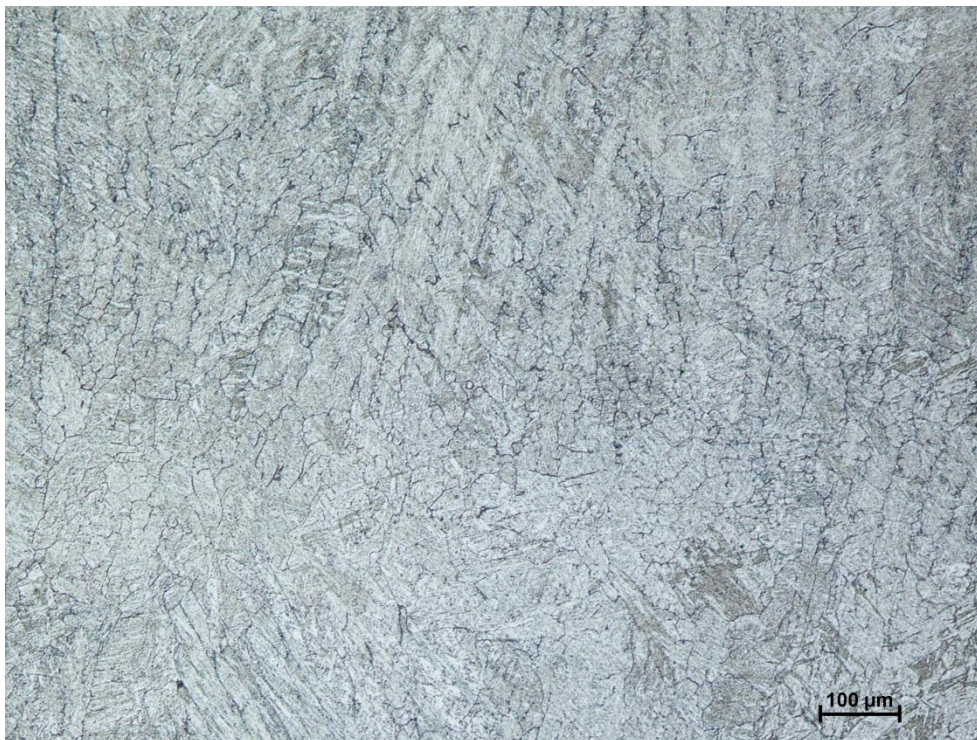
Obr. 47 - Mikrostruktura základního materiálu základního materiálu COST F



Obr. 48 - Mikrostruktura základního materiálu COST FB2



Obr. 49 - Mikrostruktura základního materiálu COST F



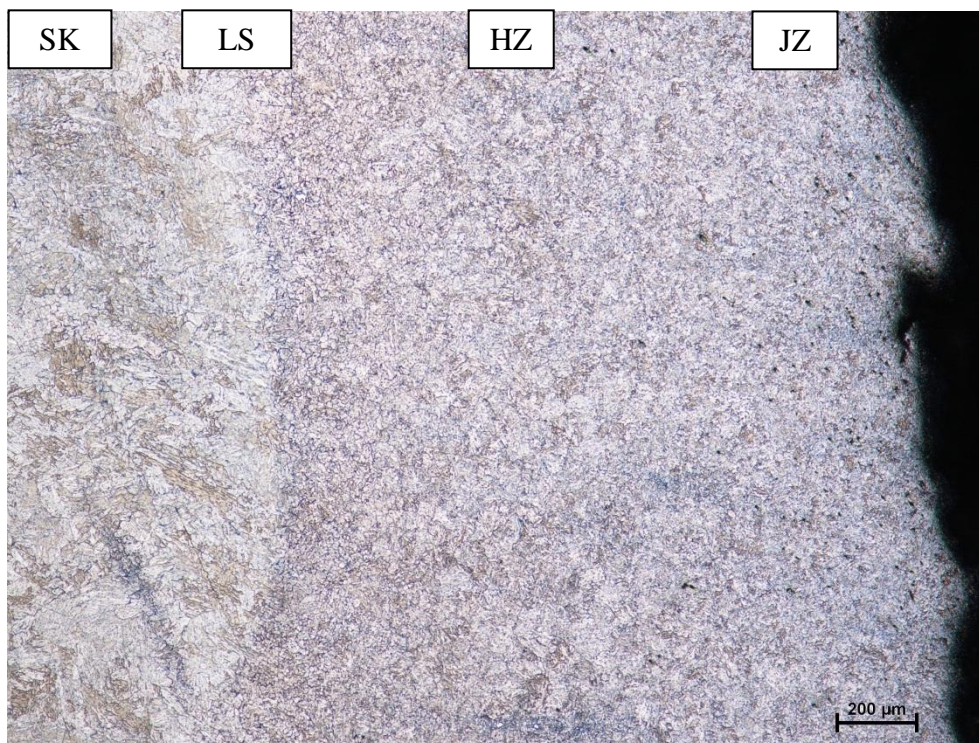
Obr. 50 – Mikrostruktura svarového kovu

Hlavní příčinou vzniku lomové trhliny u sledovaných vzorků podrobených standardním zkouškám tečení je vznik a postupný růst kavitačního porušení. Kavitační tečení je způsobeno přímým přínosem růstu kavit k trvalé deformaci. Závislost je dána rozhodujícím procesem růstu kavit (pokluzy po hranicích zrn, difúzí vakancí, tečením oblastí kolem kavit). Tento stav je popisován jako difúzní kavitační creep. Předpokladem je existence stabilní kavity na fasetách, které rostou difúzí vakancí z okolní hranice. Přitom dochází k ukládání atomů na této hranici a vzorek se bez kontrakce prodlužuje [13, 21].

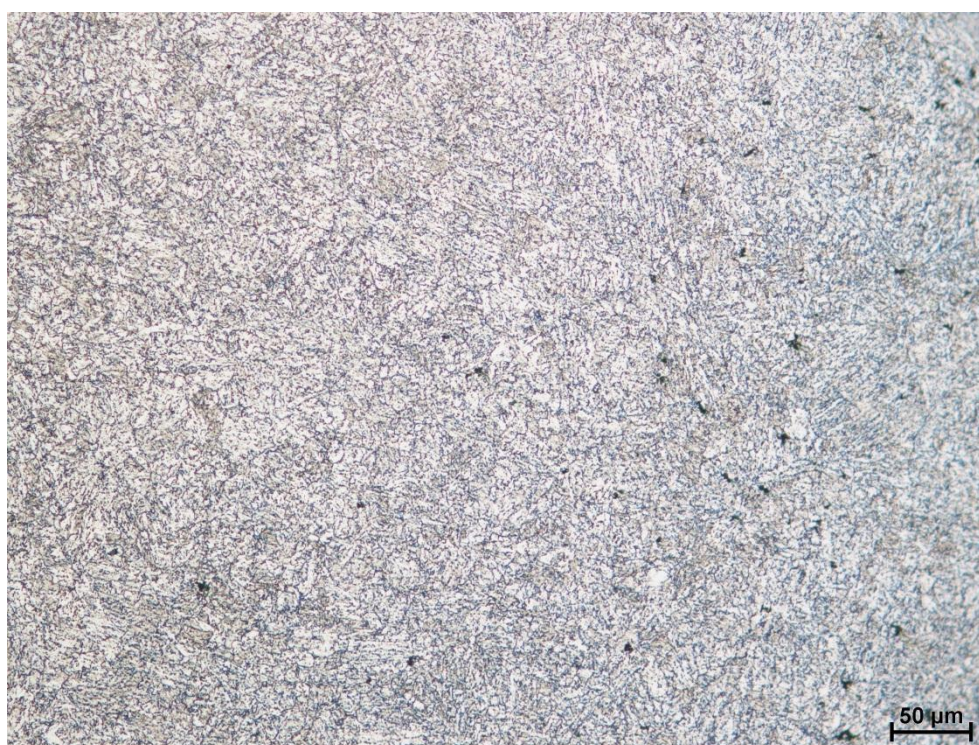
Porušení vzorku 15 blízko lomové plochy je znázorněno na obr. 51, kde je možné rozlišit jednotlivé části TOO svarového spoje (SK – svarový kov, LS – linie stavení, IK – interkriticky přehřátá, HZ – hrubozrnná, JZ – jemnozrnná). Na první pohled je zřejmé, že největší koncentrace kavit je obsažena v oblasti JZ (obr 52). V ostatních oblastech TOO, tzn. v HZ TOO a IK TOO svarového spoje strany SK -COST F, nebylo viditelné kavitační porušení (obr. 53).

V případě základního materiálu oceli COST F byly kavity pozorovány sporadicky, jak je vidět na obr. 54. V popuštěném martenzitu byly navíc detekovány útvary delta feritu, který je v žárovečných ocelích nežádoucí složkou, jež způsobuje křehkost materiálu a bývá iniciátorem trhlín. V TOO na straně SK – COST FB2 je možné pozorovat kavitační porušení v JZ i HZ, ale ve velmi nízké koncentraci (obr. 55). Vznik kavitačního porušení je podobné u obou vzorků 15 a 18, tedy zejména v JZ TOO a místy v obou základních materiálech COST FB2 a COST F. Rozdílná koncentrace kavit v blízkosti lomových ploch – více kavit se nachází u vzorku 18 (obr. 56).

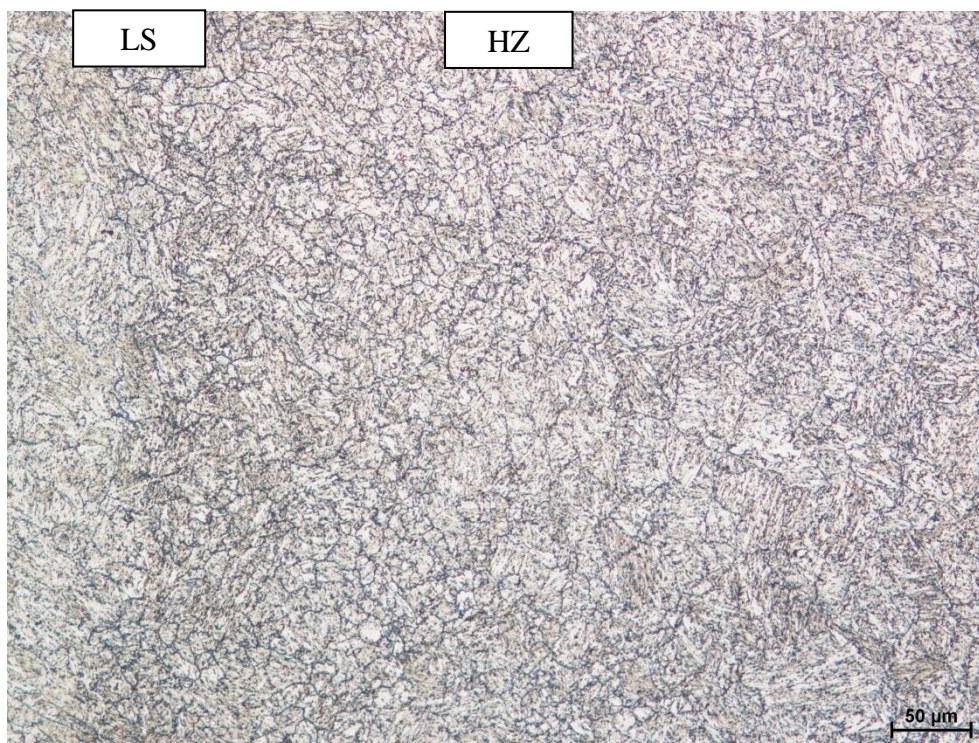




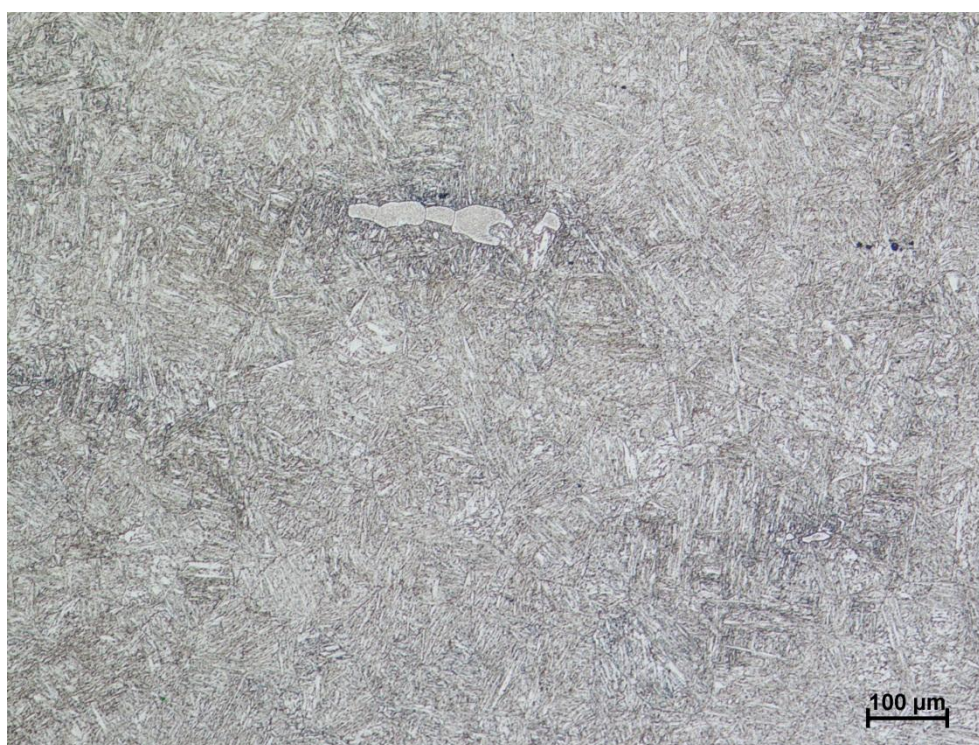
Obr. 51 - TOO oceli COST F vzorku 15



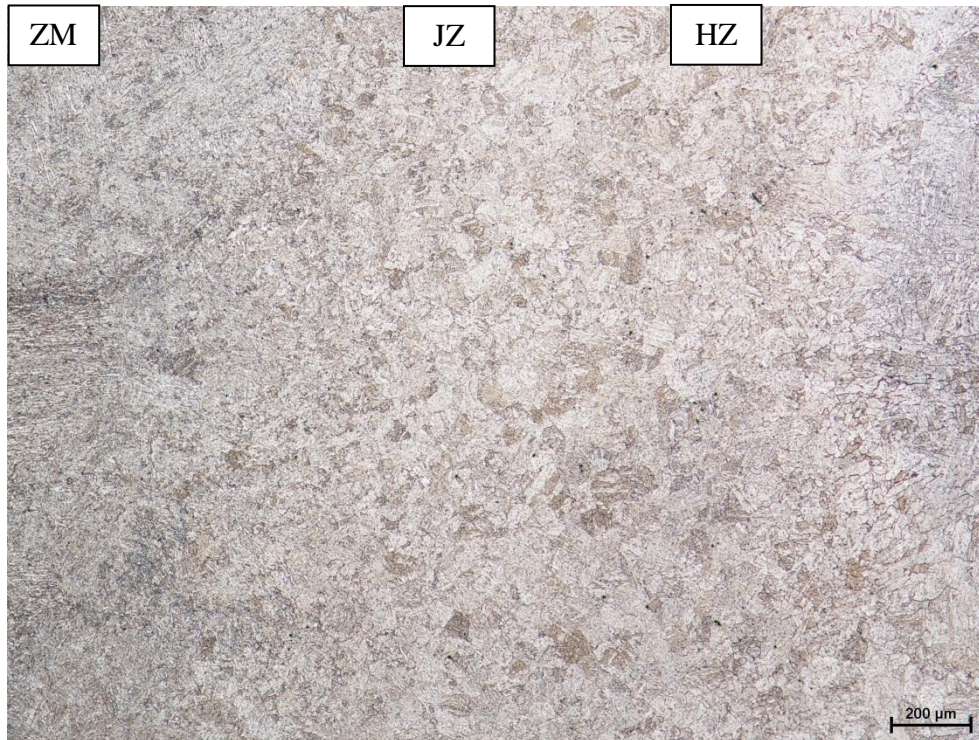
Obr. 52 - Oblast JZ s vysokou koncentrací kavit



