

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství  
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Vlastnosti ODS ocelí určené pro reaktory IV. generace

Autor: **Petr ŠIMON**

Vedoucí práce: **prof. Dr. Ing. Antonín KRÍŽ**

Akademický rok 2016/2017

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

Fakulta strojní

Akademický rok: 2016/2017

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Petr ŠIMON**

Osobní číslo: **S16B0019K**

Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**

Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**

Název tématu: **Vlastnosti ODS ocelí určené pro reaktory IV. generace**

Zadávací katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

### Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

Osnova bakalářské práce:

1. Popis a charakteristika ODS ocelí určené pro reaktory IV. generace
2. Interakce ODS ocelí s těžkými tekutými kovy
3. Metalografické a chemické metody analýzy ODS ocelí
4. Experimentální program
5. Diskuze výsledků
6. Závěr

Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**

Rozsah kvalifikační práce: **30 - 40 stran**

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

**R.L. Klueh \***, J.P. Shingledecker, R.W. Swindeman, D.T. Hoelzer, *Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys* Metals and Ceramics Division, Oak Ridge National Laboratory, P.O. Box 2008, MS 6138, Oak Ridge, TN 37831, USA Received 7 October 2004; accepted 6 January 2005

*Structural materials for innovative nuclear systems (SMINS) : Evolution of structural materials in nuclear reactors* 1.vyd. Germany: Worksshop Proceedings Karlsruhe. 2008,546s. ISBN 978-92-64-04806-5.

**SURYANARAYANA, C.** *Mechanical Alloying and Milling* Progress in Materials Science. 2001,roč. 46, s. 1-184.

**HAVALDA, A.** *Prášková metalurgia* 2.vyd. Bratislava: STU Bratislava, 1999,205s. ISBN 80-227-1191-8.

Vedoucí bakalářské práce:

**Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž**

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Konzultant bakalářské práce:

**Ing. Zbyněk Špirit**

Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání bakalářské práce: **17. února 2017**

Termín odevzdání bakalářské práce: **2. června 2017**



Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.  
děkan



Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž  
vedoucí katedry

V Plzni dne 19. září 2016

### **Prohlášení o autorství**

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

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

V Plzni dne: .....

.....  
podpis autora

## ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

<b>AUTOR</b>	<b>Příjmení</b> Šimon	<b>Jméno</b> Petr	
<b>STUDIJNÍ OBOR</b>	B2301 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
<b>VEDOUcí PRÁCE</b>	<b>Příjmení (včetně titulů)</b> prof. Dr. Ing. KRŽIŽ	<b>Jméno</b> Antonín	
<b>PRACOVISTĚ</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>DRUH PRÁCE</b>	<b>DIPLOMOVÁ</b>	<b>BAKALÁŘSKÁ</b>	<b>Nehodící se škrtněte</b>
<b>NÁZEV PRÁCE</b>	Vlastnosti ODS ocelí určené pro reaktory IV. generace		

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

### POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

<b>CELKEM</b>	76	<b>TEXTOVÁ ČÁST</b>	70	<b>GRAFICKÁ ČÁST</b>	0
---------------	----	---------------------	----	--------------------------	---

<p style="text-align: center;"><b>STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</b></p> <p><b>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</b></p>	<p>Teoretická část bakalářská práce se zabývá popisem, použitím, výrobou a technologií svařování ODS ocelí. Praktická část bakalářské práce obsahuje měření velikosti zrn, měření mikrotvrdomosti dle Vickerse, tahové zkoušky za vysoké teploty, chemické složení a metodu EBSD ODS ocelí.</p>
<p style="text-align: center;"><b>KLÍČOVÁ SLOVA</b></p> <p style="text-align: center;"><b>ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</b></p>	<p>ODS oceli, chemické složení, velikost zrn, EBSD, mikrotvrdomost, metalografie, tahové zkoušky</p>

## SUMMARY OF BACHELOR SHEET

<b>AUTHOR</b>	<b>Surname</b> Šimon	<b>Name</b> Petr	
<b>FIELD OF STUDY</b>	B2301 “Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
<b>SUPERVISOR</b>	<b>Surname (Inclusive of Degrees)</b> prof. Dr. Ing. KŘÍŽ	<b>Name</b> Antonín	
<b>INSTITUTION</b>	ZČU - FST - KMM		
<b>TYPE OF WORK</b>	<del><b>DIPLOMA</b></del>	<b>BACHELOR</b>	<b>Delete when not applicable</b>
<b>TITLE OF THE WORK</b>	Properties of ODS steels for reactors of IV. generation		

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

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

<b>TOTALLY</b>	76	<b>TEXT PART</b>	70	<b>GRAPHICAL PART</b>	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

<b>BRIEF DESCRIPTION</b>  <b>TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS</b>	The theoretical part of the bachelor deals with the description, the use, production and welding technology ODS steel. The practical part includes measuring grain size, measuring microhardness by Vickers, tensile tests for high temperature, chemical composition and method of EBSD ODS steels.
<b>KEY WORDS</b>	ODS steels, chemical composition, grain size, EBSD, microhardness, metallography, tensile tests

## **Poděkování**

Děkuji prof. Dr. Ing. Antonínu Křížovi a Ing. Zbyňku Špiritovi za odborné vedení práce, poskytování podnětných rad a materiálních podkladů.

Tato práce vznikla za podpory Centra výzkumu Řež s.r.o., SUSEN Plzeň, ČR

## Obsah

Úvod.....	7
1 Oceli v energetice.....	9
1.1 ODS oceli (oxide dispersion strengthened alloys).....	12
1.2 Zirkoniové slitiny.....	12
2 Vývoj a použití ODS ocelí v energetice.....	14
3 Technologie výroby ODS ocelí.....	15
3.1 Počátek výroby.....	15
3.2 Výroba ODS ocelí.....	15
3.3 Mechanické legování.....	16
3.3.1 Mechanické legování - Systém tvárné - křehké.....	17
3.3.2 Zhutňování mechanicky legovaného prášku.....	19
3.4 Dlouhodobé žihání.....	21
4 Technologie svařování ODS ocelí.....	21
4.1 Svařování třením.....	26
4.2 Jiné nevhodné technologie svařování ODS ocelí.....	27
4.3 Difuzní svařování.....	28
4.4 Závěr pro svařování ODS ocelí.....	28
5 Interakce ODS ocelí s tekutými kovy.....	29
6 Světelná (optická) mikroskopie.....	32
6.1 Princip světelné (optické) mikroskopie.....	32
6.2 Metody optické mikroskopie.....	34
6.2.1 Světlé pole.....	34
6.2.2 Tmavé pole.....	35
6.2.3 Polarizované světlo.....	35
6.2.4 Diferenciální interferenční kontrastní mikroskopie (DIC).....	35
7 Elektronová mikroskopie.....	35
7.1 SEM (skenovací = rastrovací = řádkovací elektronová mikroskopie).....	35
7.2 Elektronová mikroanalýza pro stanovení chemického složení.....	36
7.3 TEM (transmisní = prozařovací elektronová mikroskopie).....	37
7.4 EBSD (difrakce zpětně odražených elektronů).....	37
8 Odběr vzorků.....	40
9 Preparace.....	42
10 Broušení.....	42
11 Leštění.....	43
12 Leptání.....	43
13 Topografická analýza.....	48
13.1 Velikost zrn zkoumané průsečíkou metodou (dle ČSN EN ISO 643).....	49
14 Mikrotvrdost dle Vickerse (dle ČSN EN ISO 6507).....	52
15 Chemické složení.....	57
16 Krystalografická analýza - EBSD.....	60
17 Mechanické zkoušení.....	67
17.1 Tahová zkouška (axiální směr).....	67
17.2 Ring test (tahová zkouška - tangenciální směr).....	67
18 Diskuse výsledků.....	70
Závěr.....	72
Seznam zdrojů použité literatury.....	73
Seznam internetových zdrojů.....	75
Seznam zdrojů obrazové dokumentace.....	76
Seznam zdrojů tabulek.....	78



## Seznam symbolů a zkratk

---

AGR - Advanced Gas Cooled, Pokročilý plynem chlazený reaktor  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - oxid hlinitý (korund)  
AP600 - Advanced Pressurized Water Reactor 600Mwe  
ARA - Anizotermický rozpad austenitu  
BF - Bright Field - světlé pole  
BWR - Boiling Water Reactor, lehkovodní varný reaktor  
CANDU- Canada Deuterium Uranium Reactor  
CuCl<sub>2</sub> - chlorid měďnatý  
D<sub>2</sub>O - Těžká voda  
DF - Dark Field - tmavé pole  
DIC - Diferenciální interferenční kontrastní mikroskopie  
EBSD - Electron backscatter diffraction - difrakce zpětně odražených elektronů  
EDS - Energy Dispersive Spectroscopy - energiově disperzní spektrometr  
FBR - Fast Breeder Reactor (rychlý množivý reaktor)  
FSW - Friction Stir Welding - třecí svařování s promíšením  
GFR - Gas-Cooled Fast Reactor  
GWd/tU - Gigawatt za den/tun uranu  
HAZ - Heat Affected Zone, TOO = tepelně ovlivněná oblast  
HBr - kyselina bromovodíková  
HCl - kyselina chlorovodíková  
HClO<sub>4</sub> - kyselina chloristá  
HNO<sub>3</sub> - kyselina dusičná  
HPA - High Performance Alloy  
INCO - The International Nickel Company  
IRA - izotermický rozpad austenitu  
JE - jaderná elektrárna  
LFR - Lead-Cooled Fast Reactor System  
LOCA - Loss of Coolant Accident (havárie se ztrátou chladiva)  
LTZ - LowTin ZIRLO  
LWR - Light Water Reactor (lehkovodní reaktor)  
MA Mechanical Alloying - Mechanické legování  
MAGNOX - Gas Cooled reactor (GCR), Plynem chlazený reaktor  
MANET - Martensite for Next European Torus  
MAG - Metal Active Gas - Obloukové svařování tavící se elektrodou v aktivním plynu  
MC - Molten - Carbonate fuel  
MIG - Metal Inert Gas - Obloukové svařování tavící se elektrodou v inertním plynu  
MOX (U,Pu)O<sub>2</sub> - Mixed - Oxide fuel - smíšené oxidické palivo U/PuO<sub>2</sub>  
MSR - Molten Salt Reactor  
ODS - oxide dispersion strengthened alloys, oceli zpevněné oxidickou disperzí  
OZ - OPT ZIRLO  
PCBN - polykrystalický kubický nitrid bóru  
PWR - Pressurized Water Reactor (tlakovodní reaktor)  
RAFM - Reduce Activation Ferritic Martensitic  
RBMK - Reaktor Bolšoj Moščnosti Kanalnyj, LWGR (Light - Water - cooled Graphite-moderated Reactor, Kanálový varný reaktor s uranovo - grafitovým moderátorem  
SCWR - Supercritical Water - Cooled Reactor System  
SEM - skenovací elektronová mikroskopie

SFR - Sodium - Cooled Fast Reactor System

SGHWR - Steam Generating Heavy Water Reactor

TEM - transmisní elektronová mikroskopie

TRISO - speciální palivo pro VHTR

UO<sub>2</sub> - dioxid uranu

USA - United States of America

VHTR - Very - High - Temperature Reactor System

Villela Bain - roztok kyseliny pikrové, kyseliny chlorovodíkové a ethanolu

VVER - Vodo - Vodjanoj Energetičeskij Reaktor, tlakovodní reaktor

WEC - Westinghouse Electric Company

WIG - Wolfram - Inert - Gas

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - oxid yttrity

## Teoretická část

### Úvod

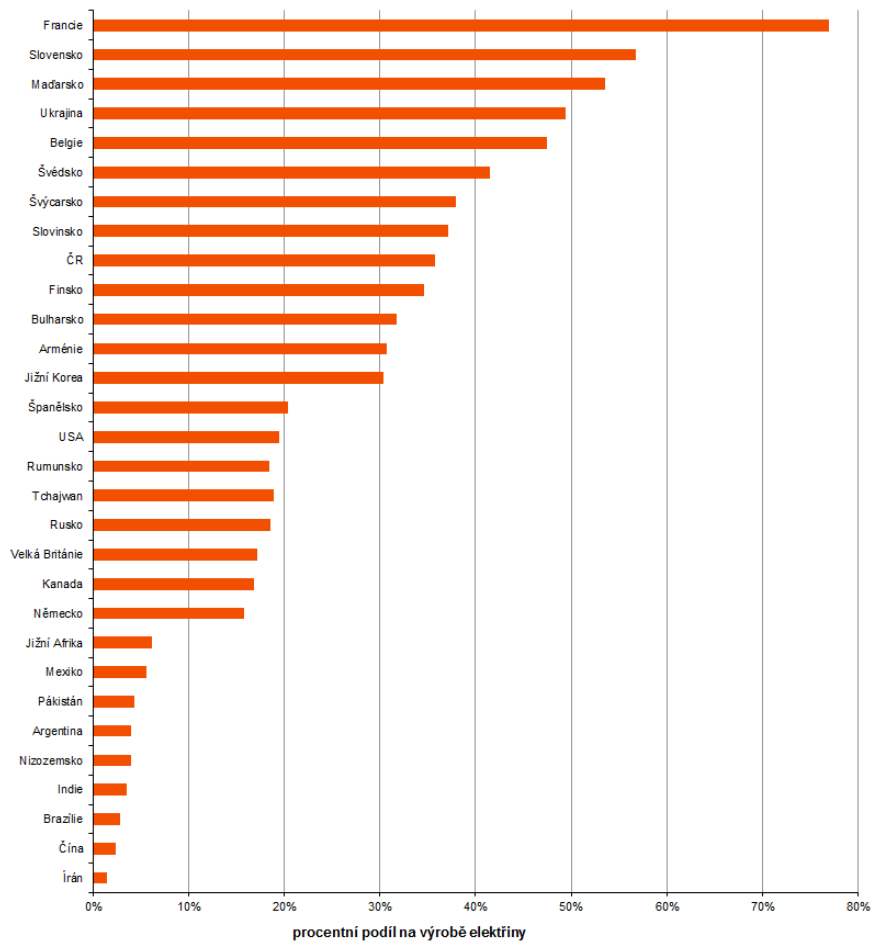
V budoucnosti vytvořené jaderné systémy budou stále více závislé na pokročilých materiálech, po kterých se budou požadovat specifické materiálové vlastnosti. Z důvodu namáhání těchto jaderných systémů zvýšenou provozní teplotou plyne, že je nutné využít materiály se zvýšenými pevnostními charakteristikami při vysokých teplotách při delší pracovní době. Taktéž musí být zajištěna dostatečná korozní odolnost při kontaktu s chladícími kapalinami a ostatními materiály s ohledem na výrobní náklady. Hrozba poškození radiací je řešena materiálem s vysokou odolností proti radiaci. Tato odolnost není konstantní a rovněž omezuje délku použitelnosti daného materiálu. Obecně se jedná o materiály s vysokou odolností proti radiačnímu záření, vysokou pevností v tlaku, vysokou materiálovou houževnatostí, vysokou odolností proti korozi, a to vše s ohledem na finanční náklady výroby. S vývojem nových, účinnějších, bezpečnějších a ekologičtějších jaderných reaktorů dochází k vývoji nových materiálů nebo použití materiálů, o kterých se už dříve vědělo, ale nebylo pro ně využití. Mezi takové materiály patří oceli zpevněné disperzí oxidických částic, nebo-li ODS oceli (oxide dispersion strengthened alloys), které jsou v zájmu pozornosti už řadu let. Tyto ODS oceli budou používány ve IV. generaci jaderných reaktorů přímo na opláštění palivových tyčí, ale také jako konstrukční materiál. Nejvíce se tyto oceli budou používat pro typy jaderných reaktorů SFR a LFR, a proto je nezbytné identifikovat hlavní překážky pro zlepšení ODS ocelí. Je známo, že cíle stanovené pro inovativní jaderné systémy vyžadují náročné materiály související s provozními podmínkami, např. vysoké teploty (cca 400 - 800 °C), vyhoření paliva (cca 60 - 80 GWd/tU), dlouhá životnost a kompatibilita s chladícími kapalinami. Všechny tyto podmínky znamenají nové výzvy s respektem k dosavadním zkušenostem s konstrukčními materiály v jaderném průmyslu.

Globální oteplování a roustoucí poptávka po energii jsou hlavními aspekty v otázkách světového hospodářského rozvoje. Jaderná energie vede k překonání problému využívání stále více fosilních zdrojů. Poptávka po těchto zdrojích se bez využití jaderné energie stále zvyšuje. Spotřeba elektrické energie stále stoupá a zdroj fosilních paliv (naleziště nerostných surovin) stále klesá. V budoucnosti bude Země nejspíše odkázána na zdroj elektrické energie z jádra, protože se jedná o téměř ekologickou a relativně levnou energii v porovnání s ostatními zdroji elektrické energie, které jsou prozatím k dispozici.

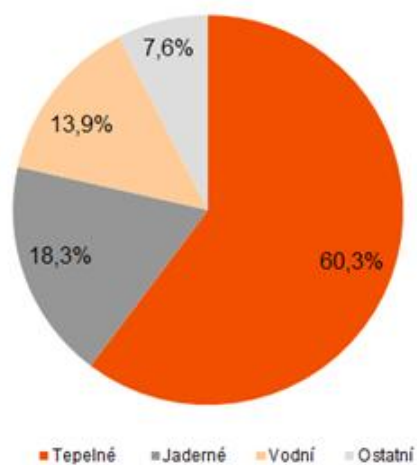
Většina zemí odmítá jadernou energetiku z důvodu hrozby havárie, jako byly např. Fukušima Dajiči, Černobyl, Three Mile Island atd. I přes tyto havárie jaderná energie patří mezi levné a více ekologické zdroje elektrické energie než je tomu u fosilních elektráren. [29] Množství vyrobené elektrické energie tepelnou elektrárnou je větší (viz obrázek č. 2) než u jaderné elektrárny, ale na druhou stranu příliš zatěžuje životní prostředí (přispívá ke zvyšování globálního oteplování) a nalezišť s fosilními palivy stále ubývá. Dalšími zdroji elektrické energie by mohly být vodní, solární nebo větrné elektrárny. Je, ale nelze považovat za srovnatelné zdroje elektrické energie co se týká stability, neboť jsou často ovlivněné okolním prostředím. Prozatím jediným konkurenčním zdrojem elektrické energie jsou jaderné elektrárny, viz obrázek č. 1. K roku 2015 tvořily cca 18,3 % výroby elektrické energie na Zemi viz obrázek č. 2. Co se týká jaderného odpadu, tak ten se bude odkládat stovky metrů pod povrch Země, kde by neměl působit na životní prostředí.

Jaderné reaktory IV. generace znamenají objev, který by měl země, které zpochybňují vše, co se týká jaderné energetiky, přesvědčit o jejich důležitosti na Zemi. [1] [29]

Podíl jaderné energie na výrobě elektřiny (2014)



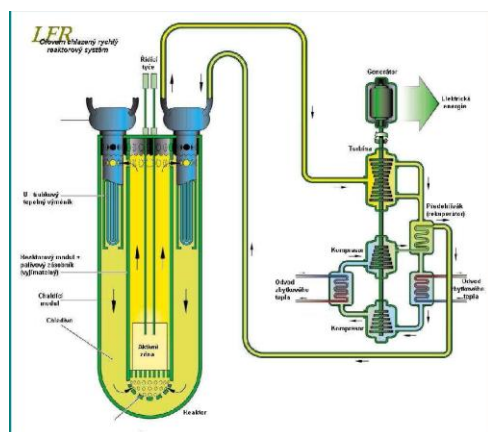
Obrázek č. 1: Podíl jaderné energie na výrobě elektřiny (2014) [1]



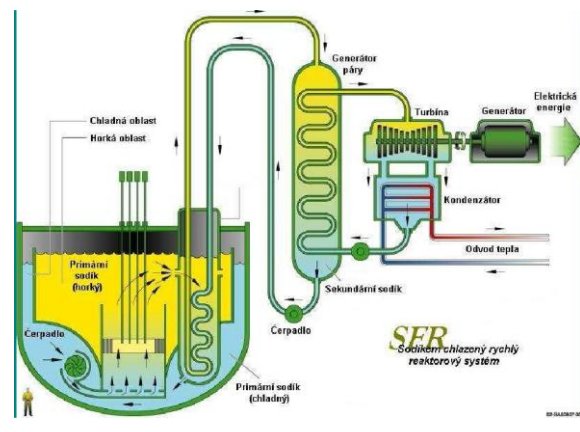
Obrázek č. 2: Struktura světové výroby elektřiny (2015) [1]

## 1 Oceli v energetice

Oceli v energetice procházely určitým vývojem po celá staletí. Jejich využití v jaderné energetice bylo zvláště pozorováno a zkoumáno ve 40. letech 20. století. V jaderné energetice materiály, konstrukce, paliva atd. musí být detailně zkoumány a dimenzovány tak, aby nedocházelo k haváriím, jako byl např. Three mile Island, Fukušima či Černobyl, ke kterým došlo v minulosti. Na jaderné reaktory I., II., III., III+, IV. generace se používají oceli, které jsou vůči radiačnímu poškození téměř stabilní, mají vysokou odolnost vůči mechanickému namáhání (tlak) a mají určitou korozní odolnost. To jsou důležité parametry, podle kterých se navrhuje materiál na opláštění palivových článků jaderných reaktorů. Tyto oceli např. reagují s tekutými chladivými, např. sodík u jaderného reaktoru SFR (metal) a SFR (MOX). SFR znamená Sodium - Cooled Fast Reactors. Z toho plyne, že se jedná o rychlé reaktory, ve kterých je chladivem tekutý sodík viz obrázek č. 4. Pracovní teplota dosahuje cca 550 °C. Opláštění palivových článků u těchto typů reaktorů je vyrobeno z ODS oceli. Dále se ODS oceli využívají v olovem chlazených rychlých reaktorech LFR (Lead - Cooled Fast Reactors). LFR jsou chlazené tekutým kovem olovem nebo eutektickou směsí olova a bismutu, viz obrázek č. 3. V případě chlazení eutektickou směsí olova a bismutu dochází ke snížení teploty tavení, což je značná výhoda. Nevýhodou je však produkce radioaktivního izotopu 210 Po (nebezpečný alfa zářič), u kterého je známo, že má vysokou tendenci poškozovat jaderný reaktor. Vzhledem k nutnosti vzniku jaderných reaktorů IV. generace se provedly určité změny nejen v oblasti chladiv a moderátorů, ale také v oblasti konstrukčních materiálů jaderných reaktorů a v oblasti materiálů pokrytí paliva. Z tohoto důvodu se na IV. generaci vyvíjejí od roku 1966 společností INCO nové oceli (ODS oceli), které budou adekvátním nahrazením předchozích typů ocelí používaných na opláštění palivových článků jaderných reaktorů III. a III+. generace. Mají určité výhody oproti předešlé generaci jaderných reaktorů. Kromě ODS ocelí jsou dalšími vhodnými materiály např. Manet, slitiny wolframu, zirkoniové slitiny. Např. slitiny wolframu mají díky wolframu vysokou žáropevnost, která je nezbytná, neboť v reaktoru se může dosahovat teplot kolem 1000 °C. Záleží samozřejmě na typu jaderného reaktoru viz tabulka č. 1 a č. 2 [2]



Obrázek č. 3:



Obrázek č. 4:

Obrázek č. 3: Olovem chlazený rychlý reaktorový systém [2]

Obrázek č. 4: Sodíkem chlazený reaktorový systém [2]

Tabulka č. 1: Přehled jaderných reaktorů IV. generace [1]

				<b>Konstrukční materiály</b>	
<b>Systém</b>	<b>Spectrum, Tvýstupní</b>	<b>Palivo</b>	<b>Povrchové úprava</b>	<b>Vnitřní část jaderného reaktoru</b>	<b>Vnější část jaderného reaktoru</b>
<b>GFR</b>	rychlý, 850 °C	MC/SiC	Keramika	žárovzdorné kovy a slitiny, keramika, <b>ODS</b>	primární okruh: superslitiny na bázi Ni např. 32Ni-25Cr- 20Fe-12,5W-0,05C Ni-23Cr-18W-0,2CF-M Or <b>ODS</b>
<b>LFR</b>	rychlý, 550 °C a rychlý, 800 °C	MN	feriticko martenzitické oceli s vysokým obsahem křemíku, <b>ODS</b> , keramika, nebo	-	austenitické oceli s vysokým obsahem křemíku, keramika nebo žárovzdorné slitiny
<b>MSR</b>	tepelný, 700 - 800 °C	Sůl	-	keramika, žárovzdorné kovy, slitiny na bázi Mo-Ni (např. Inor- 8), Grafit, Hastelloy N	slitiny na bázi Mo- Ni (vysoký obsah) (např. Inor-8)
<b>SFR (Metal)</b>	rychlý, 520 °C	U-Pu-Zr	feriticko martenzitické oceli (HT9 or <b>ODS</b> )	feriticko martenzitické oceli	feritické oceli, austenitické oceli

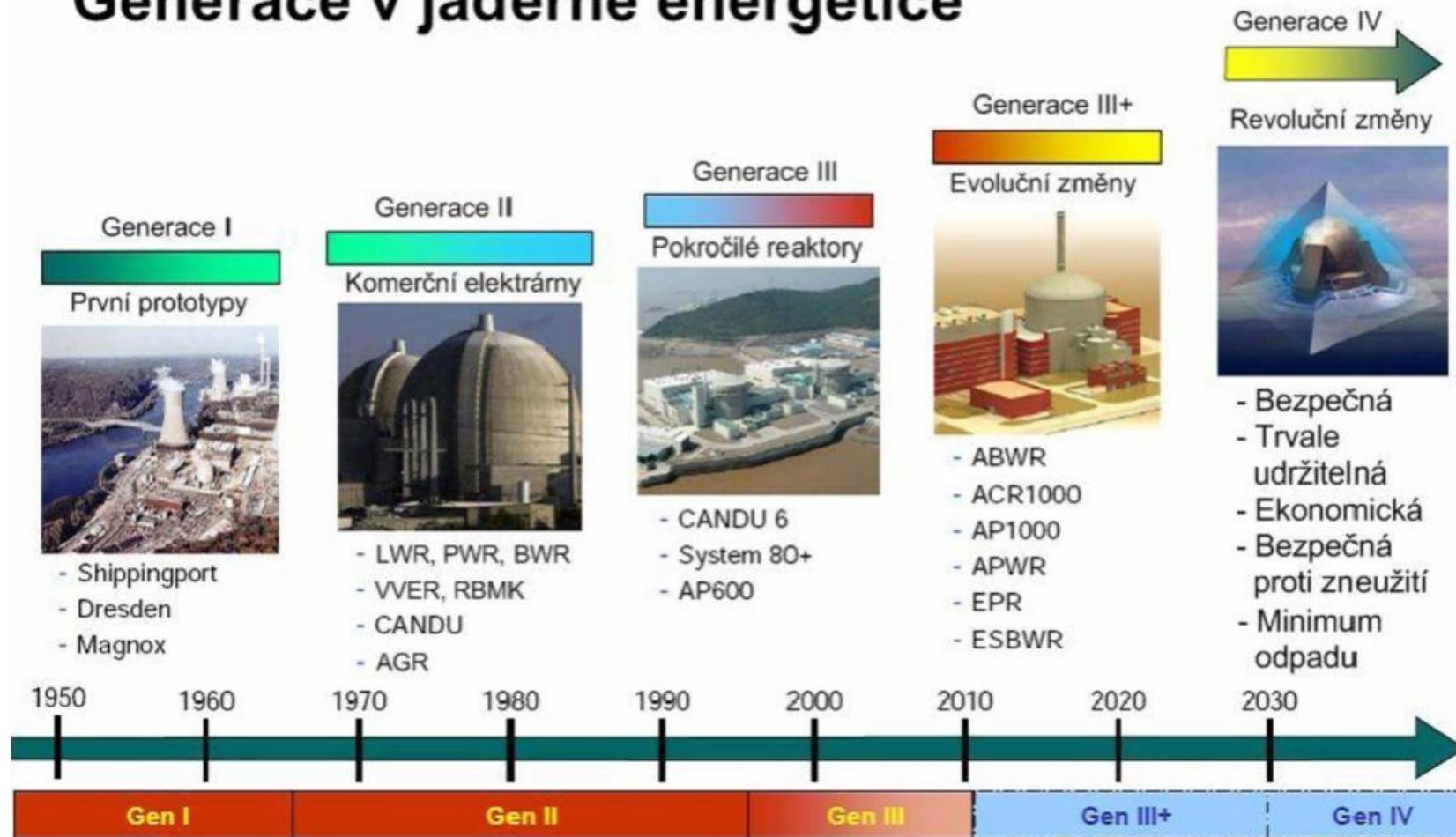
<b>SFR (MOX)</b>	rychlý, 550 °C	MOX	<b>ODS</b>	feriticko martenzitické oceli	feritické oceli, austenitické oceli
<b>SCWR Tepelný</b>	tepelný, 550 °C	UO <sub>2</sub>	feriticko martenzitické oceli (12Cr, 9Cr, etc.) (Fe-35Ni-25Cr)	feriticko martenzitické oceli (12Cr, 9Cr, etc.) (Fe-35Ni-25Cr)	feriticko martenzitické oceli
<b>SCWR Rychlý</b>	rychlý, 550 °C	MOX, Rozptyl	feriticko martenzitické oceli (12Cr, 9Cr)	feriticko martenzitické oceli (12Cr, 9Cr)	feriticko martenzitické oceli
<b>VHTR</b>	tepelný, 1000 °C	TRISO UOC kompaktní s grafitem: ZrC povlak	ZrC povlak s grafitem	Grafit PyC, SiC, ZrC	primární okruh: superslitiny na bázi Ni např. 32Ni-25Cr- 20Fe-12,5W-0,05C Ni-23Cr-18W-0,2CF-M Or <b>ODS</b>

Tabulka č. 2: Přehled jaderných reaktorů I., II., III. generace [2]

	<b>PWR/VVER</b>	<b>BWR</b>	<b>CANDU</b>	<b>SGHWR</b>	<b>MAGNOX</b>	<b>AGR</b>	<b>FBR</b>
<b>MODERÁTOR</b>	H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	D <sub>2</sub> O	D <sub>2</sub> O	Grafit	Grafit	Nemá
<b>PALIVO</b>	UO <sub>2</sub>	UO <sub>2</sub>	UO <sub>2</sub>	UO <sub>2</sub>	kovový U	UO <sub>2</sub>	UO <sub>2</sub> / PuO <sub>2</sub>
<b>OBOHACENÍ</b>	3 %	2,5 %	přírodní U	2,5 %	přírodní U	2,5 %	20 % PuO <sub>2</sub>
<b>POVLAK PALIVOVÝCH ČLÁNKŮ</b>	<b>zirkonivá slitina</b>	<b>zirkoniová slitina</b>	<b>zirkoniová slitina</b>	<b>zirkoniová slitina</b>	<b>magnesiová slitina</b>	<b>nerezová ocel</b>	<b>nerezová ocel</b>
<b>MĚRNÝ VÝKON [MW/m<sup>3</sup>]</b>	100	50	10	12	0,8	3	500
<b>CHLADIVO</b>	H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	D <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	CO <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub>	Na
<b>CYKLUS</b>	nepřímý	přímý	nepřímý	Přímý	nepřímý	nepřímý	nepřímý
<b>TEPLOTA CHLADIVA [°C]</b>	320	285	300	280	400	650	600
<b>TLAK CHLADIVA [Bar]</b>	150	80	80	80	9 až 19	40	1
<b>REAKTOROVÁ TLAKOVÁ NÁDOBA</b>	ocel	ocel	zirkoniová slitina	zirkoniová slitina	beton	Beton	nerezová ocel



# Generace v jaderné energetice



Obrázek č. 5: Vývoj jaderné energetiky [4]

## 1.1 ODS oceli (oxide dispersion strengthened alloys)

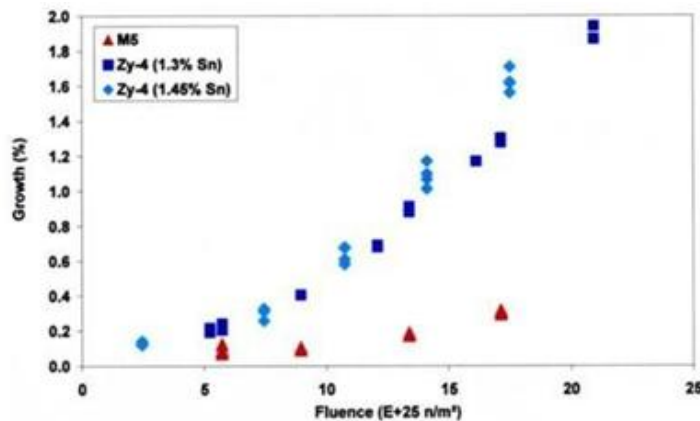
ODS oceli jsou oceli zpevněné oxidickou disperzí prvků Al, Ti, Y. To znamená, že drobné oxidy yttria plní podobnou roli, jako karbidy u jiných ocelí. Je známo, že oxidické plyny materiálem pouze probublávají a berou s sebou ven z oceli nečistoty, které se nacházejí na hranicích zrn. Oxidické plyny většinou ocel ničí. ODS oceli se liší od ostatních ocelí tím, že mezi oxidickou fází a tuhým roztokem působí synergický efekt, který zlepšuje mechanické a fyzikální vlastnosti oceli. Struktura těchto ocelí většinou bývá feritická či feriticko-martenzitická. [3]

ODS feritické a feriticko-martenzitické oceli se vyznačují delší životností a výrazně vyšší odolností proti cyklické degradaci především za vysokých teplot v porovnání se slitinami bez rozptýlené oxidické fáze.

