ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

NÁSTŘIKY CHROMU A WOLFRAM-CHROMU TECHNOLOGIÍ RF-ICP PRO JADERNOU FÚZI

CHROMIUM AND TUNGSTEN-CHROMIUM DEPOSITS BY RF-ICP FOR NUCLEAR FUSION

Autor: Bc. Petr Králíček

Studijní program: Výrobní inženýrství

Vedoucí práce: doc. Ing. Jan Čížek, Ph.D.

Praha 2023

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Králíček** Jméno: **Petr** Osobní číslo: **484025**

Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**

Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**

Studijní program: **Výrobní inženýrství**

Specializace: **Bez specializace**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Nástřiky chromu a wolfram-chromu technologií RF-ICP pro jadernou fúzi

Název diplomové práce anglicky:

Chromium and tungsten-chromium deposits by RF-ICP for nuclear fusion

Pokyny pro vypracování:

1. Vypracovat rešerši o problematice jaderné fúze a základních charakteristikách technologie RF-ICP.
2. Optimalizovat depoziční parametry zvolených prášků Cr a směsí W-Cr, nanést odpovídající vrstvy pomocí RF-ICP.
3. Provést mikrostrukturní analýzy deponovaných nástřiků.

Seznam doporučené literatury:

1. Davis: Handbook of Thermal Spray Technology. ASM International, 2004.
2. Boulos: New frontiers in thermal plasmas from space to nanomaterials. Nuclear Engineering and Technology, 44, 2012, 1.
3. Vilemova, Illkova, Lukac, Matejicek, Klecka, Leitner: Microstructure and phase stability of W-Cr alloy prepared by spark plasma sintering. Fusion Eng Des, 127, 2018, 173.
4. Kovarik, Fan, Boulos: In flight properties of W particles in an Ar-H2 plasma. Journal of Thermal Spray Technology, 16, 2007, 229.
5. Kovarik, Cizek, Klecka, Karlik, Capek, Siegl, Chraska, Takayasu: Mechanical properties and fatigue crack growth in tungsten deposited by RF-plasma. Surface and Coatings Technology, 410, 126930.
6. Matejicek, Chraska, Linke: Thermal Spray Coatings for Fusion Applications-Review. Journal of Thermal Spray Technology, 16, 2007, 64.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

doc. Ing. Jan Čížek, Ph.D. Ústav materiálového inženýrství

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **23.03.2023** Termín odevzdání diplomové práce: **31.07.2023**

Platnost zadání diplomové práce: _____

doc. Ing. Jan Čížek, Ph.D. podpis vedoucí(ho) práce	doc. Ing. Ladislav Cvrček, Ph.D. podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	doc. Ing. Miroslav Španiel, CSc. podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

. _____ _____

Datum převzetí zadání Podpis studenta

© ČVUT v Praze, Design: ČVUT v Praze, VIC

Čestné prohlášení

„Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně a že jsem uvedl veškeré použité informační zdroje v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací.“

V Praze dne:

podpis

Poděkování

Děkuji vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Janu Čížkovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady a připomínky při zpracování této práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Jakubovi Klečkovi za pomoc při přípravě a vyhodnocení vzorků. Též bych rád poděkoval rodině za podporu v průběhu celého mého studia.

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá vývojem nástřiků chromu a wolfram-chromu technologií RF-ICP pro jadernou fúzi. V teoretické části je popsána problematika jaderné fúze a základní charakteristiky technologie radiofrekvenčně řízeného indukčně vázaného plazmatu. Důraz je kladen zejména na materiály, které lze používat ve fúzních reaktorech. Hlavním cílem praktické části je potom optimalizace depozičních parametrů zvoleného prášku Cr a z něj připravené směsi prášků W-Cr. Testovanými proměnnými parametry při depozici jsou výkon hořáku, dávkování prášků, tlak v komoře a typ nosného plynu. U deponovaných nástřiků je v souladu s cíli práce provedena mikrostrukturní analýza na elektronovém mikroskopu. Nástřiky jsou posuzovány podle kritérií jako je tloušťka, porozita, tvar splatů atd. U nejperspektivnějšího nástřiku směsi W-Cr je dále provedena analýza chemického složení pomocí EDX. Tato práce vznikla ve spolupráci s Oddělením materiálového inženýrství Ústavu fyziky plazmatu Akademie věd České republiky.

Klíčová slova

jaderná fúze, ITER, PFM, žárové nanášení, radiofrekvenční indukčně vázané plazma, RF-ICP, chrom, wolfram

Abstract

The diploma thesis deals with development of chromium and tungsten-chromium deposits by RF-ICP for nuclear fusion. The theoretical part describes the details of nuclear fusion and the basic characteristics of the radiofrequency inductively coupled plasma technology. In particular, the emphasis is put on materials that can be used in fusion reactors. The main objective of the practical part is then to optimize the deposition parameters of the selected Cr powder and the derived W-Cr powder mixture. The tested variable parameters during the deposition are power of the plasma torch, powder feedrates, the chamber pressure and type of carrier gas. In line with the thesis goal, a microstructural analysis of the deposited coatings is carried out using an electron microscope. The coatings are evaluated according to criteria such as thickness, porosity, splats shape, etc. For the most promising coating of W-Cr mixture, the chemical composition is further analyzed by EDX. This work was created in cooperation with the Department of Materials Engineering, Institute of Plasma Physics of the Czech Academy of Sciences.

Key words

nuclear fusion, ITER, PFM, thermal spray, radiofrequency inductively coupled plasma, RF-ICP, chromium, tungsten

Obsah

1 Úvod ... 8
2 Teoretická část ... 9
2.1 Jaderná fúze ... 9
2.1.1 Plazma a základní princip jaderné fúze ... 10
2.1.2 Perspektivní fúzní zařízení ... 12
2.1.3 Konstrukce termonukleárního reaktoru ITER ... 13
2.1.4 Používané materiály ... 17
2.1.5 Konstrukční materiály ... 19
2.1.6 Materiály čelící plazmatu (PFM) ... 20
2.2 Technologie žárového nanášení ... 23
2.2.1 Mikrostruktura ... 24
2.2.2 Rozdělení metod žárového stříkání ... 25
2.2.3 Radiofrekvenčně řízené indukčně vázané plazma (RF-ICP) ... 27
3 Experimentální část ... 29
3.1 Materiály ... 29
3.1.1 Chromový prášek ... 29
3.1.2 Wolframový prášek ... 31
3.1.3 Substrát AISI 304 ... 32
3.2 Depozice nástřiků ... 33
3.2.1 Zařízení Tekna TekSpray 15 ... 33
3.2.2 Optimalizace nástřiků ... 36
3.2.3 Charakterizace vzorků ... 37
4 Výsledky ... 40
4.1 Nástřiky Cr ... 41
4.2 Nástřiky W-Cr ... 48
4.3 Chemická analýza ... 51
5 Diskuse ... 52
6 Závěr ... 54
Seznam použitých zkratek ... 55
Seznam obrázků ... 57
Seznam tabulek ... 59
Bibliografie ... 60

1 Úvod

Jaderná fúze je jeden z nejvýznamnějších vědeckých objevů 20. století a představuje slibnou alternativu k jadernému štěpení, které je dnes hlavním zdrojem jaderné energie. Využití jaderné fúze by mohlo mít mnoho výhod, jako je například nízká produkce odpadního radioaktivního materiálu, absence emisí skleníkových plynů a téměř neomezená dostupnost paliva.

Nicméně stále existují překážky, které je třeba překonat, aby bylo možné využít jadernou fúzi jako hlavní zdroj energie budoucnosti. Jednou z největších výzev je dosažení dostatečně vysokých teplot a tlaků pro spuštění reakce jaderné fúze a její udržení po dostatečně dlouhou dobu, aby byla energie vytvořená v procesu fúze větší než energie, která byla vynaložena na spuštění této reakce. Další výzvou je vývoj materiálů, které jsou odolné vůči extrémním teplotám a radiaci produkované v procesu fúze.

Výzkum fúzních materiálů začal pozorováním degradace ozářených materiálů používaných v prvních komerčních štěpných reaktorech. Ačkoli materiály pro jaderný a termonukleární reaktor vykazují společné rysy, vývoj „fúzních“ materiálů je daleko náročnější. Většina materiálů vyráběných konvenčními technologiemi není schopna odolat účinkům plazmatu vznikajícího při fúzních reakcích v termonukleárních reaktorech. Jednou z možností, jak zvýšit odolnost těchto materiálů, jsou žárové povrchové nástřiky. Nejperspektivnější se v tomto ohledu jeví nástřiky wolframu, které se už povedlo technologií RF-ICP kvalitně deponovat. Ovšem vysoká přechodová teplota a radiační poškození negativně ovlivňují křehkost wolframu a ohrožují strukturální integritu vnitroreaktorových komponent. Použití slitiny W-Cr je v současnosti považováno za nejslibnější řešení tohoto problému. Tato mikrostruktura by mohla přispět ke spolehlivému chodu jak při samotném provozu reaktoru, tak například i při možné havárii LOCA.

V teoretické části této práce je popsána problematika jaderné fúze, materiály používané v termonukleárních reaktorech a technologie žárového nanášení. Praktická část navazuje na část teoretickou, přičemž hlavním předmětem jejího zkoumaní je depozice a analýza nástřiků prášku Cr a směsi W-Cr deponovaných technologií RF-ICP.

2 Teoretická část

2.1 Jaderná fúze

Hledání dostatečných zdrojů energie způsobovalo a bohužel stále způsobuje ekonomické propady, nenávratné znečištění planety, různé zdravotní problémy, a dokonce i válku. Velká část energie, která se nyní používá, pochází z neobnovitelných zdrojů. Zásoby fosilních paliv se neustále zmenšují, přičemž optimistické předpoklady predikují vyčerpání ropy za 40 – 45 let, zemního plyn za 60 – 70 let a k vyčerpání zásob uhlí by mělo dojít za 150 – 200 let. I přes velkou snahu zejména evropských politiků financovat a podporovat tzv. zelenou energii (energii ze solárních panelů, z větrných a vodních elektráren atd.) nelze najít takový zdroj energie, který by současně vyhovoval potřebám udržitelnosti a hospodářské konkurenceschopnosti. Zároveň je nanejvýše pravděpodobné, že celosvětová poptávka po energii v budoucnu výrazně vzroste zejména ze strany rozvojových zemí. Jak bude tato zvýšená poptávka po energii řešena je stále nejisté. Jisté ale je, že vývoj takového zdroje energie, který je bezpečný, čistý, udržitelný a cenově dostupný by lidstvo přinejmenším uvítalo [1; 2].

Energie získaná z jaderné fúze má velký potenciál jako bezpečný, výkonný a bezuhlíkový zdroj spolehlivé elektřiny. Fúze využívá jako palivo kombinaci tritia a vodíku a současně nevytváří, na rozdíl od jaderného štěpení, žádný radioaktivní odpad s dlouhou životností. Primární reakce totiž produkuje neutrony, které sice aktivují reakční komoru, ale při vhodné volbě materiálů radioaktivita za pár desítek let natolik klesne, že bude možné tyto vnitroreaktorové komponenty po staletí opakovaně recyklovat v nových reaktorech. Obecně se mezi největší výhody jaderné fúze uvádí: bezpečnost, šetrnost k životnímu prostředí a prakticky nevyčerpatelnost [3; 4].

Mezi hlavní důvody, proč se doposud nepodařilo plně využít energii z fúze patří zejména to, že její technologické požadavky na vytvoření jsou neuvěřitelně vysoké. Aby došlo k fúzi je zapotřebí teploty alespoň 100 milionů stupňů Celsia, tedy o něco více než šestinásobek teploty jádra Slunce. Ve Slunci a obecně ve hvězdách se totiž jaderná fúze odehrává v kombinaci vysokých tlaků a teplot. Jaderná fúze bývá proto často označovaná jako zdroj energie hvězd a o její využití v oblasti energetiky se lidstvo snaží už od počátku 50. let 20. století. [2; 3; 4].

Fúzní energie je taková forma výroby energie, která vyrábí elektřinu pomocí tepla získaného z reakce jaderné fúze. Při tomto fyzikálním procesu určitá lehká atomová jádra vzájemně interagují, vytváří jádro těžší, a tím uvolňují energii ve formě tepla. Zařízení určené k využití této energie se nazývá fúzní reaktor [2; 3; 4].

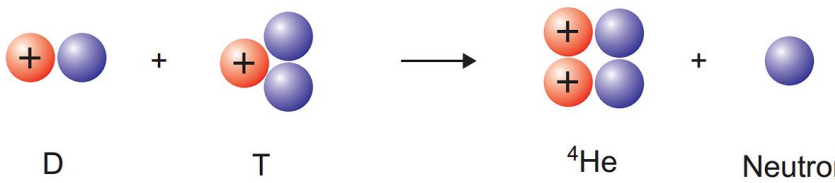
2.1.1 Plazma a základní princip jaderné fúze

I když americký vědec Irving Langmuir poprvé objevil plazma ve 20. letech 20. století, fúze začala být jako potenciální zdroj energie sledována až o 30 let později. Langmuir zjistil, že vlastnosti ionizovaného plynu jsou podobné tekutinám, což mu připomínalo krevní plazmu (slovo plazma pochází z řečtiny a znamená „tvarovatelná látka“). Tento fyzik, pracující v General Electric, jako plazma chápal oblast výboje plynu, která není ovlivněná stěnami nebo elektrodami a podle hustoty elektrického proudu se vyskytuje ve formách obloukového výboje, jiskrového výboje či doutnavého výboje [2; 5].

Plazma je běžně označováno jako čtvrté skupenství hmoty. Toto označení vychází ze skutečnosti, že pokud je dodáno dostatečné množství energie, pevné látky mohou být roztaveny na kapaliny, kapaliny mohou být odpařeny na plyny a plyny jsou poté ionizovány za vzniku plazmatu. Plazma je ionizovaný plyn obsahující ionty, elektrony, atomy a molekuly, přičemž v makroskopickém měřítku obsahuje stejné množství kladných i záporných nábojů, tzn. kvazineutralita. Důležitým parametrem plazmatu je teplota elektronů, udávaná v jednotkách elektronvolt (1 eV ~ 11 600 K). Plazma se může vyskytovat za podmínek vysoké hustoty a vysokoenergetického termonukleárního fúzního plazmatu (střední energie nabitých částic je větší než 100 eV, tedy přes 10^6 K) až po nízkoteplotní „studené“ plazma (do 10^5 K, jako např.: zářivky, výbojky, elektrický oblouk). V neposlední řadě je důležitým parametrem plazmatu stupeň jeho ionizace, kdy poměr počtu ionizovaných částic vůči celkovému počtu částic závisí především na teplotě. Stupeň ionizace lze odhadnout ze Sahovy rovnice (1), kde T je termodynamická teplota, U_i je ionizační potenciál a k je Boltzmannova konstanta. Pro vzduch v „normálních“ podmínkách platí, že je každá 10^{-122} částice ionizovaná, tedy $n_i/n_n \approx 10^{-122}$ [2; 5; 6]:

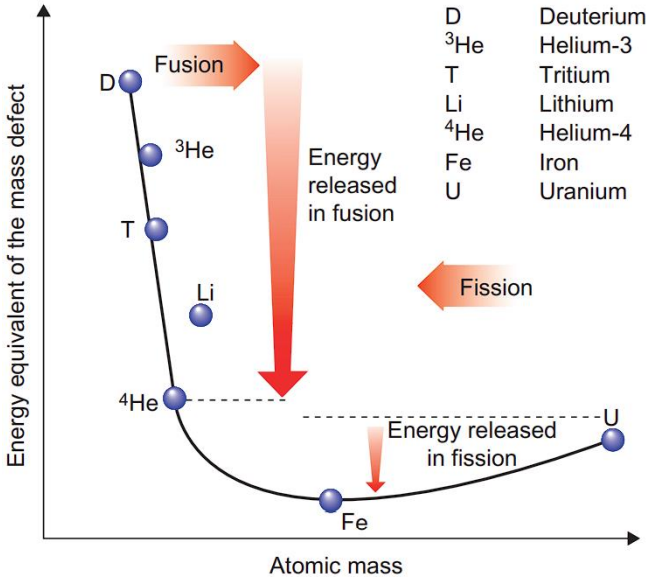
$$\frac{n_i}{n_n} \approx 2{,}4 \cdot 10^{21} \frac{T^{\frac{3}{2}}}{n_i} e^{\frac{-U_i}{kT}}. \qquad (1)$$

Nejslibnějším využitím plazmatu je bezesporu termonukleární fúze. U tohoto potenciálního zdroje energie budoucnosti se však musí, mimo jiné, splnit podmínky pro udržení vysokoteplotního plazmatu a ohřevu na dostatečnou teplotu. Na rozdíl od jaderného štěpení se při fúzní reakci spojují dvě lehká atomová jádra a vytvoří jedno jádro těžší. Tento proces uvolňuje energii, protože celková hmotnost výsledného jediného atomového jádra je menší než součet hmotností původních dvou jader (Obr. 1) [7].



Obr. 1: Fúzní reakce mezi deuteriem a tritiem za vzniku ^{4}He [7].

V principu lze využít několik fúzních reakcí, ovšem s ohledem na náročné fyzikální podmínky k dosažení zapálení paliva se nejvíce energie uvolní při reakci mezi dvěma izotopy vodíku, deuteriem a tritiem. D+T reakce produkuje 3,5 MeV alfa částic a 14 MeV v podobě neutronu (Obr. 1). Pro porovnání: D+D reakce produkuje 2,45 MeV a při T+T reakce se uvolní ve formě neutronu 11,3 MeV. K výrobě fúzní energie pomocí D+T reakce je zapotřebí palivo ve formě deuteria a lithia. V mořské vodě je dostatek deuteria (cca 35 mg na 1 l), to znamená, že samotná fúze s deuteriem by při současné světové spotřebě energie zásobovala Zemi několik miliard let. Naopak tritium se v přírodě nevyskytuje. Je mírně radioaktivní s poločasem rozpadu 12,3 let, a proto musí být vyráběné uvnitř reaktoru za pomoci již zmíněného lithia. Porovnání energetického zisku na jednotku hmotnosti při fúzi a při štěpení je na Obr. 2. Reakcí mezi neutronem a jádrem lithia vzniká jádro helia spolu s jádrem tritia, které lze extrahovat a recirkulovat v reaktoru (Obr. 4) [2; 3; 7].



Obr. 2: Porovnání energetického zisku na jednotku hmotnosti při fúzi a při štěpení [7].

Aby vůbec došlo k fúzní reakci, musí se jádra deuteria a tritia dostat na dostatečně blízkou vzdálenost neboli musí překonat coulombický odpor. Toho lze dosáhnou zahřátím D+T plynu na dostatečně vysokou teplotu (~ 20 keV nebo 200 milionů °C) aby v důsledku teploty a pohybu částic docházelo ke srážce iontů a vzniku plazmatu z D+T reakce (Maxwell-Boltzmannovo rozdělení). Elektrony tak již nejsou vázány na jádra a celý systém se stává superpozicí dvou plynů záporně nabitých elektronů a kladně nabitých iontů. Největší problém ale nastává u energetické bilance mezi dostatečným množstvím fúzních reakcí a energie potřebné k udržení vysokoteplotního plazmatu. Základní energetickou bilanci ve fúzním reaktoru definoval v roce 1955 britský inženýr J. D. Lawson, který popsal závislost mezi teplotou, hustotou a minimální dobou udržení atomových jader. Po něm pojmenované Lawsonovo kritérium určuje minimální parametry pro dosažení kladné energetické bilance fúzní elektrárny a má obecný tvar (2)

$$n\tau_E \geq f(T), \tag{2}$$

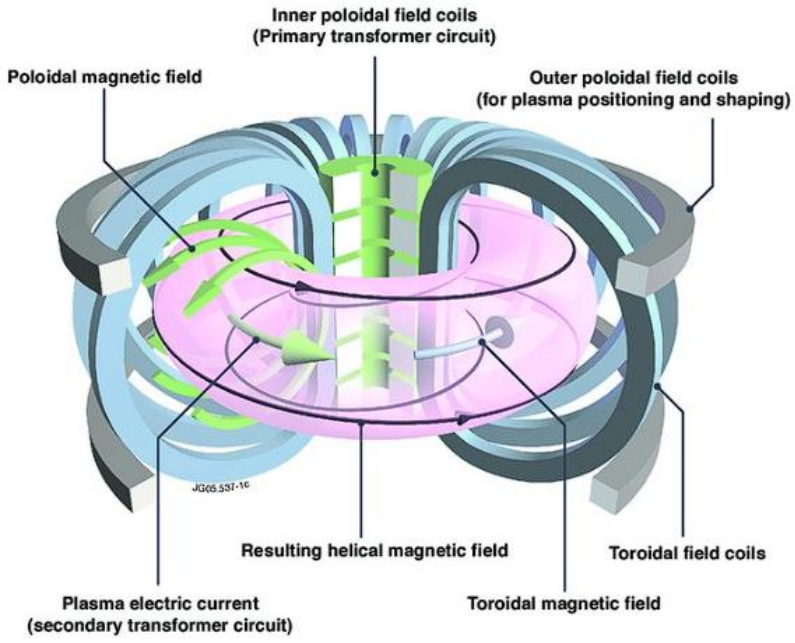
kde *n* označuje hustotu atomových jader, τ_E dobu udržení energie atomovými jádry a *T* teplotu jader [2; 3; 7].

K udržení plazmatu při takto vysokých teplotách existují aktuálně dvě hlavní metody. První způsob je inerciální udržení. V tomto případě je částice pevného paliva ozařována elektromagnetickými vlnami nebo energetickými částicemi. Povrchová vrstva paliva je odstraněna a její částice jsou vyvrženy v radiálním směru. To zároveň vytváří radiální kompresi, která, je-li dostatečně velká, může spálit velkou část paliva za účelem zisku energie z fúzní reakce. Ještě perspektivnější způsob je magnetické udržení, při kterém se využívá nabitých složek plazmatu k jejich udržení v silných magnetických polích. V přítomnosti magnetického pole se nabité částice pohybují podél siločar a jsou proto omezeny v rovině kolmé k magnetickému poli. Ve správné konfiguraci toroidního a poloidálního magnetického pole je plazma udrženo v dostatečné vzdálenosti od fyzických stěn reaktoru (Obr. 3). Za posledních 60 let vzniklo mnoho experimentálních fúzních zařízení: magnetická zrcadla, magnetické pasti, pinče, a rovněž tokamaky a stelarátory [3; 5].

2.1.2 Perspektivní fúzní zařízení

Tokamak

Tokamak (slovo tokamak pochází z ruského výrazu pro „toroidální komoru a magnetické cívky“) je v současnosti považován za nejperspektivnější zařízení na výrobu energie z jaderné fúze. Výzkum tohoto konceptu dominuje obecně celému fúznímu programu a představuje více než 90 % celosvětového úsilí o magnetické udržení plazmatu. Velké sady cívek toroidálního a poloidálního magnetického pole omezují plazma v toroidní komoře s průřezem ve tvaru D. V této konfiguraci se rotační transformace (spirálové magnetické pole), která je potřebná k udržení plazmatu, vytváří indukcí čistého proudu plazmatu (Obr. 3). Podmínky pro udržení plazmatu mohou být realizovány externími zdroji energie (jako ve stávajících fúzních experimentálních zařízeních) nebo pomocí samozahřívání alfa částic produkovaných fúzními reakcemi, které v budoucích komerčních elektrárnách budou vytvářet podmínky pro udržení plazmatu [3; 4].



Obr. 3: Geometrie magnetického udržení u tokamaku [3].

Světový rekord v získané fúzní/tepelné energii drží stále evropský experimentální tokamak JET. V roce 2022 vyprodukoval JET během pěti sekund celkem 59 MJ tepelné energie z jaderné fúze a překonal tak více než dvojnásobně dosavadní rekord. Špičkový výkon 16 MW dosažený nakrátko v roce 1997 ovšem nebyl v nynějších experimentech překonán, protože se pozornost soustředila na dobu trvání fúzní reakce. Velký vědecký přínos by měl zajistit tokamak ITER, který je navržen tak, aby produkoval desetinásobek vstupní energie neboli 500 MW fúzní energie z 50 MW vstupní energie. Projekt ITER je nezbytným mezikrokem, který má otestovat fúzní technologii a poskytnout informace důležité pro výstavbu a provoz komerční elektrárny. Prototyp první fúzní komerční elektrárny je až tokamak DEMO, který bude produkovat elektrický výkon s kladnou bilancí a bude rovněž soběstačný pro výrobu tritia [3; 4; 5; 8].