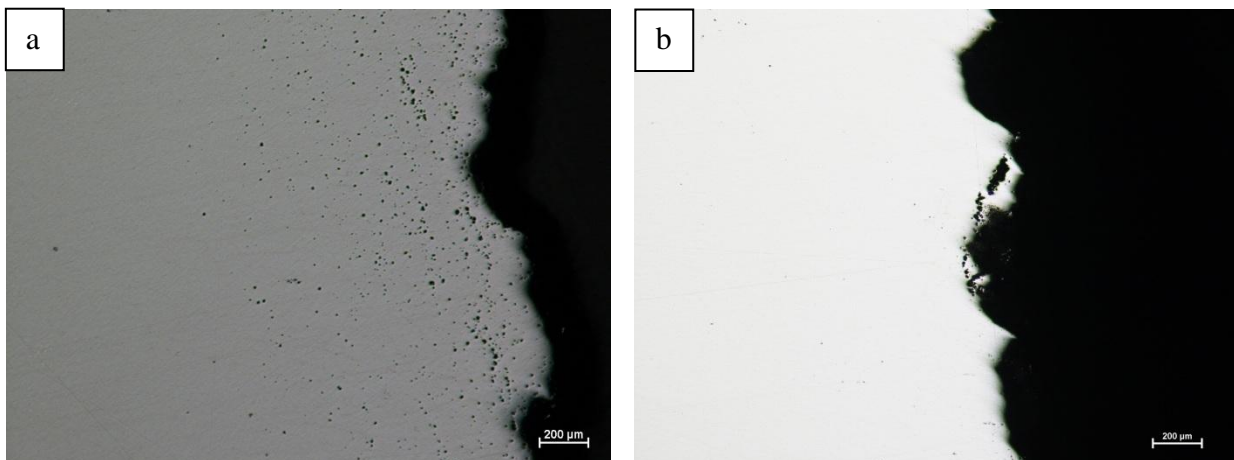
Obr. 53 – Oblasti vzorku 15 LZ, IK a HZ



Obr. 54 - Základní materiál COST F s  $\delta$ -feritem a ojedinělými kavitami

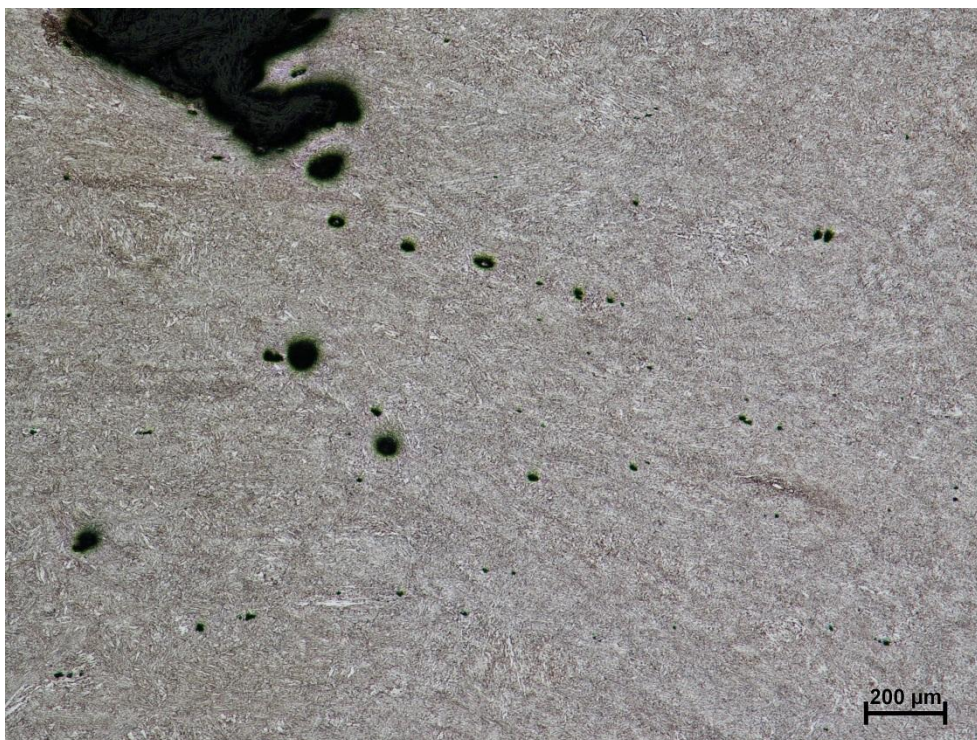


Obr. 55 - TOO oceli COST FB2

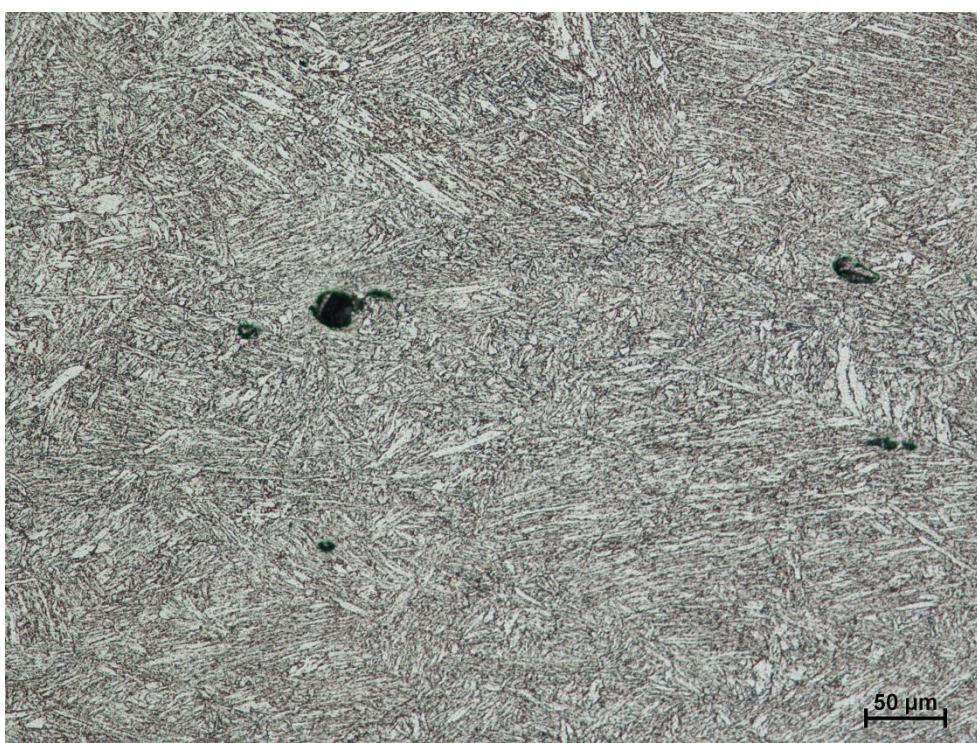


Obr. 56 - TOO u lomové plochy: a) vzorek 18 b) vzorek 15

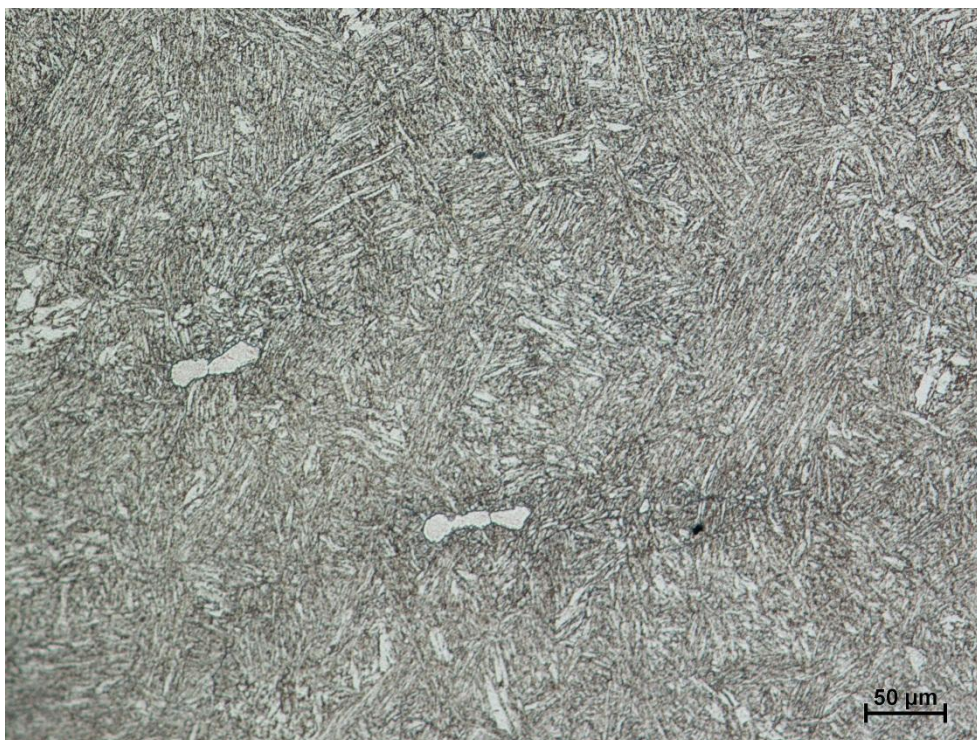
Zkušební tyče pro zrychlené zkoušky jsou výrazně kratší. Zkoušená oblast svarového spoje je menší a do středu tyče byla umístěna TOO oceli COST F (obr. 39). Zkoušený vzorek 1.2 byl porušen v oblasti základního materiálu těsně u TOO, ale k úplnému přetržení vzorku nedošlo. V blízkosti čela magistrální trhliny je zřetelné kavitační porušení (obr. 57 a 58) a útvary delta feritu (obr. 59).



Obr. 57 - Kavitační porušení v blízkosti lomu



Obr. 58 - Kavitační porušení v blízkosti lomu



Obr. 59 - Útvary delta feritu blízko lomu

Místy se vyskytuje kavitační porušení i v oblastech JZ, HZ a SK (obr. 60, 61 a 62). Z porovnání je zřejmé, že v části TOO vzdálenější od lomu nabývají kavity větších rozměrů.



Obr. 60 - TOO u linie stavení oceli COST F



Obr. 61 - TOO u linie stavení oceli COST FB2



Obr. 62 - Svarový kov s výskytem kavitačního porušení

## 7.5 Analýza mikrostruktury pomocí řádkovací elektronové mikroskopie

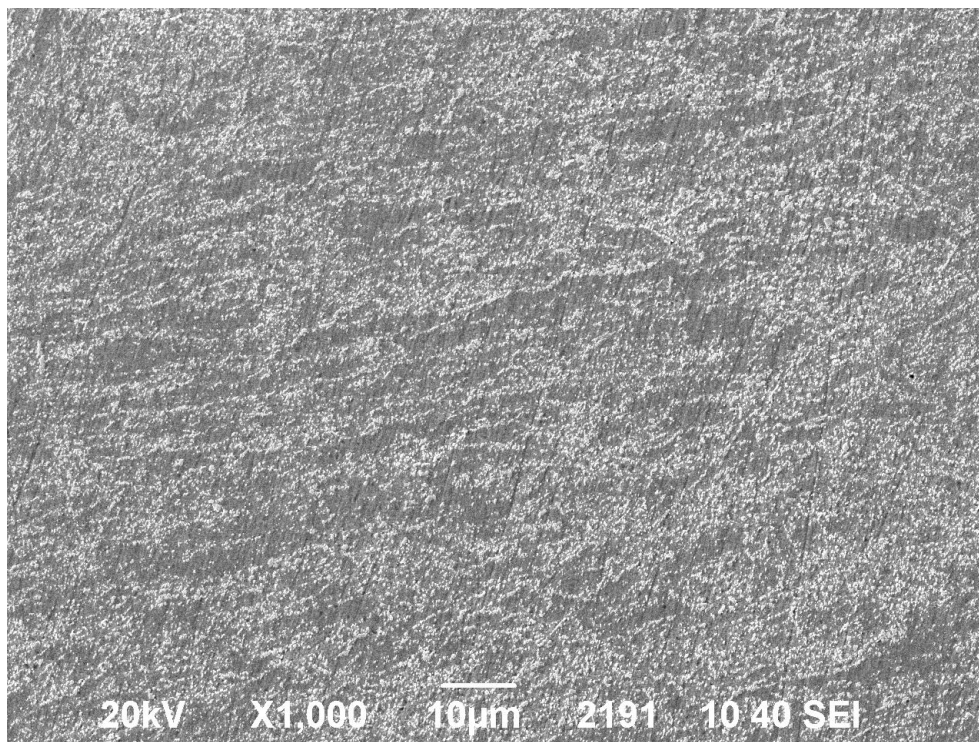
Analýza struktury vzorků byla provedena pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu JEOL – JSM 6490 LV. Byly pozorovány TOO oceli COST F ve všech vzorcích, tedy výchozí stav a stavy po standardních a zrychlených zkouškách tečení. Tato metoda hodnocení byla použita pro zobrazení a kvantitativní hodnocení precipitátů, zejména částic karbidu chromu  $M_{23}C_6$  a Lavesovy fáze  $Fe_2Mo$ . Tyto částice je možné identifikovat i na základě jejich chemického složení stanoveného z EDX spektra. Pro zviditelnění všech částic byla použita metoda zobrazení v sekundárních elektronech a pro zobrazení Lavesovy fáze metoda odražených elektronů. Důvodem zviditelnění Lavesovy fáze v módu COMPO odražených elektronů spočívá ve faktu, že má výrazně vyšší relativní atomovou hmotnost než částice karbidu chromu nebo okolní matrice. Hmotností čísla jsou uvedena v tab. 10. Postup přípravy vzorků:

- mechanické broušení a leštění vzorku,
- naleptání struktury povrchu 10 až 15 s v leptadle Villela-Bain.

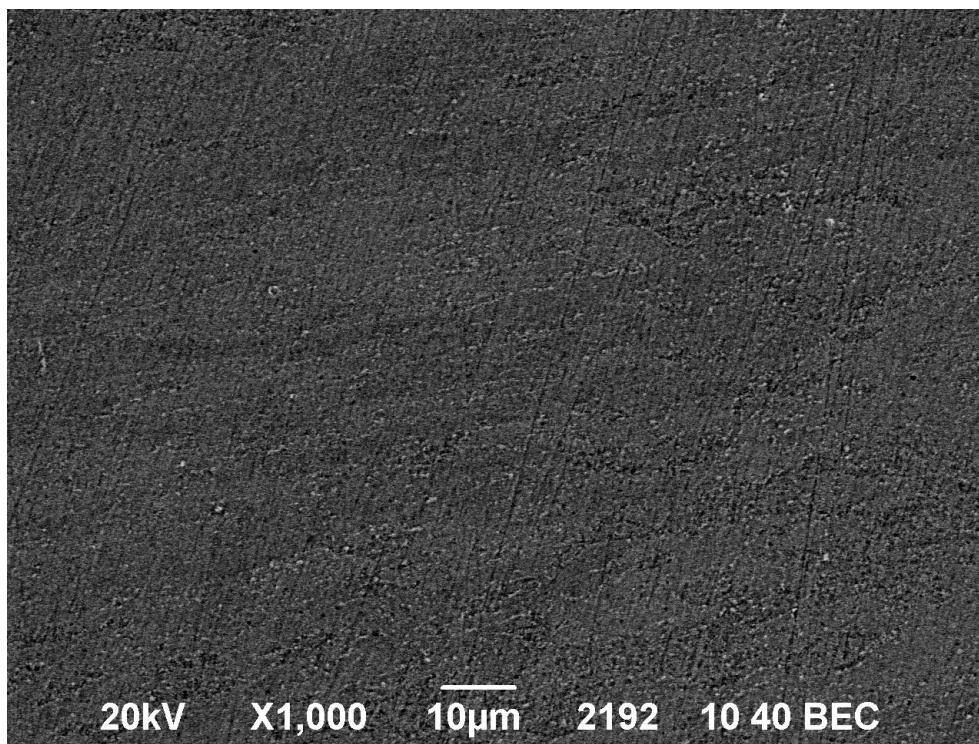
Tab. 10 - Hodnoty relativní hmotnosti pro vybrané prvky

Prvek	Relativní atomová hmotnost [-]
Fe	55,85
Cr	52
Mo	95,94
W	183,85

Výchozí stav jemnozrné oblasti oceli COST F vykazuje rovnoměrné rozložení precipitátů. Částice karbidu chromu  $M_{23}C_6$  se nacházejí jak po hranicích původních austenitických zrn, tak i uvnitř zrn na hranicích feritických lůtek a podle literatury též na hranicích subzrn [14], které nejsou při použitím zobrazení v ŘEM pozorovatelné (obr. 63 a 65). Dalším typem částic pozorovatelných v ŘEM byly ojediněle se vyskytující primární karbidy niobu (Nb, V)C zpravidla větší než karbidy chrómu. Tyto částice byly identifikovány podle chemického složení z EDX mikroanalýzy (obr. 67). Pro zjištění přítomnosti Lavesovy fáze bylo použito zobrazení v odražených elektronech, které je možné pozorovat na obr. 64 a 66. Na těchto snímcích jsou mírně zřetelné částice karbidů chrómu a na obr. 64 i několik jasných částic, které podle EDX mikroanalýzy patří primárním karbidům niobu. Lavesova fáze v této části svarového spoje bohatá na molybden nebyla detekována.

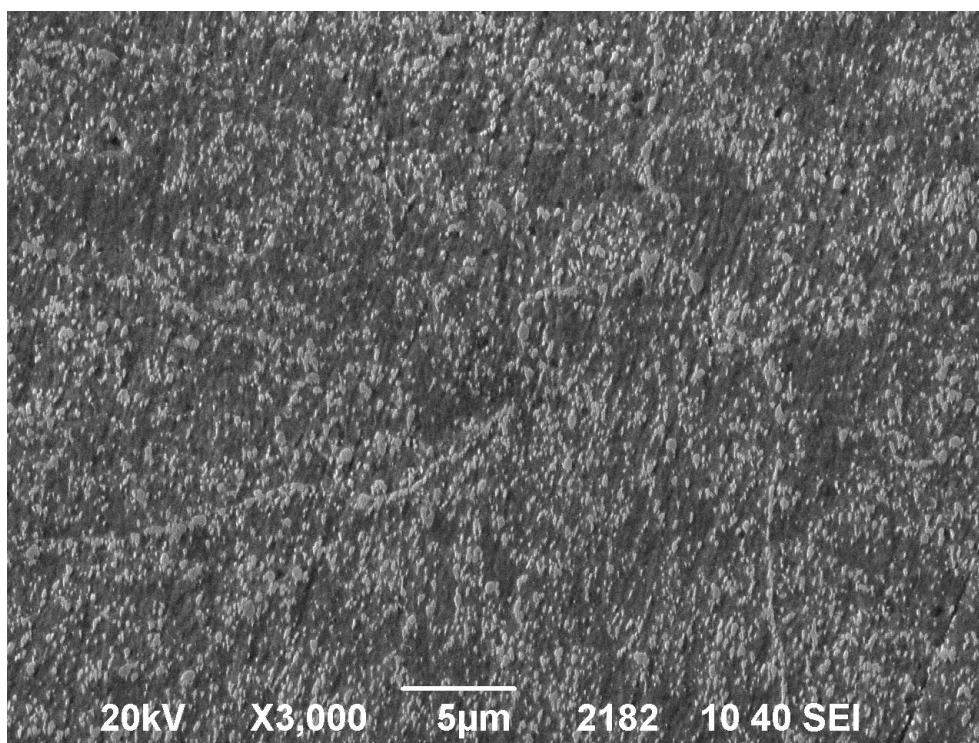


Obr. 63 - Rozložení částic karbidů chromu  $M_{23}C_6$  vzorku výchozího stavu

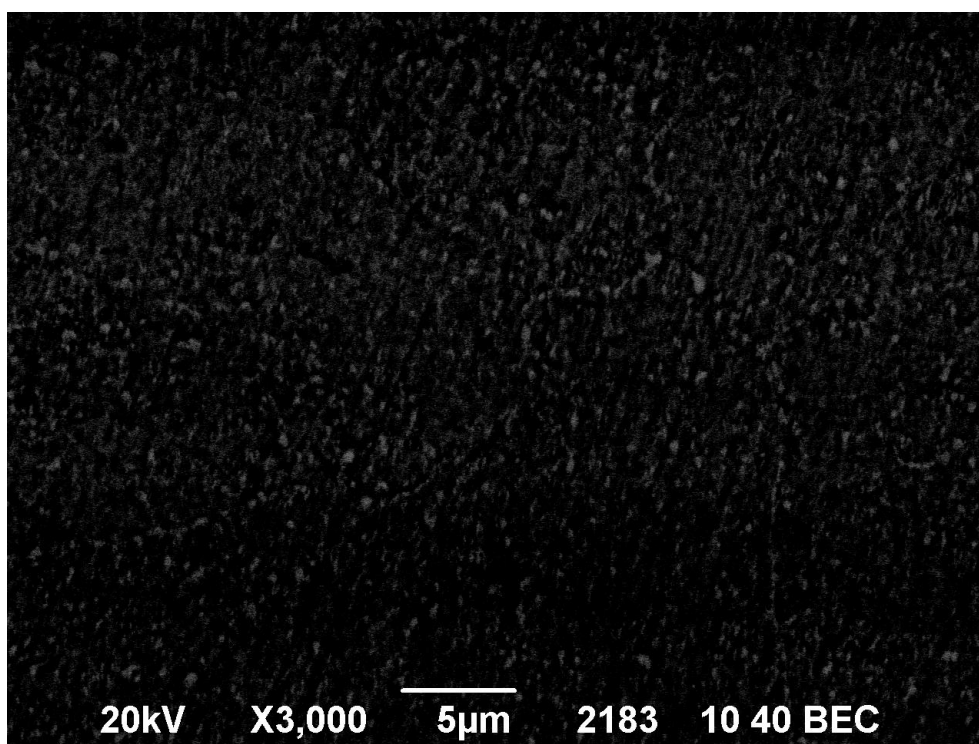


Obr. 64 - Zobrazení částic Lavesovy fáze  $Fe_2Mo$  vzorku výchozího stavu



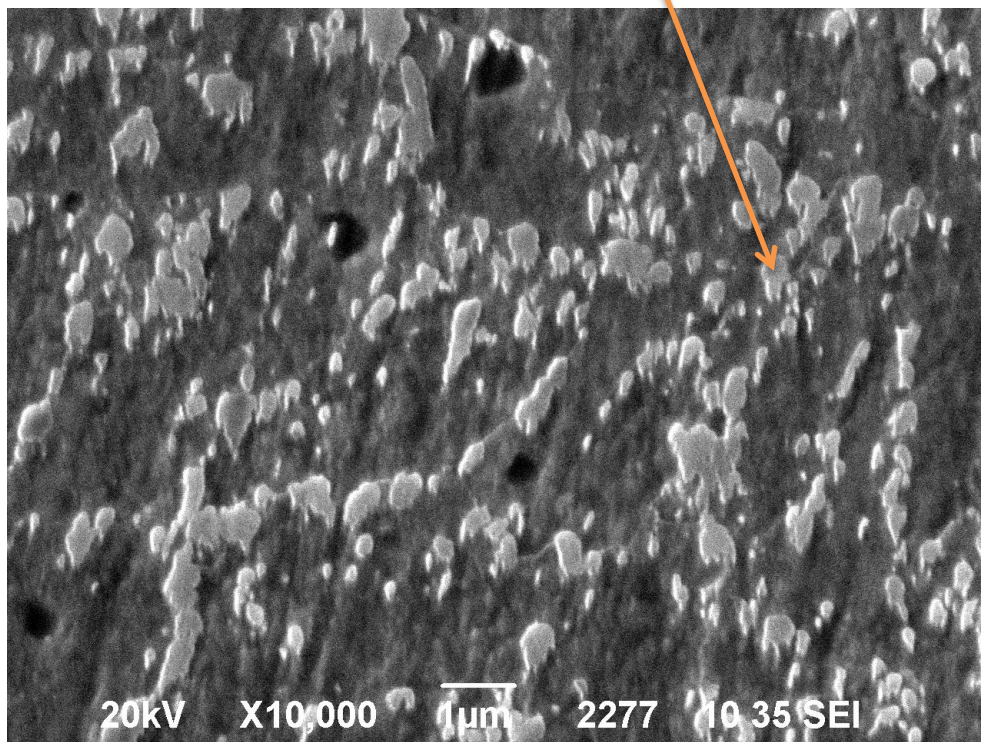
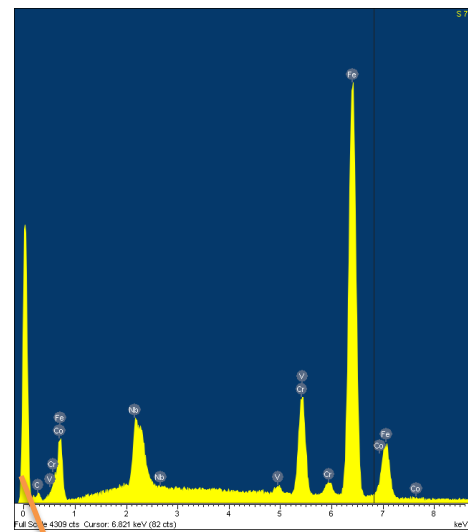


Obr. 65 - Rozložení karbidů chromu  $M_{23}C_6$  vzorku výchozího stavu

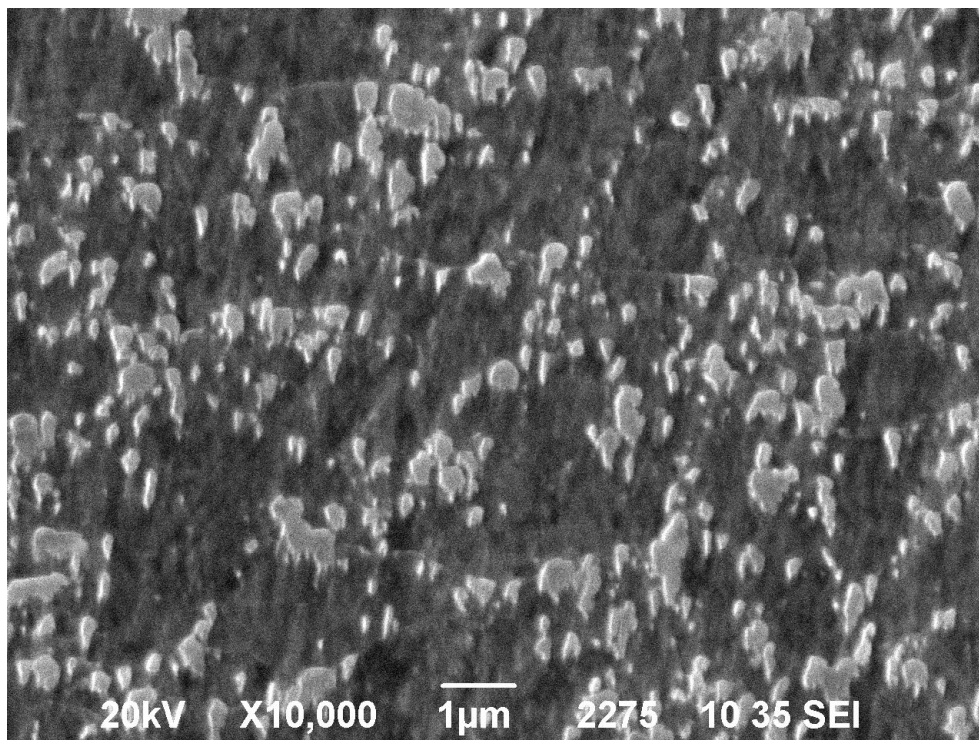


Obr. 66 - Zobrazení částic Lavesovy fáze  $Fe_2Mo$  vzorku výchozího stavu

Při větším zvětšení je možné pozorovat, že částice vykazují mírné protažení v jednom směru (obr. 67). Tento stav nejpravděpodobněji byl způsoben plastickou deformací při přípravě vzorků (během broušení a mechanického leštění metalografických výbrusů). Tmavé oblasti odpovídají místům výskytu částic boridů, které vypadly při přípravě metalografických výbrusů. Dále je patrné, že se nevyskytují větší shluky částic.