Oceli, které byly použity na předešlé generace jaderných reaktorů byly adekvátní (z hlediska chem. složení atd.), ale i přesto jsou ODS oceli pro IV. generaci vhodnějším materiálem opláštění palivových článků jaderného reaktoru. [4]

## 1.2 Zirkoniové slitiny

Zirkonium může být v různých formách např. jako Zircaloy-2 viz obrázek č. 7, bylo použito jako materiál na pokrytí paliva u první jaderné ponorky na světě. V jaderných zařízeních se dosud používaly austenitické nerezavějící oceli. Nicméně tato ocel nebyla dostatečně korozivzdorná, proto bylo nutné použít slitinu Zircaloy-2 v tlakovodních jaderných reaktorech a slitinu Zircaloy-4 ve varných jaderných reaktorech. VVER (východní země) používaly na pokrytí paliva zirkoniové slitiny a niob, PWR (západní země) zirkoniové slitiny a cín. Jedná se o jeden z mála rozdílů mezi PWR a VVER. U lehkovodních reaktorů to je např. Zircaloy-1 (2,5 %Nb), Zircaloy-3 (0,25 %Sn, 0,25 %Fe) nebo slitiny Valloy (1,15 %Cr, 0,10 %Fe) a Valloy S (1,2 %Cu, 0,28 %Fe). Vznik slitiny E 635 z dlouho zkoumaných ozhenitových slitin, přičemž E 635 je slitina ve složení 1 %Nb, 1,2 %Sn, 0,4 %Fe a slitiny E 125 (2,5 %Nb) použita u tlakových kanálů reaktoru RBMK. Důležité je vyřešit problém mezi pokrytím a palivem, který se řeší již od 70. let 20. století. Problémem je vyhoření paliva 10 - 15 GWd/tU. Za účelem odstranění tohoto problému byly použity výstelky z čistého zirkonia právě na ochranu před korozní destrukcí, což bylo způsobeno štěpnými produkty a tlakem rozpínající peletky. V 90. letech se od tohoto řešení ustoupilo, poněvadž se zjistilo, že čisté zirkonium vedlo k destrukci, způsobené hydridací po vzniku malého defektu pokrytí. [5]

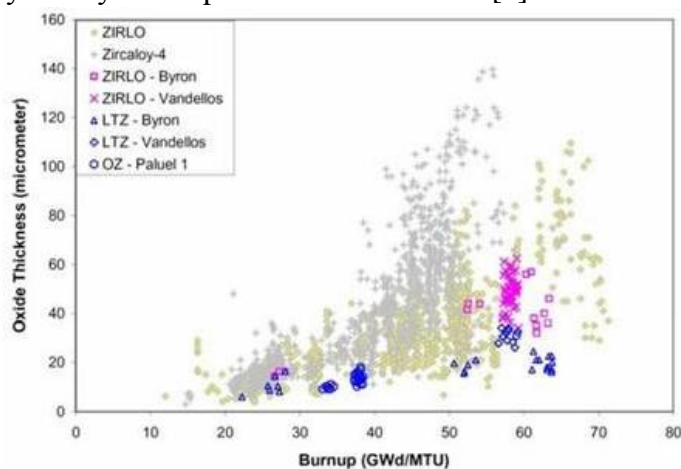


Obrázek č. 6: Vliv fluence neutronů na radiační růst slitin [5]

	obsah prvků ve valových %						
	Nb	Fe	Sn	Cr	Ni	O	Hf
E110	1						
E635	1	0,35	1,2			0,05-0,12	
E635M	0,7 - 0,9	0,3 - 0,4	0,7 - 0,9			0,04-1,00	
Zircaloy-2		0,135	1,45	0,10	0,055		0,01
Zircaloy-4		0,21	1,45	0,10			0,01
ZIRLO™	0,8	0,1	1,0				
OPT ZIRLO™	1,0	0,1	0,67				
M5™	1	0,04	0				
MDA	0,5	0,2	0,08	0,1			
NDA	0,1	0,27	1,0	0,16	0,01		
J1-Alloy™	1,8					0,1	
J2-Alloy™	1,6			0,1		0,1	
J3-Alloy™	2,5					0,1	

Obrázek č. 7: Orientační složení nejvíce používaných zirkoniových slitin [5]

Společnost Siemens vyvinula odolnější výstelky (zirkonium s 0,4 %Fe) nebo zirkoniové vrstvy se supersníženým obsahem cínu. Taktéž firma General Electric vytvořila zirkoniové trojpokrytí se 2 vrstvami (1. vrstva je Zircaloy-2, 2. vrstva je čisté zirkonium). Francouzští vědci vytvořili vlastní slitinu na pokrytí paliva (M4™ - 0,5 %Sn, 0,6 %Fe, 0,4 %V) a (M5™ - 1 %Nb). Společnost Siemens na to začala vytvářet slitinu Zr - 2,5 Nb a slitinu HPA-4 (High Performance Alloy) s 0,6 % obsahem V, Sn, Nb. WEC USA (Westinghouse Electric Company) vynalezl slitinu ZIRLO™. Východní země, Japonsko a Jižní Korea (KAERI - Korean Atomic Energy Research Institute) taktéž vymyslely řešení problému pokrytí-palivo. Začaly také používat zirkoniové slitiny např. Mitsubishi Developed Alloy. KAERI (Korean Atomic Energy Research Institute) vytvořil zirkoniové slitiny, jako jsou např. HANA-3 nebo HANA-4 složením 1,5 Nb, 0,4 %Sn, 0,2 Fe a 0,1 %Cr. Dalším nežádoucím jevem u palivových článků je tečení způsobené růstem radiace, které mají za následek mechanické deformace palivových souborů (jedná se o odchýlení od ideálního geometrického tvaru spjatého s prodloužením palivových proutků). WEC USA se dále zabýval zirkoniovými slitinami a vytvořil OPT ZIRLO™ (1 %Nb, 0,67 %Sn, 0,1 %Fe). Ze slitiny ZIRLO™ se složením téměř stejným jako OPT ZIRLO™ viz obrázek č. 7 se snížením cínu dosáhlo zvýšení vyhoření paliva až 80 GWd/tU. [5]



Obrázek č. 8: Maximální tloušťka zoxidované vrstvičky slitin ZIRLO™ v různých reaktorech (LTZ - LowTin ZIRLO, OZ - OPT ZIRLO) [5]

Slitina E 110 (1 %Nb) viz obrázek č. 7 vyrobená ukrajinskou společností Electrovek-steel byla považována za jednu z nejlepších, neboť se používala na pokrytí paliva téměř 40 let. Vyznačuje se vysokou korozní odolností, čímž se ustanovila maximální tloušťka vrstvy zirkonia na 10  $\mu\text{m}$ . Problém nastává v nízkém vyhoření paliva, které má tato slitina vysoký 50 GWd/tU, v porovnání s OPT ZIRLO<sup>TM</sup> je to podstatně méně. Nízké vyhoření je způsobeno vysokým poškozením vlivem radiace, které snižuje pevnost palivového souboru. Slitina E 110 se také vyznačuje horšími vlastnostmi než slitina Zircaloy, a to především v případě havárie LOCA (= havárie se ztrátou chladiva). Při této havárii je slitina E 110 nepřijatelná, poněvadž musí mít méně než 17 - 18 % maximální lokální oxidace povlaku a oxidace zirkonia musí být menší než 1 % jeho hmotnosti v povlaku palivových proutků v aktivní zóně.

Do vyřešení problému materiálů opláštění paliva se dlouhodobě zapojuje mnoho společností, nejvíce francouzská společnost Areva. [5]

## 2 Vývoj a použití ODS ocelí v energetice

Mezi hlavní materiály, které se s největší pravděpodobností budou využívat na jaderné reaktory IV. generace, patří nízkoaktivační feriticko-martenzitická ocel Eurofer, slitiny wolframu a již zmíněné ODS oceli.

RAFM oceli (Reduce Activation Ferritic Martensitic) jsou oceli s feriticko-martenzitickou strukturou, která bude oceli zajišťovat díky martenzitu tvrdost, ale díky feritu zároveň určitou houževnatost. Mezi RAFM oceli patří například ocel Eurofer. Reduce activation znamená, že chem. prvky niob, molybden, hliník, nikl byly nahrazeny prvky s nízkou aktivací - wolframem, chromem.

Feritické ODS oceli (mohou být i feriticko-martenzitické) jsou naopak houževnaté, ale nemají takovou tvrdost jako Eurofer. Obecně je známo, že se ODS ocel bude používat jako materiál opláštění palivových tyčí viz obrázek č. 9 a také prvků chladicího okruhu štěpného reaktoru IV. generace. Též se může využít jako materiál kontejneru držící terč tříštivé reakce nebo je spojován s materiálem na množinové obálky.

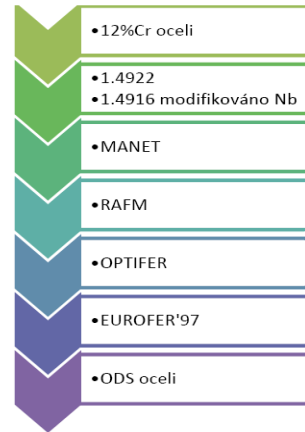
S ODS ocelmi se vyvíjely i oceli MANET (Martensite for Next European Torus) legované niobem. Jedná se o ocel s omezenou feritickou strukturou za účelem vzniku martenzitických jehlic, které zapříčiní ztvrdnutí. Z IRA a ARA diagramů je zřejmé, že martenzitická struktura vzniká vysokorychlostním ochlazením oceli tak, aby se nestačila vytvořit bainitická, perlitická či feritická struktura.

Dále se vyvinuly OPTIFER oceli, které jsou feritické (např. ocel chrom-molybden-vanad-tantal s 9,5 % chromu a 1 % wolframu). Všechny tyto oceli konkurují a vyvinuly se ještě dříve než ODS oceli viz obrázek č. 10.

ODS oceli prošly od počátku řadou vývoje a výzkumů, na základě kterých se rozhodlo, že ODS oceli budou nejvhodnějším materiálem pro určité typy jaderných reaktorů IV. generace. Ovšem nebudou jediným materiálem, který se na tyto reaktory použije. Přímě palivové články rychlých jaderných reaktorů mají opláštění z ODS ocelí. Za předpokladu, že ODS ocel bude zpevněna oxidickými částicemi yttria, tak bude docházet k uvolňování částic yttria do matrice v průběhu výrobního procesu. Vše musí probíhat při udržování stálé velikosti částic při rozměrech 10 - 50 nm, protože menší částice by příliš neovlivnily vlastnosti, kterých se obtížně dosahuje. Větší částice zase nemají efektivní vliv na zpevnění při vyšších teplotách. Z toho plyne, že je důležité věnovat se velikosti částic oxidu yttria. Taktéž je důležité kontrolovat střední vzdálenost mezi zpevňujícími částicemi (yttria), která by měla být v intervalu 100 - 500 nm. [6]



Obrázek č. 9: Palivový článek [6]



Obrázek č. 10: Schéma vývoje ocelí pro jaderné reaktory [7]

### Pokrytí palivových článků

Pokrytí palivových článků je umístěno uvnitř jaderného reaktoru a chrání před přímým stykem palivových článků a pracovního prostředí. Kdyby se nepoužívalo pokrytí palivových článků, tak by pracovní prostředí nepříznivě působilo na palivo. Další úlohou pokrytí je obrana před únikem štěpných produktů, a to zejména plyných. Materiál použitý na opláštění palivových článků musí být vysoce odolný proti objemovému a radiačnímu růstu a vysoce odolný proti mechanickému namáhání do teploty až 800 °C. Vysoká korozní odolnost patří mezi důležité vlastnosti materiálu, který má pokrýt palivové články, neboť pracovní prostředí reaguje s pokrytím palivových článků. Také může dojít k nežádoucímu snížení reaktivity článku. Tomu se zabrání dostatečně nízkou účinností průřezu. Tepelná vodivost u tohoto materiálu je důležitá z hlediska přenosu tepla z paliva do chladiva. Na pokrytí palivových článků se používají slitiny zirkonia, hliníku, hořčíku, beryllia, grafitu. Samozřejmě záleží na typu reaktoru a typu paliva. [7]

## 3 Technologie výroby ODS ocelí

### 3.1 Počátek výroby

S výrobou ODS ocelí začala firma INCO (The International Nickel Company) v roce 1966. Do té doby se stále vyráběly superslitiny z niklu pro turbíny. ODS oceli se vyvinuly za účelem vzniku nového materiálu na opláštění palivových článků přímo u jaderných reaktorů chlazených tekutým kovem, jako je např. SFR (sodíkem) a LFR (olovem nebo eutektickou směsí olova a bismutu). Lze je také použít jako konstrukční materiál ve fúzních reaktorech. [6]

### 3.2 Výroba ODS ocelí

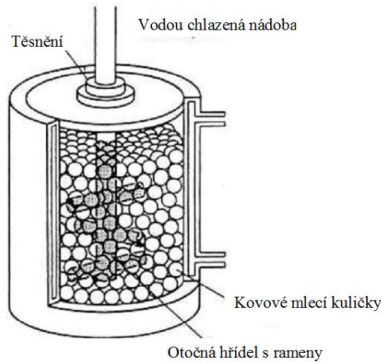
ODS oceli se zpracovávají práškovou metalurgií přímo procesem mechanického legování. Mechanické legování lze popsat jako výrobu kovových a nekovových prášků s kontrolovanou mikrostrukturou a morfologií ve vysoce energetických kulových mlýnech nebo attritorech viz obrázek č. 11. V průběhu mletí se komponenty mechanicky promísí. Potom následuje vysokoteplotní lisování, izostatické lisování

za tepla nebo protlačování za tepla. Mechanické legování se využívá pro zpracování pokročilých materiálů, ale i rovnovážných, nerovnovážných (amorfních a nanokrystalických) či kompozitních materiálů. [6]

### 3.3 Mechanické legování

K dispozici je řada způsobů výroby ocelí. Nicméně, jedná se o oceli na pokrytí palivových článků jaderných reaktorů. Z hlediska jejich důležitosti by se mělo dbát vyšší pozornosti na kvalitní přípravu a výrobu. Jejich výjimečné použití vyžaduje výjimečné zpracování. Výroba ODS ocelí spočívá v práškové metalurgii, přímo v procesu mechanického legování, jak už bylo zmíněné výše. Nicméně celý průběh výroby těchto ocelí je velmi finančně nákladný, avšak za účelem získání požadovaných materiálových vlastností se musí dbát na kvalitní zpracování těchto ocelí. Práškovou metalurgii lze vytvořit výrobky složitých tvarů i ve velkosériové výrobě, a proto výsledně vyjde vytvoření výrobku práškovou metalurgií levněji, než kdyby se stejný výrobek měl vytvořit za pomoci lití, a pak následného soustružení nebo frézování a dalších obráběcích operací. Velkou roli hraje i spotřeba materiálu, která odejde např. ve formě třísky při soustružení nebo frézování. Před návrhem samotné technologie výroby je nutné zvážit, zda-li je vhodnější použít práškovou metalurgii či jiné výrobní technologie. [6], [8]

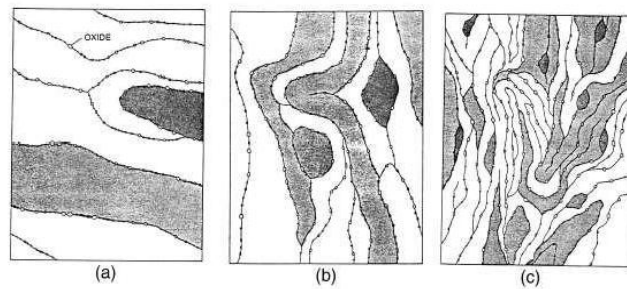
Prášková metalurgie se skládá z několika procesů, které následují postupně, ale ODS oceli procházejí mechanickým legováním a následnou konsolidací. Proces mechanického legování je za účelem vytvoření homogenity kovového prášku v celém objemu. Strukturní změny prášku během mechanického legování lze provádět pomocí zkoušek tvrdosti prášku. Když by se provádělo mechanické legování ve vzdušném prostředí (za přítomnosti vzduchu), tak to lze jen u materiálů korozně odolných, a když by se naopak provádělo mechanické legování u materiálů, které nemají určitou korozní odolnost, tak by došlo k oxidaci materiálů => vznik pórů => otevření pórů => vznik otvorů => větší náchylnost k plastické deformaci (destrukci). Za účelem snížení množství pórů je nutno provést mechanické legování v ochranné atmosféře. Taktéž lze popsat proces mechanického legování jako proces práškové metalurgie, díky němuž je možné vyrobit ODS oceli. Během tohoto procesu se připravují kompozitní prášky mletím ve vysoce energetických mlýnech nebo attritorech. ODS oceli jsou díky tomuto procesu zpevněné oxidickou disperzí, tzn. obsahují malé množství, obvykle (0,25 obj. % částic), které jsou teplotně téměř stálé. Ve většině případů se jedná o zpevnění oxidy yttria. Při mletí prochází částice řadou procesů mechanického svařování, pak zase k jejich rozpojení a tak to pokračuje stále, dokud mletí neskončí. Tím dochází k mechanickému legování a vzniku kompozitního prášku. Kompozitní prášek je následně zhutněn. V řadě případů se jedná o zhutnění vlivem protlačování za tepla. Po sledu těchto operací lze poznat, že takto připravený materiál je vysoce pevný, což zapříčiní právě vysoká hustota dislokací, které mají omezený pohyb díky disperzi oxidických částic. Struktura ODS oceli obsahuje buď oxidické částice ve formě stechiometrických oxidů nebo ve formě nestechiometrických nanoklastrů atomů Y-Ti-O. [9]



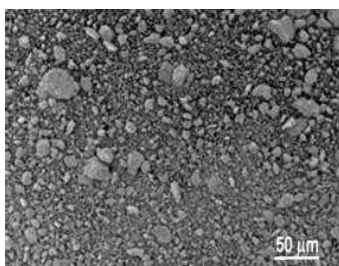
Obrázek č. 11: Schéma uspořádání hřídele s rameny attrioru [7]

### 3.3.1 Mechanické legování - Systém tvárné - křehké

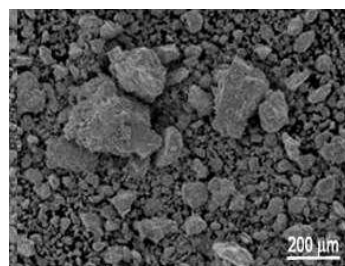
Do tohoto systému patří výroba ODS oceli. Tvárná část je matrice, která obklopuje právě křehkou část, která je ve formě oxidických částic. Na začátku mletí se projevuje zploštění tvárných kovových částic, přičemž ve stejnou chvíli dochází k drcení křehkých oxidických částic. Tvárné částice postupně pohlcují křehké částice, přičemž křehké částice jsou díky tomuto pohlcení nashromážděny blízko sebe na rozhraní, které se nazývá interlamelární. Po dobu mletí dále dochází k sycení tvárné části tvrdostí a z toho plyne, že lamely se zjemňují a stávají se složitějšími. Čím déle probíhá mletí, tím více se lamely zjemňují a z toho plyne, že se vzdálenost mezi lamelami zkracuje a křehké částice se rovnoměrně rozptylují ve tvárné matrici. To vše samozřejmě platí za předpokladu, že jsou nerozpustné. Během mletí se velikost částic mění. Po dobu 12 hodin se zjemňují. Potom se velikost částic téměř nemění, viz obrázek č. 12 a), b), c). [9]



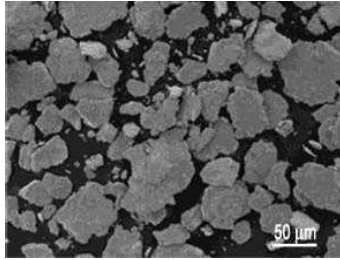
Obrázek č. 12: Schéma vývoje mikrostruktury během mletí systému tvárné-křehké [7]



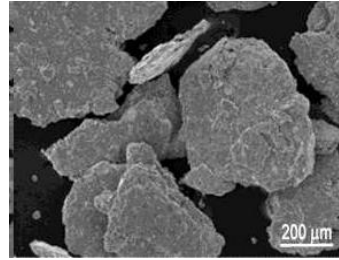
a) po 1 hodině mletí, zvětšení 30x



b) po 1 hodině mletí, zvětšení 100x



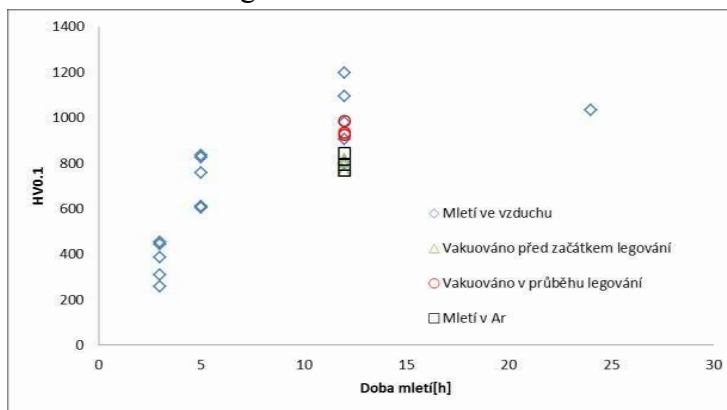
c) po 12 hodině mletí, zvětšení 30x



d) po 12 hodině mletí, zvětšení 100x

Obrázek č. 13: Vývoj částic kompozitního prášku nízko-aktivační vysoce chromové 14Cr-2W ODS oceli [7]

Při mechanickém legování na vzduchu narůstá tvrdost částic. Taktéž mletí po dobu 12 hodin zapříčiní zvýšení hodnoty tvrdosti. Časově delší mletí už nemá vliv na růst hodnoty tvrdosti. Při mechanickém legování bez přístupu vzduchu, tedy v ochranné atmosféře (argon), dojde k zabránění oxidace a zároveň ke snížení tvrdosti kompozitních prášků viz obrázek č. 14. Možné je také ovlivňovat růst modulu pružnosti v tomto materiálu. Zejména v případě, že se mechanické legování bude provádět ve vzdušné atmosféře. Když by se tomu tak stalo, tak by se modul pružnosti snížil. V opačném případě, když by mechanické legování probíhalo v ochranné atmosféře, tak by se dosáhlo i 4x násobných hodnot oproti původnímu stavu. Mechanické legování se také může provádět ve vakuu, ale co se týká modulu pružnosti, tak vyšší než při mechanickém legování v ochranné atmosféře nebude viz obrázek č. 15. [9]



Obrázek č. 14: Vývoj tvrdosti během mechanického legování na vzduchu a porovnání s mechanickým legováním v ochranných atmosférách. [7]



Obrázek č. 15: Vývoj modulu pružnosti během mechanického legování na vzduchu a porovnání s mechanickým legováním v ochranných atmosférách. [7]



### 3.3.2 Zhutňování mechanicky legovaného prášku

Zhutnění mechanicky legovaného prášku zapříčiňuje určitou změnu mikrostruktury materiálu charakteristickou pro ODS oceli. Dojde k protažení zrn ODS oceli ve směru protlačování a v mikrostruktuře vznikají viditelné póry ve formě řetízků kolem protažených zrn. Tím je způsobena výrazná anizotropie vlastností ODS oceli. V průběhu mechanického legování často dochází k zanesení nečistot, ve většině případů hliníkem, který se do prášku dostane z ferrochromu (75 %Cr + 25 %Fe) a vytvoří nečistoty, jako např. tvrdou a křehkou fázi  $Al_2O_3$  (korund). Nicméně do některých typů ODS ocelí se přidává hliník za účelem vytvoření ochranné vrstvy  $Al_2O_3$  na povrchu oceli (např. ODS MA 956 viz tabulka č. 5 - praktická část), při působení vysokých teplot. Při mechanickém legování se rozpouští keramické částice  $Y_2O_3$  a dochází k jejich precipitaci v průběhu vysokoteplotního zhutňování. [6]

- **Mezi zhutňovací procesy patří:**

1. Lisování za tepla
2. Izostatické lisování za tepla
3. Extruze

#### 3.3.2.1 Izostatické lisování za tepla

Používá se za účelem zhutnění jemných částic do pevných objemů za pomoci vysoké teploty a vysokého hydrostatického tlaku. Díky tomuto procesu vznikne téměř čistý homogenní materiál s určitou velikostí zrn a téměř 100 % hustotou. Tato metoda dovoluje vyrábět výrobky z různých materiálů a je důležitou součástí práškové metalurgie a tím i výroby ODS ocelí, ale i vysokolegovaných ocelí a žárovečných ocelí, tedy ocelí na bázi niklu. Izostatické lisování zkvalitňuje ODS oceli, mechanické vlastnosti jsou lepší než při obyčejném lisování, a to díky tomu, že následné spékání se provádí za tepla, tlaku a při izostatickém lisování. Např. u rychlořezné oceli je dosaženo touto metodou lepší houževnatosti, lepší schopnosti k broušení a zejména je tímto zvýšena i trvanlivost rychlořezných ocelí řádově v desítkách procent. [8]

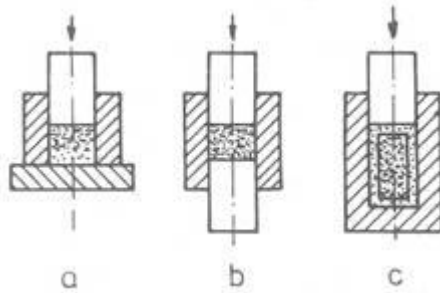
Izostatické lisování se používá nejen pro odstranění pórovitosti u odlitků, ale také ke spojování dvou nebo více materiálů dohromady buď v prášku, nebo v pevné podobě.

Izostatické lisování za tepla je používáno v případě, že je snaha vyrobit součást, která bude mít lepší materiálové vlastnosti, než by měla právě vyrobená odlitím, lisováním nebo spékáním. Proto se tato metoda používá při výrobě ODS ocelí. Izostatické lisování za tepla může zjednodušit výrobu ocelí tím, že se kovový prášek zapouzdří do předem vytvarovaných plechových kontejnerů, které se podobají součásti, kterou je možno vyrobit. Dojde k izostatickému lisování za tepla a vše je hotovo, protože díky předem vytvarovaným kontejnerům už není nutné dále daný výrobek upravovat.