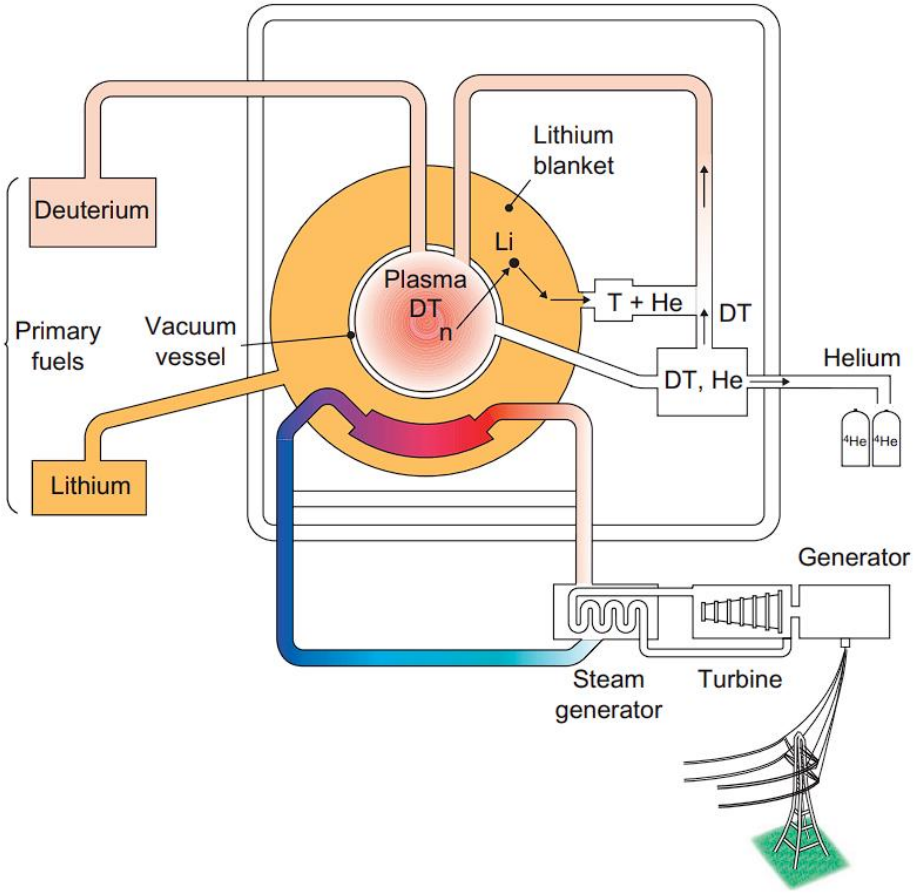
Stelarátor

Dosažení ustáleného provozu v tokamaku je ztíženo vysokou energetickou náročností omezení vysokoteplotního plazmatu, která může vést až k nestabilitě plazmatu a případným komplikacím. Radikálním řešením je opustit linii tokamaku a uvažovat o osově nesymetrických konfiguracích, jako je stelarátor. V této konfiguraci se rotační transformace, která je potřebná k udržení plazmatu, nevytváří indukcí čistého proudu plazmatu, ale prostřednictvím sady externích cívek. Na rozdíl od tokamaků jsou cívky stelarátorů nerovinné se zprohýbanými tvary, které se opakují v periodických sériích. První koncept tohoto zařízení byl sestaven v roce 1951 v Princetonu a v současnosti je nejznámějším a největším představitelem stelarátoru Wendelstein 7-X v německém Greifswaldu. Stelarátor má hned po tokamaku největší potenciál stát se hlavním představitelem fúzního reaktoru a fúzní elektrárny [3; 4; 5].

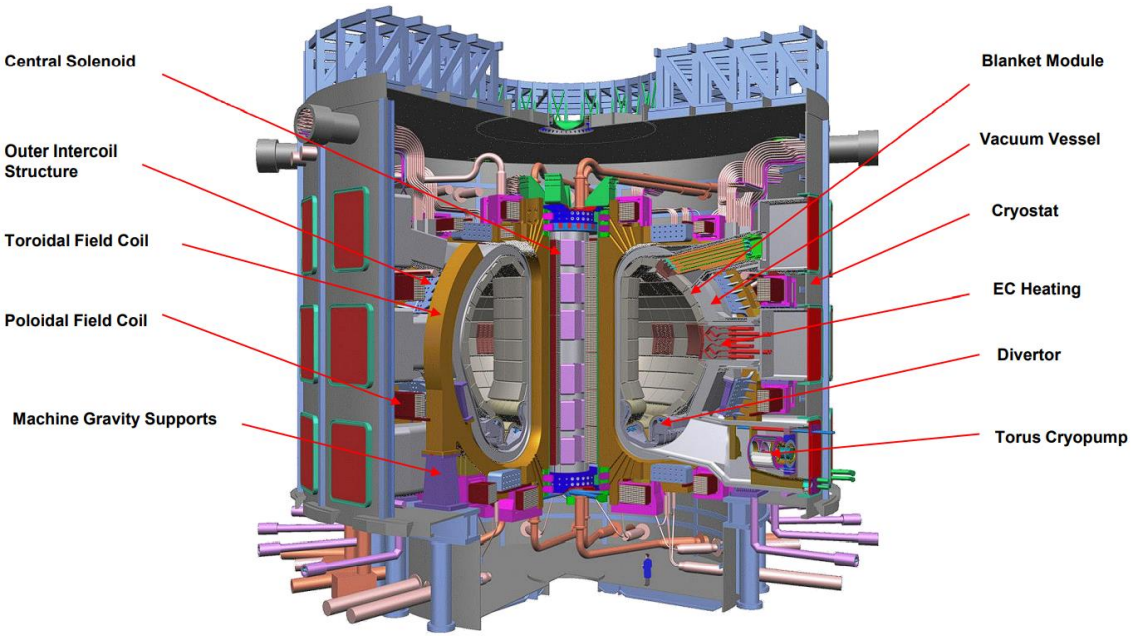
2.1.3 Konstrukce termonukleárního reaktoru ITER

Nejambicióznější spoluprací 35 států v oblasti fúze je Mezinárodní termonukleární experimentální reaktor ITER (latinsky „cesta“), který je v současné době ve výstavbě na jihu Francie. Tento největší experimentální tokamak má za cíl vyzkoušet a otestovat první fúzní reaktor s kladnou energetickou bilancí a tím přiblížit lidstvo k výstavbě komerční fúzní elektrárny (DEMO). S kladnou energetickou bilancí souvisí i celková velikost reaktoru ITER, kdy celkový objem plazmatu v zařízení bude 837 m^3 a hmotnost reaktoru se bude pohybovat okolo 23 tisíc tun. Řez fúzního reaktoru ITER a jeho velikost v porovnání s člověkem je zobrazeno na Obr. 5. Výstavba zařízení je v plném proudu od roku 2010 a první zkušební spuštění se plánuje na konec roku 2025. Úplné dokončení se předpokládá v roce 2035 [2; 3; 5; 9].

Palivo deuteria a tritia se spaluje při vysokých teplotách v centrální reakční komoře. Uvnitř reakční komory je energie neutronů, produkována fúzní reakcí, absorbována jako teplo ve stěnách vakuové komory. Vnitřek vakuové komory je obložen moduly neboli blankety, které obsahují lithium. Nabité částice, fúzní neutrony, rentgenové a ultrafialové záření reagují s lithiem a přeměňují jej na tritium (palivo). K přeměně fúzní energie na elektřinu se používá konvenční parní generátor jako v každé jiné elektrárně. Odpadním produktem fúzní reakce je helium. Princip navrhované fúzní elektrárny je zobrazen na Obr. 4 [2; 7].



Obr. 4: Schéma navrhované fúzní elektrárny [7].



Obr. 5: Návrh fúzního reaktoru ITER [9].

Součásti čelící vysokoteplotnímu plazmatu ve fúzním reaktoru, tedy divertor a blanket – first wall, jsou vystaveny převážně intenzivnímu tepelnému zatížení a vysokým energetickým tokům neutronů z fúzní reakce. Tyto procesy, obecně označované jako ,,plasma wall interaction“, budou mít zároveň silný vliv na výkon plazmatu a mají velký dopad na degradaci a životnost první stěny (first wall) a spojovacího rozhraní mezi krycím materiálem a konstrukční částí sloužící jako výměník tepla. Na rozdíl od jiných experimentálních tokamaků musí ITER také zajistit adekvátně nízkou retenci tritia za přítomnosti velkého množství paliva a bude tedy prvním tokamakem, u kterého bude životnost komponentů čelících plazmatu (Plasma Facing Components – PFC) v důsledku eroze v ustáleném stavu pravděpodobně problém [10; 11; 12].

Následující část se věnuje hlavně divertoru a blanketu – first wall, ale i ostatním základním konstrukčním PFC komponentům, jako jsou magnety, vakuová komora a kryostat, které jsou zobrazeny na Obr. 5.

Blanket

Základní funkcí blanketu je poskytnout primární tepelnou a jadernou ochranu externím součástím fúzního reaktoru. Hlavní koncept blanketových modulů spočívá v modulární konfiguraci pomocí mechanického uchycení, přičemž tyto moduly jsou připojeny přímo k vakuové komoře. Na jednom sektoru vakuové komory je dohromady 18 blanketových modulů. Jeden modul může vážit maximálně 4,5 t s ohledem na nosnost sektoru vakuové komory a případné deformace (Obr. 8) [13; 14].

Blanketový modul je rozdělen na dvě části: zadní chránící blok a oddělitelná první stěna. Zadní část je čistě ocelový chránící blok s radiální tloušťkou zhruba 37 cm, který zároveň ukrývá systém pro chlazení vodou. Oddělitelná první stěna se skládá z 1 cm silné beryliové vrstvy, 1 cm vrstvy mědi pro větší rozptyl tepelné zátěže a asi 10 cm ocelové konstrukce. Rozhraní materiálu, jako je Be – Cu a nerezová ocel, je spojeno pomocí izostatického lisování za tepla (HIP). Tato součást se stane nejvíce aktivovanou a nejvíce kontaminovanou tritiem v celém zařízení ITER. Aby byl umožněn praktický způsob údržby, je všech 421 blanketů odmontovatelných, a navíc se první stěna skládá ze čtyř nebo šesti samostatných panelů v závislosti na zvolené variantě pro upevnění. Každý modul je připojen k sektoru vakuové komory pomocí 4 pružných článků, radiálně tuhých, ale poddajných proti toroidním nebo poloidálním pohybům. Tato flexibilita modulu je nutná kvůli střídavé tepelné roztažnosti a efektu „prohýbání“ během každého plazmového pulzu. Parametry chránícího blanketu jsou shrnuty v Tabulce 1 [13; 14].

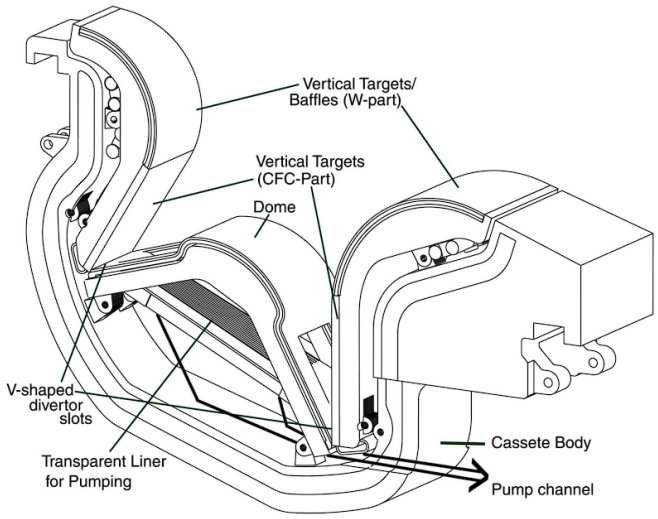
Tabulka 1: Parametry blanketu ITER [14].

Parametry	Jednotka	Hodnota
Celkový tepelný výkon	MW	690
Tepelný tok na první stěně (prům./max)	MW/m^2	0,25/0,5
Neutronové zatížení na první stěnu (prům./max)	MW/m^2	0,56/0,78
Plocha povrchu první stěny	m^2	680
Hmotnostní limit pro modul	t/modul	4,5
Typický rozměr blanketu	mm	1415×1095×450

Divertor

Hlavní funkcí divertoru je odčerpat hlavní část výkonu alfa částic (jádro He) a nečistoty z plazmatu. Obdobně jako blanket spadá divertor do kategorie součástí, které jsou přímo vystaveny vysokoteplotnímu plazmatu. Nejenže musí snášet vysoké tepelné zatížení, ale i poskytovat ochranu vakuové komoře a magnetickým cívkám v blízkosti divertoru proti neutronovým tokům. Divertor sdílí s blanketem i podobnou modulární filozofii a způsob údržby. Celkem 54 kazet divertoru, z nichž každá váží cca 9 t, je namontováno na prstencových kolejnicích připevněných ke dnu vakuové komory [10; 14; 15].

Geometrie divertoru je založena na matematických simulacích Monte Carlo a extrapolací z výsledků jiných experimentálních tokamaků. Referenční konfigurace divertoru se skládá z těla kazety, z vnitřního a vnějšího vertikálního terče/přepážky a kopule uprostřed (Obr. 6). Vnitřní a vnější terče na každé kazetě jsou rozděleny na dvě části, aby se snížilo elektromagnetické zatížení. Nosná konstrukce je vyrobená z austenitické oceli, na které je namontováno pole jednotlivých monobloků z W opět s mezivrstvou vysokopevnostní mědi (původní koncept obsahoval vertikální terče z CFC kompozitu). Očekávaná teplota u povrchu divertoru je cca 1300 K na vnějším a cca 800 K na vnitřním vertikálním terči. Očekává se, že standardní řešení divertoru bude dostatečné pro zvládnutí tepelného neutronového zatížení ITER. Není však jasné, zda může fungovat i pro mnohem větší tepelné zátěže DEMO. To je předmětem probíhajících výzkumů [10; 13; 14].



Obr. 6: Původní koncept kazety divertoru z CFC a W [14].

Magnetický systém

Plazma je omezeno a tvarováno kombinací magnetických polí ze tří hlavních zdrojů: cívky toroidního pole, cívky poloidálního pole a samotnou rotační transformací v důsledku indukce čistého proudu plazmatu. S ohledem na cílený ustálený provoz ITERu jsou všechny cívky supravodivé: měděné cívky by vyžadovaly příliš velký elektrický výkon, než by bylo přijatelné pro budoucí reaktory. Cívky z Nb3Sn proto musí být chlazené heliem na teplotu zhruba 4,5 K, které bude dosaženo v kryostatu. Osmnáct supravodivých korekčních cívek vložených mezi toroidní a poloidální cívky bude kompenzovat geometrické chyby magnetického pole [14; 16].

Vakuová komora

Primární funkcí vakuové komory je vytvářet a udržovat vysoké vakuum, nezbytné pro omezení přítoku nečistot do plazmatu a zároveň být mechanickou podporou součástí uvnitř komory reaktoru. Kromě ochrany proti proudu neutronů musí vakuová komora snášet vysoké tepelné namáhání, protože zatímco uvnitř reaktoru bude probíhat fúzní reakce při teplotách několika milionů stupňů, na druhé straně komory se musí teplota kvůli supravodivým cívkám blížit absolutní nule. Poskytuje též první bariéru pro omezení tritia a aktivovaného prachu [14; 17].

Vakuová komora je torusovitá konstrukce s dvojitou ochranou stěnou, která je, stejně jako celý magnetický systém, umístěna uvnitř kryostatu. Uvnitř těchto plášťů z nerezové austenitické oceli bude chladící voda cirkulovat, aby odváděla teplo generované fúzními reakcemi. Tato konstrukce musí poskytovat veškerý přístup k plazmatu přes porty pro diagnostiku, topné systémy, čerpací soustavu, vodovodní potrubí atd. [14; 17].

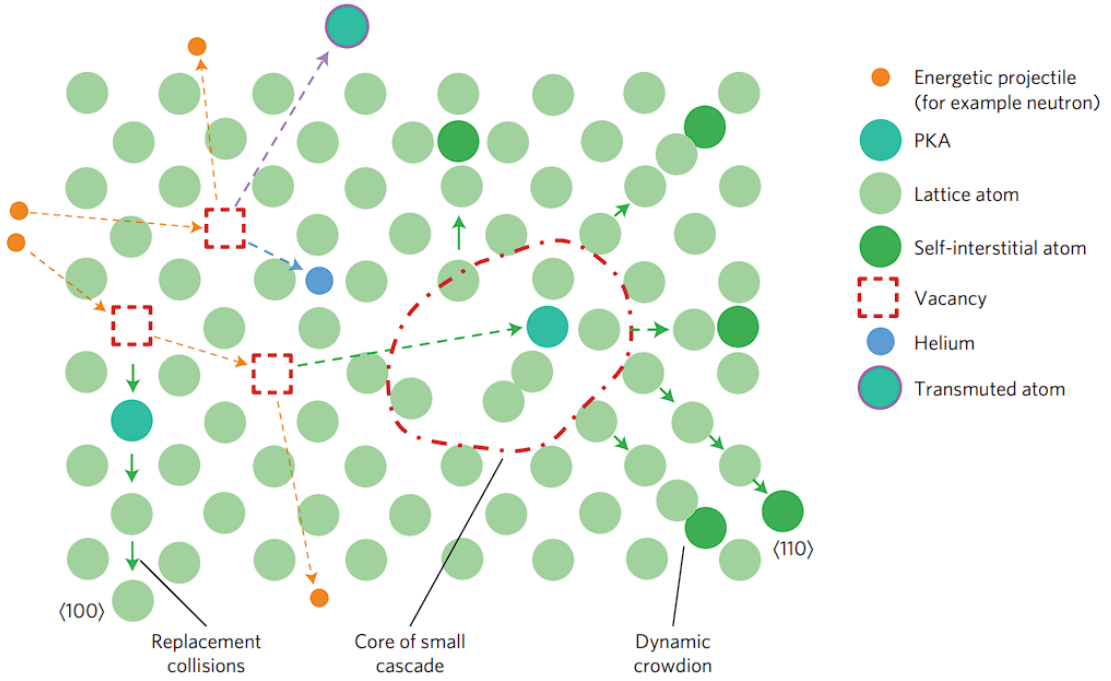
Kryostat

Kryostat ITERu je největší vysokovakuová tlaková komora z nerezové oceli, jaká kdy byla vyrobena (16 000 m^3). Poskytuje vakuové prostředí k omezení konvekčního přenosu tepla do supravodivých magnetů a tvoří sekundární bariéru pro fúzní reakci uvnitř vakuové komory. Celková velikost kryostatu je definována velikostí největších komponent, které obklopuje, tedy dvou největších poloidálních cívek. Aby byl zajištěn přístup pro údržbu všech komponent, dosahuje velikost kryostatu v průměru 28 m a na výšku 30 m. Hlavní zatížení, kterému musí kryostat odolávat během normálního provozu, bude vnější přetlak 0,1 MPa. Kvůli bezpečnosti je pak kolem celého kryostatu postaven kryt z boritanového betonu, který omezuje radioaktivní kontaminaci při případné havárii [14; 17].

2.1.4 Používané materiály

Technologické výzvy fúzní energie jsou úzce spojeny s dostupností vhodných materiálů schopných spolehlivě odolat extrémně náročným provozním podmínkám fúzních reaktorů. Ačkoli materiály pro jaderný a termonukleární reaktor vykazují společné rysy, výzkum „fúzních“ materiálů je co do rozmanitosti širší. Tvrdší monoenergetické spektrum spojené s fúzními neutrony z D+T reakce (14 MeV ve srovnání s <2 MeV v průměru pro štěpné neutrony) uvolňuje značné množství vodíku a hélia jako transmutačních produktů, které by mohly vést ke strukturní degradaci a aktivaci konstrukčních materiálů po několika letech provozu. Jedná se hlavně o radiační zkřehnutí, narůstání objemu kovu radiací (swelling) a radiační creep. Tato degradace je většinou lokalizována v prvních několika desítkách centimetrů od povrchu u součástí vystavených plazmatu. Vakuová komora je tedy vystavena velmi nízké úrovni ozařování neutrony a zachovává si své strukturální vlastnosti po celou dobu životnosti reaktoru. Naopak komponenty čelící plazmatu bude nutné vyměnit každé 3-4 roky [3; 18].

Radiační poškození lze kvantifikovat pomocí počtu vyražených atomů za 1 s (dpa). Atom v krystalografické mřížce, který absorboval energii neutronů, je vyražen z uzlové polohy mřížky a svojí energii uvolňuje ve formě přemístění okolních atomů za vzniku bodových poruch a dislokací (PKA - primary knock-on atom). Průměrné radiační poškození u PFM (Plasma Facing Materials) se odhaduje cca 2 dpa v ITERu a až 100–150 dpa ve fúzním reaktoru DEMO. Výzkum v tomhle ohledu rozhodně není u konce a je potřeba stále objevovat a zdokonalovat materiály, které by v budoucnu odolávaly výrazně většímu radiačnímu poškození (Obr. 7) [3; 18].



Obr. 7: Schematické znázornění radiačního poškození [18].

Dalším kritickým problémem je vysoký tepelný tok, který během normálního provozu ITERu bude dosahovat hodnoty 0,5 MW/m^2 u blanketu a 10 MW/m^2 u divertoru, nicméně tato hodnota může krátkodobě vyšplhat až k tisícům MW/m^2. PFM tedy musí mít vysokou tepelnou odolnost (vysoká teplota tání), která zabrání/minimalizuje tavení a odpaření materiálu při rychlém ohřevu. Zároveň by měl mít vysokou tepelnou vodivost, která umožní rychlé odvedení tepla do chladicích kanálků [11; 19].

Důležitý parametr PFM je také atomové číslo použitého materiálu. U materiálu s vysokým atomovým číslem (např. W) je eroze za normálních podmínek podstatně nižší než eroze (sputtering) vyvolaná plazmatem u materiálů s nízkým atomovým číslem (C, Be). Na druhou stranu atomy materiálu s vysokým atomovým číslem se při ionizaci stávají intenzivním zdrojem rentgenového záření a způsobují tak vysoké energetické ztráty. Současné provedení uzavřeného evakuovaného divertoru ovšem zabraňuje zpětnému průniku ionizovaných atomů wolframu z divertoru do plazmatu, které by snižovaly výkon plazmatu [11; 19; 20].

2.1.5 Konstrukční materiály

Pro vakuovou komoru a hlavní komponenty uvnitř vakuové komory ITERu je použita jako konstrukční materiál austenitická nerezová ocel typu AISI SS 316L(N)-IG (nejbližší ekvivalent DIN EN X2CrNiMo17-12-2, EN 1.4404). Navrhovaná jakost oceli má optimální kombinaci hlavních legujících prvků (C, N, Ni, Cr, Mn a Mo) s přesnou specifikací jejich přípustného rozsahu složení. Úzká specifikace zajišťuje optimální mikrostrukturu (austenitická fáze s obsahem δ-feritu ≤ 1 %) a předvídatelné mechanické vlastnosti při změnách teplot. Přísná kontrola obsahu uhlíku a dusíku zajišťuje uspokojivou odolnost proti koroznímu praskání základního kovu a svarů a také požadovanou pevnost materiálu (Tabulka 2). Mechanické vlastnosti navrhované třídy jsou lepší než u ocelí 316L a 316LN. Vyšší pevnost je kombinována s dobrou tažností (Tabulka 3). Dovolené napětí je vyšší než u ostatních tříd SS. Navrhovaná jakost je méně náchylná k praskání při opětovném zahřátí než oceli stabilizované Ti nebo Nb. Ocel 316L(N) je méně citlivá na radiační křehkost než ocel 304 [14; 21].

Pro ITER jsou nutné pouze drobné úpravy chemického složení, aby bylo možné splnit limity radiační bezpečnosti a požadavek na opětovné svařování. Jedná se především o snížení obsahu Co a Nb. Snížením obsahu Co z 0,25 % na 0,05 % se zároveň snižuje rozpadové teplo ve vakuové komoře o cca -20 % a pomáhá snížit aktivaci složek. Nb zase produkuje radioizotopy s dlouhým poločasem rozpadu a tím pádem znemožňuje případnou recyklaci materiálu v novém reaktoru. Proto je nízký obsah těchto prvků v konstrukčních materiálech prioritou [14; 21].

Tabulka 2: Chemické složení oceli AISI SS 316L(N)-IG [21].

C	Ni	Co	Cr	Mo	Nb	B	Ta
≤ 0,03	12,3	≤ 0,05	17,5	2,5	≤ 0,1	≤ 0,001	≤ 0,01
Cu	**Ti**	**Mn**	**Si**	**P**	**S**	**N**	
0,3	≤ 0,1	1,8	≤ 0,5	≤ 0,025	≤ 0,01	0,07	

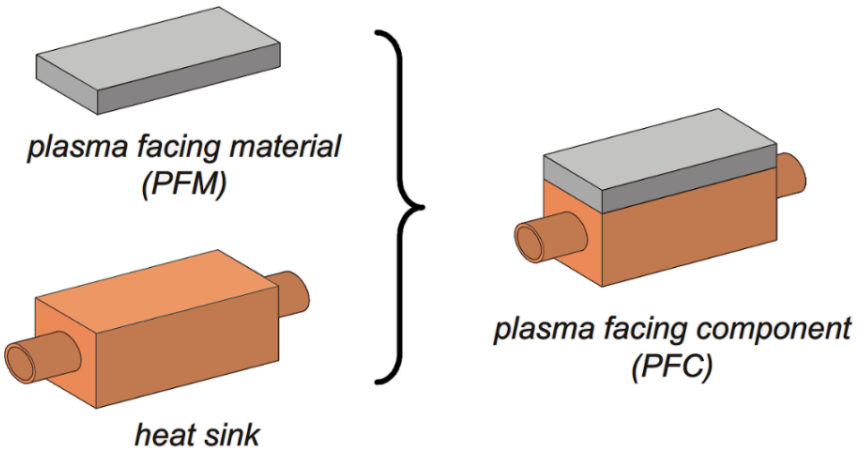
Tabulka 3: Základní mechanické vlastnosti oceli AISI SS 316L(N)-IG [21].