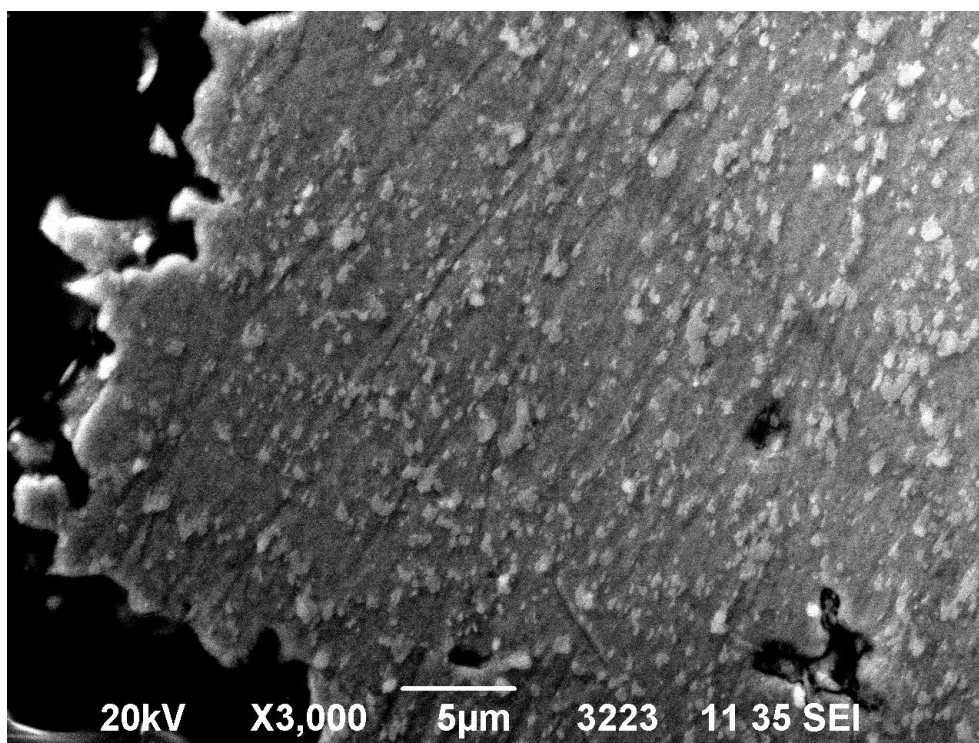


Obr. 67 - Rozložení částic karbidu chromu vzorku výchozího stavu

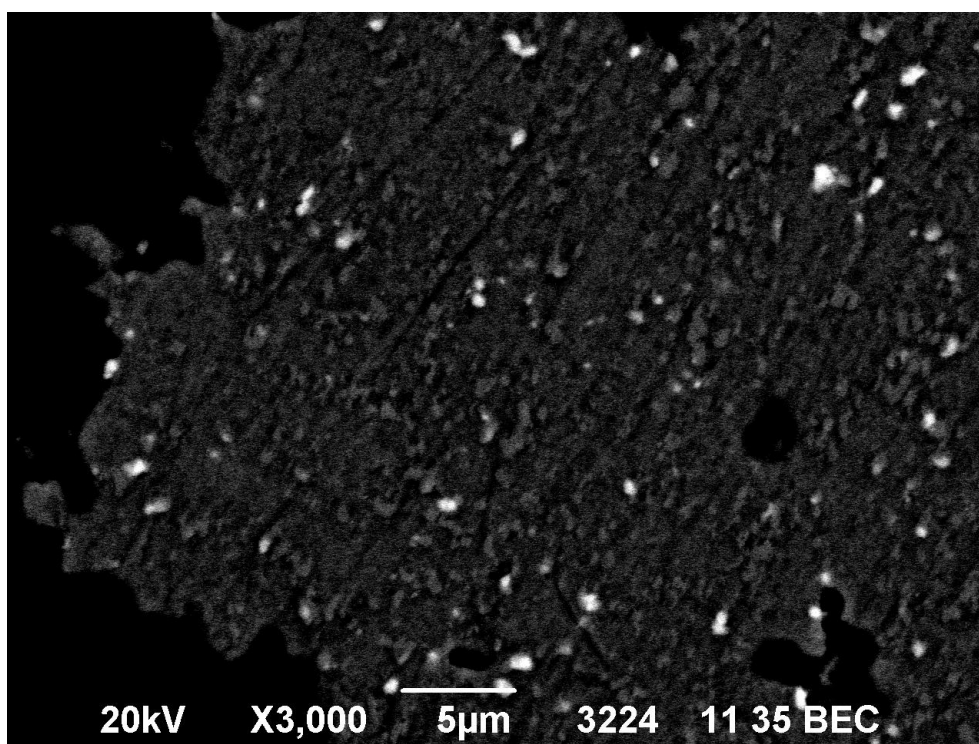


Obr. 68 - Rozložení částic vzorku výchozího stavu

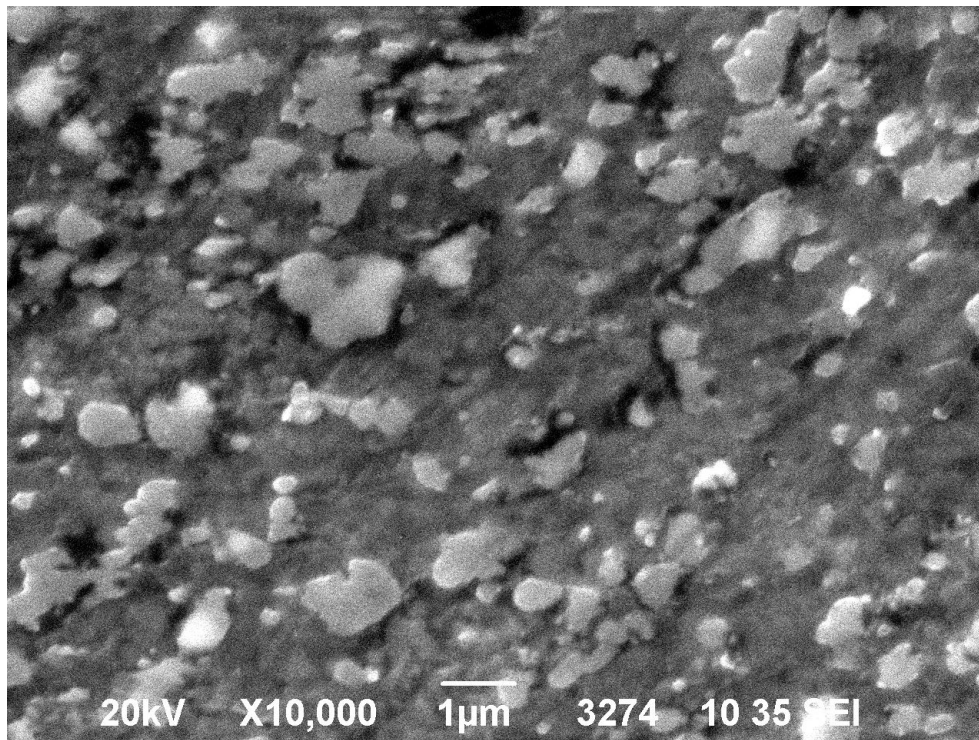
Větší zastoupení větších částic je možné pozorovat v případě vzorků po standardních creepových testech (obr. 69). Rovnoměrné rozložení je v tomto případě stále zachováno. Dále je možné pozorovat přítomnost kavitačního porušení, které již bylo prokázáno u analýzy světelné metalografie. Dlouhé rovné rýhy byly způsobeny při broušení vzorku. Z důvodu relativně malého množství experimentálního materiálu nebylo možné metalografické vzorky opakovaně brousit, neboť vzorky po zkouškách tečení bylo potřeba použít pro přípravu vzorků pro TEM. Přítomnost Lavesovy fáze byla prokázána v zobrazení odražených elektronů (obr. 70), kde je možné pozorovat zhruba stejnou velikost světlých částic rovnoměrně rozložených. Zejména byly analyzovány světlé částice v zobrazení odražených elektronů, které svědčily pro přítomnost Lavesovy fáze. K rozlišení částic karbidů chromu  $M_{23}C_6$  a Lavesovy fáze byla použita EDX mikroanalýza (obr. 73 a 75). Částice Lavesovy fáze výhradně precipitují na částicích karbidů chromu, což je patrné z obr. 71 a 72. V blízkosti Lavesovy fáze jsou pozorovatelné kavity.



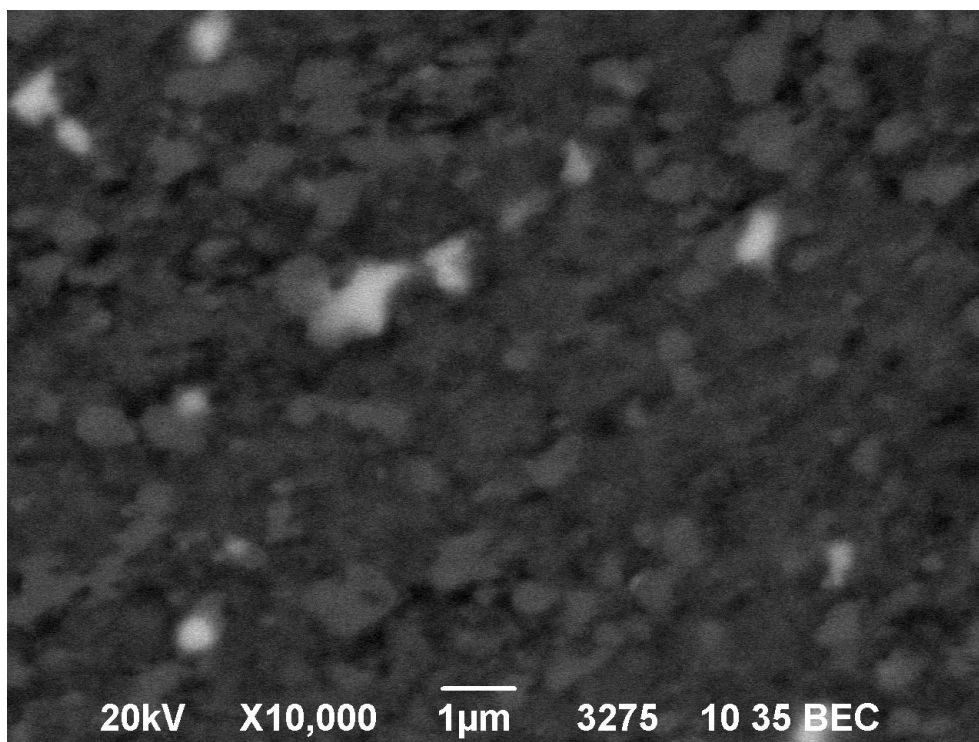
Obr. 69 - Rozložení částic karbidů chromu  $M_{23}C_6$  a Lavesovy fáze ve vzorku 15 u lomové plochy



Obr. 70 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 15 jako na obr. 65

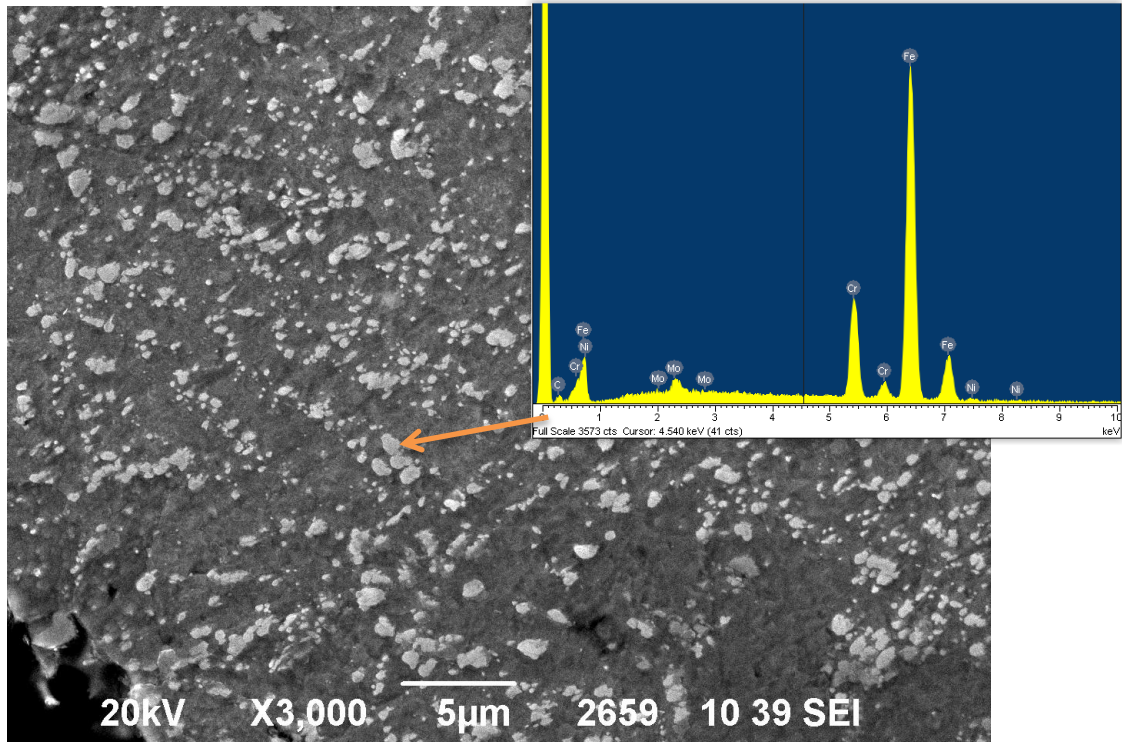


Obr. 71 - Rozložení částic ve vzorku 15

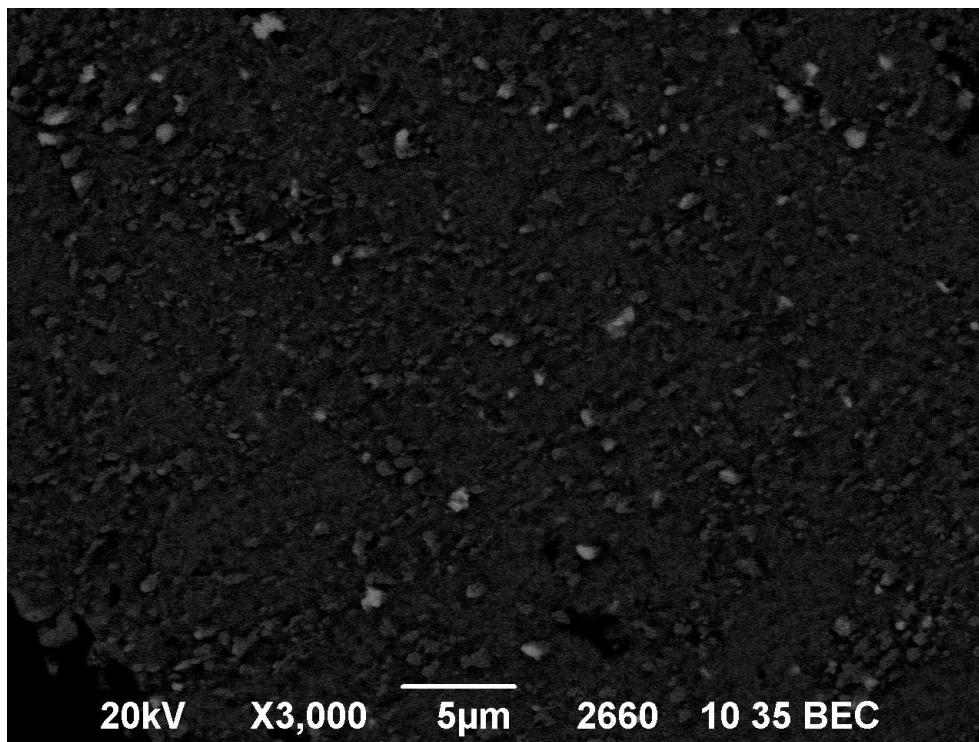


Obr. 72 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 15 jako na obr. 67

Výrazně zhrubnutí částic vykazuje vzorek 18 po standardních creepových testech s místním kavitacním porušením podobně jako vzorek 15 (obr. 73). Přítomnost Lavesovy fáze je zobrazena na obr. 74.

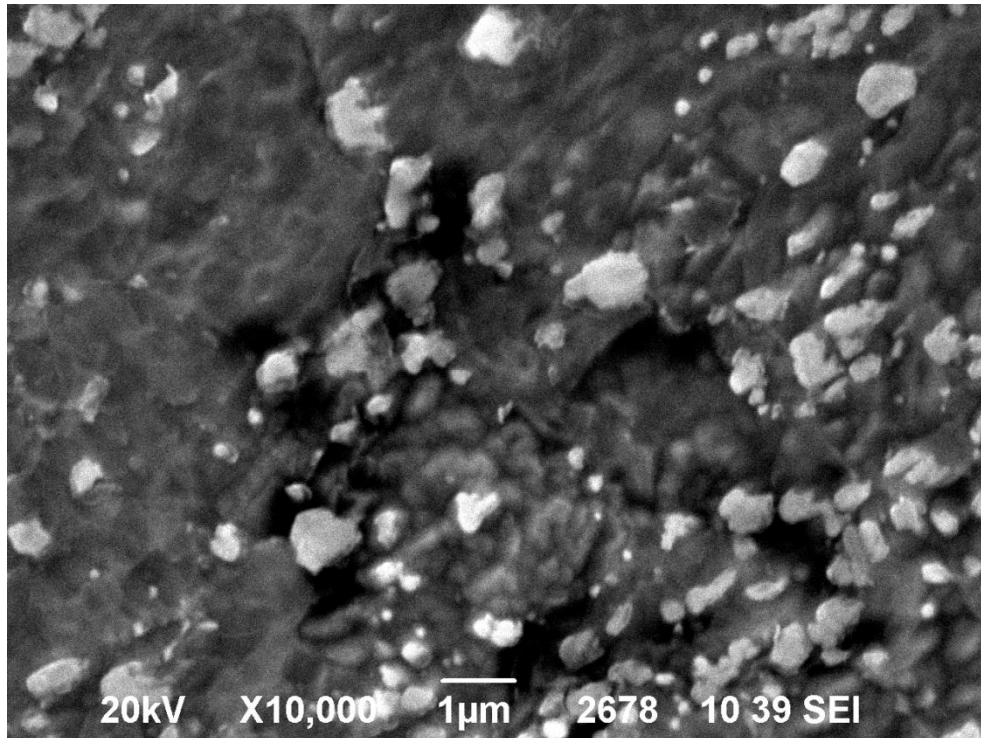


Obr. 73 - Rozložení částic v blízkosti lomové plochy vzorku 18

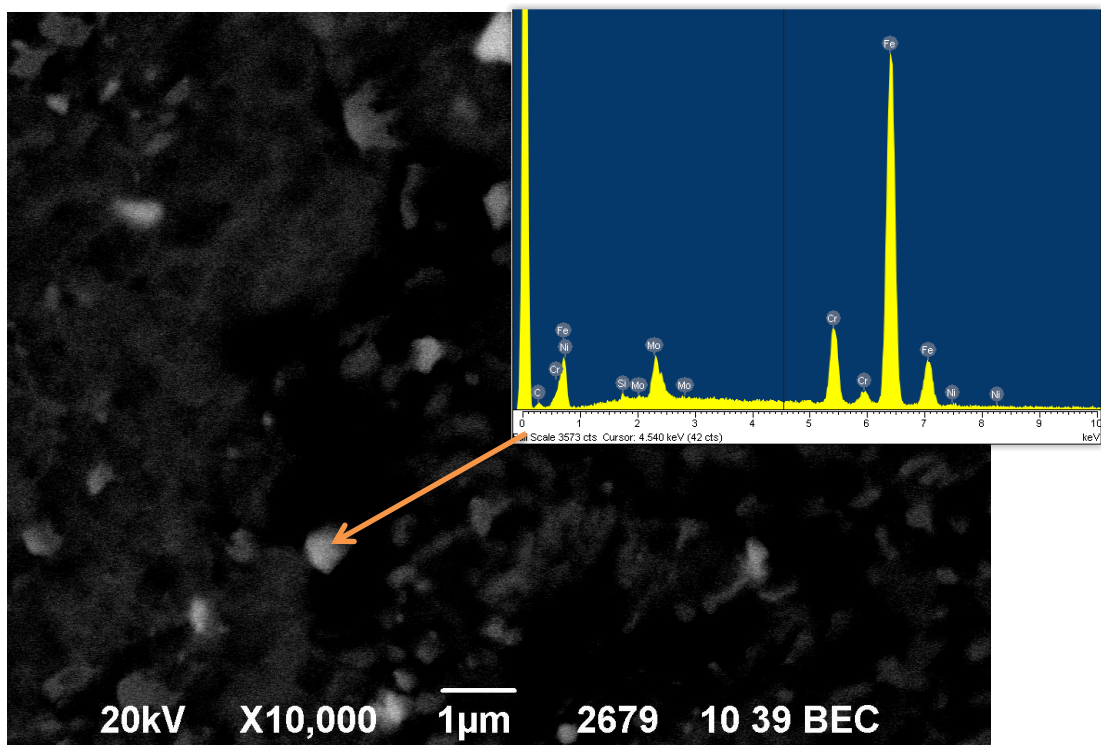


Obr. 74 - Zobrazení Lavesovy fáze v lokalitě vzorku 18 jako na obr. 69

Výrazné zhrubnutí částic je patrné z obr. 75. Při porovnání s obr. 76 je opět pozorovatelné, že precipitace Lavesovy fáze vychází z částic karbidů chromu, v jejichž blízkosti se vyskytuje rozsáhlejší kavitáčního porušení.