Zároveň je to forma tepelného zpracování za přítomnosti vysoké teploty a tlaku za účelem vylepšení materiálových vlastností daného materiálu. Tlak je vyvíjen inertním plynem, nejčastěji argonem nebo heliem. Vysoká teplota a tlak se používají k plastické deformaci, tečení a následné difúzi.

Dalším důvodem použití izostatického lisování za tepla může být odstranění téměř veškeré interní porézity v daném materiálu či odstranění vnitřních defektů, díky němuž dojde ke zlepšení mechanických vlastností materiálu, především pevnosti. [10]

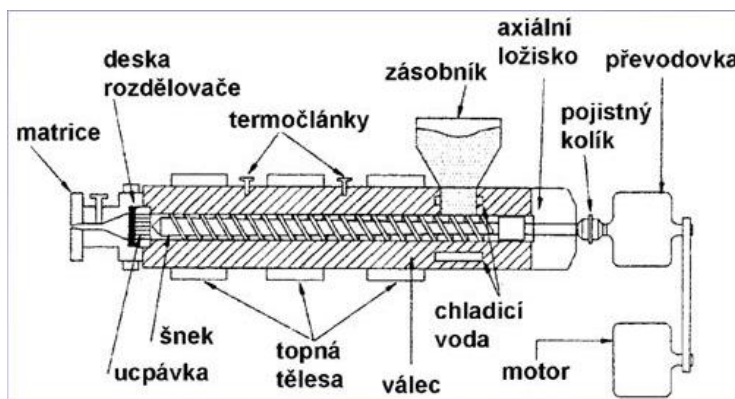
U ODS ocelí, stejně jako u jiných ocelí se porézita snižuje na minimum, neboť póry svým otevřením vytvářejí otvory v materiálu (= nebezpečná místa) a materiál je více náchylný k destrukci (plastické deformaci). Důležité je, aby při výrobě ODS ocelí, konkrétně u mletí, příprava probíhala v inertním prostředí (tedy v přítomnosti inertních plynů). Kdyby tomu tak nebylo a probíhala by za přítomnosti vzdušného kyslíku, mohlo by dojít ke zvýšení procenta pórovitosti. [6]



Obrázek č. 13: Základní způsoby lisování  
(a - lisování jednosměrné, b - lisování obousměrné, c - izostatické lisování) [8]

### 3.3.2.2 Extruze

Jedná se o konsolidaci prášku za tepla za pomoci hydrostatických sil. Existuje několik variant extruze, ale obecně se používá třetí varianta extruze, protože vede k největšímu materiálovému zkvalitnění ODS ocelí. Tato varianta pro zkvalitnění ODS ocelí spočívá v nasypání kovového prášku do kovové kapsle. Poté dochází ke zhutnění (zpevnění, spékání) prášku, nebo-li dochází k extruzi. Celý proces je doplněn ještě odplynováním prostoru uzavřeného kovového prášku v kovové kapsli. To znamená, že se proces ještě více zkvalitní a žádný z plynů nebude bránit spékání kovového prášku. První varianta spočívá v nasypání kovového prášku do předem vyhřátého kontejneru a dochází k extruzi přes zápustku. Varianta číslo dvě je známá tím, že se před extruzí studený kovový prášek zhutní a lisuje za tepla. [6]



Obrázek č. 14: Extruze [9]

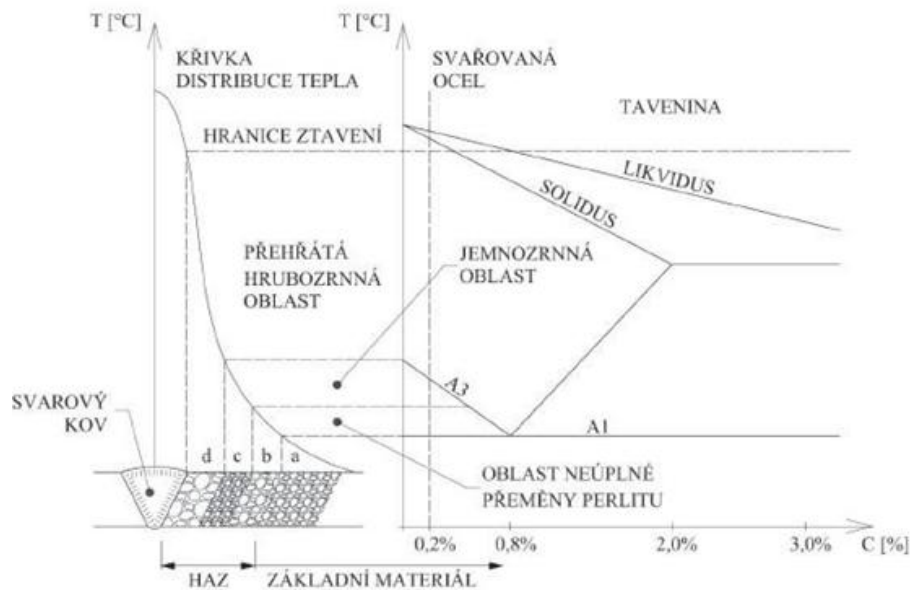
### 3.4 Dlouhodobé žíhání

Používá se za účelem vytvoření alespoň částečně podobných provozních podmínek, ve kterých budou ODS oceli namáhány. Vystavení ODS oceli vysokým teplotám (řádově ve stovkách stupňů Celsia) má značný účinek na vytvrzování, nebo-li precipitaci Y-Ti-O oxidů v matrici. Taktéž dochází k segregaci titanu na hranicích zrn. To vše je doprovázeno difúzí yttria a následného vzniku stechiometrických klastrů  $Y_2Ti_2O_7$ , které díky Ostwaldovu zrání přenášejí látku z menších částic na větší částice (dosahují velikosti 15 - 35 nm). Je to zapříčiněno vyšším tlakem par nebo také vyšší rozpustností menších částic. Kdyby se toto udělalo u ODS ocelí zpevněné oxidickou disperzí hliníku, došlo by k největším změnám velikosti částic oxidů  $Al_2O_3$ . Je třeba si uvědomit, že děje spjaté s yttriem jsou možné pouze u ODS ocelí, které jsou zpevněny jemnou oxidickou disperzí yttria a děje spjaté s hliníkem zase u ODS ocelí zpevněné oxidickou disperzí hliníku.

Během dlouhodobého žíhání, které se provádí kvůli radiačnímu poškození, dochází k nárůstu porézity tím, že se provádí dlouhodobě za působení vysokých teplot. Je obecně známo, že dlouhodobé žíhání se provádí při působení teploty cca 650 °C. Další vliv na pórovitost má i chemické složení, zejména chemické složení chromu. V případě, že daná ODS ocel bude zpevněna oxidickou disperzí yttria, tak právě sloučenina  $Y_2O_3$  působí na strukturní stabilitu pórů. [6]

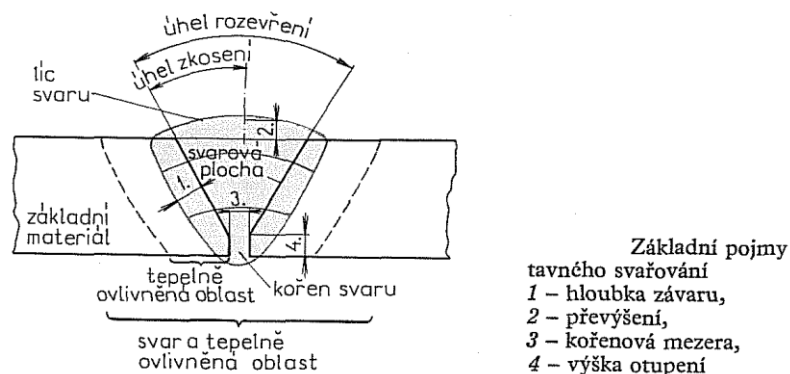
## 4 Technologie svařování ODS ocelí

Svařování patří mezi vysokoteplotní aplikace materiálů. Svařování umožňuje vznik pevných a nerozebíratelných spojů strojních částí i celých konstrukcí jako jsou např. energetická zařízení atd. Svařováním vzniká svarový spoj a ten představuje "nejslabší" místo na součásti, poněvadž kolem svaru vzniká tepelně ovlivněná oblast. Její vznik je zapříčiněn natavením základních materiálů vysokou teplotou a tím dojde k postupné změně struktury směrem od svaru do základního materiálu viz obrázek č. 15. [11]



Obrázek č. 15: Tepelně ovlivněná oblast [10]

Pevné a nerozebíratelné spojení vzniká za pomoci mechanické, tepelné či radiační energie (méně častá varianta). Zmíněné spojení vznikne díky zapůsobení sil mezi atomy a adhezních vazeb působením tepla, tlaku nebo obojí na kontaktních plochách. Je nutno podotknout, že se dají svařovat pouze pevné látky. Pevná látka může mít různé meziatomární vazby (kovovou, iontovou nebo kovalentní). Kovová vazba bude dále zmíněna dopodrobna z důvodu pochopení technologie svařování ODS ocelí. Budou se vyznačovat tím, že jejich mřížka bude poskládaná z pevně nadefinovaných pozic iontů (anionty a kationty) kovu a z volně pohyblivého mraku volných elektronů, který zajišťuje kovu elektromagnetismus. Mrak volných elektronů, který cestuje krystalografickou mřížkou je klíčem k fungování kovové vazby, jelikož elektrony takto mohou přeletovat z jednoho atomu na jiný. Kovová vazba se projeví v případě, že elektrony (v mraku) s kationty a anionty kovu začnou překonávat přitažlivými silami odpudivé síly elektronů, které panují v elektronovém mraku. Přitažlivé a odpudivé síly vznikají díky už výše zmíněných pevně nadefinovaných pozic iontů (kationtů a aniontů) a volně se pohybujícího mraku volných elektronů uvnitř krystalografické mřížky. Samotné svařování se uskutečňuje dodáním aktivační energie pro překonání bariéry potenciální energie povrchových atomů, a tím se aktivuje kontaktní plocha, která má být svařována. Jako aktivační energie se volí energie, která je vhodná pro danou technologii svařování, např. v případě, že se použije tavné svařování, tak k překonání bariéry potenciální energie povrchových atomů na kontaktní ploše svařování se využije termická aktivace, která díky teplu právě překoná tuto bariéru. Tím dojde k navařování povrchu materiálu, který se svařuje. V případě použití tlakového svařování se využije mechanická aktivace. Jedná se pak o tlak, kterým se vyvine mechanická energie => mechanická aktivace kontaktní plochy materiálu (dochází k pružným a následným plastickým deformacím). Mezi další aktivace patří radiační aktivace (fotonové, elektronové, iontové ozáření). Tato aktivace probíhá u tavného svařování. [12]



Obrázek č. 16: Svar, tepelně ovlivněná oblast a základní materiály v případě tavného svařování [11]

### Hlavní rozdělení svařování:

- Při působení tepla (tavné)
- Při působení tlaku (tlakové)
- Při působení tepla a tlaku

Komplexní charakteristikou materiálů je svařitelnost. Svařitelnost udává informaci o materiálu, zda jej možno svařovat. Svařitelnost závisí většinou na chemickém složení svařovaného materiálu a na jeho tloušťce v místě svařování. Skripta Kovařík Svařitelnost u uhlíkových ocelí je ovlivněná obsahem uhlíku. Čím vyšší obsah uhlíku, tím se snižuje možnost svařovat daný materiál. To určuje uhlíkový ekvivalent  $C_e \leq 0,5 \%$ , v němž by měl být uhlík  $C \leq 0,22\%$ .

$$C_e = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr}{5} + \frac{Ni}{15} + \frac{Mo}{4} + \frac{Cu}{13} + \frac{P}{2} + 0,0024 * t [\%] \quad t \dots \text{svařovaná tloušťka} \quad (1)$$

Svařitelné jsou materiály, které mají zvýšenou plasticitu, neboť mají tendenci se plasticky deformovat, což ke svařování je zapotřebí. [13], [14]

### Stupně svařitelnosti dle staré normy:

- Svařitelnost zaručená
- Svařitelnost zaručená podmíněná
- Svařitelnost dobrá nezaručená
- Svařitelnost obtížná nezaručená

Vzhledem k důležitosti funkce ODS ocelí, ze kterých je vyrobeno např. opláštění palivových článků, je třeba dbát na kvalitu spoje. Z tohoto důvodu tyto oceli nelze spojovat k sobě lepením, ale svařováním. [14]

Svařením je zajištěna pevnost, trvanlivost a těsnost materiálu. V porovnání s odlitky uspoří 50 % materiálu. Svařováním lze zvýšit životnost součástí (z ekonomického hlediska). Samotné svařování má nejen výhody, ale i nevýhody, např. vznik tepelně ovlivněné oblasti (= HAZ) viz obrázek č. 15 a č. 16, která zapříčiňuje zkřehnutí materiálu (tuto nevýhodu je možno ovlivnit způsobem technologie svařování) => nebezpečí vzniku křehkého lomu v tomto místě, objevuje se heterogenita materiálu (svar je z jiného materiálu a spojovaný materiál taktéž, což může zase mít za následek vznik křehkého lomu). Další nevýhodou je zanesení zbytkového napětí, protože pohyb dislokací uvnitř materiálu je značně omezen. V případě, že je pohyb dislokací omezen, tak dojde k jejich nahromadění a ke zvýšení zbytkového napětí v daném místě, což může vést až k destrukci. Při chladnutí svarové lázně je důležité zabránit ohýbání spojovaných materiálů (častý děj u koutového svaru). Důležité je, jaká technologie svařování bude využita. U spojování ODS ocelí bývá používáno třetí svařování, difúzní či jiné technologie viz kapitola 4.1., 4.2., 4.3, 4.4. [15]

Po svařování je důležité, aby nastalo žíhání, např. žíhání ke snížení pnutí, které alespoň částečně odstraní zbytkové napětí ve svaru a jeho oblasti. Zbytkové napětí se zde může objevit důsledkem vnesení tepla. Lze odstranit tepelným zpracováním po svařování např. normalizačním žíháním, které však může způsobit zhrubnutí struktury. Hrubozrnnější struktura zapříčiní zkřehnutí materiálu. Z hlediska množství se počet zrn sníží a z toho plyne, že dislokace se budou moct pohybovat materiálem mnohem rychleji než je tomu u jemnozrnné struktury. Čím méně zrn (hrubozrnná struktura) tím méně skluzových systémů => snazší pohyb dislokací => snazší vznik trhlin (každé zrno má různou orientaci a má svojí hranici, na které se mohou hromadit dislokace).

Nejen hromadění dislokací, ale i oxidy z okolního prostředí jsou značným problémem pro materiál při svařování. Oxidy vnesené při svařování způsobují zkřehnutí téměř u všech ocelí. Proto je nutné vyvarovat se zanesením oxidů nejen při výrobě, ale

i při svařování. Z tohoto důvodu se většina ocelí svařuje v ochranné atmosféře vzácného plynu, aby se právě zamezilo průniku oxidů do svarové lázně. Při většině technologií svařování vznikne velké množství tepla. [14]

Obecně svařování je velice složitý proces, ve kterém se zohledňuje mnoho aspektů, které musí být dodrženy v celém svém rozsahu. V případě, že tomu tak není, nebudou svary plnit funkci, která je vyžadována. [16]

**Mezi tyto aspekty patří:** [16]

1. Volba metody svařování
2. Poloha svařování
3. Typ a velikost svaru
4. Správná příprava svarových ploch
5. Předehřev
6. Vlastnosti přídavného materiálu
7. Rychlost chladnutí svaru
8. Atmosféra
9. Tepelné zpracování svařenců

### **Technologie svařování**

Existuje mnoho technologií svařování jako je např. obloukové, plamenové (autogen), tlakové, elektronové, laserové, odporové a ostatní (elektrostruskové, aluminotermické atd.).

Obloukové svařování se od ostatních svařování (výše zmíněných) liší tím, že je teplo vytvořeno el. obloukem mezi katodou a anodou. Do obloukového svařování patří svařování pod tavidlem, plazmové, tavící se elektrodou bez ochranného plynu, tavící se elektrodou v ochranném plynu (MIG, MAG), wolframovou netavící se elektrodou atd.

U plamenového svařování kyslíkem, je zdrojem tepla plamen způsobený hořením směsi několika plynů.

Tlakové svařování, jak už vyplývá z názvu, je svařování tlakem, který zapříčiní natavení (svařování třením). Taktéž lze tlakově svařovat bez natavení (difúzí, za studena, ultrazvukem, výbuchem atd.).

Odporové svařování (bodové, švové) využívá působení tlaku a tepla, které je způsobeno právě odporem materiálu při průchodu el. proudu o zvýšené intenzitě (až 150 kA) a především nízkém napětí (cca do 15 V).

Mezi výše zmíněné ostatní metody svařování, je třeba zdůraznit svařování aluminotermické nebo-li svařování termitem, přičemž se takto například svařují kolejnice. Dále také elektrostruskové svařování, jímž se dříve svařovaly tlakové nádoby jaderných reaktorů.

V některých případech se mohou použít i hybridní metody (= kombinace dvou svařovacích metod), což je např. svařování plazma - MIG nebo laser - MIG. [17]

### **Svarový spoj ODS MA 956/316Ti (příklad) [11]**

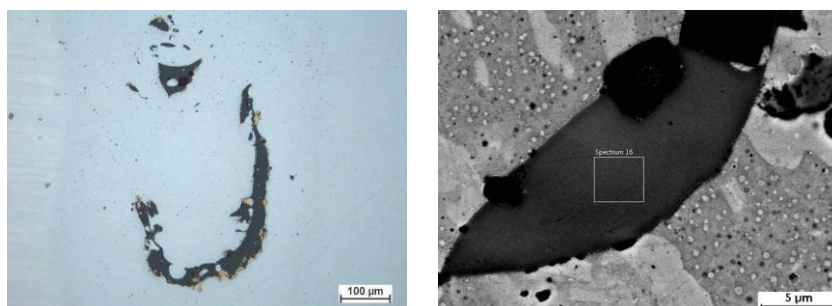
Jako příklad byl zvolen heterogenní svarový spoj ODS MA 956/316Ti. První materiál je feritická ODS ocel (MA 956) a druhý spojovaný materiál je austenitická ocel

(316Ti), která je v tomto případě jemnozrnná. Spoj je rozdělený na poloviny, přičemž polovina ze strany ODS oceli je bez austenitického síťoví a skýtá v sobě menší počet hranic zrn. Avšak zajímavé je, že vzhledem k chemickému složení (viz tabulka č. 3) si svarový spoj drží homogenitu v téměř celém objemu.

Tabulka č. 3: Chemické složení svařovaných ocelí (hm. %) [3]

	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Al	V	W	Ti	Nb	N	Y
MA 956	0,01	20,8					2,44			0,31			0,3
316 Ti	0,02	17,1	11,8	2,25	1,83	0,60		0,14		0,19	0,02	0,14	

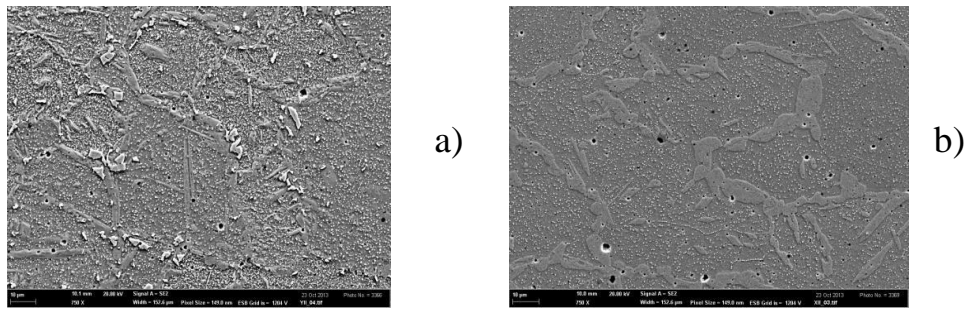
Polovina svarového spoje ze strany od austenitické oceli (316Ti) v sobě obsahuje intermetalické fáze, které byly rozpoznány jako Lavesovy fáze a  $\sigma$ -fáze.  $\sigma$ -fáze není nikterak vhodná pro svarový spoj, jelikož snižuje houževnatost svarového spoje. Dále se zde vyskytly malé  $Al_2O_3$  částice kulového tvaru, které se do svaru dostaly z ODS oceli. ODS oceli mají v řadě případů povrchovou vrstvičku  $Al_2O_3$ , která pomáhá chránit ocel před oxidy z okolí. Částice  $Y_2O_3$  se v průběhu svařování chovají tak, že yttrium s hliníkem (který byl na povrchu) se přerozdělily do taveniny, kde začaly vznikat komplexní oxidy z těchto prvků viz obrázek č. 17. I přesto, že je  $Y_2O_3$  pokládán za stabilní fázi, tak v tomto případě při svařování elektronovým paprskem tomu tak nebylo.  $Y_2O_3$  se během tavení svarového kovu částečně rozpouští a hrubne. Naopak při chladnutí precipituje  $Al_2O_3$  na rozhraní  $Y_2O_3$ . V případě, že místo hliníku by byl titan, reagoval by s  $Y_2O_3$  obdobně. Taktéž by došlo k precipitaci titanu na hranicích  $Y_2O_3$  a vznikaly by částice Ti (C, N). ODS oceli je nevhodné svařovat svazkem elektronů s austenitickou ocelí, poněvadž ze strukturního hlediska se jedná o nestabilní chování spoje. Svařování elektronovým paprskem se nedosáhne homogenity, které se požaduje. Vzniklý svarový spoj také obsahuje velké množství vad. Během svařování může docházet k odpařování legur nebo také může dojít k úniku kyslíku vytvářejícího disperzní oxidické částice. Na obrázku č. 18 lze vidět, jak se vlivem tepelného zpracování (žiháním) změnila mikrostruktura svarového spoje. Rozhoduje teplota žihání a čas expozice svarového spoje. V tabulce č. 4 lze vidět chemické složení oxidů. [11]



Obrázek č. 17: Oxidy (Y,Al,Ti,Cr,Fe,) vzniklé při svařování ve svarovém kovu MA 956/316Ti (staženiny a bubliny ve svaru) [12]

Tabulka č. 4: Chemické složení oxidů z obrázku č. 17 [3]

O	Al	Ti	Cr	Fe	Y
[hm. %]	[hm. %]	[hm. %]	[hm. %]	[hm. %]	[hm. %]
10,09	16,38	3,73	1,09	1,87	66,83



Obrázek č. 18: Mikrostruktura svarového kovu spoje MA 956/316Ti po žihání a) 650 °C/1000 h, b) 750 °C/100 h [12]

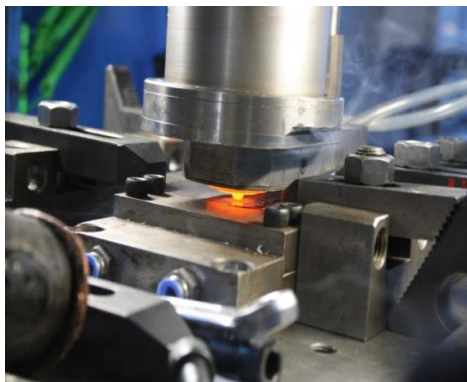
#### 4.1 Svařování třením

Základní princip technologie třecího svařování je založen na vzájemném pohybu dvou spojovaných součástí při působení přitlačné síly. Patří sem např. rotační součásti, kdy jeden vystředěný díl svařované součásti rotuje a tlačí na druhý, který je pevně upnutý (v tomto případě se jedná o rotační třecí svařování = metoda 42 podle ISO 4063 viz obrázek č. 22). Kvalitu spoje výrazně ovlivňují metalurgické podmínky na stykové ploše, pēchovací tlak a velikost napēchování. [18] Výhody a nevýhody jsou popsány níže. Taktēž mezi třecí svařování patří i třecí svařování s promíšením (FSW) = metoda 43 podle ISO 4063, která je na obrázku č. 19 - 21.

Výhodou třecího svařování s promíšením je, že probíhá za nižších teplot, než je tomu u ostatních technologií svařování. Teplota tohoto svařování leží pod teplotou tavení materiálů (např. u oceli 900 °C - 1300 °C). Dojde pouze ke změkčení svařovaného materiálu nikoliv k natavení. To je značnou výhodou pro svařování obtížně svařitelných materiálů jako jsou ODS oceli. Další výhodou je svar vzniklý bez přidání přídavného materiálu a také nízký tepelný příkon potřebný pro toto svařování.

Nevýhody třecího svařování s promíšením jsou, že při velkých třecích silách dochází k vysoké aglomeraci nanočástic (disperzní částice). Další nevýhodou je též geometrie tohoto svařování, která je značně omezena.

Třecím svařováním s promíšením lze svařovat především hliník, ale díky trnu z PCBN (= polykrystalický kubický nitrid bóru viz obrázek č. 20) lze takto svařovat i oceli. [14]

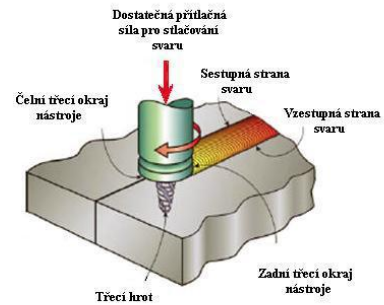
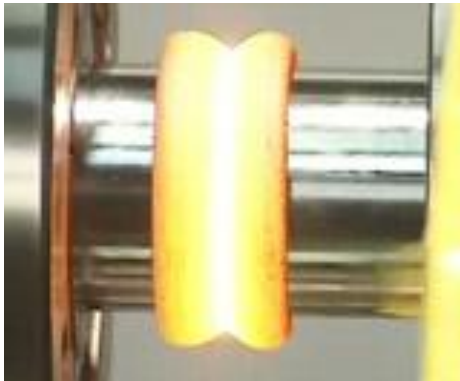


Obrázek č. 19: Třecí svařování s promíšením [13]



Obrázek č. 20: Rotační nástroj s cylindrickým ramenem a profilovaným kolíkem (trnem) pro třecí svařování s promíšením [14]





Obrázek č. 21: Schéma třecího svařování s promíšením [15]

Obrázek č. 22: Rotační třecí svařování [13]

### Rotační třecí svařování [14], [19]

- **Výhody:**

- a) Úzká TOO
- b) Nízká teplota svařování (dojde ke změkčení materiálu nikoliv k natavení)
- c) Zjemnění zrna ve svaru => zlepšení mechanických vlastností spoje
- d) Teplo ke svařování vzniká mechanickým třením => úspora elektrické energie
- e) Vysoká produktivita práce vzhledem ke krátkým výrobním časům

- **Nevýhody:**

- a) Finančně nákladná svařovací zařízení
- b) Kvalita spoje může být ovlivněna množstvím a rozdělením nekovových vměstků
- c) Možnost tvorby nežádoucích intermetalických a nízkotavitelných fází ve spoji
- d) Zkřehnutí v důsledku pohlcování plynů při svařování

### Problémy při svařování ODS ocelí [19]

- Velký objem tavby
- Aglomerace ODS částic
- Ztráta orientace zrna (např. tvrdost klesá)
- Zhrubnutí zrna (např. pevnost v tahu klesá)
- Destrukce důsledkem teplotních napětí
- Uvolnění zachycených plynů, a to zejména s Al obsahující ODS oceli (=> pórovitost)

### např. aglomeraci ODS částic lze snížit [19]

- Předehřevem
- Po svařování následným tepelným zpracováním .

## 4.2 Jiné nevhodné technologie svařování ODS ocelí

Elektronové, laserové a WIG svařování jsou nevhodné pro svařování ODS ocelí viz příklady: [19], [20]

1. **WIG svařování** (konvenční = tradiční = tavné svařování) - způsobuje u ODS ocelí výrazné zhrubnutí a aglomeraci oxidů yttria. Yttrium odchází ze strusky během svařování.

2. **Laserové svařování** (speciální = fúzní technologie svařování) - vliv na rozdělování oxidů je menší než u WIG, ale stále dochází k výraznému zhrubnutí zrn a aglomeraci. Určité množství (cca 24 %) yttria je během tohoto svařování ztraceno.
3. **Elektronové svařování** (speciální = fúzní technologie svařování) - při svařování a následném tepelném zpracování po svařování je zapříčiněno zhrubnutí zrn (oxidy yttria se taktéž zvětší).  
[19], [20]

Z těchto 3 experimentů plyne, že ODS oceli je nutno svařovat třecím svařováním (rotačním nebo promíšením) a difuzním svařováním. Tím nedojde k tak velkému zhrubnutí zrna a aglomeraci nanočástic. Menší množství tavné lázně (bez přídavného materiálu a při nižších teplotách tavení než je základní materiál, tím svařovaný materiál pouze změkne) zabrání aglomeraci nanočástic (oxidy yttria). Co se týká zhrubnutí zrna po tepelném zpracování svařenců, tak tomu téměř zabránit nelze. Lze to ovlivnit pouze vhodně zvoleným tepelným zpracováním. [14], [19], [20]

#### 4.3 Difuzní svařování

Při této technologii svařování vzniká vlastní spojení kovů za působení teploty a odpovídajícího měrného tlaku na kontaktních plochách. Spoj je vytvořen přiblížením kontaktních ploch v důsledku lokální plastické deformace. Ta zaručuje vzájemnou difuzi v povrchových vrstvách spojovaných materiálů. [12], [18]

##### **Výhody a nevýhody technologie difuzního svařování:** [21]

- Lze svařovat velmi tenké součásti s objemnými součástmi
- Kov se netaví (odpadají problémy s licí strukturou)
- Není zapotřebí tavidel ani ochranné atmosféry
- Mechanické opotřebování po svařování odpadá
- Spoj neobsahuje oxidy ani strusku
- Součásti se většinou nedeformují
- Menší TOO oproti tavnému svařování
- Kvalita spoje nezávisí na lidském faktoru
- Rozměry svařence jsou omezeny rozměry vakuové komory
- Investiční náklady jsou drahé kvůli hydraulice a vakuové aparatuře
- Delší svařovací časy
- Náročnější a nákladnější úprava svařovaných ploch

#### 4.4 Závěr pro svařování ODS ocelí

Konvenční (= tavné = tradiční) svařování s větší tavnou lázní je nevhodné pro svařování ODS ocelí (např. WIG, MIG, MAG atd.). Speciální (fúzní) technologie svařování jako jsou např. laserové a elektronové nemají výraznou tavnou lázeň, ale zapříčiňují výraznou aglomeraci nanočástic ODS ocelí. Jinak řečeno konvenční a fúzní svařovací technologie, jako jsou např. MIG, MAG, WIG, elektronové a laserové svařování natavují ODS ocel a narušují tak oxidickou disperzi této oceli, tedy to, co dělá tuto ocel výjimečnou. Dochází pak k destrukci vzniklých svarů => špatné mechanické vlastnosti ODS ocelí, způsobené nevhodným zvolením technologie

svařování.

