

**České vysoké učení technické v Praze  
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská**

# **DISERTAČNÍ PRÁCE**

**Módy porušování konstrukčních materiálů  
tlakové nádoby reaktoru**

**Praha 2020**

**Ing. Jan Štefan**

## Bibliografický záznam

Autor:	Ing. Jan Štefan České vysoké učení technické v Praze Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská Katedra materiálů
Název práce:	Módy porušování konstrukčních materiálů tlakové nádoby reaktoru
Studijní program:	Aplikace přírodních věd
Studijní obor:	Fyzikální inženýrství
Školitel:	doc. Ing. Jan Siegl, CSc. České vysoké učení technické v Praze Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská Katedra materiálů
Školitel – specialista:	RNDr. Milan Brumovský, CSc. ÚJV Řež, a. s.
Akademický rok:	2019/2020
Počet stran:	126
Klíčová slova:	návar tlakové nádoby reaktoru, svarový kov tlakové nádoby reaktoru, lomová houževnatost, vrubová houževnatost, metalografický rozbor, fraktografická analýza

## Bibliographic Entry

Author:	Ing. Jan Štefan Czech Technical University in Prague Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering Department of Materials
Title of Dissertation:	Failure modes of Reactor Pressure Vessel Structural Materials
Degree Programme:	Applications of Natural Sciences
Field of Study:	Physical Engineering
Supervisor:	doc. Ing. Jan Siegl, CSc. Czech Technical University in Prague Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering Department of Materials
Supervisor – specialist:	RNDr. Milan Brumovský, CSc. ÚJV Řež, a. s.
Academic Year:	2019/2020
Number of Pages:	126
Keywords:	reactor pressure vessel cladding, reactor pressure vessel weld metal, fracture toughness, impact toughness, metallographic analysis, fractographic analysis

## **Abstrakt**

Tato disertační práce je zaměřena na hodnocení procesů provozní degradace a porušování konstrukčních materiálů tlakových nádob jaderných reaktorů typů VVER 440 a VVER 1000. V rešeršní části disertační práce je podána charakterizace konstrukčních materiálů reaktorů, popis jejich provozní degradace a popis metod hodnocení jejich mechanických vlastností. V rámci praktické části disertační práce byla provedena série experimentů s cílem vyhodnocení struktury a procesů porušování vybraných materiálů. Prvním materiálem byl austenitický návar tlakové nádoby reaktoru typu VVER 440. Druhým materiálem byl svarový kov, ze kterého se vyrábí svarové spoje prstence reaktorové nádoby typu VVER 1000 nacházejícího se v úrovni aktivní zóny. Hlavními výstupy experimentální části disertace jsou podrobná charakterizace mikrostruktury materiálů, typických mikromechanismů porušování materiálů a vazby mezi těmito charakteristikami a lomovou houževnatostí, resp. vrubovou houževnatostí.

## **Abstract**

This dissertation thesis is dedicated to evaluation procedures of degradation and failure processes of reactor pressure vessel structural materials of VVER 440 and VVER 1000 types. Research part of the dissertation provides characterization of reactor structural materials, degradation during operation, and methods of mechanical properties evaluation. In the experimental part of the thesis, a series of experiments focused on the evaluation of microstructure and failure processes of selected materials were performed. The first of the investigated materials was austenitic cladding of VVER 440 reactor pressure vessel. The second material was a weld metal used to manufacture welded joints of VVER 1000 reactor pressure vessel ring in the beltline region. The main outputs of the experiments include detailed characterization of microstructures of the materials, typical micromechanisms of their failure, and information on the relationship between these characteristics and the fracture toughness, or the impact toughness.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem svou disertační práci vypracoval samostatně a použil jsem pouze podklady uvedené v kapitole Seznam literatury a publikací.

V Praze dne

Podpis:

## **Poděkování**

Děkuji svému školiteli, doc. Ing. Janu Sieglovi, CSc., školiteli-specialistovi, RNDr. Milanovi Brumovskému, CSc., prof. Dr. Ing. Petrovi Haušildovi a Ing. Janu Adámkovi za pozornost, kterou věnovali mé disertační práci a za jejich odborné rady. Zároveň děkuji Ing. Janovi Adámkovi a Ing. Zuzaně Skoumalové za pořízení části obrazové dokumentace publikované v disertační práci.

# Obsah

Obsah .....	vi
Seznam zkratk, termínů a veličin.....	viii
1 Cíle disertační práce .....	10
2 Rešerše.....	12
2.1 Úvod do problematiky materiálů TNR .....	12
2.2 Provozní degradace materiálů TNR.....	13
2.2.1 Zpevňující mechanismy radiační degradace.....	15
2.2.2 Nezpevňující mechanismy radiační degradace.....	15
2.3 Hodnocení mechanických vlastností.....	17
2.3.1 Tahová zkouška .....	19
2.3.2 Zkouška rázem v ohybu.....	20
2.3.3 Zkouška lomové houževnatosti .....	23
2.3.4 Inovativní metody hodnocení mechanických vlastností reaktorových ocelí.....	28
2.4 Jaderné reaktory typu VVER.....	32
2.4.1 VVER 440 .....	32
2.4.2 VVER 1000 .....	38
2.4.3 Austenitický návar TNR VVER.....	45
3 Experimenty .....	62
3.1 Austenitický návar TNR VVER 440 .....	62
3.1.1 Popis vzorků a zkoušek lomové houževnatosti .....	62
3.1.2 Strukturní analýza.....	67
3.1.3 Vyhodnocení procesů porušování .....	67
3.2 Svarový kov TNR VVER 1000 .....	69
3.2.1 Popis vzorků, ozařovacích experimentů a mechanických zkoušek.....	69
3.2.2 Fraktografická analýza .....	73
3.2.3 Metalografický rozbor .....	77

4	Výsledky.....	78
4.1	Austenitický návar TNR VVER 440 .....	79
4.1.1	Strukturní analýza.....	79
4.1.2	Procesy porušování.....	89
4.2	Svarový kov TNR VVER 1000 .....	100
4.2.1	Metalografický rozbor .....	104
5	Diskuze .....	105
5.1	Austenitický návar TNR VVER 440 .....	105
5.1.1	Vazba mezi jednotlivými mikromechanismy porušování a lomovou houževnatostí.....	105
5.1.2	Porovnání výsledků s literaturou .....	106
5.1.3	Návrhy pro navazující experimentální činnost.....	109
5.2	Svarový kov TNR VVER 1000 .....	110
5.2.1	Vliv neutronového ozáření na míru interkrystalického porušování SK .....	110
5.2.2	Vazba mezi jednotlivými mechanismy porušování a vrubovou houževnatostí.....	112
6	Závěry.....	115
	Seznam literatury a publikací .....	118

## Seznam zkratek, termínů a veličin

Zkratka	Význam
ABIT	Zkouška instrumentované tvrdosti typu “Automated Ball Indentation Test”
BEC	Režim detekce zpětně odražených elektronů COMPO (“Backscattered electrons, COMPO”)
BWR	“Boiling Water Reactor”
CELR	Celulární (buněčná) oblast struktury návaru (“Cellular Region”)
DENR	Dendritická oblast struktury návaru (“Dendritic Region”)
EDX	Energiově disperzní spektrometrie (“Energy Dispersive X-ray Spectrometry”)
HSS	Heterogenní svarový spoj
HZ	Hranice zrna
IG	Interkrystalický (“Intergranular“)
JE	Jaderná elektrárna
LOM	Světelný mikroskop (“Light Optical Microscope“)
MC	Master křivka (“Master Curve”)
N1	První návar TNR
N2	Druhý návar TNR
PTS	“Pressurised Thermal Shock”
PWR	“Pressurised Water Reactor”
SCC	Korozní praskání pod napětím (“Stress Corrosion Cracking”)
SE	Režim detekce sekundárních elektronů
SEM	Řádkovací elektronový mikroskop (“Scanning Electron Microscope”)
SK	Svarový kov TNR
SLH	Statická lomová houževnatost
SP	Svědčební program
SPT	“Small Punch Test”
TG	Transkrystalický (“Transgranular”)
TRR	Přechodová oblast mezi CELR a DENR
TNR	Tlaková nádoba reaktoru
ÚJV	ÚJV Řež, a. s.
ZM	Základní materiál TNR
ZT	Zkušební těleso



<b>Veličina</b>	<b>Popis</b>
<i>Obecné veličiny</i>	
t [s, h, nebo r]	Čas
T [°C, nebo K]	Teplota
<i>Ozařovací experimenty</i>	
F [m <sup>-2</sup> ]	Fluence neutronů, neutronová dávka Míra ozáření materiálu rychlými neutrony vyjádřená jako počet neutronů na jednotkovou plochu materiálu. Hodnoty fluence jsou v této práci uváděny pro neutrony s energií E>0,5 MeV, případně E>1 MeV.
<i>Tahová zkouška</i>	
A [-]	Tažnost
R <sub>m</sub> [MPa]	Mez pevnosti
R <sub>p0,2</sub> [MPa]	Mez kluzu
Z [-]	Kontrakce
<i>Zkouška rázem v ohybu</i>	
KV [J]	Nárazová práce Energie absorbovaná při porušení zkušební tyče s „V“ vrubem.
KCV [J·cm <sup>-2</sup> ]	Vrubová houževnatost Podíl nárazové práce a plochy příčného průřezu ZT.
T <sub>K</sub> [°C]	Teplota přechodu z křehkého k houževnatému lomu
<i>Zkouška lomové houževnatosti</i>	
a [mm]	Délka trhliny
a <sub>0</sub> [mm]	Počáteční délka předcyklované trhliny
a <sub>p</sub> [mm]	Celková délka trhliny po ukončení zkoušky SLH
Δa [mm]	Přírůstek délky trhliny Rozdíl mezi okamžitou délkou trhliny a počáteční délkou trhliny.
F [kN]	Síla vyvinutá zkušebním strojem při zkoušce SLH
J [kJ m <sup>-2</sup> ]	J integrál
J <sub>0,2</sub> [kJ m <sup>-2</sup> ]	Lomová houževnatost, hodnota J integrálu vztažená k přírůstku trhliny o 0,2 mm.
J <sub>1</sub> [kJ m <sup>-2</sup> ]	Lomová houževnatost, hodnota J integrálu vztažená k přírůstku trhliny o 1,0 mm.
K [MPa m <sup>1/2</sup> ]	Faktor intenzity napětí
T <sub>0</sub> [°C]	Referenční teplota Master křivky Teplota, při které je medián ekvivalentu K <sub>Jc</sub> roven 100 MPa m <sup>1/2</sup> (K <sub>Jc(med)</sub> =100 MPa·m <sup>1/2</sup> )
v [mm]	Posunutí zatěžovacího pístu při zkoušce SLH.

# 1 Cíle disertační práce

Předkládaná disertační práce je zaměřena na problematiku provozní degradace a procesů porušování konstrukčních materiálů tlakové nádoby reaktoru typů VVER 440 a VVER 1000. Cílem rešeršní části disertační práce bylo podat na základě dostupných literárních údajů souhrn stávajících informací o vlastnostech reaktorových ocelí tohoto typu a o jejich provozní degradaci. Pozornost byla věnována také experimentálním metodám hodnocení mechanických vlastností.

Smyslem praktické části disertační práce bylo provedení série experimentů spočívajících v hodnocení mikrostruktury a procesů porušování dvou typů materiálů, z nichž každý plní na daném typu reaktoru významnou funkci:

## 1) Austenitický návar tlakové nádoby reaktoru typu VVER 440:

- Základní funkce návaru spočívá v protikorozní ochraně reaktorové nádoby. Návar může mít za jistých okolností také zásadní význam pro bezpečnost a integritu reaktorové nádoby, a to zejména při nehodovém scénáři s přechlazením reaktoru (tzv. “Pressurized Thermal Shock”). Materiály austenitického návaru reaktorů typů VVER 440 a VVER 1000 jsou v současné době předmětem zájmu také z důvodu jejich možné aplikace v tzv. technologii “Weld Overlay”, tedy v inovativním způsobu ochrany heterogenních svarových spojů komponent primárního i sekundárního okruhu JE proti koroznímu praskání pod napětím.
- Předmětem experimentů byl soubor zkušebních těles tvořených vrstvami návaru (oceli Sv 07Ch25N13 a Sv 08Ch19N10G2B) a porušených při zkouškách statické lomové houževnatosti, u kterého byl zaznamenán velmi vysoký rozptyl hodnot lomové houževnatosti  $J_{0,2}$ .
- Cílem experimentů bylo získání podkladů pro objasnění příčin rozptylu hodnot lomové houževnatosti obou materiálů návaru. Cíl byl splněn díky nalezení vazby mezi lokálním charakterem mikrostruktury návaru, charakterem fraktografických znaků a hodnotami lomové houževnatosti na jednotlivých zkušebních tělesech.

2) Svarový kov pro spoje prstence tlakové nádoby reaktoru typu VVER 1000 v úrovni aktivní zóny:

- Svarové spoje v úrovni aktivní zóny jsou kritickými komponentami reaktorů typu VVER 1000, a to zejména s ohledem na velmi intenzivní tok rychlých neutronů vyvolávajícího radiační zkřehnutí. Jinými slovy, zbytková životnost celého energobloku s VVER 1000 zpravidla závisí na stavu těchto svarových spojů.
- Předmětem fraktografického hodnocení byl rozsáhlý soubor zkušebních těles vyrobených z oceli Sv 12Ch2N2MAA, tedy z materiálu svarových spojů reaktorové nádoby typu VVER 1000, porušených při zkouškách rázem v ohybu. Část zkušebních těles byla vyrobena z neozářeného materiálu, zatímco další soubory těles byly vyrobeny z materiálu ve stavu po ozáření různě vysokými neutronovými dávkami.
- Cílem experimentů bylo vyhodnocení vazby mezi mírou neutronového ozáření materiálu, podílem jednotlivých mechanismů porušování a vrubovou houževnatostí materiálu. Cíl byl splněn díky charakterizaci mikrostruktury svarového kovu a vyhodnocení plošného podílu fraktografických znaků jednotlivých typů porušení na lomových plochách jednotlivých zkušebních těles.

## 2 Rešerše

### 2.1 Úvod do problematiky materiálů TNR

Tlaková nádoba jaderného reaktoru (TNR) je za provozu vystavena velice intenzivním degradačním vlivům. Dlouhodobé působení neutronového záření a vysoké teploty vede k významným změnám mikrostruktury materiálů TNR, které se projevují výrazným zhoršením jejich mechanických vlastností, zejména poklesem lomové houževnatosti. Zvyšuje se tak riziko křehkého porušení reaktorové nádoby. Požadavky na vlastnosti konstrukčních materiálů TNR lze podle [1] definovat takto:

- 1) Pevnost a houževnatost:
  - Konstrukční materiály TNR musí vykazovat dostatečně vysokou mez kluzu a mez pevnosti, neboť jsou v provozu vystaveny k vysokému provoznímu tlaku a vysoké teplotě (např. u reaktorů typu VVER 1000 jsou to tlak  $\approx 16$  MPa a vstupní, resp. výstupní teplota  $\approx 290$  °C, resp.  $\approx 320$  °C). Současně musí mít i vysokou vrubovou houževnatost a lomovou houževnatost pro zajištění odolnosti vůči křehkému lomu.
- 2) Jednoduchá výrobní technologie:
  - Snadné tváření ingotů základního materiálu (ZM) na polotovary tvaru prstenců.
  - Dobrá prokalitelnost materiálů pro dosažení pokud možno homogenní bainitické struktury v celé tloušťce prstenců.
  - Snadná svařitelnost prstenců v celistvou TNR: Prstence se vzájemně spojují svařováním pomocí svarového kovu (SK). Svařování se provádí z části automatickým svařováním pod tavidlem („SAW – Submerged arc welding“), z části ručním obloukovým svařováním („MAW – manual arc welding“) a z části elektrostruskovým svařováním („electroslag welding“) [2, 3]. Svařitelnost musí být zajištěna také pro svařování s austenitickými oceli, protože se na povrch TNR navařuje vrstva austenitického návaru. Návar se vyrábí technologií SAW a plní funkci ochrany ZM a SK před korozními účinky chladiva tím, že zamezuje přímému styku těchto materiálů s chladivem.
  - Další technologické požadavky: např. nízká přehřívací teplota před svařováním, nízká popouštěcí teplota a krátká doba popouštění po svařování, apod.

### 3) Radiační stabilita

- Materiály válcové části TNR jsou vystaveny intenzivnímu neutronovému záření, které způsobuje jejich radiační degradaci spočívající zejména ve zpevnění a zkřehnutí. Pro zajištění bezpečnosti má zásadní význam, aby radiační zkřehnutí materiálů charakterizované poklesem lomové houževnatosti a vrubové houževnatosti, resp. nárůstem teploty přechodu z křehkého k houževnatému lomu nebylo příliš rychlé.
- Při intenzivním ozařování by nemělo docházet k dramatickým změnám struktury materiálů spojeným se zásadními změnami jejich vlastností: Například je velmi nežádoucí, aby docházelo k závažným fázovým transformacím (např. austenit → ferit), nebo k transmutacím spojeným s tvorbou heliových jader. Nežádoucí je také rozsáhlá indukovaná aktivace materiálů spojená se zvýšením intenzity radiace v blízkosti TNR.

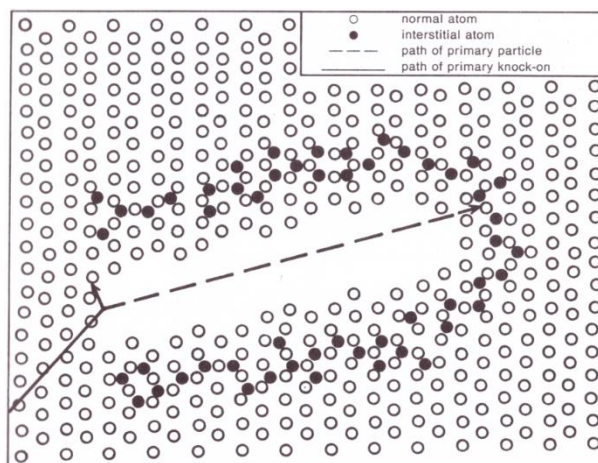
## 2.2 Provozní degradace materiálů TNR

Neutronové záření má ze všech vlivů působících za provozu na materiály TNR nejzávažnější účinky. Při ozařování rychlými neutrony dochází v materiálu k významným mikrostrukturním změnám projevujícím se podstatným zhoršením mechanických vlastností, zejména poklesem lomové a vrubové houževnatosti, resp. růstem přechodové teploty (radiační zkřehnutí). Mechanismy radiačního poškození reaktorových ocelí se dělí na:

- 1) Zpevňující, které jsou spojeny se současným zpevněním materiálu, zejména růstem meze kluzu a meze pevnosti.
- 2) Nezpevňující, které nemají přímý vliv na pevnost ozářeného materiálu.

Oba mechanismy se uskutečňují v důsledku pružných srážek rychlých neutronů s atomy kovové mřížky ozařovaného materiálu. Neutron předá zasaženému atomu část kinetické energie. Maximální energii ( $T_{\max}$ ), kterou neutron o energii  $E$  předá zasaženému atomu o hmotnosti  $M$ , lze aproximovat pomocí vztahu pro model pružné srážky dvou koulí [4]:

$$T_{\max} = \frac{4E}{M} \quad (\text{r. 1})$$



Obr. 2-1: Model srážkové kaskády. Převzato z knihy [1].

Převyšuje-li energie dopadajícího neutronu 1 keV, dojde při pružné srážce zpravidla k vyražení atomu z mřížky, tj. k vytvoření Frenkelova páru [1]. V energetickém spektru neutronů v aktivní zóně se vyskytují neutrony s podstatně vyšší energií ( $E > 0,5 \text{ MeV}$ , tzv. rychlé neutrony) a jejich tok dosahuje např. na stěně TNR VVER 1000 hodnot v řádu  $\sim 10^{14} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ , resp.  $\sim 10^{15} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$  v případě VVER 440 [5]. Rychlé neutrony udělují zasaženým atomům tak vysokou energii, že nejenom dochází k jejich vyražení z mřížkové polohy, ale navíc začnou tyto primárně zasažené atomy vyrážet z mřížky sousední atomy. Dochází k tzv. srážkovým kaskádám, viz Obr. 2-1.

Po srážkové kaskádě dojde k rychlému zaplnění zasažené oblasti, avšak nikoliv k navrácení do výchozího stavu. Každá kaskáda po sobě zanechá určité poškození matrice ve formě mřížkových poruch. V důsledku translace atomů při srážkových kaskádách dochází také k dalším mikrostrukturním změnám, zejména k tvorbě precipitátů a segregaci různých legur na hranice zrn. Tyto změny se projevují podstatnými změnami materiálových vlastností. Základní typy radiačně indukovaných mikrostrukturních změn (zpevňující a nezpevňující) jsou popsány v kap. 2.2.1 a 2.2.2.

Nejvyšší intenzitě neutronového záření je vystavena jen relativně malá část TNR nacházející se v úrovni aktivní zóny. Intenzita neutronového toku se se vzdáleností od aktivní zóny rychle snižuje. Vlivu vysokých provozních teplot je však vystavena celá reaktorová nádoba. Dlouhodobé vystavení TNR vysokým provozním teplotám, tj. přibližně 270 až 300 °C v případě VVER 440, resp. 290 až 320 °C v případě VVER 1000, vede k tzv. teplotnímu stárnutí, které je druhým nejzávažnějším procesem degradace reaktorových ocelí. Teplotní stárnutí se v materiálech TNR projevuje podobnými mikrostrukturními změnami, jako neutronové ozáření. Tyto změny jsou však méně dramatické. Přestože je teplotní degradace mechanických vlastností materiálů podstatně pomalejší, než radiační degradace, je nutné ji započítat při hodnocení bezpečnosti TNR.

Prsteneček TNR v oblasti aktivní zóny a svarové spoje nad a pod tímto prstencem jsou vystaveny kombinovanému účinku maximálního toku neutronů a teplotního stárnutí. Z tohoto důvodu jsou tyto části vyrobeny z kvalitnějších materiálů, než ostatní části TNR. Obsah většiny legur je v nich sice totožný, mají však přísnější limity na obsah škodlivých příměsí. Jedná se o tzv. modifikace „A“, viz např. Tab. 2-2 na str. 33.

### **2.2.1 Zpevňující mechanismy radiační degradace**

Při intenzivním ozařování rychlými neutrony dochází ve struktuře reaktorových ocelí ke zvyšování hustoty mřížkových poruch. Vznikají bodové poruchy (Frenkelovy páry), plošné poruchy (shluky intersticiálů a dislokační smyčky) a objemové poruchy (shluky vakancí, dutiny). Četné srážkové kaskády jsou spojeny s intenzivní migrací atomů v mřížce vedoucí k tvorbě precipitátů, jejichž chemické složení závisí na obsahu legur v materiálu. Všechny uvedené radiačně indukované mikrostrukturní útvary omezují pohyblivost dislokací a tím zvyšují pevnost materiálu, tedy snižují schopnost materiálu se plasticky deformovat. Dochází k radiačnímu zpevnění spojenému se současným zkřehnutím materiálu.

Precipitáty nejvýznamněji přispívají k radiačnímu zpevnění a zkřehnutí v počátečních etapách ozařování materiálu, tzn. při relativně nízkých neutronových fluencích. Příspěvek k radiačnímu zpevnění od precipitátů se s rostoucí fluencí postupně snižuje, protože se z tuhého roztoku vyčerpávají legury tvořící precipitáty (viz Obr. 2-2). Mřížkové poruchy naopak nejvíce přispívají k růstu pevnosti a poklesu houževnatosti materiálu při velmi vysokých fluencích (odpovídajících konci projektované životnosti TNR a při vyšších fluencích). Největší příspěvek obvykle mají dislokační smyčky, jejichž hustota se při ozařování neustále zvyšuje [6, 7]. Příspěvek od vakancí a intersticiálů je podstatně nižší z důvodu vzájemné rekombinace.

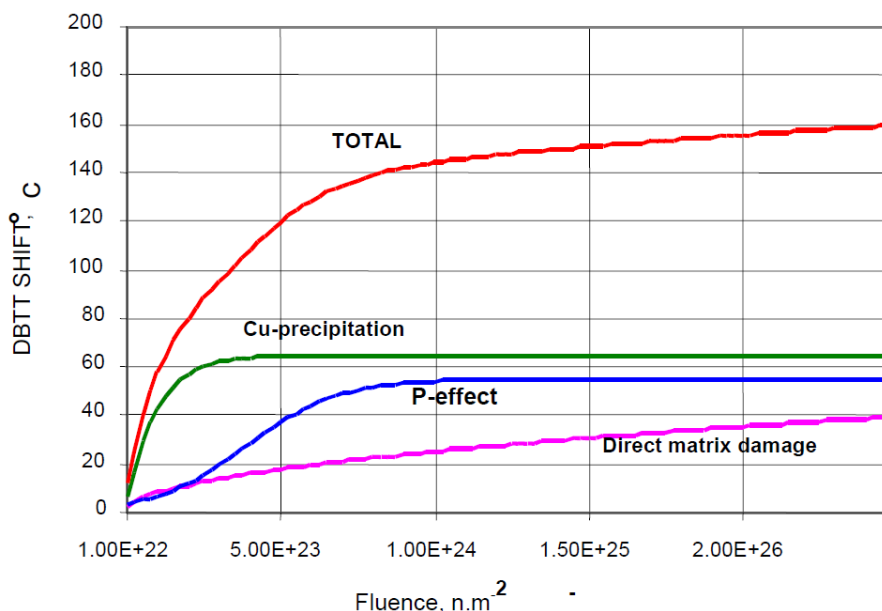
### **2.2.2 Nezpevňující mechanismy radiační degradace**

Nejvýznamnějším mikromechanismem radiačního zkřehnutí materiálu, který není přímo spojen se současným zpevněním materiálu, je proces segregace fosforu na hranice zrn materiálu. V literatuře se lze setkat s označením RIS, angl.: “Radiation Induced Segregation“.

V kovové mřížce ozařovaného materiálu jsou zesíleny podmínky pro difuzi. To vede k migraci atomů fosforu na hranice zrn (HZ). Pokrývání HZ atomy fosforu oslabuje jejich soudržnost. Ozářený materiál se stává náchylnějším k porušování mechanismem interkrystalické (IG) dekoheze, který patří mezi mechanismy křehkého porušování reaktorových ocelí.