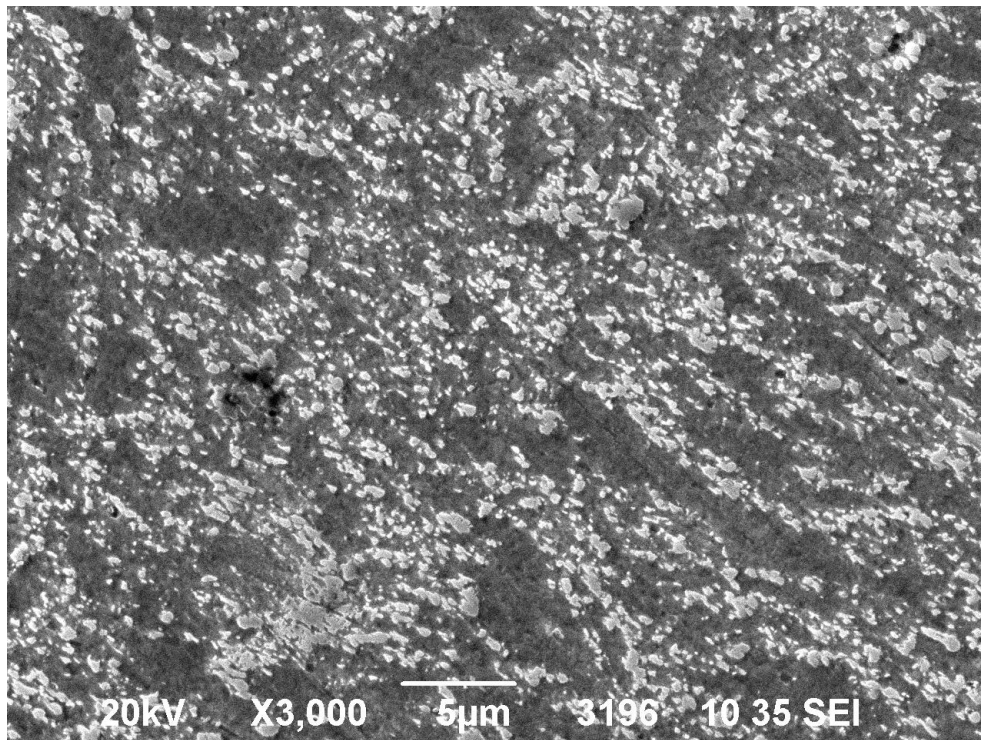
Obr. 75 - Rozložení částic ve vzorku 18



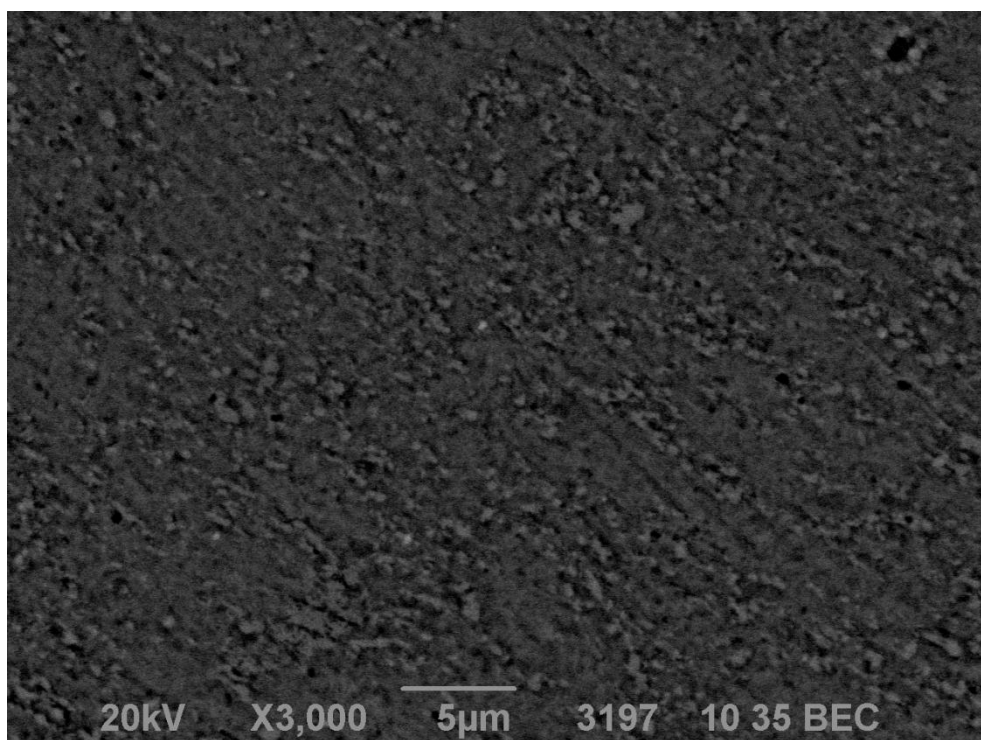
Obr. 76 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 18 jako obr. 72

Zhrubnutí částic a kavitáční porušení je znatelné i u posledního zkoušeného vzorku, a to po zrychlených creepových testech (obr. 77). V případě zjištění přítomnosti Lavesovy (obr. 78) fáze je zcela patrné, že se zde nevyskytuje z porovnání obr. 80. Jelikož se u vzorku

nevyskytuje Lavesova fáze, není přítomnost kavitačního porušení spjata s její přítomností. Kavity vznikaly v blízkosti částic karbidů chromu.

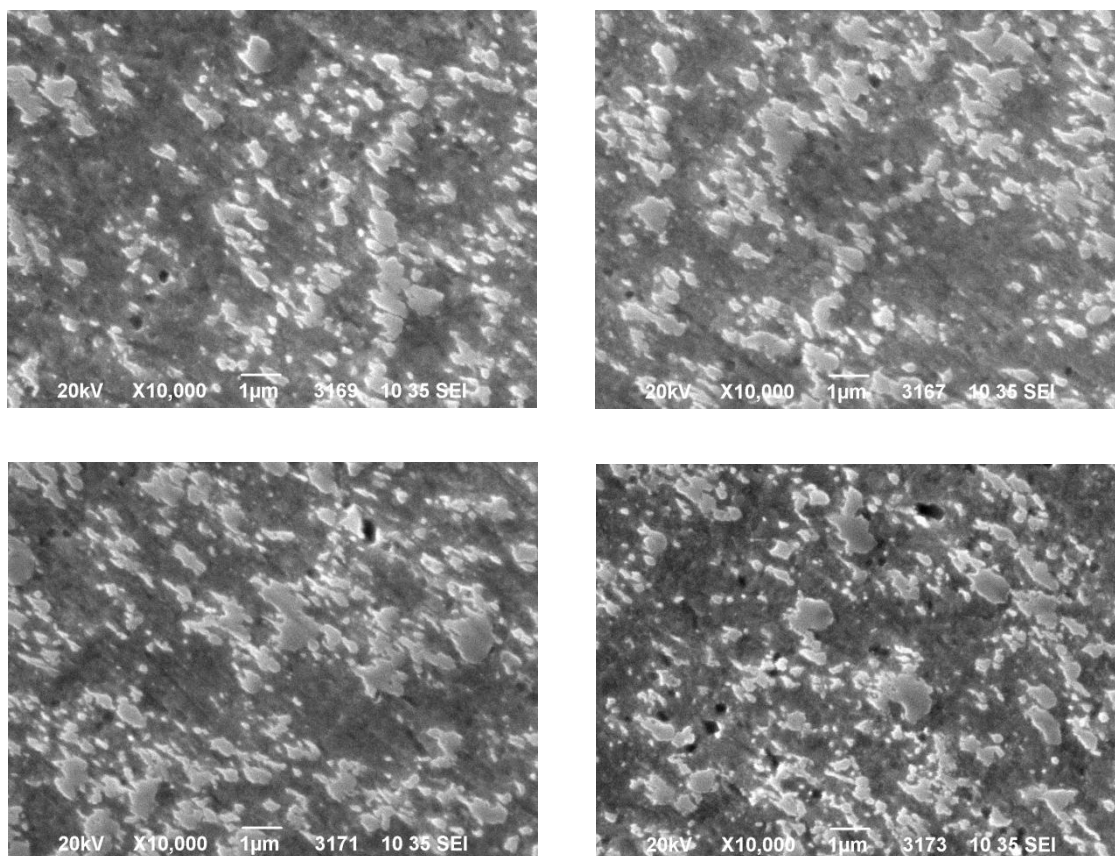


Obr. 77 - Rozložení částic ve vzorku 1.2

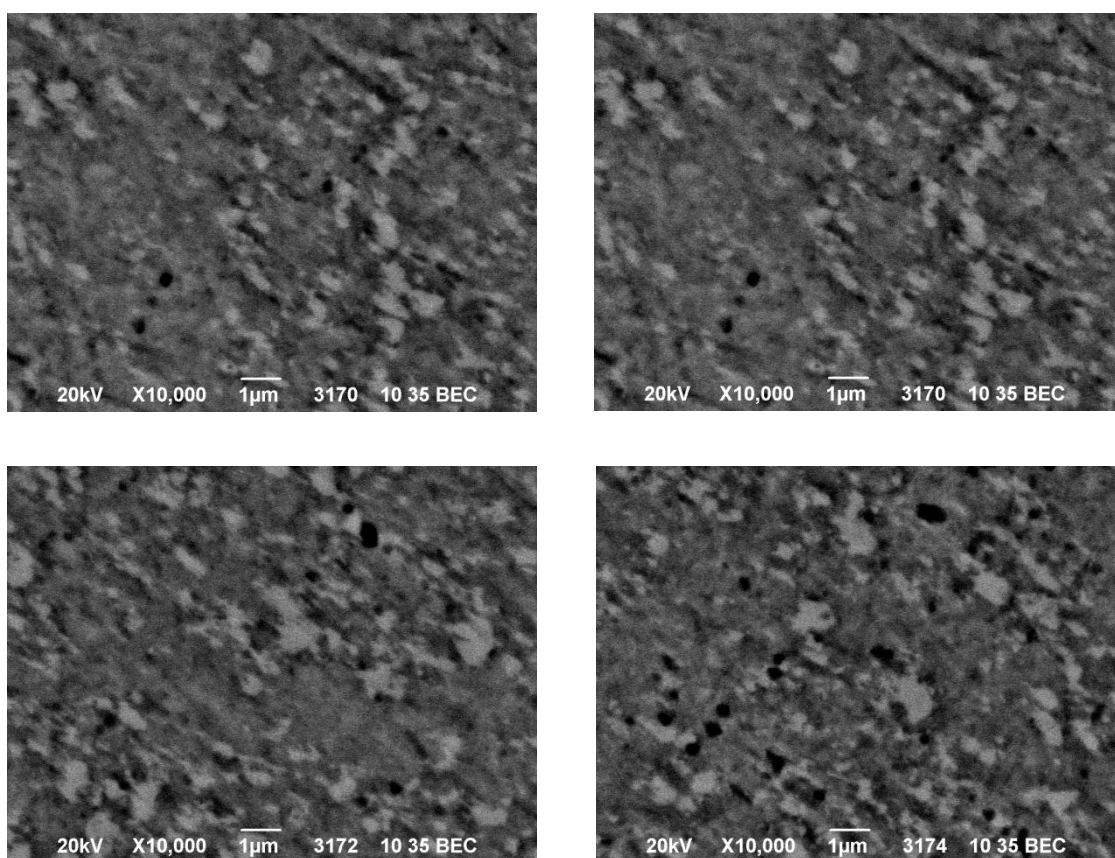


Obr. 78 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 1.2 jako obr. 73





Obr. 79 - Vybrané snímky rozložení karbidů chromu vzorku 1.2 zobrazené v sekundárních elektronech



Obr. 80 - Vybrané snímky lokalit vzorku 1.2 z obr. 75 zobrazené v odražených elektronech

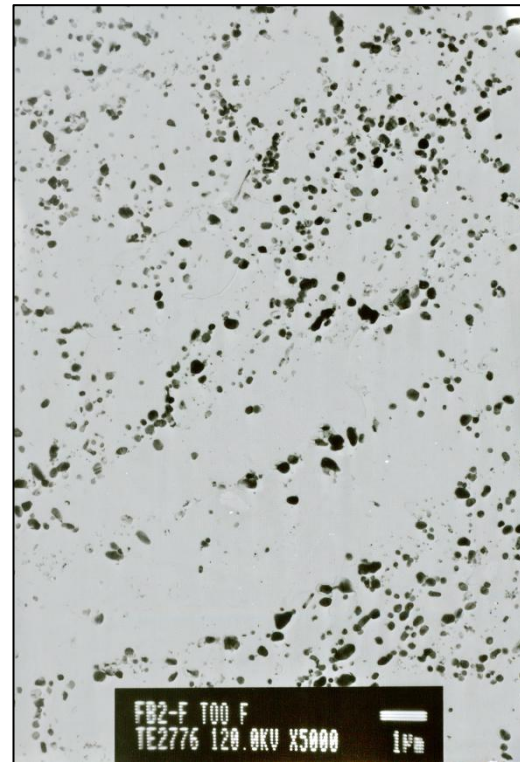
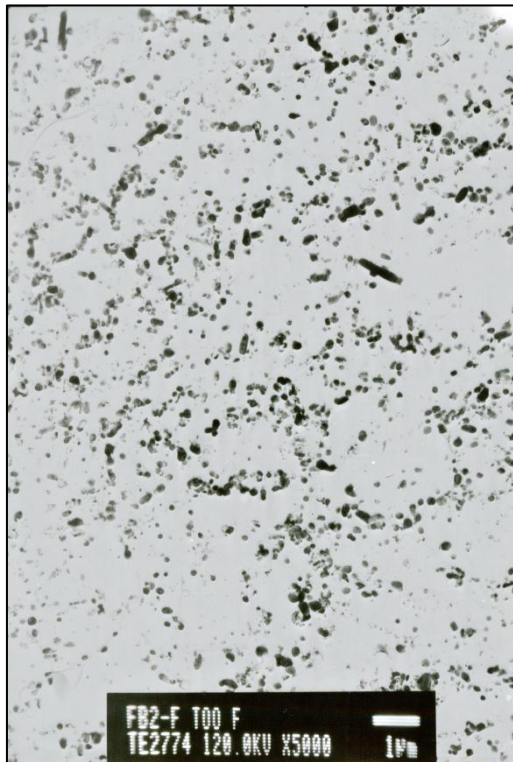
## 7.6 Analýza uhlíkových replik pomocí transmisní elektronové mikroskopie

Hlavní využití uhlíkových replik se uplatňuje ke studiu morfologie a rozložení částic a precipitátů ve slitinách. K identifikaci těchto částic může být dále použito chemické složení určené z EDX spektra a elektronové difrakce. Repliky byly zhotoveny v jemnozrnné tepelně ovlivněné oblasti vzorků výchozího stavu, po standardních a zrychlených creepových testech. Výroba uhlíkových replik je časově náročná a správné vyhodnocení vyžaduje dlouholetou praxi a zkušenost v této problematice. Postup přípravy replik:

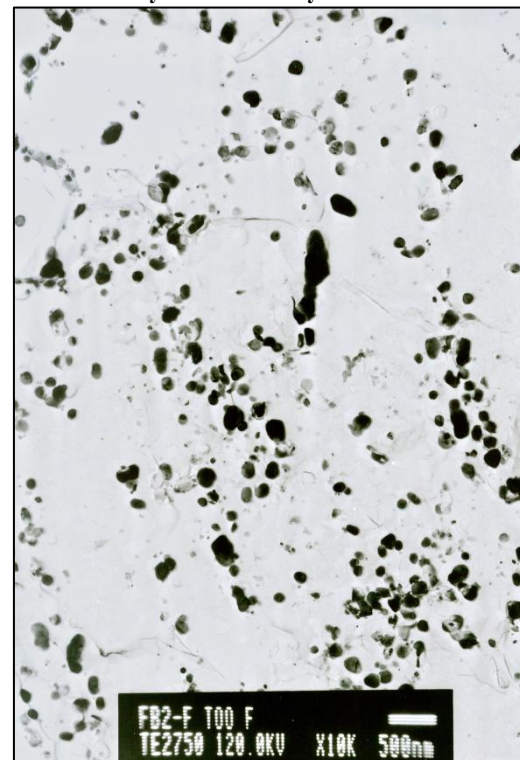
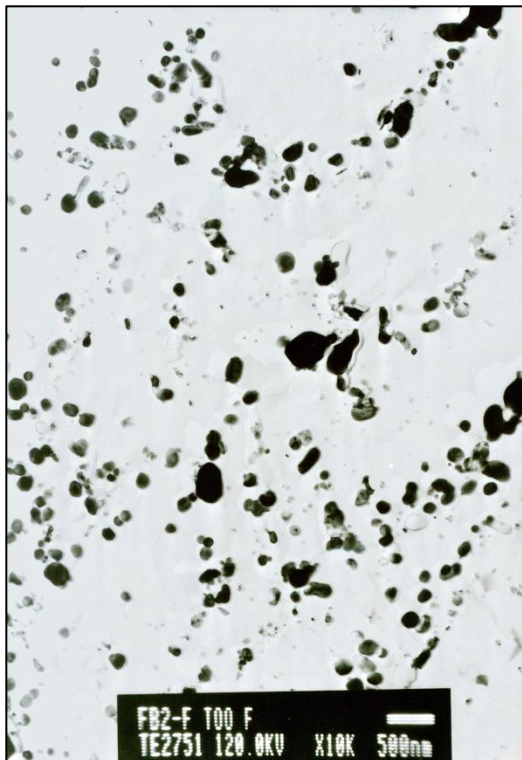
- Mechanické broušení a leštění.
- Elektrolytické odleštění Beilbyho vrstvy (doba leštění 15 s, napětí 33 V, elektrolyt – 500 ml etanol, 25 ml HClO<sub>4</sub> (60 %) a 7,5 ml HNO<sub>3</sub>).
- Naleptání struktury elektrolyticky odleštěného povrchu 60 s v leptadle Villela-Bain, poté doleptání 20 s v leptadle o složení - 100 ml etanol, 6 ml kyselina octová, 10ml kyselina solná a 1 g kyselina pikrová.
- Hliníkovou fólii zakrytí neodleštěné oblasti vzorku.
- Naprášení uhlíkové vrstvy ve vakuové komoře.
- Sejmutí nařezaných čtverečků uhlíkové repliky a elektrolytického odleptání.
- Očištění replik a usazení na měděnou síťku.

K pozorování uhlíkových replik byl použit transmisní elektronový mikroskop JEOL JEM 1200EX. Pozorovanou oblastí byla jemnozrnná tepelně ovlivněná oblast oceli COST F.