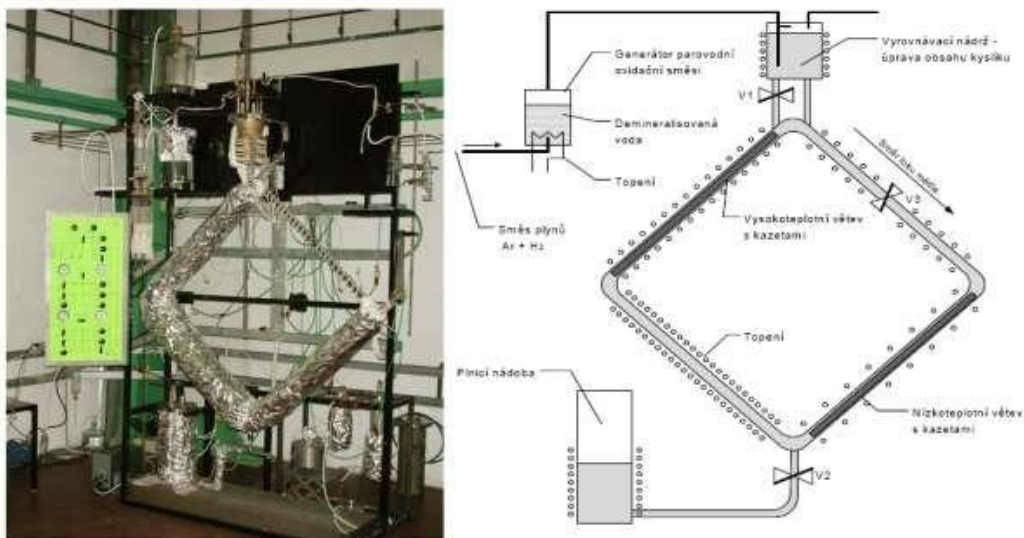
ODS oceli jsou většinou spojovány třecím nebo difuzním svařováním, neboť se jedná o svařování, při kterém nedojde k dosažení teploty tavení základního materiálu, pouze k jejímu přiblížení (svařovaný materiál změkne) => nedochází k výraznému zhrubnutí zrn a aglomeraci nanočástic ODS oceli. Taktéž je menší tavná lázeň a je bez přídavného materiálu. Svařování třením téměř ponechává charakteristické vlastnosti ODS oceli na rozdíl od jiné technologie svařování. Díky této technologii svařování jsou ODS oceli méně náchylné k vodíkovému praskání, což je významná výhoda pro svary použité v jaderném energetice. [14], [19], [20], [21]

## 5 Interakce ODS ocelí s tekutými kovy

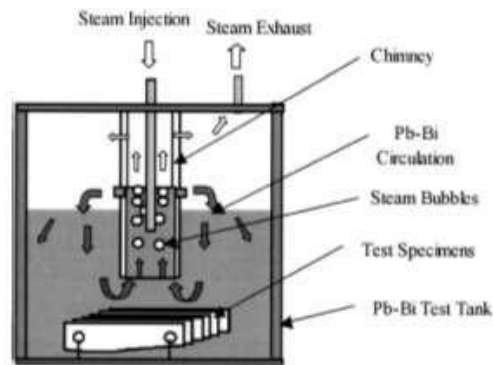
Použití ODS ocelí u reaktorů SFR a LFR je doprovázeno výběrem chladiva. Nejslibnější variantou chladiva pro reaktor LFR je tekutý kov (eutektikum olovo/bismut). Nikterak nevadí použití tekutých kovů, jestliže nebudou reagovat se vzduchem nebo s vodou. V opačném případě by to byla nebezpečná kombinace. Kromě dobrých korozních vlastností mají i jiné výhody, jako je např. odvod tepla, nízký bod tání 120 °C. Samotné použití olova jako chladiva by bylo rizikové, neboť teplota tání olova je 327 °C a napadá povrch materiálu. Olovo je taktéž známé svojí vysokou viskozitou. Proto se jako chladivo v těchto reaktorech samotné olovo používá jen výjimečně. Vhodnější použití je eutektikum olovo/bismut nebo eutektikum lithium/olovo.

Rychlost koroze lze ovlivnit kyslíkovou nebo inhibiční technologií. Při obou technologiích se na povrchu materiálu vytvoří ochranná vrstva. U kyslíkové technologie se nanese vrstva  $Fe_3O_4$  vlivem přítomnosti kyslíku v eutektiku, který je dávkován plynou směsí  $H_2O-H_2-Ar$  v určitém poměru. U inhibiční technologie se nanese vrstva na bázi karbidů a nitridů pomocí inhibitoru, která se vloží do tekutého kovu.

Koroze materiálu se zkouší korozními zkouškami, které se v tomto případě provádí na zkušebních zařízeních, jako jsou korozní smyčka viz obrázek č. 23 a korozní lázeň viz obrázek č. 24. Záleží na podmínkách expozice daného vzorku v těchto zařízeních. [6]



Obrázek č. 23: Korozní smyčka ÚJV Řež pro taveninu olovo/ olovo-bismut [7]

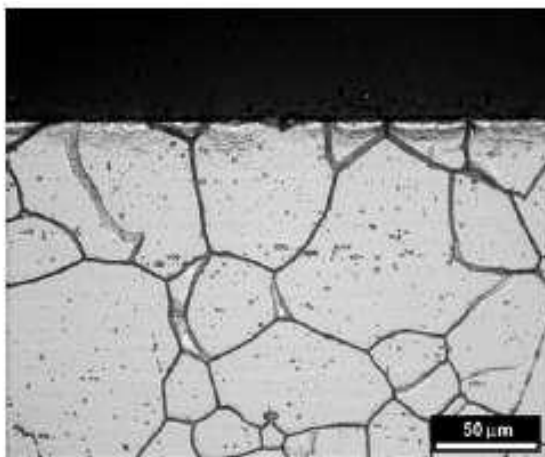


Obrázek č. 24: Koroze v nádrži s eutektikem olovo-bismut [7]

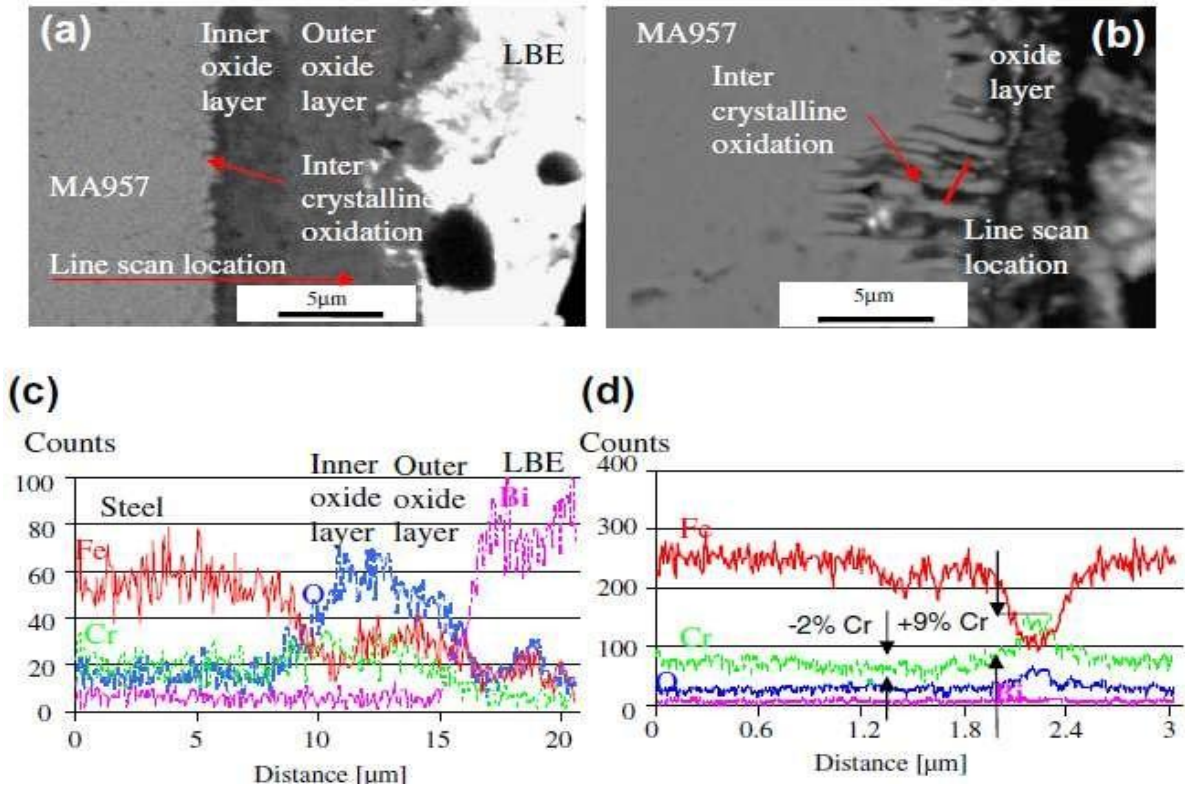
(*Steam injection – vstřikování páry; Steam Exhaust – výstup páry; Pb-Bi circulation – cirkulace Pb-Bi; Steam Bubbles – bubliny páry; Test specimen – testované vzorky; Pb-Bi test tank - Pb-Bi testovací nádrž*)

Kyslíková technologie vlivem přidání kyslíku do eutektika olovo-bismut snižuje korozní napadení materiálu. V případě použití chrom nebo chrom-niklové ODS oceli může větší množství kyslíku způsobit tzv. mezikrystalovou korozi viz obrázek č. 25. Korozní napadení eutektikem olovo-bismut taktéž může být snižováno úpravou povrchu namáhaného materiálu (např. broušením nebo pasivací lze dosáhnout snížení korozního napadení).

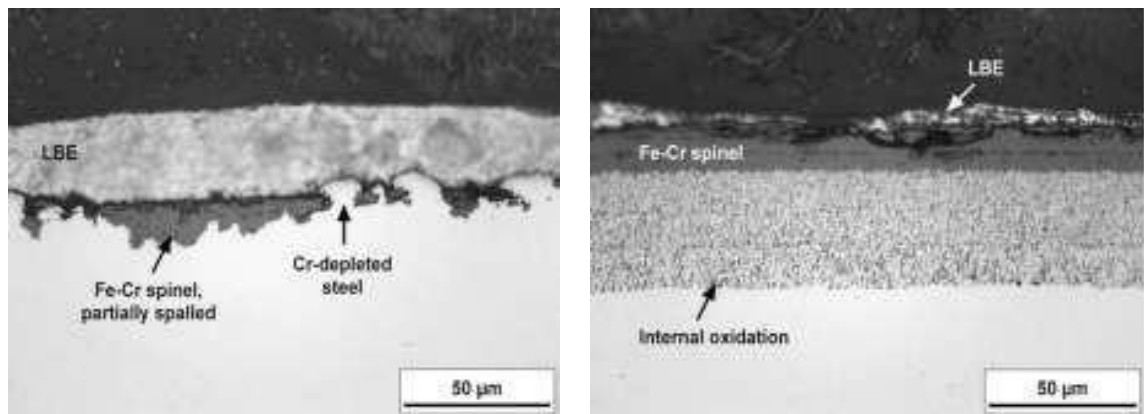
Např. mezikrystalové napadnutí chromové ODS oceli MA 957. Po její expozici 200 hodin v eutektiku olovo-bismut bylo zjištěno zvýšené množství kyslíku a zvýšené množství chromu ve vrstvách. Nicméně po 600 hodinách expozice bylo zjištěno ještě větší množství chromu, ale došlo k ústupu chromu z hranic zrn. Z toho plyne, že při korozních zkouškách dochází k difuzi chromu. Kyslík způsobil ústup chromu z hranic zrn a s přibývajícimi hodinami expozice by došlo k mezikrystalické korozi viz obrázek č. 25, č. 26. a č. 27. [6]



Obrázek č. 25: Mezikrystalová koroze Cr-Ni ocel [7]



Obrázek č. 26: Analýza vrstev po zkoušce v eutektiku olovo-bismut  
 (Inner oxide layer – vnitřní oxidická vrstva; Outer oxide layer – vnější oxidická vrstva;  
 Line scan location – místo snímání; Inter crystalline oxidation – mezikrystalická  
 oxidace; Counts - počet; Steel - ocel; Distance - dráha; LBE (lead bismut eutectic-  
 eutektikum olovo-bismut) [7]



a) 4990 h/550 °C P122

b) 5000 h/550 °C ODS ocel 9Cr

Obrázek č. 27: Vrstva po zkoušce v eutektiku olovo-bismut  
 (Fe-Cr spinel partially spalled – Fe-Cr spinel, částečně odprýsknutý; Cr-depleted steel  
 – ocel ochuzená o Cr; Internal oxidation – mezikrystalová oxidace) [7]

## 6 Světelná (optická) mikroskopie

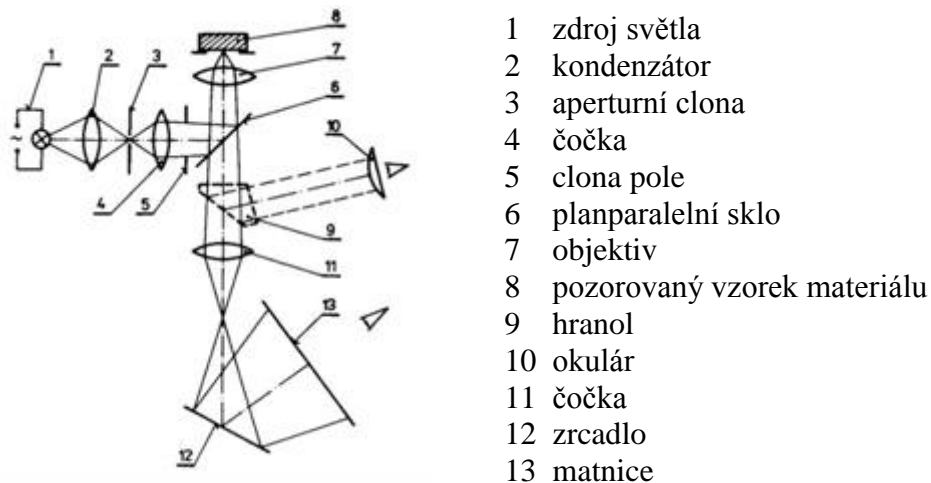
Jedná se o jednoduchou zobrazovací metodu, kterou lze použít téměř ve všech laboratořích (průmyslových, výzkumných, klinických). Využívá se pro zobrazení a zvětšení širokého spektra barevných i nebarevných materiálů. [22]

Je založena na zákonu geometrické optiky (zákon odrazu a lomu, zákon o přímočarém šíření světla a zákon o vzájemné nezávislosti paprsků). [24]

Optický mikroskop umožňuje rozeznat struktury, které nelze vidět pouhým okem. Je tvořen z mechanické, optické a osvětlovací části. Do mechanické části patří podstavec, stojan a stůl s křížovým posunem. Optická část je složena z objektivů a okulárů (monokulár nebo binokulár). [22]

Objektiv a okulár mikroskopu jsou centrované optické soustavy, přičemž vrcholy jejich čoček leží na společné přímce. Osvětlovací část je tvořena clonou, zdrojem světla a kondenzorem viz obrázek č. 28.

Světelné mikroskopy mají většinou objektiv nad vzorkem, ale existují i invertované světelné mikroskopy, které mají objektiv pod vzorkem. Světelný mikroskop nám umožňuje pozorovat obraz vzorku cca 1600x zvětšený a rozlišovat detaily až na úrovni 0,2  $\mu\text{m}$  viz kapitola 12 a 13. V případě použití rozměrově větší čočky se rozlišovací schopnost nezlepší, poněvadž je to omezené vlnovou povahou světla. Používá se viditelná část spektra o vlnové délce 420 - 760 nm. [23]

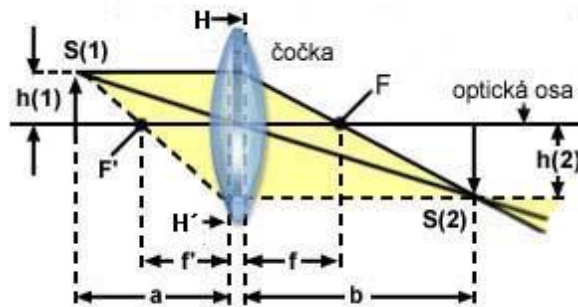


Obrázek č. 28: Schéma světelného mikroskopu (převrácený typ) [16]

### 6.1 Princip světelné (optické) mikroskopie

Za účelem kvalitního zobrazení preparátu je nutné, aby se od něj světlo odráželo. Toto světlo se soustředí na zkoumaný vzorek pomocí kondenzoru a při použití vhodné kombinace čoček lze obraz zaostřit na úroveň oka. Objektiv je tvořen soustavou čoček s krátkou ohniskovou vzdáleností, která vytvoří skutečný, převrácený a zvětšený obraz objektu. Ten se poté promítá mezi ohnisko okuláru a okulár. Obraz je pozorován okulárem zdánlivě zvětšeným => konečný obraz je zdánlivý, zvětšený a převrácený viz obrázek č. 28. [22]

**Příklad zobrazení spojnou čočkou**



Obrázek č. 29: zobrazení spojnou čočkou [17]

F' ohnisko předmětového prostoru

F ohnisko obrazového prostoru

f' ohnisková vzdálenost předmětového prostoru od hlavní roviny

f ohnisková vzdálenost obrazového prostoru od hlavní roviny

a předmětová vzdálenost

b obrazová vzdálenost

h1 výška předmětu

h2 výška obrazu

H, H' hlavní roviny čočky

S1, S2 konjugované body

• **Mezi nejdůležitější charakteristiky světelného mikroskopu patří:** [22]

- 1) Rozlišovací schopnost (a)
- 2) Numerická apertura (NA)
- 3) Zvětšení světelného mikroskopu (Z)

• **Rozlišovací schopnost**

Je vzdálenost dvou bodů, které mikroskop zobrazí jako dva samostatné body. Ta je dána zářením, kterým se objekt osvětlí a taktéž vlastnostmi objektivu. Platí, že nelze zobrazit body bližší než polovina vlnové délky záření ( $\lambda$ ). Taktéž závisí na světelnosti, což znamená, jaké množství světelných paprsků je schopno vstoupit do objektivu.

$$a = \frac{0,61\lambda}{n \cdot \sin(\alpha)} \quad (2)$$

n... index lomu

$\alpha$ ... polovina otvorového úhlu kužele paprsků, které vstupují do objektivu

• **Numerická apertura** [22]

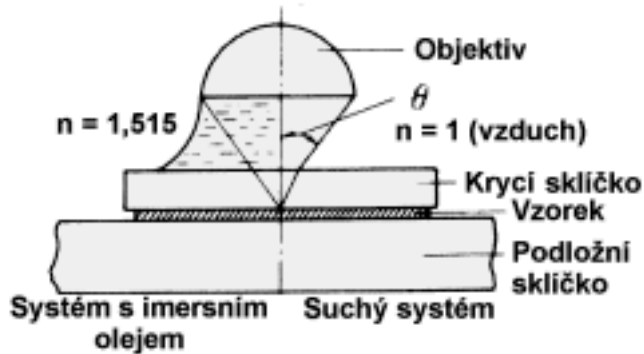
Je schopnost objektivu zachytit co nejširší kužel paprsků, který projde objektem viz obrázek č. 30. Přičemž hodnota numerické apertury je na objektivu uvedena.

$$NA = n \cdot \sin(\alpha) \quad (3)$$

n... index lomu

$\alpha$ ... polovina otvorového úhlu kužele paprsků, které vstupují do objektivu

Užitečné zvětšení mikroskopu lze vypočítat pomocí numerické apertury. Odpovídá tisícinásobné hodnotě apertury. [23], [22]



Obrázek č. 30: Numerická apertura [18]

- **Zvětšení optického mikroskopu** [22]  
Je násobek zvětšení objektivu a okuláru.

$$Z = \frac{d}{f_{\text{obj.}}} \cdot \frac{250}{f_{\text{oku.}}} \quad (4)$$

d... délka tubusu (vzdálenost okuláru a objektivu)

f... ohnisková vzdálenost

250... konvenční zraková vzdálenost lidského oka vyjádřená v mm

## 6.2 Metody optické mikroskopie

Tato mikroskopie je používána již přes 100 let. Přičemž řadu let prochází změnami nejen mikroskop, ale taktéž zkoumané povrchy vzorků. Mikroskop prošel největší změnou v oblasti vícenásobných optických vrstev, které slouží ke snížení nežádoucích odrazů světla na povrchu skel. U zkoumaných povrchů se změnil přístup k přípravě povrchu vzorku pro mikrostrukturální analýzu, která dosahuje povrchové planarity vzorku, v minulosti nedosažitelné. V případě, že se povrchová planarita mezi fázemi složky pohybuje v rozsahu 1  $\mu\text{m}$  lze v celém rozsahu využít interferenčních technik => interferenční mikroskopy (kombinace světelného mikroskopu a interferometru - strojírenství). Optický mikroskop umožňuje pozorovat s několika různými kontrastními metodami jako jsou: [25]

- 1) Světlé pole (BF)
- 2) Tmavé pole (DF)
- 3) Polarizované světlo
- 4) Diferenciální interferenční kontrastní mikroskopie (DIC)

[25]

### 6.2.1 Světlé pole

Základní zobrazovací metoda světelné mikroskopie. Světlo vzorkem prochází nebo se odráží od něj, zatímco nejsou změněny jeho vlastnosti použitím polarizačních



nebo jiných filtrů. Lze takto pozorovat podrobnosti struktury s odlišnými hodnotami odrazivosti s tím, že rozdíly odrazivosti struktur musí dosahovat minimálně 10 %. Podobně to lze uplatnit i u směsi fází, které mají různou hodnotu odrazivosti. [25]

### 6.2.2 Tmavé pole

Využívá se pro průhledné nebarevné preparáty, poněvadž zvyšuje kontrast snímaného objektu. Zobrazovat vzorky v tmavém poli lze zablokováním středového světelného paprsku => vznik dutého kužele světla, který prochází více okolím kuželu než kuželem samotným. Využití nachází v zobrazení hran a obrysů. Nicméně jeho nevýhodou je, že nepodává podrobné informace o vnitřní struktuře vzorku. Lze takto pozorovat jemné nekovové vměstky v oceli. Rozdíl mezi pozorováním ve světlém a tmavém poli je, že ve světlém poli je osvětleno, zatímco u pozorování v tmavém poli je zorné pole tmavé a pouze detail způsobující rozptyl, je osvětlen. Taktéž lze tuto metodu použít pro pozorování trhlinky, staženiny, vměstku, pór, dutiny, které ve světlém poli nelze pozorovat vlivem přezáření. Také se tato metoda uplatňuje při pozorování pochodu při korozi povrchů nebo pro zviditelnění leptových efektů. [25]

### 6.2.3 Polarizované světlo

Je světlo kmitající pouze v jedné rovině. To je způsobeno lineárním polarizačním filtrem světelného mikroskopu. Lze ho využít pro zjištění složení a struktury materiálu. Tuto metodu lze také použít pro určení orientace zrn kovových materiálů či pro zviditelnění směsi fází nebo dokonce pro studii některých povlakových materiálů. [25]

### 6.2.4 Diferenciální interferenční kontrastní mikroskopie (DIC)

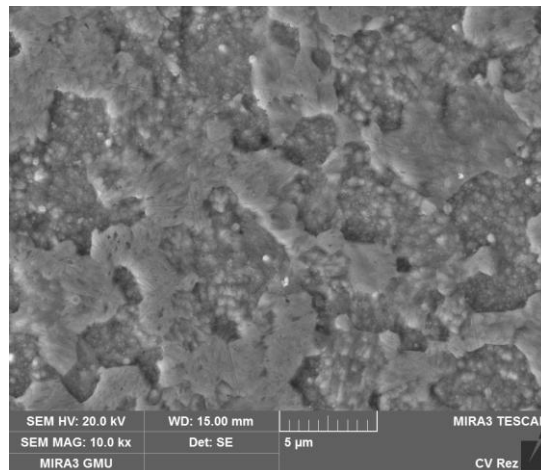
Jedná se o mikroskopii využívající metodu fázového kontrastu, která se používá pro zviditelnění průhledných struktur díky změnám v indexu lomu. Tato mikroskopie využívá gradient změny délky optické dráhy, který poskytne vysoký kontrast a efekt zobrazení ve 3D. Lze ho použít pouze v kombinaci s polarizátorem. [24]

## 7 Elektronová mikroskopie

Jedná se o mikroskopii, která překonává možnosti světelné mikroskopie. Světelné paprsky jsou nahrazeny elektronovými paprsky, nebo-li svazkem urychlených elektronů. Vlnová délka tohoto svazku (cca 6 pm) je výrazně menší než u světelného paprsku (cca 400 - 600 nm) a je závislá na urychlovacím napětí. Elektromagnetické čočky nahrazují skleněné čočky regulující sbíhavost a rozbíhavost světelných paprsků u světelného mikroskopu. Každý elektronový mikroskop má zobrazovací, zdrojovou a ovládací soustavu, která je doplněna vakuovou trubicí. [22], [23]

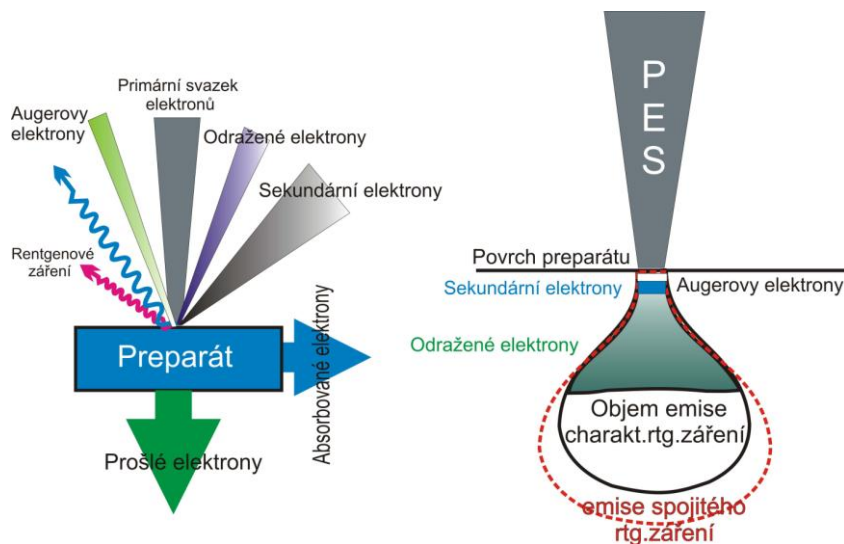
### 7.1 SEM (skenovací = rastrovací = řádkovací elektronová mikroskopie)

Zjednodušeně spočívá v detekci odražených elektronů (odražené nebo sekundární elektrony). Zdroj emituje zrychlený a usměrněný svazek elektronů, který prochází vakuem až do tenkého pozorovaného vzorku. Při dopadu těchto elektronů se pod povrchem preparátů (vzorkem) začnou tyto elektrony chaoticky pohybovat a narážet do atomů vzorku. Díky tomuto chaosu vygenerují další signál (sekundární elektrony, Augerovy elektrony, rentgenové záření) viz obrázek č. 32. Jako příklad použití SEM lze vidět viz obrázek č. 31. [22], [23]



Obrázek č. 31: ODS MA 956 - Příčný řez - SEM - 10000x zvětšený [vlastní zdroj]

Výsledný obraz je vytvořen pomocí sekundárního signálu. Jedná se o signál odražených nebo sekundárních elektronů. Vzhledem k tomu je zobrazení v SEM označováno za nepřímou metodu. [22], [23]



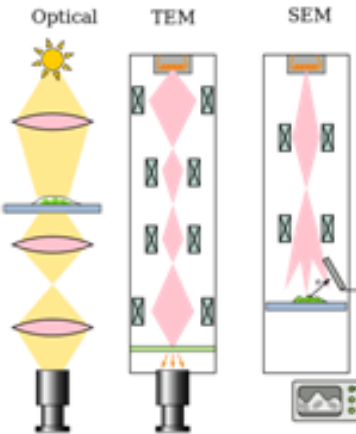
Obrázek č. 32: Interakce elektronů s preparátem [19]

## 7.2 Elektronová mikroanalýza pro stanovení chemického složení

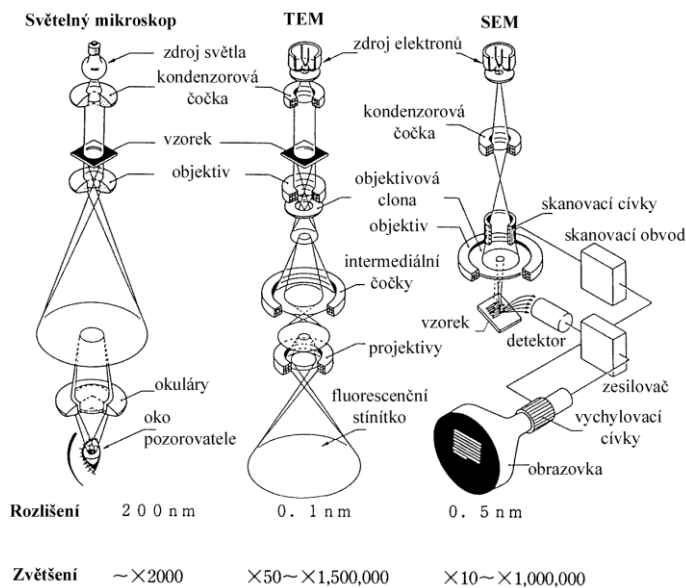
Je laboratorní metoda malých objemů vzorků pevných látek. Spočívá v detekci a měření intenzity RTG záření. Toto záření vzniká při dopadu fokusovaného elektronového svazku na povrch pozorovaného objektu. Chemické složení objemu se stanovuje v řádu  $\mu\text{m}^3$ . Touto metodou lze stanovit chemické prvky od bóru až do uranu. Lehké chemické prvky (např. vodík, lithium) touto metodou stanovit nelze. Používají se **dva typy detektorů**: EDS (energieově disperzní spektrometr) a WDS (vlnově disperzní spektrometr). V praxi se obě metody často kombinují, jelikož samotné použití WDS detektoru je velice zdlouhavé a problematické. WDS detektor má oproti EDS detektoru vyšší rozlišovací schopnost, ale lze analyzovat vždy pouze jeden prvek.[28]