Teplota (°C)	R_m (MPa)	R_p0,2 (MPa)	Tažnost (%)
20	525 - 700	≥ 220	≥ 45
250	≥ 415	≥ 135	-

U budoucích fúzních reaktorů (DEMO), u kterých hrozí výrazně větší radiační poškození, není možné ocel typu AISI SS 316L(N)-IG použít, ale je potřeba použít materiál s nižšími aktivačními vlastnostmi a lepší odolností vůči radiačnímu poškození. Vzhledem k tomu, že při fúzní reakci nevznikají radioaktivní materiály (primární zdroj odpadu u štěpení), je otázka aktivace omezena na konstrukční materiály a PFM. Mezi konstrukčními materiály, které byly dosud zkoumány, se jako nejlepší řešení jeví feriticko-martenzitické oceli se sníženou aktivací RAFM (např. EUROFER). Oceli RAFM se liší od austenitických ocelí tím, že Mo, Ni a Nb jsou nahrazeny W, Ta, V anebo Ti, které mají lepší chování při ozařování neutrony. Tyto slitiny dosahují dostatečně nízké úrovně radioaktivity v dostatečně krátké době takovým způsobem, že všechny materiály reaktoru lze snadno recyklovat v novém reaktoru [3; 22].

2.1.6 Materiály čelící plazmatu (PFM)

Mezi obecné požadavky pro PFC především patří vysoká tepelná vodivost, nízká aktivace neutrony a přijatelná cena. Komponenty čelící plazmatu se dále rozdělují na chladič a vrstvy materiálu čelící plazmatu (PFM). Chladič/tepelný výměník je z vyroben z již zmíněné konstrukční oceli a musí zabezpečit kompatibilitu s chladicí kapalinou, dostatečné mechanické vlastnosti a soudržnost rozhraní s PFM (např. pomocí technologie HIP). Nejvíce namáhaná část ve fúzním reaktoru je PFM. Takovýto materiál musí odolávat radiačnímu poškození (radiační zkřehnutí, radiační creep, narůstání objemu kovu vlivem radiace – swelling atd.), poskytovat kompatibilitu s plazmatem (nízké atomové číslo), mít vysokou teplotu tání a zároveň také zajistit dobrou odolnost proti tepelným šokům (Obr. 8). V této kapitole jsou uvedeni nejperspektivnější kandidáti na materiály čelící plazmatu [11; 18].



Obr. 8: Schéma PFC [11].

Wolfram

Wolfram je společně s CFC kompozity jedním z hlavních kandidátů na materiál divertoru ITERu a považuje se za nejperspektivnější materiál u reaktoru DEMO. Jedná se o stříbrnošedý prvek s BCC krystalovou mřížkou, který má nejvyšší teplotu tání ze všech kovů (3410 °C), tepelnou vodivost 140 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ a tepelnou roztažnost $4{,}5 \cdot 10^{-6}$ K^{-1}. Z termofyzikálního hlediska se tedy jedná o ideální PFC materiál. Vyniká ovšem i v mechanických vlastnostech. Ze všech kovů má nejvyšší Youngův modul pružnosti v tahu (411 GPa) a nejmenší stlačitelnost. Na druhou stranu je W tvárný a snadno obrobitelný pouze nad přechodovou teplotu (DBTT), která je u tohoto materiálu zhruba 400 °C. Pod touto teplotou je W velmi křehký. Křehkost negativně ovlivňuje i ozáření neutrony (očekávané radiační poškození v oblasti chladiče je 0,1–0,5 dpa). Aby se předešlo poškození a možné delaminaci tohoto křehkého materiálu, je doporučeno vyhnout se použití W v geometriích s iniciátory trhlin. Nad teplotou 550 °C začíná být náchylný na oxidaci. Dále W vykazuje silnou tendenci k rekrystalizaci při vysokých teplotách hluboko pod bodem tání a s tím související výrazné zhoršení mechanických vlastností. Nevýhodou je i jeho obtížné svařování. Kromě tepelného zbytkového napětí mezi W a ocelí vedou ke špatnému spojení i další faktory, jako je tvorba tvrdých intermetalických částic nebo karbidů kovů, které jsou souvisle rozloženy na hranici spoje [11; 14; 23].

V porovnání s ostatními PFM materiály (Be nebo C) je W během ozařování neutrony významně aktivován. Atomové číslo W (74) je mnohem vyšší než atomová čísla zmíněných prvků, což z W činí nežádoucí materiál z pohledu energetických ztrát plazmatu. Kvůli současnému provedení divertoru ovšem lze využít všechny kladné vlastnosti W, mezi kterými je i např. vysoká prahová energie pro naprašování, stejně jako výtěžnost naprašování, především kvůli vysokému atomovému číslu. Jako referenční materiál pro součásti divertoru ITER bude použit čistý slinutý W. Kromě slinutého W se u novějších fúzních reaktorů uvažuje i o povrchových vrstvách. Mezi potenciálně vhodné technologie žárového nanášení povrchových vrstev pro jadernou fúzi patří technologie RF-ICP, která mimo jiné poskytuje výhody jako např. rychlejší příprava velkých ploch či možnost oprav [11; 14; 23].

Beryllium

Především díky svému nízkému atomovému číslu (4), které je nižší než u uhlíku a výrazně nižší než u wolframu, je hlavním materiálem blanketu zvoleno beryllium. Díky své afinitě ke kyslíku je to vynikající materiál, který zaručuje stabilní výkon plazmatu s nízkou úrovní nečistot a zároveň ve srovnání s uhlíkem také vykazuje lepší odolnost proti erozi. Kromě toho se Be vyznačuje poměrně dobrou tepelnou vodivostí (190 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$). Mezi nevýhody patří nízká teplota tání (1285 °C), vysoká stlačitelnost a degradace mechanických vlastností během ozařování neutrony. Při teplotě menší než 300 °C a radiačnímu poškození 1,7 dpa se odhaduje, že tažnost Be bude cca 1 % [11; 14; 23].

V ITERu budou použity moduly blanketu z Be vyrobené izostatickým lisováním za tepla. Dalším možným způsobem výroby těchto modulů je plazmatem stříkané Be. Největší výhoda této technologie spočívá v možné rychloopravě poškozeného modulu a snížení radioaktivního materiálu při případné výměně. Ve srovnání s technologií HIP má plazmově stříkané Be nižší odolnost proti tepelným šokům, nižší mechanické vlastnosti a vyšší poréznost. Vzhledem k jeho toxicitě a obtížné manipulaci je počet laboratoří schopných stříkat Be velmi omezený [14; 23].

CFC kompozity

Kompozity z uhlíkových vláken byly vybrány jako referenční materiál v určitých částech divertoru kvůli absenci tavení, jejich vysoké odolnosti proti tepelným šokům, nízké tepelné únavě (pomalé šíření trhlin) a jejich vysoké tepelné vodivosti ve srovnání s konvenčními materiály. S ohledem na funkci a umístění v reaktoru jsou CFC kompozity vybírány s různými parametry, např.: vysoká tepelná vodivost (čím vyšší je tepelná vodivost, tím vyšší je životnost proti erozi), 3D struktura (ve srovnání s 1D a 2D materiály má 3D struktura izotropnější vlastnosti a vyšší odolnost proti tepelným šokům) a hustota a pórovitost (vyšší hustota a nižší pórovitost jsou vhodnější, aby se minimalizovala absorpce a odplyňování plynů). Vlastnosti CFC silně závisí na typu vlákna, jeho struktuře (velikost, objem), způsobu výroby a tepelném zpracování [14].

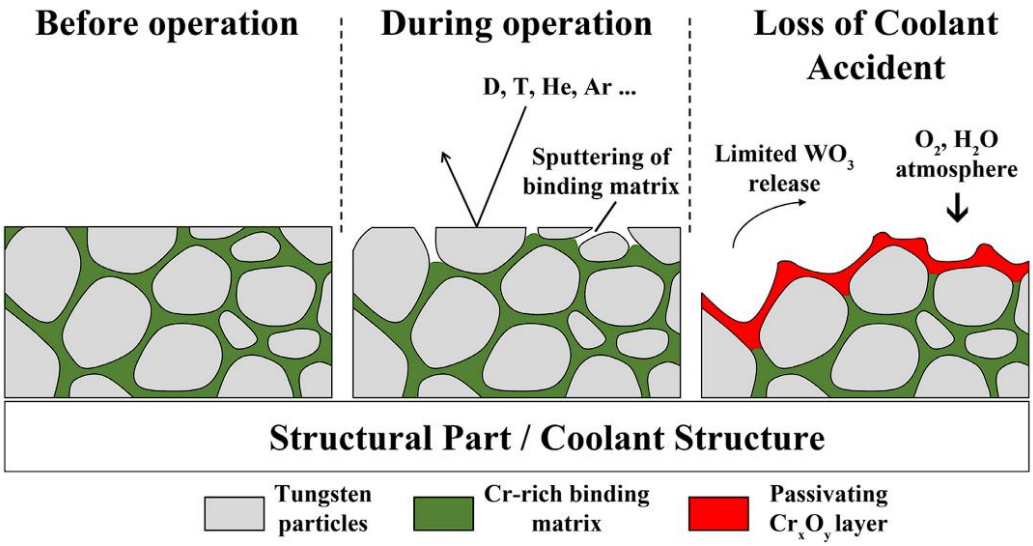
Po radiačním poškození 0,1–0,3 dpa při teplotě 150–1200 °C se neočekávají žádné zásadní změny mechanických vlastností s výjimkou tepelné vodivosti. Nad teplotou 300 °C si CFC kompozit po ozáření zachovává vysokou tepelnou vodivost, ale při nízkých teplotách (pod 300 °C) by po ozáření tepelná vodivost mohla být 3 až 5krát nižší než u neozářeného CFC kompozitu [14].

Chrom

Chrom je prvek s atomovým číslem 24, krystalovou mřížkou BCC a teplotou tání 1907 °C. Patří mezi základní legující prvky, které zajišťují žáruvzdornost a žárupevnost a při obsahu 10-13 % Cr zajišťuje korozní odolnost ocelí. Kromě konvenčního použití slitin Cr (proudové motory, nástrojové oceli) se v poslední době začíná uvažovat i o jeho využití v PFC komponentech. Z termofyzikálního hlediska se sice nejedná o ideální PFM materiál, protože tepelná vodivost Cr je 94 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ a teplotní roztažnost $8 \cdot 10^{-6}$ K^{-1}, ale s ohledem na jeho mechanické a korozní vlastnosti může dobře splňovat funkci matrice [24; 25; 26].

Jednou ze slitin s největším potenciálem PFM materiálu pro reaktor DEMO se jeví slitina W-Cr. Vysoká přechodová teplota a radiační poškození negativně ovlivňují křehkost čistého W a ohrožují strukturální integritu PFC komponent. Použití slitiny W-Cr je v současnosti považováno za nejslibnější řešení tohoto problému. Hlavní potíž ale nastává už při samotné výrobě vysoce čistého prášku Cr, protože i nízká úroveň kontaminace kyslíkem a dusíkem způsobuje snížení kujnosti při pokojové teplotě. To má následně vliv na zpracovatelnost, tvářitelnost a svařování, pájení či plazmové stříkání této slitiny. S tím samozřejmě souvisí i vliv 14 MeV neutronů na přechodovou teplotu a potenciální plastickou nestabilitu [24; 25; 26].

Ochranná vrstva vyrobená práškovou metalurgií má výrazně odlišnou mikrostrukturu od vrstev W-Cr připravených technologií plazmového stříkání či LMD (Laser Metal Deposition). Ve vrstvě W-Cr připravenou technologií RF-ICP nebo LMD jsou jednotlivé částice W obaleny vrstvami bohatými na Cr. Tato jedinečná mikrostruktura by mohla přispět ke spolehlivému chodu jak při provozu reaktoru, tak při havárii LOCA (Loss of Coolant Accidents) se současným vnikáním vzduchu do vakuové komory. Během provozu bude malé množství Cr a Fe v matrici rozprašováno ionty plazmatu a zanechá za sebou ochuzený povrch, na kterém zůstane pouze W, což potlačí další erozi (Obr. 9). V případě havárie LOCA bude W v povrchu reagovat s uniklou vodou nebo vzduchem za vzniku WO_3. Po uvolnění vzniklého WO_3 zůstane na povrchu matrice obohacená o Cr. Poté se mohou vytvořit husté stabilní vrstvy oxidu Cr_xO_y, které chrání částice W pod nimi [24; 25; 26].

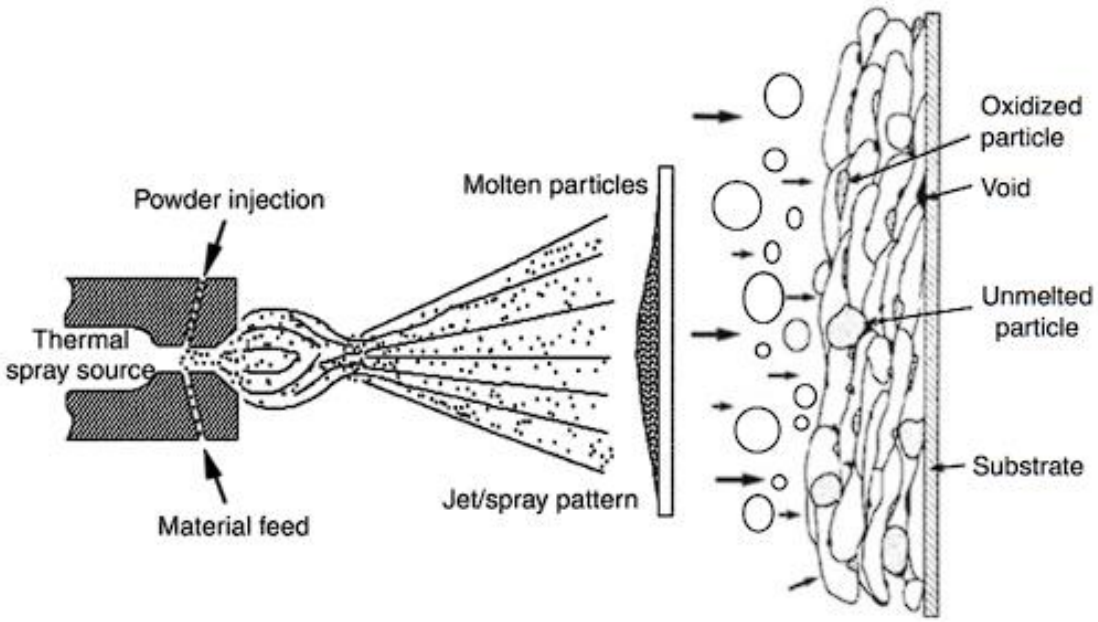


Obr. 9: Schéma ochranné vrstvy W-Cr před provozem, během provozu a při havárii LOCA [24].

2.2 Technologie žárového nanášení

Technologie žárového nanášení (Thermal spray) je obecný termín pro skupinu povlakovacích procesů používaných k nanášení kovových nebo nekovových nástřiků. Na připravený povrch se nanášejí roztavené, poloroztavené nebo pevné částice podle zvolené technologie. Funkční nástřiky lze vytvářet za předpokladu, že se částice při nárazu na substrát plasticky deformují. Toho se docílí buď roztavením, anebo dostatečným urychlením pevných částic (Obr. 10). Po nárazu se vytvoří vazba s povrchem (mechanická, chemická a Van der Waalsova vazba), přičemž následné částice způsobí nárůst nástřiku do jeho konečné tloušťky, která se typicky pohybuje od 50 µm do několika mm (Obr. 11) [27; 28; 29].

Podstata spočívá ve vytvoření proudu procesního plynu pomocí vhodného hořáku nebo pistole v řízené či neřízené atmosféře. Žárové nanášecí hořáky jsou zařízení pro přivádění, urychlování, zahřívání a usměrňování proudu plynu. Vstupní materiál je ve formě prášku, drátu nebo tyče. Dráty a tyče jsou plynule posouvány do stříkací pistole, kde se postupně natavují. Směrem k substrátu jsou pak plynem urychlovány pouze roztavené částice. Jinak je tomu ovšem v případě, kdy se jako vstupní materiál používají prášky. Prášky jsou zaváděny do proudu horkých plynů, jsou urychlovány, ale nemusí být nutně roztaveny před dopadem na substrát (v závislosti na jejich velikosti a trajektorii) [27; 28; 29].



Obr. 10: Proces tepelného nástřiku [28].

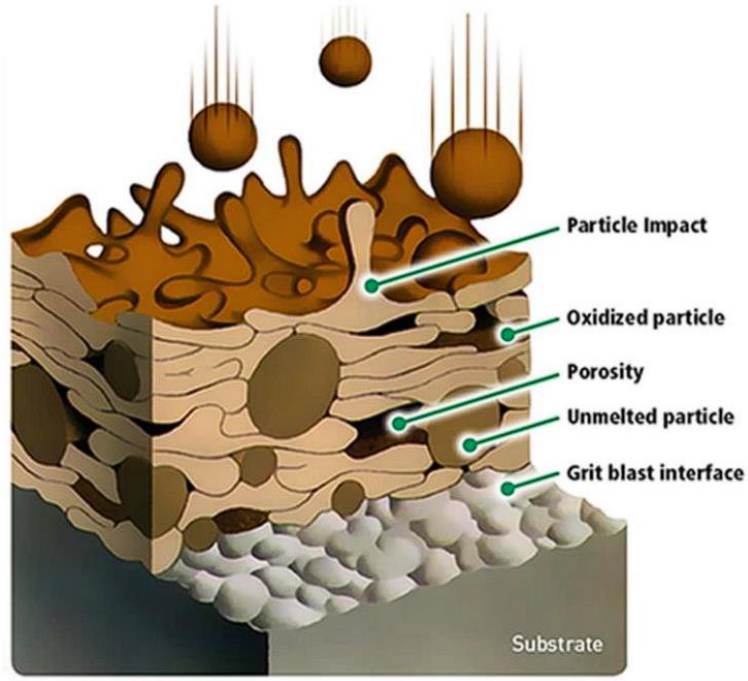
Většina procesů žárového nanášení probíhá v okolní atmosféře, což vede k oxidaci nanášené vrstvy, která se rapidně zvyšuje s použitou teplotou nástřiku. Tuto oxidaci lze potlačit nebo alespoň výrazně omezit, pokud je nástřik prováděn v řízené atmosféře, nízkém vakuu anebo je nástřiku dosaženo pomocí ,,studeného“ procesu. Pokud byl před procesem substrát očištěn od oxidové vrstvy, tak u plazmově stříkaných povlaků kovů nebo slitin navíc nízké vakuum podporuje dobrou přilnavost difuzním spojením. Náklady na zařízení s řízenou atmosférou nebo nízkým vakuem jsou však téměř o řád vyšší, ve srovnání se zařízením určeným pro stříkání v atmosféře [27].

Protože technologie žárového nanášení využívá vysokou entalpii proudu pracovního plynu, vyznačují se tyto procesy vysokou rychlostí nanášení povlaků ve srovnání s jinými procesy (CVD, PVD či galvanické pokovování). Jedinou podmínkou u technologie žárového nanášení je, že u stříkaného materiálu nedochází k jeho rozpadu pod bodem tání. U povlaků nanášených tepelným nástřikem také často dochází k difúzi a povrchovému legování, avšak reakční zóna je velmi tenká kvůli extrémně rychlému ochlazování jednotlivých roztavených kapek dopadajících na podklad. Obecně mezi nevýhody žárového nanášení patří omezený pracovní dosah nástřiků. Nástřik musí být v přímé linii s hořákem/pistolí a také není možné deponovat nástřik na malé, hluboké dutiny, do kterých se hořák nebo pistole nevejdou [27; 28; 29].

2.2.1 Mikrostruktura

Vysoké teploty a dosažené rychlosti částic při tvorbě povlaku žárovým nanášením mají za následek výraznou deformaci „kapek“ materiálu při dopadu na povrch, čímž vznikají tenké lamely, nazývané „splaty“, které přilnou k povrchu substrátu. Jednotlivé splaty se ochlazují vysokou rychlostí (> 10^6 K/s u kovů) a tím se vytvářejí nehomogenní a jemnozrnné polykrystalické nástřiky. S proměnnou rychlostí ochlazování souvisí i tvorba rozdílných fází od amorfních po metastabilní. Nástřiky obvykle obsahují určitou míru pórovitosti (zhruba 0–10 %), roztavené nebo částečně natavené částice, plně roztavené a deformované splaty a také zoxidované inkluze po reakci s atmosférou (Obr. 11) [27; 28; 30].

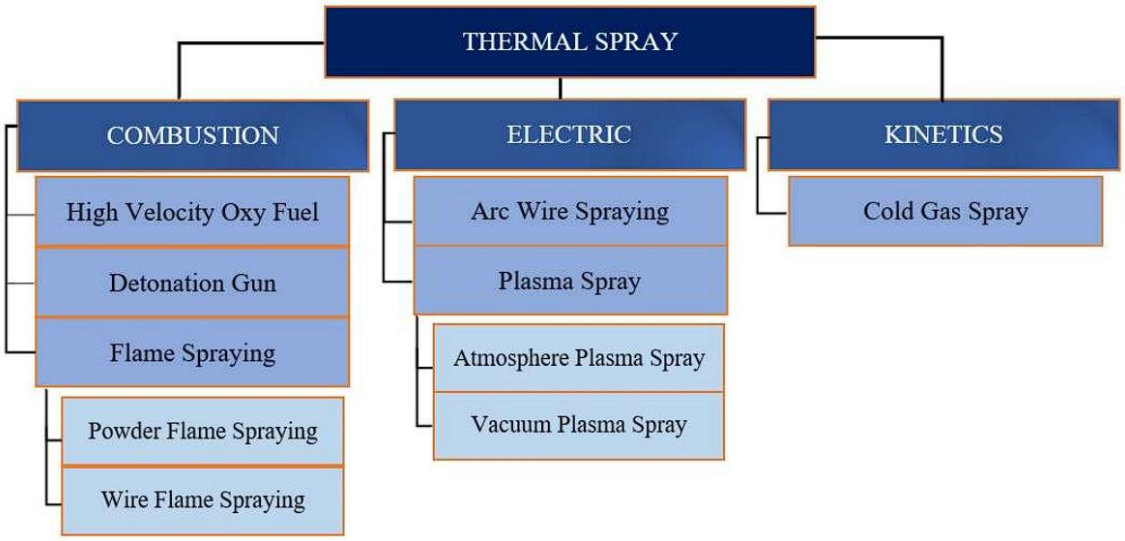
Obecně platí, že vyšší rychlosti částic vedou k jejich větší deformaci, a tím k lepšímu uzavírání dutin v nástřiku a lepší soudržnosti mezi částicemi (kvůli kinetické energii, nikoli tepelné energii). Vysoké rychlosti a vyšší energie nárazu také rozbíjejí oxidové inkluze, což opět vede k lepším mechanickým vlastnostem nástřiku. Kvalitu nástřiku také ovlivňuje vzdálenost mezi hořákem/pistolí a substrátem a úhel dopadu částic [27; 28; 30].



Obr. 11: Typická mikrostruktura žárového nástřiku [30].

2.2.2 Rozdělení metod žárového stříkání

Metody žárového nanášení se obvykle dělí do tří hlavních kategorií: spalovací technologie, elektrické technologie a kinetické technologie, přičemž do každé kategorie spadá řada podskupin (Obr. 12). Výběr vhodné metody žárového stříkání většinou záleží na požadovaném materiálu nástřiku, vlastnostech nástřiku, velikosti a přesnosti vyráběných dílů a v neposlední řadě i na ekonomickém faktoru. Dále je uveden stručný přehled některých komerčně významnějších procesů žárového stříkání [27; 28; 30].



Obr. 12: Základní rozdělení metod žárového stříkání [30].

Spalovací technologie žárového nanášení

Nástřik plamenem je historicky nejstarším spalovacím procesem žárového nanášení. U této metody se pro natavení materiálu nejčastěji používá kyslíko-acetylenový plamen, který dosahuje teploty přibližně 3000 °C. Vstupní materiál je ve formě prášku, drátu nebo tyče a zavádí se převážně axiálně. Pro tento proces je typická rychlost částic nižší než 100 m/s. Jedná se o poměrně jednoduchou a levnou metodu žárového nanášení s vyšší pórovitostí a nižší kohezní pevností. Nevýhodou může být i značné tepelné ovlivnění substrátu [27; 28].

HVOF neboli High Velocity Oxygen Fuel, využívá ke spalování plynné palivo (např. vodík, propan, propylen) a kyslík. Spalování probíhá uvnitř vysokotlaké komory (0,24–0,82 MPa) při teplotách mezi 2500–3100 °C. Za komorou následuje konvergentně-divergentní de Lavalova tryska, která zajišťuje vysoké výstupní rychlosti proudu pracovního plynu (až 2000 m/s) a vysokou rychlost částic. Jako vstupní materiál se většinou používají prášky, které se v závislosti na konstrukci pistole zavádí axiálně nebo radiálně. Nástřiky zhotovené tímto procesem se vyznačují vysokou hustotou a dobrou houževnatostí [27; 28].

Detonační nástřik je proces žárového nanášení pomocí řízené exploze. Detonace se vytváří převážně pomocí směsi acetylenu nebo vodíku a kyslíku (s přídavkem dusíku pro úpravu detonačních parametrů), která je přivedena do z jedné strany uzavřené trubky. Rázová vlna vzniklá hořením vysoce stlačeného výbušného média má za následek vznik vysokotlaké vlny (cca 2 MPa), která vytlačuje částice, jež jsou zahřívány spalinami. Dosahuje se rychlosti pracovních plynů přes 2000 m/s. Na rozdíl od dvou předchozích metod, kde jsou hořlavé plyny a vstupní materiály přiváděny kontinuálně, jsou hořlavé plyny a prášky do detonační zbraně přiváděny v opakujících se cyklech s frekvencí 3–6 Hz. Tímto procesem lze dosáhnout vysoké hustoty nástřiku, kohezní pevnosti a nízkého obsahu zoxidovaných inkluzí [27; 28].