Vzorek výchozí struktury (obr. 81) vykazuje rovnoměrné rozložení precipitátů s vysokou hustotou částic po hranicích zrn, subzrn a uvnitř zrn. Převažují zejména drobnější částice, lokálně je možné pozorovat větší shluky částic. EDX mikroanalýzou byly rozpoznány karbidy chromu M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Nejdrobnější částice velikosti zhruba nižší než 40 nm jsou přisuzovány nitridu vanadu a niobu (obr. 82). Částice karbidů se vyznačují zejména oválným tvarem, ale místy se vyskytovaly kulovité částice (obr. 82).



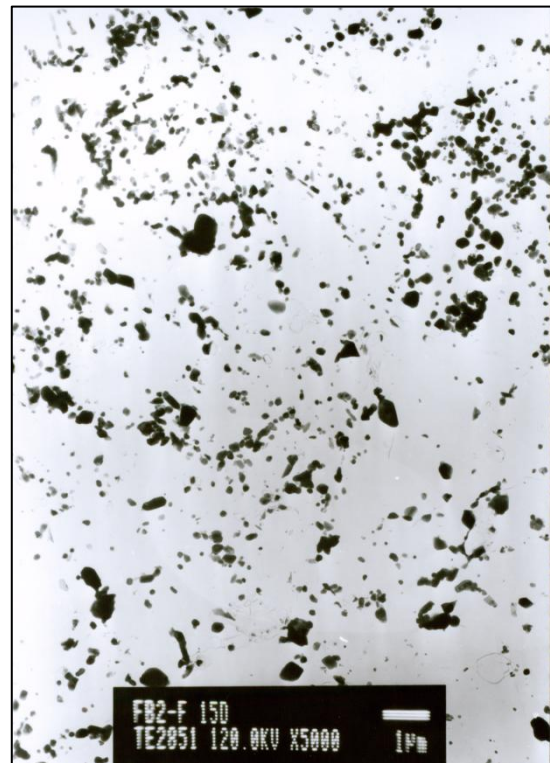
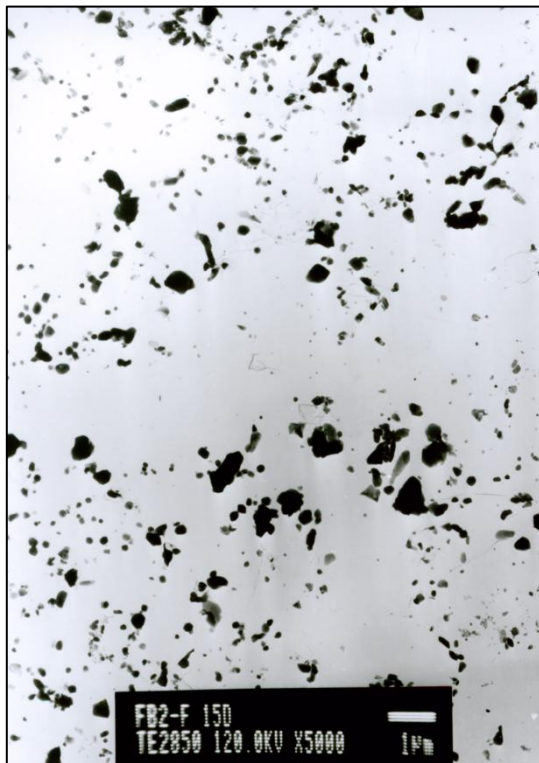
Obr. 81 - Rozložení částic karbidů chromu vzorek výchozí struktury



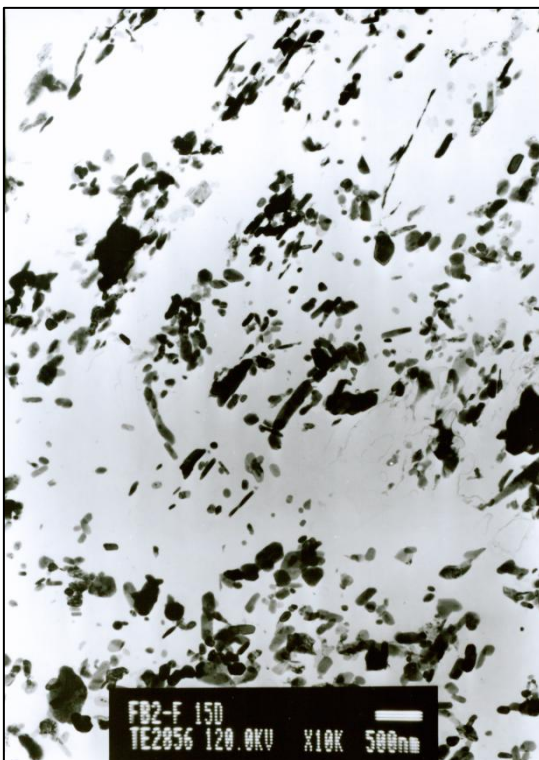
Obr. 82 - Rozložení karbidů chromu vzorek výchozí struktury

Vzorek 15 se po standardních creepových testech vyznačuje nárůstem velikosti většiny částic. Patrný nárůst částic je viditelný při větším zvětšení na obr. 84. Dále se objevuje více

shluků částic a výrazně větší nepravidelné částice. Z toho lze usoudit, že došlo ke snížení rovnoměrnosti a rozložení částic. Hustota částic se jeví menší.

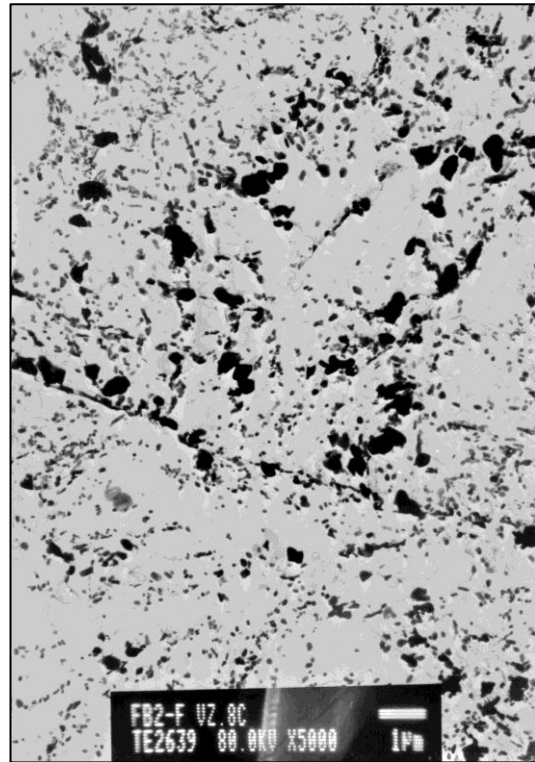
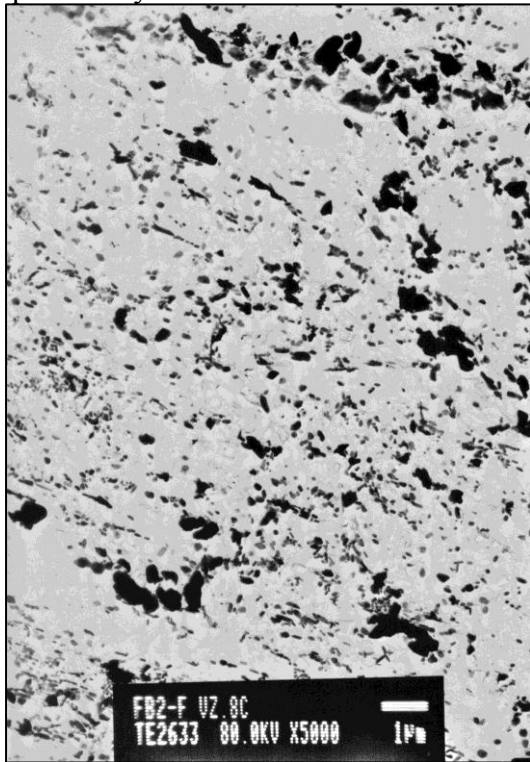


Obr. 83 - Rozložení částic vzorek 15

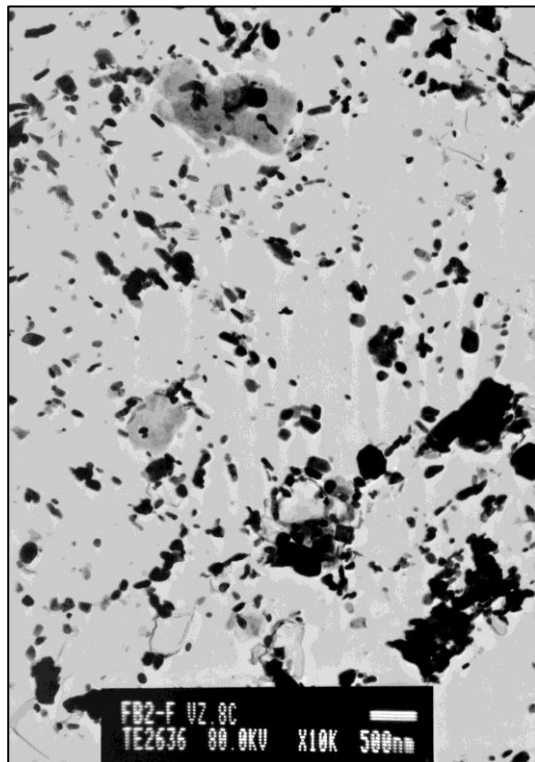
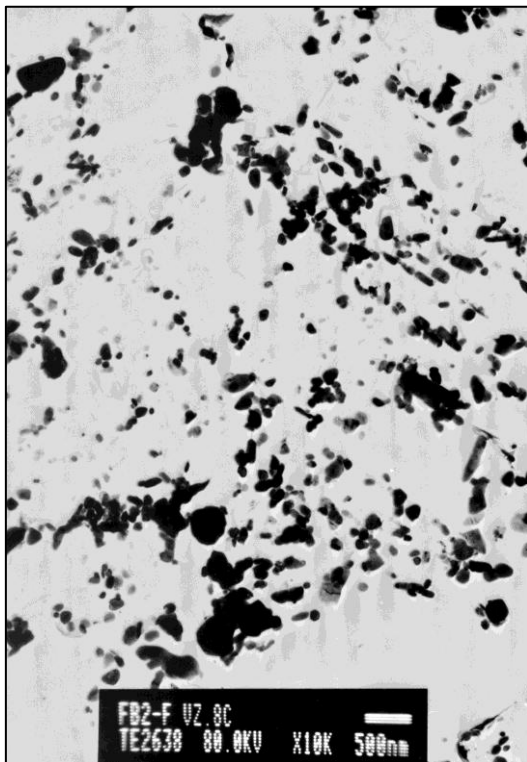


Obr. 84 - Rozložení částic vzorek 15

Výraznou změnu velikosti částic nikoliv hustoty vykazuje vzorek 18 (obr. 85 a 86). Hustota rozložení je výrazně rovnoměrnější, než v případě vzorku 15. Patrný rozdíl ve velikosti mezi částicemi je na obr. 86 při větším zvětšení. Nápadný je častý výskyt velkých nepravidelných částic.



Obr. 85 - Rozložení částic vzorek 18

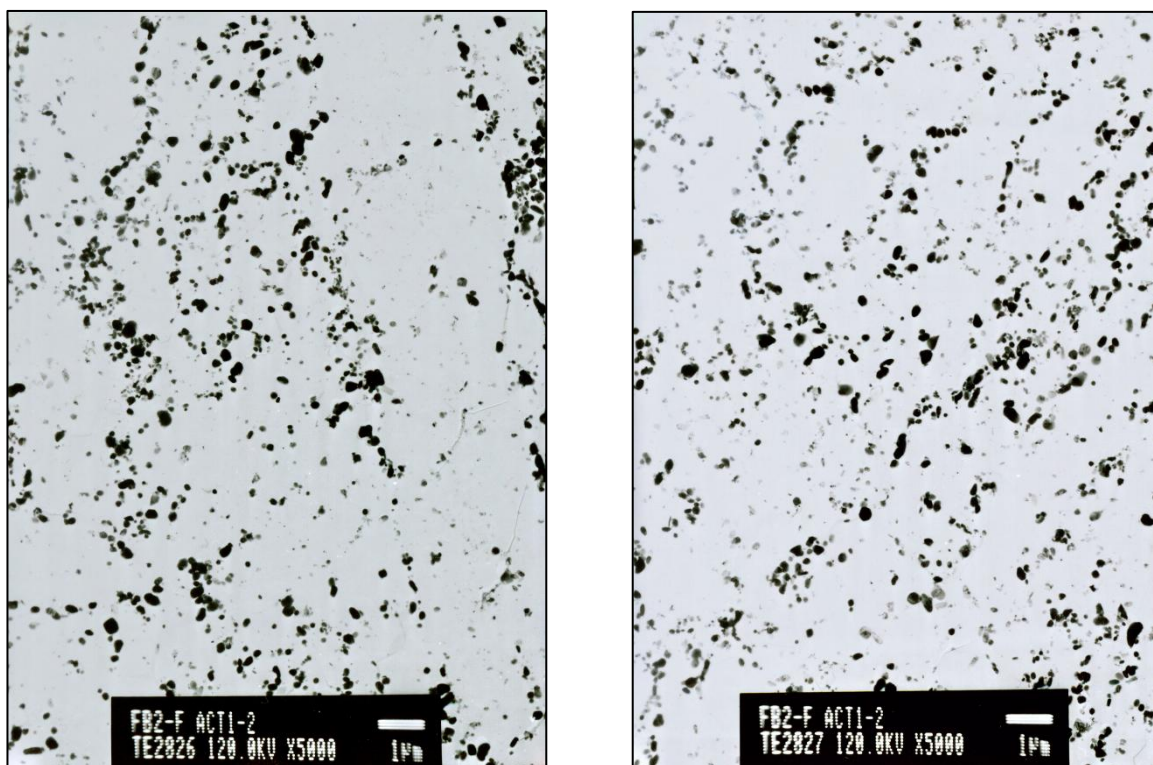


Obr. 86 - Rozložení částic vzorek 18

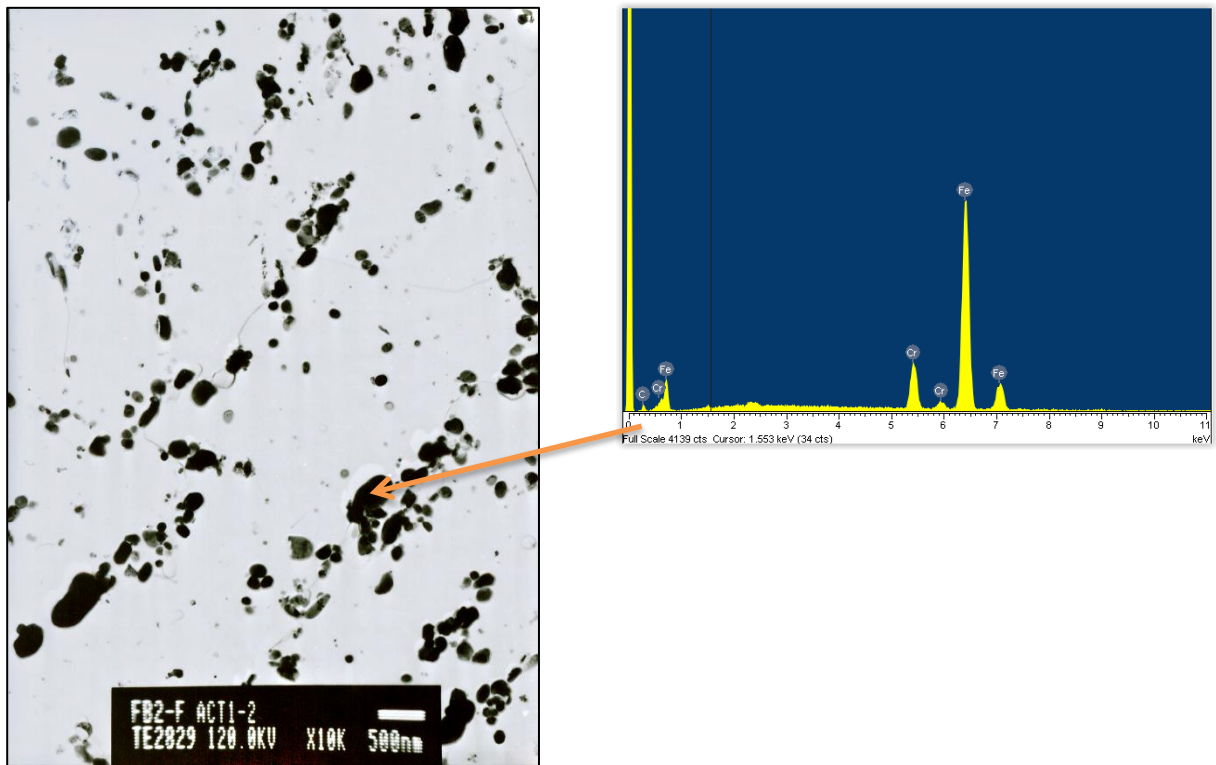
Z EDX mikroanalýzy provedené na větších nepravidelných částicích nepravidelného tvaru u vzorků 15 a 18, lze usuzovat na přítomnost Lavesovy fáze  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ . Zbylé částice byly identifikovány výhradně jako karbidy chromu  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . V uhlíkové replice byly zjištěny celkem 3 typy částic a to:

- karbidy  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ,
- jemné nitridy (V, Nb)N,
- Lavesova fáze.

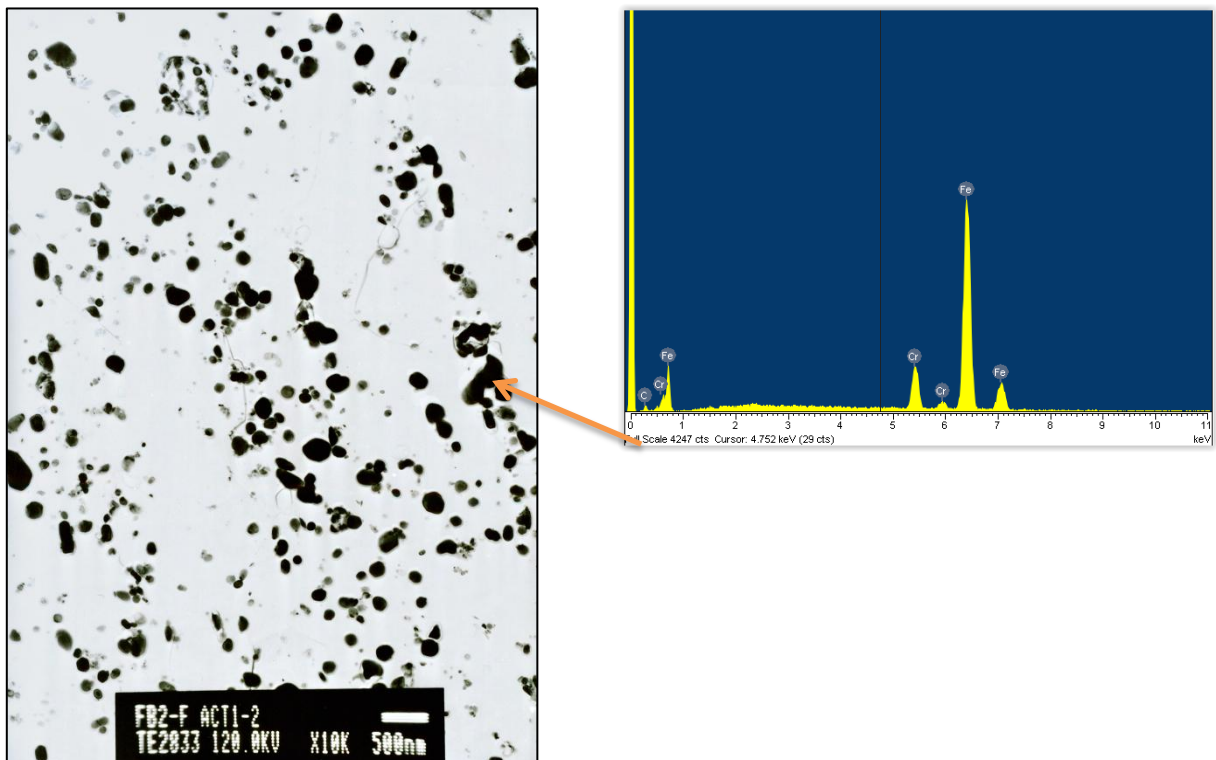
Vzorek 1.2 po zrychlených creepových testech vykazuje menší nárůst velikosti částic než u vzorků 15 a 18. Neobjevují se zde nápadné velké částice či shluk částic (obr. 87). Převážná většina částice je oválného, případně kruhovitého tvaru. Provedení EDX mikroanalýzy v případě větších částic vzorku 1.2 neprokázalo přítomnost Lavesovy fáze. Analyzované částice byly identifikovány jako částice karbidu chromu  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  (obr. 88 a 89).