### 7.3 TEM (transmisní = prozařovací elektronová mikroskopie)

Spočívá v prozáření materiálu elektronovým svazkem, kde reálný obraz vzniká na fluorescenčním stínítku. TEM dosahuje vyšší rozlišovací schopnosti oproti SEM a používá se pro detailní charakteristiku mikrostruktury. [22], [23]



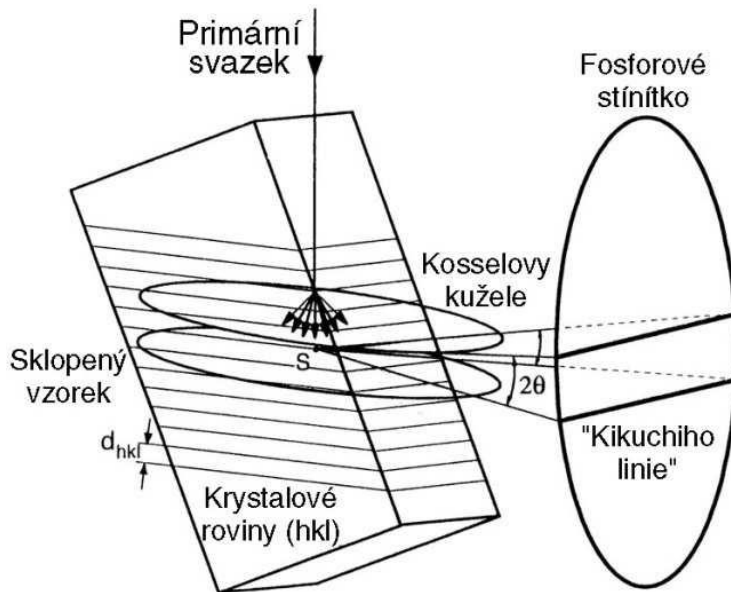
Obrázek č. 33: Porovnání funkce světelného, prozařovacího a skenovacího mikroskopu [20]



Obrázek č. 34: Porovnání jednotlivých částí světelného, prozařovacího a skenovacího mikroskopu [21]

### 7.4 EBSD (difrakce zpětně odražených elektronů)

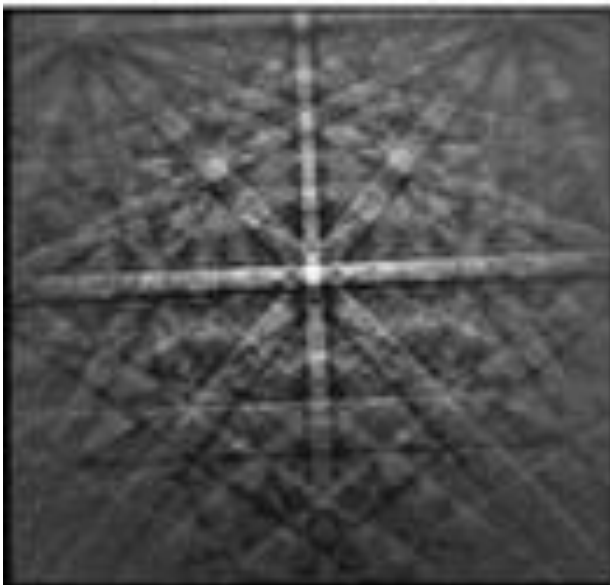
Metoda, při které dochází k interakci dopadajícího elektromagnetického záření (proud elektronů) s povrchem vzorku do hloubky cca 1 μm. Elektrony ve skenovací elektronové mikroskopii vycházejí ze zdroje, zrychlují se a procházejí vychylovací a fokusační optikou. Poté dopadají na povrch preparátu jako primární elektrony. Primární elektrony mohou difraktovat s povrchem vzorku do hloubky cca 1 μm viz obrázek č. 35. [26]



Obrázek č. 35: Principiální schéma difrakce BSE [22]

EBSD metoda se používá především pro určení orientace krystalografických mřížek zrn v krystalických materiálech a pro následné prozkoumání mikrostruktury viz obrázek č. 36. Nezbytností je velmi důkladné vyleštění povrchu zkoumaného vzorku. Zpravidla nestačí jenom mechanické leštění. V řadě případů se musí použít elektrolytické či iontové leštění (viz kapitola 16). [26]

- **Dokáže identifikovat:**
  - 1) Velikost zrna
  - 2) Skluzové roviny
  - 3) Globální a lokální textury
  - 4) Orientaci krystalu



Obrázek č. 36: Záznam difrakce zpětně odražených elektronů (tzv. Kikuchiho pásy) monokrystalu křemíku [23]

## Praktická část

### Cíle bakalářské práce

- 1) Popsat a porovnat 3 typy ODS ocelí na základě metalografických a chemických postupů.
- 2) Určení homogenity struktury ocelí vyrobeny práškovou metalurgií
- 3) Návrh metodiky přípravy metalografických vzorků pro světelnou a elektronovou mikroskopii s využitím EDS a EBSD detektorů.
- 4) Porovnání mechanických vlastností mechanickými zkouškami za vysokých teplot
- 5) Zhodnocení a porovnání výsledků s dostupnými informacemi o testovaných materiálech

### Metodika výzkumu

Vyhodnocení mikrostruktury ODS bylo získáno pomocí metalografických a chemických metod. Jako metalografické metody byly použity - odběr vzorku, preparace (zalisování za tepla), broušení, leštění, leptání, pozorování (světelná a elektronová mikroskopie).

Experimentální část bakalářské práce se zaměřila na stanovení základních charakteristik materiálu, jakými jsou velikost zrna, chemické složení, mikrotvrdost a orientace zrn.

Při metalografickém rozboru byl vyhodnocen průměrný stav materiálu jako u obvyklých fyzikálních měření. U každého vzorku byl proveden dostatečný počet měření a vymezeny chyby statistických výpočtů. Všechny obrázky v praktické části jsou pořízené autorem bakalářské práce.

### Experimentální materiály

1. ODS MA 956 (ODS 18 - 21 hm. % Cr)
2. K49 Fe-9 Cr (ODS 9 hm. % Cr)
3. K48-T2-M3 Fe-14 Cr (ODS 14 hm. % Cr)



Obrázek č. 37: 1 - Příčný řez, 2 - Podélný řez

Tabulka č. 5: Materiálová charakteristika experimentálních ODS ocelí [4], [6]

Materiál	Polotovar	Mikrostruktura	Mikrotvrdost [HV5]	Velikost zrna [ $\mu\text{m}$ ]
ODS MA 956	Tyč	Feritická	360	-
K49 Fe-9 Cr	Trubička	Feriticko martenzitická	-	-
K48-T2-M3 Fe-14 Cr	Trubička	Feritická	-	-

- Velikost zrna a mikrotvrdost není specifikována ve zdrojích [4] a [6].

Tabulka č. 6: Chemické složení hodnocených ODS ocelí metodou EDS. [5]

Materiál	Fe [hm. %]	Cr [hm.%]	Al [hm.%]	W [hm.%]	Ti [hm.%]	Y [hm.%]
ODS MA 956	71,9	21,7	5,77	0	0,31	0,3
K49 Fe-9 Cr	88,1	9	0	2	0,51	0,3
K48-T2-M3 Fe-14 Cr	84,4	14	0	1	0,26	0,3

## 8 Odběr vzorků

Celkově bylo vyhodnocováno 6 vzorků (2 vzorky byly z ODS oceli MA 956 - podélný a příčný řez viz obrázek č. 38 a obrázek č. 39). Odběr vzorku byl proveden na kruhové tyči o průměru 15 mm. Další 4 vzorky se týkaly K48-T2-M3 Fe-14 Cr a K49 Fe-9 Cr oceli vypreparované z trubičkového polotovaru o vnitřním průměru 9,68 mm, vnějším průměru 10,88 mm a výšce 5 mm viz obrázek č. 45. Tyto 4 vzorky byly rozděleny na 2 vzorky (podélný a příčný řez viz obrázek č. 42 a obrázek č. 43) K48-T2-M3 Fe-14 Cr oceli a na 2 vzorky (podélný a příčný řez viz obrázek č. 40 a obrázek č. 41) K49 Fe-9 Cr oceli. Odběr vzorků proběhl na automatické pile Accutom 100 od firmy Struers v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni, viz obrázek č. 44.



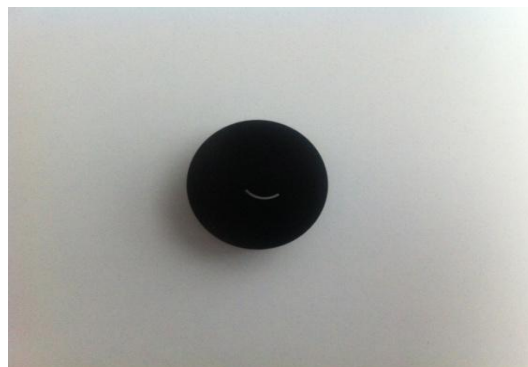
Obrázek č. 38: ODS MA 956 příčný řez



Obrázek č. 39: ODS MA 956 podélný řez



Obrázek č. 40: K49 Fe-9 Cr příčný řez



Obrázek č. 41: K49 Fe-9 Cr podélný řez



Obrázek č. 42: K48-T2-M3 Fe-14 Cr příčný řez



Obrázek č. 43: K48-T2-M3 Fe-14 Cr podélný řez



Obrázek č. 44: Automatická pila Accutom 100 od firmy Struers v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni



Obrázek č. 45: Trubička K49 Fe-9 Cr a trubička K48-T2-M3 Fe-14 Cr

## 9 Preparace

Preparace vzorků proběhla na automatickém lisu CitoPress 10 od firmy Struers viz obrázek č. 46, kde byly vzorky zalisovány za tepla do bakelitové pryskyřice. Tato preparace probíhala u každého vzorku 5 minut. Přičemž během prvních 3 minut došlo k zalisování vzorku při teplotě 180 °C a během dalších 2 minut došlo k jejich zchlazení vodou. Pracovní tlak byl 250 barů. Po 5 minutách byl zalisovaný vzorek vyjmut a jeho hrany byly oříznuty.



Obrázek č. 46: Automatický lis CitoPress 10 od firmy Struers v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni

## 10 Broušení

Po preparaci následovalo broušení, které se provádělo na automatické metalografické brusce a leštičce Tegramin 30 od firmy Struers viz obrázek č. 47. Každý vzorek byl posuzován individuálně. Většinou se začalo brousit na SiC brusných papírech o zrnitosti 800 po dobu cca 15 až 20 vteřin při brusných otáčkách disku 150 ot./min s přítlakem 20 N. Poté byly vzorky vyjmuty a očištěny pod vodou a pak opláchnuty methanolem a následně osušeny fénem. Po osušení byly prozkoumány pod světelným mikroskopem (viz obrázek č. 60) o různých zvětšeních od 2,5 x až do 1600 x. To se provádělo za účelem kontroly stavu povrchu vzorku (snaha o redukci množství rýh). Tento proces následoval po každé výměně brusného papíru. Po SiC brusném papíru o zrnitosti 800 byl použit SiC brusný papír o zrnitosti 1200, na kterém se vzorky brousily po dobu cca 20 až 30 vteřin při brusných otáčkách disku 300 ot./min s přítlakem 30 N. Potom došlo k jeho očištění a následnému prozkoumání pod světelným mikroskopem. Po tomto brusném papíru následoval MD Largo disk pro jemné broušení s diamantovou suspenzí o zrnitosti 9  $\mu\text{m}$ , na kterém se jemně brousilo po dobu cca 30 až 40 vteřin při otáčkách disku 300 ot./min s přítlakem 20 N. Jednalo se o finální krok, který ještě lze použít před leštěním. Taktéž po něm následovalo čištění a zkoumání pod světelným mikroskopem. Mimo SiC brusných papírů byly použity i brusné disky Piano o stejné velikosti, ale jiného typu. Nicméně tato změna většinou nebyla pozitivní a docházelo k jiným nově vzniklým rýhám na povrchu vzorku. Z toho je možné vyvodit závěr, že je lepší brousit stejným brusným papírem co se týká typu.





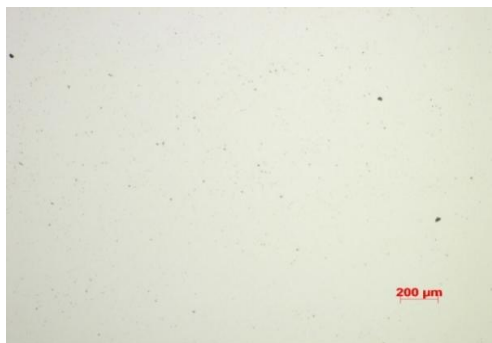
Obrázek č. 47: Automatická metalografická bruska a leštička Tegramin 30 od firmy Struers v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni

## 11 Leštění

Po důsledném vybroušení povrchu vzorků se pro jejich další zkvalitnění čistoty povrchu použilo leštění na automatické metalografické brusce a leštičce Tegramin 30 od firmy Struers. Nejdříve se leštilo na leštícím disku MD Nap za pomoci leštící diamantové suspenze Nap Dia Pro 3  $\mu\text{m}$  na vodné bázi po dobu 2 minut při rychlosti otáčení disku 300 ot./min. s přitlakem 15 N. Poté se vzorky očistily pod vodou, opláchly methanolem a usušily fénem. Následně byly prozkoumány pod světelným mikroskopem, kde se na základě těchto snímků rozhodlo, zda se krok bude opakovat. Následujícím krokem bylo leštění na leštícím disku MD Nap s vodnou diamantovou leštící suspenzí Nap B1 Dia Pro o zrnitosti 1  $\mu\text{m}$  po dobu 3 minut. To opět proběhlo při nastavených parametrech, tedy při rychlosti otáčení disku 300 ot./min. s přitlakem 15 N. Po očištění vzorků se došlo k závěru, že vzorky jsou vhodné pro další operaci, tedy pro naleptání.

## 12 Leptání

Před pozorováním pod světelným mikroskopem bylo nutností vzorky naleptat za účelem zvýraznění materiálové mikrostruktury. Vzorky ODS MA 956 (příčný a podélný řez) byly nejprve naleptány v leptadle Villela-Bain po dobu 5 minut. Poté očištěny vodou, opláchnuty methanolem a osušeny fénem. Pod světelným mikroskopem vzorky vypadaly téměř netknuté, proto se zvolilo jiné leptadlo 40 ml  $\text{HNO}_3$  a 15 ml  $\text{HBr}$ , ve kterém se vzorky naleptávaly taktéž 5 minut. Bohužel ani v tomto případě nedošlo k jejich dostatečnému naleptání. Po těchto zkušenostech se zkusil naleptávající roztok 5 ml  $\text{HNO}_3$  + 10 ml  $\text{HCl}$  + 85 ml ethanolu. Zde už k naleptání ODS MA 956 (podélný a příčný řez) a K49 Fe-9 Cr (podélný a příčný řez) došlo, nicméně až po době 10 minut v naleptávajícím roztoku. Pod světelným mikroskopem se prokázalo, že naleptání vzorku K49 Fe-9 Cr (podélný řez a příčný řez) není dostačující. Z tohoto důvodu se pro tuto ODS ocel použilo elektrolytické leptání při napětí 0,5 V ve stejném leptadle 5 ml  $\text{HNO}_3$  + 10 ml  $\text{HCl}$  + 85 ml ethanolu po dobu 20 vteřin. Vzorky K48-T2-M3 Fe-14 Cr (podélný řez a příčný řez) byly taktéž naleptány elektrolyticky, ale po prozkoumání pod světelným mikroskopem se zjistilo, že naleptání není dostačující. Proto se zvolilo leptadlo 5 g  $\text{CuCl}_2$  + 100 ml  $\text{HCl}$  + 100 ml ethanolu, ve kterém byly vzorky K48-T2-M3 Fe-14 Cr ponořeny po dobu 70 vteřin. Výsledný naleptaný povrch lze vidět na obrázku č. 56 a č. 57.



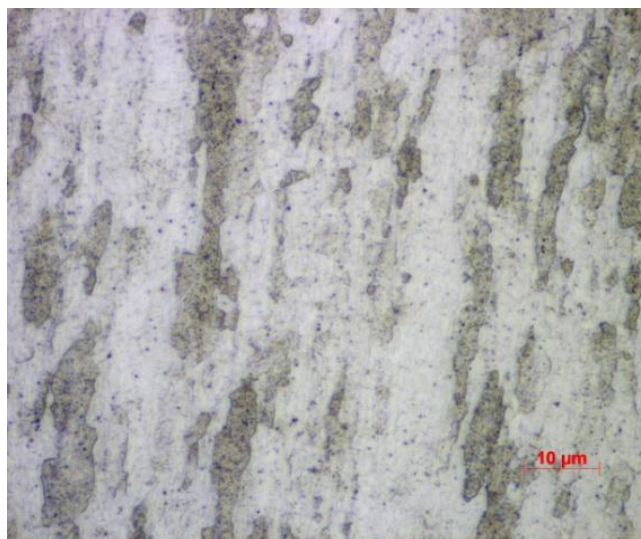
Obrázek č. 48:

Obrázek č. 48: ODS MA 956 (podélný řez - zvětšení 50 x) po leptání ve Villela-Bain po dobu 5 minut

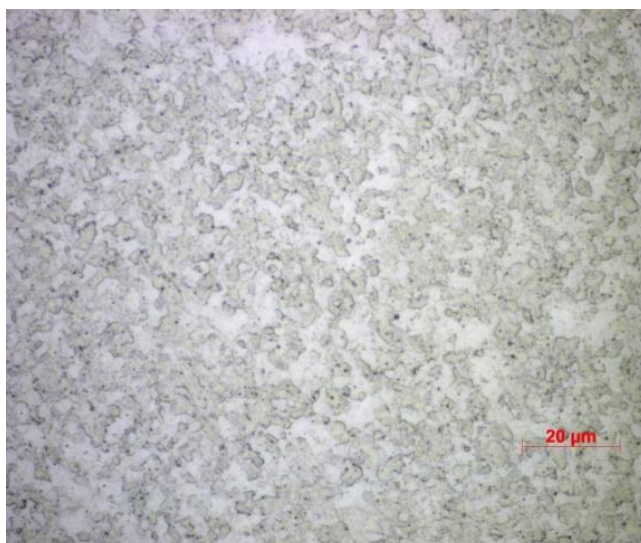


Obrázek č. 49:

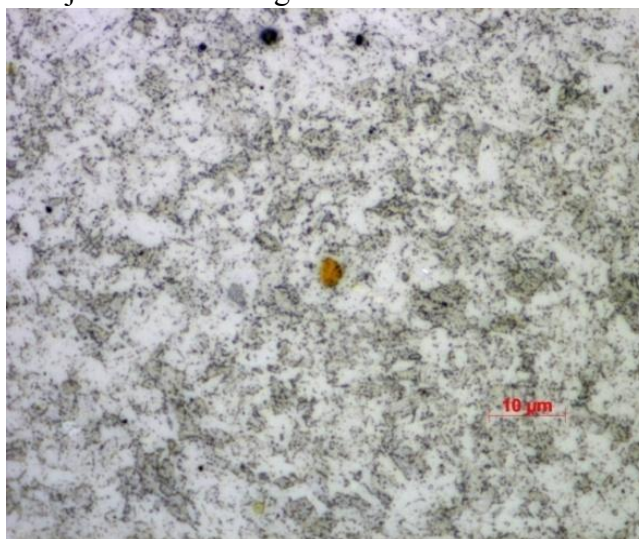
Obrázek č. 49: ODS MA 956 (příčný řez - zvětšení 50 x) po leptání ve Villela-Bain po dobu 5 minut



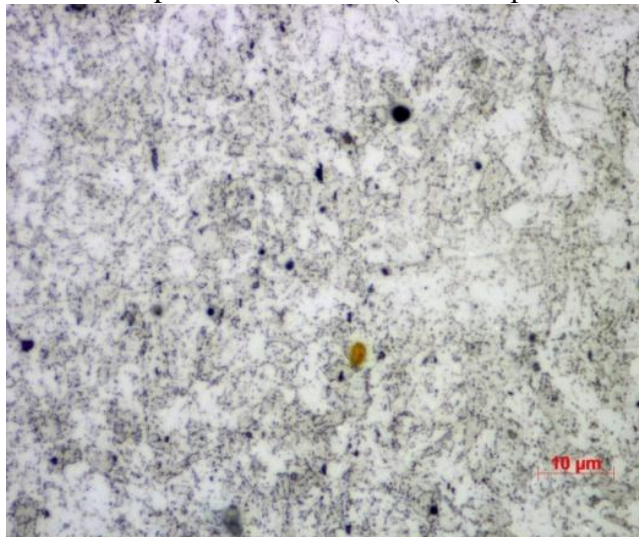
Obrázek č. 50: ODS MA 956 (podélný řez - zvětšení 1000 x) po leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut



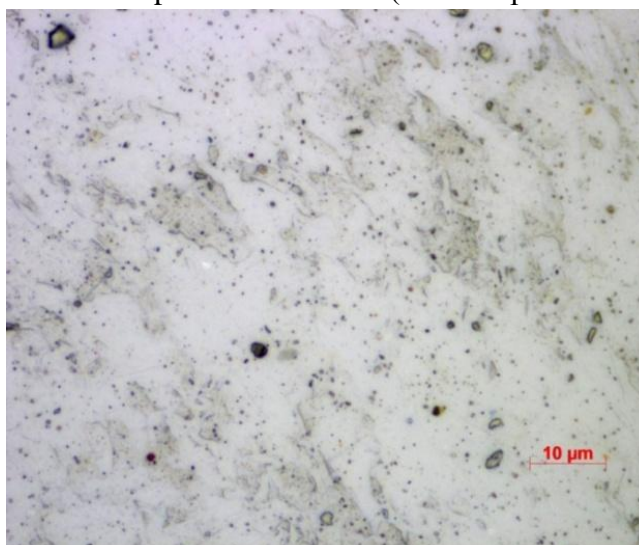
Obrázek č. 51: ODS MA 956 (příčný řez - zvětšení 1000 x) po leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut



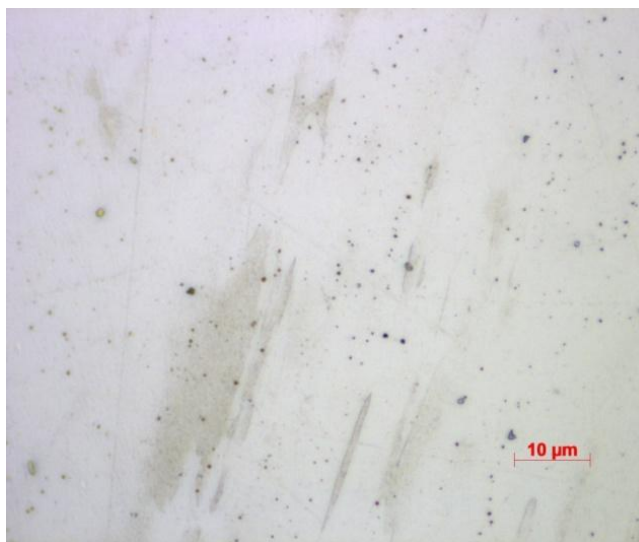
Obrázek č. 52: K49 Fe-9 Cr (podélný řez - zvětšení 1000 x) po leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut (ukázka špatného naleptání!)



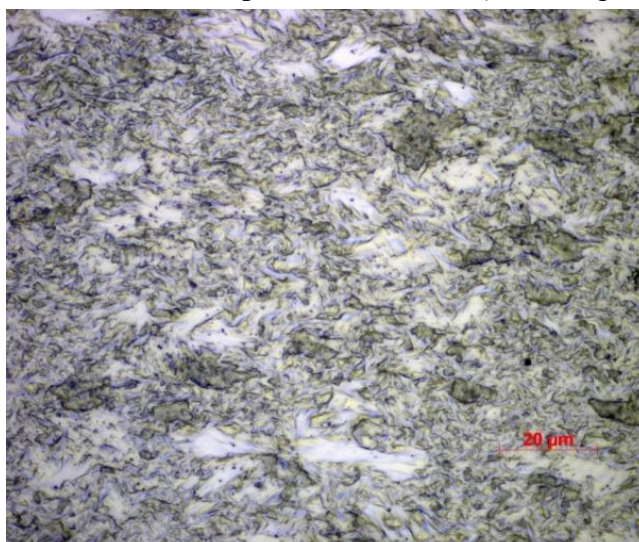
Obrázek č. 53: K49 Fe-9 Cr (příčný řez - zvětšení 1000 x) po leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut (ukázka špatného naleptání!)



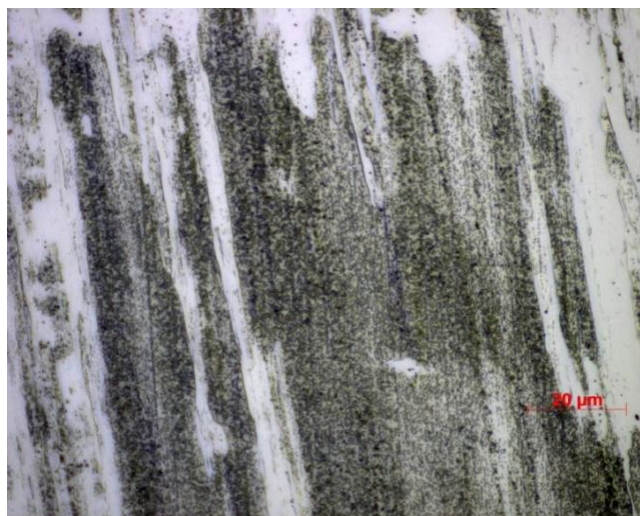
Obrázek č. 54: K48-T2-M3 Fe-14 Cr (podélný řez - zvětšení 1000 x) po leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut (ukázka špatného naleptání!)



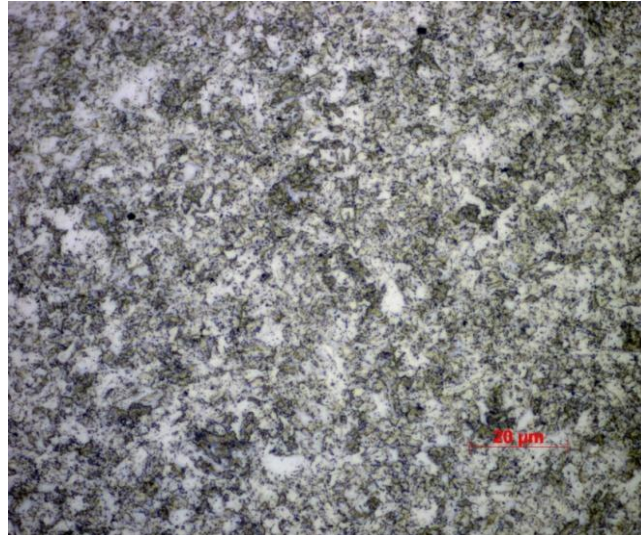
Obrázek č. 55: K48-T2-M3 Fe-14 Cr (příčný řez - zvětšení 1000 x) po leptání v 5 ml  $\text{HNO}_3$  + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut (ukázka špatného naleptání!)



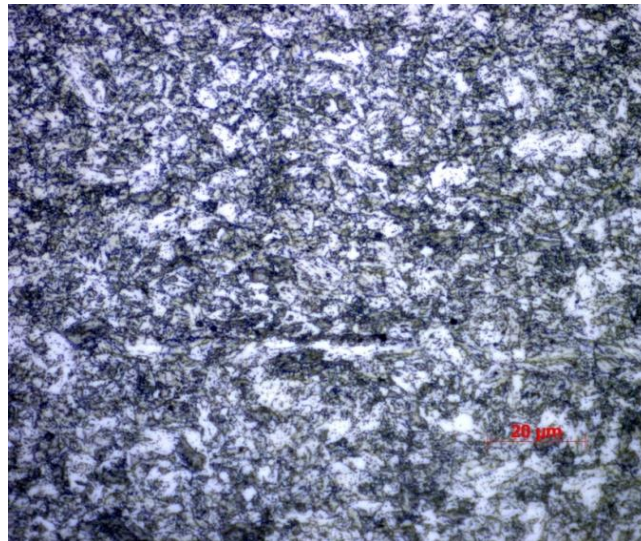
Obrázek č. 56: K48-T2-M3 Fe-14 Cr (podélný řez - zvětšení 1000 x) po elektrolytickém leptání v 5 g  $\text{CuCl}_2$  + 100 ml HCl + 100 ml ethanolu po dobu 70 vteřin



Obrázek č. 57: K48-T2-M3 Fe-14 Cr (příčný řez - zvětšení 1000 x) po elektrolytickém leptání v 5 g  $\text{CuCl}_2$  + 100 ml HCl + 100 ml ethanolu po dobu 70 vteřin



Obrázek č. 58: K49 Fe-9 Cr (podélný řez - zvětšení 1000 x) po elektrolytickém leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 20 vteřin



Obrázek č. 59: K49 Fe-9 Cr (příčný řez - zvětšení 1000 x) po elektrolytickém leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 20 vteřin

Po naleptání bylo možné pozorovat mikrostrukturu ODS ocelí pod světelným mikroskopem. V této kapitole lze vidět i ukázky špatně naleptaných mikrostruktur viz obrázek č. 52 - 55. Dále jsou zde ukázky feritické (viz obrázky č. 50, č. 51, č. 56 a č. 57) a feriticko-martenzitické mikrostruktury ODS ocelí (viz obrázek č. 58 a č. 59). Na obrázcích č. 50 a č. 57 lze vidět protažená zrna, která jsou s největší pravděpodobností způsobena výrobou či tvářením. U ODS oceli K49 Fe-9 Cr se v příčném a v podélném řezu mikrostruktura téměř nezměnila. Pro zviditelnění mikrostruktury bylo použito elektrolytické leptání v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 20 vteřin (K49 Fe-9 Cr) a elektrolytické leptání v 5g CuCl<sub>2</sub> + 100 ml HCl + 100 ml ethanolu po dobu 70 vteřin (K48-T2-M3 Fe-14 Cr). ODS MA 956 byla leptána (neelektrolyticky) v 5 ml HNO<sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 10 minut.