Projevy segregace fosforu je možné pozorovat na lomových plochách ozářených zkušebních těles porušených při zkouškách rázem v ohybu (zkoušce vrubové houževnatosti): Morfologie

lomových ploch je charakterizována výskytem fraktografických znaků interkystalických mechanismů porušování – interkystalické dekoheze a interkystalického tvárného lomu. S rostoucím ozářením materiálu se koncentrace fosforu na hranicích zrn zvyšuje a spolu s ní roste též plošný podíl znaků interkystalického porušování.



Obr. 2-2: Příspěvky k radiačnímu zkřehnutí oceli 15Ch2MFA (ZM TNR VVER 440) charakterizovanému zvýšením přechodové teploty: Mřížkové poruchy (direct matrix damage), segregace fosforu a mědi obohacené precipitáty. Příspěvky mědi a fosforu vykazují nasycení v důsledku jejich vyčerpání z tuhého roztoku. Převzato z publikace [5].

Segregace fosforu na HZ je dlouhodobý proces. Při běžných provozních hodnotách toku neutronů na stěnu TNR a teplot se segregace fosforu neprojevuje na změnách mechanických vlastností materiálů dříve, než po uplynutí mnoha desítek tisíc až stovek tisíc hodin. Jako příklad lze uvést výsledky zkoušek rázem v ohybu ozářeného svarového kovu TNR VVER 1000 v publikaci [8]: Při pomalém ozařování materiálu (fluence  $F=5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$  za 100 tisíc h.) dosahoval podíl interkystalické dekoheze na lomových plochách hodnot 30-35 %, zatímco po urychleném ozáření do téže fluence za pouhých 7 tisíc hodin byl podíl IG dekoheze nulový. Segregace fosforu na HZ se při urychleném ozáření projevila až po překročení velmi vysokých neutronových fluencí. (Při ozáření  $F=10 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$  během 7 tisíc hodin byl na lomových plochách vyhodnocen cca 25-30% podíl interkystalického lomu.)

V konstrukčních materiálech TNR VVER 440 probíhá při ozařování proces nazývaný „intragranulární segregací“ (“intragranular segregation“) [6, 9–12]. Jedná se o proces, který v těchto ocelích probíhá důsledkem synergického působení příměsí fosforu a mědi. Radiace indukuje vznik precipitátů, které jsou v těchto ocelích obohaceny atomy mědi. Precipitáty vznikají jak uvnitř zrn, tak na hranicích zrn. Intragranulární segregace spočívá v usazování atomů fosforu na rozhraní precipitát–HZ. Atomy fosforu oslabují soudržnost těchto rozhraní.



V oblastech hranic zrn, které jsou dostatečně hustě pokryty precipitáty, pak může dojít porušení mechanismem interkrystalického tvárného lomu. Při zkoušce rázem v ohybu dochází k interkrystalickému tvárnému porušování především za podmínek odpovídajících oblasti horního platu přechodové křivky (tj. za relativně vysokých zkušebních teplot). Autoři uvedených publikací přikládají procesu intragranulární segregace vyšší význam pro radiační zkřehnutí ocelí TNR VVER 440, než procesu segregace fosforu na rozhraní HZ-HZ („intergranulární segregaci“) a než zpevňujícím mechanismům radiační degradace.

Negativní účinky procesu segregace fosforu vykazují s rostoucí neutronovou fluencí známky nasycení. Po překročení určité fluence se ustanoví rovnovážná koncentrace fosforu mezi hranicemi zrn a maticí a k dalšímu radiačnímu křehnutí od fosforu již nedochází, viz Obr. 2-2.

Kvůli nepříznivému vlivu na radiační stabilitu reaktorových ocelí patří fosfor mezi nejpřísněji kontrolované prvky. Fraktografické znaky IG dekoheze (typického projevu segregace fosforu na HZ) a IG tvárného lomu (projevu intragranulární segregace fosforu) v oceli 15Ch2MFA (základního materiálu TNR VVER 440) jsou dokumentovány na Obr. 2-6 na str. 21.

## **2.3 Hodnocení mechanických vlastností**

Mechanické vlastnosti materiálů TNR se důsledkem dlouhodobého vystavení degradačním vlivům, zejména toku rychlých neutronů a vysokých provozních teplot, rychle zhoršují. Důsledkem degradace materiálů se postupně zvyšuje riziko křehkého porušení reaktorové nádoby. Podmínky přijatelnosti bezpečného provozu JE proto kladou požadavek na pravidelné monitorování degradace materiálu TNR.

Sledování provozní degradace reaktorových ocelí se zajišťuje formou tzv. svědečných programů (SP), tj. programů svědečných vzorků. V rámci SP se dovnitř reaktorové nádoby zakládají svědečné vzorky, tedy zkušební tělesa (ZT) pro mechanické zkoušky, případně polotovary ZT. ZT jsou vyrobeny z materiálu stejné tavby, jako materiály, ze kterých byly vyrobeny jednotlivé komponenty reaktoru. V rámci svědečných programů jsou sledovány především svarový kov a základní materiál TNR a austenitické oceli, ze kterých se vyrábí převážná část vnitřních komponent reaktoru. Nové SP zahrnují také další materiály, např. austenitický návar TNR, který ve starších SP hodnocen nebyl.

Svědečné vzorky se ukládají do kontejnerů ve formě řetězců (např. svědečné programy JE Dukovany), nebo schránek (např. JE Temelín), viz Obr. 2-3. Kontejnery se při odstávkách jednotlivých bloků JE zakládají dovnitř reaktorové nádoby. V průběhu následného provozu reaktoru jsou svědečné vzorky vystaveny provoznímu neutronovému záření. V průběhu některé z následných odstávek jsou kontejnery vytaženy a ozářené svědečné vzorky jsou podrobeny

požadovaným mechanickým zkouškám. Mezi nejdůležitější zkoušky patří tahová zkouška, zkouška rázem v ohybu, a zkouška lomové houževnatosti.

Při realizaci SP se dbá na to, aby ozařování svědečných vzorků probíhalo za podmínek, které jsou co nejvíce podobné reálným provozním podmínkám v blízkosti stěny TNR. Při různých provozních parametrech reaktoru se totiž může rychlost degradace materiálů podstatně lišit. Zásadními parametry jsou ozařovací teplota a hustota toku neutronů. Intenzita neutronového toku je v kontejnerech vždy vyšší, než u stěny TNR. Pro poměr mezi hustotou toku neutronů, kterému jsou vystaveny svědečné vzorky, a hustotou toku neutronů u stěny TNR se používá anglický termín "lead factor" (rusky: «фактор опережения»). Například řetězce svědečných vzorků programu JE Dukovany (VVER 440) jsou umístěny na vnitřní stěně pláště aktivní zóny a hodnota "lead factoru" je zde cca 3-5. Ve svědečných programech JE Temelín (VVER 1000) jsou svědečné schránky umístěny na vnitřní stěně reaktorové nádoby, tedy v mnohem větší vzdálenosti od středu aktivní zóny, a hodnota "lead factoru" je rovna přibližně 2.

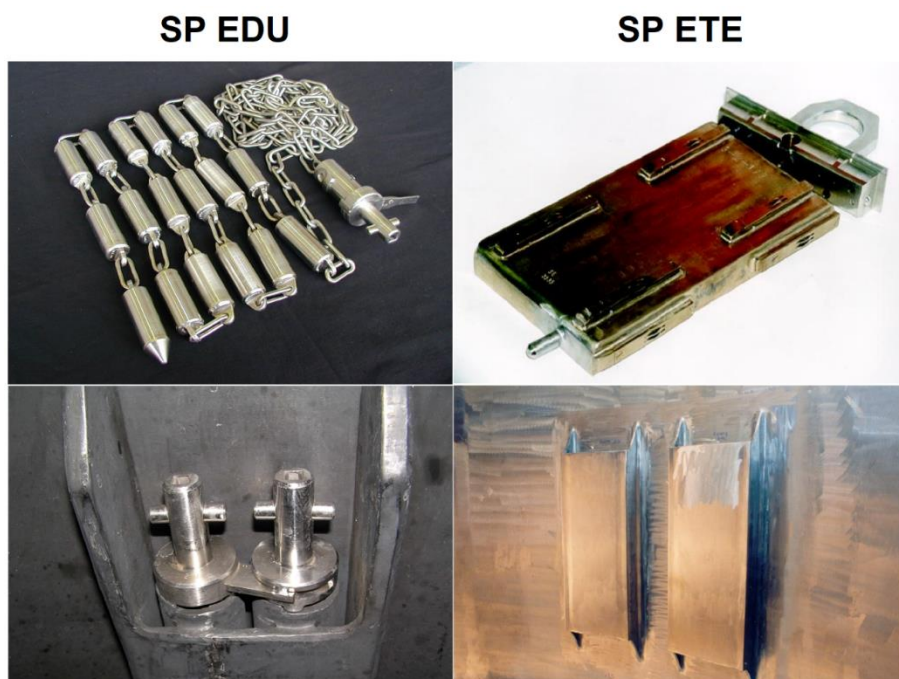
### Ozařovací experimenty

Výzkum a hodnocení odezvy reaktorových ocelí na neutronové ozáření se kromě svědečných programů řeší také prostřednictvím ozařovacích experimentů prováděných ve výzkumných reaktorech. Hlavní výhodou těchto ozařovacích experimentů je možnost ozáření materiálů ve velmi krátkém čase. V kanálech výzkumných reaktorů lze vyvinout podstatně intenzivnější neutronové toky, než jaké jsou v tlakové nádobě energetického reaktoru. Hodnoty fluence odpovídající konci projektované životnosti jaderného reaktoru lze dosáhnout během několika tisíc hodin. Ozařovací experimenty jsou jediným prostředkem, jakým lze s dostatečným předstihem odhadnout chování reaktorových ocelí na konci projektované životnosti reaktoru a po uplynutí doby životnosti. Tato skutečnost je důležitá s ohledem na současný trend prodloužení provozu JE nad rámec doby projektované životnosti. Např. u VVER 440 se jedná o prodloužení z 30 let na 40 let, u starších typů VVER 1000 se prodloužuje ze 40 na 60 let a u nových typů VVER 1000 se bude jednat o prodloužení provozu ze 60 let na 80 let.

Nevýhoda urychlených ozařovacích experimentů spočívá v tom, že se odezva materiálu na urychlené ozáření prokazatelně liší od odezvy při „pomalém“ (provozním) ozáření. Např. v publikaci [8] se uvádí míra radiačního zkřehnutí konstrukčních materiálů TNR VVER 1000 (charakterizovaná přírůstkem přechodové teploty vrubové houževnatosti) při pomalém ozařování o 25 % vyšší, než při urychleném ozařování. Předložený rozbor výsledků naznačuje, že se při urychleném ozáření naplno neprojevují všechny procesy radiačního zkřehnutí materiálu, konkrétně segregace fosforu zvyšující náchylnost materiálu k interkrystalickému porušování. (Urychlené ozáření bylo v tomto případě provedeno během 7000 hodin. Proces

segregace fosforu na HZ se však projevuje až po mnoha desítkách tisíc až stovkách tisíc hodin vystavení toku neutronů a vysokým teplotám.)

Je možno vyvodit závěr, že zatímco při provozním ozařování se degradace reaktorových ocelí uskutečňuje zpevňujícími a nezpevňujícími mechanismy, tak při urychleném ozařování se uplatňují zejména zpevňující mechanismy [8]. Zkřehnutí materiálů při urychlených ozařovacích experimentech (charakterizované např. zvýšením přechodové teploty) proto není možné považovat za konzervativní odhad reálného provozního zkřehnutí.



Obr. 2-3: Porovnání kontejnerů pro SP JE Dukovany (EDU) a JE Temelín (ETE). Uložení řetězců EDU a schránek ETE.

### 2.3.1 Tahová zkouška

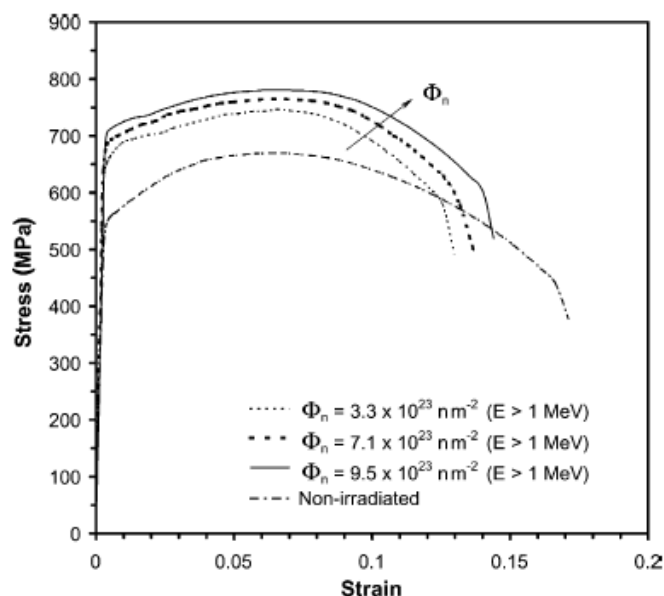
Základní zkouškou je ve svědečných programech tahová zkouška. Hlavními výstupy tahové zkoušky jsou mez kluzu ( $R_{p0,2}$ ) a mez pevnosti ( $R_m$ ), tažnost ( $A$ ) a kontrakce ( $Z$ ). Tyto výstupy jsou nezbytným podkladem pro vyhodnocení navazujících mechanických zkoušek – zkoušky vrubové a lomové houževnatosti.

Ve svědečných programech českých a slovenských JE se pro tahovou zkoušku nejčastěji používají válcová zkušební tělesa (ZT) o rozměrech  $\varnothing 4 \times 22$  mm, případně menší tělesa  $\varnothing 2 \times 17,5$  mm. Větší ZT se používají pro hodnocení ZM a SK, menší ZT jsou vhodná např. pro austenitický návar TNR.

Neutronové ozařování reaktorových ocelí vede k radiačnímu zpevnění, které se projevuje nárůstem meze pevnosti a meze kluzu. Mez kluzu přitom roste rychleji než mez pevnosti. Tuto

skutečnost je možné interpretovat tak, že materiál ztrácí schopnost se plasticky deformovat. Zároveň klesají tažnost a kontrakce.

Důsledkem radiačně indukované difuze dochází k lokální redistribuci atomů legur a nečistot, a proto se na dislokacích mohou tvořit atmosféry. To se na záznamu tahové zkoušky ozářených ocelí může projevit výraznou mezí kluzu [1].



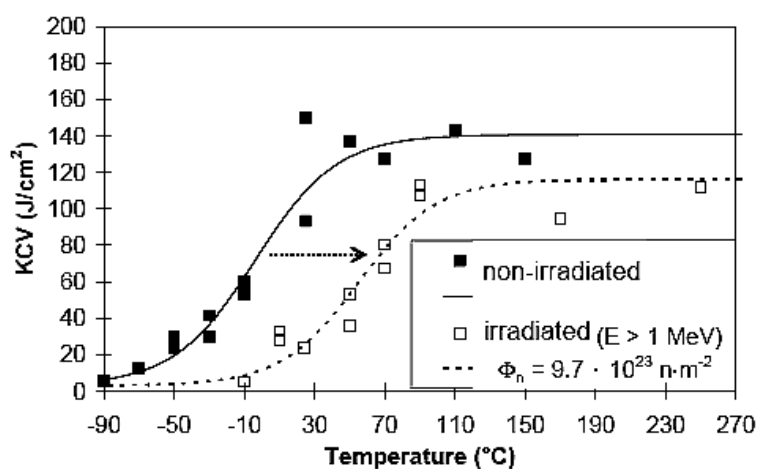
Obr. 2-4: Záznam tahové zkoušky oceli 15Ch2MFA (ZM TNR VVER 440), ozářené různě vysokými neutronovými fluencemi. Obrázek byl převzat z publikace [13].

### 2.3.2 Zkouška rázem v ohybu

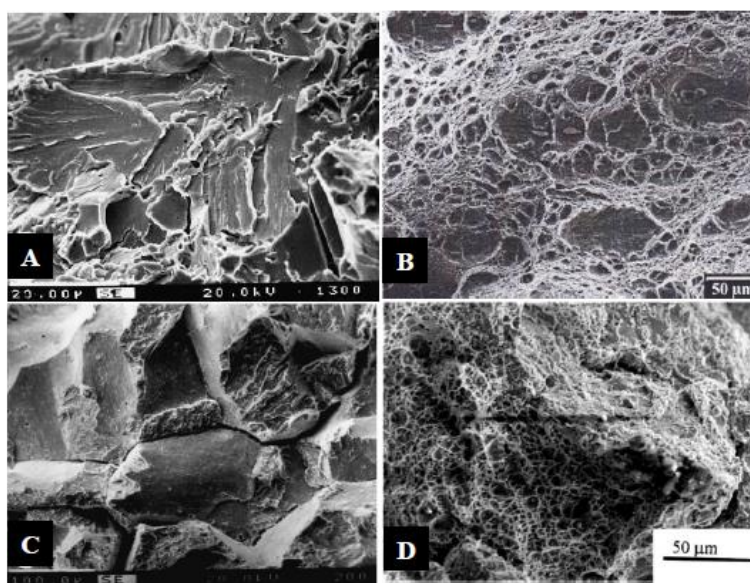
Zkouška rázem v ohybu (zkouška vrubové houževnatosti) je klasickou a stále asi nejčastěji uplatňovanou zkouškou odolnosti reaktorových ocelí vůči křehkému lomu. Mezi její přednosti patří jednoduché vyhodnocení. Pro zkoušku rázem v ohybu se nejčastěji používají tyčová zkušební tělesa o rozměrech 10x10x55 mm s vrubem tvaru „V“ (alternativně „U“), tzv. tělesa typu „Charpy-V“ (resp. „Charpy-U“).

Zkouška rázem v ohybu se uplatňuje zejména u reaktorových ocelí vykazujících přechodové chování. To je případ kalených feritických ocelí, tedy např. základního materiálu a svarového kovu reaktorové nádoby. Přechodové chování se projevuje charakteristickou teplotní závislostí vrubové houževnatosti (KCV), resp. nárazové práce (KV), ve tvaru hyperbolické tangenty (tzv. přechodová křivka, viz Obr. 2-5). Podstata přechodového jevu spočívá v odlišnosti mechanismu porušování za nízkých a za vysokých teplot: Za nízkých teplot se tyto materiály porušují téměř výhradně mechanismy transkrystalického štěpného lomu a interkrystalické dekoheze, zatímco za vysokých teplot se materiály porušují převážně mechanismem transkrystalického tvárného lomu. Uvedené mechanismy porušování se zásadně liší množstvím spotřebované lomové energie, která je úměrná míře lokální plastické deformace: Zatímco při

štěpení a IG dekohezi je míra plastické deformace minimální, v průběhu tvárného porušování je míra plastické deformace velmi významná. Důsledkem toho jsou při nízkých teplotách vyhodnoceny nízké hodnoty vrubové houževnatosti (oblast křehkého porušování, tzv. dolní plato přechodové křivky) a v oblasti vysokých teplot jsou vyhodnoceny vysoké hodnoty vrubové houževnatosti (oblast houževnatého porušování, tzv. horní plato). V oblasti středně vysokých teplot se nachází přechodová oblast charakterizovaná více či méně strmým přechodem hodnot vrubové houževnatosti z úrovně dolního platu na úroveň horního platu. Plošný podíl fraktografických znaků tvárného lomu je v přechodové oblasti rovnocenný s úhrnným podílem znaků TG štěpného lomu a IG dekoheze.



Obr. 2-5: Přechodová křivka vrubové houževnatosti oceli 15Ch2MFA (základní materiál TNR VVER 440) publikovaná v [14]. Ozáření oceli se projevilo zvýšením přechodové teploty o cca 50 °C.



Obr. 2-6: Hlavní mechanismy porušování oceli 15Ch2MFA při zkoušce rázem v ohybu: TG štěpný lom (A), TG tvárný lom (B), IG dekoheze (C), IG tvárný lom (D). Obrázky byly převzaty z publikací [10, 11, 13].

Metodika hodnocení vrubové houževnatosti spočívá v provedení série zkoušek v blízkosti přechodové oblasti materiálu. Je žádoucí, aby série zkoušek zahrnovala zkoušky v oblasti dolního plata, v přechodové oblasti a v oblasti horního plata, přičemž je požadováno minimálně 5 platných výsledků zkoušek.

Přechodová křivka nárazové práce má obecný funkční předpis hyperbolické tangenty [5, 15]:

$$KV = A + B \cdot \tanh\left(\frac{T-T_B}{C}\right) \quad (r. 2)$$

kde A [J] je průměrná hodnota nárazové práce, B [J] =  $(KV_{\max} - KV_{\min})/2$ ,  $T_B$  [°C] je teplota odpovídající nárazové práci rovné hodnotě B, C [°C] je empirická konstanta.

Hlavním výstupem zkoušek rázem v ohybu je přechodová teplota. Existuje celá řada kritérií pro vyhodnocení přechodové teploty. Nejčastěji se přechodová teplota určuje jako teplota, která odpovídá určité hodnotě nárazové práce (např. KV=41 J v souladu s dokumentem VERLIFE [15]).

Vystavení materiálu degračním vlivům vede k poklesu jeho odolnosti vůči křehkému lomu. To se projevuje poklesem vrubové houževnatosti při všech zkušebních teplotách a růstem přechodové teploty. Rozdíl přechodových teplot ozářené a neozářené reaktorové oceli charakterizuje míru jejího provozního zkřehnutí. Kritérium bezpečného provozu reaktoru je definováno prostřednictvím limitu pro přechodovou teplotu – přechodová teplota materiálu nesmí překročit limitní hodnotu.

Rychlost radiačního křehnutí nízkolegovaných feritických ocelí lze popsat pomocí empirické funkční závislosti tvaru:

$$\Delta T_F(F) = A_F \cdot \sqrt[n]{\frac{F}{F_0}} \quad (r. 3)$$

kde  $\Delta T_F(F)$  [°C] je přírůstek přechodové teploty vlivem provozní degradace, F [m<sup>-2</sup>] je neutronová fluence,  $F_0 = 10^{22}$  [m<sup>-2</sup>] je normovací konstanta, n [-] je empirická konstanta.

Faktor radiačního zkřehnutí  $A_F$  lze vyjádřit jako funkci obsahu legur majících zásadní vliv na radiační zkřehnutí daného typu oceli. V případě VVER 440 jsou to měď a fosfor, v případě VVER 1000 jsou to nikl, mangan a křemík. Vztah (r. 3) charakterizuje skutečnost, že se rychlost radiačního křehnutí s rostoucí neutronovou fluencí zpomaluje. Funkční závislostí tvaru (r. 3) je možné charakterizovat radiační změny mnoha jiných mechanických veličin, např. zvýšení meze kluzu a meze pevnosti, atd.

### 2.3.3 Zkouška lomové houževnatosti

Lomová mechanika slouží pro charakterizaci podmínek stability a šíření trhlin v konstrukčních materiálech. Má nezastupitelnou roli při posuzování bezpečnosti a spolehlivosti provozu technických zařízení [16], včetně tlakové nádoby jaderného reaktoru.

Základem lomové mechaniky jsou parametry charakterizující napjatost v okolí čela trhliny. Mezi nejčastěji používané lomově mechanické parametry v technické praxi patří faktor intenzity napětí a  $J$  integrál. Tyto parametry závisí obecně na geometrii zkušební tělesa / komponenty, na počtu, typu a geometrii trhlin a na způsobu a intenzitě zatížení. Stabilita trhliny je charakterizována kritickou hodnotou lomově mechanického parametru (tzv. lomové houževnatosti), jejíž nepřekročení zajišťuje stabilitu trhliny. Lomová houževnatost je materiálová charakteristika, tj. závisí pouze na vlastnostech materiálu a na parametrech prostředí (zejména na teplotě).

V lomové mechanice se uplatňuje několik metod pro hodnocení lomové houževnatosti materiálů. Každá metoda je vhodná pro hodnocení jiného typu materiálů. Konstrukční materiály komponent primárního okruhu jaderné elektrárny je možné na základě lomově-mechanického chování rozdělit do dvou kategorií:

#### 1) Feritické oceli

- Jedná se zejména o základní materiál a svarový kov TNR.
- Pro feritické oceli je charakteristické přechodové chování spočívající v odlišném způsobu porušování za nízkých a za vysokých teplot. Za vysokých teplot se trhlina při zkoušce statické lomové houževnatosti (SLH) šíří stabilně, zpravidla mechanismem TG tvárného lomu. Naopak za velmi nízkých zkušebních teplot se trhlina šíří nestabilně, tj. dochází k náhlému křehkému porušení materiálu. Obvykle převažuje porušování mechanismem TG štěpného lomu, avšak často se uplatňuje též mechanismus IG dekoheze. V oblasti středně vysokých teplot (v přechodové oblasti) dochází nejprve k většímu či menšímu počátečnímu stabilnímu tvárnému šíření trhliny následovanému náhlou změnou mechanismu porušování na TG štěpný lom, případně IG dekohezi. V okamžiku iniciace TG štěpného lomu (případně IG dekoheze) se trhlina začíná šířit nestabilně, tj. dochází k náhlému křehkému porušení materiálu.
- Charakterizace lomové houževnatosti těchto ocelí spočívá v charakterizaci přechodové oblasti a stanovení podmínek, za kterých je zcela vyloučeno křehké porušení materiálu. Nejznámější metodou hodnocení, která se uplatňuje při hodnocení konstrukčních materiálů TNR, je tzv. metoda “*Master Curve*“, tj. *Master křivka*.

## 2) Austenitické oceli

- Do této kategorie patří vnitřní komponenty TNR (např. koš a plášť aktivní zóny), nebo potrubí primárního i sekundárního okruhu JE. U elektráren s reaktory typu VVER se všechny uvedené komponenty vyrábí z austenitické korozivzdorné oceli 08Ch18N10T (tzv. „ochnot“). S určitými výhradami lze do této kategorie zařadit také austenitický návar TNR: Návar má duplexní austeniticko-feritickou strukturu a může projevovat přechodové chování podobné feritickým ocelím. Zároveň je to však příliš tvárný materiál, než aby bylo možné pro hodnocení jeho lomové houževnatosti použít stejné metody, jako u kalených feritických reaktorových ocelí.
- Homogenní austenitické oceli se při zkoušce SLH obvykle porušují výhradně mechanismem TG tvárného lomu, a to i v ozářeném stavu. Rozsáhlá plastická deformace znemožňuje použití běžných elasticko-plastických metod včetně Master křivky. Hodnocení lomové houževnatosti těchto ocelí se provádí metodou *J-R křivky*.