Obr. 87 - Rozložení částic vzorek 1.2



Obr. 88 – Určení částice karbidu chromu  $M_{23}C_6$  vzorek 1.2



Obr. 89 - Určení částice karbidů chromu EDX mikroanalýzou, vzorek 1.2

## 8 Obrazová analýza

Obrazová analýza byla provedena pomocí programu NIS-Elements [15]. Jedná se o software obrazové analýzy určený ke sledování, snímání, archivaci a ručnímu nebo automatizovanému měření preparátů. Používaný snímací systém je připojen k mikroskopu NIKON Epiphot 300. Provedená obrazová analýza je zaměřena na velikost a četnost částic v oblasti jemnozrnné tepelně ovlivněné oceli COST F vzorků výchozího stavu, standardních a zrychlených creepových zkoušek. K provedení analýzy byly použity snímky z řádkovacího a transmisního elektronového mikroskopu. Počet a rozlišení snímků je v tab. 11. Jednotlivé snímky byly upravovány pomocí funkcí programu obrazové analýzy, postup úpravy se skládal z následujících kroků:

- kalibrace měřítka,
- segmentace, tzn. vyznačení objektů měření prahováním podle intenzity (vytvoření binárního obrazu) obr. 90 a 91,
- funkce vyčištění, vyhlazení, eroze a morfologické separace objektů binárního obrazu,
- ruční rozdělení a přidání objektů, které nebyly při prahování správně vyznačené,
- vymezení oblasti měření rámečkem,
- volba příznaků měření a omezení jejich velikosti,
- provedení měření, zobrazení výsledků a jejich export do Excelu.

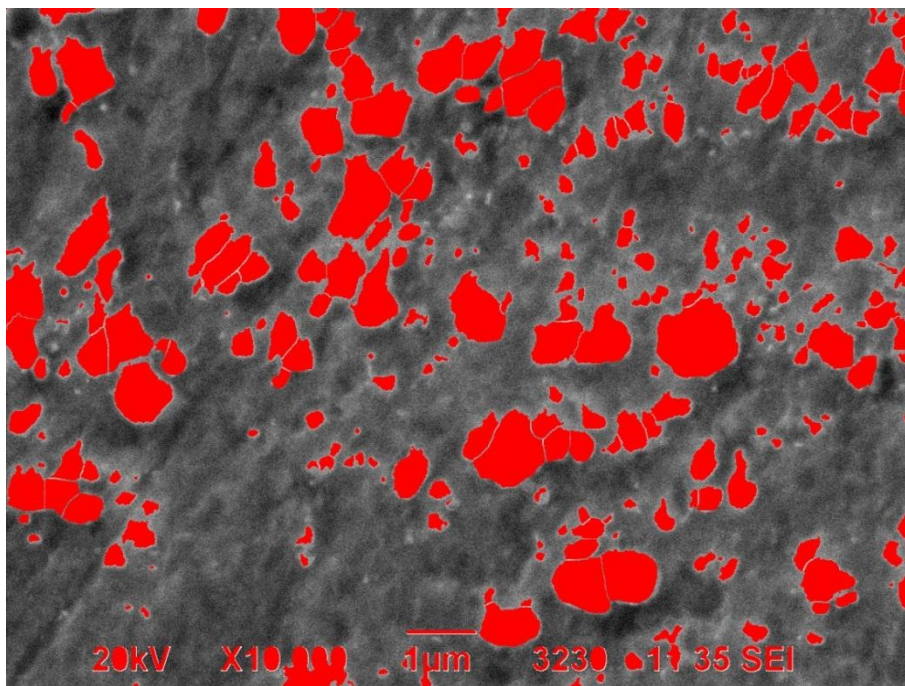
Vyhodnocení a porovnání mezi jednotlivými vzorky a druhy snímků se nachází v tab. 12, kde je hodnoceno:

- ekvivalentní průměr – EqDiameter,
- maximální Feretův průměr – MaxFeret,
- minimální Feretův průměr – MinFeret,
- kruhovitost – Circularity,
- plošný podíl částic  $\pm$  standardní odchylka – BinaryAreaFraction $\pm$ St.Deviation.

Tab. 11 - Počet a zvětšení snímků pro obrazovou analýzu

	ŘEM	TEM
Počet/rozlišení	10/10 000	10/10 000
	-	4/5 000





Obr. 90 - Prahování snímku ŘEM



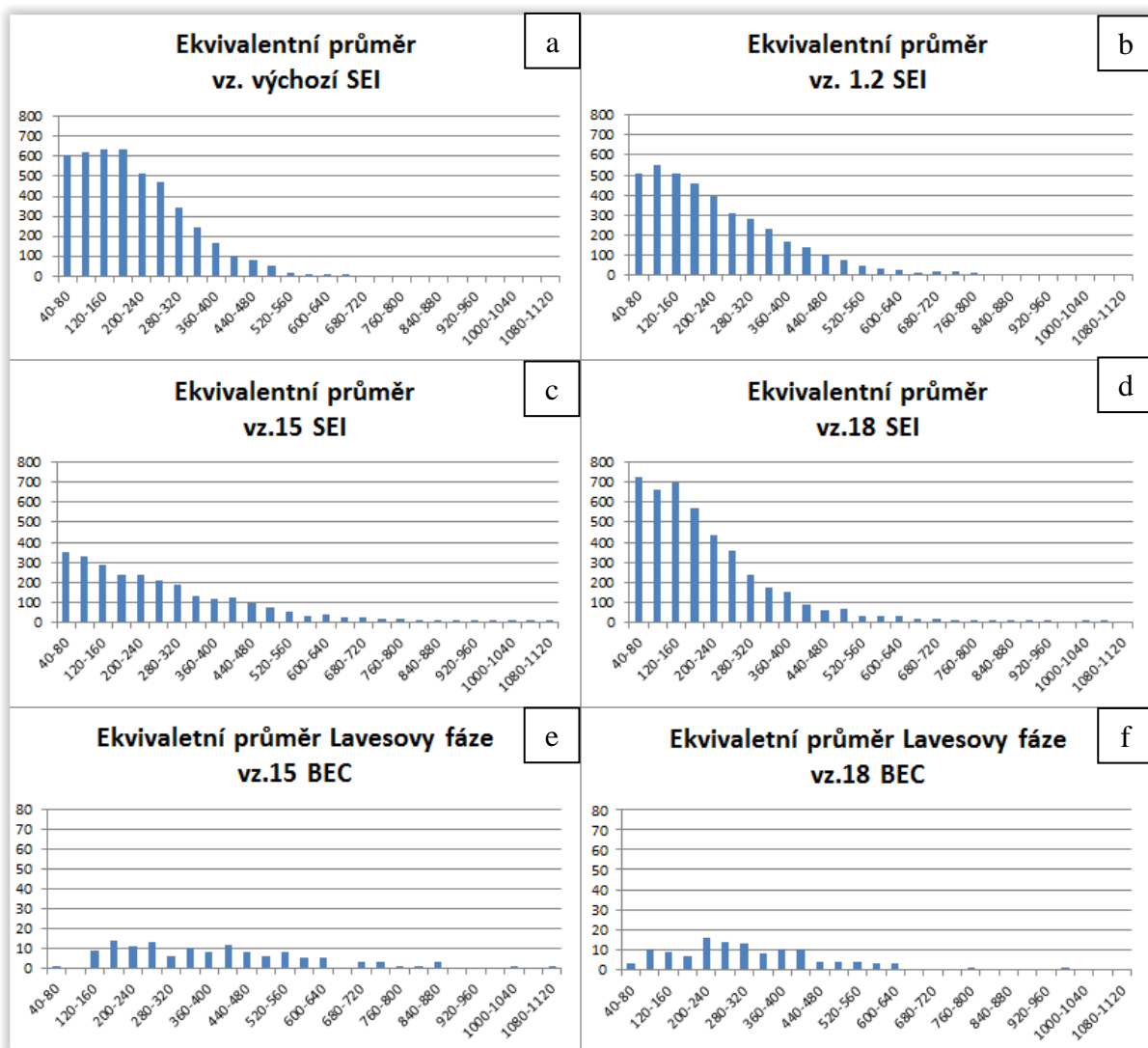
Obr. 91 - Prahování snímku TEM

Tab. 12 – Výsledky kvantitativního vyhodnocení pomocí obrazové analýzy pro jednotlivé vzorky

SEM	Zobrazení	Počet částic	EqDiameter	MaxFeret	MinFeret	BinaryAreaFraction ± St.Deviation [%]
výchozí	SEI	4743	198	296	159	19±2
	BEC	-	-	-	-	-
vz. 15	SEI	2960	239	338	206	21±4
	BEC	131	386	509	336	2±1
vz. 18	SEI	4633	196	271	167	21±3
	BEC	124	301	406	257	1±0,5
vz. 12	SEI	4193	217	313	184	22±5
	BEC	-	-	-	-	-
TEM						
výchozí	5000	3746	117	157	100	9±2
	10 000	4218	92	123	79	11±3
vz. 15	5000	3188	124	175	105	9±2
	10 000	4497	108	153	90	14±3
vz. 18	5000	6330	121	179	101	16±3
	10 000	7786	90	128	76	17 ±5
vz. 1.2	5000	4916	110	152	94	10±1
	10 000	5287	97	128	84	12±2

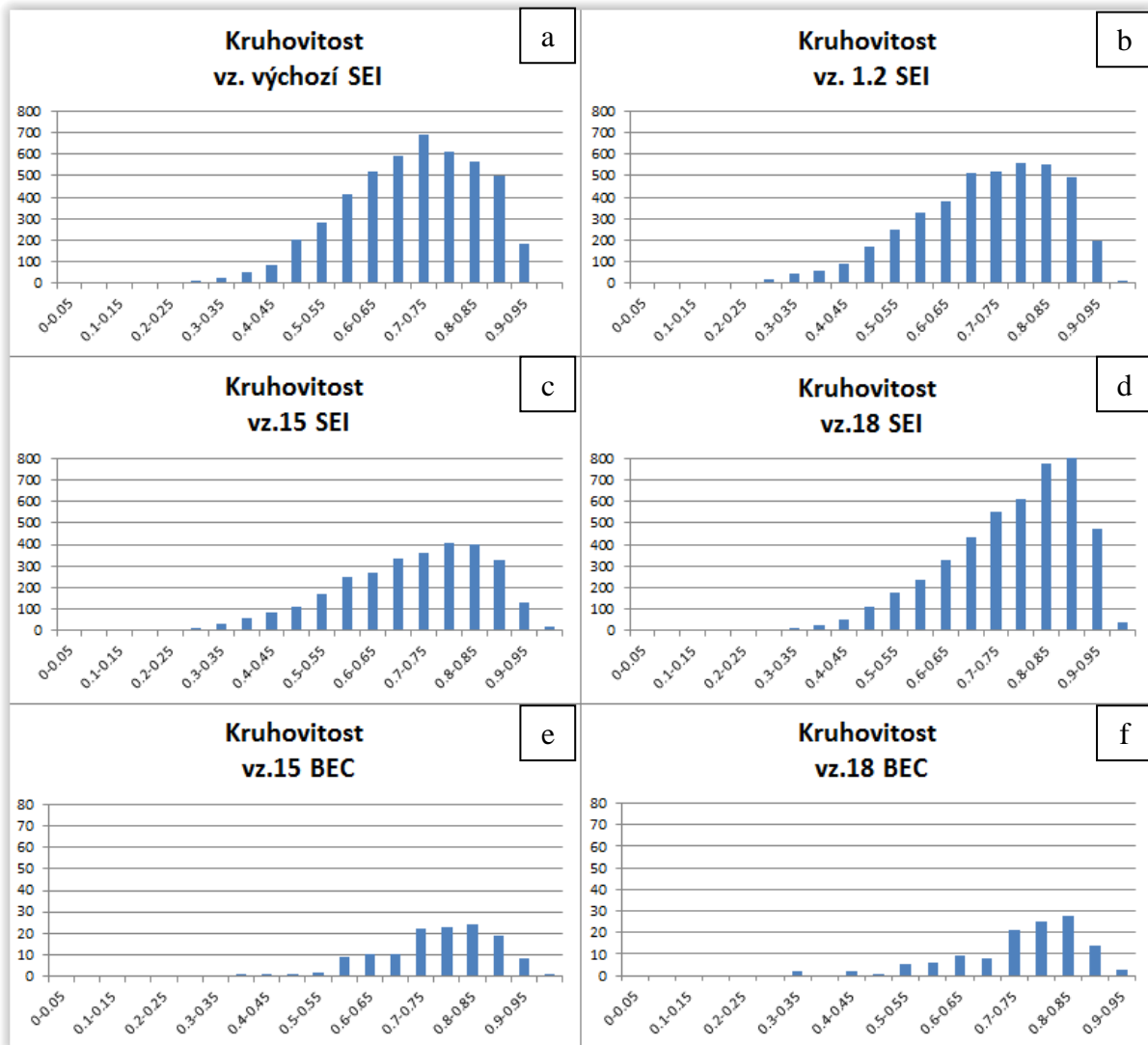
## 8.1 Distribuce velikosti částic na snímcích ŘEM

Velikosti částic sekundárních fází byly hodnoceny ze snímků naleptaných metalografických výbrusů pozorovaných v různých režimech na řádkovacím elektronovém mikroskopu [18]. Velikost částic a jejich četnost před a po creepové expozici jak po standardních tak zrychlených zkouškách je možné porovnat na obr. 92. Nejvyšší počet drobných částic vykazuje výchozí stav a s růstem velikosti jejich počet razantně klesá (obr. 92 a). Vystavení creepové expozici má za následek nárůst velikosti částic a současně snížení počtu drobnějších částic. V případě vzorku 1.2, který byl podroben zrychlenému testu, je patrné, že došlo mírnějšímu poklesu drobných částic oproti vzorkům po standardních creepových testech, kdežto nárůst větších částic je velmi podobný pro oba typy creepového zkoušení. Dalším rozdílem je výrazně vyšší počet částic u vzorku 1.2, než u vzorků 15 a 18 (obr. 92 b, c, d).



Obr. 92 – Grafy ekvivalentního průměru částic (SEM) a) vz. výchozí b) vz. 1.2 c) vz. 15 d) vz. 18 e) Lavesova fáze vz.15 f) Lavesova fáze vz.18

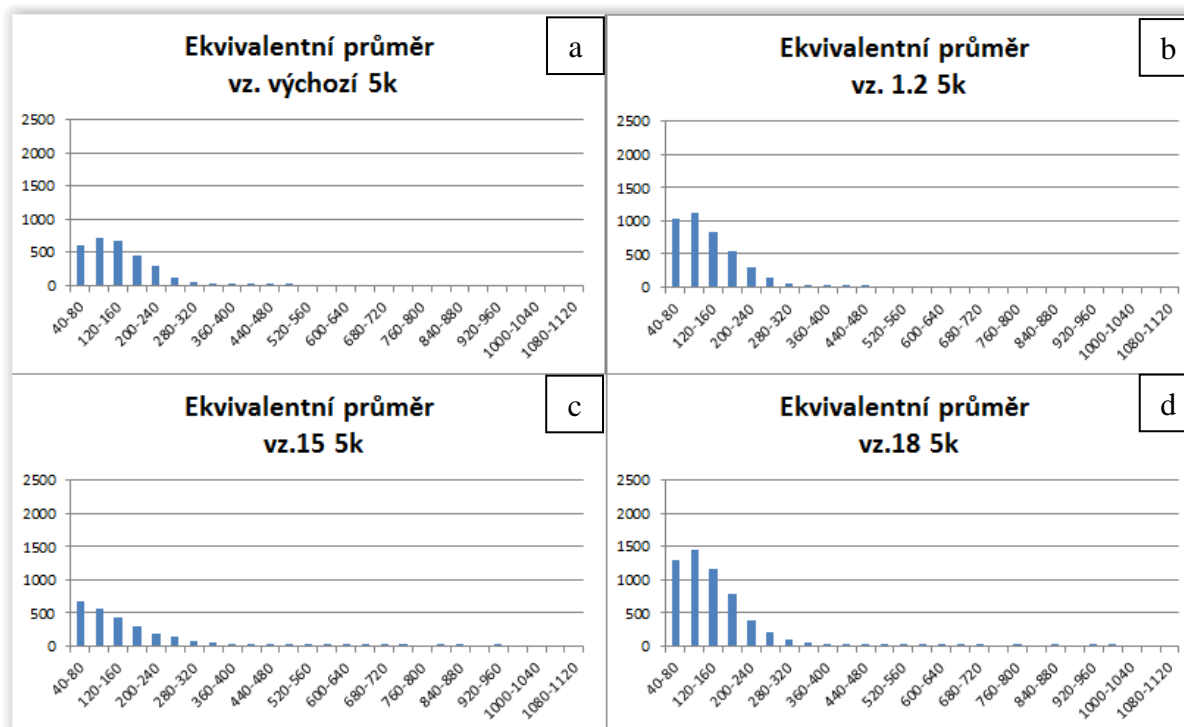
Rozložení velikosti částic karbidů chromu  $M_{23}C_6$  a Lavesovy fáze je možné vidět na obr. 92. Vyšší počet částic Lavesovy fáze vykazuje vzorek 15 oproti vzorku 18. Z porovnání kruhovitosti částic  $M_{23}C_6$  jednotlivých vzorků vyplývá, že creepová expozice způsobuje zvýšení kruhovitosti částic oproti výchozímu stavu (obr. 93 a, b, c, d). Výrazný kruhový charakter vykazuje ve větším počtu částic i Lavesova fáze.



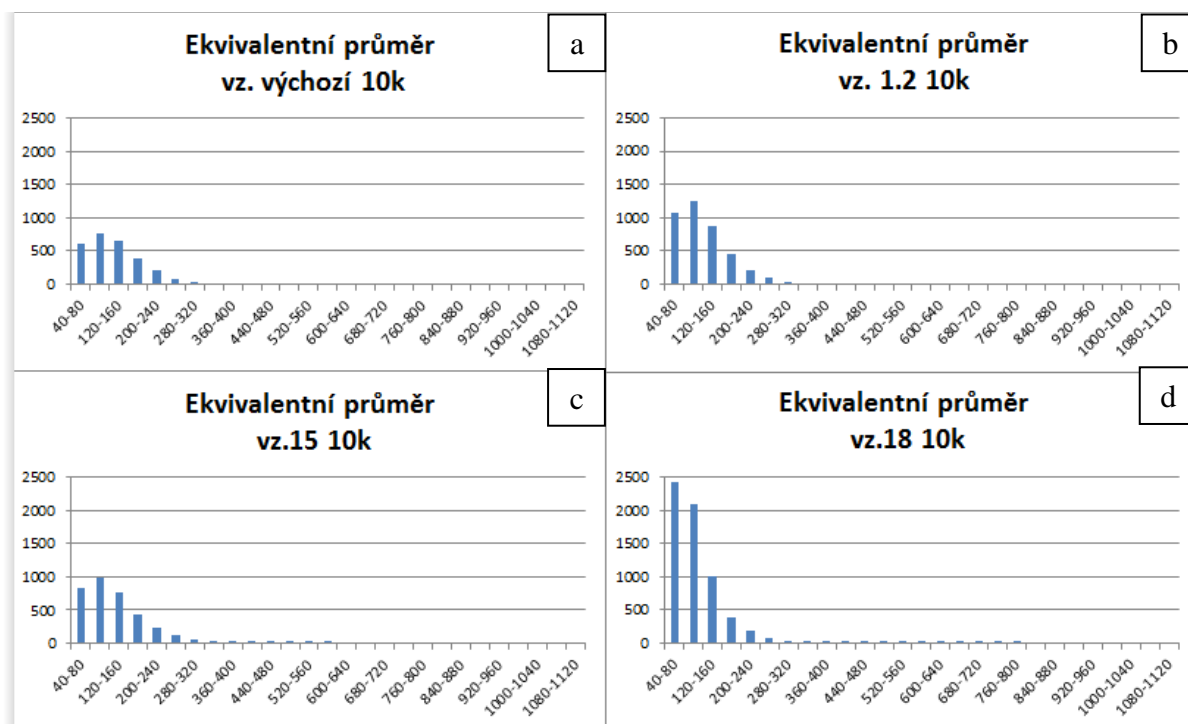
Obr. 93 -Grafy kruhovitosti částic (SEM) a)  $M_{23}C_6$  vz. výchozí b)  $M_{23}C_6$  vz. 1.2 c)  $M_{23}C_6$  vz.15 d)  $M_{23}C_6$  vz.18 e) Lavesova fáze vz.15 f) Lavesova fáze vz.18

## 8.2 Distribuce velikosti částic na snímcích TEM

Pro kvantitativní hodnocení částic byla zvolena dvě zvětšení 5 000 a 10 000 bylo z důvodu zvýšení přesnosti analýzy. Z porovnání grafů na obr. 94 a 95 je patrné, že vyšší přesnosti bude dosaženo hodnocením snímků při zvětšení 10 000, kde byl zaznamenán větší počet částic. Rozdíly jsou zřejmé ze srovnání (obr. 94 a obr. 95). Největší rozdíly jsou patrné v případě vzorku 18, kde byl největší počet relativně jemných částic.