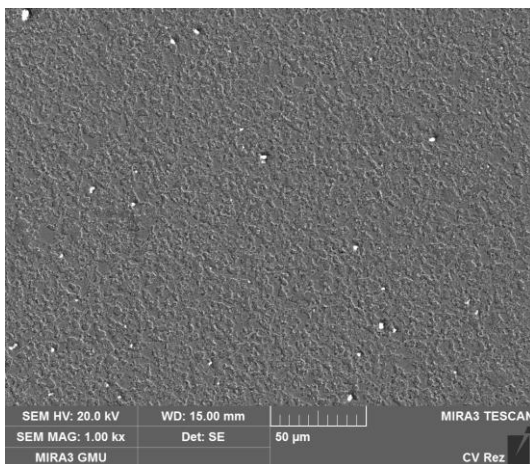
## 13 Topografická analýza

Probíhalo za pomoci světelného mikroskopu Axio Observer Z1M od firmy ZEISS viz obrázek č. 60, který umožňuje zvětšení až 1600 x. Při pozorování těchto ocelí se použila všechna možná zvětšení a na základě hloubky ostrosti a rozlišení se usoudilo, že bude nejlepší, když se tyto oceli budou zkoumat při zvětšení 1000 x. Obrazová analýza byla Axio Vision.

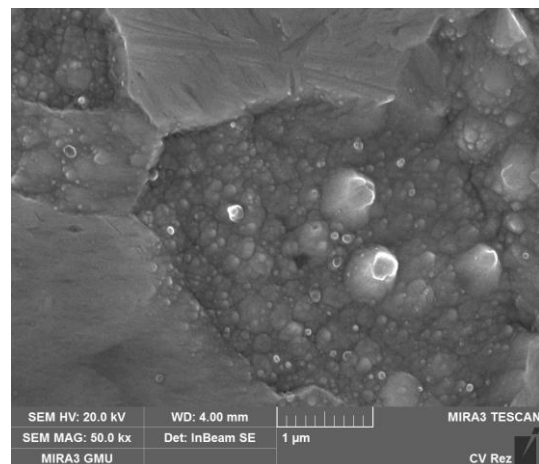


Obrázek č. 60: Světelný mikroskop od firmy ZEISS v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni

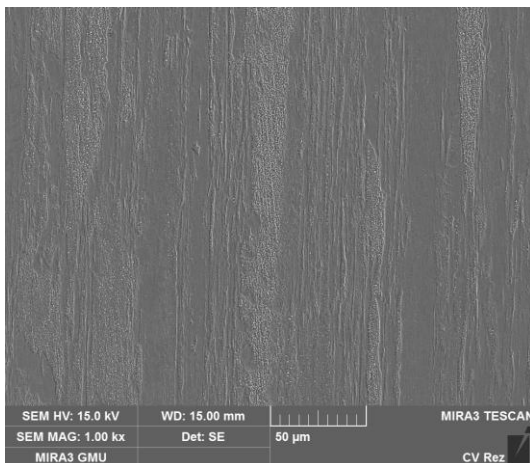
- a) Snímky ze světelného mikroskopu viz obrázky v kapitole 12
- b) Snímky ze skenovacího elektronového mikroskopu



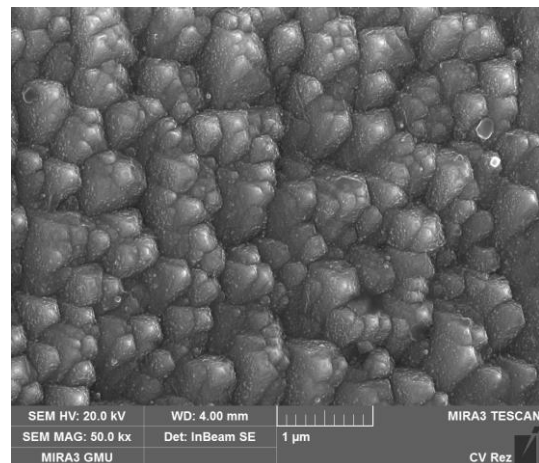
Obrázek č. 61: ODS MA 956 příčný řez (1000x)



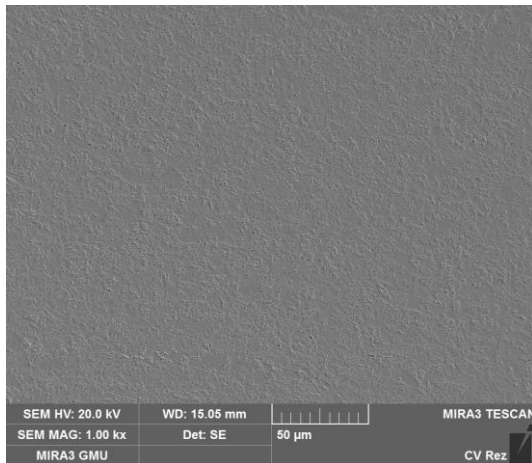
Obrázek č. 62: ODS MA 956 příčný řez (50000x)



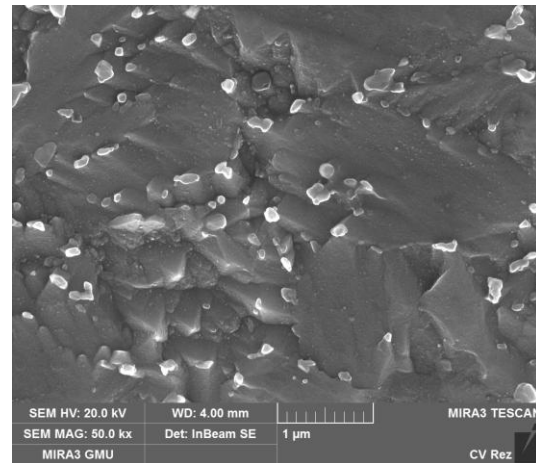
Obrázek č. 63: K48-T2-M3 Fe-14 Cr příčný řez (1000x)



Obrázek č. 64: K48-T2-M3 Fe-14 Cr příčný řez (50000x)



Obrázek č. 65: K49 Fe-9 Cr příčný řez (1000x)



Obrázek č. 66: K49 Fe-9 Cr příčný řez (50000x)

Pomocí SEM lze detailněji prozkoumat daný materiál viz obrázek č. 62, č. 64 a č. 66. Jedná se o snímky při zvětšení 50000x, což u světelné mikroskopie nelze dosáhnout viz kapitola 12. Na obrázku č. 62 lze vidět feritickou mikrostrukturu typickou pro ODS MA 956. Na tomto snímku bylo ještě zjištěno rovnoměrné rozložení karbidů titanu v mikrostrukturu. [6] Obrázek č. 64. popisuje feritickou mikrostrukturu ODS oceli K48-T2-M3 Fe-14 Cr. Pro ODS ocel K49 Fe-9 Cr je typická feriticko-martenzitická mikrostruktura (deskovitý martenzit vytvořený např. popouštěním) viz obrázek č. 66. V žádném z těchto snímků nebyly nalezeny vměstky, které se v těchto ocelích nevyskytují z důvodu jejich výroby. Na některých snímcích jsou viditelné póry viz kapitola 12. [6], [30]

### 13.1 Velikost zrn zkoumané průsečíkovou metodou (dle ČSN EN ISO 643)

Při určování velikosti zrn je nutno zajistit dostatečně naleptaný povrch zkoumaného vzorku. Velikost zrn byla určována pomocí průsečíkové metody za použití obrazové analýzy v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni. V rámci této metody se vypočítaly přibližné velikosti zrn jednotlivých mikrostruktur ODS ocelí. Celkem proběhla 3 měření na každém vzorku => k dispozici bylo 18 měření viz tabulka. Při každém měření byla průsečíková metoda použita vždy ve 4 směrech pootočená o 45° viz obrázek č. 67. Velikost zrn se počítala přes vzorce (5) a (6).

#### ČSN EN ISO 643 (velikost zrn zkoumané průsečíkovou metodou)

Tato mezinárodní norma popisuje mikrofotografickou metodu pro určení velikosti feritických nebo austenitických zrn v ocelích. Specifikuje metody pro zviditelnění hranic zrn a určení průměrné velikosti zrna u vzorků se shodnou distribucí velikosti. I když jsou zrna 3D tvaru, může rovina metalografického výbrusu protnout zrno v jakémkoliv místě počínaje rohem zrna až k maximálnímu průměru zrna a takto vytvořit řadu velikostí zrn ve 2D rovině. U vzorků s dokonale shodnou velikostí zrn to tak lze také udělat. [27]

1) ODS MA 956 (podélný řez)

Měření	Průměrný počet průsečíků [-]	Velikost zrn [μm]	Průměrná velikost zrn [μm]
1. Měření	14,125	3,53	<b>3,71 ± 0,14</b>
2. Měření	12,875	3,88	
3. Měření	13,375	3,73	

2) ODS MA 956 (příčný řez)

Měření	Průměrný počet průsečíků [-]	Velikost zrn [μm]	Průměrná velikost zrn [μm]
1. Měření	18,375	2,72	<b>2,70 ± 0,09</b>
2. Měření	19,375	2,58	
3. Měření	17,75	2,81	

3) K49 Fe-9 Cr (podélný řez)

Měření	Průměrný počet průsečíků [-]	Velikost zrn [μm]	Průměrná velikost zrn [μm]
1. Měření	51	0,98	<b>1,02 ± 0,04</b>
2. Měření	46,75	1,07	
3. Měření	49	1,02	

4) K49 Fe-9 Cr (příčný řez)

Měření	Průměrný počet průsečíků [-]	Velikost zrn [μm]	Průměrná velikost zrn [μm]
1. Měření	46,75	1,06	<b>1,05 ± 0,02</b>
2. Měření	49,25	1,02	
3. Měření	46,25	1,08	

5) K48-T2-M3 Fe-14 Cr (podélný řez)

Měření	Průměrný počet průsečíků [-]	Velikost zrn [μm]	Průměrná velikost zrn [μm]
1. Měření	29,125	1,72	<b>1,52 ± 0,14</b>
2. Měření	33,625	1,48	
3. Měření	36,125	1,38	

6) K48-T2-M3 Fe-14 Cr (příčný řez)

Měření	Průměrný počet průsečíků [-]	Velikost zrn [μm]	Průměrná velikost zrn [μm]
1. Měření	6,875	7,27	<b>7,56 ± 2,28</b>
2. Měření	10,125	4,93	
3. Měření	4,75	10,50	

**Použité vzorce:**

$$\text{Průměrný počet průsečíků} = \frac{\text{počet průsečíků protnutý 4 přímkami}}{\text{počet protínajících přímek (4)}} \quad (5)$$



$$\text{Průměrná velikost zrn} = \frac{\text{Průměr měřícího terče}}{\text{Průměrný počet průsečíků}} \quad (6)$$

Poloměr měřícího terče byl 50  $\mu\text{m}$ .

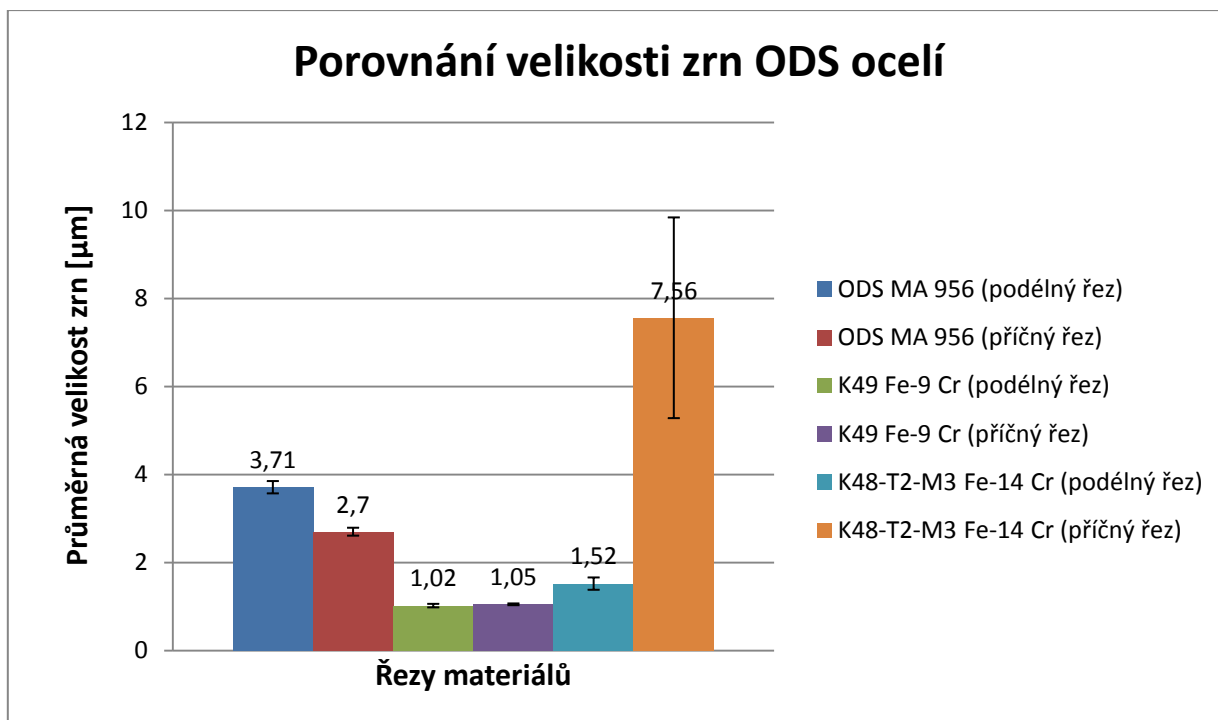
Všechna měření probíhala na světelném mikroskopu se zvětšením 1000 x.



Obrázek č. 67: K49 Fe-9 Cr s výpočtovým terčem o poloměru 50  $\mu\text{m}$  a 4 směry měření (podélný řez - zvětšení 1000 x) po elektrolytickém leptání v 5 ml  $\text{HNO}_3$  + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu po dobu 20 vteřin

Tabulka č. 7: Výsledné zhodnocení velikosti zrn

Materiál	Řez	Průměrná velikost zrn [ $\mu\text{m}$ ]	Průměrná velikost zrna se směrodatnou odchylkou průměru [ $\mu\text{m}$ ]
ODS MA 956	Podélný	3,71	<b>3,71 ± 0,14</b>
	Příčný	2,70	<b>2,70 ± 0,09</b>
K49 Fe-9 Cr	Podélný	1,02	<b>1,02 ± 0,04</b>
	Příčný	1,05	<b>1,05 ± 0,02</b>
K48-T2-M3 Fe-14 Cr	Podélný	1,52	<b>1,52 ± 0,14</b>
	Příčný	7,56	<b>7,56 ± 2,28</b>



Odlišná velikost zrn v řezech ODS ocelí je s největší pravděpodobností způsobena výrobou. Z tabulky č. 7 lze vidět, že velikost zrn je téměř stejná v příčném a podélném řezu u K49 Fe-9 Cr. ODS MA 956 má v podélném řezu velikost zrn větší než v příčném (rozdíl 1 μm). U ODS oceli K48-T2-M3 Fe-14 Cr byl zaznamenán největší rozdíl velikosti zrn. V příčném řezu je velikost zrn 7,56 μm a v podélném řezu je 1,52 μm. Dosažené výsledky nelze srovnat s tabulkou č. 5.

## 14 Mikrotvrdost dle Vickerse (dle ČSN EN ISO 6507)

Mikrotvrdost dle Vickerse byla změřena pro určení homogenity ODS ocelí a pro ověření hodnot viz tabulka č. 5. Před začátkem měření byl mikrotvrdoměr ověřena správnost měření na tvrdoměrné destičce 371 HV 1, neboť tvrdoměrná destička 371 HV 0,5 nebyla k dispozici. Naměřená mikrotvrdost na tvrdoměrné destičce byla 373 HV 1, což vyhovuje dle ČSN EN ISO 6507. Proběhlo 6 měření na vzorku ODS MA 956 (podélný řez) z důvodu velikosti tohoto vzorku (3 měření byla na střed vzorku a 3 měření na kraj vzorku viz obrázek č. 68) se zatížením HV 0,5. Na ODS MA 956 (příčný řez) proběhlo 5 měření se zatížením HV 0,5 nezávisle na poloze (neřešil se střed či kraje). Dalších 9 měření se zatížením HV 0,5 proběhlo na vzorku K48-T2-M3 Fe 14 Cr (první 3 měření byla provedena bez pootočení, další 3 měření byla provedena s pootočením 90° a další 3 měření provedena s dalším pootočením 90°). Jedná se o stav před rozřezáním na pile, kde byl prstýnek o rozměrech - vnější průměr 10,88 mm, vnitřní průměr 9,68 mm a výška 5 mm. Nakonec proběhlo 6 měření se zatížením HV 0,5 na vzorku K49 Fe-9 Cr (první 3 měření byla provedena bez pootočení, další 3 měření byla provedena s pootočením 90°). Stejně jako u předchozího vzorku se jedná o stav před rozřezáním na pile, kde byl prstýnek o rozměrech - vnější průměr 10,88 mm, vnitřní průměr 9,68 mm a výška 5 mm. Všechna měření byla vyhodnocována při zvětšení 600 x.

1) ODS MA 956 (podélný řez)

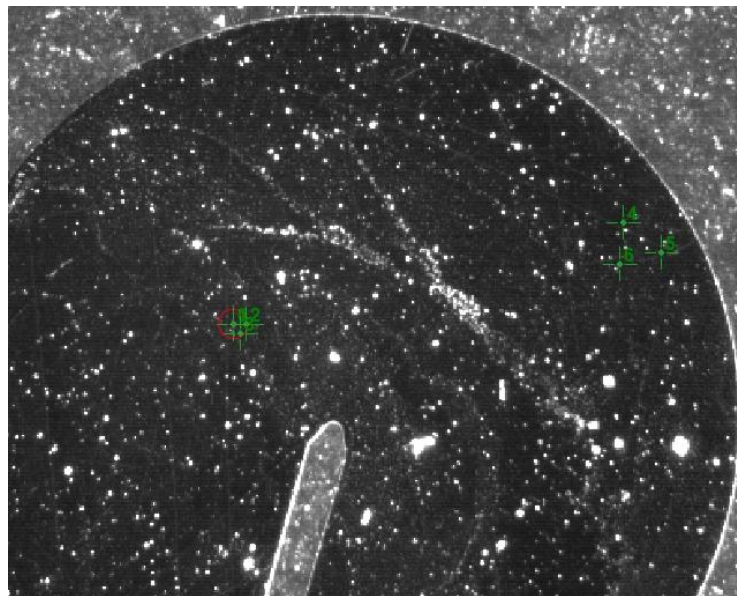
a) Střed

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	334	336 ± 2
2. Měření	338	
3. Měření	336	

b) Kraj

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	337	333 ± 3
2. Měření	331	
3. Měření	331	

**Průměrná mikrotvrdotost podélného řezu = 335 ± 3**



Obrázek č. 68: ODS MA 956 podélný řez

2) ODS MA 956 (příčný řez)

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	376	377 ± 3
2. Měření	374	
3. Měření	377	
4. Měření	382	
5. Měření	377	

**Průměrná mikrotvrdotost příčného řezu = 377 ± 3**

**3) K49 Fe-9 Cr (podélný řez - prstýnek)**

a) základní poloha

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	342	347 ± 6
2. Měření	344	
3. Měření	356	

b) pootočení o 90°

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	353	353 ± 2
2. Měření	356	
3. Měření	351	

**Průměrná mikrotvrdotost podélný řez - prstýnek = 350 ± 4**

**4) K49 Fe-9 Cr (příčný řez - prstýnek)**

a) základní poloha

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	346	345 ± 3
2. Měření	347	
3. Měření	341	

**Průměrná mikrotvrdotost příčný řez - prstýnek = 345 ± 3**

**5) K48-T2-M3 Fe-14 Cr (podélný řez - prstýnek)**

a) základní poloha

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	367	368 ± 3
2. Měření	372	
3. Měření	366	

b) pootočení o 90°

Měření	Mikrotvrdotost [HV]	Průměrná mikrotvrdotost [HV]
1. Měření	355	353 ± 2
2. Měření	353	
3. Měření	351	

c) pootočení o dalších 90°

Měření	Mikrotvrdot [HV]	Průměrná mikrotvrdot [HV]
1. Měření	366	363 ± 6
2. Měření	368	
3. Měření	355	

**Průměrná mikrotvrdot podélný řez - prstýnek = 361 ± 4**

**6) K48-T2-M3 Fe-14 Cr (příčný řez - prstýnek)**

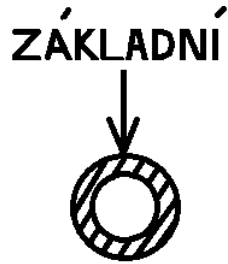
a) základní poloha

Měření	Mikrotvrdot [HV]	Průměrná mikrotvrdot [HV]
1. Měření	375	375 ± 3
2. Měření	371	
3. Měření	379	

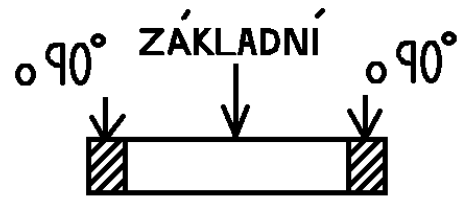
**Průměrná mikrotvrdot příčný řez - prstýnek = 375 ± 3**

Tabulka č. 8: Výsledné zhodnocení mikrotvrdoti dle Vickerse

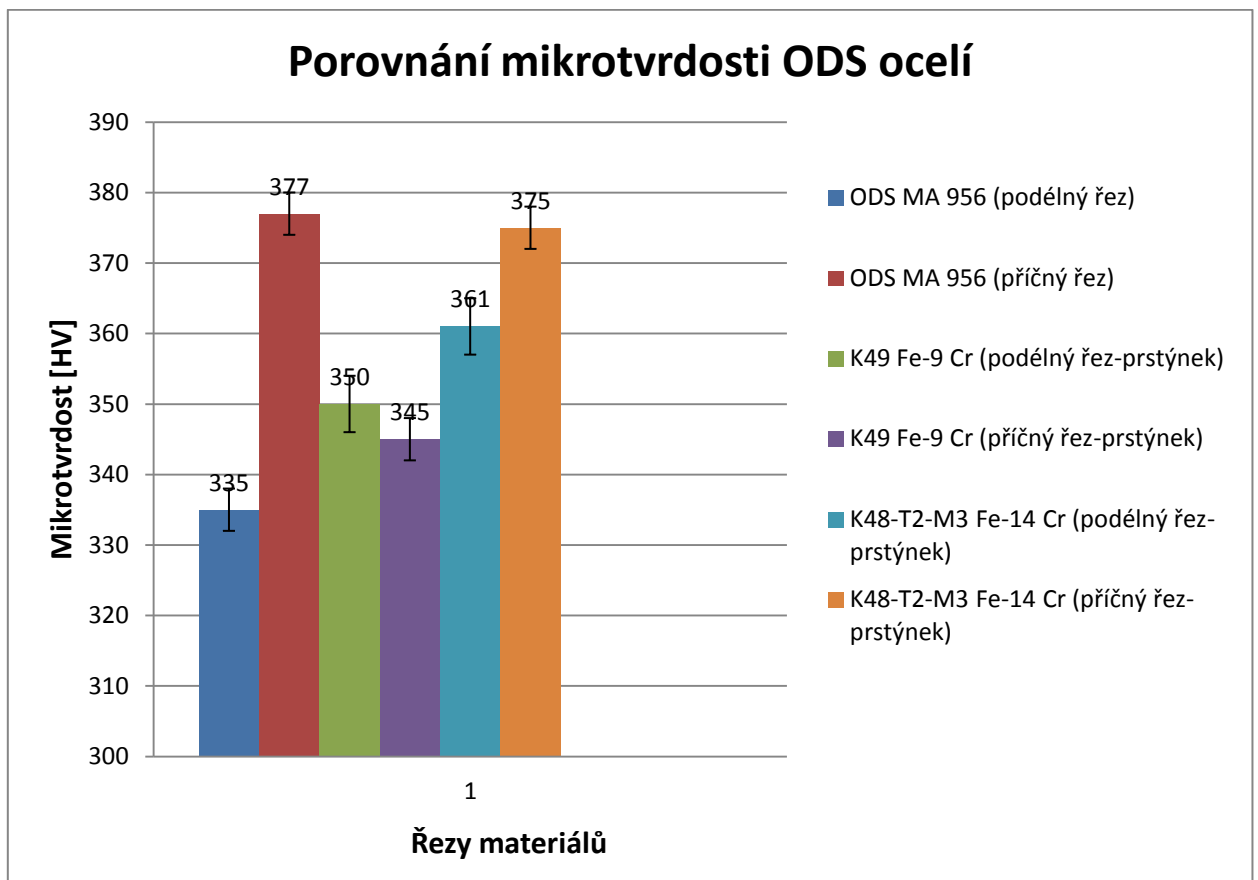
Materiál	Řez		Poloha	Průměrná mikrotvrdot [HV]	Průměrná mikrotvrdot se směrodatnou odchylkou průměru [HV]	
ODS MA 956	Podélný		Střed	336	336 ± 2	<b>335±3</b>
			Kraj	333	333 ± 3	
	Příčný		Základní	377	<b>377 ± 3</b>	
K49 Fe-9 Cr	Podélný	Prstýnek	Základní	347	347 ± 6	<b>350± 4</b>
			Pootočení o 90°	353	353 ± 2	
	Příčný	Prstýnek	Základní	345	<b>345 ± 3</b>	
K48-T2-M3 Fe-14 Cr	Podélný	Prstýnek	Základní	368	368 ± 3	<b>361±4</b>
			Pootočení o 90°	353	353 ± 2	
			Pootočení o dalších 90°	363	363 ± 6	
	Příčný	Prstýnek	Základní	375	<b>375 ± 3</b>	



Obrázek č. 69: Podélný řez prstýnek



Obrázek č. 70: Příčný řez prstýnek



Mikrotvrdosti dle Vickerse při zatížení HV 0,5 byly zjištěny v příčném a v podélném řezu ODS ocelí. Hodnoty mikrotvrdosti v příčném a podélném řezu jsou uvedeny v tabulce č. 8. Rozdíly mezi nimi jsou způsobené změnou řezu, chemickým složením a výrobou těchto ocelí. Průměrné hodnoty mikrotvrdosti se pohybují v rozmezí 335 HV 0,5 až 377 HV 0,5. Mikrotvrdost u ODS MA 956 v podélném řezu má 377 HV, což je největší pravděpodobností způsobeno hliníkem, který tato ocel obsahuje. Hliník vytvoří na povrchu tvrdou vrstvu  $Al_2O_3$  (korund). [6] U zbylých ODS ocelí zřejmě rozhodovalo procentuální množství wolframu, které tvoří karbidy a mají vliv na růst mikrotvrdosti. [31]

## 15 Chemické složení

Chemické složení ODS ocelí bylo zanalyzováno pomocí EDS (energieově disperzní spektrometr) ve skenovacím elektronovém mikroskopu v Centru výzkumu Řež s.r.o. Plzeň (viz obrázek č. 71).

Parametry měření: urychlovací napětí 20 keV, intenzita proudu elektronů 16, doba náběru 40 sekund, zvětšení 1000 x, oblast (kraj, střed).

Za účelem ověření a zjištění chemického složení ODS ocelí bylo provedeno celkem 18 měření. Z toho plyne, že každý vzorek byl měřen 3 x pro zajištění určité přesnosti měření.

Procentuální množství uhlíku nebylo stanoveno, neboť by naměřené hodnoty neodpovídaly skutečnosti. EDS by započítalo do procentuálního množství uhlíku v oceli taktéž i uhlík obsažený v komoře SEM (kontaminace uhlíkem). Dalším faktorem ovlivňující měření procentuálního množství uhlíku v oceli je polymerní okénko, které odděluje prostor mezi komorou SEM a detektorem. Pro stanovení procentuálního množství uhlíku EDS detektorem by musel být zkalibrován.