V dalších kapitolách jsou stručně popsány dvě nejvýznamnější metody hodnocení lomové houževnatosti reaktorových ocelí, tj. Master křivka a J-R křivka.

### 2.3.3.1 Master křivka

Metodika Master křivky (MC) slouží výhradně pro hodnocení lomové houževnatosti feritických ocelí, a to za podmínek, za kterých v nich dochází ke křehkému porušování. Metoda vychází ze základního poznatku, že teplotní závislost lomové houževnatosti  $K_{Jc}$  lze u většiny feritických ocelí popsat křivkou jednotného tvaru s jediným proměnným parametrem, a sice Master křivkou s parametrem  $T_0$  (tzv. referenční teplotou). Na základě statistického zpracování rozsáhlých souborů dat statické lomové houževnatosti byl funkční předpis pro Master křivku stanoven ve tvaru [17]:

$$K_{Jc(\text{med})} = 30 + 70 \cdot \exp[0,019(T - T_0)] \quad (\text{r. 4})$$

$K_{Jc(\text{med})}$  je medián elasticko-plastického ekvivalentu faktoru intenzity napětí, přepočteného z kritické hodnoty J-integrálu  $J_c$  (hodnoty J-integrálu v okamžiku iniciace křehkého lomu) prostřednictvím vztahu:

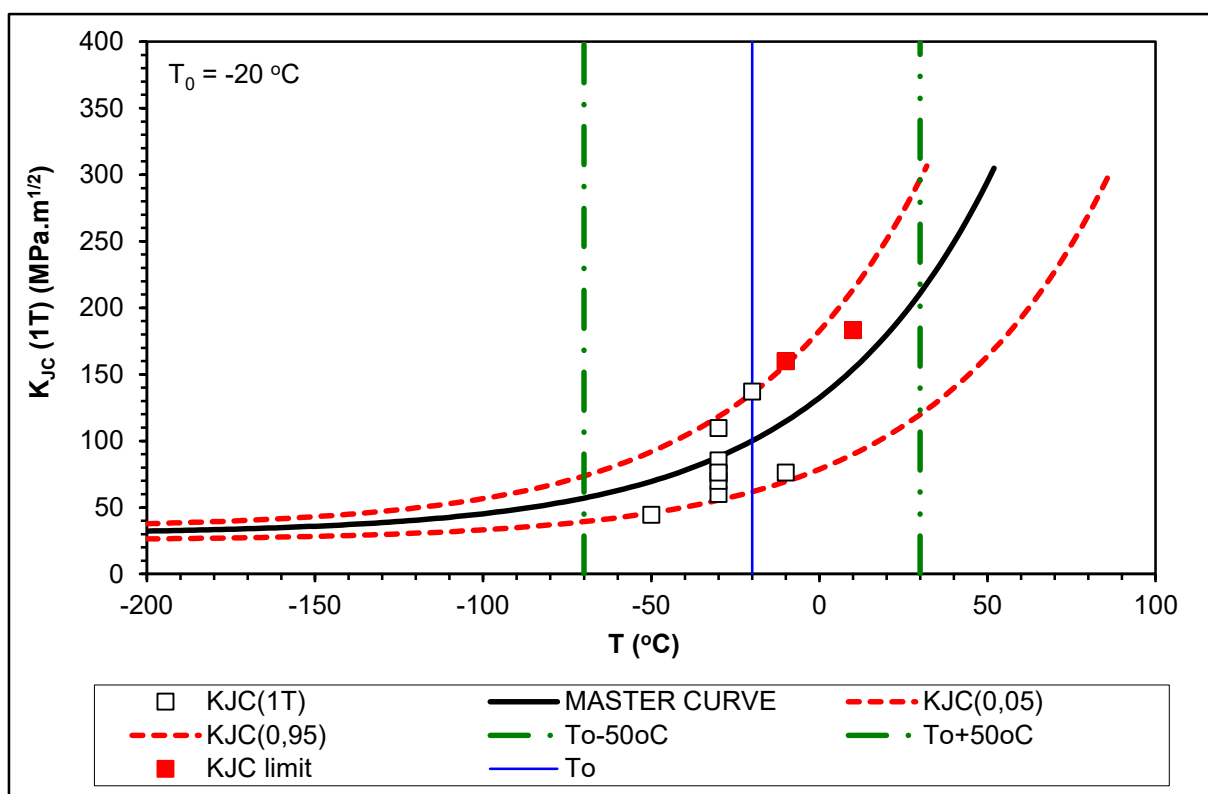
$$K_{Jc} = \sqrt{J_c \cdot \frac{E}{1-\nu^2}} \quad (\text{r. 5})$$

Lomová houževnatost  $K_{Jc}=K_{Jc}(T)$  je při dané zkušební teplotě  $T$  náhodnou veličinou vykazující značný rozptyl. Stochastický charakter lomové houževnatosti  $K_{Jc}$ , je důsledkem v mechanismu, jakým ve feritických ocelích dochází k iniciaci nestabilního šíření trhliny: Struktura ocelí není



homogenní a vždy se v ní nachází místa, ve kterých má materiál lokálně sníženou pevnost, nebo ve které dochází k lokální koncentraci napětí. Tato místa se projevují jako potenciální zárodky štěpných nebo interkrystalických mikrotrhlin. V okamžiku, kdy lokální napjatost převyší v jednom z těchto míst kritickou hodnotu, se z tohoto místa začíná nestabilně šířit trhlina a dochází k náhlému porušení zkušebního tělesa. Častými místy iniciace křehkého lomu jsou v ocelích TNR VVER 1000 sulfidické vměšky a hranice zrn [18, 19]. Distribuce těchto míst v materiálu za čelem trhliny je náhodná veličina. To je příčinou rozptylu hodnot  $K_{Jc}$ .

Referenční teplota  $T_0$  je definována jako teplota, při které medián lomové houževnatosti nabývá hodnoty  $K_{Jc(\text{med})}=100 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Definice se vztahuje na ZT tloušťky 1 palce, tj. 25,4 mm. Ve zkušebních tělesech menší tloušťky je nižší úroveň napjatosti (nižší faktor stísněnosti, “constraint factor”) a nižší množství potenciálních zárodků křehkého lomu, což se projevuje zvýšenými hodnotami lomové houževnatosti. V případě ZT větší tloušťky je tomu naopak. Při provedení zkoušky na ZT jiné tloušťky než 1 palec je proto nutné použít konverzních vztahů pro stanovení ekvivalentní hodnoty lomové houževnatosti.



Obr. 2-7: Příklad Master křivky ozářené reaktorové oceli. Je zde vynesena referenční teplota  $T_0$ , obalové křivky 0,05 a 0,95-quantilů pravděpodobnostního rozdělení kritické hodnoty faktoru intenzity napětí. 2 zvýrazněné hodnoty  $K_{Jc}$  nesplnily podmínku platnosti překročením maximální hodnoty  $K_{Jc(\text{limit})}$ .

Prostřednictvím referenční teploty  $T_0$  je možné charakterizovat teplotu přechodu z křehkého k houževnatému lomu materiálu. Provozní zkřehnutí materiálu se projevuje zvýšením referenční teploty, tedy posunem Master křivky směrem do oblasti vyšších teplot. Míra

provozního zkřehnutí tlakové nádoby jaderného reaktoru je dána rozdílem  $\Delta T_0$  mezi referenční teplotou ve výchozím stavu a ve stavu po uplynutí dané doby provozu.

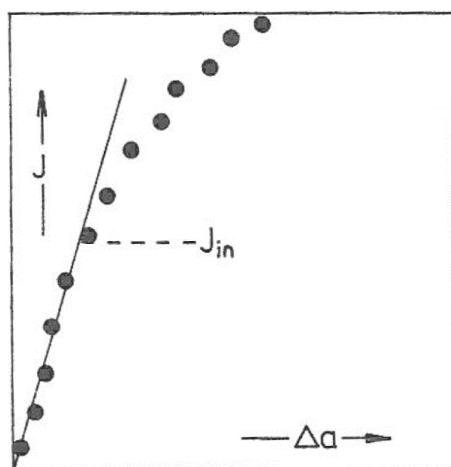
Metoda MC byla normována společností ASTM. Postup při vyhodnocování Master křivky je definován normou ASTM E 1921: Standard Test Method for Determination of Reference Temperature,  $T_0$ , for Ferritic Steels in the Transition Range [20].

### 2.3.3.2 J-R křivka

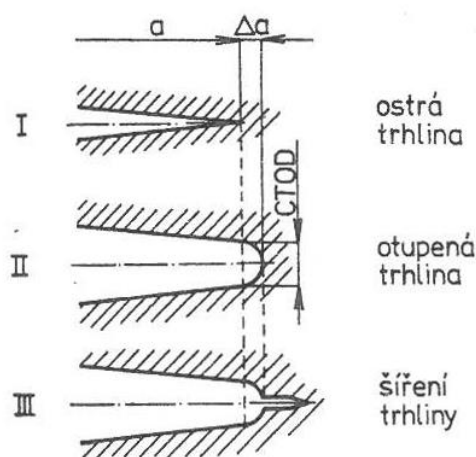
Metoda J-R křivky slouží pro vyhodnocení zkoušky statické lomové houževnatosti za podmínek, při kterých dochází ke stabilnímu šíření trhliny. Lomová houževnatost je v tomto případě charakterizována hodnotou J integrálu  $J_{0,2}$  odpovídající okamžiku stabilního nárůstu trhliny o 0,2 mm. Hodnota  $J_{0,2}$  charakterizuje odpor materiálu při stabilním tvárném šíření trhliny.

Základní metodou hodnocení lomové houževnatosti z J-R křivky je metoda jednoho tělesa. Záznamem zkoušky SLH je závislost zátěžné síly na posunutí (F-v). Metoda jednoho tělesa vyžaduje vyhodnocovat délku trhliny v průběhu celé zkoušky SLH. Ze získaných dat je vyhodnocen J integrál a je sestrojena J-R křivka, tedy závislost J-integrálu na přírůstku délky trhliny (J- $\Delta a$ ). Tvar J-R křivky je dokumentován na (Obr. 2-8).

Počáteční část J-R křivky (oblast nejrychlejšího růstu J integrálu) odpovídá procesu otupení čela trhliny spojenému s výrazným zplastizováním jeho nejbližšího okolí. Fraktografickým znakem tohoto otupení trhliny je zóna protažení (“stretch-zóna”). Bod náhlého poklesu směrnice křivky odpovídá počátku stabilního tvárného šíření trhliny (na Obr. 2-8 to odpovídá bodu  $J_{in}$ ).

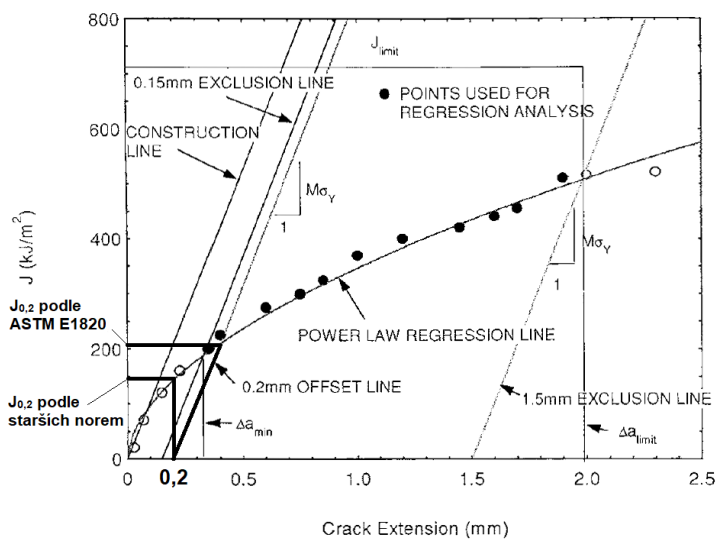


Obr. 2-8: Tvar J-R křivky při metodě jednoho zkušebního tělesa. Převzato ze skript [16].



Obr. 2-9: Otupení trhliny předcházející šíření trhliny [16].

Lomovou houževnatost  $J_{0,2}$  definují moderní normy jako průsečík J-R křivky s rovnoběžkou čáry otupení procházející bodem  $[J=0 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-2}; \Delta a=0,2 \text{ mm}]$ , tj. “0,2mm offset line“ na Obr. 2-10). Starší normy běžně definovaly hodnotu  $J_{0,2}$  jako funkční hodnotu J-R křivky v bodě  $\Delta a=0,2 \text{ mm}$ .

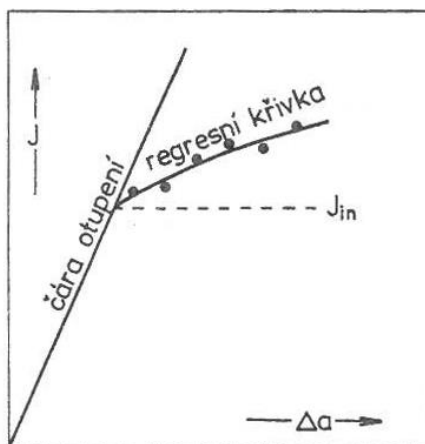


Obr. 2-10: J-R křivka. Rozdíl ve způsobu vyhodnocení  $J_{0,2}$  podle ASTM E 1820 a podle některých starších norem. Převzato z normy [21] a upraveno.

Kromě metody jednoho tělesa se uplatňuje také metoda více ZT, zejména v případech, kdy není možné přesně vyhodnocovat délku trhliny v průběhu zkoušky. Pro vyhodnocení zkoušek postačuje na každém ZT provést měření počáteční délky trhliny a celkové délky trhliny po ukončení zkoušky SLH. Postup: Je provedena série zkoušek SLH za stejných podmínek – stejná zkušební teplota, rychlost zatěžování, pokud možno stejná počáteční délka předcyklované trhliny, atd. Jednotlivé zkoušky se liší pouze úrovní maximálního zatížení s cílem vyvolání různě dlouhého stabilního tvárného nárůstu trhlín v jednotlivých ZT. Z celé série zkoušek je sestrojena jediná J-R křivka a je stanovena jediná hodnota  $J_{0,2}$ . J-R křivka je v tomto případě

tvořena dvojicemi: konečná hodnota  $J$  – celkový přírůstek délky trhliny  $\Delta a$  (z každé zkoušky je získán jediný bod). Čára otupení se v tomto případě sestojí na základě empirických vztahů, např. [16]:

$$J = 2 \cdot R_{p0,2} \cdot \Delta a \quad (\text{r. 6})$$



Obr. 2-11:  $J$ - $R$  křivka sestavená z metody více těles. Převzato ze skript [16].

Metoda více těles není pro hodnocení ozářených reaktorových ocelí optimální z důvodu vysoké spotřeby materiálu.

Postup pro provádění a vyhodnocování zkoušky statické lomové houževnatosti metodou  $J$ - $R$  křivky je definován příslušnými normami, např. ASTM E 1820: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness [21].

### 2.3.4 Inovativní metody hodnocení mechanických vlastností reaktorových ocelí

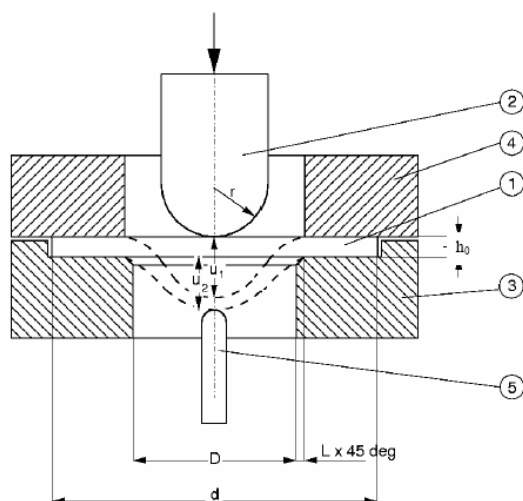
Klasické typy zkoušek mechanických vlastností (tahová zkouška, zkouška rázem v ohybu, zkouška statické lomové houževnatosti) uplatňované ve svědečných programech používají zkušební tělesa o relativně velkých rozměrech. Zkušební materiál proto není možné odebrat přímo z provozované komponenty. Zdroje svědečného materiálu jsou omezeny na poměrně malý objem zbytkových polotovarů z výroby jaderného reaktoru. V souvislosti s tím vznikla iniciativa pro vývoj inovativních metod, které by umožňovaly vyhodnotit ekvivalentní hodnoty zásadních veličin (mez kluzu, mez pevnosti, vrubová a lomová houževnatost, atd.) při podstatně nižší spotřebě materiálu. Příkladem inovativních metod jsou tzv. “Small Punch Test” (SPT) a “Automated Ball Indentation Test” (ABIT) [22, 23]. Na implementaci těchto metod na ozářené reaktorové oceli se v současné době intenzivně pracuje např. v oddělení mechanických vlastností ÚJV Řež, a. s. a na ČVUT-FJFI-KMAT.

### 2.3.4.1 “Small Punch Test”

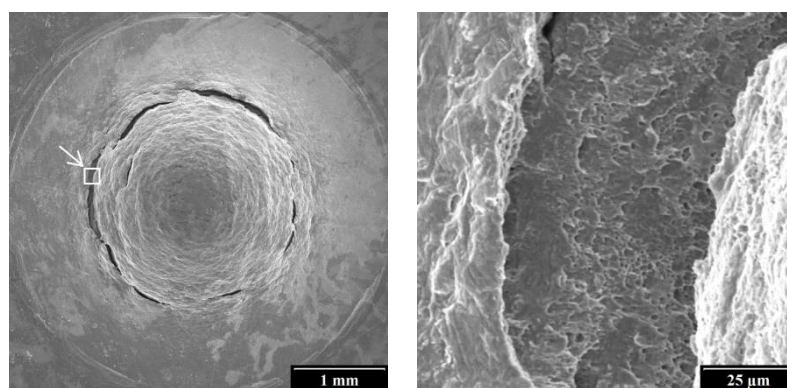
“Small Punch Test” je semidestruktivní zkouška využívající miniaturní zkušební tělesa, zpravidla kruhové destičky ( $\text{Ø}8 \text{ mm} \times 0,5 \text{ mm}$ ). V některých případech mohou mít destičky i tvar čtverce nebo obdélníku. Odběr takto malého objemu materiálu je možné provádět přímo z provozované komponenty, aniž by došlo ke snížení její integrity.

Rozměry ZT umožňují hodnocení vlastností materiálu v mikroobjemu. SPT má proto potenciál pro hodnocení materiálových vlastností komponent s vysoce heterogenní strukturou, např. svarové spoje vč. teplotně ovlivněné zóny základního materiálu, nebo jednotlivé vrstvy austenitického návaru TNR (viz [24–26]).

Schéma zkušební aparatury je znázorněno na Obr. 2-12. Zkouška spočívá v upevnění ZT ve speciálním přípravku a v jeho penetraci razníkem s polokulovou hlavicí. SPT je možné provádět na běžných zkušebních strojích pro tahové zkoušky.



Obr. 2-12: Schéma experimentální aparatury pro SPT: 1 – vzorek, 2 – razník, 3 – raznice, 4 – přítlačník, 5 – snímač průhybu. Převzato z dokumentu [27] a upraveno.



Obr. 2-13: Vypuklá plocha kruhového ZT  $\text{Ø}8 \text{ mm} \times 0,5 \text{ mm}$ , porušeného při SPT. Detailní snímek tvárného porušení materiálu. Převzato z publikace [23].

Pomocí SPT je možné vyhodnotit ekvivalentní hodnoty mechanických vlastností materiálů z klasických mechanických zkoušek, zejména mez kluzu  $R_{p0,2}$  a mez pevnosti  $R_m$ . Dále je

možné z SPT vyhodnotit deformační energii. V případech, kdy závislost deformační energie na zkušební teplotě vykazuje přechodový jev, je možné pomocí SPT stanovit hodnotu ekvivalentní přechodové teploty. Ze záznamu SPT je dokonce možné vyhodnotit ekvivalenty lomové houževnatosti  $K_{Ic}$ , resp.  $J_{Ic}$ .

Základním nedostatkem SPT je skutečnost, že pro její aplikaci na hodnocení mechanických vlastností kovových materiálů nebyla v Evropě doposud vydána žádná závazná norma. V roce 2006 došlo k vydání nezávazného dokumentu CWA 15627 [27]. Dokument sice popisuje konkrétní postupy pro provedení zkoušky SPT a pro její vyhodnocení, nicméně řadu podrobností ponechává nespecifikovaných.

Velice podrobnou rešerši o metodě “Small Punch Test” a její aplikaci na hodnocení reaktorových ocelí lze nalézt v bakalářské práci [28] a v diplomové práci [29]. Kromě toho lze doporučit řadu dalších publikací, např. [30].

#### **2.3.4.2 “Automated ball Indentation Test”**

Další inovativní zkušební metodou pro reaktorové oceli je zkouška instrumentované tvrdosti typu ABIT (“Automated ball Indentation Test”). Zkouška spočívá v provedení posloupnosti indentací a částečných odtížení v jediném místě povrchu kovového vzorku o tloušťce větší než 0,5 mm. Hlavními výstupy ABIT jsou křivka skutečného napětí na skutečnou deformaci a ekvivalentní hodnoty meze kluzu  $R_{p0,2}$  a meze pevnosti  $R_m$ .

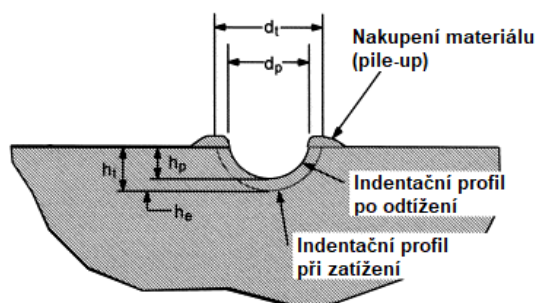
Indentace se provádí pomocí indentoru s polokulovou hlavou, vyrobeného z velmi tvrdých materiálů, např. z karbidu wolframu, nebo z nitridu křemíku. Průměr indentoru se může pohybovat v rozmezí od desetin milimetru do několika milimetrů. Běžné rozměry jsou např. 0,508 mm, 0,762 mm, 1,575 mm a 2,500 mm.

Mezi hlavní výhody metody ABIT patří:

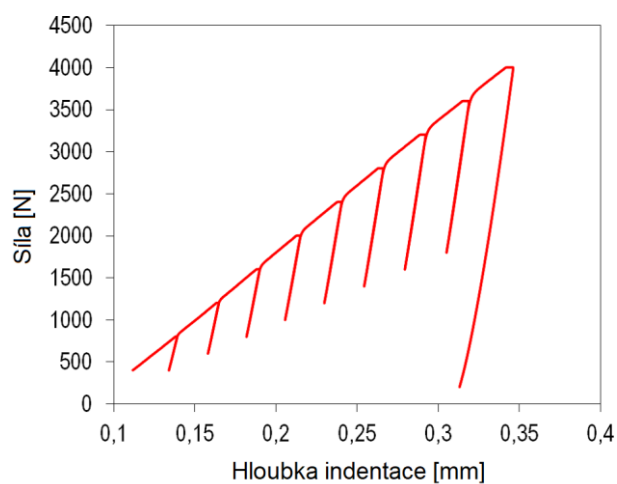
- Jednoduchá experimentální aparatura. Zkoušku je možné po instalaci jednoduchých přípravků provádět na běžných zkušebních strojích;
- Provedení zkoušky ABIT a její vyhodnocení je plně automatizované. Vyhodnocení ABIT např. nevyžaduje měření rozměru vtisku;
- Zkoušení je možné provádět přímo na provozované komponentě (“in-situ”). Zkouška je nedestruktivní, protože indentace zanechává pouze hladké vtisky, které nenarušují integritu komponenty.

Záznamem zkoušky ABIT je závislost zátěžné síly na hloubce indentace, viz Obr. 2-15.

Zkouška ABIT nebyla doposud normována, nicméně podrobné postupy pro provedení zkoušky a pro její vyhodnocení jsou popsány v draftu normy [31]. Výsledky publikací [32–34] naznačují, že pomocí ABIT lze získat konzistentní hodnoty pevnostních charakteristik reaktorových ocelí.



Obr. 2-14: Schématické znázornění vtisku po zkoušce ABIT. Převzato z dokumentu [31] a upraveno.

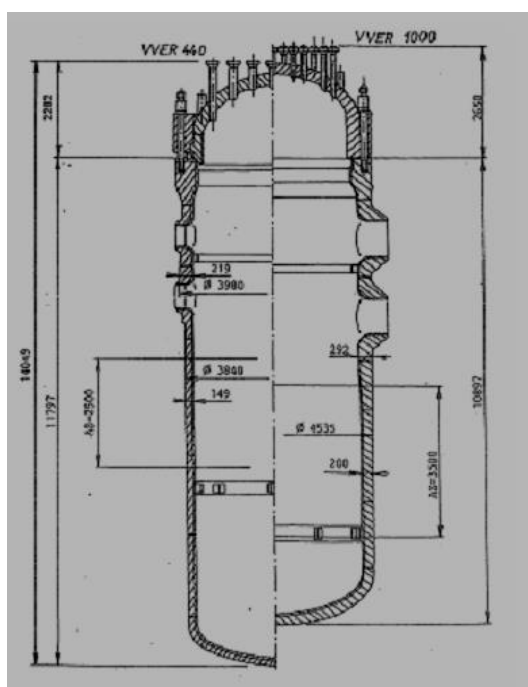


Obr. 2-15: Záznam zkoušky ABIT.

## 2.4 Jaderné reaktory typu VVER

VVER (rusky «ВВЭР – Водо-Водяной Энергетический Реактор») patří mezi nejvíce rozšířené typy ruských jaderných reaktorů. Jedná se o tlakové reaktory, používající vodu jako chladivo a zároveň jako moderátor. V České republice je provozováno 6 energobloků s těmito typy reaktorů: 2 energobloky s VVER 1000 v JE Temelín a 4 energobloky s VVER 440 v JE Dukovanech. Na Slovensku jsou v provozu 4 energobloky s VVER 440 (2 v JE Mochovce a 2 v JE Jaslovské Bohunice).