Kinetické technologie žárového nanášení

Cold Spray je metoda nanášení materiálu, při které se nástřiky deponují urychlením vstupního tvárného materiálu ve formě prášku na rychlost 300 až 1200 m/s pomocí konvergentně-divergentní trysky a stlačeného plynu, nejčastěji dusíku nebo helia. Tento proces se běžně označuje jako Cold Gas Dynamic Spraying (CGDS) kvůli relativně nízkým teplotám (0-1200 °C) expandovaného proudu pracovního plynu a částic vycházejících z trysky. Po nárazu na povrch substrátu se nenatavené částice plasticky deformují a postupně tak vytváří nástřik s převážně metalurgickými vazbami (při nárazu se oxidické vrstvy na částicích i substrátu rozbijí a spoj má difuzní charakter). Mezi hlavní výhody tohoto procesu patří absence nežádoucích procesů v kapalné fázi (např. nedochází k oxidaci), vysoká rychlost nanášení, levný provoz a prakticky neomezená velikost a rozměry nástřiku. Velký potenciál má Cold Spray (CS) i jako aditivní technologie [27; 28].

Elektrické technologie žárového nanášení

Elektrický oblouk hoří mezi dvěma dráty, které zároveň plní funkci spotřebních elektrod. Jeden drát je zapojen jako katoda a druhý jako anoda, které jsou připojené k vysokonapěťovému stejnosměrnému zdroji energie. Vstupní materiál u této metody je pouze ve formě drátu namotaném na cívce, stejně jako u procesu svařování elektrickým obloukem. Natavené částice o velikosti několika desítek µm jsou z oblasti oblouku urychlovány rozprašovacím plynem vháněným mezi elektrody směrem k substrátu. Dráty musí být vyrobeny z tvárného materiálu nebo z tvárného materiálu vyplněného netvárným materiálem (např. keramickým práškem). Tyto dráty se běžně nazývají „Cored Wires“ [27; 28].

Jedná se o energeticky účinný proces, protože veškerá vstupní energie se spotřebovává na roztavení kovu v elektrickém oblouku. Rychlost natavených částic závisí především na provozním proudu a teplotě tání a vodivosti stříkaného materiálu. Jednou z hlavních výhod této metody je to, že na substrát nesměřuje žádný horký proud plynu a nehrozí tak vznik tepelně ovlivněné oblasti. Zbytkové napětí je ovšem zapříčiněno přechodem roztavených částic do pevného skupenství (tzv. quench stress). Elektrický obloukový nástřik lze provádět také s použitím inertních plynů nebo v komoře s řízenou atmosférou [27; 28].

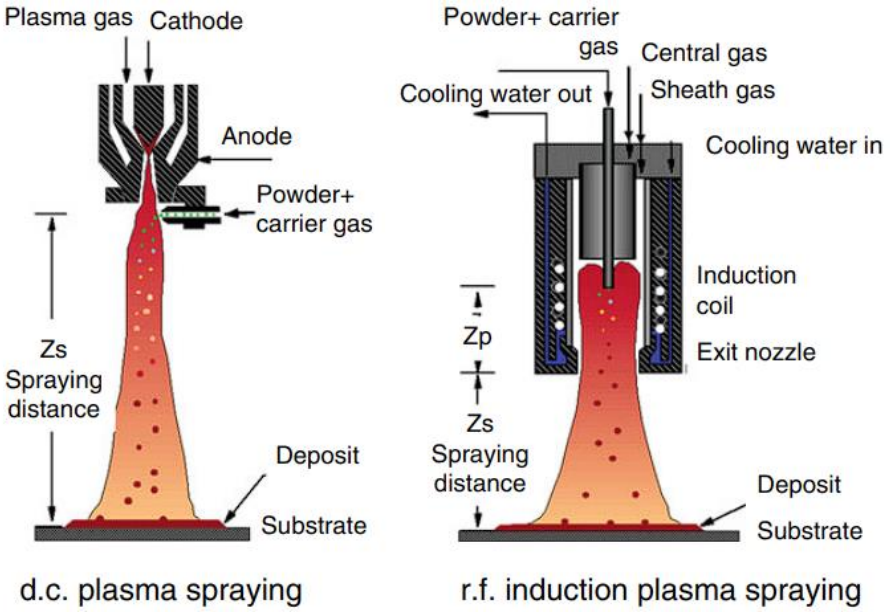
Atmosférický plazmový nástřik (APS), ostatně jako všechny ostatní metody plazmového nanášení, se vyznačuje vysokou provozní teplotu. Teploty plazmatu v oblasti ohřevu vstupního materiálu se pohybují v rozmezí cca 6000–25000 °C, což je výrazně nad bodem tání jakéhokoli známého materiálu. Vstupní materiál je nejčastěji ve formě prášku, ale v poslední době se používají i roztoky a suspenze prekurzorů. Plazma vzniká kontinuálně proudícím inertním plynem (obvykle argon nebo různé směsi argonu, vodíku, helia a dusíku) zahřívaným stejnosměrným obloukem. Vstupní materiál se přivádí prostřednictvím inertního nosného plynu a je urychlován směrem k substrátu proudem plazmatu. Rychlost částic se pohybuje mezi 500 a 2800 m/s. Na rozdíl od nanášení elektrickým obloukem, kde je vstupní materiál nataven přímo v samotném oblouku, dochází u nástřiku plazmatem k natavení vstupního materiálu v proudu plazmatu. Schéma stejnosměrného plazmového nástřiku je zobrazeno na levé straně Obr. 13. Při atmosférickém plazmovém stříkání se teplota substrátu pohybuje v rozmezí 100 až 400 °C, tudíž je kromě plazmové pistole také zapotřebí zařízení pro chlazení nebo regulaci rychlosti stříkání. Komerční plazmové stříkací pistole pracují v rozsahu 20 až 200 kW. Rychlost nástřiku proto značně závisí na konstrukci pistole, plazmotvorných plynech a vstupního materiálu, ať už z hlediska teploty tání, jeho morfologie či hustoty [27; 28].

Vakuový plazmový nástřik neboli Vakuum Plasma Spraying (VPS) či Low Pressure Plasma Spraying (LPPS), je modifikovaná metoda atmosférického plazmového nástřiku. Stříkací zařízení se skládá z konvenční plazmové stříkací pistole vybavené upravenou tryskou pro vyšší tlakové expanzní poměry a reakční komory. Těchto vysokých expanzních poměrů se dosahuje tak, že plazmový paprsek urychlovaný inertním plynem pod tlakem 10 až 50 kPa vstupuje do vakuové komory, která je čerpacím systémem před začátkem procesu odčerpána pod 0,1 kPa. Kvůli tomu má proud plazmatu větší průměr a délku a díky použití konvergentně-divergentní trysky i vyšší rychlost. Současně je odčerpán veškerý zbytkový kyslík nebo vlhkost ve stříkací komoře. Nepřítomnost kyslíku a schopnost pracovat při vyšších teplotách substrátu v komoře vytváří hustší a přilnavější nástřiky s mnohem nižším obsahem inkluzí oxidů. Nevýhodou je vyšší pořizovací cena [27; 28].

Speciálním typem vakuového plazmového nástřiku je technologie Vacuum Induction Plasma Spraying (VIPS), která se také běžně vyskytuje pod pojmem RF-ICP neboli radiofrekvenčně řízené indukčně vázané plazma [27; 28].

2.2.3 Radiofrekvenčně řízené indukčně vázané plazma (RF-ICP)

Radio-frequency inductively coupled plasma (RF-ICP) nachází uplatnění zejména tam, kde je rozhodující vysoká čistota a hustota deponované vrstvy. Jedná se o bezelektrodovou povahu výboje, která umožňuje dosáhnout vysoké čistoty nástřiků (bez zoxidovaných inkluzí) s větší flexibilitou plazmotvorných plynů a snadným axiálním dávkováním vstupního materiálu ve formě prášku. Protože nelze pohybovat plazmovým hořákem vzhledem k substrátu, je RF-ICP omezeno na aplikace, u kterých lze stříkané dílce uložit pod hořák do reakční komory. V této souvislosti je jednou z nejpoužívanějších aplikací Induction Plasma Spraying oblast úpravy prášků, ať už se jedná o jejich zhutňování, čistění anebo sferoidizaci. Mezi nejčastější využití indukčně vázaného plazmatu také patří metody pro stanovení chemického složení, jako např.: optická emisní spektrometrie ICP-OES, hmotnostní spektrometrie ICP-MS atd. [6; 27].



Obr. 13: Porovnání metod plazmového stříkání elektrickým obloukem a RF-ICP [27].

Zdroje radiofrekvenčně řízeného plazmatu se obecně dělí do tří hlavních kategorií z hlediska vazby přenosu energie: Capacitively Coupled Plasma (CPP), Inductively Coupled Plasma (ICP) a Helicon Wave Plasma (HWP). Nejpoužívanějším vysokofrekvenčním generátorem, který dodává potřebnou energii k výboji, je Inductively Coupled Plasma. Rozdíl mezi stejnosměrným plazmovým nástřikem a RF-ICP je zobrazen na Obr. 13 [27; 31].

Radiofrekvenční hořáky využívají měděnou indukční cívku k vytvoření oscilujícího radiofrekvenčního pole (450 kHz až 4 MHz) v hlavici, kterou protéká plazmotvorný plyn. Tato plazmová hlavice představuje nevodivou válcovou trubici z křemene či keramiky. Kolem plazmové hlavice je navinutá vodou chlazená indukční cívka o 4 až 6 otáčkách. Plazmová hlavice tedy musí izolovat plazma od indukční cívky a usměrňovat tok vnějšího plazmového plynu. Zdrojem vysokofrekvenčního proudu protékajícího cívkou je vysokofrekvenční generátor a tento proud pak generuje elektromagnetické pole. V proudícím plazmovém plynu se po zapálení vytvoří volné elektrony, přičemž pro udržení plazmového výboje je zapotřebí elektronům dodávat energii. U indukčně vázaného plazmatu je energie generována interakcí volných elektronů a atomů plynů, zatímco vznikají další nabité částice. Atomy plazmového plynu se tak zahřívají na ionizační teplotu a vzniká řetězová reakce generující indukčně vázané plazma [27; 28; 31; 32].

Vzhledem k absenci elektrod lze u Induction Plasma Spraying používat širokou škálu plazmotvorných plynů, včetně inertních, oxidačních nebo redukčních. Teplota plazmatu se pohybuje mezi 5000 a 10000 °C a rychlost proudu plazmatu na výstupu z trysky hořáku je řádově 10 až 30 m/s. Mezi hlavní parametry ovlivňující kvalitu výsledného nástřiku patří složení a množství plazmového plynu, výkon plazmatu, kvalita vstupního materiálu ve formě prášku a rychlost jeho podávání. Možných proměnných na výslednou kvalitu nástřiku je ale více. J.R. Davis et al. to v knize „Handbook of Thermal Spray Technology“ vystihují souvětím: *„The only absolute in thermal spray is that there are no absolutes. The information given here is offered as generalities, for the most part. In the end, the skill and education of the practitioner will determine what can be accomplished with this versatile and powerful technology.“* [28; 31; 32].

3 Experimentální část

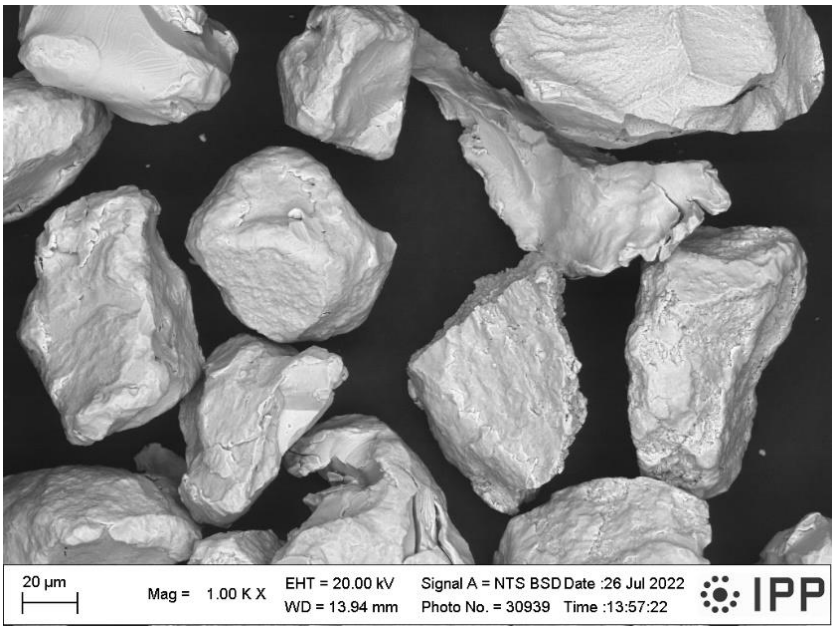
Experimentální část diplomové práce navazuje na problematiku PFM (Plasma Facing Materials) v termonukleárních reaktorech, která je popsaná v části teoretické. Na základě provedené rešerše byla cílem optimalizace depozičních parametrů zvolených prášků Cr a posléze směsí W-Cr, nanesení odpovídajících vrstev pomocí RF-ICP a provedení mikrostrukturní a chemické analýzy deponovaných nástřiků, jejichž výsledky jsou dále popsány v kapitole *4 Výsledky.*

3.1 Materiály

Pro experiment byl použit chromový prášek Cr 99,7 od firmy Exotech a wolframový prášek MP65S od firmy GTP. Jako substrát byly pro depozici použity destičky z korozivzdorné oceli AISI 304 od společnosti Italinox s. r. o.

3.1.1 Chromový prášek

Jako hlavní vstupní materiál pro deponování vrstev byl zvolen chromový prášek Cr 99,7 od americké firmy Exotech. Jedná se o prášek vyrobený mechanickým mletím v nárazovém mlýnu (impact mill). Způsobem výroby je tak dána i výsledná morfologie tohoto prášku, kdy jednotlivé částice mají tvar nepravidelných mnohohranů, jak lze vidět na snímku ze skenovacího elektronového mikroskopu (Obr. 14) [33].



Obr. 14: Morfologie použitého chromového prášku Cr 99,7.

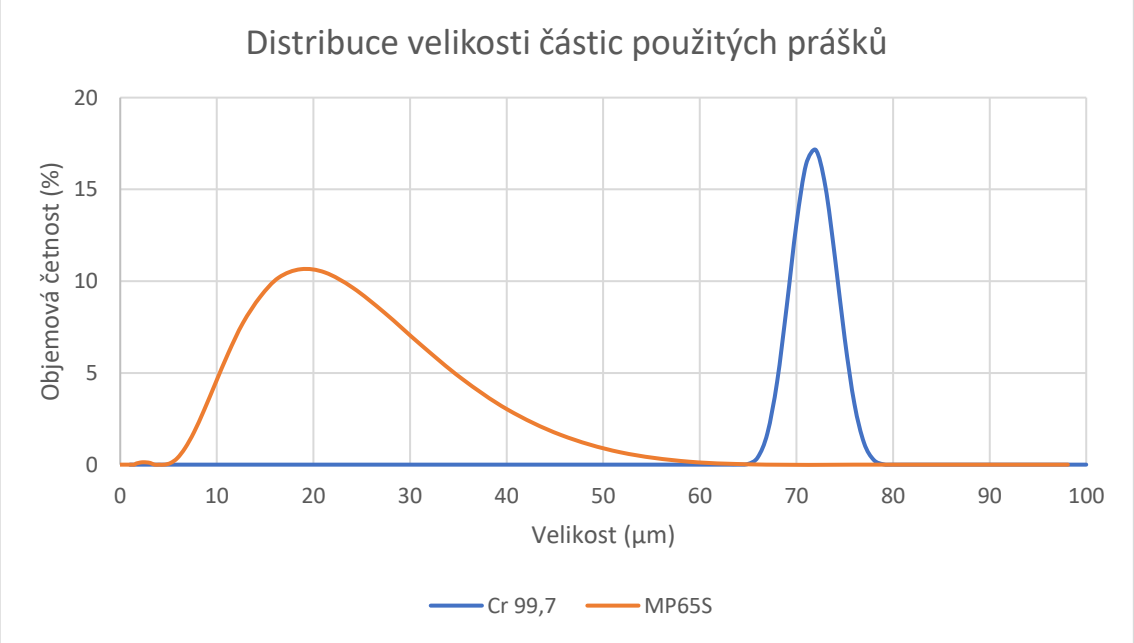
V Tabulce 4 je uvedeno chemické složení chromového prášku Cr 99,7 dle specifikací výrobce (měřeno metodou ICP-OES). Výrobce zaručuje minimální čistotu použitého chromového prášku na 99,7 % Cr, přičemž ve vlastním katalogovém listu u této šarže udává čistotu 99,912 % Cr. Ostatní prvky jsou, kvůli jejich malému množství, uvedeny v ppm (parts per million) [33].

Tabulka 4: Chemické složení použitého chromového prášku [33].

Cr	O	Al	Bi	Co	Fe
99,912 %	1550 ppm	17 ppm	4 ppm	2 ppm	675 ppm
Ni	**Si**	**W**	**Zn**	**C**	**N**
3 ppm	67 ppm	2 ppm	2 ppm	49 ppm	77 ppm

Velikost částic prášku byla měřena na zařízení Mastersizer 3000 od firmy Malvern, přičemž výsledná velikost se pohybovala mezi D_{10} = 51,2 µm a D_{90} = 102 µm a průměrná velikost byla vyhodnocena jako D_{50} = 70,5 µm. Tyto velikosti korespondují s velikostmi pozorovanými v SEM (Obr. 14).

Velikost částic prášku v závislosti na objemové četnosti je zobrazena v grafu distribuce velikosti částic použitých prášků (Obr. 15). Při porovnání modré spojnice trendu, která v tomto grafu náleží prášku Cr 99,7, a oranžové spojnice trendu, která náleží dalšímu použitému prášku MP65S, je dobře vidět, že chromový prášek byl vyroben a dodán v daleko menším rozpětí hodnot velikostí částic. Současně je zde taktéž graficky znázorněn značný rozdíl průměrné velikosti částic (pro Cr 99,7 je D_{50} = 70,5 µm a pro MP65S je D_{50} = 20,0 µm). Tento rozdíl byl zvolen záměrně z důvodu kompenzace velmi rozdílných teplot tavení W a Cr.

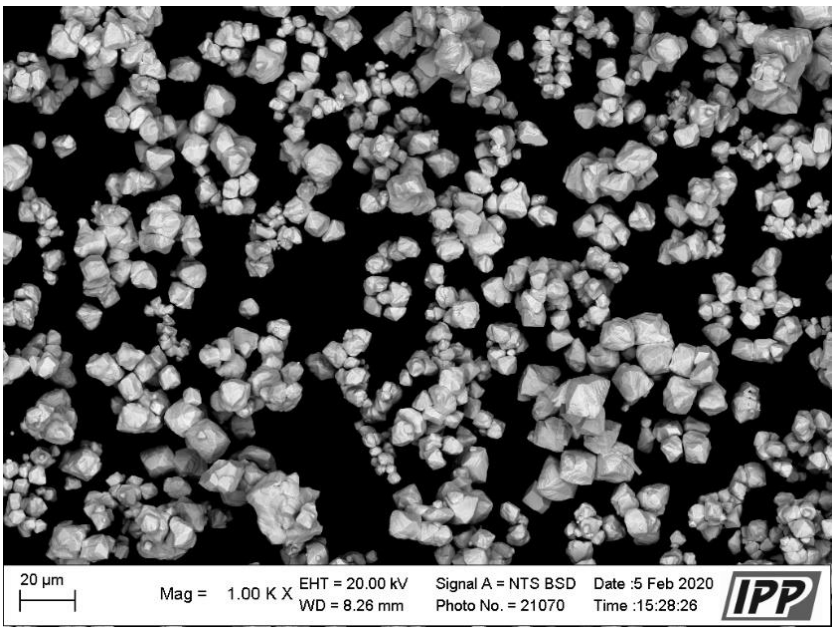


Obr. 15: Distribuce velikosti částic použitých prášků Cr a W.

3.1.2 Wolframový prášek

Vzhledem k předchozím studiím, ve kterých se již povedlo optimalizovat procesní parametry RF-ICP pro kvalitní depozici nástřiku samotného wolframu, bylo možné v experimentu rovnou pokračovat depozicí směsi W-Cr. Z těchto studií se také vycházelo při definování vhodných parametrů pro W-Cr a Cr (Tabulka 7) [23; 34; 35; 36].

Na základě předchozích experimentů byl zvolen wolframový prášek MP65S od společnosti Global Tungsten & Powders, který se vyznačuje, mimo jiné, ideálními vlastnostmi z pohledu dávkování a tavení v plazmatu. Prášek byl vyroben vodíkovou redukcí wolframových rud a po následném prosetí výrobcem se velikost částic prášku použitého v experimentu pohybovala mezi D_{10} = 10,8 µm a D_{90} = 35,5 µm, přičemž průměrná velikost byla vyhodnocena jako D_{50} = 20,0 µm. Tato velikost částic byla ověřena na zařízení Mastersizer 3000 od firmy Malvern a je opět zobrazena v závislosti na objemové četnosti na Obr. 15. V tomto grafu je dobře patrný značný rozsah hodnot velikostí částic. Tuto proměnlivost je možné pozorovat i na snímku ze SEM, kde je zobrazena morfologie prášku MP65S (Obr. 16) [37].



Obr. 16: Morfologie použitého wolframového prášku MP65S.

Výrobce wolframového prášku (GTP) v katalogovém listu udává čistotu 99,95 % W. Množství ostatních detekovaných prvků v použitém wolframovém prášku MP65S jsou v Tabulce 5 opět uvedena v jednotce ppm (měřeno metodou ICP-OES). Uvedené výsledky chemické analýzy se vztahují pouze na tuto konkrétní šarži použitého wolframového prášku [37].

Tabulka 5: Chemické složení použitého wolframového prášku [37].

W	O	Al	Ca	Cr	Fe
99,95 %	80 ppm	< 10 ppm	2 ppm	5 ppm	3 ppm
K	**Mn**	**Mo**	**Na**	**Ni**	**Pb**
3 ppm	2 ppm	10 ppm	3 ppm	6 ppm	< 5 ppm

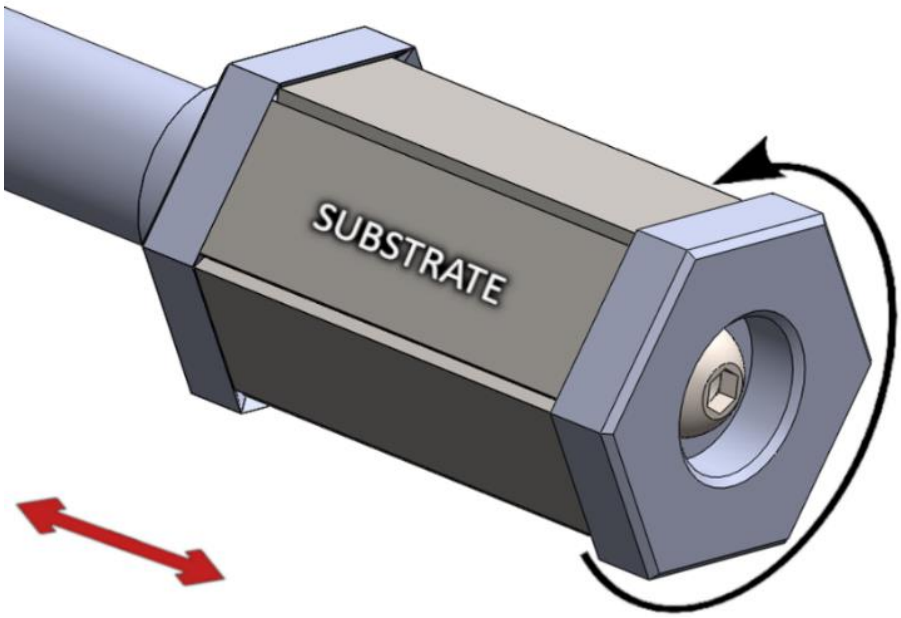
3.1.3 Substrát AISI 304

Substrát pro depozici nástřiků byl zhotoven z chromniklové korozivzdorné pásové oceli AISI 304 (ekvivalent EN X5CrNi18-10, 1.4301 a ČSN 17241) od společnosti Italinox s. r. o. Chemické složení této oceli je v Tabulce 6 [38].

Tabulka 6: Chemické složení oceli AISI 304 (hm. %) [38].

C	Si	Mn	P	S	N
≤ 0,07	≤ 1,00	≤ 2,00	≤ 0,045	≤ 0,030	≤ 0,11
Cr		**Ni**			
17,00 až 19,50		8,00 až 10,00			

Ocel byla nařezána na pásky o velikosti 60 × 20 × 3 mm, které byly před samotným procesem žárového nanášení z obou stran otryskány částicemi korundu z důvodu hrubého očištění, rozbití oxidické vrstvy a zvýšení drsnosti povrchu pro zajištění lepší přilnavost nástřiku (otryskání z obou stran se provádí kvůli redukci zbytkových napětí, která by měla za následek prohnutí ocelového substrátu). Otryskané substráty byly následně vloženy do kádinky naplněné acetonem a kádinka byla na cca 10 minut umístěna do ultrazvukové čističky. Tento postup slouží ke snížení výskytu zbytkových částic korundu po tryskání, protože tyto částice by mohly negativně ovlivnit výslednou přilnavost nástřiku. Připravené substráty byly následně umístěny do speciálního vnitřně vodou chlazeného držáku, který je zobrazen na Obr. 17 [39].