Obrázek č. 71: Skenovací elektronový mikroskop se zabudovaným energieově disperzním spektrometrem v Centru výzkumu Řež s.r.o. Plzeň

### 1) ODS MA 956

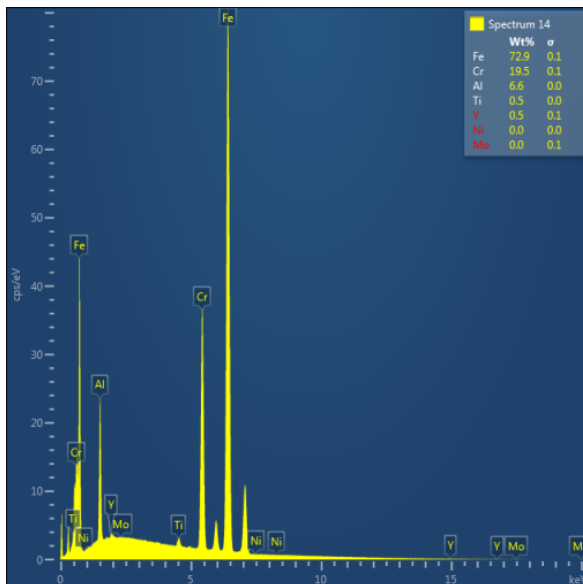
Měření	Fe [hm. %]	Cr [hm.%]	Mo [hm.%]	Ni [hm.%]	Al [hm.%]	Ti [hm.%]	Y [hm.%]
1. Měření (kraj)	72,9	19,5	0,1	0,1	6,3	0,6	0,5
2. Měření (střed)	72,8	19,5	0	0,1	6,6	0,5	0,5
3. Měření (střed)	72,5	19,6	0,1	0	6,7	0,6	0,5

**2) K49 Fe-9 Cr**

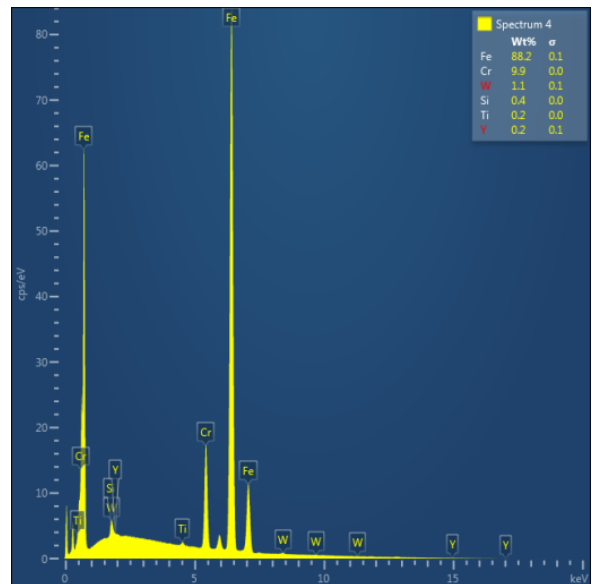
Měření	Fe [hm. %]	Cr [hm.%]	W [hm.%]	Si [hm.%]	Ti [hm.%]	Y [hm.%]
1. Měření (kraj)	88,1	10	1,3	0,4	0,2	0
2. Měření (střed)	88,2	9,9	1,1	0,4	0,2	0,2
3. Měření (střed)	88,3	10,2	1	0,4	0,3	0,1

**3) K48-T2-M3 Fe-14 Cr**

Měření	Fe [hm. %]	Cr [hm.%]	W [hm.%]	Ni [hm.%]	Si [hm.%]	Ti [hm.%]	Y [hm.%]
1. Měření (kraj)	81,9	14,9	1,4	0,9	0,5	0,3	0,1
2. Měření (střed)	81,9	15	1,4	0,8	0,5	0,3	0,1
3. Měření (střed)	82	14,9	1,4	0,8	0,5	0,3	0,1

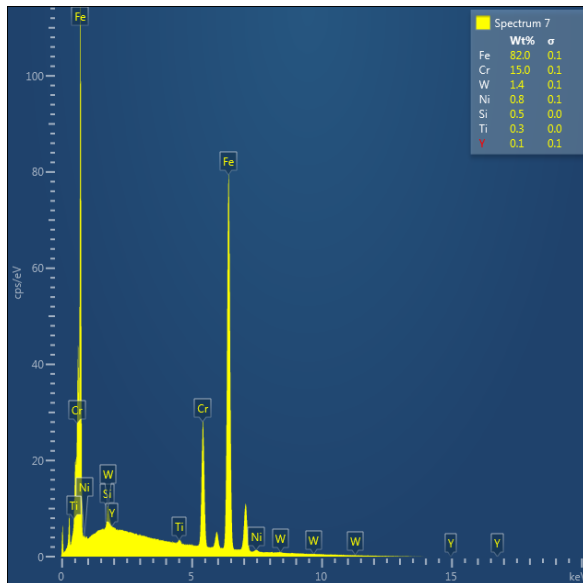


Obrázek č. 72: Chemické složení ODS MA 956



Obrázek č. 73: Chemické složení K49 Fe-9 Cr

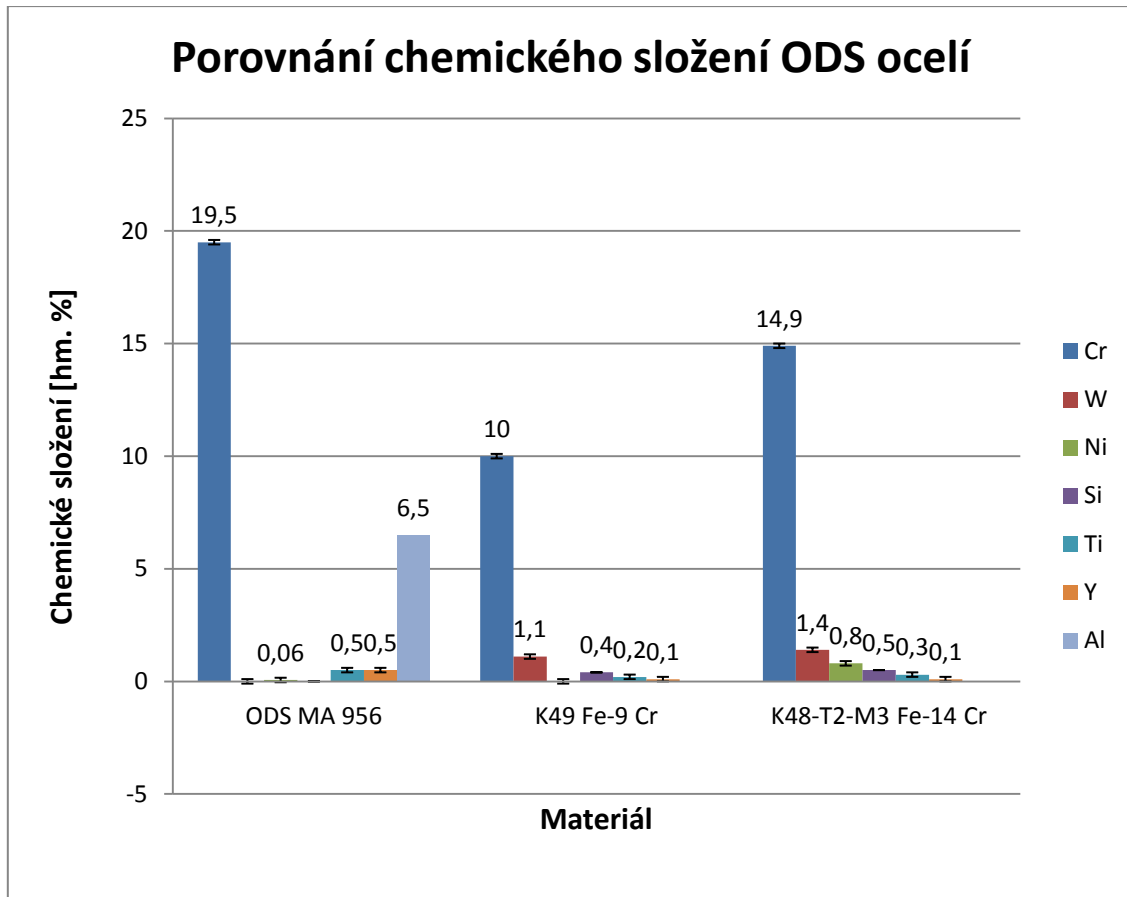




Obrázek č. 74: Chemické složení K48-T2-M3 Fe-14 Cr

Tabulka č. 9: Výsledné naměřené chemické složení ODS ocelí

Materiál	Fe [hm. %]	Cr [hm. %]	Al [hm. %]	W [hm. %]	Ni [hm. %]	Si [hm. %]	Ti [hm. %]	Y [hm. %]
ODS MA 956	72,7 ± 0,2	19,5 ± 0,1	6,5	0	0,06 ± 0,05	0	0,5 ± 0,1	0,5 ± 0
K49 Fe-9 Cr	88,2 ± 0,1	10,0 ± 0,1	0	1,1 ± 0,1	0 ±	0,4 ± 0	0,2 ± 0,1	0,1 ± 0,1
K48-T2- M3 Fe-14 Cr	81,9 ± 0,1	14,9 ± 0,1	0	1,4 ± 0,0	0,8 ± 0,1	0,5 ± 0	0,3 ± 0	0,1 ± 0



Při měření chemického složení bylo zjištěno předepsané procentuální množství chemických prvků viz tabulka č. 6. a č. 9. Chrom je přidán za účelem zvýšení korozivzdornosti a pevnosti. Wolfram je přidán za účelem zvýšení mikrotvrdosti (karbidy wolframu). Hliník zase za účelem zvýšení mikrotvrdosti na povrchu ( $Al_2O_3$ ). Titan je přidán za účelem zvýšení pevnosti (karbidy titanu). Nikl za účelem zvýšení žárupevnosti. Yttrium vytváří oxidické částice za účelem zvýšení žárupevnosti (oxidické částice yttria jsou stabilní i při vysokých teplotách na rozdíl od karbidů). [6], [30], [31]

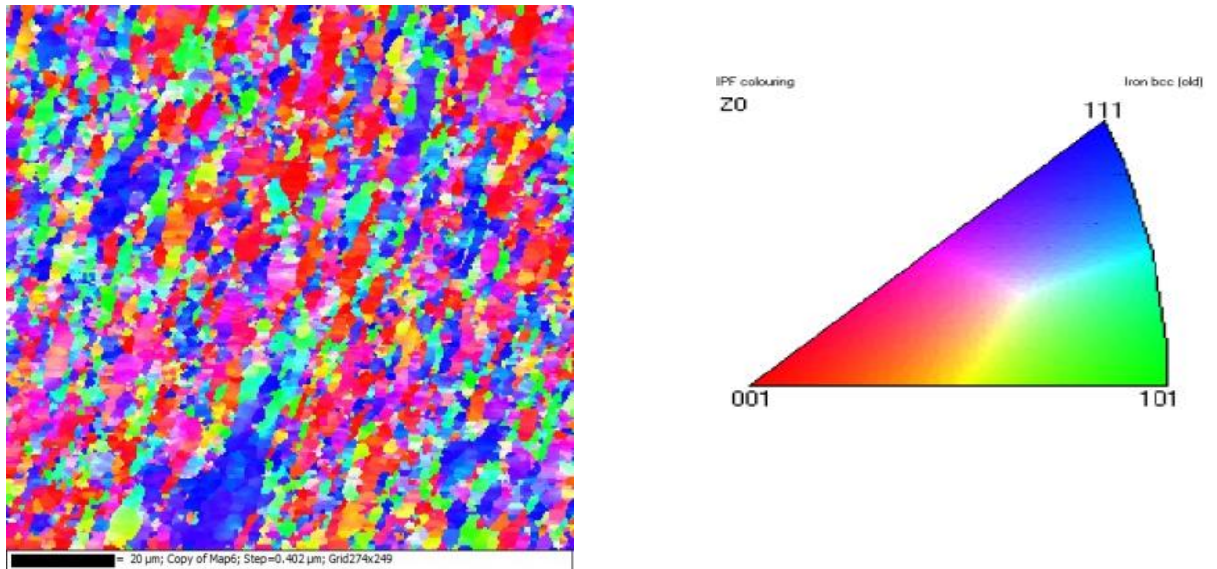
## 16 Krystalografická analýza - EBSD

Orientace krystalografických mřížek zrn ODS ocelí byla zanalyzována pomocí metody EBSD (difrakce zpětně odražených elektronů) ve skenovacím elektronovém mikroskopu v Centru výzkumu Řež s.r.o. Plzeň. EBSD byla použita na všech experimentálních vzorcích viz obrázek č. 75, 78, 80, 82, 84, 86, které musely být před touto metodou důkladně připraveny, jelikož je tato metoda velice citlivá na jakost povrchu vzorku. Příprava se týkala zejména jakosti povrchu, kde po klasickém mechanickém broušení a leštění diamantovou pastou následovalo leštění suspenzí koloidního hliníku o velikosti částic cca  $0,04 \mu m$ . Po mechanickém leštění následovalo elektrolytické leštění, kde se z povrchu odstranila zdeformovaná vrstva po mechanickém leštění a zároveň došlo ke zlepšení povrchové jakosti vzorku.

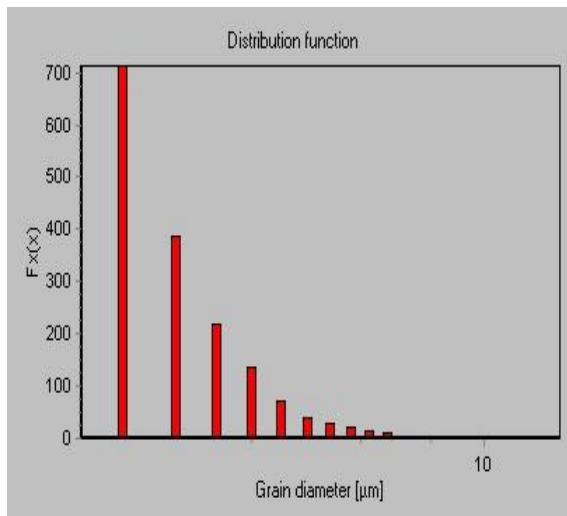
Parametry elektrolytického leštění: napětí 58 V, teplota  $22 \text{ }^\circ C$ , elektrolyt (kyselina chloristá + základní roztok na bázi methanolu), průtok 14, čas 14 sekund, oblast  $1 \text{ cm}^2$ .

Krystalografické analýzy byly provedeny na SEM MIRA 3 GMU od společnosti TESCAN a.s. a detektoru OXFORD INSTRUMENTS NordlysNano. Mapování probíhalo na ploše 100 x 100  $\mu\text{m}$  při urychlovacím napětí 20kV, proudu 10nA, kroku 0,3  $\mu\text{m}$  a pracovní vzdálenosti 15 mm.

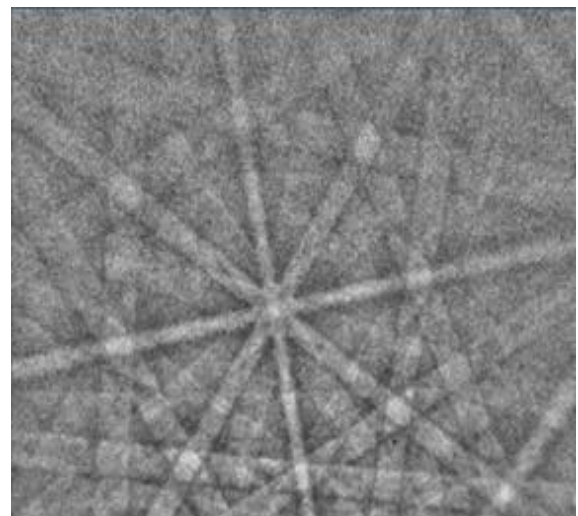
1) EBSD - ODS MA 956 - 2 podélný řez



Obrázek č. 75: EBSD ODS MA 956 - 2 podélný řez - 100 x 100  $\mu\text{m}$



Obrázek č. 76: Počet a velikost zrn

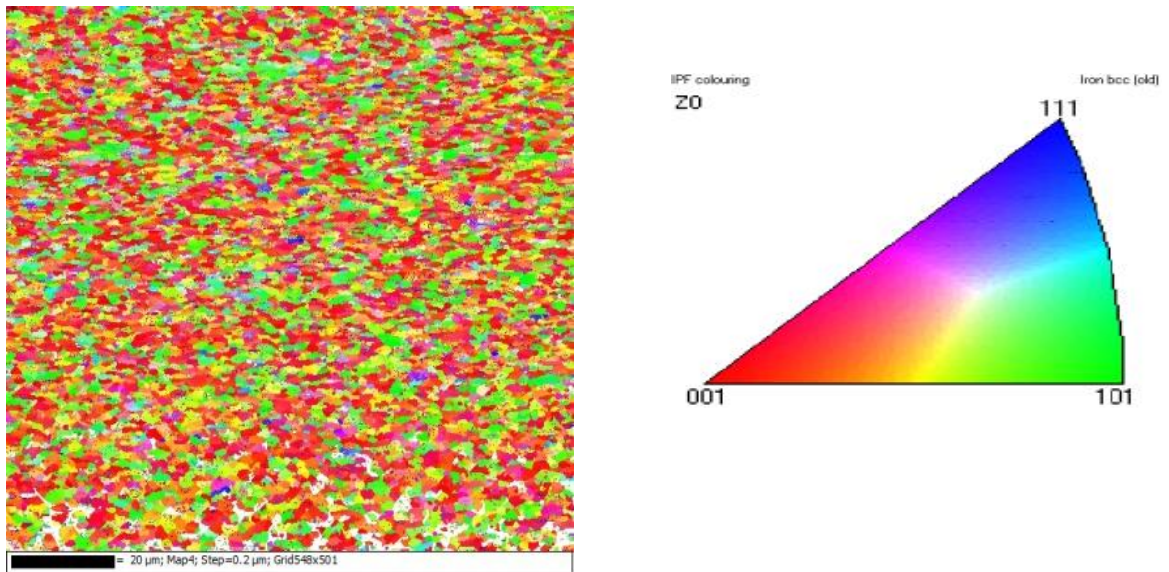


Obrázek č. 77: Záznam difrakce pomocí EBSD zpětně odražených elektronů (tzv. Kikuchiho pásy) ODS MA 956 - 2 podélný řez

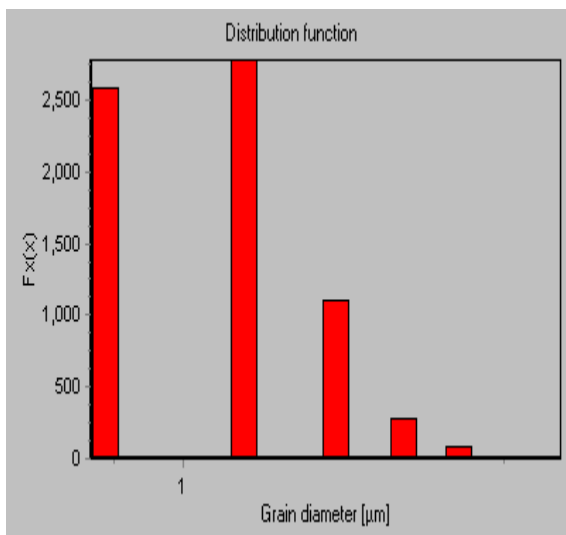
Tabulka č. 10: Výsledná velikost a počet zrn pomocí EBSD v podélném řezu

EX -průměrná velikost [ $\mu\text{m}$ ]	$\sigma$ - směrodatná odchylka [ $\mu\text{m}$ ]	N - počet zrn
2,38	1,07	1770

2) EBSD - ODS MA 956 - 1 příčný řez



Obrázek č. 78: EBSD ODS MA 956 - 1 příčný řez - 100 x 100 μm

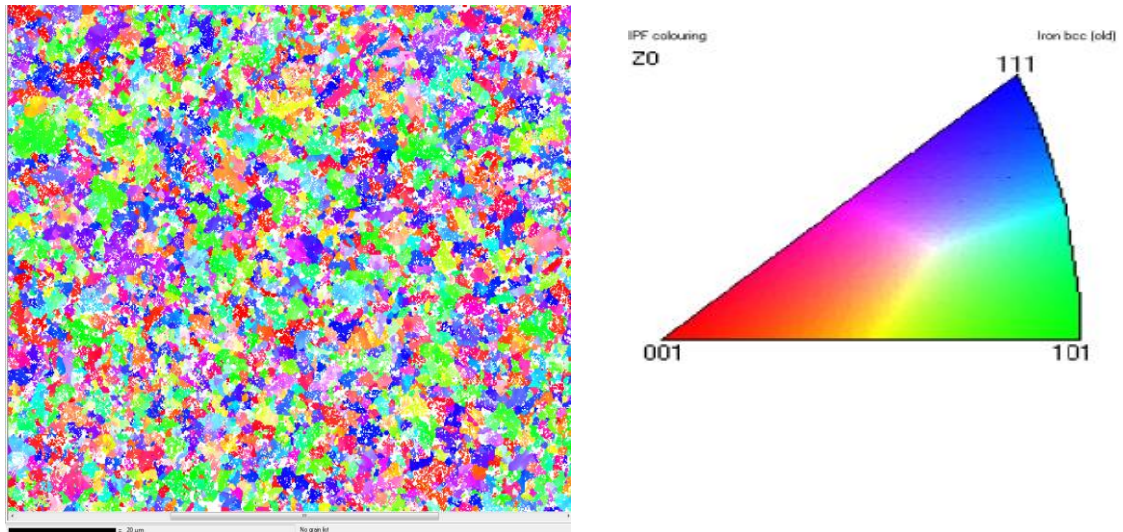


Obrázek č. 79: Počet a velikost zrn pomocí EBSD

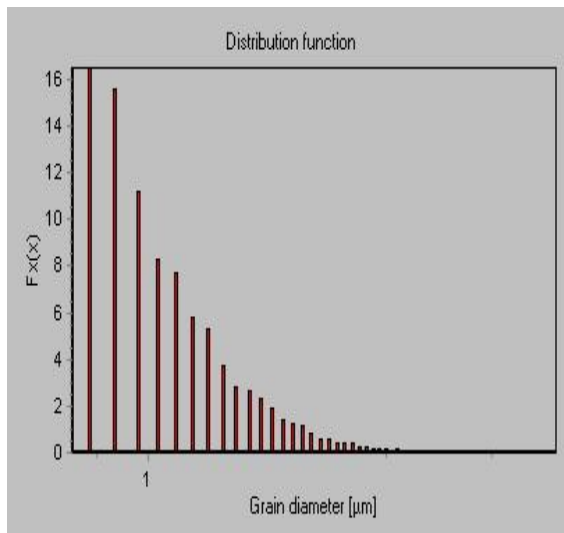
Tabulka č. 11: Výsledná velikost a počet zrn pomocí EBSD v příčném řezu

EX - průměrná velikost [μm]	σ - směrodatná odchylka [μm]	N - počet zrn
1,22	0,40	6846

3) EBSD - K49 Fe-9 Cr - 2 podélný řez



Obrázek č. 80: EBSD K49 Fe-9 Cr - 2 podélný řez - 100 x 100 μm

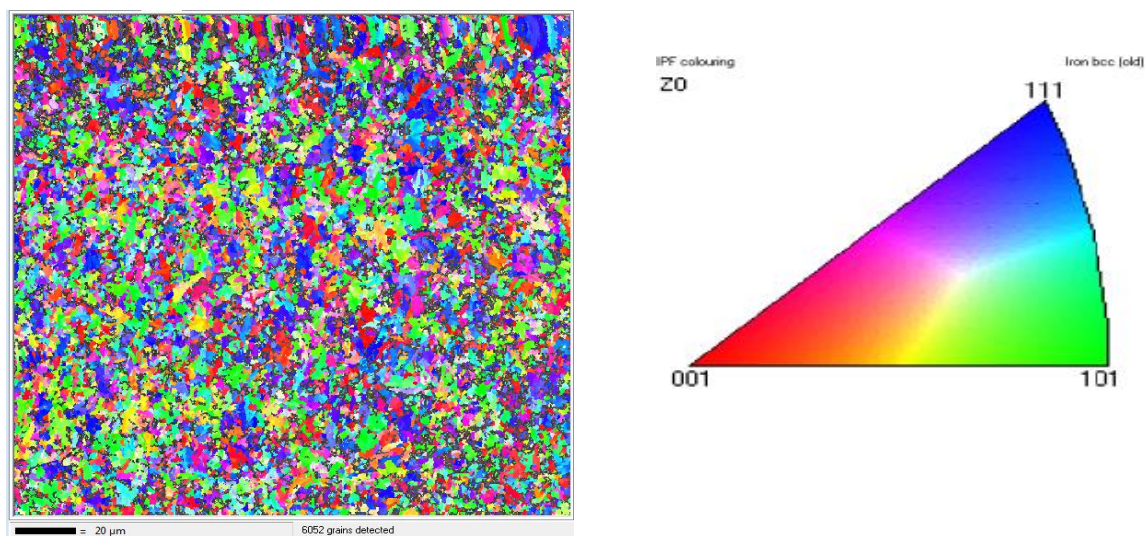


Obrázek č. 81: Počet a velikost zrn pomocí EBSD

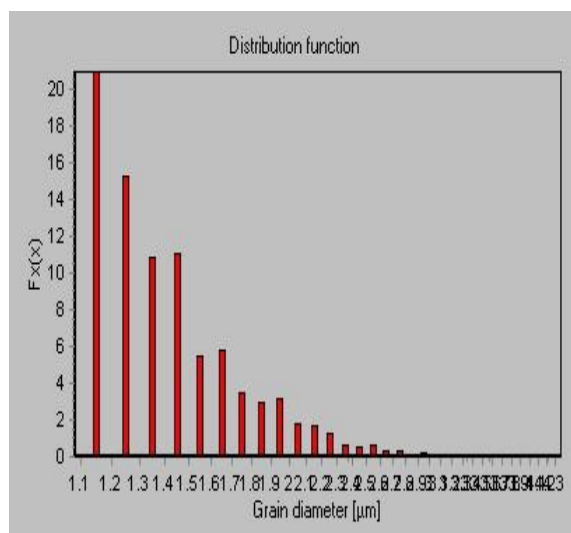
Tabulka č. 12: Výsledná velikost a počet zrn pomocí EBSD v podélném řezu

EX - průměrná velikost [μm]	$\sigma$ - směrodatná odchylka [μm]	N - počet zrn
1,10	0,50	24079

4) EBSD - K49 Fe-9 Cr - 1 příčný řez



Obrázek č. 82: EBSD K49 Fe-9 Cr - 1 příčný řez - 100 x 100 μm

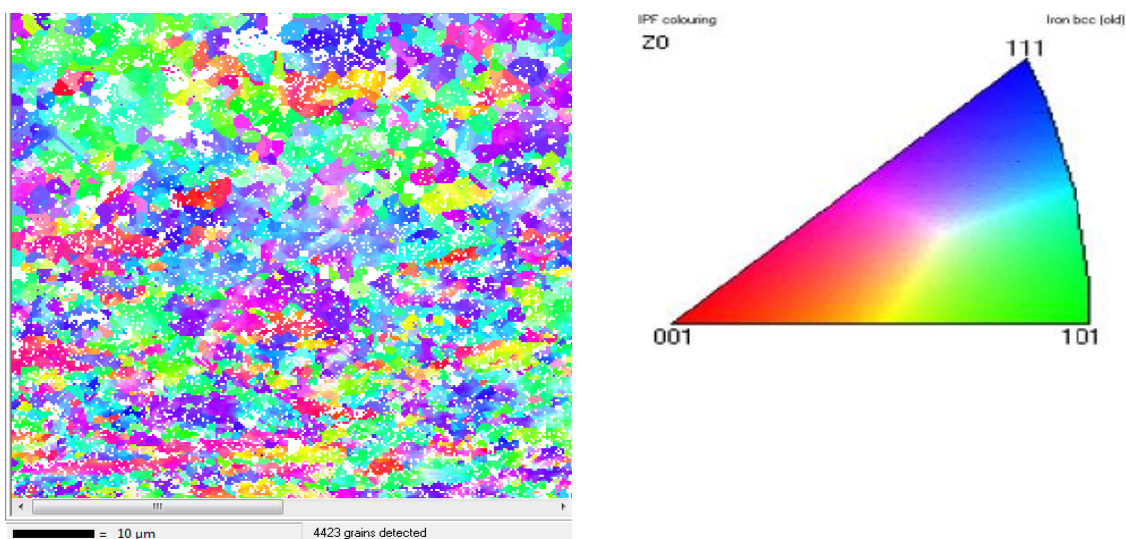


Obrázek č. 83: Počet a velikost zrn pomocí EBSD

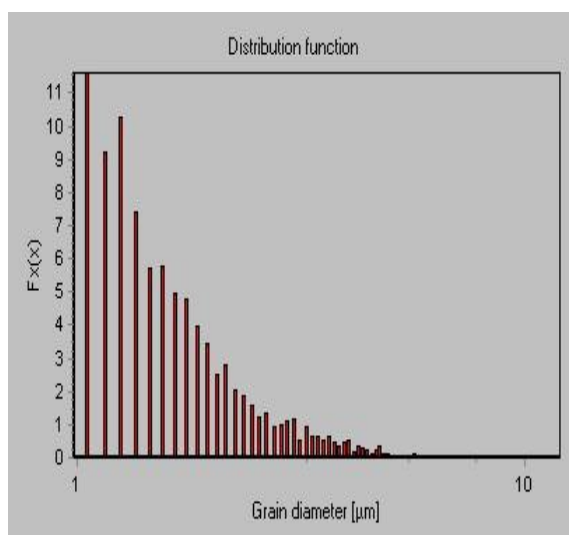
Tabulka č. 13: Výsledná velikost a počet zrn pomocí EBSD v příčném řezu

EX - průměrná velikost [μm]	$\sigma$ - směrodatná odchylka [μm]	N - počet zrn
1,42	0,36	5953