V následovných dvou kapitolách bude podána rešerše o konstrukčních materiálech tlakové nádoby reaktoru typu VVER 440 a VVER 1000, tj. o základním materiálu a svarovém kovu TNR. Ve třetí samostatné kapitole bude pojednáno o austenitickém korozivzdorném návaru obou typů reaktorů.



Obr. 2-16: TNR VVER 440 a VVER 1000. Obrázek byl převzat z přednášek RNDr. Milana Brumovského, CSc.

### 2.4.1 VVER 440

Reaktory VVER 440 jsou úspěšně provozovány už od šedesátých let 20. století. Palivem je obohacený uran 235, který spolu s izotopem uranu 238 tvoří palivové elementy ve formě  $UO_2$ . Postupně bylo vyvinuto několik modifikací těchto reaktorů, které se vzájemně mírně liší technickými parametry a technologickým postupem při výrobě. Nejrozšířenější jsou modifikace VVER 440/V-230 a VVER 440/V-213. V současné době jsou v České republice v provozu čtyři jaderné reaktory typu VVER 440/213, které byly uvedeny do provozu v letech 1985 až 1987, a které jsou součástí JE Dukovany.



Tab. 2-1: Charakteristické hodnoty vybraných provozních parametrů VVER 440.

Teplota vody na vstupu reaktoru [°C]	Teplota vody na výstupu reaktoru [°C]	Tlak v primárním okruhu [MPa]	Fluence na konci projektované životnosti TNR, [m <sup>-2</sup> , E>0,5 MeV] (*)
270	300	12,5	2,0-2,4·10 <sup>24</sup> [5, 35]

(\*) Projektovaná fluence odpovídá prstenci TNR v úrovni aktivní zóny.

#### 2.4.1.1 Charakterizace materiálů TNR VVER 440

Základním materiálem TNR VVER 440, resp. svarovým kovem, jsou nízkolegované feritické oceli 15Ch2MFA, resp. Sv 10ChMFT. Prstenc TNR, který se nachází v úrovni aktivní zóny a který je vystaven nejintenzivnějšímu neutronovému ozařování, je vyroben z modifikace 15Ch2MFA-A, která má přísnější požadavky na obsah škodlivých prvků, zejména mědi a fosforu. Svarové spoje tohoto prstence jsou vyrobeny z modifikace Sv 10ChMFT-A. Požadavky na obsah legur v materiálech jsou uvedeny v Tab. 2-2.

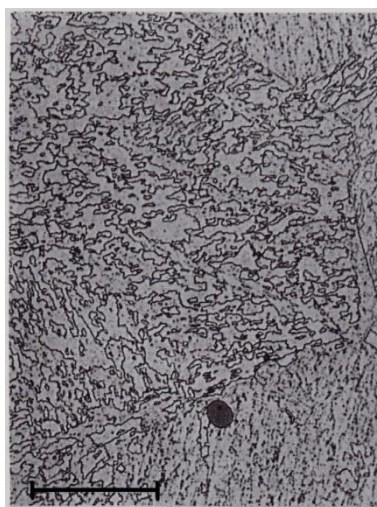
Tab. 2-2: Požadavky na obsah legur v ocelích TNR VVER 440 (údaje jsou v jednotkách hm. %) [2]: ZM: 15Ch2MFA(-A) a SK: Sv10ChMFT(-A).

Ocel	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni	Cu	S	P
15Ch2MFA	0,13	0,17	0,30	2,50	0,60	0,25	Max.	Max.	Max.	Max.
	0,18	0,37	0,60	3,00	0,80	0,35	0,40	0,30	0,020	0,020
15Ch2MFA-A	0,13	0,17	0,30	2,50	0,60	0,25	Max.	Max.	Max.	Max.
	0,18	0,37	0,60	3,00	0,80	0,35	0,40	0,10	0,015	0,012
Sv 10ChMFT	0,04	0,20	0,60	1,20	0,35	0,15	Max.	Max.	Max.	Max.
	0,12	0,60	1,30	1,80	0,70	0,30	0,30	0,25	0,015	0,042
Sv 10ChMFT-A	Max.	0,20	0,60	1,20	0,35	0,10	Max.	Max.	Max.	Max.
	0,11	0,55	1,30	1,80	0,70	0,35	0,30	0,10	0,015	0,012

Oceli prvních reaktorů tohoto typu obsahovaly mnohem vyšší obsah škodlivých prvků, než jak je uvedeno v Tab. 2-2. Negativní vliv těchto prvků na radiační stabilitu ocelí nebyl v tehdejší době (šedesátých letech 20. století) ještě znám [36].

Při výrobě TNR VVER 440 se postupuje tak, že se tavenina oceli 15Ch2MFA odlévá do stotunových ingotů, ze kterých se tvářením za tepla zhotoví polotovary ve tvaru prstenců. Prstence jsou podrobeny austenitizaci při teplotě cca 1000 °C, kaleny do oleje a popouštěny při teplotách cca 660 až 680 °C. Technologií svařování pod tavidlem se prstence svaří v celistvou reaktorovou nádobu. Po každém svařování se provádí žihání na odstranění pnutí. Současně s tím se na vnitřní povrch TNR nanáší vrstva austenitického korozivzdorného návaru [2].

Výsledná struktura oceli 15Ch2MFA po tepelném zpracování je směsí bainitických struktur, viz Obr. 2-17. Pomocí metalografického rozboru je možné běžně odhalit sulfidické vměstky oválovitého tvaru [37].



Obr. 2-17: Mikrostruktura 15Ch2MFA, měřítko: 50  $\mu\text{m}$ . Převzato z knihy [1].

Vzhledem k vysokému provoznímu tlaku a teplotě musí mít materiály TNR vysokou pevnost. Požadavky na mechanické vlastnosti ocelí 15Ch2MFA a Sv 10ChMFT lze nalézt v publikaci [2]. Např. na ZM se vztahují požadavky minimální hodnoty meze kluzu 432 MPa a meze pevnosti 540 MPa při teplotě 20 °C, resp. hodnoty meze kluzu 395 MPa a meze pevnosti 461 MPa při teplotě 350 °C. To je zajištěno legováním oceli a dodržením předepsaného technologického postupu při výrobě TNR.

#### **2.4.1.2 Vývoj mikrostruktury a provozní degradace materiálů TNR VVER 440**

Reaktory typu VVER 440 jsou stavěny a úspěšně provozovány více než 50 let. Za tuto dobu bylo nashromážděno značné množství informací a experimentálních dat týkajících se projevu neutronového ozáření na struktuře a mechanických vlastnostech materiálů TNR VVER 440. Podrobné informace lze najít zejména v disertační práci [36] a také ve velkém množství dalších publikací (např. [6, 9–12]).

V mikrostruktuře ozařovaných materiálů dochází k dramatickému zvyšování koncentrace mřížkových poruch. Bodové poruchy z části tvoří Frenkelovy poruchy, z části rekombinují (zvláště po překročení vysokých hodnot neutronových fluencí), a z části se shlukují a vytváří dislokace, dislokační smyčky, a dutiny. Všechny tyto mikrostrukturní útvary omezují pohyblivost dislokací a materiál tak ztrácí schopnost se plasticky deformovat. To se projevuje radiačním zpevněním a zkřehnutím materiálu. K radiačnímu zpevnění a zkřehnutí zvláště významně přispívají dislokační smyčky, jejichž hustota se s rostoucí fluencí neustále zvyšuje

[6], viz Tab. 2-3. Příspěvek od dislokačních smyček je nejvýznamnější po překročení fluence  $2 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$  odpovídající přibližně konci životnosti VVER 440.

Intenzivní tok neutronů vytváří v kombinaci s vysokou provozní teplotou příznivé podmínky pro difuzi atomů krystalickou mřížkou a k tvorbě precipitátů. Precipitáty fungují jako překážky v pohybu dislokací a významně tak přispívají ke zpevnění a zkřehnutí materiálu.

Některé typy precipitátů jsou v reaktorových ocelích přítomny již v neozářeném stavu. V materiálech TNR VVER 440 jsou to především karbidy typu  $M_7C_3$  obohacené vanadem [6]. Tyto precipitáty mají plochý, „diskovitý“ tvar a v materiálu se nevytváří homogenně, nýbrž se koncentrují na hranicích zrn. S rostoucí fluencí se zvyšuje hustota precipitátů a snižují jejich rozměry (viz Tab. 2-3).

Vlivem ozáření vznikají také nové typy precipitátů, které se v materiálech ve výchozím stavu nevyskytují. Nejvýznamnějším typem radiačně indukovaných precipitátů v reaktorových ocelích VVER 440 jsou precipitáty obohacené mědí. Tyto precipitáty mají kulovitý tvar. Podle informací z různých zdrojů [6, 9–12] dosahuje hustota těchto precipitátů hodnot  $10^{17}$  až  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$  při fluencích v řádu  $\sim 10^{23} \text{ m}^{-2}$  ( $E > 0,5 \text{ MeV}$ ) a jejich střední rozměr je  $2\div 3 \text{ nm}$ . V tomto rozmezí neutronových fluencí měděné precipitáty nejvýznamněji přispívají k radiačnímu zpevnění a zkřehnutí. Po překročení fluence cca  $\sim 10^{24} \text{ m}^{-2}$  ( $E > 0,5 \text{ MeV}$ ) dochází k hrubnutí precipitátů na 3 až 4 nm a ke snížení jejich koncentrace o cca 1 řád. S dalším růstem fluence dochází k dalšímu poklesu hustoty precipitátů a k jejich hrubnutí, viz Tab. 2-3. Při velmi vysokých fluencích postupně klesá příspěvek k radiační degradaci od precipitátů a naopak významně roste příspěvek od dislokačních smyček.

Obsah škodlivé mědi je nutné z uvedených důvodů v ocelích TNR VVER 440 regulovat. Přípustný obsah mědi je 0,1 hm%. Zároveň je omezen obsah prvků, které s mědí fungují synergicky a které zesilují její vliv na radiační zkřehnutí. Jedná se hlavně o křemík a nikl.

Dalším významným projevem ozáření na mikrostruktuře materiálů VVER 440 je radiačně indukovaná segregace fosforu. Atomy fosforu difundují na hranice zrn, případně na rozhraní precipitát – hranice zrna. Oba jevy zásadním způsobem ovlivňují způsob porušování materiálů tím, že zvyšují jeho náchylnost k interkrystalickému porušování. Proces vede k poklesu lomové a vrubové houževnatosti.

Tab. 2-3: Výsledky mikrostrukturní analýzy materiálů TNR VVER 440 po vystavení různě vysokým neutronovým fluencím [6] (konci životnosti odpovídá fluence  $\approx 2 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$ ,  $E > 0,5 \text{ MeV}$ ): Hustota ( $N$ ) a rozměr ( $d$ ) dislokačních smyček (loops), plochých karbidů typu  $M_7C_3$  obohacených vanadem (disc) a kulovitých precipitátů obohacených mědí (round). Hodnoty fluence odpovídají neutronům s energií  $> 0,5 \text{ MeV}$ .

Materiál	Stav [F, m <sup>-2</sup> ]	$N_{\text{loops}}$ [ $\cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ ]	$d_{\text{loops}}$ [nm]	$N_{\text{disc}}$ [ $\cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ ]	$d_{\text{disc}}$ [nm]	$N_{\text{round}}$ [ $\cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ ]	$d_{\text{round}}$ [nm]
ZM (0,09 hm.% Cu)	neozářený	–	–	0,1 ÷ 0,15	25	–	–
	$5,3 \cdot 10^{23}$	6 ÷ 8	4 ÷ 6	4 ÷ 5	20	100 ÷ 150	2 ÷ 3
	$1,3 \cdot 10^{24}$	30 ÷ 40	8 ÷ 9	3 ÷ 4	23	40 ÷ 50	3 ÷ 4
	$8,7 \cdot 10^{24}$	50 ÷ 60	9 ÷ 10	0,3 ÷ 0,5	15	10 ÷ 20	5 ÷ 6
SK (0,03 hm.% Cu)	neozářený	–	–	0,2 ÷ 0,3	30	–	–
	$5,3 \cdot 10^{23}$	0,9 ÷ 1,0	4 ÷ 5	2 ÷ 3	11,5	500 ÷ 700	2 ÷ 3
	$1,3 \cdot 10^{24}$	30 ÷ 40	7 ÷ 8	10 ÷ 15	25	30 ÷ 40	3 ÷ 4
	$8,7 \cdot 10^{24}$	60 ÷ 70	10 ÷ 11	8 ÷ 10	18 ÷ 20	10 ÷ 15	4 ÷ 5

### **Porušování materiálů TNR VVER 440 při zkoušce rázem v ohybu**

V neozářeném stavu se oceli TNR VVER 440 porušují téměř výhradně v transkrystalickém módu. Za vysokých teplot převažuje porušování mechanismem TG tvárného lomu, za velmi nízkých teplot převažuje TG štěpný lom. Vrubová houževnatost roste s rostoucím podílem mechanismu TG tvárného lomu. Vlivem neutronového záření materiál křehne, což se projevuje zejména posunem přechodové křivky k vyšším teplotám (růstem přechodové teploty) a poklesem energie horního plata, viz Obr. 2-5 na str. 21.

Výsledky kvantitativně fraktografické analýzy [6, 9–12] provedené na lomových plochách zkušebních těles potvrzují, že se účinkem ozáření zvyšuje podíl interkrystalického módu porušování na úkor transkrystalického módu. Zvýšená míra porušování mechanismem IG dekoheze je přímým důsledkem radiačně indukované segregace atomů fosforu na hranice zrn vedoucí k oslabení soudržnosti HZ. Plošný podíl IG faset na lomové ploše roste s rostoucím množstvím fosforu v oceli a s rostoucí neutronovou fluencí. Podle výsledků v uvedených publikacích se např. na lomových plochách neozářeného ZM (oceli 15Ch2MFA) s obsahem fosforu pod 0,020 hm% obvykle IG fasety nevyskytují buď vůbec, nebo tvoří plošný podíl maximálně 5%. Po ozáření může podíl IG faset na lomové ploše dosáhnout mnoha desítek procent.

K porušování mechanismem IG dekoheze probíhá především při relativně nízkých zkušebních teplotách, tj. v oblasti přechodové teploty a v oblasti energie dolního plata. Nejvyšší míra interkrystalického porušování bývá detekována v intervalu zkušebních teplot, odpovídajícímu spodní části přechodové oblasti přechodové křivky [9]. Podle závěrů autorů publikace [9] se

mechanismus segregace fosforu na HZ na celkovém radiačním zkřehnutí materiálů TNR VVER 440 podílí přibližně z 10 až 20%.

Projevem synergického působení mědi a fosforu je tzv. intragranulární segregace spočívající v segregaci fosforu na rozhraní precipitát—HZ. Na těchto hranicích zrn, které jsou dostatečně hustě pokryty kulovitými mědi obohacenými precipitáty, může dojít k interkrystalickému tvárnému porušení [10]. Tento mechanismus porušování probíhá zejména za vysokých teplot, tzn. v oblasti přechodové teploty a oblasti horního plata přechodové křivky. Plošný podíl znaků IG tvárného lomu může v závislosti na fluenci a obsahu fosforu dosahovat až 15%. Podle autorů uvedené publikace může mít tento proces rozhodující vliv na rychlost radiačního zkřehnutí materiálů TNR VVER 440.

Rychlost radiačního růst přechodové teploty materiálů TNR VVER 440 je úměrný třetí odmocnině normované fluence  $F/F_0$  (funkční závislosti má tvar vztahu r. 3). Vztahy jsou uvedeny v ruské normě «ПНАЭГ-7-002-86: Нормы расчета на прочность оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок. Госатомэнергонадзор СССР, 1989, 525 с.» a mají následovný tvar [36]:

$$\Delta T_F(F) = 18 \cdot \sqrt[n]{F \cdot 10^{-22}} \quad \text{pro ZM} \quad (\text{r. 7})$$

$$\Delta T_F(F) = 800(C_P + 0,07 \cdot C_{Cu}) \cdot \sqrt[n]{F \cdot 10^{-22}} \quad \text{pro SK} \quad (\text{r. 8})$$

Vztahy r. 7 a r. 8 reflektují skutečnost, že radiační zkřehnutí materiálů TNR VVER 440 závisí na obsahu mědi a fosforu ( $C_P$  a  $C_{Cu}$  v jednotkách hm%). Platnost vztahů r. 7 a r. 8 je omezena na rozsah běžných provozních fluencí (cca do  $2 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$ ). Rychlost radiačního křehnutí po překročení této fluence již nezávisí na obsahu mědi a fosforu.

## 2.4.2 VVER 1000

Reaktory typu VVER 1000 byly vyvinuty na základě reaktorů typu VVER 440. Projektovaný výkon VVER 1000 byl oproti výkonu VVER 440 významně navýšen, což bylo spojeno se zvýšením provozní teploty a provozního tlaku uvnitř reaktoru. Změnou rozměrů reaktorové nádoby (menší výška a větší průměr válcové části reaktorové nádoby – viz Obr. 2-16) byla snížena radiační zátěž TNR. (Fluence na konci projektované životnosti reaktoru je u VVER 1000 téměř o 1 řád nižší, než v případě VVER 440, jak vyplývá ze srovnání Tab. 2-1 a Tab. 2-4.)

Tab. 2-4: Charakteristické hodnoty vybraných provozních parametrů VVER 1000.

Teplota vody na vstupu reaktoru [°C]	Teplota vody na výstupu reaktoru [°C]	Tlak v primárním okruhu [MPa]	Fluence na konci projektované životnosti TNR, [m <sup>-2</sup> ] (*)
290	320	16	5,6·10 <sup>23</sup> (E>0,5 MeV), resp. 3,0·10 <sup>23</sup> (E>1 MeV), [35]

(\*) Projektovaná fluence odpovídá prstenci TNR v úrovni aktivní zóny.

### 2.4.2.1 Charakterizace ocelí TNR VVER 1000

Hlavními konstrukčními materiály TNR VVER 1000 jsou oceli 15Ch2NMFA(-A) (základní materiál) a Sv 12Ch2N2MA(-A) (svarový kov). Při návrhu obou materiálů se vycházelo ze zkušeností s materiály VVER 440, kde základním materiálem je ocel 15Ch2MFA a svarovým kovem je ocel 10ChMFT. Jedná se o nízkolegované feritické oceli a chemická složení obou ZM a obou SK jsou si navzájem podobná.

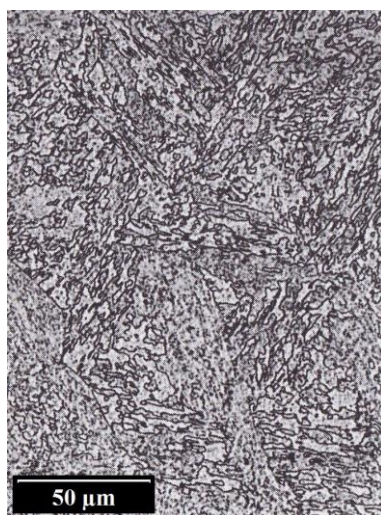
Tab. 2-5: Požadavky na obsah legur v ocelích TNR VVER 1000 (údaje jsou v jednotkách hm. %) [3]: ZM: 15Ch2NMFA(-A) a SK Sv12Ch2N2MAA.

Materiál	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Ni	Cu	S	P
15Ch2NMFA (ZM)	0,13 0,18	0,17 0,37	0,30 0,60	1,70 2,40	0,50 0,70	Max. 0,12	1,00 1,50	Max. 0,30	Max. 0,020	Max. 0,020
15Ch2NMFAA (ZM prstence v oblasti akt. zóny)	0,13 0,16	0,17 0,37	0,30 0,60	1,80 2,30	0,50 0,70	0,10 0,12	1,00 1,30	Max. 0,08	Max. 0,010	Max. 0,010
Sv 12Ch2N2MAA (SK s prstencem v obl. akt. zóny)	0,06 0,12	0,15 0,45	0,65 1,10	1,20 2,00	0,40 0,70	–	1,20 1,90	Max. 0,15	Max. 0,020	Max. 0,025

Zásadní rozdíl ve složení materiálů VVER 1000 oproti VVER 440 je zvýšený obsah niklu a snížený obsah vanadu v ZM, resp. absence vanadu v SK. Materiály VVER 1000 jsou oceli typu Cr-Ni-Mo, zatímco materiály VVER 400 jsou oceli typu Cr-Mo-V.

Mikrostruktura ocelí VVER 1000 po tepelném zpracování je podobná mikrostruktuře ocelí VVER 440. Je tvořena převážně popouštěným bainitem, viz Obr. 2-18.

Změnami obsahu legur bylo docíleno zlepšení technologických vlastností materiálů TNR VVER 1000 oproti VVER 440, čímž byla usnadněna výroba TNR: Bylo usnadněno tváření ingotů na prstence, byla snížena teplota i doba austenitizačního žíhání před kalením prstenců, bylo dosaženo lepší a snadnější svařitelnosti prstenců (včetně snížení přehřívací teploty), byla snížena popouštěcí teplota a doba popouštění po kalení i po svařování, atd. Konkrétní technologické výrobní parametry TNR VVER 440 a VVER 1000 jsou podrobně popsány v publikacích [2, 3, 38–40]. Uvedených přednosti materiálů VVER 1000 oproti materiálům VVER 440 bylo dosaženo v první řadě díky zvýšenému legování niklem a sníženému legování vanadem [41].



Obr. 2-18: Mikrostruktura oceli 15Ch2NMFA. Obrázek byl převzat z knihy [1].

## 2.4.2.2 Vývoj mikrostruktury a provozní degradace materiálů TNR VVER 1000

### 2.4.2.2.1 Ozáření materiálů

Projevy ozáření ve struktuře materiálů TNR VVER 1000 se řídí obecně platnými skutečnostmi, které byly popsány v kap. 2.2. V krystalické mřížce dochází v první řadě k výraznému růstu hustoty mřížkových poruch vedoucím k radiačnímu zpevnění a zkřehnutí materiálu. Stejně jako v případě VVER 440, i zde k radiačnímu zpevnění a zkřehnutí nejvíce přispívají dislokace a dislokační smyčky. Relativní příspěvek dislokací k degradaci roste zvláště při velmi vysokých neutronových fluencích.

Další mikrostrukturní změny, které neutronové ozáření vyvolává v materiálech TNR VVER 1000, se mírně liší od těch, které probíhají v materiálech VVER 440. Radiačně

indukované precipitáty mají sice v obou typech materiálů podobnou morfologii, ale v důsledku odlišného obsahu legur mají odlišné složení. Na rychlost radiačního křehnutí reaktorových ocelí VVER 440 mají rozhodující vliv relativní obsahy mědi a fosforu. Naproti tomu v ocelích VVER 1000 rychlost křehnutí prakticky nezávisí na obsahu mědi a fosforu, nýbrž v první řadě na obsahu niklu a v druhé řadě na obsahu manganu a křemíku [42].

Velmi podrobné informace o mikrostruktuře ozářeného základního materiálu a svarového kovu TNR VVER 1000 ve výchozím stavu i ve stavu po urychleném ozáření rychlými neutrony lze nalézt v publikaci [7]:

- Ve struktuře neozářeného ZM se vyskytují ploché („diskovité“) karbidy typu  $M_7C_3$  obohacené chromem. Po ozáření do fluencí cca  $\sim 10^{23} \text{ m}^{-2}$  ( $E > 0,5 \text{ MeV}$ ) se hustota a rozměry těchto karbidů zásadně nemění. Po překročení fluence  $\approx 10^{24} \text{ m}^{-2}$  ( $E > 0,5 \text{ MeV}$ ) (cca dvojnásobek fluence na konci projektované životnosti reaktoru) dochází k rozvoji nové populace těchto karbidů charakterizované menším rozměrem částic, viz Tab. 2-6. Ve struktuře SK se tento typ karbidů nevyskytuje z důvodu absence vanadu.
- Jak v ZM, tak v SK vyvolává ozáření vznik kulovitých precipitátů, které se ani v jednom z těchto materiálů v neozářeném stavu nevyskytují. Jedná se o precipitáty obohacené niklem a křemíkem v případě ZM, resp. niklem manganem a křemíkem v případě SK. Hustota i rozměry těchto precipitátů se s rostoucí fluencí neustále zvyšují (zejména v SK), a to dokonce i při hodnotách fluence značně převyšujících hodnotu fluence na konci projektované životnosti, viz Tab. 2-6. V tom spočívá zásadní rozdíl od měděných kulovitých precipitátů v materiálech TNR VVER 440, jejichž populace projevuje už v rozsahu běžných provozních fluencí jednoznačné znaky nasycení. Tvorba precipitátů obohacených niklem patří k procesům, které nejvíce přispívají k radiační degradaci materiálů TNR VVER 1000.
- Nejzávažnější poznatkem je dramatický rozvoj populace dislokačních smyček v SK po překročení fluence  $6,5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$  ( $E > 0,5 \text{ MeV}$ ). Dislokační smyčky mají v oblasti velmi vysokých fluencí hlavní příspěvek k radiačnímu zpevnění a zkřehnutí SK.

Nejzávažnějším nezpevňujícím procesem radiačního zkřehnutí materiálů TNR VVER 1000 je segregace fosforu na hranice zrn. Atomy fosforu snižují pevnost HZ a materiál se stává náchylným k interkrystalickému porušování. Nejvýrazněji se to projevuje při zkouškách rázem v ohybu, kde s rostoucí neutronovou fluencí roste míra křehkého interkrystalického porušování. Zatímco v neozářeném stavu bývá plošný podíl fraktografických znaků IG dekoheze na lomových plochách obvykle nulový [7], po ozáření může dosahovat několika desítek procent



[7, 43]. Závěry většiny publikací se shodují v tom (viz např. [42, 43]), že hlavní vliv na intenzitu segregace fosforu na HZ má v materiálech TNR VVER 1000 obsah niklu. S rostoucím obsahem niklu se proces segregace urychluje. Proces segregace fosforu na HZ přispívá k poklesu vrubové houževnatosti a k růstu přechodové teploty. Podle závěrů publikace [43] je možné míru zkřehnutí ZM zmírnit volbou vhodného technologického postupu při výrobě TNR vedoucím ke zjemněním zrn. Např. je žádoucí se vyvarovat vysokým austenitizačním teplotám.