Obr. 17: Uchycení destiček substrátu na vodou chlazeném držáku [39].

3.2 Depozice nástřiků

Samotná depozice nástřiků probíhala na zařízení Tekna TekSpray 15, které se nachází na Ústavu fyziky plazmatu AV ČR. Zde byly vzorky taktéž metalograficky připraveny pro následné vyhodnocení. Zvolené procesní parametry nástřiků byly vybrány s ohledem na průběh experimentu této práce a také na dosavadní výzkum a odbornou literaturu.

3.2.1 Zařízení Tekna TekSpray 15

Nástřik technologií RF-ICP byl proveden na zařízení TekSpray 15 od kanadské společnosti Tekna. Číslovka 15 odkazuje na maximální výkon tohoto zařízení, tedy 15 kW. Použitý výkon zásadně ovlivňuje výslednou kvalitu deponované vrstvy a v tomto experimentu je prvním z proměnných parametrů, jejichž vliv byl v rámci optimalizace nástřiků zkoumán [40; 41].

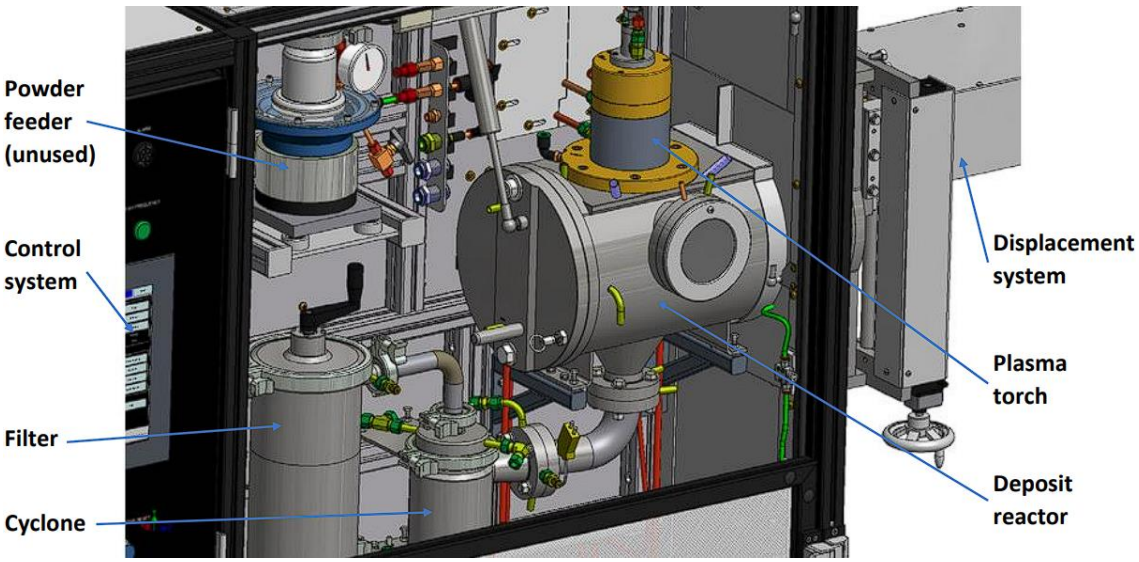
Jedná se o zařízení určené převážně pro laboratorní účely a pro vývoj nových typů nástřiků, přičemž vstupní materiál je ve formě prášku. K depozici lze použít téměř všechny materiály prášků s výjimkou samozápalných, jako např. Al, Mg, B a Zr. Celkové provedení zařízení a umístění komory, řídícího panelu a plynových průtokoměrů je zobrazeno na Obr. 18.

Obr. 18: Zařízení Tekna TekSpray 15 [40].

Řídicí panel (od společnosti Siemens) monitoruje všechny důležité systémové a provozní parametry, jako jsou průtoky plynu, průtoky vody, teplotu a tlak. Odsud se ovládají jednotlivé PLC automaty, které zajišťují chod celého zařízení. Uživatelské rozhraní řídícího panelu je obsluhováno pomocí dotykové obrazovky, která se nachází ve střední části zařízení (Obr. 18). S řídicím panelem spolupracuje i externí vakuová pumpa, která se nachází mimo experimentální zařízení a zajišťuje požadovaný tlak v reakční komoře (druhý proměnný parametr v experimentu).

V levé části řídicího panelu se nachází sada plynových průtokoměrů. Všechny plyny používané v zařízení jsou kontrolovány sadou průtokoměrů, které jsou kalibrovány v milimetrech. Tato obecná kalibrace se používá proto, aby byla zajištěna maximální flexibilita s ohledem na typy používaných plynů. Kvůli snadnému odečítání hodnot jsou tyto indikátory opatřeny magnetickými proužky, na kterých je vytištěna kalibrace pro každý typ plynu při určitém tlaku. Hlavním používaným plynem je argon, který je rovněž používán pro čištění vnitřních částí systému, slouží jako chladící plyn a v neposlední řadě je používán jako ochranný/centrální/nosný plyn v průběhu depozice. V zařízení lze použít i jiné typy a různé kombinace těchto plynů, jako např.: argon, vodík, dusík, helium. Typ a objemový průtok plazmotvorného plynu značně ovlivňuje výslednou kvalitu nástřiku a v tomto experimentu se jedná o třetí proměnný parametr v rámci optimalizace nástřiků.

V pravé části experimentálního zařízení (Obr. 18) se nachází vnitřní komora. S ohledem na samotnou podstatu RF-ICP, která je popsaná v kapitole *2.2.3,* musí kvůli bezpečnosti být komora navržena jako Faradayova klec (Obr. 19). Tím je zajištěno odstínění elektromagnetického záření a vysokofrekvenční radiace. Při nedovření této klece a víka reakční komory nedovolí bezpečnostní systém zahájit proces depozice. Kromě toho dohlíží bezpečnostní systém i na celkový stav zařízení, funkčnost ventilů atd. Součástí komory je i průmyslová filtrační jednotka, jenž filtruje menší částice, které se při procesu depozice v reakční komoře nenanesly (ventilátor filtrační jednotky běží nepřetržitě).

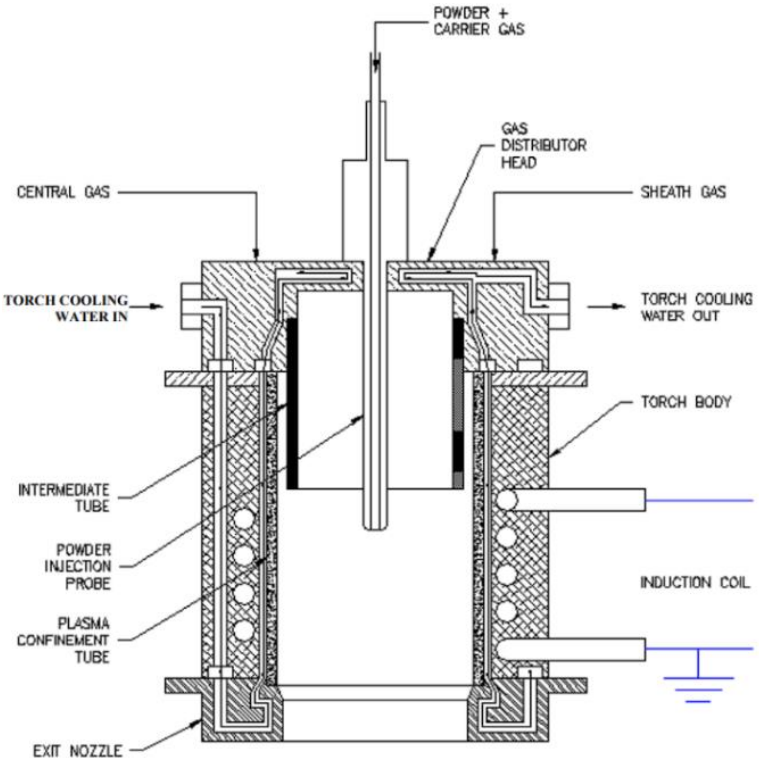


Obr. 19: Schéma vnitřní komory zařízení TekSpray 15 [41].

Na Obr. 19 je zobrazeno uspořádání vnitřní komory zařízení Tekna TekSpray 15. Protože je technologie radiofrekvenčně řízeného plazmatu vhodná jak pro depozici nástřiků, tak i sferoidizaci větších či syntézu nano prášků, výrobce dodává do tohoto zařízení tři možné varianty reaktorů. Ty jsou vzájemně zaměnitelné a lze je vyměnit pouze s velmi malými úpravami v ostatních částech procesu. Jedná se o tzv. deposit, sphero a nano reaktor. Při experimentu použitý depoziční reaktor je dimenzován pro vývoj nástřiků v pilotním měřítku a skládá se z dvojité stěny z korozivzdorné oceli chlazené vodou. Přístup do reaktoru zajišťuje odklopné víko na kloubovém ramenu.

Na použitý depoziční reaktor je připojen posuvný systém (displacement system), který umožňuje automatizovaný pohyb držáku vzorků pod statickým plazmovým hořákem. Původní a běžně dodávaná konstrukce držáku je určena pouze pro grafitové substráty ve tvaru disku o průměru 60 mm a výšce 10 mm. Aby bylo možné použít materiál substrátu s nižší teplotou tavení (např. ocel), musel být vyvinut nový typ držáku (Obr. 17). Ačkoliv tento vylepšený držák na vodou chlazeném hřídeli pojme až šest vzorků, při našich experimentech byla depozice prováděna pouze na jednom substrátu. To znamená, že nebyla využita možnost rotace držáku kolem své osy (černá šipka na Obr. 17) a hřídel vykonával pouze lineární pohyb pod hořákem (červená šipka na Obr. 17). Do zbylých pěti pozic byly umístěny krycí destičky z grafitu kvůli ochraně vnitřní části držáku. Tento postup byl zvolen s ohledem na případné průmyslové využití ochranných vrstev např. u PFC. Při výrobě či opravě takto velkých komponent nebude možné depozici nástřiků provádět při rotaci substrátu, tudíž se pro experiment zvolil již zmíněný lineární pohyb substrátu vůči plazmovému hořáku.

Zařízení TekSpray 15 je dodáváno s indukčním plazmovým hořákem Tekna PN-35M, který je zobrazen na Obr. 20 (nebo na Obr. 19 pod názvem plasma torch). Kromě vodou chlazené keramické plazmové trubice a indukční cívky je na Obr. 20 znázorněna distribuce plazmových plynů. Ochranný plyn je veden v těsné blízkosti keramické trubice a slouží ke snížení tepelného toku z plazmatu do trubice. Za stabilitu plazmatu je zodpovědný centrální plyn zavedený tangenciálně do dutiny. A konečně nosný plyn, který se používá k dávkování prášku do středu výboje plazmatu.



Obr. 20: Plazmový hořák PN-35M [41].

Původní vibrační podavač dodávaný se zařízením (powder feeder na Obr. 19) byl ze zařízení vymontován a kvůli přesnějšímu dávkování byl použit externí práškový podavač Twin-system 10-2 od společnosti Plasma Technik. Tento typ práškového podavače zajišťuje dávkování pomocí rotace disku, na který je přes dodělanou 3 mm clonku sypán prášek, jenž je následně odváděn do plazmového hořáku. Převod systémem udávaných otáček nosného disku za minutu na univerzálnější dávkování prášku v g/min byl zajištěn dodatečným experimentem, protože neexistuje žádná obecná závislost mezi těmito hodnotami a také proto, že každý prášek má jiné sypné vlastnosti. Dávkování prášků je čtvrtý a poslední proměnný parametr v našem experimentu.

Jak již bylo zmíněno, naprostá většina částic prášku, který se během procesu depozice nenanesl, zůstává v reakční komoře (Obr. 19). Přebytečný plyn ovšem s sebou některé částice (nečistoty) odnáší a tyto částice pak zachytává filtrační jednotka, která se skládá ze dvou částí, cyklónu a nanofiltru. Primárním účelem cyklónového filtru je filtrace větších částic. Sekundárně slouží tento cyklón jako výměník tepla, aby se ochladil přebytečný plyn odtahovaný z reakční komory (chlazení recirkulací vody). Ve druhé části filtrační jednotky pak plyn prochází přes nanofiltr, který zachycuje i nejjemnější částice na porézní stěně válce uvnitř této nádoby. Součástí tohoto válce je i kartáč, jenž slouží k očištění a možnému znovupoužití nanofiltru.

3.2.2 Optimalizace nástřiků

Celkem bylo v rámci práce provedeno 11 nástřiků, které jsou pojmenované RF1 – RF11 a jejichž jednotlivé parametry jsou uvedeny v Tabulce 7. Jak lze vidět, v rámci experimentální části této práce byl zkoumán vliv čtyř parametrů depozičního zařízení na vlastnosti výsledných nástřiků Cr a W-Cr ve hmotnostním poměru 9:1. Jedná se konkrétně o výkon hořáku, dávkování prášků, tlak v komoře a typ nosného plynu. Z důvodu velkého množství možných konfigurací při testování všech kombinací byl zvolen jiný postup. Testovací matice byla neúplná, ovšem se snahou pokrýt kombinace těchto čtyř parametrů s největší vypovídající hodnotou. Kvůli tomu byl celý proces deponování nástřiků rozdělen do tří pomyslných etap.

Tabulka 7: Procesní parametry jednotlivých nástřiků.

<table>
<tr><th rowspan="2">Vzorek</th><th rowspan="2">Prášek</th><th rowspan="2">Výkon (kW)</th><th rowspan="2">Dávkování prášku (g/min)</th><th rowspan="2">Tlak v komoře (kPa)</th><th colspan="3">Průtok plynu (slpm)</th></tr>
<tr><th>Ochranný p.</th><th>Centrální p.</th><th>Nosný p.</th></tr>
<tr><td>RF1</td><td rowspan="8">Cr</td><td>15</td><td rowspan="3">4</td><td rowspan="3">103,4</td><td rowspan="10">Ar
(35)</td><td rowspan="10">Ar + H_2
(10 + 3,4)</td><td rowspan="5">Ar
(8)</td></tr>
<tr><td>RF2</td><td>12</td></tr>
<tr><td>RF3</td><td>9</td></tr>
<tr><td>RF4</td><td rowspan="7">15</td><td rowspan="2">2</td></tr>
<tr><td>RF5</td><td>62</td></tr>
<tr><td>RF6</td><td rowspan="2">4</td><td rowspan="5">103,4</td></tr>
<tr><td>RF7</td><td rowspan="4">He
(8)</td></tr>
<tr><td>RF8</td><td>2</td></tr>
<tr><td>RF9</td><td rowspan="3">W-Cr
(9:1)</td><td>4,4</td></tr>
<tr><td>RF10</td><td rowspan="2">2,2</td></tr>
<tr><td>RF11</td><td>Ar (8)</td></tr>
</table>

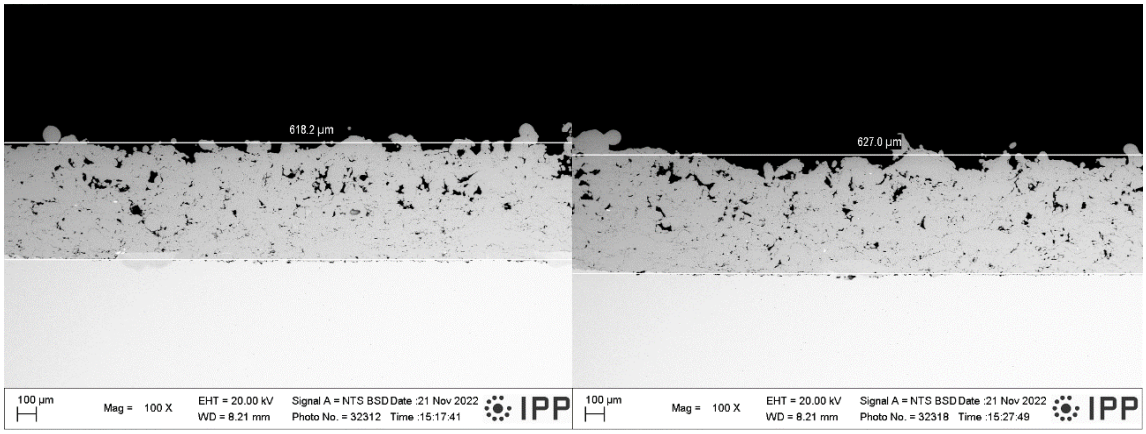
V první etapě (RF1 – RF3) byl na nástřicích čistého chromu zkoumán vliv použitého výkonu hořáku zařízení TekSpray 15. Po stanovení optima byl ve druhé etapě (RF4 – RF8) rovněž použit jako vstupní materiál chromový prášek, ovšem s tím rozdílem, že při zvoleném výkonu 15 kW byl sledován vliv zbylých tří parametrů. Dávkování prášku bylo provedeno za dvou různých rychlostí otáček podávacího disku za minutu (0,6 rpm a poloviční varianta 0,3 rpm). Experimentálně bylo změřeno že, frekvence disku 0,6 rpm u prášku Cr odpovídá dávkování 4 g/min a u směsi W-Cr dávkování 4,4 g/min (poloviční hodnota dávkování prášku byla dopočítána). U dávkování prášku byl testován jako nosný plyn argon a helium. Helium (plyn s větší entalpií než argon) bylo vybráno z důvodu většího ionizačního potenciálu a větší tepelné vodivosti při plazmovém stříkání. Objemový průtok byl u těchto dvou plynů stanoven na 8 slpm. Použitá jednotka „standard liter per minute“ definuje objem toku plynu za čas při teplotě 0 °C a atmosférickému tlaku 101,325 kPa. Tlak v komoře při depozici byl stanoven na 103,4 kPa (15 psig), přičemž ve dvou případech byl vyzkoušen i tlak 62 kPa (9 psig). Předpokládá se, že nižší tlak způsobuje delší proud plazmatu a je tedy možné lepší natavování částic. V poslední, třetí etapě (RF9 – RF11), byly testovány nástřiky směsí W-Cr s parametry, které předtím měly nejpříznivější efekt na výslednou kvalitu nástřiku u samotného Cr.

Každý substrát byl, kvůli lepší přilnavosti a menší porozitě, před samotným procesem depozice v reakční komoře předehřán proudem plazmatu (s vypnutým dávkováním prášku). Rychlost přejezdu držáku jak při tomto předehřevu, tak při vlastní depozici byla 0,5 mm/s. Depozice nástřiku byla provedena při jednom lineárním přejezdu držáku a vzdálenost mezi tryskou hořáku a povrchem substrátu byla konstantních 70 mm. Tato odstupová vzdálenost je kompromisem mezi tím, kde částice průměrné velikosti dosahují maximální teploty/rychlosti a vzdáleností, kde substrát odolá vysokému tepelnému toku. Po dokončení procesu depozice byly vzorky ponechány k ochlazení v ochranné atmosféře reakční komory.

3.2.3 Charakterizace vzorků

V metalografické laboratoři byla provedena příprava deponovaných vzorků pro vyhodnocení. Vzorky byly nejdříve rozřezány na vysokorychlostní pile Secotom 50 od firmy Struers a následně vakuově zality za studena do pryskyřice. Po zafixování byly vzorky broušeny SiC papíry a brusnými disky do zrnitosti FEPA 4000 na automatické brusce/leštičce Tegramin 25 od firmy Struers. Po opláchnutí vodou byly na stejném zařízení vzorky leštěny 20 min pomocí OP-S suspenze a 30% H_2O_2 v poměru 5:1.

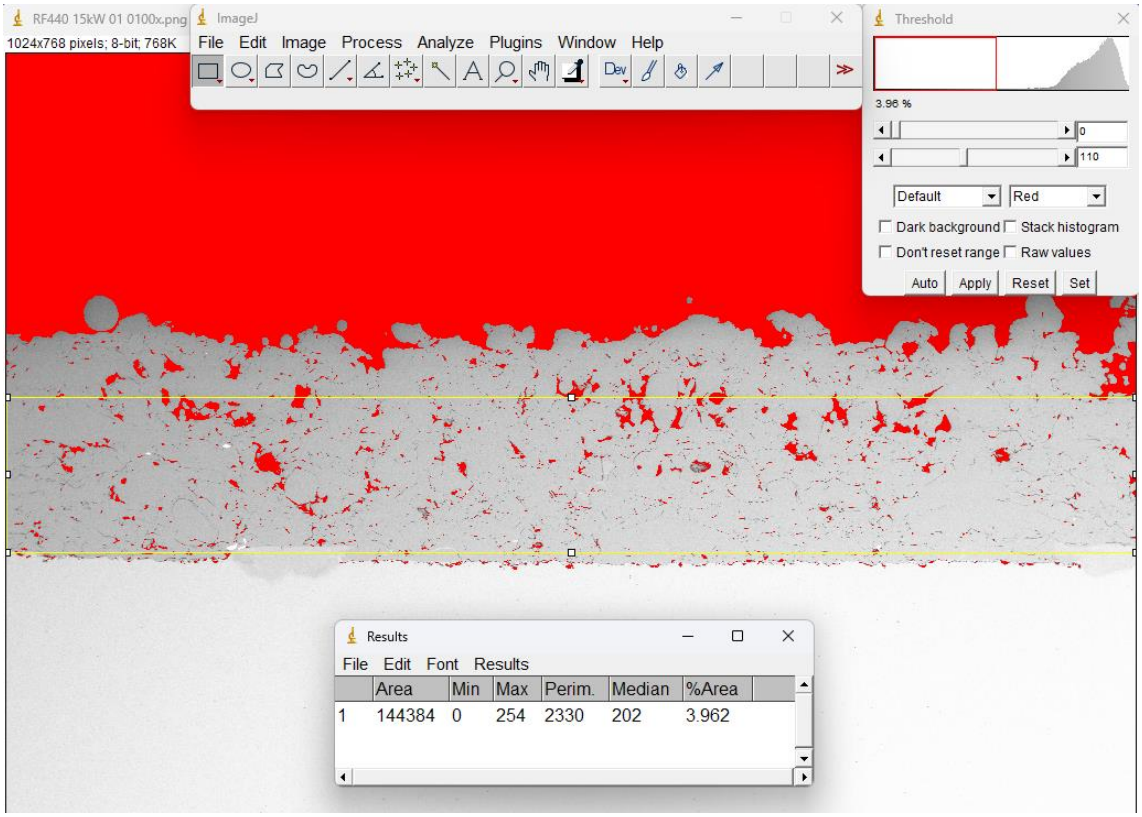
Pro analýzu mikrostruktury byly vzorky nafoceny na skenovacím elektronovém mikroskopu EVO MA 15 od společnosti Carl Zeiss. Pro každý vzorek byly pořízeny snímky při přiblíženích 100×, 300×, 500×, 1000× a 3000×, přičemž na snímku při nejmenším zvětšení (100×) byla dále stanovena tloušťka nástřiku. V rámci statistické spolehlivosti byly tyto série snímků u každého vzorku nafoceny na dvou odlišných místech. Dvoje hodnoty tloušťky nástřiku změřené na SEM snímku byly zprůměrovány a jsou uvedeny pod každým nástřikem v kapitole *4 Výsledky.* Ilustrativní snímek principu měření tloušťky nástřiku je ukázán na Obr. 21.



Obr. 21: Ilustrace principu měření tloušťky nástřiku ze dvou různých míst při pozorování v SEM (zde vzorek RF1).

Celkově to znamená, že pro každý z jedenácti vzorků bylo uloženo 12 SEM snímků. S ohledem na celkový počet snímků budou v kapitole *4* ukázány pouze snímky při zvětšeních 100× a 500×, které mají u těchto nástřiků největší vypovídající hodnotu.

U každého vzorku bylo taktéž provedeno měření porozity. Toto měření bylo provedeno na volně dostupném programu ImageJ vyvinutém na National Institutes of Health ve Wisconsinu [42]. Podobně jako u tloušťky, i zde byly vyhodnoceny dva snímky při zvětšení 100× pro každý vzorek a tyto dvě hodnoty byly následně zprůměrovány. Pro zcela přesné stanovení (absolutních) hodnot porozity by za normálních podmínek nebylo použití pouze dvou snímků statisticky dostatečné. V rámci této práce šlo však zejména o vyhodnocení relativních rozdílů mezi jednotlivými vzorky za účelem jejich postupné optimalizace v rámci tří popisovaných etap. Tento postup je podpořen i faktem, že u všech nástřiků se obě dvě měření lišila jen velmi málo. Ilustrativní měření porozity nástřiku je na Obr. 22. Kvůli proměnlivé tloušťce nástřiků je plocha pro měření porozity u každého vzorku jiná a byla vypočítaná z oblasti konstantní šířky SEM snímku 3012 µm a výšky volené podle individuální tloušťky jednotlivých nástřiků (vypočítaná plocha je ve výsledcích uvedena v mm^2). Stejně jako při měření tloušťky je u vyhodnocení nástřiku uvedena pouze průměrná hodnota porozity.



Obr. 22: Ilustrace postupu měření porozity nástřiku analýzou obrazu (zde vzorek RF1).