5) EBSD - K48-T2-M3 Fe-14 Cr - 2 podélný řez



Obrázek č. 84: EBSD K48-T2-M3 Fe-14 Cr - 2 podélný řez - 100 x 100 μm

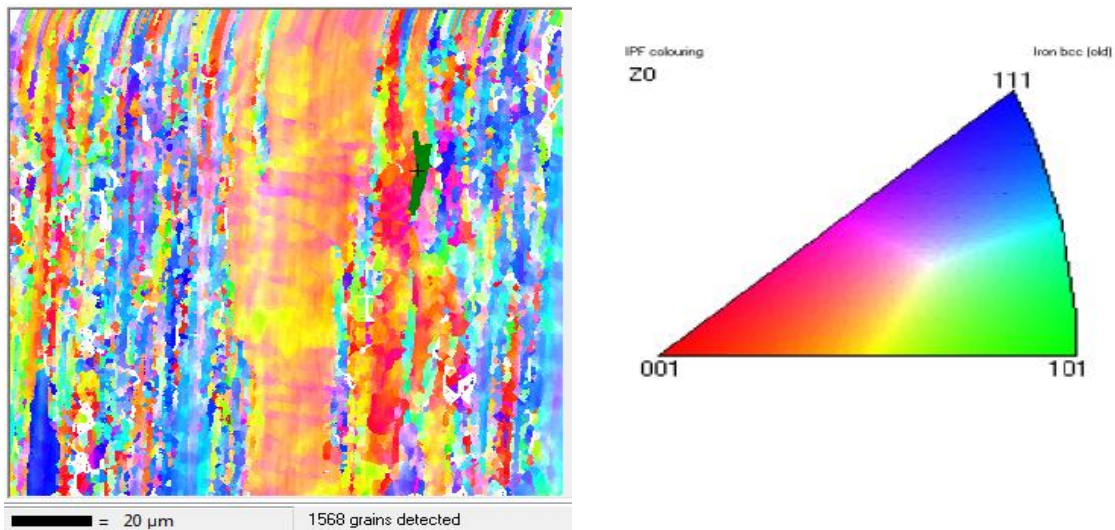


Obrázek č. 85: Počet a velikost zrn pomocí EBSD

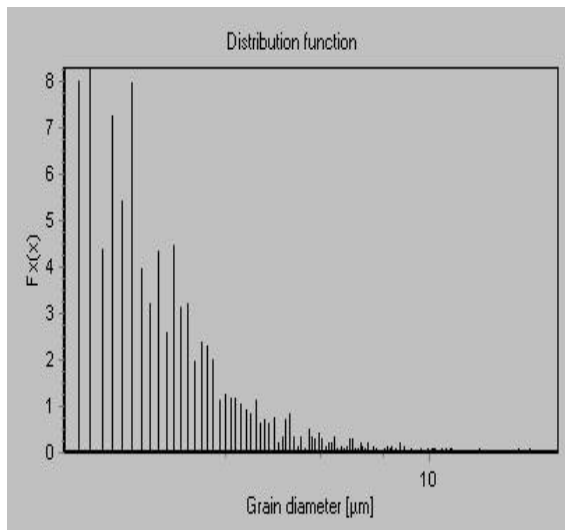
Tabulka č. 14: Výsledná velikost a počet zrn pomocí EBSD v podélném řezu

EX - průměrná velikost [μm]	σ - směrodatná odchylka [μm]	N - počet zrn
1,75	0,93	4224

6) EBSD - K48-T2-M3 Fe-14 Cr - 1 příčný řez



Obrázek č. 86: EBSD K48-T2-M3 Fe-14 Cr - 1 příčný řez - 100 x 100 μm



Obrázek č. 87: Počet a velikost zrn pomocí EBSD

Tabulka č. 15: Výsledná velikost a počet zrn pomocí EBSD v příčném řezu

EX -průměrná velikost [μm]	$\sigma$ - směrodatná odchylka [μm]	N - počet zrn
2,61	1,60	1435

EBSD pomohlo stanovit orientaci krystalografických mřížek zrn těchto ODS ocelí viz obrázek č. 75, 78, 80, 82, 84, 86. Na nich lze vidět různou orientaci zrn při změně směru řezu. Např. v podélném řezu u ODS MA 956 lze vidět protažená zrna způsobená pravděpodobně výrobou těchto ocelí. Zde je orientace jiná než v příčném řezu. U oceli Fe-9Cr je vlivem tepelného zpracování (martenzitické přeměny) odstraněno protažení zrn v podélném směru, které způsobeno výrobou materiálu. Struktura dále vykazuje nahodilou orientaci zrn v podélném i příčném směru. Struktura Fe-14Cr vykazuje anizotropii v podélném a příčném směru způsobenou extruzí při výrobě. Protáhlá zrna v podélném směru jsou prioritně orientována ve směru [001] tvořící  $\alpha$  – vlákna. EBSD rovněž stanovilo distribuci a velikosti zrn viz obrázek č. 76,



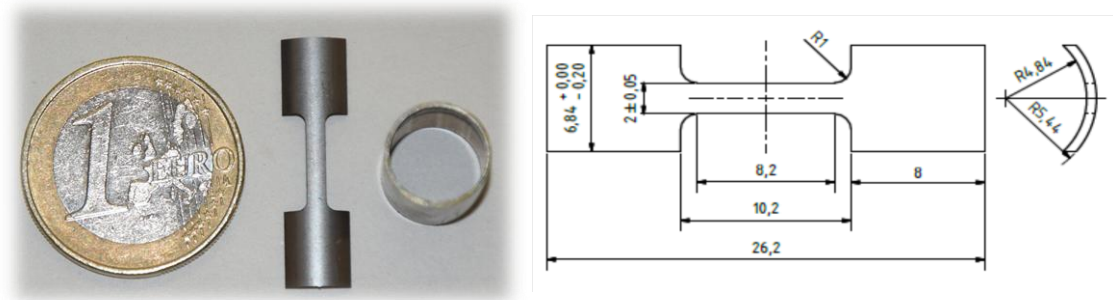
79, 81, 83, 85, 87 a viz tabulky č. 10, 11, 12, 13, 14, 15. Z obrázku č. 77 je patrná různá orientace zrn ještě před začátkem měření v SEM.

## 17 Mechanické zkoušení

Pro zjištění mechanických vlastností těchto ocelí bylo provedeno mechanické zkoušení v podobě tahové zkoušky a ring testu. Tahová zkouška byla provedena v axiálním směru viz obrázek č. 88, 89, 90 a ring test byl proveden v tangenciálním směru viz obrázek č. 91 a č. 92. Obě mechanická zkoušení probíhala za vysokých teplot (30 °C, 500 °C, 625 °C) ve vacuu. Pracovní parametry:  $L_0 = 6 \text{ mm}$ , Rychlost 0,4 mm/min ( $0,001 \text{ s}^{-1}$ ). Výsledky mechanického zkoušení lze najít v tabulce č. 16 a v obrázku č. 93.

### 17.1 Tahová zkouška (axiální směr)

Byla provedena 3 měření na experimentálních vzorcích K49 Fe-9 Cr a K48-T2-M3 Fe-14 Cr v axiálním směru viz obrázek č. 88, 89, 90 za teploty 30 °C, 500 °C a 625 °C. Pro tyto teploty byla naměřena u Fe-9Cr mez pevnosti 956 MPa, 637 MPa a 455 MPa. U oceli Fe-14 Cr pro ty samé teploty byla naměřena mez pevnosti 1049MPa, 737 MPa a 558 MPa. Co se týče dalších výsledků tahové zkoušky, tak ty lze vidět v tabulce č. 16.



Obrázek č. 88: Porovnání velikosti experimentálního vzorku

Obrázek č. 89: Zakótované rozměry

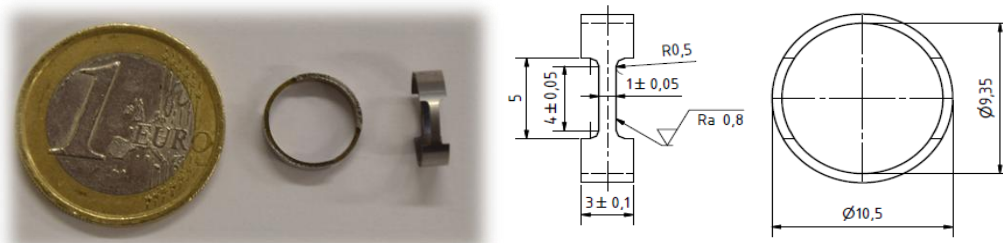


Obrázek č. 90: Upínací stůl experimentálního vzorku

### 17.2 Ring test (tahová zkouška - tangenciální směr)

Byla provedena 3 měření na experimentálních vzorcích K49 Fe-9 Cr a K48-T2-M3 Fe-14 Cr v tangenciálním směru viz obrázek č. 91, 92 za teploty 30 °C, 500 °C a 625 °C. Pro tyto teploty byla naměřena u K49 Fe-9 Cr mez pevnosti 933 MPa, 617 MPa a 424 MPa. U oceli K48-T2-M3 Fe-14 Cr pro ty samé teploty byla naměřena mez pevnosti 996 MPa, 623 MPa a 494 MPa. Co se týče dalších výsledků

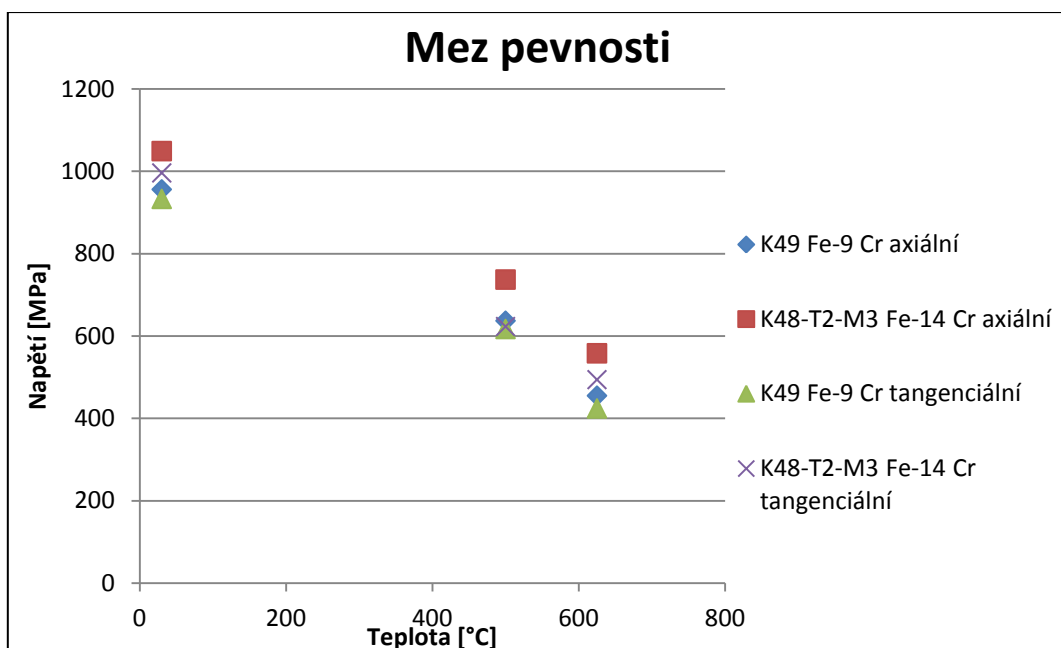
ring testu, tak ty lze vidět v tabulce č. 16.



Obrázek č. 91: Porovnání velikosti experimentálního vzorku  
 Obrázek č. 92: Zakótované rozměry experimentálního vzorku

Materiál	Směr	Teplota [°C]	$E_{mod}$ [GPa]	Mez kluzu [MPa]	Mez pevnosti [MPa]	Tažnost A [%]
K49 Fe-9 Cr	axiální	30	226	829	956	8
	axiální	500	118	499	637	3
	axiální	625	78	316	455	4
	tangenciální	30	-	-	933	-
	tangenciální	500	-	-	617	-
	tangenciální	625	-	-	424	-
K48-T2-M3 Fe-14 Cr	axiální	30	224	963	1049	7
	axiální	500	152	652	737	2
	axiální	625	99	442	558	1
	tangenciální	30	-	-	996	-
	tangenciální	500	-	-	623	-
	tangenciální	625	-	-	494	-

Tabulka č. 16: Výsledky mechanického zkoušení experimentálních vzorků



Obrázek č. 93: Závislost teploty na mezi pevnosti experimentálních vzorků

Mechanické zkoušení těchto ocelí K49 Fe-9 Cr and K48-T2-M3 Fe-14 Cr ukazuje anizotropii mezi axiálním a tangenciálním směrem. Větší anizotropie byla zjištěna u oceli K48-T2-M3 Fe-14 Cr než pro K49 Fe-9 Cr. Se zvyšující se teplotou klesá hodnota meze pevnosti u obou měřených ocelí. Nejvyšších hodnot meze pevnosti dosahuje K48-T2-M3 Fe-14 Cr v axiálním směru. Naopak nejnižších hodnot meze pevnosti nabývá K49 Fe-9 Cr v tangenciálním směru. Kromě těchto odlišností také dochází k výraznému snížení tažnosti u oceli K48-T2-M3 Fe-14 Cr a to samé i u K49 Fe-9 Cr při zvýšených teplotách, které vedou ke zkřehnutí oceli. Výsledky mechanického zkoušení lze najít v tabulce č. 16.

## 18 Diskuse výsledků

Z výše uvedených údajů bylo zjištěno, že ODS oceli lze řezat, lisovat, brousit a leštit tradičními technologiemi. Nicméně u leptání tomu tak nebylo, jak je možno vidět v kapitole 12. ODS oceli se velice obtížně naleptávají. Bylo nutné najít vhodné činidla pro zviditelnění struktury, které naleptají i více procentní chromové ODS oceli v přiměřeně krátkou dobu (řádově v desítkách vteřin). Co se týká měření mikrotvrdomosti dle Vickerse zde nenastal žádný problém. Hodnoty mikrotvrdomosti dle Vickerse byly rozdílné vlivem změny řezu, ve které byla daná ODS ocel měřena. Vliv na měřenou mikrotvrdomost mělo mimo jiných vlivů množství wolframu obsažené v ODS ocelích. ODS MA 956 obsahuje pouze stopové množství wolframu oproti K49 Fe-9 Cr, ale přesto bylo u ODS MA 956 naměřena větší hodnota mikrotvrdomosti v podélném směru než u ostatních vzorků. To bylo s největší pravděpodobností způsobeno obsahem hliníku, který vytváří na povrchu tvrdou vrstvu  $Al_2O_3$  (korund) viz kapitola 3.3.2. ODS ocel K48-T2-M3 Fe-14 Cr obsahuje měřitelné množství wolframu, který zřejmě způsobil vyšší průměrnou mikrotvrdomost 368 HV 0,5. Mikrotvrdomost analyzovaných ODS ocelí se pohybuje v rozmezí 330 HV 0,5 až 370 HV 0,5 bez ohledu na řez či procentuální množství wolframu. Dalším rozdílem byla velikost zrn těchto ocelí. Ačkoliv jsou vyrobené obdobnou technologií, každá má jinou materiálovou strukturu. Opět záleželo v jakém řezu byla velikost zrn měřena. Velikost zrn těchto ocelí se pohybuje v rozmezí 1 - 7,5  $\mu m$ , přičemž největšího rozdílu si lze všimnout u K48-T2-M3 Fe-14 Cr, u které při změně řezu došlo k razantnímu nárůstu velikosti zrna z 1,52  $\mu m$  na 7,56  $\mu m$ . Jiné zkoumané ODS oceli neměly podobný extrém ve velikosti zrn. Ze stanovených velikostí zrn a mikrotvrdomosti v různých směrech bylo zjištěno, že ODS oceli MA 956 a K48-T2-M3 Fe-14 Cr jsou více anisotropní než ocel K49 Fe-9 Cr. Na základě chemického složení bylo potvrzeno údajné množství Cr a dalších chemických prvků (Ti, Y, Ni, Si, W, Al v tomto případě pouze u ODS MA 956). Metoda EBSD byla provedena na všech experimentálních vzorcích, kde byly zjištěny rozdílné velikosti zrn lišící se v jednotlivých řezech a jejich množství. Tato metoda také stanovila orientaci krystalografických mřížek zrn. Orientace zrn byla v příčném a podélném řezu odlišná, což s největší pravděpodobností bylo způsobeno výrobou těchto ocelí. Jako poslední měření proběhlo mechanické zkoušení experimentálních vzorků K49 Fe-9 Cr a K48-T2-M3 Fe-14 Cr v podobě tahové zkoušky a ring testu. Tahová zkouška byla provedena v axiálním směru a ring test byl proveden v tangenciálním směru. Obě mechanické zkoušky proběhly za teploty 30, 500 a 625 °C. Z naměřených výsledků lze zjistit snižování meze pevnosti, meze kluzu a modulu pružnosti v tahu při zvyšování teploty. Hodnota meze pevnosti při 30 °C se pohybuje kolem 1000 MPa. Nejvyšších hodnot meze pevnosti dosahuje K48-T2-M3 Fe-14 Cr v axiálním směru. Naopak nejnižších hodnot meze pevnosti nabývá K49 Fe-9 Cr v tangenciálním směru. Taktéž je nutné upozornit na snižování tažnosti se zvyšující se teplotou, což je s největší pravděpodobností způsobeno mikrostrukturálními změnami, které zapříčiní zkrěhnutí oceli. Všechny výsledky praktické části lze vidět v tabulce č. 16, 17.

Tabulka č. 17: Výsledky praktické části bakalářské práce

Materiál (ODS ocel)	Polotovary	Řez	Leptadlo	Doba leptání [s]	Průměrná velikost zrn [μm]	Průměrná mikrotvrdość dle Vickerse (zatižení HV 0,5) [HV]		Cr [hm. %]
ODS MA 956	Tyč	Podélný	5 ml HNO <sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu	600	3,71 ±0,14	335 ± 3	356 ± 3	19,5 ± 0,1
		Příčný	5 ml HNO <sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu	600	2,70 ±0,09	377 ± 3		
K49 Fe- 9 Cr	Trubička	Podélný	5 ml HNO <sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu (elektrolyticky)	20	1,02 ±0,04	350 ± 4	348 ± 4	10 ± 0,1
		Příčný	5 ml HNO <sub>3</sub> + 10 ml HCl + 85 ml ethanolu (elektrolyticky)	20	1,05 ±0,02	345 ± 3		
K48- T2-M3 Fe-14 Cr	Trubička	Podélný	5 g CuCl <sub>2</sub> + 100 ml HCl + 100 ml ethanolu (elektrolyticky)	70	1,52 ±0,14	361 ± 4	368 ± 4	14,9 ± 0,1
		Příčný	5 g CuCl <sub>2</sub> + 100 ml HCl + 100 ml ethanolu (elektrolyticky)	70	7,56 ±2,28	375 ± 3		

## Závěr

Hlavním cílem této práce bylo vystihnout materiálové vlastnosti ODS ocelí. Ty se zjišťovaly za pomoci moderních technologií v Centru výzkumu Řež s.r.o. Plzeň. Seznámení s touto technologií bylo přínosem pro tuto práci, neboť v řadě případů pomohly urychlit postup. Postup se skládal z přípravy vzorků (odběr vzorku, preparace, broušení, leštění, leptání) a z pozorování, nebo-li vyhodnocování materiálových vlastností ODS ocelí. Pozorování probíhalo na světelném a skenovacím elektronovém mikroskopu. Světelný mikroskop byl využit pro výpočet velikosti zrna a pro průběžné pozorování mikrostruktury po broušení, leštění a leptání při zvětšeních až 1600 x. Skenovací elektronový mikroskop spolu s detektory byl využit pro zjištění chemického složení a pro aplikaci EBSD mapování, díky níž byla zjištěna poloha a natočení krystalografických mřížek jednotlivých zrn. Chemické složení provedené spektrometrem uvnitř skenovacího elektronového mikroskopu potvrdilo údajné zastoupení dominantních chemických prvků. Za pomoci mikrotvrdoměru byla změřena mikrotvrdost dle Vickerse, díky níž se dala posoudit homogenita vzorků. Vzorků bylo celkem 6, přičemž se jednalo o 3 různé ODS oceli v podélném a příčném řezu. Mechanické vlastnosti těchto ocelí byly stanoveny za pomoci mechanických zkoušek při působení vysokých teplot (tahová zkouška a ring test). Díky této práci lze usoudit, jaké mají tyto oceli základní materiálové vlastnosti v závislosti na orientaci řezu. Liší se nejen ve velikosti zrn, ale také v hodnotě mikrotvrdosti, v použití a v době leptání a mechanických vlastnostech. Tato práce poslouží jako materiál pro další experimenty v Centru výzkumu Řež s.r.o. v Plzni, které budou zaměřeny na in-situ testování mechanických vlastností za teplot až 600 °C v kombinaci s EBSD.

## Seznam zdrojů použité literatury

- [1] *Structural Materials for Innovative Nuclear Systems*. Daejon, Republic of Korea, 2010. ISBN 978-92-64-99209-2.
- [2] KATZER, M. *Jaderné reaktory 4. generace*. [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011 [cit. 2015-12-04].
- [3] JANDOVÁ, Dagmar. *Stanovení mechanismů porušování ODS ocelí při vysokých teplotách s použitím mechanických zkoušek malých vzorků a in-situ elektronové mikroskopie*. Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní.
- [4] KRUML, Tomáš. *Role oxidické disperze při únavovém chování ODS ocelí*. Ústav fyziky materiálů, 2012.
- [6] DOHNALOVÁ, E. *Vysokoteplotní zkrhnutí feritické 14%Cr ODS oceli v taveninách olova*. [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011 [cit. 2015-12-04].
- [7] SMETANA, J. *Jaderná paliva pro tlakovodní jaderné reaktory*. [online]. Brno: Ústav elektroenergetiky FEKT VUT v Brně., 2014 [cit. 2015-12-04].
- [9] HUSÁK, Roman. *MECHANICKÉ LEGOVÁNÍ A ZHUTŇOVÁNÍ KOVOVÝCH KOMPOZITNÍCH PRÁŠKŮ* [online]. 2014. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014 [cit. 2015-12-04].
- [11] ŠOHAJ, Pavel. *STRUKTURNÍ STABILITA SVAROVÝCH SPOJŮ AUSTENITICKÝCH A FERITICKÝCH OCELÍ* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství, 2014 [cit. 2015-12-04].
- [12] KUBÍČEK, J. *Technologie svařování*. Odbor svařování a PÚ.
- [13] VYŠATA, Jiří. *03 - Polotovary a přídavky*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, KTO.
- [14] KOVAŘÍK, Rudolf. *Technologie svařování*. Západočeská univerzita v Plzni, 1993. ISBN 978-80-7082-697-3.
- [16] KAŠPAR, Jan. *Přednášky z teorie svařování*. Západočeská univerzita v Plzni.
- [17] LAPŠANSKÁ, Hana. *Přehled metod svařování*. Společná laboratoř optiky Univerzity Palackého a Fyzikálního ústavu Akademie věd České republiky.
- [18] POLÁK, Vojtěch. *Moderní trendy v technologii svařování technických materiálů*. Mendelova univerzita v Brně Agronomická fakulta, Brno, 2013.
- [19] MOUSTOUKAS, Kiriakos, Thomas BOEGELEIN a Karl DAWSON. *Discussion 2 - Methods to Join ODS steels*. University of Liverpool.

[20] MISHRA, Rajiv, Murray W.MAHONEY, Yutaka SATO, Yuri HOVANSKI a Ravi VERMA. *Friction Stir Welding and Processing VI*.

[21] MRŇA, Libor. *Difuzní svařování*.

[22] NISTOR, Andra a Alexandra KARASOVÁ. *Optická mikroskopie*.

[23] *Základní metody světelné mikroskopie*. Optoteam, s.r.o., Praha, 2004.

[26] MAN, Ondřej. *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta Strojního inženýrství, 2010.

[28] *Experimentální metody studia materiálů: 6.1 Elektronová mikroanalýza*. Západočeská univerzita v Plzni.

[31] JANKŮJ, Luděk. *Svařování ODS materiálů elektronovým svazkem* [online]. Brno, 2016



## Seznam internetových zdrojů

- [5] Proatom.luksoft.cz [online]. 2007 [cit. 2015-12-04]. Dostupné z:  
[www.proatom.luksoft.cz](http://www.proatom.luksoft.cz)
- [8] [Http://www.mmspektrum.com/clanek/izostaticke-lisovani-za-tepla.html](http://www.mmspektrum.com/clanek/izostaticke-lisovani-za-tepla.html) [online]. [cit. 2016-05-14].
- [10] [Http://www.bodycote.com/cs-CZ/services/hot-isostatic-pressing.aspx](http://www.bodycote.com/cs-CZ/services/hot-isostatic-pressing.aspx) [online]. [cit. 2016-05-14].
- [15] [\\_01\\_Prehled\\_svarovani\\_T08. fs.cvut.cz.](http://fs.cvut.cz)
- [24] [Www.mtfdca.szm.sk](http://www.mtfdca.szm.sk) [online]. [cit. 2016-05-14].
- [25] [Http://www.fch.vut.cz/~zmeskal/obring/presentace\\_2003/?C=D;O=A](http://www.fch.vut.cz/~zmeskal/obring/presentace_2003/?C=D;O=A) [online]. [cit. 2016-05-14].
- [27] [Http://shop.normy.biz/detail/92649](http://shop.normy.biz/detail/92649) [online]. [cit. 2016-05-14]
- [29] *Jaderná energetika* [online]. [cit. 2017-05-31]. Dostupné z:  
[http://hp.ujf.cas.cz/~wagner/popclan/energetika/Jaderna\\_energie\\_HN.htm](http://hp.ujf.cas.cz/~wagner/popclan/energetika/Jaderna_energie_HN.htm)
- [30]  
[online]. [cit. 2017-05-31]. Dostupné z:  
[http://ust.fme.vutbr.cz/tvareni/opory\\_soubory/technologie\\_tvareni/kapitola\\_5.htm](http://ust.fme.vutbr.cz/tvareni/opory_soubory/technologie_tvareni/kapitola_5.htm)

## Seznam zdrojů obrazové dokumentace

- [1] <https://www.cez.cz/edee/content/img/o-spolecnosti/cisla-statistiky/2015/podil-jaderne-energie-na-vyrobe-elektriny.png> [online]. [cit. 2016-05-14].
- [2] <https://www.cez.cz/edee/content/img/o-spolecnosti/cisla-statistiky/2016/vyroba-struktura-oecd-2015.png> [online]. [cit. 2016-05-14].
- [3] KATZER, M. *Jaderné reaktory 4.generace*. [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011 [cit. 2015-12-04].
- [4] HAUŠILD, Petr. *Materiály pro IV. generaci jaderných reaktorů* [online]. Praha: České vysoké učení technické v Praze, FJFI [cit. 2015-12-04].
- [5] Proatom.luksoft.cz [online]. 2007 [cit. 2015-12-04]. Dostupné z: [www.proatom.luksoft.cz](http://www.proatom.luksoft.cz)
- [6] Atominfo.cz [online]. [cit. 2015-12-04]. Dostupné z: [www.atominfo.cz](http://www.atominfo.cz)
- [7] DOHNALOVÁ, E. *Vysokoteplotní zkřehnutí feritické 14%Cr ODS oceli v taveninách olova*. [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011 [cit. 2015-12-04].
- [8] [http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta\\_tkp/sekce/12.htm](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce/12.htm) [online]. Technická univerzita, Liberec [cit. 2016-05-14].
- [9] [http://images.slideplayer.cz/10/2644657/slides/slide\\_20.jpg](http://images.slideplayer.cz/10/2644657/slides/slide_20.jpg) [online]. [cit. 2016-05-14].
- [10] <http://www.konstrukce.cz/UserFiles-Konstrukce/File/2008/brezen/vliv3v.jpg> [online]. [cit. 2016-05-14].
- [11] VYŠATA, Jiří. *03 - Polotovary a přídavky*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, KTO.
- [12] ŠOHAJ, Pavel. *STRUKTURNÍ STABILITA SVAROVÝCH SPOJŮ AUSTENITICKÝCH A FERITICKÝCH OCELÍ* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství, 2014 [cit. 2015-12-04].
- [13] MOUSTOUKAS, Kiriakos, Thomas BOEGELEIN a Karl DAWSON. *Discussion 2 - Methods to Join ODS steels*. University of Liverpool.
- [14] <http://www.konstrukter.cz/wp-content/uploads/2015/05/3-Tajmac-stirtec-svarovani-obrabeni-FSW.jpg> [online]. [cit. 2016-05-14].
- [15] ŠAJKOVICS, Patrik. *Analýza třecího svařování metodou FSW*. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011.
- [16] [http://images.slideplayer.cz/12/3762504/slides/slide\\_5.jpg](http://images.slideplayer.cz/12/3762504/slides/slide_5.jpg) [online]. [cit. 2016-05-14].

[17] *Základní metody světelné mikroskopie*. Optoteam, s.r.o., Praha, 2004.

[18] *Www.gvp.cz* [online]. [cit. 2016-05-14].

[19] ŠAFÁŘOVÁ, Klára. *Skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie*. Centrum pro výzkum nanomateriálů, Olomouc.

[20] <https://cs.wikipedia.org/wiki/Mikroskop#/media/File:MicroscopesOverview.svg> [online]. [cit. 2016-05-14].

[21] [Http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/Pic/7.1/1.gif](http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/Pic/7.1/1.gif) [online]. [cit. 2016-05-14].

[22] MAN, Ondřej. *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta Strojního inženýrství, 2010.

[23] [Http://www.oxford-instruments.com/products/microanalysis/ebsd](http://www.oxford-instruments.com/products/microanalysis/ebsd) [online]. [cit. 2016-05-14].

## Seznam zdrojů tabulek

- [1] HAUŠILD, Petr. *Materiály pro IV. generaci jaderných reaktorů* [online]. Praha: České vysoké učení technické v Praze, FJFI [cit. 2015-12-04].
- [2] ŽITEK, Pavel. *Jaderná energetika - štěpení*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta strojní, KKE.h
- [3] ŠOHAJ, Pavel. *STRUKTURNÍ STABILITA SVAROVÝCH SPOJŮ AUSTENITICKÝCH A FERITICKÝCH OCELÍ* [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství, 2014 [cit. 2015-12-04].
- [4] HADRABA, H., B. FOURNIER, L. STRATIL, J. MALAPLATE, A.-L. ROUFFIÉ, P. WIDENT, L. ZIOLEK a J.-L. BÉCHADE. *Influence of microstructure on impact properties of 9–18%Cr ODS steels for fusion/fission applications*. Institute of Physics of Materials, v.v.i., Academy of Sciences of the Czech Republic, 2011.
- [5] KLUEH, R. L., J. P. SHINGLEDECKER, R. W. SWINDEMAN a D. T. HOELZER. *OXIDE DISPERSION-STRENGTHENED STEELS: A COMPARISON OF EXPERIMENTAL AND COMMERCIAL STEELS*. Oak Ridge National Laboratory.
- [6] DOHNALOVÁ, E. *Vysokoteplotní zkrěhnutí feritické 14%Cr ODS oceli v taveninách olova*. [online]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011 [cit. 2015-12-04].