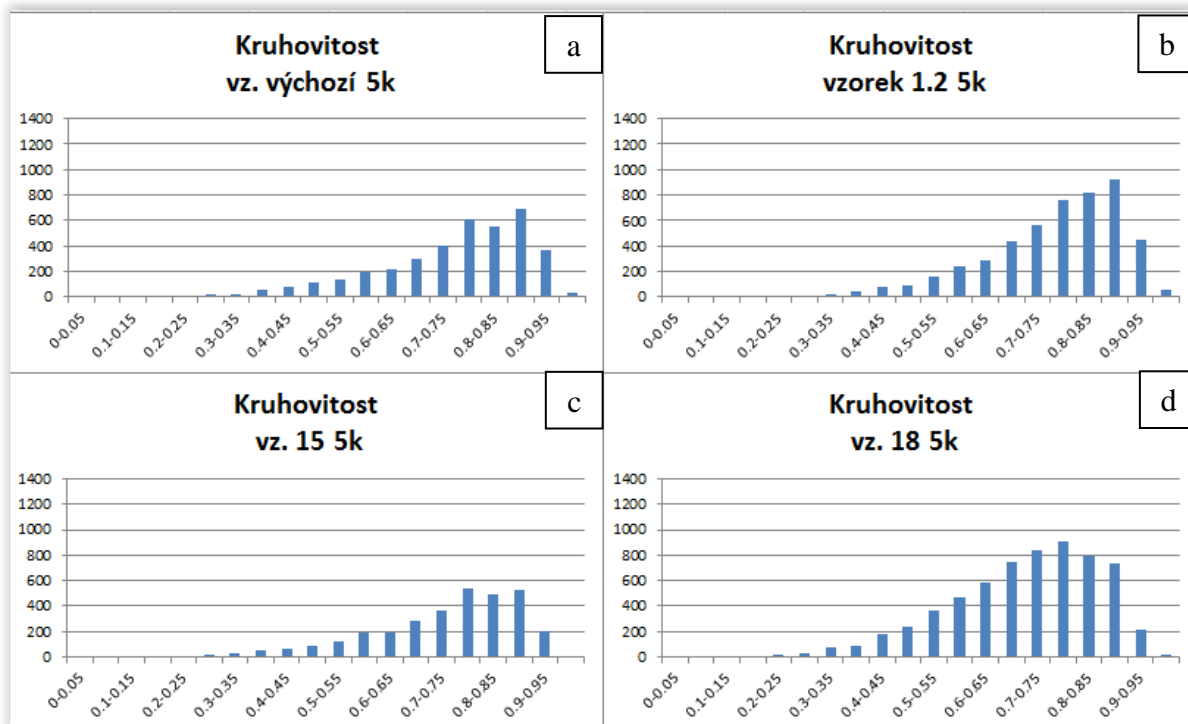
Obr. 94 - Grafy ekvivalentního průměru částic (zvětšení 5 000) a)  $M_{23}C_6$  vz. výchozí b)  $M_{23}C_6$  vz. 1.2 c)  $M_{23}C_6$  vz.15 d)  $M_{23}C_6$  vz.18



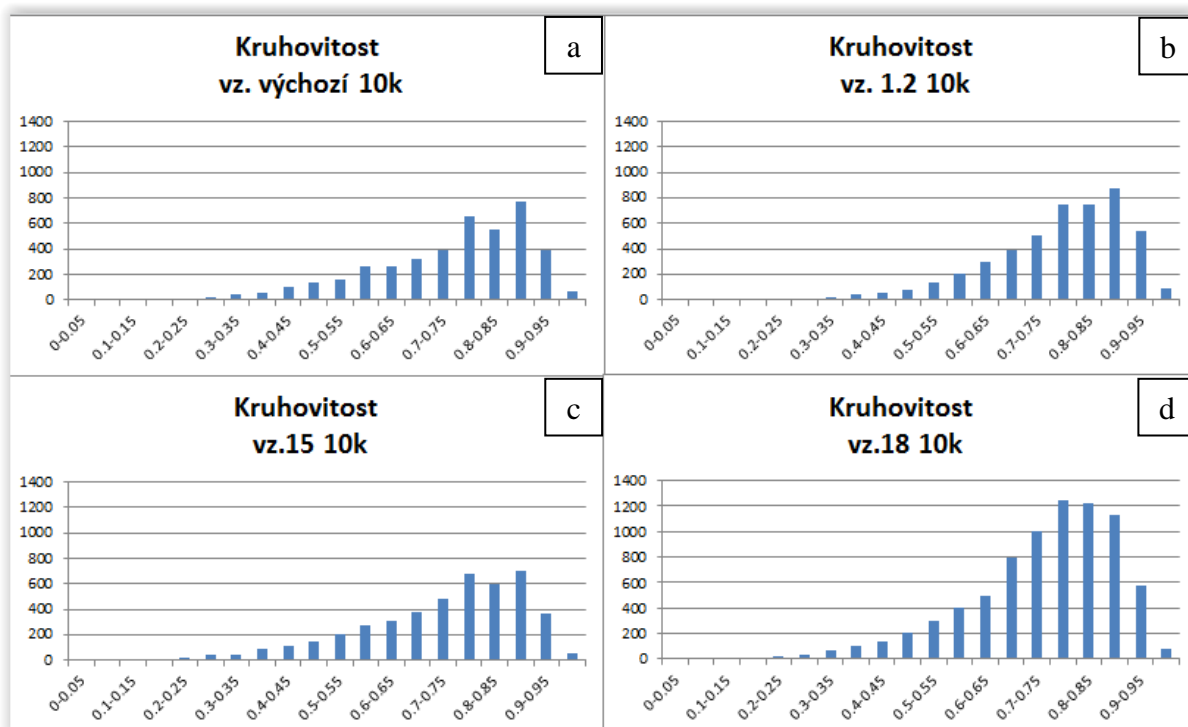
Obr. 95 - Grafy ekvivalentního průměru částic (zvětšení 10 000) a)  $M_{23}C_6$  vz. výchozí b)  $M_{23}C_6$  vz. 1.2 c)  $M_{23}C_6$  vz. 15 d)  $M_{23}C_6$  vz. 18

Vzorky vystavené creepové expozici vykazují podobný nárůst velikosti částic pro všechny tři vzorky oproti výchozímu stavu. Snížení počtu drobnějších částic nebylo zaznamenáno, na rozdíl od analýzy snímků ŘEM. Další výraznou změnou v porovnání s ŘEM je zvýšení celkového počtu částic (obr. 94). Nejvýraznější nárůst částic vykazuje vzorek 18 (obr. 94 d).

Zřejmé zvýšení charakteru kruhovitosti částic vykazuje vzorek 1.2 při zvětšení 5 000 (obr. 96 b) oproti ostatním vzorkům (obr. 97). Tento fakt není potvrzen v případě zvětšení 10 000, kde všechny vzorky vykazují velmi podobný stupeň kruhovitosti (obr. 97).



Obr. 96 - Grafy kruhovitosti částic (zvětšení 5000) a)  $M_{23}C_6$  vz. výchozí b)  $M_{23}C_6$  vz. 1.2 c)  $M_{23}C_6$  vz.15 d)  $M_{23}C_6$  vz.18



Obr. 97 - Grafy kruhovitosti částic (zvětšení 10000) a)  $M_{23}C_6$  vz. výchozí b)  $M_{23}C_6$  vz. 1.2 c)  $M_{23}C_6$  vz.15 d)  $M_{23}C_6$  vz.18

## 9 Diskuze výsledků

V rámci hodnocení vývoje mikrostruktury heterogenního svarového spoje pro výrobu rotoru parní turbíny ze žárovečných ocelí COST FB2 a COST F bylo provedeno množství experimentů. V první řadě vyhodnocení profilu tvrdosti napříč svarovým spojem, makrostrukturní a mikrostrukturní rozbor pomocí světelné metalografie, dále analýza pomocí řádkovacího a transmisního elektronového mikroskopu, pro zjištění změny velikosti a hustoty částic. Výsledky byly doplněny o kvantitativní analýzu pomocí softwarového programu NIS Elements.

Makrostrukturní rozbor vzorku s výchozí strukturou neobjevil žádné nepřijatelné vady. Ve svarovém spoji se místy vyskytovaly vady typu pór v takové velikosti, že nepředstavují nebezpečí [14]. Struktura základních materiálů ocelí COST F a FB2 byla určena jako popuštěný martenzit se zřejmou lankovitou morfologií původní základní struktury. Struktury základních materiálů byly podobné. Ocel COST FB2 vykazovala výrazně hrubozrnnější strukturu, než ocel COST F. Tento rozdíl byl nejspíše způsoben rozdílným chemickým složením, různou teplotou austenitizace a rychlostí ochlazení. V případě základního materiálu COST F byly u všech vzorků navíc detekovány útvary delta feritu, který zůstal po odlití oceli. Delta ferit je nežádoucí, způsobuje křehkost materiálu a bývá iniciátorem trhlin. Jeho množství v objemu nesmí být větší než 1%. Tento požadavek byl u zkoumaného svarového spoje splněn [14].

U vzorků 15 a 18 po standardních creepových zkouškách vybraných pro diplomovou práci byl lom lokalizován do oblasti JZ TOO oceli COST F. U vzorku 1.2 po zrychlené creepové zkoušce se vyskytovala trhlinka probíhající přes více než polovinu průřezu zkušební vzorku a šířila se ocelí F až těsně k TOO. K porušení vzorku 15 došlo ve středové partii v rovině kolmé na podélnou osu zkušební tyče mechanismem postupného rozvoje a srůstání kavit. Povrch kavit byl silně zoxidován. K dolomení došlo propojením můstků transkrystalickým tvárným porušením. K porušení zkušební vzorku 18 došlo rozvojem kavitačního porušení v kombinaci s tvárným roztržením. Lomová plocha byla zoxidovaná v oblastech rozvoje kavit a počátečních úseků transkrystalického porušení. Fraktografie vzorku 1.2 nebyla provedena, protože nedošlo k úplnému lomu.

Dále rozbor zkušebních vzorků, které prodělaly standardní creepové zkoušky, odhalil přítomnost kavitačního porušení. Kavity se vyskytovaly ojediněle v celém svarovém spoji, ale v TOO1 a TOO2 byla jejich koncentrace podstatně vyšší a v TOO2 vedla ke koalescenci kavit a šíření lomové trhliny. Byla zaznamenána rozdílná koncentrace kavit v blízkosti lomových ploch jednotlivých vzorků; nejvíce kavit se nacházelo u vzorku 18. V případě vzorku 1.2 podrobenému zrychlené zkoušce tečení, nedošlo k úplnému přetržení. Magistrální trhlinka se šířila převážně základním materiálem oceli COST F vně TOO. Nelze jednoznačně určit iniciační centrum trhliny. Izolované kavity se podobně jako u vzorků po standardních zkouškách tečení vyskytovaly v celém objemu vzorku; hustota kavit byla vyšší než po standardních zkouškách. Nejvíce kavit bylo zaznamenáno v blízkosti čela magistrální trhliny, tzn. na okraji TOO oceli COST F. Kavitační porušení je hlavní příčinou vzniku lomové trhliny u sledovaných vzorků podrobených creepovým zkouškám. Vznik zárodků poškození vychází z poznatku teorie heterogenní nukleace, podle níž bariérou pro vznik



trhliny je její povrchová energie, proto nejpravděpodobnějšími místy pro vznik těchto zárodků jsou hranice zrn a vyloučené částice. Uvádí se, že trhliny nejčastěji vznikají při pokluzech po hranicích zrn. Nahromadění dislokací v blízkosti překážky v podobě hranice nebo částice vyvolá na vzniklých výstupcích koncentraci napětí, která vede k porušení koheze. Jestliže se po dané hranici uskuteční pokluz, nastane oddělení vytvořených lomových povrchů a vzniká trhlinka [21]. Z měření tvrdosti HV10 napříč svarovým spojem vzorků po standardních creepových testech a výchozího vzorku byl zjištěn pokles tvrdosti u TOO2 po standardním creepu, zatímco tvrdosti základních materiálů a svarového kovu zůstaly prakticky nezměněny. Nejvyšších hodnot tvrdosti dosahoval SK zřejmě v důsledku vyššího napětí po svaření a vyšší hustoty precipitátů vznikajících během tepelného zpracování a creepové expozice. V TOO se na obou stranách svarového spoje nacházela minima tvrdosti způsobená změnami probíhajícími při tepelném ovlivnění během svařování a chladnutí svaru. JZ TOO vykazovala popuštěnou strukturu více méně polyedrických zrn a subzrn s velmi nízkou hustotou dislokací a hrubými karbidy po hranicích zrn. Vzorek 1.2 podrobený zrychlené creepové zkoušce vykazoval podobnou tvrdost v JZ TOO jako vzorky 15 a 18 po standardních creepových zkouškách.

Řádkovací elektronovou mikroskopií u výchozího vzorku byla zjištěna velká hustota karbidických fází zejména karbidy  $M_{23}C_6$ , rovnoměrně vyloučených po hranicích původních austenitických zrn i uvnitř zrn, kde byly rozmístěny na hranicích feritických latěk. To, že se ve výchozím vzorku nevyskytovala Lavesova fáze bylo potvrzeno pomocí zobrazení odražených elektronů v režimu COMPO, kde se Lavesova fáze zobrazí jako světlá až bílá částice a to díky výrazně vyššímu hmotnostnímu číslu než má železo. Místa byly zpozorovány světlé částice, které by mohly odkazovat na Lavesovu fázi, ale po provedení EDX byly vyhodnoceny jako částice nitridu niobu NbN. Nitrid niobu má taktéž vyšší hmotnostní číslo než železo, ale nižší zhruba o polovinu než Lavesova fáze. Nárůst velikosti částic oproti výchozímu stavu byl zjištěn u vzorků po klasických zkouškách a u vzorku po zrychlené zkoušce tečení, což představuje jeden z degradačních procesů při creepové expozici. Rovnoměrné rozložení částic bylo zachováno a snížení hustoty částic se snímků ŘEM nebylo prokazatelné. V případě vzorků 15 a 18 byla zjištěna přítomnost Lavesovy fáze v zobrazení odražených elektronů, která byla následně potvrzena i EDX mikroanalýzou. Ze snímků v zobrazení sekundárních a odražených elektronů bylo patrné, že Lavesova fáze precipituje na částicích karbidů chromu. V blízkosti většiny částic Lavesovy fáze bylo objeveno velké množství kavit. Díky tomuto zjištění můžeme usuzovat, že vznik kavitačního porušení u vzorků po klasických zkouškách tečení je úzce spjat s precipitací Lavesovy fáze. V případě vzorku 1.2 nebyla objevena Lavesova fáze, ale i tak bylo nalezeno velké množství kavit, které vznikaly v blízkosti částic karbidů chromu.

Transmisní elektronovou mikroskopií byla u vzorku výchozí struktury zjištěna velká hustota částic rovnoměrně rozložené po hranicích zrn, subzrn a uvnitř zrn podobně jako u ŘEM. Místa se vyskytovaly větší shluky částic. Dále bylo ve struktuře rozpoznatelné velké množství drobných částic, které byly rozpoznány jako nitridy vanadu zajišťující zpevnění uvnitř zrn. Podobný nárůst částic jako u ŘEM byl identifikován také u vzorku 15, 18 a 1.2, taktéž rovnoměrné rozložení částic bylo zachováno a snížení hustoty nebylo prokazatelné. Jelikož transmisní elektronový mikroskop nedisponoval detektorem odražených elektronů, nebylo možné rozlišit Lavesovu fázi od ostatních částic. Částice Lavesovy fáze byly určeny pomocí EDX mikroanalýzy, jednalo se o částice nepravidelného tvaru. Tyto částice byly

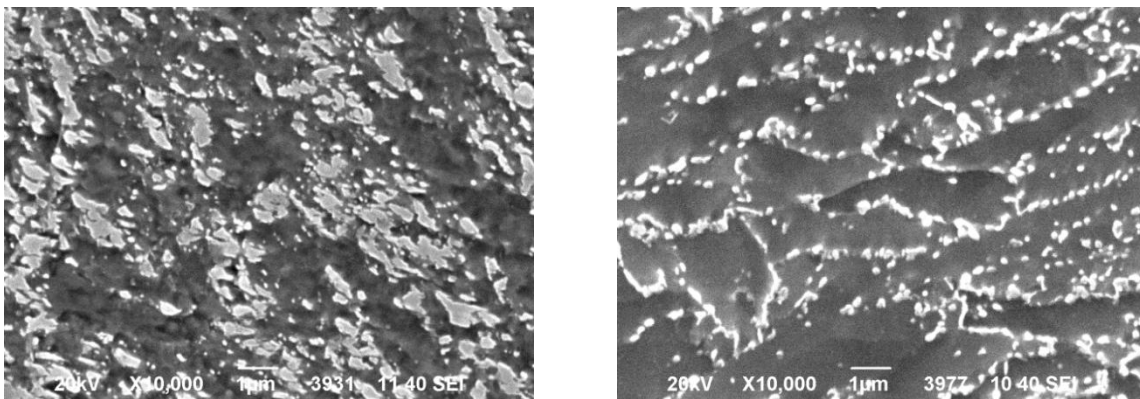
identifikovány opět jen v případě vzorků 15 a 18, tedy po standardních creepových zkouškách. Všechny podezřelé relativně velké částice nepravidelného tvaru u vzorku 1.2 byly určeny jako karbidy  $M_{23}C_6$ .

Precipitace Lavesovy fáze představuje hlavní degradační proces, při kterém dochází k výrazné snížené žáropevnosti. Fakt, že se Lavesova fáze nevyskytuje u vzorku podrobenému zrychlené creepové zkoušce, může souviset s principem urychlení mikrostrukturních změn elasticko-plastickými tahovými a tlakovými kmity, kdy zkouška je natolik urychlena, že neumožní precipitaci Lavesovy fáze. Díky tomu je možné konstatovat, že faktor času má vysokou důležitost pro vznik Lavesovy fáze, který není možné vhodně zkrátit na několik desítek hodin při zrychlené zkoušce oproti desítkám až stovkám tisíc hodin standardních zkoušek. Zrychlené zkoušky obstojně simulují precipitaci a růst karbidických částic jako standardní zkoušky, ale již nedokáží simulovat precipitaci Lavesovy fáze.

Kvantitativní hodnocení pomocí softwaru obrazové analýzy NIS Elements bylo provedeno pro zjištění počtu, velikosti, průměru a plošného podílu částic. Pro každý vzorek bylo hodnoceno 10 snímků ŘEM z oblasti JZ TOO při zvětšení 10 000. Počet částic je podobný u vzorků 1.2 a 18, taktéž i velikost částic. Rozdíl představuje vzorek 15, kde byl zjištěn výrazně nižší počet a větší velikost částic. Tento stav je možné popsat jako hrubnutí precipitátů. Proces hrubnutí, kdy dochází k rozpouštění malých částic a růstu větších částic nazývaný Ostwaldovo zrání (Ostwald ripening). Důsledkem hrubnutí je pokles počtu částic růst střední velikosti částic. Zároveň objemový podíl precipitátů nemění. Hnací silu představuje snižování povrchové energie systému [5]. Dále v případě vzorku 15 bylo obtížné provedení ručního rozdělení a přidání objektů, které nebyly při naprahování správně vyznačeny. Zde se mohl projevit fakt, že při přípravě metalografického výbrusu pro pozorování ŘEM docházelo k deformaci částic. Místo rozlišení jednotlivých částic byly počítány jejich shluky, což se projevilo zvětšením hodnoty velikosti částic. Plošný podíl částic byl pro všechny vzorky stejný cca 21 %. Vztáhne-li se tato hodnota k výchozímu stavu, představuje cca 2% nárůst částic pro všechny vzorky. Největší zaznamenanou částicí byla Lavesova, jejíž plošný podíl představoval cca 1 %. V případě TEM se uvažovala dvě zvětšení a to z důvodu, je-li možné dosáhnout stejné přesnosti hodnocení při menším zvětšení stejně velké plochy. Zvoleny byly čtyři snímky při zvětšení 5 000 a deset snímků při zvětšení 10 000. Z měřených výsledků se ukázalo, že při menším zvětšení byl zaznamenan menší počet a plošný podíl částic, za to vyšší průměr a průmět částic oproti vyhodnocení ze snímků při zvětšení 10 000. Tyto rozdíly jsou způsobeny menším rozlišením snímků pořízených při zvětšení 5 000, což vede k podhodnocení špatně viditelných malých částic a nepřesnými ručními úpravami při rozdělování shluků částic nebo přidání objektů, jež nebyly při naprahování vhodně vyznačeny softwarem. Při ručním rozdělování a přidávání objektů velice závisí na osobě provádějící měření. V tomto ohledu se jedná o subjektivní hodnocení a bylo by vhodné měření několikrát opakovat. Díky tomuto je možné konstatovat, že vyšší přesnosti měření bude dosaženo při větším zvětšení. Všechny změřené hodnoty v případě TEM jsou zhruba poloviční oproti ŘEM, což je způsobeno jednak odlišnou přípravou vzorků (metalografické výbrusy pro hodnocení ŘEM a extrakční repliky pro hodnocení TEM), jednak vyšším rozlišením snímků transmisní mikroskopie v porovnání řádkovací elektronovou mikroskopií [19, 20]. Počet, velikost, průměr a plošný podíl byl podobný u vzorků 15 a 1.2. Velký rozdíl byl u vzorku 18, kde byl zachycen velký počet částic. Jednalo se zejména o drobné částice od 40 do 100 nm. Podle předpokladů se měl podobný stav objevit i vzorku 15, ale zde byl problém při tvorbě

uhlíkové repliky, která byla málo extrakční s velkým množstvím otisků, dále bylo jistě velké množství částic odplaveno. Po opakované přípravě došlo jen k mírnému snížení počtu otisku. Nárůst plošného podílu představoval zhruba 5 %, což byla vyšší hodnota než ŘEM. Porovnáním kvantitativního hodnocení pomocí ŘEM a TEM vyplynulo, že hodnocení drobných částic (40 – 100 nm) je přesnější pomocí snímků z transmisního elektronového mikroskopu, za to řádkovací elektronový mikroskop nabízí jednodušší manipulaci, nižší časovou náročnost na přípravu vzorků a možnost sledovat větší oblast.