Na závěr experimentu byla u vzorku, který vykazoval nejlepší výsledky, provedena chemická analýza pomocí metody EDX. Analýza byla realizována na již zmíněném elektronovém mikroskopu EVO MA 15, který je zároveň vybaven Quantax EDS systémem a SDD detektorem XFlash 5010 od firmy Bruker. Po rozboru kvalitativní analýzy spektrálních čar daného vzorku bylo provedeno mapování rozložení zvolených prvků (W, Cr, Fe, O) pro stanovení chemické heterogenity či detekci difúzních procesů.

4 Výsledky

Tato kapitola se zabývá vyhodnocením jednotlivých vzorků připravených technologií RF-ICP z hlediska mikrostruktury nástřiků. Vyhodnocení je realizováno snímkováním příčného výbrusu vzorků pomocí elektronového mikroskopu. Celkem bylo deponováno 11 nástřiků, které jsou označené jako RF1 – RF11. Testovanými proměnnými parametry při depozici byly výkon hořáku, dávkování prášku, tlak v komoře a typ nosného plynu. Jednotlivé kombinace parametrů nástřiků jsou uvedeny v Tabulce 7.

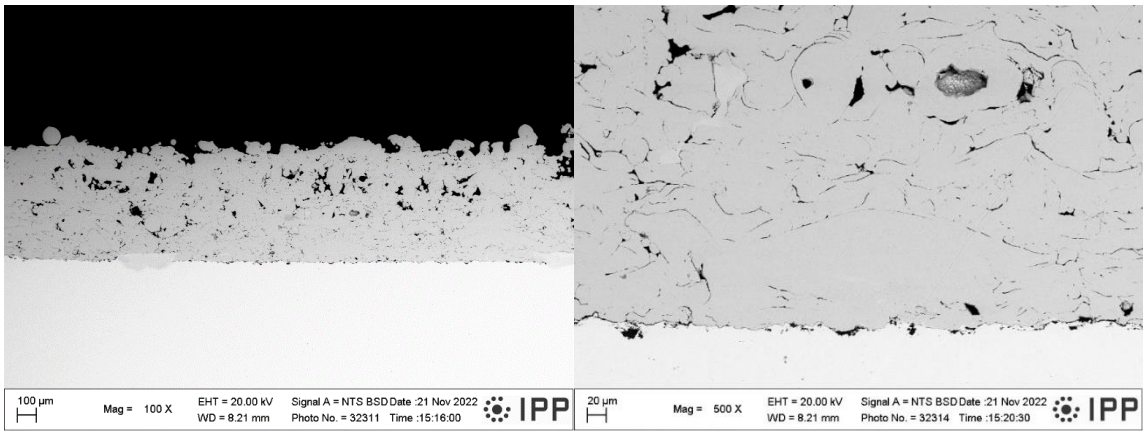
Pro lepší orientaci a přehlednější uspořádání jsou nástřiky rozděleny do tří pomyslných etap. V první etapě byl u nástřiku Cr prášku zjišťován vliv výkonu zařízení TekSpray 15. Ve druhé etapě byl také použit jako vstupní materiál Cr prášek, ovšem s tím rozdílem, že při zvoleném výkonu 15 kW z předchozí etapy byl testován vliv tří zbylých parametrů. Ve třetí etapě pak byly deponovány nástřiky W-Cr. Podnětem k testování depozice této směsi W-Cr je řešení problémů s křehkostí nástřiku čistého wolframu při radiačním poškození, či v důsledku vysoké přechodové teploty tohoto prvku. U nástřiku RF9, který vykazoval nejlepší výsledky, byla následně provedena ještě chemická analýza pomocí metody EDX.

Pro umožnění vzájemného srovnání a korelaci výsledků jsou v této sekci všechny nástřiky posuzovány podle stejných kritérií. Jedná se o změřenou tloušťku a porozitu, ale například i o natavenost částic a tvar splatů, povrchovou drsnost či kvalitu rozhraní se substrátem. Všechny nástřiky jsou diskutovány v kapitole *5 Diskuse*, kde je, mimo jiné, objasněn vliv použitých procesních parametrů na výslednou kvalitu nástřiku.

4.1 Nástřiky Cr

Depozice vzorku RF1 proběhla při maximálním výkonu zařízení, tedy 15 kW. Ostatní parametry tohoto nanášení jsou uvedeny v Tabulce 7 a v Tabulce 8. Průměrná tloušťka nástřiku, který je zobrazen na Obr. 23, byla 623 µm. Posuzována byla i průměrná porozita nástřiku, která v měřené ploše 1,11 mm^2 dosahovala hodnoty 4,1 %. Při tomto měření bylo také třeba počítat s povrchovou drsností povrchu, jenž dosahuje několika desítek mikrometrů.

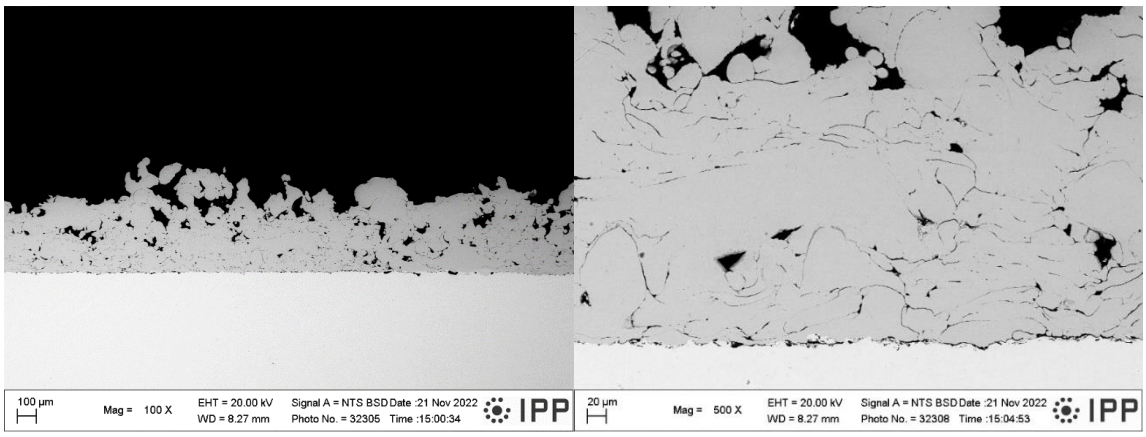
Na detailním snímku jsou u RF1 vidět jednotlivé deformované a natavené splaty zhruba diskového tvaru, které jsou typické pro procesy plazmového nanášení. Lamelární splatová struktura se nachází ve většině průřezu vzorku, ovšem lze pozorovat i méně natavené splaty ve globulárním tvaru. Zvlášť tomu tak je na povrchu nástřiku, kde byly pozorovány i zcela nenatavené částice. Na některých místech rozhraní nástřiku a ocelového substrátu lze pozorovat difuzní spojení, ale jedná se spíše o výjimku. Delaminace na rozhraní není patrná. Celkově se jedná o poměrně kompaktní nástřik, který má při optimalizování dalších parametrů dobré vyhlídky do budoucna.



Obr. 23: Mikrostruktura nástřiku RF1.

U nástřiku RF2 byl použit snížený výkon zařízení 12 kW. Zbylé parametry byly ponechány jako u předchozího vzorku. Jak lze vidět na Obr. 24, nástřik měl proměnlivou tloušťku dosahující přibližně 450 µm. V příčném řezu nástřiku byla opět měřena porozita, která v měřené ploše 0,81 mm^2 dosahovala hodnoty 7,2 %. S pórovitostí souvisí i povrchová drsnost nástřiku, která byla znatelně větší než u předchozího nástřiku. Nástřik také byl oproti předchozímu vzorku daleko více nehomogenní.

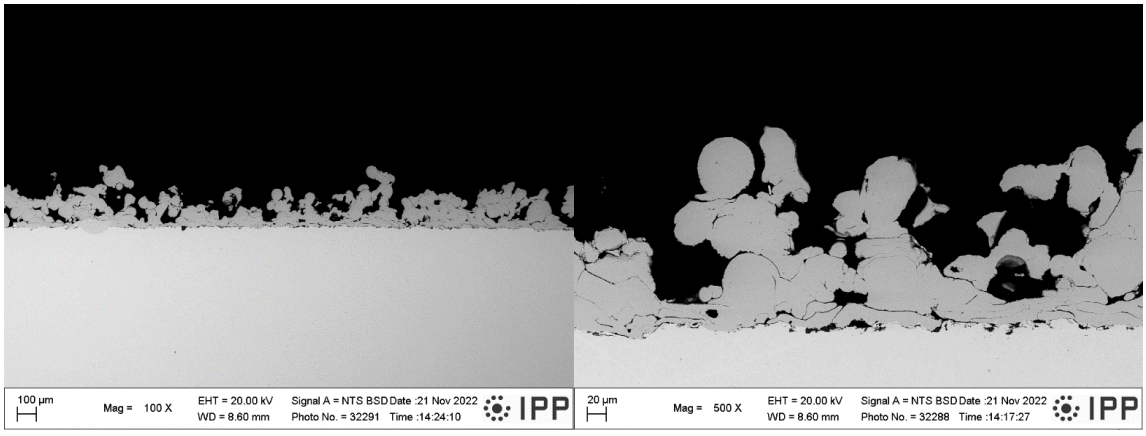
Na detailním snímku lze pozorovat, že splaty chromu u nástřiku RF2 už byly méně slinuté a jejich hranice a struktura byla daleko zřetelnější než u nástřiku RF1. Ve spodní části nástřiku byly patrné ideální tenké lamelární splaty, ovšem ve vyšších vrstvách se jednalo spíše o splaty globulárního tvaru. Difuzní spojení se také na rozhraní nástřiku a substrátu téměř nevyskytovalo a delaminace nebyla patrná.



Obr. 24: Mikrostruktura nástřiku RF2.

Depozice vzorku RF3 proběhla při minimálním výkonu zařízení, tedy 9 kW. Ostatní parametry zůstaly stejné jako u předchozích vzorků. Tento nástřik, který je zobrazen na Obr. 25, dopadl z celé první etapy nejhůře. Nepravidelná tloušťka nástřiku sice nabývala hodnoty 212 µm, ovšem průměrná porozita v extrémně malé měřené ploše 0,09 mm^2 dosahovala hodnot až 16,5 %. Nekvalitu tohoto nástřiku vystihuje i to, že téměř celou tloušťku nástřiku by bylo možné klasifikovat jako povrchovou drsnost.

Pórovitost koreluje s velkým počtem neroztavených částic, které jsou patrné na detailním snímku. Splaty mají v nástřiku převážně globulární tvar, ideální diskovitý tvar splatů je vidět pouze vzácně. Splaty v horní části nástřiku už nejsou téměř vůbec slinuté a jejich struktura je dobře patrná. Difuzní spojení se substrátem je stejně jako u předchozího vzorku RF2 spíše výjimkou. Delaminace také u tohoto vzorku není patrná, ovšem doléhání nástřiku na substrát je nedostačující a mohlo by vést k potenciálnímu vylamování nástřiku.



Obr. 25: Mikrostruktura nástřiku RF3.

Zásadní vliv na výslednou kvalitu nástřiku má použitý výkon. Proto se v první etapě experimentu testovaly nástřiky chromu při výkonu zařízení 15 kW, 12 kW a 9 kW. Parametry nástřiků RF1 – RF3 jsou pro lepší přehlednost zobrazeny v upravené Tabulce 8.

Tabulka 8: Parametry první etapy.

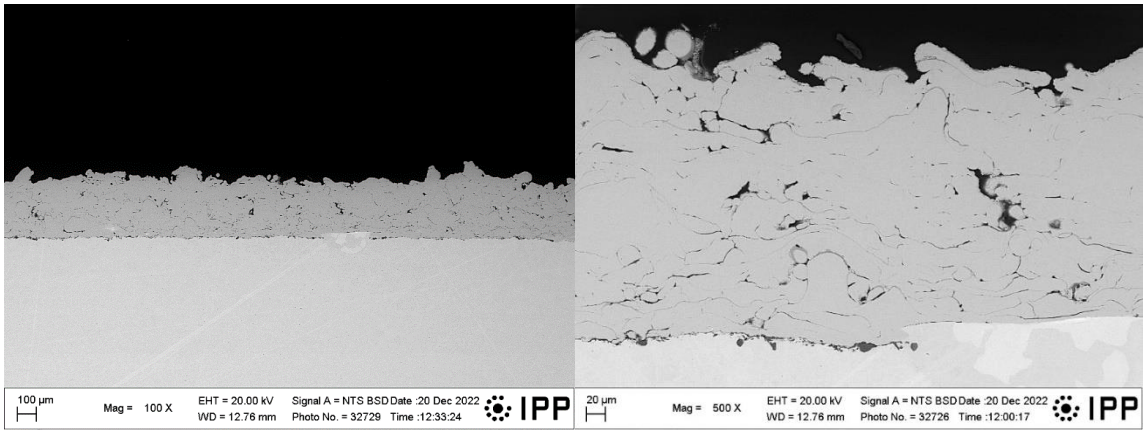
Vzorek		**RF1**	**RF2**	**RF3**
Prášek		Cr		
Výkon (kW)		15	12	9
Dávkování prášku (g/min)		4		
Tlak v komoře (kPa)		103,4		
Průtok plynu (slpm)	Ochranný p.	Ar (35)		
	Centrální p.	Ar + H_2 (10 + 3,4)		
	Nosný p.	Ar (8)		
Tloušťka (µm)		623	450	212
Porozita (%)		4,1	7,2	16,5

Z těchto tří depozic měl nejlepší výslednou kvalitu nástřiku vzorek RF1, který se nanášel při maximálním výkonu zařízení 15 kW. Všechny nástřiky charakterizuje lamelární struktura, ovšem pouze u vzorku RF1 jsou splaty poměrně dobře slinuté po celé tloušťce nástřiku. U zbylých dvou nástřiků se začaly objevovat nenatavené částice a splaty měly více globulární tvar. Nástřik RF1 zároveň dosahoval největší tloušťky (623 µm), nejmenší porozity (4,1 %) a také viditelně nejmenší povrchové drsnosti. Kvalitativně nejhorší vyšel vzorek RF3, který byl stříkán při minimálním výkonu zařízení 9 kW a dosahoval tloušťky pouhých 212 µm s průměrnou porozitou 16,5 %. U žádného z těchto nástřiků nebyla detekována delaminace a zároveň u nástřiků RF2 a RF3 nedocházelo k natavení substrátu. U nástřiku RF1 výjimečně docházelo k lokálnímu difuznímu spojení.

Experimentální část depozice nástřiků Cr a W-Cr proto dále pokračovala pouze s maximálním výkonem zařízení 15 kW. Ve druhé následující etapě se u depozice nástřiků čistého Cr měnilo dávkování prášku, tlak v komoře a typ nosného plynu.

První nástřik z druhé etapy byl deponován při zvoleném výkonu zařízení 15 kW a s poloviční rychlostí dávkování prášku, než která byla použita v první etapě. Zbylé parametry depozice nástřiku RF4 jsou v Tabulce 7 a v Tabulce 9. Tloušťka tohoto nástřiku, jenž je zobrazen na Obr. 26, byla 311 µm a průměrná porozita nástřiku v měřené ploše 0,69 mm^2 dosahovala hodnot 1,7 %. Povrchová drsnost se oproti nástřiku RF1 téměř nezměnila.

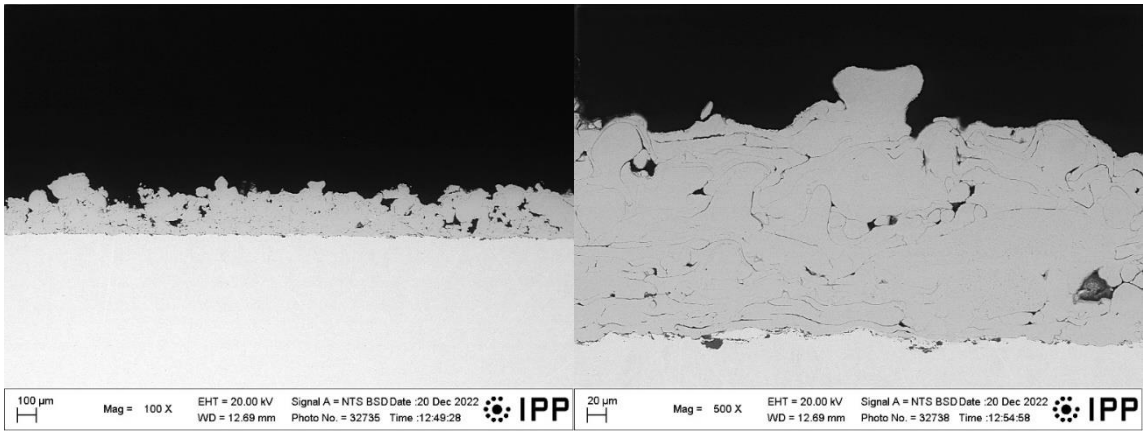
Jak lze vidět na detailním snímku v Obr. 26, splaty se netvořily pouze lokálně, ale v celé tloušťce nástřiku. Zároveň byly splaty z větší části dobře natavené a po deformaci utvořily jemnou lamelární strukturu. Na rozhraní mezi ocelovým substrátem a nástřikem bylo vzácně pozorováno difuzní spojení a žádná iniciace delaminace. Nástřik byl poměrně pravidelný a kompaktní.



Obr. 26: Mikrostruktura nástřiku RF4.

Při depozici RF5 byl použit tlak v reakční komoře 62 kPa a zbylé procesní parametry zůstaly zachovány jako u předchozího nástřiku. Průměrná tloušťka nástřiku, který je zobrazen na Obr. 27, byla 224 µm. Opět byla hodnocena i porozita nástřiku, která v měřené ploše 0,36 mm^2 dosahovala hodnoty 5,9 %. Rovněž i povrchová drsnost byla výrazně horší než u nástřiku RF4.

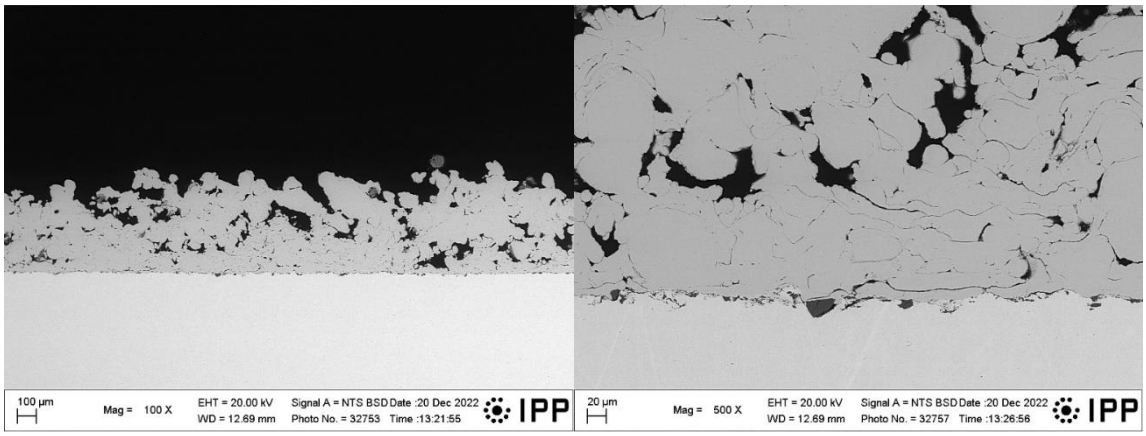
V nástřiku byly pozorovány převážně natavené a deformované splaty diskového tvaru, které byly do vzdálenosti 40 µm od substrátu dobře slinuty. Splaty globulárního tvaru byly stále spíše výjimkou. Delaminace ani difuzní spojení nebylo na rozhraní detekováno.



Obr. 27: Mikrostruktura nástřiku RF5.

Na Obr. 28 je zobrazen vysoce porézní nástřik RF6 s proměnlivou tloušťkou 466 µm. U této depozice se rychlost dávkování prášku vrátila na původní hodnotu 4 g/min (jako např. u RF1), ovšem nástřik byl proveden při tlaku v reakční komoře 62 kPa jako u předchozího vzorku. Tato změna měla za následek výrazné zhoršení kvality nástřiku, čemuž odpovídá i průměrná porozita, která v měřené ploše 0,66 mm^2 dosahovala hodnoty 10,5 %. K substrátu se zachytila pouze první vrstva splatů a drsnost nástřiku tedy nelze posuzovat.

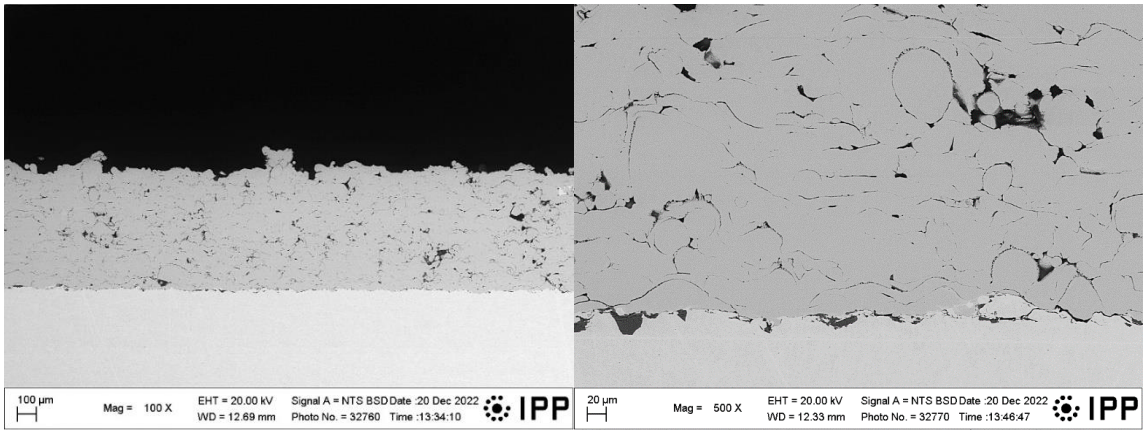
Na detailním snímku Obr. 28 lze vidět, že splaty chromu u nástřiku RF6 byly méně slinuté a utvářely velice různorodý a nekompaktní nástřik. Splaty se zde nacházejí převážně v globulárním tvaru a ve větší míře bylo možné pozorovat i nenatavené částice. Na rozhraní mezi nástřikem a substrátem nebylo patrné difuzní spojení ani delaminace. Delaminace byla ovšem pozorována v samotném nástřiku, což by mohlo způsobit jeho potenciální vylamování při průmyslovém využití.



Obr. 28: Mikrostruktura nástřiku RF6.

U nástřiku RF7 byl tlak v reakční komoře navrácen na hodnotu 103,4 kPa, ale na rozdíl od všech předchozích nástřiků bylo jako nosný plyn použito helium. Ostatní procesní parametry této depozice jsou uvedeny v Tabulce 7 a v Tabulce 9. Tento nástřik zobrazený na Obr. 29 dosahoval konstantní tloušťky nástřiku 618 µm. V kombinaci s velmi nízkou porozitou 2,6 % v měřené ploše 1,48 mm^2 představuje perspektivní nástřik pro budoucí testování. S naměřenou tloušťkou a porozitou koreluje i vyhovující povrchová drsnost.

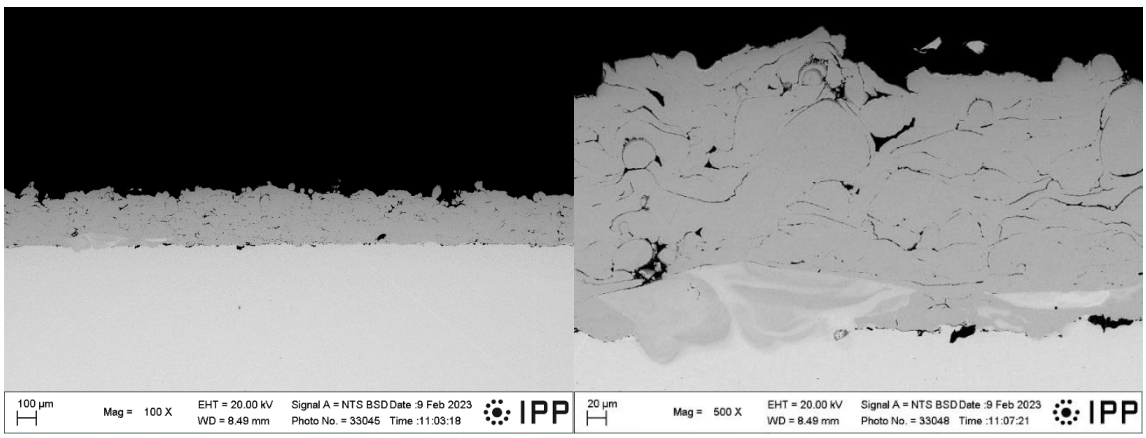
Natavené a deformované splaty lze pozorovat v celé tloušťce nástřiku. Lokálně se vyskytovaly i splaty globulárního tvaru. V nástřiku se nacházely i nenatavené částice, které jsou rovnoměrně rozložené po celé tloušťce. Zároveň byly splaty dobře slinuty a utvářely tak konzistentní a kompaktní nástřik. Jak v samotném nástřiku, tak na rozhraní není patrná delaminace. Difuzní spojení mezi nástřikem a substrátem se při této depozici vyskytovalo pouze výjimečně.



Obr. 29: Mikrostruktura nástřiku RF7.