Tab. 2-6: Výsledky mikrostrukturní analýzy materiálů TNR VVER 1000 po vystavení různě vysokým neutronovým fluencím z publikace [7] (konci životnosti odpovídá fluence  $\approx 5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ,  $E > 0,5 \text{ MeV}$ ): Hustota ( $N$ ) a rozměr ( $d$ ) dislokačních smyček (loops), plochých karbidů typu  $M_7C_3$  obohacených chromem (disc) a kulovitých precipitátů obohacených Ni-Si v případě ZM, resp. Ni-Mn-Si v případě SK (round). Obsah legur v materiálech je uveden v jednotkách hm. % a fluence jsou uvedeny pro neutrony s  $E > 0,5 \text{ MeV}$ .

Materiál	Stav [F, m <sup>-2</sup> ]	N <sub>loops</sub> [·10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	d <sub>loops</sub> [nm]	N <sub>disc</sub> [·10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	d <sub>disc</sub> [nm]	N <sub>round</sub> [·10 <sup>15</sup> cm <sup>-3</sup> ]	d <sub>round</sub> [nm]
ZM (1,34 Ni, 0,47 Mn, 0,29 Si)	7,1·10 <sup>23</sup>	5÷6	4÷5	3÷5	15÷20	80÷100	2÷3
	9,5·10 <sup>23</sup>	7÷8	4÷5	3÷5	15÷20	100÷200	2÷3
	14,8·10 <sup>23</sup>	10÷20	4÷5	4÷6	10÷15	200÷300	3÷4
SK (1,77 Ni, 0,74 Mn, 0,26 Si)	3,1·10 <sup>23</sup>	5÷6	4÷5	–	–	70÷90	2÷3
	5,2·10 <sup>23</sup>	6÷7	4÷5	–	–	200÷400	2÷3
	6,5·10 <sup>23</sup>	10÷20	5÷6	–	–	300÷500	3÷4
	11,6·10 <sup>23</sup>	400÷600	6÷8	–	–	700÷800	3÷5

Kinetiku teplotně aktivované difuze atomů fosforu v materiálech TNR VVER 1000 je možné charakterizovat vztahem r. 9 pro okamžitou koncentraci fosforu na hranicích zrn [44]:

$$\Delta C_{\text{HZ}}^{\text{P}}(t) = B + (C - B) \cdot \left[ 1 - \exp\left(-\gamma \frac{D}{d^2} t\right) \right] \quad (\text{r. 9})$$

kde  $B = \Delta C_{\text{HZ}}^{\text{P}}(0)$  je počáteční koncentrace fosforu na HZ,  $C = \Delta C_{\text{HZ}}^{\text{P}}(\text{inf})$  rovnovážná koncentrace fosforu na HZ,  $D$  je koeficient difuze atomů fosforu na HZ,  $d$  je střední rozměr zrn.

Stejným typem funkční závislosti je podle závěrů publikace [44] možné popsat radiačně indukovanou segregaci. Parametr difuze je nutné v takovém případě určit experimentálně, protože se mechanismus difuze atomů ve struktuře ozařovaného materiálu zásadně liší od mechanismu tepelně aktivované difuze. („Tepelná difúze“ probíhá zejména vakančním a substitučním mechanismem, zatímco při „radiační difúzi“ se významně uplatňují translace atomů při srážkových kaskádách.)

Rozhodující vliv na rychlost radiačního křehnutí materiálů TNR VVER 1000 má obsah niklu. Zásadní význam má tato skutečnost pro svarový kov, ve kterém je obsah niklu podstatně vyšší, než v základním materiálu. Zvýšené legování SK niklem je nezbytné pro zajištění dostatečné pevnosti SK ve výchozím stavu [41]. Svarové spoje prstence TNR v oblasti aktivní zóny jsou

z tohoto důvodu kritickými místy TNR VVER 1000. Životnost celého energobloku s VVER 1000 závisí na rychlosti radiační degradace těchto svarových spojů.

Změny mechanických vlastností materiálů TNR VVER 1000 po ozáření rychlými neutrony je možné popsat stejným typem funkční závislosti, jako tomu bylo u materiálů VVER 440 (tj. odmocninou závislosti typu r. 3). Pro konkrétní případ základního materiálu z publikace [7] (jejichž parametry a struktura jsou popsány v Tab. 2-6), vystaveného urychlenému ozařování, byly vyhodnoceny vztahy pro nárůst meze kluzu ( $\Delta R_{p0,2}$ ) a přechodové teploty vrubové houževnatosti ( $\Delta T_K$ ) ve tvarech:

$$\Delta R_{p0,2} = 16,9 \cdot \left( \frac{F}{10^{22}} \right)^{0,4} \quad (\text{r. 10})$$

$$\Delta T_K = 6,2 \cdot \left( \frac{F}{10^{22}} \right)^{0,5} \quad (\text{r. 11})$$

kde  $F = 0$  až  $14,8 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ,  $E > 0,5 \text{ MeV}$ , při urychleném ozařování o faktoru 25 až 50.

Radiační zpevnění svarového kovu z téže publikace nebylo možné v daném rozsahu fluencí charakterizovat stejným typem funkčního vztahu, protože po překročení fluence  $6,5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$  bylo zaznamenáno skokové zvýšení přírůstku meze kluzu. Zkřehnutí tohoto SK, charakterizované růstem přechodové teploty, mělo tvar:

$$\Delta T_K = 1,6 \cdot \left( \frac{F}{10^{22}} \right) \quad (\text{r. 12})$$

kde  $F = 0$  až  $11,6 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ,  $E > 0,5 \text{ MeV}$ , „lead factor“  $\approx 25$  až 50.

Tento závěr publikace [7] je závažný, protože naznačuje, že se rychlost křehnutí ( $\Delta T_K$ ) daného experimentálního svarového kovu TNR VVER 1000 v oblasti velmi vysokých fluencí nezpomalovalo, tj. že mělo tvar trvalého lineárního růstu. Rozbor výsledků naznačuje, že vysoká rychlost radiačního zpevnění a křehnutí SK byla zapříčiněna intenzivní tvorbou dislokačních smyček a precipitátů obohacených niklem.

Metodika hodnocení provozní degradace svarového kovu TNR VVER 1000 je popsána v publikacích [8, 44]. Provozní zkřehnutí lze vyjádřit jako součet příspěvků od zpevnujících a od nezpevnujících procesů:

$$\Delta T_K(F, t) = \Delta T_{zpev}(F) + \Delta T_{nezpev}(t) \quad (\text{r. 13})$$

Složka  $\Delta T_{nezpev}$  odpovídá příspěvku segregace fosforu na hranice zrn při kombinovaném vlivu neutronového záření a vysokých teplot. Nezávislost této složky na fluenci ( $F$ ) je podložena pozorováními naznačujícími, že procesy segregace fosforu na HZ se při běžných provozních teplotách v TNR VVER 1000 uplatňují buď až při dlouhodobém ozařování ( $\approx 10^4$  až  $10^5$  hodin),

nebo až po překročení velmi vysokých fluencí (např.  $\approx 10^{24} \text{ m}^{-2}$ ,  $E > 0,5 \text{ MeV}$ ). Příspěvek  $\Delta T_{zpev}$  je vyjádřen ve formě závislosti pouze na fluencí, nikoliv na době expozice. V publikaci [44] jsou tyto dvě složky radiačního zkřehnutí prezentovány ve tvarech:

$$\Delta T_{zpev}(F) = 1,48 \cdot C_{Ni} C_{Mn} \cdot F^{0,8} \quad (\text{r. 14})$$

$$\Delta T_{nezpev}(t) = 1,3 \cdot C_{Ni}^4 \cdot \exp(-0,02T_{K0}) \cdot [1 - \exp(-2,2 \cdot 10^{-5} \cdot t)]^{0,6} \quad (\text{r. 15})$$

kde  $1,08 \text{ hm. \%} \leq Ni \leq 1,89 \text{ hm. \%}$ ,  $0,40 \text{ hm. \%} \leq Mn \leq 1,10 \text{ hm. \%}$ ,  $T_{K0} [\text{K}]$  je přechodová teplota v neozářeném stavu,  $t [\text{h}]$  je čas.

Tvar funkční závislosti nezpevňují složky (r. 15) je ekvivalentní vztahu (r. 9). Funkce monotónně roste s dobou expozice ozáření a vysokým teplotám. Vztah reflektuje neustálý rozvoj zkřehnutí materiálu v důsledku kumulace atomů fosforu na HZ a silný vliv obsahu niklu na intenzitu segregáčního procesu.

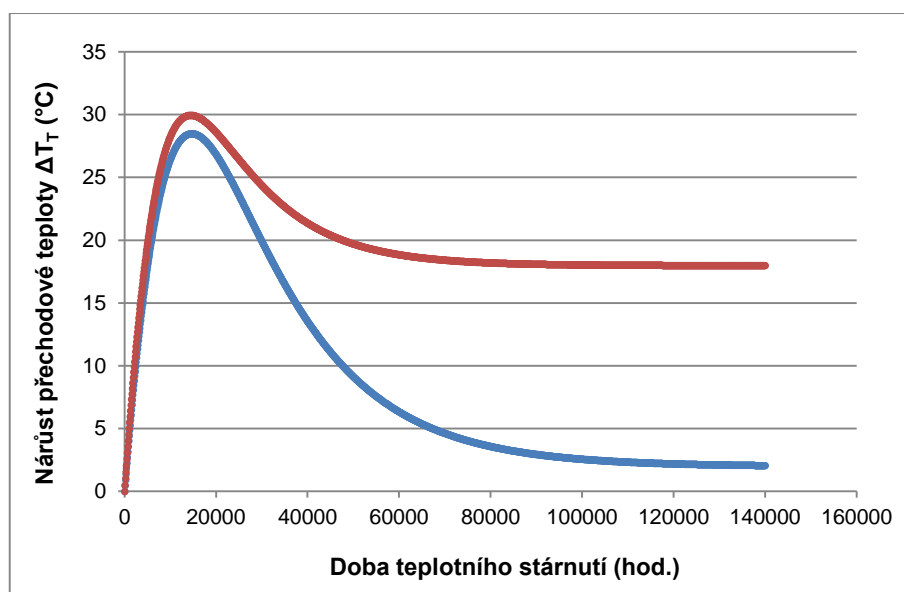
#### 2.4.2.2.2 Teplotní stárnutí materiálů

Neutronové záření má ze všech provozních vlivů největší podíl na provozní degradaci reaktorové nádoby a jejích vnitřních komponent. Druhým nejvýznamnějším degradačním vlivem je dlouhodobé působení vysokých provozních teplot, které vede k tzv. teplotnímu stárnutí materiálu.

Klasické modely teplotního stárnutí materiálů TNR VVER 1000 byly založeny na předpokladu, že proces křehnutí je řízen zpevňujícími procesy, konkrétně rozvojem populace karbidů. Na základě tohoto předpokladu byl navržen vztah popisující růst přechodové teploty vrubové houževnatosti ve tvaru:

$$\Delta T_T(t) = \left[ \Delta T_t^{\text{inf}} + b_t \cdot \exp\left(\frac{t_T - t}{t_{OT}}\right) \right] \cdot \tanh\left(\frac{t}{t_{OT}}\right) \quad (\text{r. 16})$$

$\Delta T_t^{\text{inf}}$ ,  $b_t$ ,  $t_T$ ,  $t_{OT}$ , jsou parametry, závisející na obsahu legur. Uvedený vztah se v současnosti stále používá v souladu se závazným dokumentem РД ЭО 1.1.2.09.0789-2012 «Методика определения вязкости разрушения по результатам испытаний образцов-свидетелей для расчета прочности и ресурса корпусов реакторов ВВЭР-1000».



Obr. 2-19: Teoretický vývoj teplotního stárnutí SK TNR VVER 1000 v závislosti na obsahu niklu podle vztahu (r. 16)

Funkce (r. 16) roste až do času 14 až 15 tisíc hodin (viz Obr. 2-19), kde přechodová teplota dosahuje svého maxima. Tato část křivky má reflektovat růst hustoty karbidických částic, způsobujících zpevnění a zkřehnutí materiálu. Později má docházet k hrubnutí karbidů a k poklesu jejich hustoty. To má vést k částečnému odpevnění materiálu a tím ke snížení přechodové teploty, tedy k regeneraci vrubové houževnatosti. Při dlouhodobém stárnutí se „teplotní“ příspěvek ke zvýšení přechodové teploty ustálí na hodnotě  $\Delta T^{\text{inf}}$ .

Výsledky nových výzkumných programů naznačují, že výše popsané předpoklady nemusí být korektní. V mikrostruktuře svědečných vzorků, vystavených teplotnímu stárnutí, nebývají pozorovány podstatné změny v populaci karbidických a karbido-nitridových částic, a to až do 140 tisíc hodin stárnutí při teplotě 310-320 °C [45]. V mikrostruktuře materiálů nebývají pozorovány ani žádné jiné populace částic. Tyto výsledky zpochybňují korektnost vztahu (r. 16). Podle tvrzení autorů uvedené publikace spočívá podstata teplotního stárnutí materiálu nikoliv ve zpevňujících, nýbrž v nezpevňujících mikrostrukturních procesech, a sice v segregaci atomů fosforu na hranice zrn. Na základě výsledků statistického zpracování rozsáhlých souborů dat ruských svědečných programů byl navržen alternativní vztah, který lépe reflektuje skutečné procesy v mikrostruktuře stárnutých materiálů TNR VVER 1000:

$$\Delta T_T = 1,3 \cdot C_{\text{Ni}}^4 \cdot \exp(-0,02T_{\text{K}0}) \cdot [1 - \exp(-1,1 \cdot 10^{-5} \cdot t)]^{0,6} \quad (\text{r. 17})$$

kde  $1,08 \text{ hm. \%} \leq \text{Ni} \leq 1,89 \text{ hm. \%}$ ,  $T = 310 \text{ až } 320 \text{ °C}$ .

Vztah (r. 17) je ekvivalentní vztahu (r. 15). Z porovnání vztahů vyplývá, že parametr charakterizující rychlost difúze je při samostatném teplotním stárnutí zhruba poloviční, než při kombinovaném vlivu stárnutí a ozáření ( $1,1 \cdot 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ , oproti  $2,2 \cdot 10^{-5} \text{ h}^{-1}$ ).

Degradační účinky teplotního stárnutí nejsou silnější, než účinky radiační degradace. Na rozdíl od účinků neutronového záření, které jsou prakticky omezeny jen na úroveň aktivní zóny TNR, se však teplotní stárnutí projevuje ve všech částech TNR. Výsledky svědečných programů ruských jaderných elektráren s reaktory VVER 1000 naznačují, že nárůst přechodové teploty v důsledku teplotního stárnutí, může u SK TNR dosahovat hodnoty až 49 °C [45]. Problematika teplotního stárnutí se řeší v rámci svědečných programů. Např. v rámci SP JE Temelín jsou pro tento účel v horní části reaktorové nádoby (tj. v oblasti velmi vzdálené od aktivní zóny, kde je neutronový tok zanedbatelný) vyčleněny samostatné schránky.

## 2.4.3 Austenitický návar TNR VVER

### 2.4.3.1 Charakterizace návaru

Základní materiál a svarový kov TNR jsou kalené feritické oceli s relativně nízkou odolností vůči korozi. První reaktory typu VVER byly provozovány bez protikorozní ochrany, protože v prostředí vodního chladiva není rychlost koroze ZM a SK vysoká. Takový provoz přesto nebyl optimální. Korozní produkty, které se odlupovaly ze stěn TNR, se usazovaly na palivových člancích, což zhoršovalo přenos tepla. Při proplouvání aktivní zónou reaktoru navíc docházelo k aktivaci korozních produktů, což přispívalo k zamoření primárního okruhu [46]. Za účelem protikorozní ochrany ZM a SK se proto na vnitřní povrch TNR nanáší přibližně 10 mm silná vrstva austenitického návaru. Návar VVER 440 je tvořen vrstvami dvou typů austenitických korozivzdorných ocelí. První návar (N1), který se nanáší přímo na povrch TNR (tj. na ZM, resp. na SK v místech svarových spojů prstenců), má tloušťku přibližně 2÷3 mm a je vyroben z oceli Sv 07Ch25N13. Na vrstvu N1 se nanáší několik vrstev druhého návaru (N2) z oceli Sv 08Ch19N10G2B o celkové tloušťce cca 8 mm. Požadavky na obsah legur v ocelích pro výrobu návaru jsou uvedeny v Tab. 2-7.

Tab. 2-7: Požadavky na obsah legur v materiálech austenitického návaru TNR VVER 440 (hm. %) podle normy [47]. Porovnání se složením austenitické korozivzdorné oceli typu AISI 308L běžně používané k výrobě návarů na TNR „západního typu“ (např. v USA, Francii, nebo Japonsku).

materiál	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Nb
Sv 07Ch25N13 (první návar)	max. 0,09	0,3 1,2	0,8 2,0	22,0 26,5	11,0 14,0	max. 0,02	max. 0,03	–
Sv 08Ch19N10G2B (druhý návar)	max. 0,10	max. 1,0	1,3 2,2	17,5 20,5	8,0 11,0	max. 0,02	max. 0,03	0,7 1,2
AISI 308L	max. 0,08	0,25 0,60	1,0 2,5	19,5 22,0	9,0 11,0	max. 0,03	max. 0,03	–

Složení návaru je charakterizováno vysokým obsahem niklu a chromu. Legování chromem zajišťuje vysokou korozivzdornost materiálu. Legování niklem zajišťuje stabilitu austenitické

struktury. Austenitická struktura vykazuje houževnatější lomové chování, než feritická struktura, a to jednak z důvodu vyšší schopnosti plastické deformace, a jednak z toho důvodu, že se za běžných podmínek se v kubické plošně středěné mřížce neuskutečňuje štěpný lom [4].

Chrom je karbidotvorný prvek, který v ocelích vytváří celou řadu karbidů, zejména karbidy typu  $M_{23}C_6$ . Proces tvorby karbidů chromu je nežádoucí, protože je spojen s poklesem odolnosti oceli vůči korozi a také s poklesem houževnatosti materiálu [37]. Korozivzdornost oceli zajišťuje pouze chrom rozpuštěný ve formě tuhého roztoku. Z tohoto důvodu je v austenitických korozivzdorných ocelích dodržován nízký obsah uhlíku. Snížení tvorby karbidů chromu se u některých austenitických ocelí zajišťuje legováním niobem nebo titanem, tedy prvky, které mají silnější schopnost tvořit karbidy, než chrom. Mluvíme o tzv. stabilizaci oceli. Stabilizace niobem se používá u druhého návaru (Sv 08Ch19N10G2B), viz Tab. 2-7. Stabilizace N2 je spojena s tvorbou karbidů NbC uvnitř zrn (hlavně v blízkosti dislokací) a na hranicích strukturních útvarů [37].

Materiál prvního návaru má ve srovnání s materiálem druhého návaru podstatně vyšší obsah legur chromu a niklu. Zvýšené legování N1 má za cíl v první řadě vykompenzovat ochuzení těchto legur v důsledku jeho nevyhnutelného částečného smísení s nízkolegovaným základním materiálem a difúze legur do ZM v průběhu svařování. (Podle informací ze zdrojů [48, 49] je nutné počítat s lokálním ochuzením návaru v bezprostřední blízkosti hranice svaření o 30 až 40%.) Dalšími důvody jsou snížení rizika vzniku trhlin za tepla a zajištění odolnosti návaru vůči interkrystalické korozi [50]. První návar není na rozdíl od druhého návaru stabilizován niobem. N1 má také bližší hodnotu koeficientu teplotní roztažnosti k ZM, než N2 [5], díky čemuž nevznikají na rozhraní ZM-návar tak vysoká pnutí.

Ocel Sv 08Ch19N10G2B je stále častěji nahrazována ocelí Sv 04Ch20N10G2B. Tato ocel má v důsledku sníženého obsahu uhlíku nižší pevnost, ale vyšší houževnatost. Snížením obsahu niobu je dosaženo omezení tvorby sigma fáze. V oceli Sv 04Ch20N10G2B je zároveň dodržen stabilizační poměr  $Nb/C > 20$ , který je nutný pro zajištění korozní odolnosti.

Další legury se do návarových ocelí přidávají hlavně za účelem odstranění nežádoucích prvků z tuhého roztoku. Křemík funguje jako dezoxidační činidlo, mangan se přidává za účelem odstranění síry. Mangan ve formě tuhého roztoku také přispívá ke stabilitě austenitické struktury.

Ačkoliv hlavní funkce austenitického návaru spočívá v protikorozi ochraně, může mít za jistých okolností zásadní význam pro životnost a integritu reaktorové nádoby. V současné době je proto věnována velká pozornost hodnocení mechanických vlastností návaru.

Jednou z nepříznivých vlastností austenitického návaru je velký rozdíl mezi jeho teplotní roztažností a teplotní roztažností ZM (roztážnost návaru je větší, než roztažnost ZM [51]). Bezpečnostní rozborů se zakládají na předpokladu, že za provozní teploty jsou oba materiály v napěťové rovnováze [46]. Pnutí na rozhraní ZM-návar se v rozbořech VVER 440 v souladu s dokumentem [51] klade rovno nule při teplotě 267 °C. Velký rozdíl v teplotních roztažnostech vede při velkých teplotních změnách uvnitř TNR ke vzniku vysokých pnutí na rozhraní obou materiálů. Ke vzniku pnutí pravidelně dochází při provozních odstávkách reaktoru. Ještě větší riziko tato skutečnost představuje při nehodovém scénáři PTS (“Pressurised Thermal Shock”). Ten spočívá v rychlém zavedení studené vody dovnitř reaktorové nádoby vedoucím k prudkému ochlazení stěn TNR. Prostorový rozsah teplotního pnutí je omezen na oblast o šířce několika málo milimetrů od rozhraní ZM-N1 [50]. Pnutí je však podle bezpečnostních rozborů tak vysoké, že může při PTS vést k šíření trhliny z návaru směrem do ZM [46].

Austenitický návar však může za jiných okolností naopak významně přispívat k zajištění integrity TNR, a to díky své vysoké houževnatosti. Přestože tloušťka austenitického návaru TNR nepřevyšuje 10 mm, představuje účinnou bariéru vůči šíření trhlín. Pokud se základním materiálem stabilně šíří trhlina, dochází na rozhraní ZM-N1 zpravidla k jejímu zastavení. Příkladem z praxe je nehoda v jaderné elektrárně Davis-Besse (2002) [52], při které v důsledku prasknutí jedné z kontrolních tyčí došlo k úniku borové vody a k lokálnímu zkorodování 150 mm silné vrstvy stěny TNR tvořené základním materiálem. Pouze a jen díky 9,5 mm silné vrstvě austenitického korozivzdorného návaru z materiálu typu AISI 308L (ocel s obsahem legur velmi blízkým k oceli Sv 07Ch25N13, viz Tab. 2-7) nedošlo rozsáhlému úniku chladiva z primárního okruhu reaktoru.

Austenitické oceli návaru v současnosti nachází nové uplatnění jako materiál opravných svarů typu “Weld Overlay” (WOL): Mezi nejčastější provozní problémy všech jaderných elektráren patří korozní praskání pod napětím (SCC) pozorované na heterogenních svarových spojích (HSS), tedy na svarových spojích mezi dílcem z feritického materiálu na jedné straně a dílcem z austenitického materiálu na druhé straně. Nejčastěji je HSS součástí nátrubků mezi feritickým a austenitickým dílcem, např. reaktorová nádoba – potrubí primárního okruhu, nebo těleso parogenerátoru – kolektory. Podstata problému spočívá v iniciaci korozních trhlín v kořenové části svaru (tedy na „vnitřním povrchu“ komponenty nacházejícím se v kontaktu s chladivem) a v jejím šíření mechanismem SCC směrem ke krycí vrstvě svaru (tedy k vnějšímu povrchu).

Příčiny výskytu SSC jsou principiálně stejné jak na elektrárnách s reaktory „západního typu“ [53, 54], tak na elektrárnách s VVER [55]. První příčina spočívá v intenzivních zbytkových tahových pnutích působících v kořenové části HSS po svařování, které působí jako hnací síla

korozní trhliny. Druhá příčina spočívá v neadekvátní volbě materiálů HSS v původních návrhových projektech JE. Praxe ukázala, že tyto materiály nemají dostatečnou odolnost vůči SCC.

V nově stavěných JE s reaktory „západního typu“ bývá problematika korozního praskání HSS řešena nahrazením původních materiálů HSS materiály se zaručenou odolností vůči SCC [53]. Ve stávajících JE se prosazuje aplikace tzv. opravného svaru (návaru) typu WOL. Metodika WOL spočívá v nanesení návaru na krycí vrstvu HSS postiženého korozním praskáním. Princip metodiky spočívá ve dvou funkcích WOL:

- 1) Navaření vrstvy WOL na krycí vrstvu HSS je spojeno s podstatným snížením tahových vnitřních pnutí v HSS, resp. s jejich přeměnou na žádoucí tlaková pnutí. Nový stav zbytkové napjatosti v HSS se projevuje zmírnění procesu SCC, tj. vede k podstatnému zpomalení růstu korozních trhlin.
  - WOL lze aplikovat též jako preventivní návar na HSS bez defektů. V takovém případě WOL efektivně zabráňuje iniciaci korozních trhlin v kořeni HSS.
- 2) Vrstva WOL plní konstrukční funkci, neboť zesiluje nosný průřez komponenty v místě HSS postiženého korozním praskáním. Vzhledem k tomu, že se WOL vyrábí z materiálů s prokázanou odolností vůči SCC, tvoří WOL samostatnou efektivní bariéru proti dalšímu šíření korozní trhliny.

Technologie WOL se již po několik desítek let s úspěchem aplikuje na HSS na jaderných elektrárnách s BWR. WOL se v tomto případě vyrábí z austenitické korozivzdorné oceli AISI 308L [54]. V posledních několika letech byl WOL aplikován také na JE s PWR a v současnosti se o tomto způsobu řešení uvažuje také v českých JE s reaktory typu VVER. Pro výrobu WOL se uvažuje o použití austenitické oceli Sv 07Ch25N13, tedy materiálu prvního návaru TNR VVER. Podobná řešení jsou navrhována také v Rusku: Některé návrhy počítají nejenom s návarovou ocelí Sv 07Ch25N13, ale též materiál druhého návaru TNR VVER 440, tedy Sv 08Ch19N10G2B [48].