Vliv deformace povrchové vrstvy metalografického výbrusu na velikosti částic měřených v ŘEM byl ověřen doplňujícím experimentem, kdy byl jeden ze vzorků podrobených standardní zkoušce tečení dodatečně elektrolyticky vyleštěn a následně naleptán. Výsledek je zřejmý na obr. 97. Při použití elektrolytického leštění, při kterém je odstraněna zdeformovaná povrchová vrstva, jsou pozorované částice podstatně jemnější a velikostí se blíží částicím pozorovaným na extrakčních replikách.



Obr. 98 - Vzorek po mechanickém leštění na automatické leštičce a následném chemickém leptání, vzorek po elektrolytickém leštění a leptání

Pro správné hodnocení snímků z ŘEM je velmi důležitý způsob přípravy metalografických výbrusů. Běžně používaným mechanickým leštěním vzorků dochází k plastické deformaci precipitátů a zvětšení jejich velikosti. Z tohoto důvodu je potřeba zahrnout pro zhotovení metalografického výbrusu šetrnější elektrolytické leštění.

## 10 Závěr

Diplomová práce je zasazena do velmi perspektivní oblasti strojírenství a to výroby parních turbín. Parní turbíny slouží výhradně k výrobě elektrické energie, která se každým rokem zvyšuje, vzhledem ke zvýšené spotřebě. Z tohoto důvodu je přínosné zvyšovat efektivitu uhelných elektráren a tím i snížit produkci škodlivých emisí. Hlavní podíl na zvýšení efektivitu elektráren je vývoj nových materiálů použitých jako komponent v elektrárnách, které jsou schopny pracovat za podmínek zvýšených parametrů páry tzv. ultra super kritické USC. Problém vývoje nových materiálů spočívá v časové náročnosti creepových zkoušek, které mnohdy trvají několik let, proto je velká potřeba získat data z těchto zkoušek v kratším časovém intervalu. Řešením tohoto problému by měli být právě zrychlené creepové zkoušky.

Obsah této práce je zaměřen na studium mikrostruktury feritických modifikovaných ocelí COST F a COST FB2, pomocí světelné metalografie, řádkovací a transmisní elektronové mikroskopie. Pro zjištění charakteru růstu částic bylo provedeno kvantitativní hodnocení velikosti, počtu a plošného podílu částic doplněný profilem tvrdosti napříč svarovým spojem.

Ze získaných výsledků a měření lze usuzovat, že zrychlené creepové zkoušky umožňují podobný růst velikosti karbidických částic jako standardní zkoušky ve výrazně kratším časovém intervalu, ale už nedochází k precipitaci Lavesovy fáze, která způsobuje výrazně změknutí matrice a tím snížení žárovevnosti. Díky tomu je možné vyvozovat, že zrychlené creepové testy nejsou vhodné pro spolehlivé určení životnosti komponent vystavených creepové expozici, jako je to v případě standardních creepových zkoušek. V důsledku špatné extrapolace by mohlo dojít k nadhodnocení životnosti komponent a pevnostní hodnoty by neodpovídaly skutečnosti, což v provozu tepelných elektráren je velmi nebezpečné a nežádoucí.

Z porovnání hodnocení kvantitativního hodnocení obrazové analýzy snímků z ŘEM a TEM vyplynulo, že přesnější měření pro drobné částice (40-100 nm) je pomocí TEM, kdežto hodnocení pomocí ŘEM je méně časově náročné a umožňuje sledovat větší plochu. Pro ŘEM je důležitý způsob přípravy metalografického výbrusu. Pře běžně používaném mechanickém leštění vzorků dochází k plastické deformaci precipitátů a zvětšení velikosti hodnocených částic. Pro zachování rozměrů částic je potřeba přípravy metalografických výbrusů zahrnout i elektrolytické leštění.

## 11 Literatura

- [1] HALD, J.: Development status and future possibilities for martensitic creep resistant steels. In: *Proceedings 9<sup>th</sup> Liège Conf. Materials for Advanced Power engineering*, J. Lecomte-Becker, Q. Contrepois, T. Beck and B. Kuhn. Jülich: Forschungszentrum Jülich GmbH, 2010, pp.53-64.
- [2] KERN, T-U. et al.: The European effort in development of new high temperature rotor materials – COST 536. In: *Proceedings 8<sup>th</sup> Liège Conf. Materials for Advanced Power engineering*. J. Lecomte-Becker, M. Carton, F. Schubert and P. J. Ennis (Edis.). Jülich: Forschungszentrum Jülich GmbH, 2010, pp.29-36.
- [3] KAUFMAN, F. et al.: Microstructural characterization of modern boron containing 9-12% Cr steels developed in the framework of the COST program. In: *Proceedings 8<sup>th</sup> Liège Conf. Materials for Advanced Power engineering*. J. Lecomte-Becker, M. Carton, F. Schubert and P. J. Ennis (Edis.). Jülich: Forschungszentrum Jülich GmbH, 2006, pp.1171-1180.
- [4] KERN T-U., MAYER K. H.: *Status of the material development for future steam turbines-Achievements of COST 522, International Workshop „Performance and Requirements of Structural materials for Modern High Efficient Power Plants”*, TU Darmstadt/NIMS/MPA Stuttgart, 6-9<sup>th</sup> September 2005, Darmstadt, Germany.
- [5] VODÁREK, V. *Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí*, Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, Ostrava, 2003.
- [6] ČADEK, J. *Creep kovových materiálů*. Academia Praha, 1984.
- [7] JANDOVÁ, D. *Mikrostrukturní změny ve svarových spojích feritických žárovevých ocelí po creepových expozicích*, habilitační práce, FST, ZČU v Plzni, 2006.
- [8] MANDZIEJ, S.T., VÝROSTKOVÁ A. Evolution of Cr-Mo-V weld metal microstructure during creep testing – Part1:P91 material. *Welding in the World 2008*; 52, p. 3-26.
- [9] KASL, J., JANDOVÁ, D., MANDZIEJ, S.T., SCHINDLER, I.: Comparison of Results of Accelerated and Conventional Creep Tests of Dissimilar Weld Joint of Steels FB2 and F. In: *Abstract Booklet of the 16th International Symposium on Metallography*, 20th – 22th April 2016, Stará Lesná, High Tatra Mountain, Slovak republic. M. Longauerová Eds. Technical University of Košice, Slovak Republic, p. 44.
- [10] KASL, J.: Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálů, podklady k přednášce na KMM ZČU v Plzni, *Degradační procesy kovových materiálů, Tečení, Koroze, Opatřování*, 2015.
- [11] SCHINDLER, I., KAWULOK, P.: Aplikační možnosti plastometru Gleeble 3800 se simulačním modulem Hydrowedge II na VŠB-TU Ostrava, Ostrava, 2013.
- [12] JANDOVÁ, D.: Základy metalografie, podklady k přednášce na KMM ZČU v Plzni, 2015 *Makroskopické zkoušky*, 2015.
- [13] SKLENIČKA, V., SAXL, I., ČADEK, J.: *Mezikrystalový lom při vysokoteplotním creepu kovů a slitin*, Academia Praha, 1977.
- [14] KASL, J., JANDOVÁ, D.: Hodnocení mikrostruktury vzorků heterogenního svarového spoje ocelí COST FB2 – COST F po creepových zkouškách, Výzkumný a zkušební ústav Plzeň s.r.o., *Výzkumná zpráva č. VYZ-044/2014*, 2011

- [15] Manuál k programu obrazové analýzy NIS Elements AR, Laboratory Imaging, spol. s.r.o, Praha 2015
- [16] MANDZIEJ, S. T.,: Accelerated creep testing of new steels for power generation and chemical processing. In: *Metal 2010*, Tanger s.r.o., Ostrava 2010, CD [C16]
- [17] MANDZIEJ, S. T.,: Simulative accelerated creep test on Gleeble, *Materials Science Forum Vols. 638-642 (2010) pp 2646-2651*
- [18] HIGGIONSON, R. L., SELLARS, C. M.,: Worked Examples in Quantitative Metallography, Maney, London, 2003.
- [19] DYSON, D. J., QUESTED, P. N.,: Quantitative aspects of scanning electron microscopy. In: *Quantitative microscopy of high temperature materials*. STRANG, A., CAWLEY, J., Eds. IOM Communication, Ltd. London, 2001, pp 89-101
- [20] BAKER, T. N.,: Quantitative metallography using transmission electron microscopy. In: *Quantitative microscopy of high temperature materials*. STRANG, A., CAWLEY, J., Eds. IOM Communication, Ltd. London, 2001, pp 161-189
- [21] POTUŽÁK, L.,: Teorie porušování při tečení. In: *Lomy ocelových výrobků*. ÚVZÚ Škoda PLZEŇ, Plzeň 1978.
- [22] Průvodní dokumentace výrobce ocelí COST F A COST FB2, Saarschmiede, GmbH Freiformchmiese, 2011.

## Seznam obrázků

Obr. 1 – Příklad vývoje (9-12)%Cr ocelí. [5] .....	10
Obr. 2 - Porovnání hodnot $RmT/105h/600^{\circ}C$ při 600 a 650 °C pro vybrané oceli [5].....	13
Obr. 3 - Mechanismus vzniku inflexního bodu na časové závislosti meze pevnosti při tečení	16
Obr. 4 - ARA diagram oceli 12CrMoVNb [5] .....	18
Obr. 5 - Latkový martenzit v oceli P91 (struktura odpovídá strukturám ocelí F a FB2) [5]...	18
Obr. 6 - Nerozpuštěná globulární částice NbX v modifikované oceli po austenitizaci na teplotě 1150°C [5] .....	19
Obr. 7 - Závislost tvrdosti martenzitu oceli 12%Cr-0,14%C na teplotně-časových parametrech popouštění [5].....	19
Obr. 8 - Diagram precipitace minoritních fází v 12%Cr oceli během popouštění [5] .....	20
Obr. 9 - Schéma precipitačních reakcí v 12%Cr oceli v závislosti na teplotě a době popouštění [5] .....	20
Obr. 10 - Preferenční precipitace částic $M_{23}C_6$ podél rozhraní martenzitických latěk [5].....	21
Obr. 11 - Jehlice fáze $M_2X$ uvnitř martenzitických latěk [5] .....	22
Obr. 12 - Hrubé částice karbidů $M_{23}C_6$ na rozhraní $\delta$ -ferit/martenzit [5] .....	24
Obr. 13 - Precipitace částic MX v $\delta$ -feritu [5] .....	24
Obr. 14 - Precipitace Lavesovy fáze typu $Fe_2W$ v $\delta$ -feritu [5].....	25
Obr. 15 – Závislost meze pevnosti při tečení na obsazích molybdenu a wolframu [5] .....	26
Obr. 16 - Vliv obsahu molybdenu v 9%Cr oceli na mez pevnosti při tešení pro 100000h [5]	27
Obr. 17 - Mikrostrukturní změny během creepu 12%Cr ocelí, a) PLM =21500, b) PLM =23500, c) PLM =25000, d) PLM =26500 (PLM- Larson-Millerův parametr) [5].....	28
Obr. 18 - Pokles hustoty dislokací v modifikovaných 9-12%Cr ocelích v průběhu creepu na teplotě 600°C [5] .....	28

Obr. 19 - Schématické znázornění vlivu heterogenní rekrystalizace na rychlosti creepu [5].	29
Obr. 20 - Precipitace Z-fáze na povrchu primární NbX částice, expozice: 600°C/7247h [5].	30
Obr. 21 - Precipitace Lavesovy fáze v oceli HCM12A, parametry žhání: 600°C/12855h [5]	31
Obr. 22 - precipitace M <sub>6</sub> X částic v oceli 12Cr0,5MoV po tepelné expozici 550°C/14731h ...	32
Obr. 23 - Schématická křivka tečení - závislosti deformace na čase za konstantního tahového napětí a teploty [10].....	33
Obr. 24 - Schématické křivky tečení - závislosti deformace a rychlosti deformace na čase za konstantního tahového napětí teploty [10] .....	34
Obr. 25 - Schéma zařízení pro zkoušky creepu [10] .....	36
Obr. 26 - Příklad umístění vzorku do čelistí plastometru [8].....	37
Obr. 27 - Tvar vzorku po testu [8] .....	38
Obr. 28 - Vnitřní trhlinka formována během testu [8] .....	38
Obr. 29 - Grafy závislosti deformace-čas a napětí-čas zrychlených zkoušek tečení zušlechtné oceli COST F a COST FB2 [8] .....	39
Obr. 30 – Náčrt heterogenního svarového spoje uhlíkové oceli [12].....	40
Obr. 31 - Klasifikace trhlín ve svarových spojích [7] .....	41
Obr. 32 - Náčrt tyče pro zrychlené zkoušky tečení [7] .....	41
Obr. 33 - ARA diagram oceli COST FB2 .....	45
Obr. 34 - ARA diagram oceli COST F.....	45
Obr. 35 - Makroskopický snímek celkového výřezu svarového spoje zkušebního rotoru .....	46
Obr. 36 - Viditelná makrostruktura části svarového spoje zkušebního rotoru.....	46
Obr. 37 - Vzorek 15 po standardních creepových testech s porušením v oblasti TOO oceli COST F .....	47
Obr. 38 - Vzorek 18 po standardních creepových testech s porušením v oblasti TOO oceli COST F .....	47
Obr. 39 - Vzorek 1.2 po zrychlených creepových testech .....	47
Obr. 40 – Celkový pohled na lom vz. 15 .....	48
Obr. 41 – Oblast transkrystalického tvárného porušení .....	48
Obr. 42 – Celkový pohled na lom vz. 18 [14].....	49
Obr. 43 – Protážená a zdeformovaná oblast lomu [14].....	49
Obr. 44 - Mikrostruktura základního materiálu oceli COST FB2.....	53
Obr. 45 - Mikrostruktura základního materiálu oceli COST F .....	53
Obr. 46 - Mikrostruktura základního materiálu COST FB2 vně TOO .....	54
Obr. 47 - Mikrostruktura základního materiálu základního materiálu COST F .....	54
Obr. 48 - Mikrostruktura základního materiálu COST FB2 .....	55
Obr. 49 - Mikrostruktura základního materiálu COST F .....	55
Obr. 50 – Mikrostruktura svarového kovu .....	56
Obr. 51 - TOO oceli COST F vzorku 15.....	57
Obr. 52 - Oblast JZ s vysokou koncentrací kavit .....	57
Obr. 53 – Oblasti vzorku 15 LZ, IK a HZ.....	58

Obr. 54 - Základní materiál COST F s $\delta$ -feritem a ojedinělými kavitami .....	58
Obr. 55 - TOO oceli COST FB2 .....	59
Obr. 56 - TOO u lomové plochy: a) vzorek 18 b) vzorek 15 .....	59
Obr. 57 - Kavitační porušení v blízkosti lomu .....	60
Obr. 58 - Kavitační porušení v blízkosti lomu .....	60
Obr. 59 - Útvary delta feritu blízko lomu.....	61
Obr. 60 - TOO u linie stavení oceli COST F .....	61
Obr. 61 - TOO u linie stavení oceli COST FB2.....	62
Obr. 62 - Svarový kov s výskytem kavitačního porušení .....	62
Obr. 63 - Rozložení částic karbidů chromu $M_{23}C_6$ vzorku výchozího stavu .....	64
Obr. 64 - Zobrazení částic Lavesovy fáze $Fe_2Mo$ vzorku výchozího stavu.....	64
Obr. 65 - Rozložení karbidů chromu $M_{23}C_6$ vzorku výchozího stavu .....	65
Obr. 66 - Zobrazení částic Lavesovy fáze $Fe_2Mo$ vzorku výchozího stavu.....	65
Obr. 67 - Rozložení částic karbidu chromu vzorku výchozího stavu .....	66
Obr. 68 - Rozložení částic vzorku výchozího stavu.....	67
Obr. 69 - Rozložení částic karbidů chromu $M_{23}C_6$ a Lavesovy fáze ve vzorku 15 u lomové plochy .....	68
Obr. 70 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 15 jako na obr. 65.....	68
Obr. 71 - Rozložení částic ve vzorku 15 .....	69
Obr. 72 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 15 jako na obr. 67.....	69
Obr. 73 - Rozložení částic v blízkosti lomové plochy vzorku 18 .....	70
Obr. 74 - Zobrazení Lavesovy fáze v lokalitě vzorku 18 jako na obr. 69.....	70
Obr. 75 - Rozložení částic ve vzorku 18 .....	71
Obr. 76 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 18 jako obr. 72 .....	71
Obr. 77 - Rozložení částic ve vzorku 1.2 .....	72
Obr. 78 - Zobrazení Lavesovy fáze ve stejné lokalitě vzorku 1.2 jako obr. 73 .....	72
Obr. 79 - Vybrané snímky rozložení karbidů chromu vzorku 1.2 zobrazené v sekundárních elektronech .....	73
Obr. 80 - Vybrané snímky lokalit vzorku 1.2 z obr. 75 zobrazené v odražených elektronech .....	73
Obr. 81 - Rozložení částic karbidů chromu vzorek výchozí struktury.....	75
Obr. 82 - Rozložení karbidů chromu vzorek výchozí struktury.....	75
Obr. 83 - Rozložení částic vzorek 15 .....	76
Obr. 84 - Rozložení částic vzorek 15 .....	76
Obr. 85 - Rozložení částic vzorek 18 .....	77
Obr. 86 - Rozložení částic vzorek 18 .....	77
Obr. 87 - Rozložení částic vzorek 1.2 .....	78
Obr. 88 - Určení částice karbidu chromu $M_{23}C_6$ vzorek 1.2 .....	79
Obr. 89 - Určení částice karbidů chromu EDX mikroanalýzou, vzorek 1.2 .....	79
Obr. 90 - Prahování snímků ŘEM.....	81
Obr. 91 - Prahování snímku TEM.....	81



Obr. 92 – Grafy ekvivalentního průměru částic (SEM) a) vz. výchozí b) vz. 1.2 c) vz. 15 d) vz. 18 e) Lavesova fáze vz.15 f) Lavesova fáze vz.18.....	83
Obr. 93 -Grafy kruhovitosti částic (SEM) a) M23C6 vz. výchozí b) M23C6 vz. 1.2 c) M23C6 vz.15 d) M23C6 vz.18 e) Lavesova fáze vz.15 f) Lavesova fáze vz.18 .....	84
Obr. 94 - Grafy ekvivalentního průměru částic (zvětšení 5 000) a) $M_{23}C_6$ vz. výchozí b) $M_{23}C_6$ vz. 1.2 c) $M_{23}C_6$ vz.15 d) $M_{23}C_6$ vz.18 .....	85
Obr. 95 - Grafy ekvivalentního průměru částic (zvětšení 10 000) a) $M_{23}C_6$ vz. výchozí b) $M_{23}C_6$ vz. 1.2 c) $M_{23}C_6$ vz.15 d) $M_{23}C_6$ vz.18 .....	86
Obr. 96 - Grafy kruhovitosti částic (zvětšení 5000) a) $M_{23}C_6$ vz. výchozí b) $M_{23}C_6$ vz. 1.2 c) $M_{23}C_6$ vz.15 d) $M_{23}C_6$ vz.18.....	87
Obr. 97 - Grafy kruhovitosti částic (zvětšení 10000) a) $M_{23}C_6$ vz. výchozí b) $M_{23}C_6$ vz. 1.2 c) $M_{23}C_6$ vz.15 d) $M_{23}C_6$ vz.18.....	87
Obr. 98 - Vzorek po mechanickém leštění na automatické leštičce a následném chemickém leptání, vzorek po elektrolytickém leštění a leptání .....	91

## Seznam tabulek

Tab. 1 - Chemické složení, teplota tepelného zpracování a hodnoty meze tečení 9-12% Cr ocelí [1]. .....	12
Tab. 2 - Nejlepší možné oceli pro kritické části v tepelné elektrárně [1]. .....	13
Tabulka 3 - Vliv 1hm% legujících prvků na teploty $A_{c1}$ a $M_s$ [1]. .....	17
Tabulka 4 – Příklad výpočtů [10].....	36
Tab. 5 - Chemické složení oceli COST F (ZM2) [22] .....	43
Tab. 6 - Chemické složení oceli COST FB2 (ZM1) [22].....	44
Tab. 7 – Podmínky zkoušek tečení.....	44
Tab. 8 - teploty tepelného zpracování ocelí COST FB2 a F [22].....	45
Tab. 9 - Průměrné hodnoty tvrdosti HV10 v různých zónách svarového spoje.....	50
Tab. 10 - Hodnoty relativní hmotnosti pro vybrané prvky .....	63
Tab. 11 - Počet a zvětšení snímků pro obrazovou analýzu .....	80
Tab. 12 – Výsledky kvantitativního vyhodnocení pomocí obrazové analýzy pro jednotlivé vzorky.....	82

## Seznam grafů

Graf 1- Tvrdosti HV10 výchozího stavu.....	51
Graf 2 - Tvrdost HV10 vzorek 18 .....	51
Graf 3 - Tvrdost HV10 vzorek 15 .....	52