Oproti předchozímu nástřiku byla při depozici RF8 použita snížená rychlost dávkování prášku 2 g/min. Zbylé parametry byly zanechány jako u předchozích vzorků. Průměrná tloušťka, měřená v příčném řezu nástřiku, byla 293 µm. Na Obr. 30 je zobrazena mikrostruktura nástřiku RF8, jehož porozita v měřené ploše 0,57 mm^2 odpovídala hodnotě 1,7 %. Povrchová drsnost se oproti předchozímu nástřiku téměř nezměnila.

Ačkoliv měl tento nástřik poměrně nízkou porozitu, byl tvořen převážně splaty globulárního tvaru. Ideální deformované splaty diskového tvaru se v nástřiku nacházely minoritně. Přesto jsou ale splaty vzájemně dobře slinuté a tvoří kompaktní nástřik. Difuzní spojení se na rozhraní nástřiku a substrátu téměř nevyskytovalo a delaminace nebyla patrná. Celkově se jednalo o mikrostrukturu podobnou nástřiku RF7.



Obr. 30: Mikrostruktura nástřiku RF8.

Ve druhé etapě experimentu se při neměnném výkonu zařízení 15 kW testoval vliv rychlosti dávkování prášku, tlaku v reakční komoře a typ nosného plynu. Parametry nástřiků RF4 – RF8 jsou pro lepší přehlednost zobrazeny v upravené Tabulce 9.

Tabulka 9: Parametry druhé etapy.

Vzorek		**RF4**	**RF5**	**RF6**	**RF7**	**RF8**
Prášek		Cr				
Výkon (kW)		15				
Dávkování prášku (g/min)		2		4		2
Tlak v komoře (kPa)		103,4	62		103,4	
Průtok plynu (slpm)	Ochranný p.	Ar (35)				
	Centrální p.	Ar + H2 (10 + 3,4)				
	Nosný p.	Ar (8)			He (8)	
Tloušťka (µm)		311	224	466	618	293
Porozita (%)		1,7	5,9	10,5	2,6	1,7

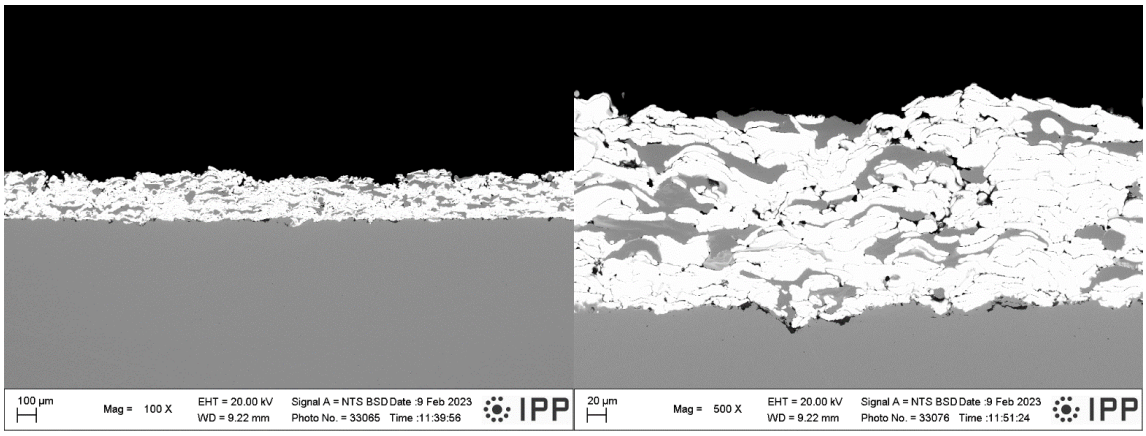
Hlavním nedostatkem depozice RF4 byla malá tloušťka nástřiku 311 µm. Tento parametr se po snížení tlaku v komoře ještě zhoršil na hodnotu 224 µm. Kvalitativně nejhoršího nástřiku z celé druhé etapy bylo dosaženo při depozici RF6. U této depozice byly převážně globulární splaty nedostatečně slinuté a tvořily tak různorodý a nekompaktní nástřik, u kterého by hrozila delaminace samotné nanesené vrstvy. Toto nedostatečné natavení splatů se vykompenzovalo použitím helia jako nosného plynu, které má vyšší entalpii než doposud využívaný argon. Zároveň se kvůli předloženým výsledkům opustilo od depozice při sníženém tlaku v reakční komoře. Po těchto úpravách dosahoval nástřik RF7 nejlepší kvality z druhé etapy. Konkrétně se jednalo o největší tloušťku nástřiku (618 µm) a nízkou porozitu (2,6 %). Při použití stejných procesních parametrů jako u depozice RF7 a poloviční rychlosti dávkování prášku se u posledního nástřiku RF8 dosáhlo zmenšení tloušťky nástřiku, přičemž mikrostruktura zůstala podobná. U žádné depozice z druhé etapy nebyla detekována delaminace mezi nástřikem a substrátem. Rovněž u žádného nástřiku nedocházelo k natavení substrátu.

Po porovnání a zhodnocení všech nástřiků z druhé etapy lze konstatovat, že kvalitativně nejlépe vyšel nástřik RF7. V důsledku toho bylo rozhodnuto, že počáteční procesní parametry depozice směsi prášku W-Cr (9:1) budou vycházet z nástřiku RF7. Následně se ve třetí etapě u depozice směsi W-Cr testovala rychlost dávkování prášku a typ nosného plynu.

4.2 Nástřiky W-Cr

První depozice směsi W-Cr, jejíž mikrostruktura je zobrazena na Obr. 31, proběhla při stejných procesních parametrech jako nástřik RF7. Komplementární informace o parametrech nástřiku RF9 jsou uvedeny v Tabulce 7 a v Tabulce 10. Konstantní tloušťka tohoto nástřiku dosahovala hodnoty 231 µm a průměrná porozita měřená v ploše 0,54 mm^2 nabývala 1,6 %. Do vzdálenosti 40 µm od substrátu je porozita zřetelně nižší. Povrchová drsnost se ve srovnání s již zmíněným nástřikem RF7 výrazně nezměnila.

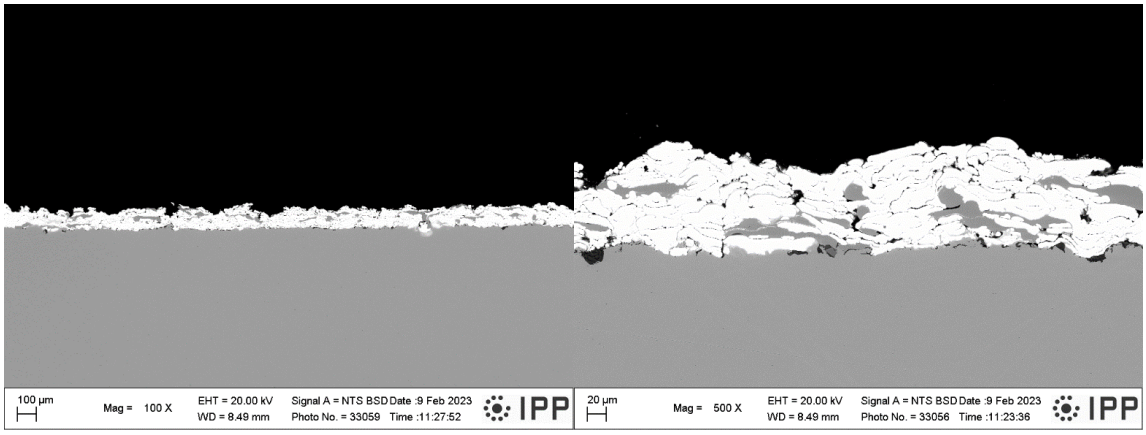
Hranice mezi jednotlivými splaty je na detailním snímku Obr. 31 dobře patrná. V celé tloušťce nástřiku lze pozorovat natavené a deformované splaty wolframu (světlejší). Vzdálenost splatů od substrátu neměla na jejich tvar vliv. Nenatavené částice se zde vyskytovaly pouze výjimečně. Mezi splaty wolframu se nacházely rovnoměrně rozložené částice chromu, přičemž jejich tvar je přizpůsoben struktuře wolframu. V několika případech docházelo i k difúzi wolframu do okrajových částí chromových splatů. Ke vzniku difuzního spoje docházelo i mezi substrátem a nástřikem, kde bylo možné také pozorovat částečné natavení substrátu. Ani zde nebyla patrná delaminace nástřiku.



Obr. 31: Mikrostruktura nástřiku RF9.

Na rozdíl od předchozího nástřiku byla při depozici RF10 použita poloviční rychlost podávání prášku (2,2 g/min). Ostatní parametry zůstaly stejné jako u předchozího vzorku. Průměrná tloušťka nástřiku, který je zobrazen na Obr. 32, byla 103 µm. V příčném řezu nástřiku byla opět měřena porozita, která v měřené ploše 0,15 mm^2 dosahovala hodnoty 1,7 %. Povrchová drsnost se oproti předchozímu nástřiku téměř nezměnila.

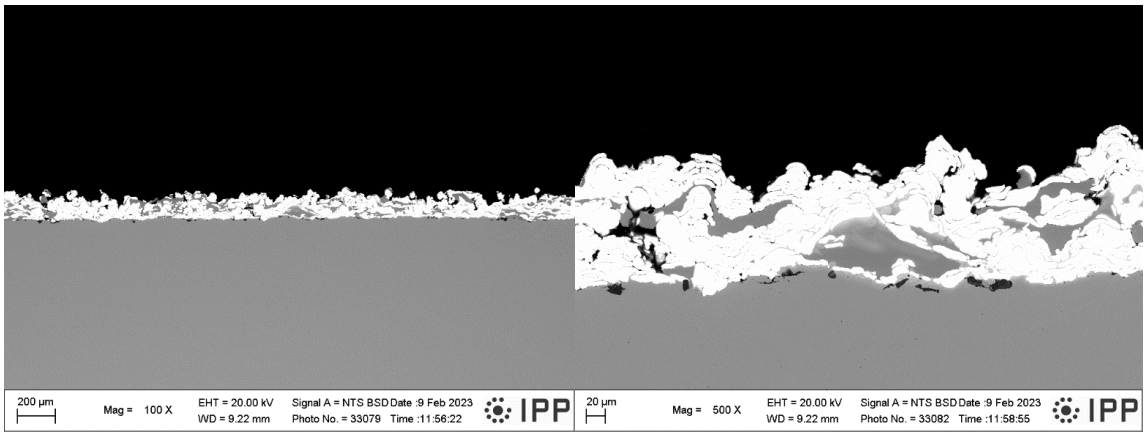
Téměř stejná pórovitost tohoto vzorku ve srovnání s RF9 koreluje s podobnou mikrostrukturou. Jak lze vidět na detailním snímku Obr. 32, lamelární splatová struktura se vyskytovala v celé tloušťce nástřiku. Opět lze pozorovat splatovou strukturu wolframu, která je vyplněna částicemi chromu. Na rozhraní mezi substrátem a nástřikem se pravidelně vyskytoval difuzní spoj a delaminace nebyla detekována.



Obr. 32: Mikrostruktura nástřiku RF10.

U posledního nástřiku RF11 byl jako nosný plyn použit argon. Zbylé parametry byly opět ponechány jako u předchozího vzorku. Nepravidelná tloušťka tohoto nástřiku, jenž je zobrazen na Obr. 33, se pohybovala okolo 129 µm a průměrná porozita nástřiku v měřené ploše 0,21 mm^2 dosahovala hodnot 2,9 %. Rovněž i povrchová drsnost byla horší než u předchozích dvou nástřiků.

Na detailním snímku Obr. 33 lze vidět, že kromě ideálních splatů diskovitého tvaru se v mikrostruktuře vyskytovaly i méně deformované a natavené splaty wolframu globulárního tvaru. Tyto globulární splaty byly pozorovány převážně v horních vrstvách nástřiku. V mikrostruktuře bylo možné pozorovat také pravidelný výskyt dostatečně natavených částic chromu, které se tvarem přizpůsobily struktuře wolframových splatů. Důležitým detekovaným fenoménem byl pravidelný výskyt oblastí ve splatech chromu, které byly bohaté na wolfram (docházelo k difúzi wolframu do okrajových částí chromu). Na rozhraní mezi substrátem a nástřikem lze pozorovat natavení ocelového substrátu a také poměrně častý výskyt difuzního spoje. Delaminace nebyla patrná.



Obr. 33: Mikrostruktura nástřiku RF11.

V poslední třetí etapě byl u depozicí směsi W-Cr ve hmotnostním poměru 9:1 testován vliv rychlosti dávkování prášku a použitého nosného plynu. Stejně jako u předchozích dvou etap jsou v Tabulce 10 pro lepší přehlednost zobrazeny parametry nástřiku RF9 – RF11.

Tabulka 10: Parametry třetí etapy.

Vzorek		**RF9**	**RF10**	**RF11**
Prášek		W-Cr (9:1)		
Výkon (kW)		15		
Dávkování prášku (g/min)		4,4	2,2	
Tlak v komoře (kPa)		103,4		
Průtok plynu (slpm)	Ochranný p.	Ar (35)		
	Centrální p.	Ar + H2 (10 + 3,4)		
	Nosný p.	He (8)		Ar (8)
Tloušťka (µm)		231	103	129
Porozita (%)		1,6	1,7	2,9

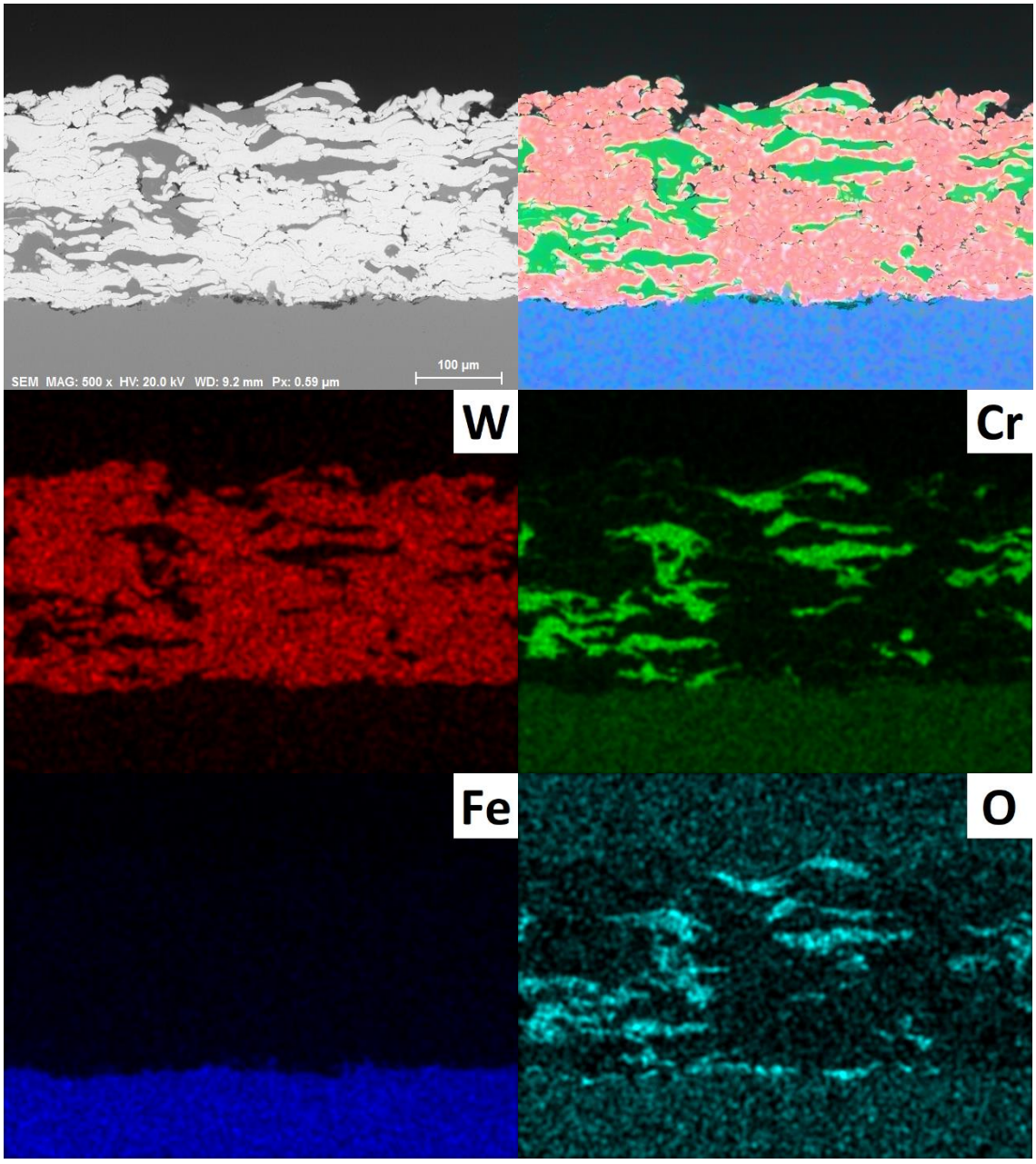
Rozložení wolframu a chromu u těchto nástřiků lze dobře rozlišit díky rozdílnému atomovému číslu. Na snímcích z elektronového mikroskopu v módu zpětně odražených elektronů je wolfram světlejší, protože atomové číslo wolframu (74) je výrazně větší než chromu (24). Chrom a železo (26) mají podobné atomové číslo, tudíž je kontrast mezi těmito prvky menší.

Při volbě procesních parametrů se vycházelo z kvalitativně nejlepší depozice v druhé etapě (RF7). Takto deponovaný nástřik RF9 měl ze všech vzorků z této práce nejblíže výsledkům, které by byly přijatelné pro aplikace ve fúzních reaktorech. Kvalitu nástřiku nejlépe charakterizuje tloušťka 231 µm, porozita 1,6 % a kvalitní spojení wolframových a chromových splatů. Stejně jako u dalšího nástřiku (RF10) bylo možné u RF9 pozorovat lokální vyplňování pórů wolframové struktury částicemi chromu. U nástřiku RF10 bylo zkoumáno, jestli se kvalita nástřiku nezlepší s poloviční rychlostí dávkování prášku. Dosáhlo se ovšem stejné mikrostruktury jako u RF9 s tím rozdílem, že tloušťka nástřiku se (očekávaně) zmenšila na 103 µm. Na závěr experimentu se testoval vliv argonu jako použitého nosného plynu. Následkem toho byl ve struktuře nástřiku RF11 detekován pravidelný výskyt wolframu, který difundoval do okrajových částí chromových splatů. Tato jemná chromová matrice se ovšem vyskytovala pouze lokálně. Na rozhraní mezi nástřikem a substrátem nedocházelo u žádného nástřiku ze třetí etapy k delaminaci. U všech těchto depozic bylo naopak detekováno mírné natavení substrátu.

Protože depozice RF9 vykazovala nejlepší atributy z připravených W-Cr nástřiků, byla u tohoto vzorku také provedena chemická analýza pomocí energiově-disperzní spektroskopie (EDX).

4.3 Chemická analýza

Na Obr. 34 je zobrazen SEM snímek vzorku RF9 (při zvětšení 500×), celkové překrývající zobrazení a odpovídající EDX mapy pro wolfram, chrom, železo a kyslík. Chemická mapa pro železo naznačuje, že během depozice RF9 nedošlo ke vzlínání ocelového substrátu do nástřiku. Protože je substrát vyroben z korozivzdorné oceli (AISI 304), jejíž hlavním legujícím prvkem je chrom, nachází v EDX mapě chrom zastoupení i v substrátu. Na chemické mapě kyslíku je vidět, že se tento prvek vyskytuje převážně ve splatech chromu a také v pórech na rozhraní mezi substrátem a nástřikem. Výskyt kyslíku ve splatech chromu převážně způsobuje samotný chromový prášek Cr 99,7, který dle výrobce obsahuje okolo 0,16 % kyslíku. Také je z těchto map zřejmé, že během nanášení nedošlo k oxidaci wolframu (výrobce wolframového prášku udává obsah kyslíku v MP65S okolo 0,008 %).



Obr. 34: EDX mapy mikrostruktury nástřiku RF9.

5 Diskuse

Nejkvalitnější nástřik z první etapy byl deponován při procesních parametrech nanášení vzorku RF1. Ostatní nástřiky, které byly deponované při sníženém výkonu hořáku 12 kW a 9 kW, vykazovaly vyšší porozitu, menší tloušťku a nedostatečné natavení a slinutí splatů. Jedině při maximálním výkonu hořáku 15 kW nástřiky dosahovaly přijatelných výsledků spočívajících ve tvorbě splatů diskovitého tvaru. Při nižších výkonech nemělo plazma energii na dostatečné natavení Cr částic. Skutečnost, že nedostatečný výkon hořáku má za následek nedostatečné protavení částic, ostatně potvrzuje i odborná literatura [43]. Protože se i v nástřiku RF1 lokálně nacházely pouze částečně natavené částice, byl ve druhé etapě testován vliv poloviční rychlosti podávání prášku, sníženého tlaku v reakční komoře a změně nosného plynu na více entalpický.

Předpoklad byl, že při polovičním dávkování prášku bude energie plazmatu, distribuovaná na menší množství materiálu, stačit na vyhovující natavení chromového prášku. Takto deponovaný nástřik (RF4) skutečně měl jemnou lamelární mikrostrukturu po celé tloušťce nástřiku, ovšem výrazně se také (očekávaně) zmenšila tloušťka nástřiku a benefity tak nepřevážily nevýhody. Při použití argonu jako nosného plynu tedy lze pozorovat korelaci mezi vyšší tloušťkou nástřiku a vyšším počtem nenatavených částic a také vyšší porozitou. Při dalším experimentu byla snaha tento negativní trend vyřešit snížením tlaku v reakční komoře na 62 kPa, ovšem bezúspěšně. Očekávalo se, že snížení tlaku způsobí vznik delšího proudu plazmatu, což obecně u plazmového nanášení vede k lepšímu natavení prášku [44]. Protože však byla v experimentu použita velmi krátká odstupová vzdálenost mezi substrátem a hořákem (70 mm), tento vliv se neprojevil. Kvůli neuspokojivým výsledkům mikrostruktur nástřiků RF5 a RF6 bylo od dalšího testování vlivu tlaku v reakční komoře upuštěno a pokračovalo se dále s tlakem 103,4 kPa.

Při použití argonu jako nosného plynu lze pozorovat velké množství nedostatečně natavených částic chromu, což bylo pravděpodobně způsobeno nižší letovou teplotou částic. Proto se u dalších nástřiků přistoupilo k použití helia. Helium je vysokoentalpický, monoatomární plyn, který zvyšuje tepelnou vodivost plazmatu a tím zvyšuje schopnost ohřevu plazmatu [45]. Kompromisem za zvýšenou entalpii použitého nosného plynu je vyšší cena helia. Při porovnání nástřiků, u kterých byl rozdíl pouze v použitém typu nosného plynu (RF1 a RF7), lze vidět, že použité helium jako nosný plyn v mikrostruktuře zajišťuje větší slinutí splatů, více uniformní tloušťku a výrazný úbytek porozity. Následně byla u dalšího nástřiku RF8 potvrzena hypotéza, že poloviční rychlost dávkování prášku má vliv převážně na tloušťku nástřiku, aniž by došlo k markantnímu zlepšení mikrostruktury, kvůli čemuž se snížené dávkování testovalo. U těchto nástřiků je patrné, že při použití helia jako nosného plynu nemá vzdálenost splatů od substrátu vliv na jejich tvar. Protože byly všechny nástřiky deponované během jednoho přejezdu, nedocházelo ke zhoršení horních vrstev nástřiku v důsledku hůře odváděného tepla. U těchto nástřiků dále nedocházelo k výraznému natavení substrátu, tudíž lze říci, že odstupová vzdálenost mezi tryskou hořáku a povrchem substrátu byla vhodně zvolena.

Referenčním nástřikem pro depozici směsi W-Cr byl nástřik RF7. Nástřik RF7 byl konzistentní, kompaktní a vyznačoval se i dostatečnou tloušťkou, která byla zhruba 4× až 6× větší, než je tomu běžné u nástřiků chromu deponovaných metodou APS [46; 47]. Protože tento nástřik čistého chromu dopadl nejlépe, byl předpoklad, že s wolframem, který se již povedlo

kvalitně deponovat (například v publikaci [36]), bude chrom při těchto procesních parametrech tvořit kvalitní nástřik pro fúzní aplikace.

Obecně docházelo v nástřicích W-Cr k částečnému vyplnění pórů wolframové struktury chromem vlivem rozdílné teploty tavení (nástřiky W-Cr měly menší porozitu než nástřiky čistého Cr). Jak je popsáno v teoretické části, rovnoměrnější jemná chromová matrice daleko více vyhovuje požadavkům kladených na materiály ve fúzních reaktorech. Nejblíže těmto požadovaným parametrům byla mikrostruktura nástřiku RF9. Tento nejperspektivnější nástřik, který vycházel právě z depozice RF7, měl dostatečnou tloušťku, nízkou porozitu a byl charakterizován pravidelným slinutím wolframových a chromových splatů. Kvalitu tohoto nástřiku W-Cr demonstruje při komparaci i odborná literatura, ve které se metodou VPS deponovaly nástřiky kompozitů na bázi wolframu, například W-346L [48] či W-Cu [49]. U nástřiku RF9 byla rovněž provedena chemická analýza EDS, která potvrdila, že při depozici docházelo pouze k lokálnímu natavení substrátu, ale nikoliv ke vzlínání železa (substrátu) do nástřiku. Na chemické mapě je dále vidět, že se kyslík vyskytoval pouze ve splatech chromu, což bylo nejspíše zapříčiněno zbytkovým kyslíkem v samotném prášku. Celkový obsah kyslíku v nástřiku je velmi malý a pro fúzní aplikaci není zásadní.