### 2.4.3.2 Struktura návaru

Austenitický návar má velice složitou heterogenní strukturu, která je výsledkem technologického postupu při výrobě. Výrobní technologie vychází z několika základních požadavků [56]:

- prevence vzniku trhlin za tepla,
- prevence tvorby martenzitu v prvním návaru v důsledku částečného smísení se ZM,
- zajištění odolnosti návaru vůči interkrystalické korozi,
- prevence nepřiměřeného zkřehnutí teplotně ovlivněné zóny (TOZ) základního materiálu.

Nanášení návaru na povrch TNR je prováděno technologií svařování pod tavidlem (angl.: Submerged Arc Welding, SAW). Elektrodou je páska z návarové austenitické oceli, tj. Sv 07Ch25N13 (první návar), nebo Sv 08Ch19N10G2B (druhý návar), a tavidlem je prášek OF-10. Obvykle se provádí jeden průchod tavnou elektrodou z materiálu Sv 07Ch25N13 a dva až tři průchody elektrodou z materiálu Sv 08Ch19N10G2B.

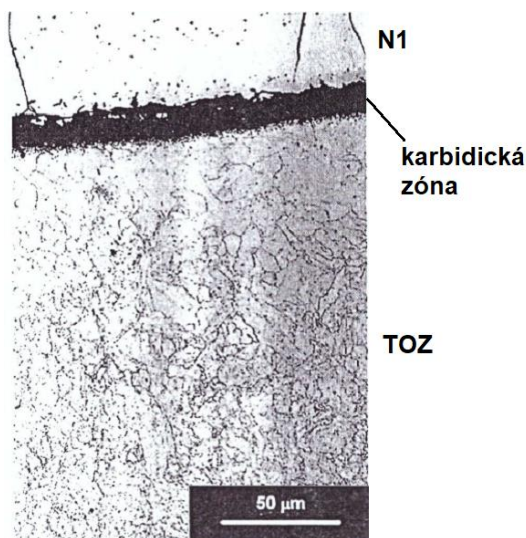
Ke svařování návaru se kromě páskových elektrod používají také drátové elektrody (zejména v zámoří). Hlavní technologický rozdíl mezi oběma metodami spočívá v hlubší penetraci materiálu a větším vývinu tepla při drátovém svařování. Výhodou drátového svařování je nižší riziko výskytu penetračních defektů. Při páskovém svařování na druhou stranu dochází k nižšímu vývinu tepla, což se příznivě projevuje na struktuře a vlastnostech materiálu návaru. Nižší vývin tepla je obecně spojen se snížením množství  $\delta$  feritu a také s nižší intenzitou tvorby karbidů a různých intermetalických fází, zejména škodlivé sigma fáze [24]. Další přednosti páskového svařování spočívají v menším rozměru teplotně ovlivněné zóny ZM a v menších rozměrech oblastí podtavení, ve kterých dochází ke smísení N1 a ZM.

Technologický postup při výrobě návaru zahrnuje sérii operací tepelného zpracování, zejména popouštěcího žíhání na odstranění pnutí po svařování. Žíhání se provádí za teplot převyšujících 650 °C a celková doba žíhání dosahuje mnoha desítek hodin. Žíhání na odstranění pnutí od svařování návaru může být kombinováno s žíháním po svařování obvodových svarů prstenců TNR [2]. Dlouhodobé žíhání návaru vede k dalším strukturním transformacím, které se projevují změnami jeho mechanických vlastností.

V prvním přiblížení se struktura návaru skládá z vrstev odpovídajících jednotlivým průchodům tavných elektrod. Návar může obsahovat svarové defekty typu struskových vměstků, pórů, neprůvarů a studených spojů, apod. Neprůvary a studené spoje se mohou vyskytovat na všech

materiálových rozhraních, tj. jak na rozhraní základního materiálu s prvním návarem (ZM-N1), tak na rozhraní sousedních vrstev návaru [37].

Přímo na rozhraní ZM s N1 dochází vlivem vysoké teploty k částečnému natavení a smíšení obou materiálu. Materiál návaru se ochuzuje o nikl a chrom a naopak se obohacuje o uhlík. Podél linie stavení se vždy nachází karbidická zóna o šířce až 40  $\mu\text{m}$  [24, 37]. Vytvoření karbidické zóny je výsledkem intenzivní precipitace karbidů, ke které dochází během finálního tepelného zpracování návaru [37].



Obr. 2-20: Karbidická zóna TOZ při rozhraní s návarem (N1). Obrázek byl převzat ze zprávy [37].

V TOZ, v prvním návare a v oblasti smíšení N1 se ZM může docházet k tvorbě martenzitu. Martenzit je sice díky nízkému množství uhlíku poměrně houževnatý, nicméně za účelem snížení jeho tvorby se prstence před svařováním návaru předeřívají na teplotu 150 až 300  $^{\circ}\text{C}$  [46]. Strukturu návaru je možné odhadnout na základě informací o obsahu legur z tzv. Schöfflerova diagramu (viz Obr. 2-23 na str. 54), jehož osy jsou definovány tzv. niklovým ekvivalentem a chromovým ekvivalentem, charakterizujícím relativní obsah austenitotvorných, resp. feritotvorných prvků.

Tuhnutí návaru při svařování je rychlý a nerovnovážný proces. Tato skutečnost je příčinou specifických vlastností struktury austenitického návaru TNR VVER:

- 1) Návar je charakteristický velkým rozměrem zrn. Některá zrna mohou být dokonce větší než 1 mm [46].
- 2) Návar má duplexní austeniticko-feritickou strukturu ( $\gamma$ -austenit a  $\delta$ -ferit). Relativní podíl delta feritu se obvykle pohybuje v rozmezí 3 až 10% [37, 46, 56].
- 3) Návar má tzv. solidifikační strukturu. V závislosti na vzdálenosti od hranice svaření (tedy na lokální rychlosti chladnutí taveniny) se uplatňují dva způsoby tuhnutí návaru.

- V blízkosti hranice svaření probíhá tuhnutí typu AF, při kterém primárně tuhne austenitická fáze a sekundárně tuhne feritická fáze. To vede k vytvoření tzv. buněčné (celulární) struktury (CELR, Obr. 2-21).
- Ve větší vzdálenosti od hranice svaření, kde chladnutí probíhá pomaleji, probíhá tuhnutí typu FA, při kterém primárně tuhne ferit a sekundárně tuhne austenit. Vzniká dendritická struktura (DENR).

Delta ferit se ve struktuře návaru jednak vyskytuje ve formě síťové na hranicích austenitických zrn, a jednak vytváří solidifikační (buněčnou a dendritickou) substrukturu návaru. Obsah delta feritu bývá vyšší v DENR, než v CELR, viz Obr. 2-21 [37].

Struktura a substruktura každé vrstvy návaru (tj. jediné vrstvy N1 a každé z vrstev N2) se mění v závislosti na vzdálenosti od hranice svařování [37]:

- V prvním návaru je možné v bezprostřední blízkosti rozhraní ZM-N1 rozlišit asi 80  $\mu\text{m}$  širokou oblast tzv. epitaxiálního růstu zrn (Obr. 2-22). Za ní následují popořadě oblast s buněčnou strukturou a oblast s dendritickou strukturou.
- Rozložení struktury každé z vrstev druhého návaru je podobné jako u prvního návaru. Ve druhém návaru nebývá na rozdíl od prvního návaru pozorována oblast epitaxiálního růstu zrn.

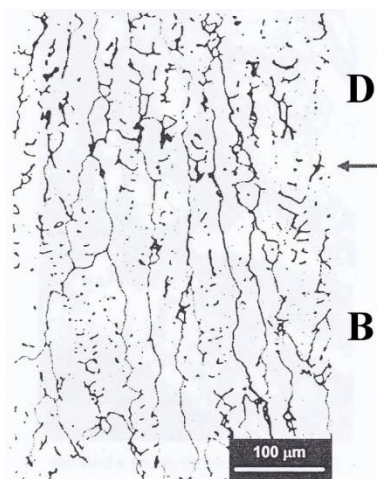
Z technologického hlediska je přítomnost delta feritu ve struktuře návaru žádoucí a nutná, protože zabraňuje rozvoji trhlin za tepla [46]. Kromě toho se delta ferit pozitivně projevuje na odolnosti materiálu vůči SCC. Protikorozní aplikace návaru dokonce kladou požadavek na nejnižší přípustné množství delta feritu [54]. Na druhou stranu však delta ferit nepříznivě ovlivňuje některé lomově mechanické vlastnosti návaru (viz následující kapitolu, 2.4.3.3).

Návar obsahuje celou řadu karbidů a intermetalických fází. Nejvýznamnějšími z nich jsou chromem obohacené karbidy  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  a intermetalická sigma fáze. Ve druhém návaru, který se stabilizuje niobem, se kromě toho vyskytují karbidy NbC. Uvedené fáze se v návaru vyskytují už ve stavu po svaření. Významně se však jejich množství může zvýšit během popouštěcího žíhání. Dlouhodobé žíhání duplexních ocelí při teplotách nad 500 °C vede k částečnému rozpadu delta feritu, spojenému s precipitací karbidických částic a intermetalických sloučenin. Intenzita procesu roste s rostoucí teplotou žíhání [37].

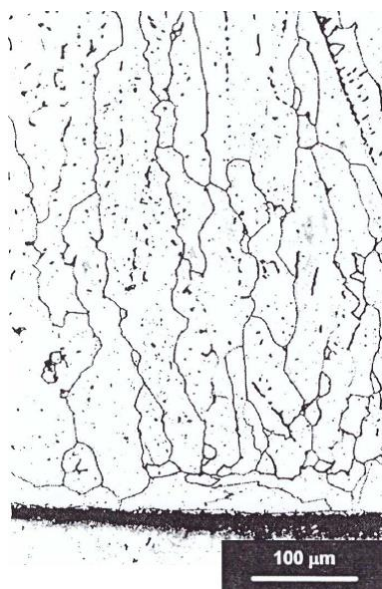


Vznik karbidů  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , který je spojen s tímto rozpadem a který probíhá rovnoměrně na celém rozhraní  $\delta$ - $\gamma$ , je nežádoucí. Tvorba karbidů je spojena s poklesem korozní odolnosti oceli,

zejména vůči interkrystalické korozi. Přítomnost karbidů na rozhraní  $\delta$ - $\gamma$  se kromě toho projevuje sníženou houževnatostí návaru [37].



Obr. 2-21: Přechod mezi buněčnou (B) a dendritickou (D) strukturou návaru. Převzato ze zprávy [37].



Obr. 2-22: Struktura Ni v blízkosti hranice svaření: karbidická zóna TOZ, tenká oblast epitaxiálního růstu zrn a oblast s buněčnou strukturou (AF). Převzato z [37].

### Sigma fáze

Sigma fáze, dříve označovaná též jako B-fáze (B jako “Brittle”, tj. křehká fáze) je intermetalická sloučenina na bázi železa a chromu s poměrně složitou tetragonální strukturou [57]. Poprvé byla sigma fáze zdokumentována v roce 1907 v binárním systému Fe-Cr: Složení sigma fáze je zde charakterizováno poměrem 52 at. % Fe a 48 at. % Cr [58]. Později byla fáze identifikována v mnoha dalších slitinách zahrnujících široké spektrum dalších legur, zejména nikl, mangan, molybden a křemík. Tyto legury jsou ve větší či menší míře rovněž obsaženy ve struktuře sigma fáze a ovlivňují tím jak její složení, tak parametry krystalické mřížky. Složení sigma fáze je v běžných korozivzdorných ocelích vždy charakterizováno více než 50 hm. % obsahem železa (obvykle 60 až 70 %) a více než 20% obsahem chromu. (Výjimkou jsou jen

velmi vysoce legované oceli, např. oceli typu 25Cr-20Ni, ve kterých železo nemusí být majoritní složkou sigma fáze.)

Problém tvorby sigma fáze je relevantní pro oceli s obsahem chromu nad 20 hm. %. Při nižším obsahu chromu je tvorba sigma fáze málo pravděpodobná, zatímco s rostoucím obsahem chromu je se sigma fází nutno počítat [58]. Kromě chromu podporují tvorbu sigma fáze zejména molybden a křemík, tedy feritotvorné prvky, kterými bývá  $\sigma$  fáze významně obohacena [57, 58]. Naopak příměsi uhlíku a dusíku proces tvorby  $\sigma$  fáze zpomalují. Intenzitu tvorby sigma fáze při žíhání je možné efektivně snížit např. použitím dusíkové atmosféry [59].

Podrobné informace týkající se tvorby sigma fáze v duplexních austeniticko feritických ocelích lze nalézt v publikacích [58, 59]. Jsou zde uvedeny 4 hlavní mechanismy tvorby sigma fáze, přičemž ve všech z nich se uplatňují difúzní procesy vedoucí k tvorbě zárodků vysoce obohacených chromem a ve všech se spotřebovává delta ferit:

- 1) Tvorba  $\sigma$  na fázovém rozhraní  $\delta/\gamma$ : Hlavní hnací silou precipitace je relativně vysoké obohacení těchto oblastí  $\delta/\gamma$  chromem. Transformace je výhodná z energetického hlediska, neboť společně s precipitací dojde k uvolnění velkého množství energie v důsledku anihilace fázového rozhraní a velkého množství mřížkových poruch koncentrovaných v blízkosti rozhraní;
- 2) Tvorba  $\sigma$  v trojném bodě delta feritu;
- 3) “Corner precipitation”: Jedná se o tvorbu sigma fáze v tenkých okrajových částech strukturních útvarů delta feritu;
- 4) Eutektoidní rozpad delta feritu (“cellular precipitation”): Tvorba lamelárních částic sigma fáze a sekundárního austenitu, viz r. 19. Nové  $\sigma$  částice do sebe z delta feritu zpravidla pojmou všechny chrom a převážnou část molybdenu a křemíku.

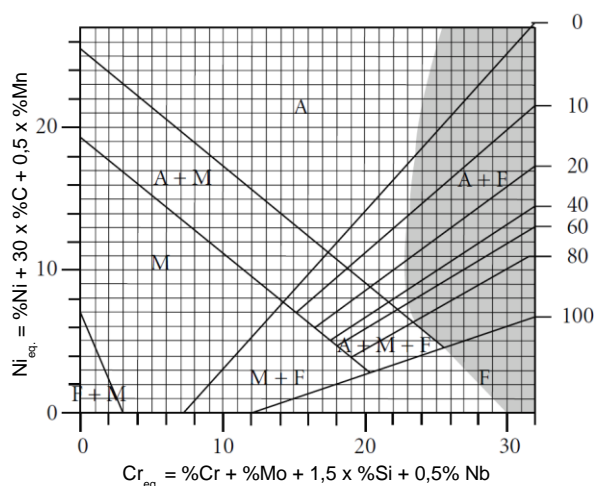
Množství vytvořené sigma fáze je úměrné množství původního delta feritu. Ke vzniku sigma fáze může docházet také v oblastech čistého austenitu, avšak intenzita tohoto procesu je ve srovnání s případem rozpadu feritu velmi nízká [58].



Teplota, při které je proces vzniku sigma fáze nejrychlejší a nejintenzivnější, závisí na obsahu legur. Obecně se pohybuje v rozmezí 600 až 1000 °C, avšak ve většině případů je to teplota 800 až 850 °C. Významně se množství sigma fáze zvyšuje při popouštěcím žíhání spojeném s rozpadem delta feritu [24–26]. Žíháním při teplotách nad 1050 °C (rozpuštěcím žíháním) je naopak možné docílit odstranění sigma fáze, avšak při následném ochlazení materiálu může

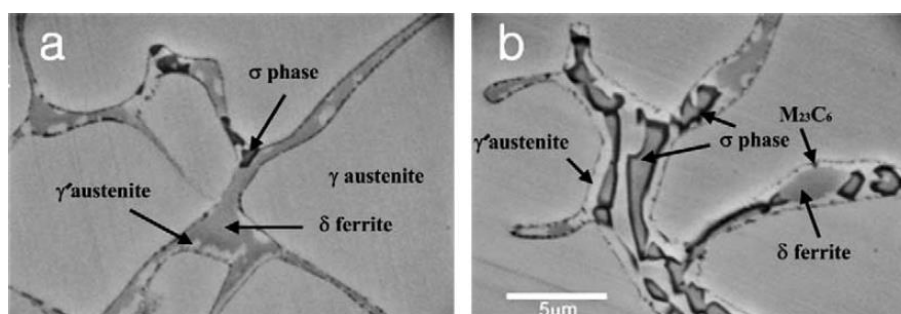
dojít k jejímu opětovnému vytvoření. Proces tvorby  $\sigma$  částic je tím intenzivnější, čím nižší je rychlost chladnutí [58].

Ve svarových korozivzdorných ocelí může docházet k intenzivní tvorbě sigma fáze v průběhu chladnutí po svařování. Uvádí se kritické teplotní pásmo 650 až 900°C, ve kterém je tvorba  $\sigma$  částic nejintenzivnější. V Schäfflerovu digramu na Obr. 2-23 je zvýrazněna oblast svarových kovů s nejvyšší tendencí k tomuto procesu.



Obr. 2-23: Schäfflerův diagram: A = austenit, F = ferit, M = martenzit. Osy grafu jsou definovány pomocí tzv. niklového a chromového ekvivalentu charakterizujících obsah austenitotvorných, resp. feritotvorných prvků. Zvýrazněná oblast zahrnuje korozivzdorné oceli se zvýšenou náchylností k tvorbě  $\sigma$  fáze. Převzato z [58] a upraveno.

Obr. 2-24 dokumentuje mikrostrukturu oceli 309L (ekvivalentu oceli Sv 07Ch25N13) v závislosti na vývinu tepla při svařování návaru. Obrázek dokládá, že vyšší vývin tepla a pomalejší solidifikace materiálu vedly k vyšší intenzitě tvorby sigma fáze.



Obr. 2-24: Mikrostruktura návaru 309L v závislosti na vývinu tepla při svařování (SEM, režim zpětně odražených elektronů): 164,4 kJ/cm (a), 188,5 kJ/cm (b). Podíl  $\sigma$  fáze v návarech byl 1,9 % (a), resp. 7,9 % (b). Obrázek byl převzat z publikace [25].

Sigma fáze má zásadní vliv na užité vlastnosti korozivzdorných ocelí. Jedná se o extrémně tvrdou a křehkou sloučeninu projevující se zhoršením mechanických vlastností oceli, zejména poklesem lomové houževnatosti. Lokální ochuzení materiálu chromem v blízkosti  $\sigma$  částic může způsobit pokles korozní odolnosti. Struktura svarových spojů může kromě toho v blízkosti rozhraní  $\gamma/\sigma$  vykazovat vyšší náchylnost ke vzniku trhlin za tepla. Přítomnost sigma

fáze je ve struktuře korozivzdorných ocelí vždy nežádoucí. Režim tepelného zpracování návaru je nutné volit tak, aby množství sigma fáze bylo co nejnižší. Např. teplota popouštění návaru TNR VVER 440 a VVER 1000 se obvykle volí v rozmezí 600 až 700 °C [2, 46]. Vyšší teploty podporují tvorbu sigma fáze a tím vedou ke zkřehnutí materiálu. Při nižších teplotách nedochází k účinnému odstranění zbytkových pnutí.

Přítomnost sigma fáze v návarových materiálech Sv 07Ch25N13 a Sv 08Ch19N10G2B byla potvrzena v mnoha experimentálních pracích, např. [60, 61].

#### **Strukturní změny návaru vyvolané provozními vlivy**

Ze všech provozních vlivů působících na materiály návaru mají nejzávažnější vliv neutronové záření a vysoké teploty:

Ozáření vyvolává v materiálech návarů v zásadě stejné typy mikrostrukturních změn, jako v jiných reaktorových ocelích. Změny jsou vyvolány interakcí dopadajících neutronů s atomy kovové mřížky. Zvyšuje se hustota mřížkových poruch. Vakance a intersticiály tvoří Frenkelovy páry. Intersticiály se shlukují a vytváří dislokace. Roste hustota dislokačních smyček a dislokačních sítí. Radiačně indukovaný vývoj dislokační substruktury je považován za nejvýznamnější mechanismus radiační degradace mechanických vlastností návaru. Radiačně indukovaná difúze vede k tvorbě nových precipitátů, případně ke změně složení precipitátů přítomných ve struktuře návaru už ve výchozím stavu. Dochází také k přerozdělení různých příměsí, zejména k segregaci atomů fosforu na hranice zrn [37].

Dlouhodobé vystavení návaru provozním teplotám ( $\approx 300$  °C) se projevuje jeho teplotním stárnutím spočívajícím zejména v precipitaci různých karbidů (hlavně typu  $M_{23}C_6$ ) a v tvorbě intermetalických sloučenin [37].

Všechny uvedené procesy se projevují podstatným zhoršením mechanických vlastností návaru.

#### **2.4.3.3 Mechanické vlastnosti návaru**

Návar TNR VVER je velice komplikovaný materiál s duplexní austeniticko-feritickou strukturou, charakterizovaný velkým rozměrem austenitických zrn a solidifikační (buněčnou a dendritickou) substrukturou. Tato skutečnost se projevuje specifickými mechanickými vlastnostmi návaru.

Strukturní heterogenita návaru způsobuje komplikace při zkoušení jeho mechanických vlastností. Malá šířka návaru (max. 10 mm) a jednotlivých vrstev návaru (2÷3 mm) klade omezení na maximální rozměry zkušebních těles. Konkrétní poloha místa odběru vzorků způsobuje kvůli proměnlivosti substruktury v jednotlivých vrstvách návaru a kvůli velkému

rozměru zrn návaru (v extrémních případech více než 1 mm) velký rozptyl hodnot mechanických vlastností. Výrazná solidifikační textura návaru je pak příčinou anizotropie těchto vlastností.

### Pevnost návaru

Hlavní funkce austenitického návaru spočívá v ochraně reaktorové nádoby před korozními účinky chladiva. Návar však kromě toho plní významnou funkci z hlediska integrity TNR a musí mít dostatečně vysokou pevnost. V Tab. 2-8 jsou uvedeny požadavky na minimální pevnost materiálů návaru ve výchozím stavu.

Tab. 2-8: Požadavky na pevnost materiálů návaru ve výchozím stavu [2].

materiál	T = 20 °C		T = 350 °C	
	R <sub>p0,2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [Mpa]	R <sub>p0,2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [Mpa]
Sv 07Ch25N13 (N1)	245	422	157	353
Sv 08Ch19N10G2B (N2)	314	490	196	353

Výsledky dostupných publikací (např. [50]) naznačují, že hodnoty meze pevnosti a meze kluzu v jednotlivých vrstvách návaru (N1 a N2) jsou poměrně konzistentní. Podle výsledky publikace [50] je pevnost druhého návaru nepatrně vyšší, než pevnost prvního návaru. V publikaci jsou uvedeny průměrné hodnoty meze pevnosti návaru pro výchozí stav a pro stavy po ozáření fluencemi  $1,13 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$  a  $2,74 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$ ,  $E > 0,5 \text{ MeV}$ , viz Tab. 2-9. (Konci životnosti VVER 440 odpovídá fluence přibližně  $2 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$ .)

Tab. 2-9: Výsledky tahových zkoušek austenitického návaru VVER 440 v publikaci [50]. Podélná osa vzorků byla orientována rovnoběžně se směrem válcování (tj. kolmo na podélnou osu útvarů solidifikační struktury návaru).

stav materiálu návaru	T=20 °C		T=300 °C	
	R <sub>p0,2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [Mpa]	R <sub>p0,2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [Mpa]
výchozí	389	607	330	447
ozářený, $F=1,13 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$	554	671	434	478
ozářený, $F=2,74 \cdot 10^{24} \text{ m}^{-2}$	576	672	-	-

S rostoucím ozářením se rychlost radiačního zpevňování návaru zpomaluje, tj. vykazuje známky nasycení. Účinkem ozáření dochází také ke sblížování hodnot meze kluzu a meze pevnosti.

V publikaci [56] jsou publikovány výsledky ozářeného návaru reaktoru VVER 440 z vyřazené jaderné elektrárny v německém Greifswaldu. Materiál byl zkoušen ve stavu po ozáření neutronovou fluencí  $4 \text{ až } 5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ , což odpovídá cca 1/5 až 1/4 fluence na konci projektované



životnosti VVER 440. Výsledky naznačují, že závislost mezi kluzu a pevnosti klesá exponenciálně s teplotou. Pokles meze pevnosti je přitom mnohem výraznější, než pokles meze kluzu. Pevnost prvního návaru zde byla vyhodnocena jako vyšší, než pevnost druhého návaru:

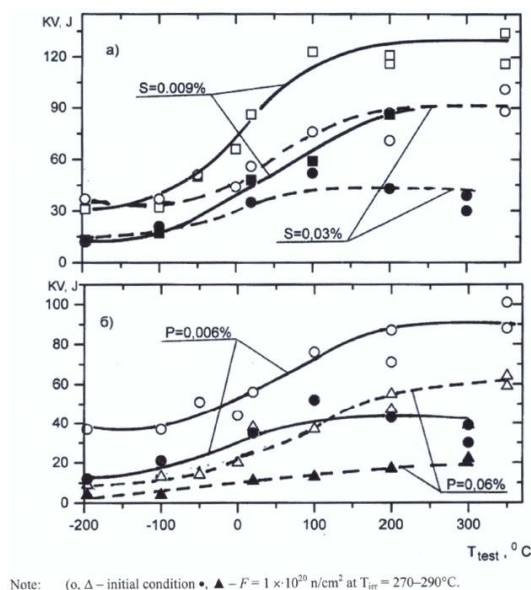
$$\text{první návar: } R_{p0,2} = 629,8 \cdot \exp(-0,00108 T) \quad (\text{r. 20})$$

$$\text{druhý návar: } R_{p0,2} = 290 + 410,2 \cdot \exp(-0,0041 T) \quad (\text{r. 21})$$

### Lomové chování návaru

Návar TNR VVER 440 má duplexní austeniticko-feritickou strukturu. Přestože je delta ferit minoritní fází, může mít zásadní význam na chování návaru při zkoušce rázem v ohybu a při zkoušce lomové houževnatosti

Přítomnost delta feritu má vliv zejména na mikromechanismus porušování za nízkých teplot. Návar je charakterizován přechodovým chováním – závislost vrubové houževnatosti na teplotě má podobný tvar, jako u feritických ocelí, tzn. hyperbolický tangens (viz Obr. 2-25). V tom spočívá zásadní rozdíl od čistě austenitických ocelí, které neprojevují přechodové chování.