Nízký obsah kyslíku je zapříčiněn samotnou podstatou technologie RF-ICP, která díky vakuu v reakční komoře a bezelektrodové genezi plazmatu vytváří nástřiky s mnohem nižším obsahem inkluzí oxidu, než tomu je u depozic stříkaných na vzduchu. To ostatně potvrzuje i odborná literatura, ve které se nástřiky technologií VPS běžně vyznačují o 70 – 100 % menší porozitou a menším obsahem kyslíku než nástřiky deponované pomocí APS (například studie z Číny z roku 2021 uvádí porozitu nástřiku wolframu 7,6 % pomocí technologie VPS a při depozici wolframu technologií APS uvádí porozitu nástřiku 12,9 % [50]). Pro konkrétní porovnání našich výsledků s odbornou literaturou lze uvést další studii z Číny z roku 2021, která pojednává o depozici směsi W-Cr (9:1) pomocí aditivní technologie laser metal deposition (LMD) [24]. Touto metodou se sice podařilo deponovat vrstvu W-Cr, která dosahuje tloušťky cca 2 mm, ovšem za cenu nehomogenní struktury, výskytu trhlin a také vyšší porozity než u našeho nástřiku RF9.

U posledních dvou nástřiků byla snaha o zlepšení nástřiku RF9. Podobně jako u nástřiků samotného Cr, i u směsí W-Cr však měla poloviční rychlost dávkování prášku opět vliv pouze na (sníženou) tloušťku nástřiku, přičemž k výraznému zlepšení mikrostrukturu nedošlo. I v nástřiku RF10 se stejně jako u RF9 nacházely nenatavené částice. Na výsledné mikrostruktuře je vidět, že se na hranicích chromových splatů lokálně vyskytovaly částice bohaté na wolfram, ovšem u nástřiku RF11 docházelo k difúzi wolframu do okrajových částí splatů chromu daleko častěji. Lze tedy konstatovat, že s argonem jako nosným plynem se lépe vytvářela tenké spojitá chromová matrice. Na druhou stranu měl nástřik RF11 vyšší porozitu a větší povrchovou drsnost. Též je u této mikrostruktury patrné, že díky argonu se letové teploty částic pohybují na hraně teploty tání wolframu a je proto možné pozorovat i nedostatečně natavené splaty globulárního tvaru.

6 Závěr

Cílem diplomové práce bylo optimalizovat depoziční parametry zvoleného prášku Cr a dále směsi W-Cr a nanesení odpovídajících vrstev pomocí technologie RF-ICP, které by bylo možné uplatnit ve fúzních reaktorech.

Během experimentální části bylo vytvořeno osm variant nástřiků chromu, u kterých byl s ohledem na výslednou kvalitu nástřiku testován vliv použitého výkonu hořáku, rychlosti dávkování prášku, tlaku v reakční komoře a použitého nosného plynu. U deponovaných nástřiků byla provedena mikrostrukturní analýza. Hodnocena byla tloušťka nástřiku a porozita, a rovněž natavenost částic a tvar splatů, povrchová drsnost či kvalita rozhraní se substrátem. S těmito poznatky byly dále testovány tři nástřiky směsi W-Cr, u kterých již byla optimalizována pouze rychlost dávkování prášku a typ nosného plynu.

S ohledem na využití těchto nástřiků v termonukleárních reaktorech byl jako nejlepší shledán nástřik W-Cr deponovaný při výkonu hořáku 15 kW, dávkování prášku 4,4 g/min, tlaku v komoře 103,4 kPa a s heliem jako nosným plynem. Za těchto parametrů docházelo k tvorbě kvalitních, hutných vrstev s vysokou kvalitou rozraní se substrátem, a dále k požadovanému slinutí splatů chromu a wolframu a také k tvorbě chromové matrice, která by poskytovala jedinečnou mikrostrukturu, jenž by přispívala ke spolehlivému chodu jak při provozu reaktoru, tak při havárii LOCA.

V dalším výzkumu těchto nástřiků by bylo vhodné otestovat vstupní prášky s jinými chemickými i geometrickými parametry a také například vyzkoušet jiné rychlosti přejezdu držáku při depozici v kombinaci s menším dávkováním prášku. Tyto změny by mohly zajistit tvorbu rovnoměrnější chromové matrice, která bude zároveň vyplňovat póry mezi wolframovými splaty. Proto je pro další experimenty naplánováno prosití prášku W do rozmezí 10 – 20 µm a zcela novým směrem pak bude sferodizace částic W-Cr připravených vysokoenergetickým mletím. Tato sferoidizace bude provedena v novém reaktoru, který bude na Ústavu fyziky plazmatu AV ČR uveden do provozu v létě 2023.

Seznam použitých zkratek

RF-ICP	Radiofrequency inductively coupled plasma	
VIPS	Vacuum induction plasma spraying	
APS	Atmospheric plasma spraying	
VPS	Vakuum plasma spraying	
LPPS	Low pressure plasma spraying	
HVOF	High velocity oxygen fuel	
CS	Cold spray	
CGDS	Cold gas dynamic spraying	
HIP	Hot isostatic pressing	
CVD	Chemical vapor deposition	
PVD	Physical vapor deposition	
LOCA	Loss of coolant accidents	
ITER	International thermonuclear experimental reactor	
DEMO	Demonstration power plant	
PWI	Plasma wall interaction	
PFC	Plasma facing components	
PFM	Plasma facing materials	
CFC	Carbon fiber composites	
DBTT	Ductile-to-brittle transition temperature	
LMD	Laser metal deposition	
EDX	Energy dispersive X-ray spectroscopy	
ICP-MS	Inductively coupled plasma - mass spektrometry	
ICP-AES	Inductively coupled plasma - atom emission spectrometry	
SEM	Scanning electron microscope	
f	Frekvence	(Hz)
f_o	Otáčky za minutu	(ot/min, rpm)
E_w	Energie	(1 eV ≐ $1{,}6 \cdot 10^{-19}$ J)
p	Tlak	(Pa)
n_i/n_n	Stupeň ionizace	(eV)
U_i	Ionizační potenciál	(eV)
T	Termodynamická teplota	(K)
k	Boltzmannova konstanta	($J \cdot K^{-1}$)
n	Hustota atomového jádra	($kg \cdot m^{-3}$)
τ_E	Doba udržení energie	(s)

PKA	Počet vyražených atomů	(dpa)
P	Výkon	(W)
q_t	Tepelný tok	$(W \cdot m^{-2})$
N_z	Neutronové zatížení	$(W \cdot m^{-2})$
q_v	Tepelná vodivost	$(W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1})$
γ	Tepelná roztažnost	(K^{-1})
E	Youngův modul pružnosti v tahu	(Pa)
Q	Objemový průtok	(slpm)

Seznam obrázků

Obr. 1: Fúzní reakce mezi deuteriem a tritiem za vzniku ^{4}He [7]..... 10
Obr. 2: Porovnání energetického zisku na jednotku hmotnosti při fúzi a při štěpení [7]..... 11
Obr. 3: Geometrie magnetického udržení u tokamaku [3]..... 12
Obr. 4: Schéma navrhované fúzní elektrárny [7]..... 14
Obr. 5: Návrh fúzního reaktoru ITER [9]..... 14
Obr. 6: Původní koncept kazety divertoru z CFC a W [14]..... 16
Obr. 7: Schematické znázornění radiačního poškození [18]..... 18
Obr. 8: Schéma PFC [11]..... 20
Obr. 9: Schéma ochranné vrstvy W-Cr před provozem, během provozu a při havárii LOCA [24]. 22
Obr. 10: Proces tepelného nástřiku [28]..... 23
Obr. 11: Typická mikrostruktura žárového nástřiku [30]..... 24
Obr. 12: Základní rozdělení metod žárového stříkání [30]..... 25
Obr. 13: Porovnání metod plazmového stříkání elektrickým obloukem a RF-ICP [27]..... 28
Obr. 14: Morfologie použitého chromového prášku Cr 99,7..... 29
Obr. 15: Distribuce velikosti částic použitých prášků Cr a W..... 30
Obr. 16: Morfologie použitého wolframového prášku MP65S..... 31
Obr. 17: Uchycení destiček substrátu na vodou chlazeném držáku [39]..... 32
Obr. 18: Zařízení Tekna TekSpray 15 [40]..... 33
Obr. 19: Schéma vnitřní komory zařízení TekSpray 15 [41]..... 34
Obr. 20: Plazmový hořák PN-35M [41]..... 35
Obr. 21: Ilustrace principu měření tloušťky nástřiku ze dvou různých míst při pozorování v SEM (zde vzorek RF1)..... 38
Obr. 22: Ilustrace postupu měření porozity nástřiku analýzou obrazu (zde vzorek RF1)..... 39
Obr. 23: Mikrostruktura nástřiku RF1..... 41
Obr. 24: Mikrostruktura nástřiku RF2..... 42
Obr. 25: Mikrostruktura nástřiku RF3..... 42
Obr. 26: Mikrostruktura nástřiku RF4..... 44
Obr. 27: Mikrostruktura nástřiku RF5..... 44
Obr. 28: Mikrostruktura nástřiku RF6..... 45
Obr. 29: Mikrostruktura nástřiku RF7..... 46

Obr. 30: Mikrostruktura nástřiku RF8. 46

Obr. 31: Mikrostruktura nástřiku RF9. 48

Obr. 32: Mikrostruktura nástřiku RF10. 49

Obr. 33: Mikrostruktura nástřiku RF11. 49

Obr. 34: EDX mapy mikrostruktury nástřiku RF9. 51

Seznam tabulek

Tabulka 1: Parametry blanketu ITER [14]. 15
Tabulka 2: Chemické složení oceli AISI SS 316L(N)-IG [21]. 19
Tabulka 3: Základní mechanické vlastnosti oceli AISI SS 316L(N)-IG [21]. 19
Tabulka 4: Chemické složení použitého chromového prášku [33]. 30
Tabulka 5: Chemické složení použitého wolframového prášku [37]. 31
Tabulka 6: Chemické složení oceli AISI 304 (hm. %) [38]. 32
Tabulka 7: Procesní parametry jednotlivých nástřiků. 36
Tabulka 8: Parametry první etapy. 43
Tabulka 9: Parametry druhé etapy. 47
Tabulka 10: Parametry třetí etapy. 50

Bibliografie

[1] DEAN, Stephen O. The Fusion Energy Option. *Journal of Fusion Energy* [online]. 2004, 23(2), 111-120 [cit. 2022-12-03]. ISSN 0164-0313. Dostupné z: doi:10.1007/s10894-005-3473-2

[2] MORSE, Edward. *Nuclear Fusion* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2018 [cit. 2022-12-03]. Graduate Texts in Physics. ISBN 978-3-319-98170-3. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-319-98171-0

[3] ROMANELLI, Francesco, L. CIFARELLI a F. WAGNER. Fusion energy. *EPJ Web of Conferences* [online]. 2020, 246 [cit. 2022-12-03]. ISSN 2100-014X. Dostupné z: doi:10.1051/epjconf/202024600013

[4] SHARIF AYON, Iffat. *Commercial fusion energy: how far are we really?* [online]. [cit. 2022-12-03]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/364087781_Commercial_fusion_energy_how_far_are_we_really

[5] EL-GUEBALY, Laila A. Fifty Years of Magnetic Fusion Research (1958–2008): Brief Historical Overview and Discussion of Future Trends. *Energies* [online]. 2010, 3(6), 1067-1086 [cit. 2022-12-03]. ISSN 1996-1073. Dostupné z: doi:10.3390/en30601067

[6] BOULOS, Maher I. NEW FRONTIERS IN THERMAL PLASMAS FROM SPACE TO NANOMATERIALS. *Nuclear Engineering and Technology* [online]. 2012, 44(1), 1-8 [cit. 2022-12-03]. ISSN 1738-5733. Dostupné z: doi:10.5516/NET.77.2012.001

[7] MCCRACKEN, Garry a Peter STOTT. *Fusion: Second edition* [online]. Academic Press. Elsevier, 2013 [cit. 2022-12-03]. ISBN 9780123846563. Dostupné z: doi:10.1016/C2009-0-64568-2

[8] *European researchers achieve fusion energy record: EUROfusion* [online]. In: . [cit. 2023-03-01]. Dostupné z: https://euro-fusion.org/eurofusion-news/european-researchers-achieve-fusion-energy-record/

[9] GARCIA, Odd Erik. *Nuclear fusion energy* [online]. University of Tromsø: Department of Physics and Technology [cit. 2022-12-04]. Dostupné z: https://www.ux.uis.no/~per-am/ef/Garcia-Fusion.pdf

[10] PITTS, R.A., S. CARPENTIER, F. ESCOURBIAC et al. Physics basis and design of the ITER plasma-facing components. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2011, 415(1), 957-964 [cit. 2022-12-11]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2011.01.114

[11] LINKE, Jochen. High Heat Flux Performance of Plasma Facing Materials and Components under Service Conditions in Future Fusion Reactors. *Fusion Science and Technology* [online]. 2017, 57(2), 293-302 [cit. 2022-12-11]. ISSN 1536-1055. Dostupné z: doi:10.13182/FST10-A9420

[12] ANDREANI, R a M GASPAROTTO. Overview of fusion nuclear technology in Europe. *Fusion Engineering and Design* [online]. 2002, 61-62, 27-36 [cit. 2022-12-11]. ISSN 09203796. Dostupné z: doi:10.1016/S0920-3796(02)00110-2

[13] ROTH, Joachim, E. TSITRONE, A. LOARTE et al. Recent analysis of key plasma wall interactions issues for ITER. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2009, 390-391, 1-9 [cit. 2022-12-11]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2009.01.037

[14] INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *ITER Technical Basis: ITER EDA Documentation Series No. 24* [online]. Vienna: IAEA, 2002 [cit. 2022-12-11]. Dostupné z: https://www.iaea.org/publications/6492/iter-technical-basis

[15] VIEIDER, G., A. CARDELLA, M. AKIBA, R. MATERA a R. WATSON. ITER plasma facing components, design and development. *Fusion Engineering and Design* [online]. 1991, 16, 23-34 [cit. 2022-12-11]. ISSN 09203796. Dostupné z: doi:10.1016/0920-3796(91)90180-X

[16] BROWN, T., L. BROMBERG, A. COSTLEY et al. An overview of Pilot Plant designs based on the advanced tokamak, spherical tokamak and stellarator. In: *2011 IEEE/NPSS 24th Symposium on Fusion Engineering* [online]. IEEE, 2011, s. 1-6 [cit. 2022-12-11]. ISBN 978-1-4577-0669-1. Dostupné z: doi:10.1109/SOFE.2011.6052269

[17] *ITER* [online]. France - St. Paul-lez-Durance: ITER ORGANIZATION, 2022 [cit. 2022-12-11]. Dostupné z: https://www.iter.org/

[18] KNASTER, J., A. MOESLANG a T. MUROGA. Materials research for fusion. *Nature Physics* [online]. 2016, 12(5), 424-434 [cit. 2022-12-18]. ISSN 1745-2473. Dostupné z: doi:10.1038/nphys3735

[19] BOLT, H, V BARABASH, W KRAUSS, J LINKE, R NEU, S SUZUKI, N YOSHIDA a ASDEX UPGRADE TEAM. Materials for the plasma-facing components of fusion reactors. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2004, 329-333, 66-73 [cit. 2022-12-18]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2004.04.005

[20] KALININ, G.M. High-Z plasma-facing and related materials. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 1991, 179-181, 1193-1198 [cit. 2022-12-19]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/0022-3115(91)90320-7

[21] *China Machinery Metal Jiangsu Co., Ltd: 316LN-IG Stainless Steel Forgings Special Alloys For Clean Energy And Oceaneering* [online]. China, Jiangsu Province, 2022 [cit. 2022-12-22]. Dostupné z: https://www.cmmcalloy.com/sale-11244222-316ln-ig-stainless-steel-forgings-special-alloys-for-clean-energy-and-oceaneering.html

[22] LÄSSER, R., N. BALUC, J.-L. BOUTARD et al. Structural materials for DEMO: The EU development, strategy, testing and modelling. *Fusion Engineering and Design* [online]. 2007, 82(5-14), 511-520 [cit. 2022-12-22]. ISSN 09203796. Dostupné z: doi:10.1016/j.fusengdes.2007.06.031

[23] MATĚJÍČEK, Jiří, Pavel CHRÁSKA a Jochen LINKE. Thermal Spray Coatings for Fusion Applications—Review. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 2007, 16(1), 64-83 [cit. 2023-02-14]. ISSN 1059-9630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-006-9007-2

[24] WU, B.D., X. LIU, J.F. LI, Y.Z. ZHOU, X.S. YANG, X.F. HUANG a G.M. LE. Tungsten-chromium coatings on reduced activation ferritic/martensitic steels prepared by laser melting deposition process. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2021, 543 [cit. 2023-02-16]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2020.152573

[25] TERENTYEV, D., A. ZINOVEV, T. KHVAN, J.-H. YOU, N. VAN STEENBERGE a E.E. ZHURKIN. Irradiation embrittlement in pure chromium and chromium-tungsten alloy in a view of their potential application for fusion plasma facing components. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2021, 554 [cit. 2023-02-16]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2021.153086

[26] VILÉMOVÁ, Monika, Ksenia ILLKOVÁ, František LUKÁČ, Jiří MATĚJÍČEK, Jakub KLEČKA a Jindřich LEITNER. Microstructure and phase stability of W-Cr alloy prepared by spark plasma sintering. *Fusion Engineering and Design* [online]. 2018, 127, 173-178 [cit. 2023-02-16]. ISSN 09203796. Dostupné z: doi:10.1016/j.fusengdes.2018.01.012

[27] FAUCHAIS, Pierre, Joachim HEBERLEIN a Maher BOULOS. *Thermal Spray Fundamentals* [online]. Boston, MA: Springer US, 2014 [cit. 2023-02-21]. ISBN 978-0-387-28319-7. Dostupné z: doi:10.1007/978-0-387-68991-3

[28] DAVIS, Joseph R. *Handbook of Thermal Spray Technology*. ASM International, 2004. ISBN 978-0-87170-795-6.

[29] PAWŁOWSKI, Lech. *The Science and engineering of thermal spray coatings*. 2nd ed. Chichester: John Wiley & Sons, 2008. ISBN 978-0-471-49049-4.

[30] JAHANI, Babak a Amanda BROOKS. *Development of Antibacterial Surfaces Via Thermal Spray Coating Techniques* [online]. [cit. 2023-02-21]. ISSN 0067-8856 04 54 1. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/328951833_Development_of_Antibacterial_Surfaces_Via_Thermal_Spray_Coating_Techniques

[31] JAYAPALAN, Kanesh, Oi CHIN a Chiow WONG. Radio Frequency Planar Inductively Coupled Plasma: Fundamentals and Applications. In: RAWAT, Rajdeep Singh, ed., Rajdeep RAWAT. *Plasma Science and Technology for Emerging Economies* [online].

Singapore: Springer Singapore, 2017, s. 527-591 [cit. 2023-02-23]. ISBN 978-981-10-4216-4. Dostupné z: doi:10.1007/978-981-10-4217-1_10

[32] JIAYIN, Guo, Fan XIAOBAO, Richard DOLBEC, Xue SIWEN, Jerzy JUREWICZ a Maher BOULOS. Development of Nanopowder Synthesis Using Induction Plasma. *Plasma Science and Technology* [online]. 2010, 12(2), 188-199 [cit. 2023-02-23]. ISSN 1009-0630. Dostupné z: doi:10.1088/1009-0630/12/2/12

[33] *Exotech chrom powder: Datasheet Cr 99,7*. In: . Pompano Beach, FL 33069 USA, 17.3.2021. Dostupné také z: https://www.exotech.com/blog/manufacturing-high-purity-chromium-powder-exotech

[34] KOVARIK, Ondrej, Jan CIZEK, Jakub KLECKA, Miroslav KARLIK, Jiri CAPEK, Jan SIEGL, Tomas CHRASKA a Shuto TAKAYASU. Mechanical properties and fatigue crack growth in tungsten deposited by RF-plasma. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, 410 [cit. 2023-04-02]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2021.126930

[35] VARDELLE, Armelle, Christian MOREAU, Nickolas THEMELIS a Christophe CHAZELAS. A Perspective on Plasma Spray Technology. *Plasma Chemistry and Plasma Processing* [online]. 2015, 35(3), 491-509 [cit. 2023-04-02]. ISSN 0272-4324. Dostupné z: doi:10.1007/s11090-014-9600-y

[36] KLECKA, Jakub, Jan CIZEK, Jiri MATEJICEK, Frantisek LUKAC, Rostislav ZLATNIK a Tomas CHRASKA. Tailoring the structure of RF-ICP tungsten coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2021, 406 [cit. 2023-04-02]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2020.126745

[37] *GTP Tungsten & Corp: Datasheet MP65S*. In: . Zahradní 1442/46, Bruntál 792 01, Czech Republic, číslo 606-2018. Dostupné také z: https://www.globaltungsten.com/en/index.html?gclid=Cj0KCQjwz6ShBhCMARIsAH9A0qUkvB2x3vwnqq6SiYu9HBuhQMawNhjVw5lUy3mluYkS2obs7U_VY6caAstzEALw_wcB

[38] *Italinox s. r. o.: Plechy, datasheet AISI 304*. In: . Zděbradská 58/59 251 01 Říčany – Jažlovice, 2023. Dostupné také z: https://italinox.cz/

[39] SAMAL, Sneha, Ondřej TYC, Jan CIZEK et al. Fabrication of Thermal Plasma Sprayed NiTi Coatings Possessing Functional Properties. *Coatings* [online]. 2021, 11(5) [cit. 2023-04-02]. ISSN 2079-6412. Dostupné z: doi:10.3390/coatings11050610

[40] *Ústavu fyziky plazmatu AV ČR: Strategie AV21* [online]. In: . [cit. 2023-04-02]. Dostupné z: https://strategie.avcr.cz/aktuality/mezinarodni-seminar-advances-in-materials-development-predstavil-unikatni-system-pro-tvorbu-nastriku-1?dev=1

[41] *Tekna plasma systems inc: SY170 15 KW INDUCTION PLASMA SYSTEM OPERATING MANUAL*. In: . Sherbrooke, Quebec Canada. Dostupné také z: https://www.tekna.com/thermal-spray-systems

[42] *ImageJ: Image processing and analysis in Java* [online]. LOCI, University of Wisconsin [cit. 2023-04-02]. Dostupné z: https://imagej.net/ij/index.html

[43] ZHANG, Shitao, Wenge LI, Yihuai HU, Tao JIANG, Leyang GUO, Yangyang ZHANG a Yuantao ZHAO. Effect of spraying power on the microstructure and wear behavior of the plasma-sprayed FeCoCrNiMo 0.2 coating. *AIP Advances* [online]. 2021, 11(11) [cit. 2023-05-18]. ISSN 2158-3226. Dostupné z: doi:10.1063/5.0074776

[44] ZHANG, Youpeng, Junfang CHEN, Congzheng SONG, Yan WANG a Wenwen XIONG. The study of influence of working pressure on mode conversion of argon radio-frequency inductively coupled plasma. *Vacuum* [online]. 2016, 132, 16-21 [cit. 2023-05-18]. ISSN 0042207X. Dostupné z: doi:10.1016/j.vacuum.2016.07.022

[45] JANISSON, S., A. VARDELLE, J.F. COUDERT, E. MEILLOT, B. PATEYRON a P. FAUCHAIS. Plasma Spraying Using Ar-He-HSUB2/SUB Gas Mixtures. *Journal of Thermal Spray Technology* [online]. 8(4), 545-552 [cit. 2023-05-18]. Dostupné z: doi:10.1361/105996399770350232

[46] LI, Qing, Yu WANG, Peinan DU, Peng SONG, Ruiqian ZHANG, Zhenhua LI a Jiansheng LU. Oxidation properties and microstructure of a chromium coating on zircaloy-4 fuel cladding material applied by atmospheric plasma spraying. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2022, 560 [cit. 2023-05-19]. ISSN 00223115. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2021.153496

[47] GRIMM, Maximilian, Susan CONZE, Lutz-Michael BERGER, Sven THIELE, Thomas LINDNER a Thomas LAMPKE. Microstructures and property profiles of atmospheric plasma sprayed (Al,Cr,Ti)2O3 solid solution coatings. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2023, 457 [cit. 2023-05-22]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2023.129309

[48] KLECKA, Jakub, Jan CIZEK, Jiri MATEJICEK, Frantisek LUKAC a Jakub VALA. Thick functionally-graded W-316L composite coatings for nuclear fusion applications. *Nuclear Materials and Energy* [online]. 2023, 34 [cit. 2023-05-19]. ISSN 23521791. Dostupné z: doi:10.1016/j.nme.2023.101373

[49] NIU, Yaran, Dan LU, Liping HUANG, Jun ZHAO, Xuebin ZHENG a Guang CHEN. Comparison of W–Cu composite coatings fabricated by atmospheric and vacuum plasma spray processes. *Vacuum* [online]. 2015, 117, 98-103 [cit. 2023-05-19]. ISSN 0042207X. Dostupné z: doi:10.1016/j.vacuum.2015.04.015

[50] FALI, Chong a Chen JUNLING. Property comparison of vacuum and air plasma sprayed tungsten coatings. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2021, 861 [cit. 2023-05-11]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2020.158422