Obr. 2-25: Výsledky zkoušek vrubové houževnatosti, přechod z křehkého k houževnatému lomu v návarové oceli Sv04Ch20N10G2B a vliv nečistot síry (S) a fosforu (P), ○, □, Δ: neozářený stav, ●, ■, ▲: ozářený stav  $10^{24} \text{ m}^{-2}$ . Převzato z publikace [46].

Křehké chování materiálu návaru za nízkých teplot je způsobeno přednostním porušováním oblastí delta feritu a sigma fáze mechanismem TG štěpného lomu. Zárodky trhlin se obvykle nachází na rozhraní mezi feritickou a austenitickou fází a spojitost feritického síťoví usnadňuje šíření trhliny v návaru [37]. Štěpné porušování oblastí delta feritu a sigma fáze v materiálech Sv 07Ch25N13 a Sv 08Ch19N10G2B bylo prokázáno fraktografickou analýzou provedenou v práci [62].

Přechodová teplota vrubové houževnatosti definovaná energetickým kritériem 41J je u materiálů návaru obvykle nižší než 0 °C, běžně dosahuje hodnot kolem -50 °C. Hodnota přechodové teploty závisí především na chemickém složení oceli, na její struktuře (zejména na množství delta feritu) a na výrobní technologii [46]. Účinek ozáření na parametry přechodové křivky je u návarů podobný, jako u feritických reaktorových ocelí – přechodová teplota roste o mnoho desítek stupňů celsia a úroveň horního plata klesá o desítky procent [63]. Výsledky publikace [62] naznačují, že se neutronové záření více projevuje na vrubové houževnatosti prvního návaru než druhého návaru. Přechodová teplota N1 (Sv 07Ch25N13) ve výchozím stavu byla vyhodnocena na -30 °C a po ozáření dávkou  $1,3 \cdot 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> (cca 2/3 životnosti VVER 440) se zvýšila o 90 °C, tedy na 60 °C. Přechodová teplota N2 (Sv08Ch19N10G2B) se zvýšila z původních -50 °C jen o 50 °C, tedy na 0 °C. Materiál prvního návaru projevoval větší křehkost už ve výchozím stavu a ozáření v něm vyvolalo větší zkřehnutí, než v materiálu druhého návaru.

Na obrázku Obr. 2-25 je dokumentován silný vliv fosforu a síry na vrubovou houževnatost návaru. Zvýšený podíl každého z těchto prvků snižuje vrubovou houževnatost návaru ve výchozím stavu a zároveň umocňuje účinek radiačního zkřehnutí.

Výsledky publikací [24–26] naznačují, že sigma fáze má na lomové chování návaru závažnější účinky, než radiačně indukované mikrostrukturní útvary. V uvedených pracích byla hodnocena houževnatost materiálu návaru 309L (ekvivalentu oceli Sv 07Ch25N13, tj. N1) metodou “Small Punch Test”. Houževnatost návaru zde byla charakterizována lomovou energií SPT, resp. prostřednictvím přechodové křivky lomové energie (viz kap. 2.3.4.1). Závislost lomové energie na teplotě u návaru s 1,9% množstvím sigma fáze vykazovala přechodový tvar. Lomová energie návaru se 7,9% obsahem sigma fáze byla v celém rozsahu zkušebních teplot téměř konstantní a úroveň této lomové energie byla podstatně nižší, než u návaru s 1,9% sigma fáze. Následné ozáření sice u obou návarů vedlo ke snížení lomové energie, ale nikterak dramatickému. Výsledky publikace [24] kromě toho např. svědčí o častém praskání karbidické zóny na rozhraní ZM-N1.

Informace o vlivu teplotního stárnutí na vrubovou houževnatost návaru lze nalézt v publikaci [2]. Teplotní stárnutí návaru po dobu 10 tis. hodin při teplotě 340 °C vyvolalo v prvním návaru (Sv 07Ch25N13) jen nepatrný pokles vrubové houževnatosti (KCV). Při teplotě stárnutí 425 °C byl pokles KCV pro pokojovou teplotu roven 10% a při 550 °C byl roven 50%. U druhého návaru (Sv 04Ch20N10G2B) byl vyhodnocen ještě větší pokles KCV. Výsledky publikace naznačují, že pokles vrubové houževnatosti účinkem teplotního stárnutí byl tím výraznější, čím

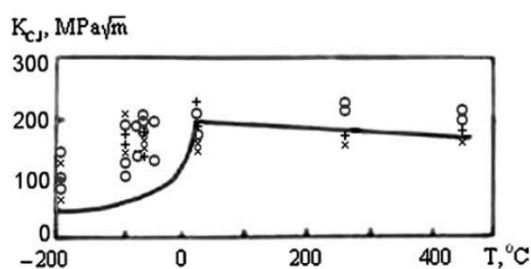
vyšší bylo v návaru počáteční množství delta feritu. Tyto výsledky svědčí o závažnosti procesů rozpadu delta feritu při žhání návaru.

Zajištění bezpečného provozu reaktoru vyžaduje hodnocení nehodového scénáře s přechlazením reaktoru (“Pressurized Thermal Shock” – PTS). Různé příručky pro hodnocení PTS předpokládají existenci trhliny buď na povrchu návaru nebo podnávarové trhliny. V každém případě vyžaduje řádné vyhodnocení scénáře informaci o lomové houževnatosti návaru.

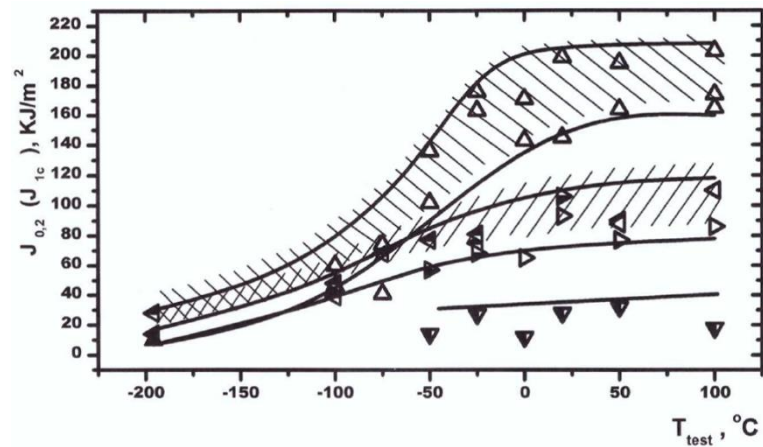
Na rozdíl od feritického základního materiálu a svarového kovu TNR není možné pro vyhodnocení lomové houževnatosti návaru použít metodiku Master-křivky, a to jednak z důvodu nesplnění základních předpokladů metodiky MC (návar není feritická ocel), a jednak z důvodu příliš tvárného lomového chování návaru. Výsledky publikace [64] sice naznačují, že je v některých případech možné pomocí MC dobře popsat lomovou houževnatost návaru, avšak jen v omezeném teplotním rozsahu (za teplot nepřevyšujících pokojovou teplotu). Praktická aplikace MC na materiály návaru je problematická. V praxi se pro návar používá zásadně metody J-R křivky a vyhodnocení lomové houževnatosti ve formě kritické hodnoty J integrálu  $J_{0,2}$  (případně  $J_1$ ) [46]. Následně se lomová houževnatost transformuje do tvaru kritické hodnoty faktoru intenzity napětí podle vztahu:

$$K_{Jc} = \sqrt{J_c \cdot \frac{E}{1-\nu^2}} \quad (\text{r. 22})$$

Na Obr. 2-26 je zobrazena teplotní závislost lomové houževnatosti návaru  $K_{Jc}$ , publikovaná v článku [2]. Podobné výsledky je možné nalézt v publikaci [65] pro návarovou ocel Sv 04Ch20N10G2B. V grafu na Obr. 2-27 jsou vyneseny výsledky lomové houževnatosti ve formě  $J_{0,2}$  pro první i pro druhý návar TNR VVER [46].



Obr. 2-26: Přechodová křivka lomové houževnatosti návaru VVER 440 v neozářeném stavu podle zdroje [2]. Popouštění 670 °C, 12 h (○); 700 °C, 12 h (×); 720 °C, 12h (+)



Obr. 2-27: Přechodové křivky lomové houževnatosti prvního návaru (před popouštěním 670 °C, 50 h, ▲; resp. v popuštěném stavu ▼) a druhého návaru (před popouštěním ◄ a v popuštěném stavu ►) VVER v neozářeném stavu. Převzato z publikace [46].

Z grafů na Obr. 2-26 a Obr. 2-27 vyplývá, že lomová houževnatost návaru vykazuje (podobně jako vrubová houževnatost návaru) přechodové chování. Maximum lomové houževnatosti v neozářeném stavu se obvykle pohybuje v blízkosti pokojové teploty.

Detailní informace o lomovém chování návaru VVER 440 jsou publikovány v [56]. Jsou zde publikovány výsledky mechanických vlastností ozářeného návaru ( $F \approx 4$  až  $5 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-2}$ , což odpovídá 20-25% projektované životnosti) 4. bloku Greifswaldské jaderné elektrárny. Teplotní závislost lomové houževnatosti  $K_{Jc}$  vykazovala přechodový jev s nízkými hodnotami  $K_{Jc}$  v oblasti nízkých teplot. Teplota maxima lomové houževnatosti se lišila v závislosti na místě odběru vzorků – pohybovala se mezi pokojovou teplotou a teplotou +80 °C. Při vyšších zkušebních teplotách byl vyhodnocen pozvolný pokles lomové houževnatost. Z výsledků podrobné fraktografické analýzy byly vyvozeny tyto závěry:

- Při nízkých  $T$  docházelo v návaru k rychlým poskokům trhliny z důvodu interkrystalického porušování návaru. Bylo konstatováno, že interkrystalickému lomu předcházelo lokální štěpné porušování křehkých fází struktury návaru, tj. delta feritu, případně sigma fáze. Při teplotě kolem  $-100$  °C byl interkrystalický lom zcela převažujícím mechanismem porušování.
- V oblasti vyšších teplot docházelo šíření trhliny mechanismem transkrystalického tvárného lomu.
- V záznamu zkoušek (zátěžná síla – posunutí) se někdy vyskytovaly znatelné poklesy síly korespondující se změnami směrnice J-R křivky. Bylo konstatováno, že tyto změny nastávaly v etapách, kdy se trhlina šířila specifickým typem struktury návaru. Tyto oblasti bylo možné identifikovat pomocí fraktografického rozboru lomových ploch a byly pojmenovány jako “Low Tearing Strength Areas”.

- Hodnoty  $K_{Jc}$  vykazovaly velký rozptyl. Autoři jej přisuzují strukturní heterogenitě návaru.
- U návaru Greifswaldského reaktoru ozářeného fluencí odpovídající 20-25% projektované životnosti byla nejnižší hodnota lomové houževnatosti při pokojové teplotě rovna  $K_{Jc}=116 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Tato hodnota je podle PTS-analýz dostatečná pro zajištění bezpečnosti a integrity TNR.
- Pokles lomové houževnatosti při vysokých teplotách byl spojen zejména s poklesem meze kluzu návaru.
- Při zkušebních teplotách pod  $+100 \text{ }^\circ\text{C}$  byly po určitém tvárném nárůstu trhliny (0,4 až 0,8 mm) někdy detekovány náhlé křehké poskoky trhliny. Bylo to způsobeno náhlou změnou mechanismu porušování z TG tvárného lomu na interkrystalický lom.
- S rostoucím neutronovým ozářením návaru klesá lomová houževnatost a roste riziko výskytu křehkého interkrystalického porušení – ke křehkému lomu může dojít při stále vyšších a vyšších teplotách.

## 3 Experimenty

Experimentální část disertační práce byla zaměřena na vyhodnocení lomového chování dvou typů konstrukčních materiálů jaderných reaktorů:

- 1) austenitický návar TNR VVER 440,
- 2) svarový kov TNR VVER 1000.

### 3.1 Austenitický návar TNR VVER 440

Tato část experimentů byla zaměřena na vyhodnocení lomového chování austenitického návaru TNR VVER 440 při zkouškách lomové houževnatosti. Práce navazuje na výzkumný úkol [66] (2012), diplomovou práci [67] (2013) a další publikace autora této disertační práce [68, 69]. Předmětem experimentů byl rozsáhlý soubor zkušebních těles porušených při zkouškách SLH, u něhož byl zaznamenán zvláště vysoký rozptyl hodnot lomové houževnatosti. Cílem experimentů provedených v této disertační práci bylo získat podklady pro objasnění příčin stochastického charakteru lomové houževnatosti návaru.

#### 3.1.1 Popis vzorků a zkoušek lomové houževnatosti

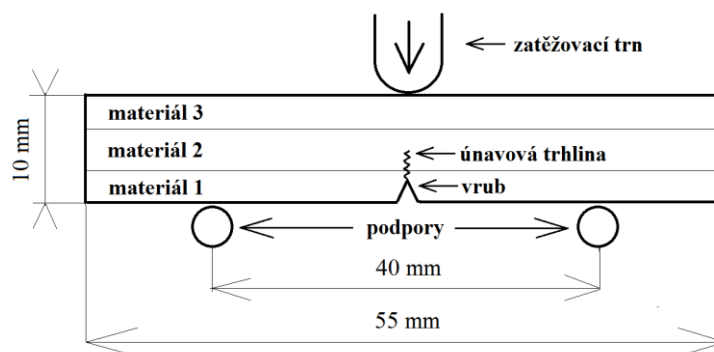
V oddělení Mechanické vlastnosti ÚJV Řež, a. s. byl v uplynulých letech realizován zkušební program zaměřený na hodnocení statické lomové houževnatosti materiálů návaru TNR VVER 440 v neozářeném stavu. Zkoušky byly provedeny na standardních zkušebních tělesech typu TPB (“Three Point Bend”) délky 55 mm, šířky 10 mm a tloušťky 10 mm s vrubem hloubky 2 mm, předcyklovanou únavovou trhlinou a bočními vruby hloubky 1 mm. ZT byla vyrobena rozřezáním polotovaru TNR v oblasti rozhraní mezi základním materiálem a jednotlivými vrstvami návaru. Každé ZT se skládalo z vrstev sledovaných materiálů, tj. z vrstvy ZM, vrstvy prvního návaru z oceli Sv 07Ch25N13 a jedné nebo více vrstev druhého návaru z oceli Sv 08Ch19N10G2B (Obr. 3-1). Předcyklovaná trhlina byla v každém ZT orientována kolmo na materiálová rozhraní. Jednalo se o orientace typu LR a CR v souladu se systémem značení definovaným normou [70] (Obr. 3-2). Jednotlivá ZT se lišila jednak podle orientace (LR/CR), a jednak vrstvou materiálu, ve kterém se nacházelo čelo předcyklované únavové trhliny (ZM/N1/N2).

Zkoušky SLH byly provedeny na univerzálním zkušebním stroji Instron 1342. Způsob statického zatěžování ZT je naznačen na Obr. 3-1. Při zkoušce SLH docházelo zpravidla ke stabilnímu šíření trhliny. V průběhu zkoušky byla vyhodnocována délky trhliny metodou poddajnosti založenou na provádění periodických odlehčení ZT v intervalu posunutí zátěžného

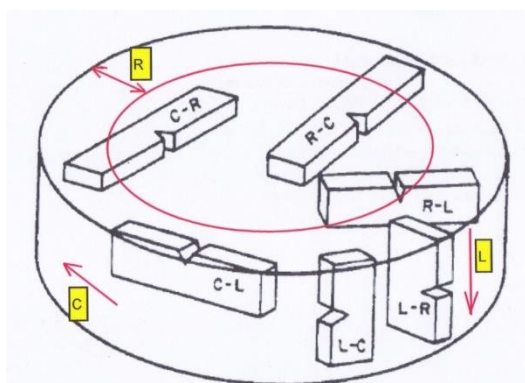
bodů 0,05 mm. Po určitém stabilním nárůstu trhliny byla zkouška SLH ukončena a ZT bylo dolomeno při teplotě kapalného dusíku. Z naměřených dat tvořených dvojicemi hodnot zátěžná síla – posunutí byla vyhodnocena lomová houževnatost materiálu, ve kterém se nacházelo čelo předcyklované únavové trhliny. Lomová houževnatost byla v souladu s normou ASTM 1820 [71] vyhodnocena ve formě kritické hodnoty J-integrálu,  $J_{0,2}$ . Další podrobnosti týkající se vyhodnocení zkoušek SLH lze nalézt v diplomové práci [67].

Tab. 3-1: Požadavky na obsah legur v materiálech austenitického návaru TNR VVER 440 (hm. %) podle normy [47].

materiál	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Nb
Sv 07Ch25N13 (první návar)	max. 0,09	0,3 1,2	0,8 2,0	22,0 26,5	11,0 14,0	max. 0,02	max. 0,03	–
Sv 08Ch19N10G2B (druhý návar)	max. 0,10	max. 1,0	1,3 2,2	17,5 20,5	8,0 11,0	max. 0,02	max. 0,03	0,7 1,2



Obr. 3-1: Schéma zkušebních těles s návaru.



Obr. 3-2: Typy orientací zkušebních těles s vruby. Převzato z normy [70].

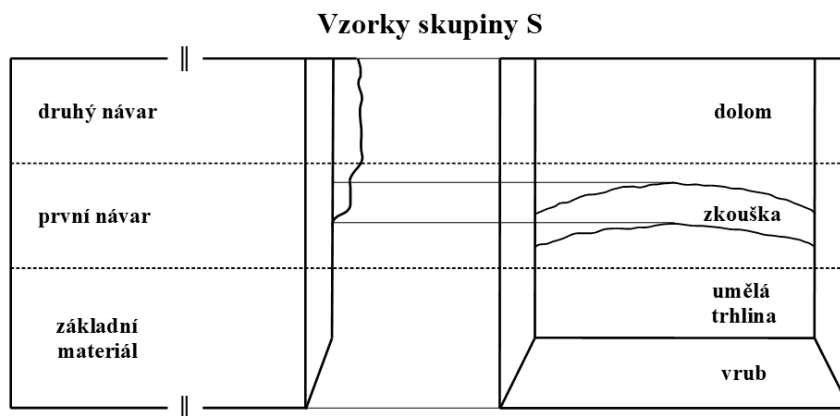
Pro tuto disertační práci byl vybrán soubor 7 reprezentativních zkušebních těles: 5 ZT s trhlinou umístěnou ve vrstvě prvního návaru a 2 ZT s trhlinou ve vrstvě druhého návaru. Do výběru byla zahrnuta ZT odzkoušená v teplotním intervalu 24 °C až 270 °C, na kterých byly zjištěny

extrémně vysoké a extrémně nízké hodnoty lomové houževnatosti,  $J_{0,2}$ . Na Obr. 3-6 a Obr. 3-7 jsou graficky znázorněny výsledky zkoušek SLH s vyznačením vybraných ZT. Na Obr. 3-3, Obr. 3-4 a Obr. 3-5 je naznačeno rozložení vrstev materiálů v jednotlivých vzorcích.

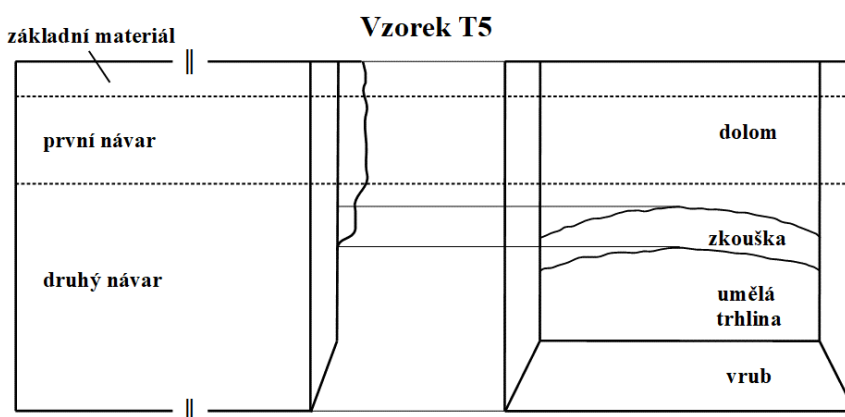
Tab. 3-2: *Výběr vzorků návaru pro tuto disertační práci.*

ZT kód podle [67]	pracovní označení ZT	umístění trhliny	Orientace ZT	zkušební teplota [°C]	lomová houževnatost $J_{0,2}$ [kJ·m <sup>-2</sup> ]
SB 01	S1	N1	LR	24	72,5
SB 61	S2	N1	CR	24	149,0
SB 64	S3	N1	CR	50	408,0
SB 19	S4	N1	LR	150	372,0
SB 08	S5	N1	LR	270	85,2
TB 69	T4	N2	CR	270	183,0
TA 11	T5	N2	LR	270	28,3

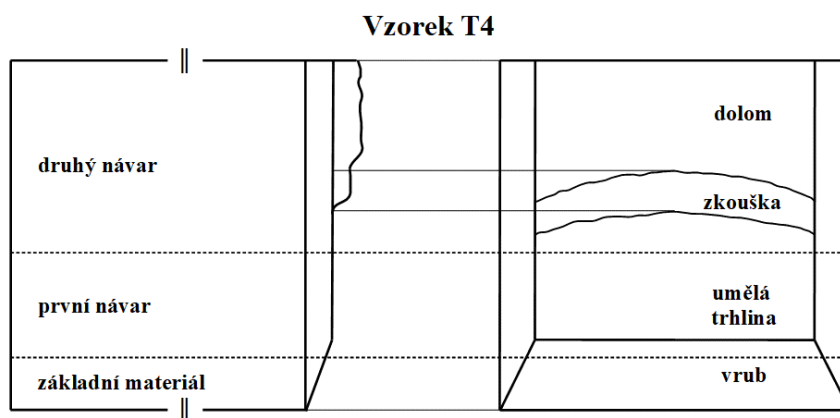




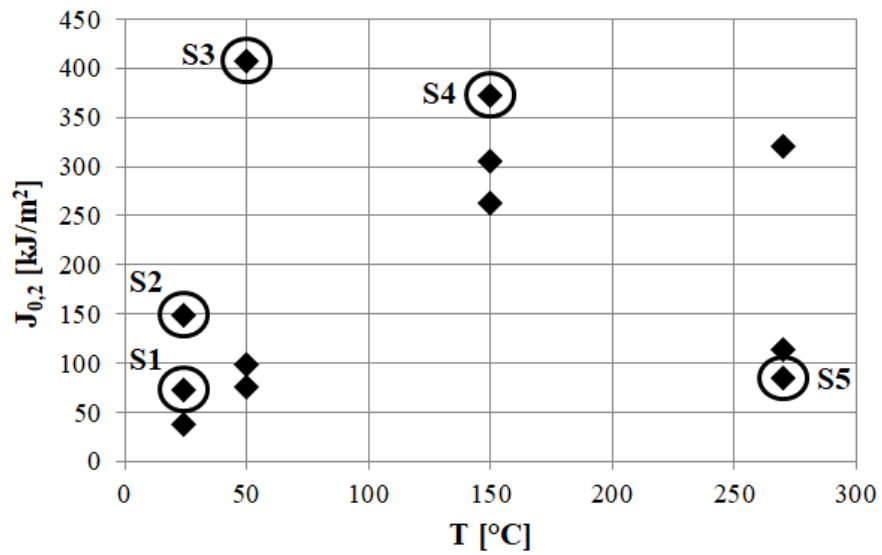
Obr. 3-3: Rozložení vrstev materiálů ve vzorcích skupiny "S" (S1, S2, S3, S4 a S5).



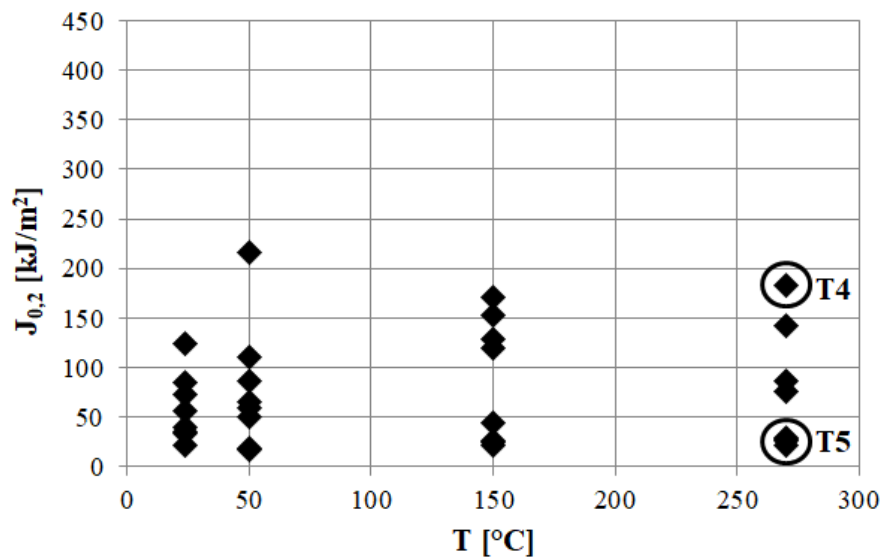
Obr. 3-4: Rozložení vrstev materiálů ve vzorku T5.



Obr. 3-5: Rozložení vrstev materiálů ve vzorku T4.



Obr. 3-6: Výsledky zkoušek SLH pro materiál prvního návaru. Výběr vzorků pro disertační práci.



Obr. 3-7: Výsledky zkoušek SLH pro materiál druhého návaru. Výběr vzorků pro disertační práci.

### 3.1.2 Strukturní analýza

Strukturní analýza experimentálního materiálu byla provedena na metalografických výbrusech vyrobených z jedné poloviny každého z porušených zkušebních těles. Analýza byla provedena s využitím technik světelné mikroskopie (LOM), elektronové mikroskopie v režimu detekce zpětně odražených elektronů COMPO, a EDX spektrometrie.

Cíle:

- 1) Pořízení detailní obrazové dokumentace všech typů struktur materiálů návaru vyskytujících se v rovině šíření trhliny.
- 2) Vyhodnocení chemického složení částic (fází) vyskytujících se ve struktuře materiálů a jejich identifikace.

#### **Použitá zařízení:**

Výbrusy byly připraveny standardními postupy v metalografické laboratoři ČVUT-FJFI-KMAT. Pro pořízení obrazové dokumentace byl použit světelný mikroskop značky Neophot a dva řádkovací elektronové mikroskopy typů JEOL 5510 a JSM IT 500 HR vybavené EDX spektrometry.

#### **Postup při zhotovení výbrusů:**

Nejprve byl z jedné poloviny každého ZT vyříznut metalografický vzorek způsobem naznačených na Obr. 3-8 (řezy A a B). Výbrus byl připraven na ploše A-A, aby bylo možné sledovat vývoj struktury návaru pod lomovou plochou. Výbrusy byly vyrobeny standardním postupem spočívajícím v zalití vzorku do vodivé pryskyřice „Polyfast“, broušení na sérii brusných papírů a mechanickém leštění. Před pozorováním výbrusu ve světelném mikroskopu bylo provedeno vyvolávání struktury leptáním v roztoku „Beraha“. Pozorování výbrusu v SEM bylo provedeno v neleptaném stavu.

### 3.1.3 Vyhodnocení procesů porušování

Základní fraktografická analýza lomových ploch zkušebních těles hodnocených v této disertační práci byla provedena již v diplomové práci [67]. Na činnosti provedené v diplomové práci bylo v disertační práci navázáno podstatně podrobnější analýzou užšího výběru vzorků s využitím technik fraktografie a EDX spektrometrie. Cílem experimentů bylo:

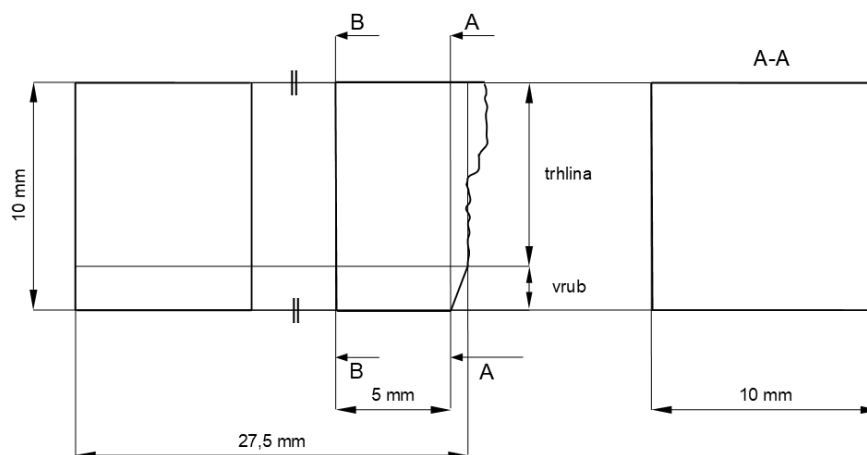
- 1) Pořízení detailní obrazové dokumentace charakteristických mikromorfologických znaků na lomových plochách a jejich identifikace ve vazbě na informace získané při strukturní analýze.

2) Identifikace procesů porušování materiálu návaru.

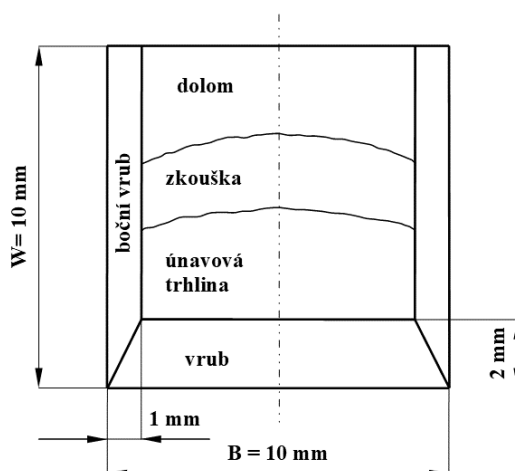
Předmětem hodnocení byla pouze oblast zkoušky SLH, tedy část lomové plochy ohraničená oblastí předcyklované únavové trhliny na jedné straně a oblastí dolomu na druhé straně, Obr. 3-9.

**Použitá zařízení:**

Fraktografická dokumentace byla pořízena na řádkovacích elektronových mikroskopech JSM 840A a JSM IT 500 HR, kterými disponuje ČVUT-FJFI-KMAT. Na mikroskopu JSM IT 500 HR byla kromě toho provedena EDX analýza lomových ploch. V této disertační práci je kromě toho publikována obrazová dokumentace pořízená již v r. 2013 v rámci diplomové práce [67] na SEM typu ASPEX eXplorer, kterým disponuje oddělení Mechanické vlastnosti ÚJV Řež, a. s. Všechny snímky lomových plochy publikované v této disertaci byly pořízeny v režimu detekce sekundárních elektronů (SE).



Obr. 3-8: Způsob rozřezání jedné poloviny porušeného ZT (řezy A a B) za účelem zhotovení metalografického výbrusu. Řez A-A je plochou výbrusu.



Obr. 3-9: Schéma lomové plochy ZT. Hlavní etapy lomového procesu: Předcyklovaná únavová trhlina, zkouška SLH a dolom.

## 3.2 Svarový kov TNR VVER 1000

Tato část experimentů byla zaměřena na vyhodnocení lomového chování svarového kovu TNR typu VVER 1000. Předmětem hodnocení byl rozsáhlý soubor zkušebních těles vyrobených z materiálu v neozářeném a ve stavu po ozáření rychlými neutrony, která byla porušena při zkouškách rázem v ohybu. Cílem experimentů provedených v této disertační práci bylo vyhodnocení vazby mezi mírou neutronového ozáření materiálu, mírou uplatnění různých mechanismů porušování při lomu ZT a vrubovou houževnatostí.

### 3.2.1 Popis vzorků, ozařovacích experimentů a mechanických zkoušek

V oddělení Mechanické vlastnosti ÚJV Řež, a. s. byla v uplynulých letech provedena série experimentů zaměřených na hodnocení radiačního zkřehnutí oceli Sv 12Ch2N2MAA, tedy svarového kovu tlakové nádoby reaktoru VVER 1000. Jedná se o nízkolegovanou feritickou ocel charakterizovanou relativně vysokým obsahem niklu. Jak bylo uvedeno v rešeršní kapitole 2.4.2, zvýšený obsah niklu se v materiálech TNR VVER 1000 na jednu stranu projevuje zlepšením technologických vlastností oproti materiálům VVER 400, avšak na druhou stranu umocňuje procesy radiačního křehnutí. Zvýšený obsah niklu zejména zvyšuje náchylnost oceli k porušování mechanismem interkrystalické dekoheze.

Tab. 3-3: Svarový kov Sv 12Ch2N2MAA – porovnání obsahu legur v experimentálním materiálu s požadavky [3] na obsah legur.

Sv 12Ch2N2MAA	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	P	Cu
experimentální materiál	0,06	0,37	0,74	1,86	1,67	0,68	-	0,006	0,04
požadavky	0,06 0,12	0,15 0,45	0,65 1,10	1,40 2,10	1,20 1,90	0,45 0,75	-	max. 0,012	max. 0,08

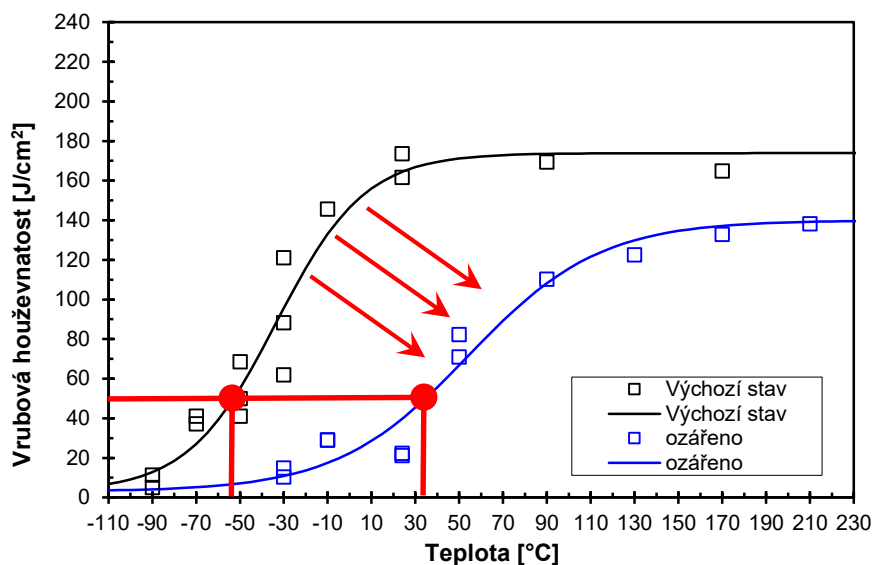
Z experimentálního materiálu byla vyrobena standardní zkušební tělesa pro zkoušky rázem v ohybu, tj. ZT typu Charpy–V o rozměrech 55 x 10 x 10 mm. ZT byla ve výzkumném reaktoru LVR-15 vystavena urychlenému ozařování rychlými neutrony v inertní atmosféře (He, Ar) při teplotě 290 °C. ZT byla rozdělena do 6 skupin: 1 skupina neozářených těles a 5 skupin těles ozářených různě vysokými neutronovými fluencemi, viz Tab. 3-4. Nejvyšší fluence ( $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ) odpovídá zhruba čtyřnásobku fluence, kterou svarový spoj obdrží při standardním provozu za celou dobu projektované životnosti.

Zkušební tělesa byla zkoušena rázem v ohybu. Část výsledků zkoušek je znázorněna graficky, v podobě přechodových křivek, na Obr. 3-10. V obrázku jsou vyznačeny přechodové teploty

pro neozářený stav a pro stav po ozáření fluencí  $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$  vyhodnocené jako teploty odpovídající vrubové houževnatosti  $KCV = 50 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Neutronové ozáření vyvolalo křehnutí materiálu: Přechodová teplota se zvýšila z  $-53,0 \text{ }^\circ\text{C}$  na  $34,6 \text{ }^\circ\text{C}$ , tedy o  $87,6 \text{ }^\circ\text{C}$ , a současně poklesla úroveň horního plata.

Tab. 3-4: Rozdělení zkušebních těles do skupin podle neutronové fluence.

Skupina	N	OZ1	OZ2	OZ3	OZ4	OZ5
F ( $10^{23} \text{ m}^{-2}$ , $E > 0,5 \text{ MeV}$ )	0,0	2,6	4,0	5,8	8,1	11,2

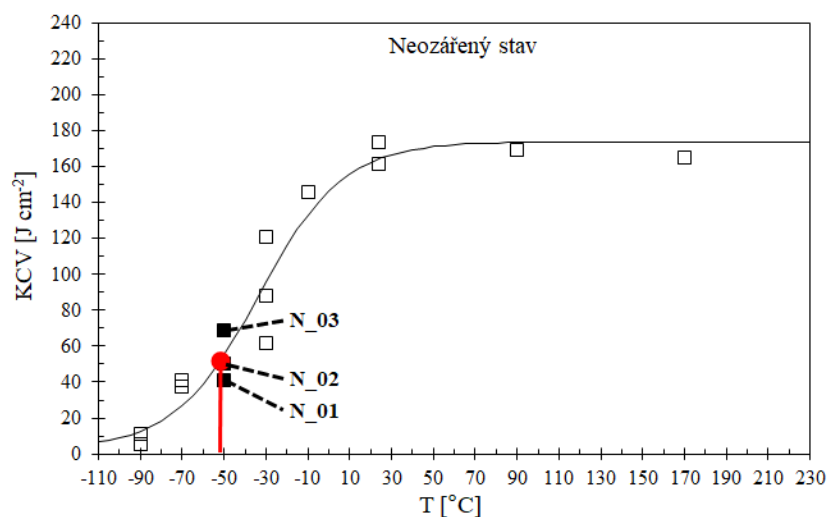


Obr. 3-10: Přechodové křivky neozářeného materiálu a materiálu po ozáření do fluence  $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ .

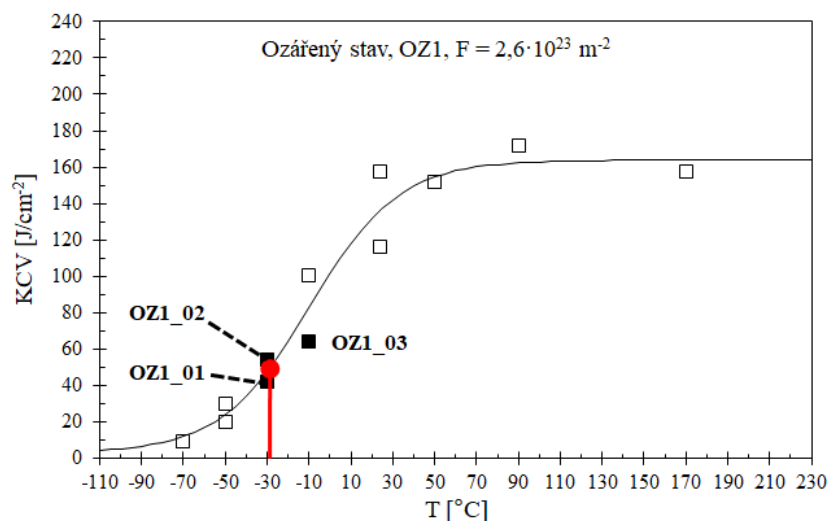
Pro tuto disertační práci byl vybrán soubor 19 reprezentativních zkušebních těles: Z každé ze 6 skupin bylo vybráno po třech až čtyřech ZT, přičemž byla vybírána ZT zkoušená za teplot blízkých k přechodové teplotě dané skupiny. Výběr je zdokumentován v grafech na Obr. 3-11 až Obr. 3-16. V Tab. 3-5 je uveden seznam ZT.

Tab. 3-5: Výběr vzorků svarového kovu pro tuto disertační práci.

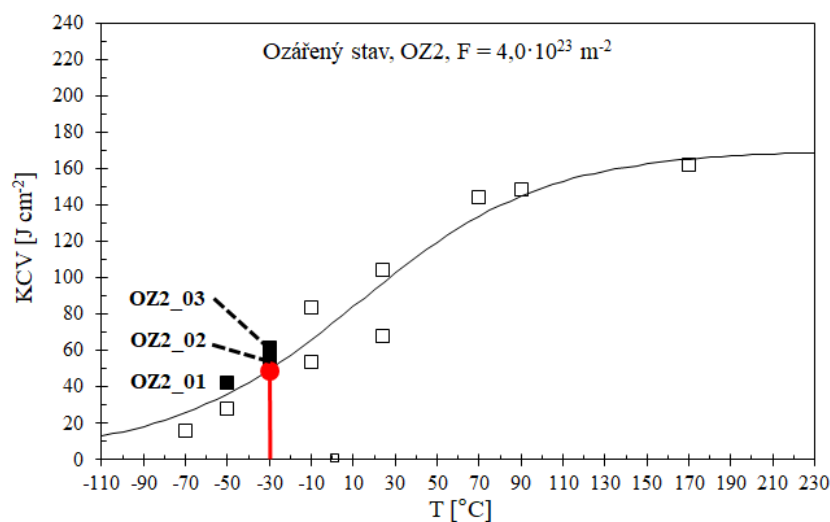
Označení ZT	F ( $\times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), $> 0,5 \text{ MeV}$	Přechodová teplota ( $^{\circ}\text{C}$ )	Zkušební teplota ( $^{\circ}\text{C}$ )	KCV ( $\text{J cm}^{-2}$ )
N_01	0	-53,0	-50	41,0
N_02			-50	50,1
N_03			-50	68,6
OZ1_01	2,6	-28,5	-30	41,8
OZ1_02			-30	54,5
OZ1_03			-10	64,0
OZ2_01	4,0	-29,5	-50	42,2
OZ2_02			-30	55,5
OZ2_03			-30	61,2
OZ3_01	5,8	-15,4	-30	54,8
OZ3_02			-10	32,4
OZ3_03			-10	52,4
OZ4_01	8,1	19,7	-10	41,3
OZ4_02			24	50,1
OZ4_03			24	53,3
OZ5_01	11,2	34,6	24	21,3
OZ5_02			24	22,4
OZ5_03			50	71,0
OZ5_04			50	82,3



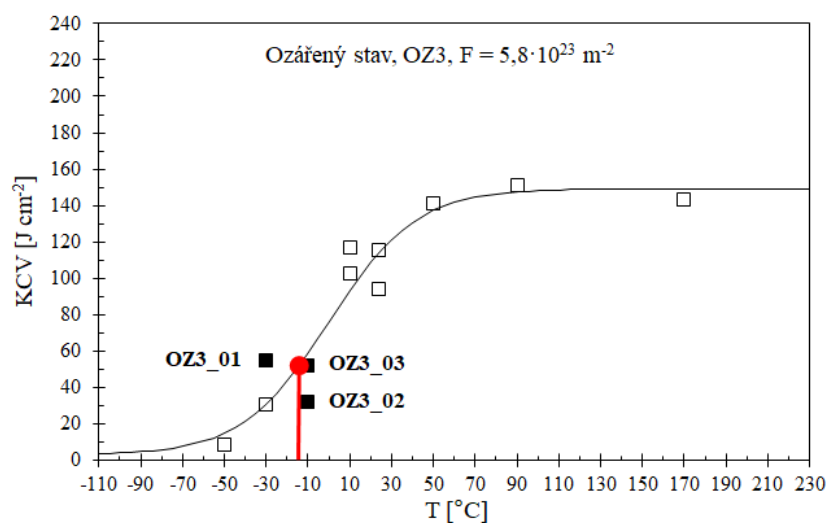
Obr. 3-11: Přechodová křivka neozářeného SK. Výběr ZT pro fraktografickou analýzu.



Obr. 3-12: Přechodová křivka SK ozářeného fluencí  $2,6 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ . Výběr ZT pro fraktografickou analýzu.

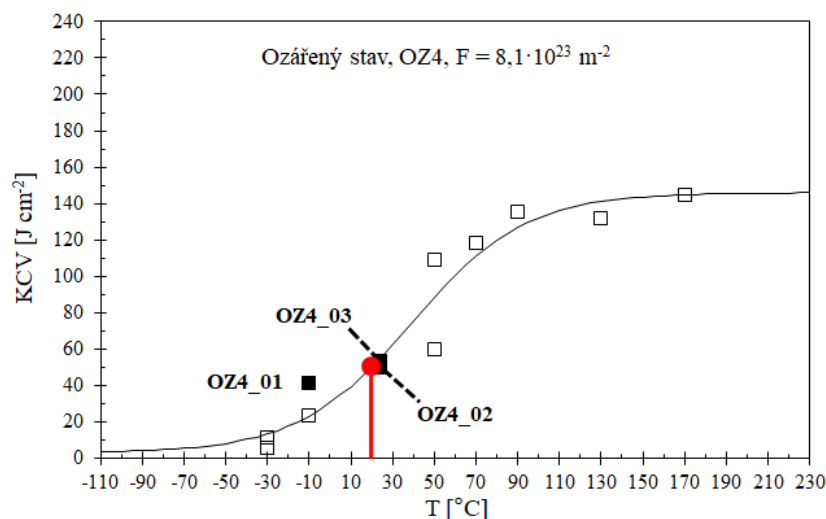


Obr. 3-13: Přechodová křivka SK ozářeného fluencí  $4,0 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ . Výběr ZT pro fraktografickou analýzu.

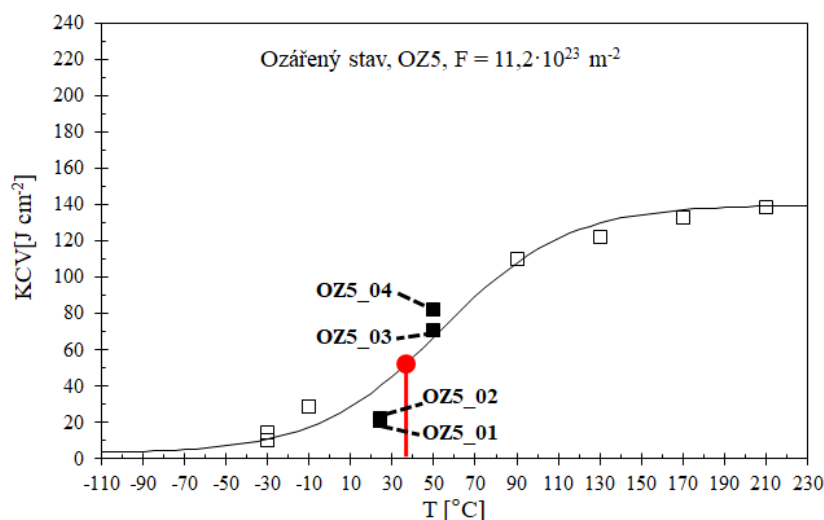


Obr. 3-14: Přechodová křivka SK ozářeného fluencí  $5,8 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ . Výběr ZT pro fraktografickou analýzu.





Obr. 3-15: Přechodová křivka SK ozářeného fluencí  $8,1 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ . Výběr ZT pro fraktografickou analýzu.



Obr. 3-16: Přechodová křivka SK ozářeného fluencí  $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ . Výběr ZT pro fraktografickou analýzu.

### 3.2.2 Fraktografická analýza

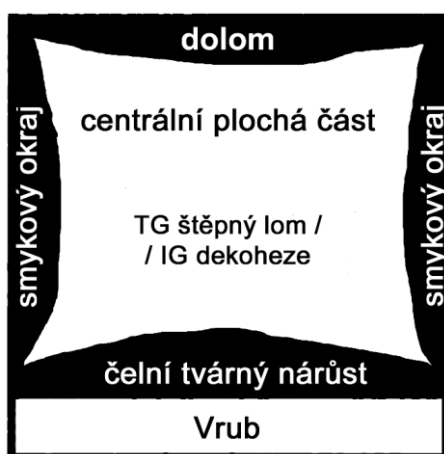
Cílem fraktografické analýzy bylo posouzení vlivu ozáření na míru uplatnění jednotlivých mechanismů porušování svarového kovu, zejména interkystalického porušování, a stanovení vazby s vrubovou houževnatostí. Úkol byl realizován provedením kvalitativní a kvantitativní fraktografické analýzy lomových ploch 19 zkušebních uvedených v Tab. 3-5 .

Schematicky lze vzhled lomové plochy ZT porušeného za podmínek odpovídajících oblasti přechodu z křehkého k houževnatému lomu popsat takto (viz Obr. 3-17): Těsně za kořenem vrubu se nachází oblast čelního tvárného růstu trhliny vykazující vysoký stupeň plastického přetvoření. Za touto oblastí se nachází makroskopicky rovinná oblast, v níž převažují fraktografické znaky mechanismů křehkého porušování SK, tedy TG štěpného lomu a interkystalické (IG) dekoheze. Mikromorfologie ostatních okrajových částí lomové plochy

je charakterizována znaky tvárného lomu, jedná se o tzv. boční smykové okraje a oblast dolomu.

S využitím řádkovacího elektronového mikroskopu ASPEX eXplorer Split Systém, kterým disponuje odd. Mechanické vlastnosti ÚJV, byla pořízena detailní obrazová dokumentace lomových ploch a následně byla provedena:

- 1) kvalitativní fraktografická analýza,
- 2) kvantitativní fraktografická analýza spočívající ve vyhodnocení relativního plošného podílu jednotlivých fraktografických znaků na lomových plochách, konkrétně:
  - podílu IG dekoheze,
  - podílu oblasti čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu,
  - podílu úhrnné tvárně porušené plochy definované součtem plochy čelního tvárného nárůstu trhliny, ploch obou smykových okrajů a plochy dolomu (pozn.: Fraktografické znaky TG tvárného lomu se minoritně vyskytovaly také v centrální ploché části lomové plochy, převážně ve formě tvárných stupňů, tzv. “tear ridges”, mezi dílčími oblastmi štěpného lomu. Plošný podíl těchto oblastí nebyl při fraktografické analýze vyhodnocen.),
  - podílu TG štěpného lomu definovaného jako rozdíl úhrnné plochy IG dekoheze a tvárného lomu od 100 %.



Obr. 3-17: Schéma lomových ploch ZT, porušených při zkoušce rázem v ohybu.

#### **Metodika kvantitativní fraktografické analýzy**

S využitím SEM byla pořízena kompletní obrazová dokumentace všech lomových ploch:

- Jediný snímek o zvětšení 20x, na němž bylo možné při pracovní vzdálenosti 60 mm zdokumentovat celou lomovou plochu, viz Obr. 3-18.

- Série snímků o zvětšení 100x dokumentujících dílčí oblasti lomové plochy o skutečných rozměrech 2 mm x 2 mm. Funkce elektronového mikroskopu umožňovaly provádět přesný posuv vzorku o 2 mm s minimálním překryvem sousedních snímků. Díky tomu bylo možné zdokumentovat celou lomovou plochu na sérii 20 snímků způsobem naznačeným na Obr. 3-18. Snímky byly pořízeny ve vysokém rozlišení (2048 pxl x 2048 pxl) umožňujícím jednoznačnou identifikaci fraktografických znaků, viz Obr. 3-19.

Kvantitativní fraktografická analýza byla provedena s využitím software NIS Elements umožňujícím provádět měření manuálně vymezených ploch (v jednotkách pxl<sup>2</sup>, viz Obr. 3-20). Tímto způsobem byly na každém z 20 snímků podle Obr. 3-18 změřeny plochy:

- 1) celého úseku lomové plochy zdokumentovaného na snímku,
- 2) plochy tvořené fraktografickými znaky IG dekoheze,
- 3) plochy spadající do oblastí čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu, smykových okrajů a dolomu.

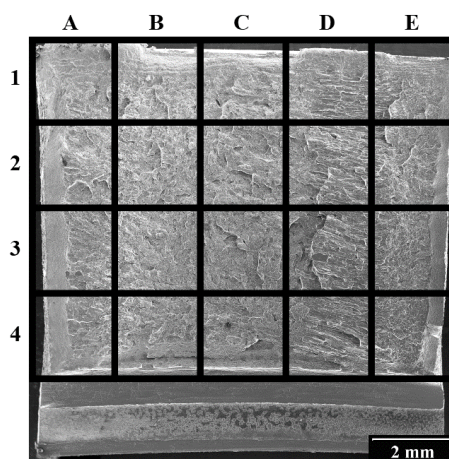
Plošný podíl jednotlivých fraktografických znaků na lomové ploše byl vyhodnocen na základě vztahů:

$$P_{IG \text{ dekoheze}} = 100 \times \frac{\text{součet ploch IG dekoheze na všech snímcích (pxl}^2\text{)}}{\text{součet lomových ploch na všech snímcích (pxl}^2\text{)}} \quad (\text{r. 23})$$

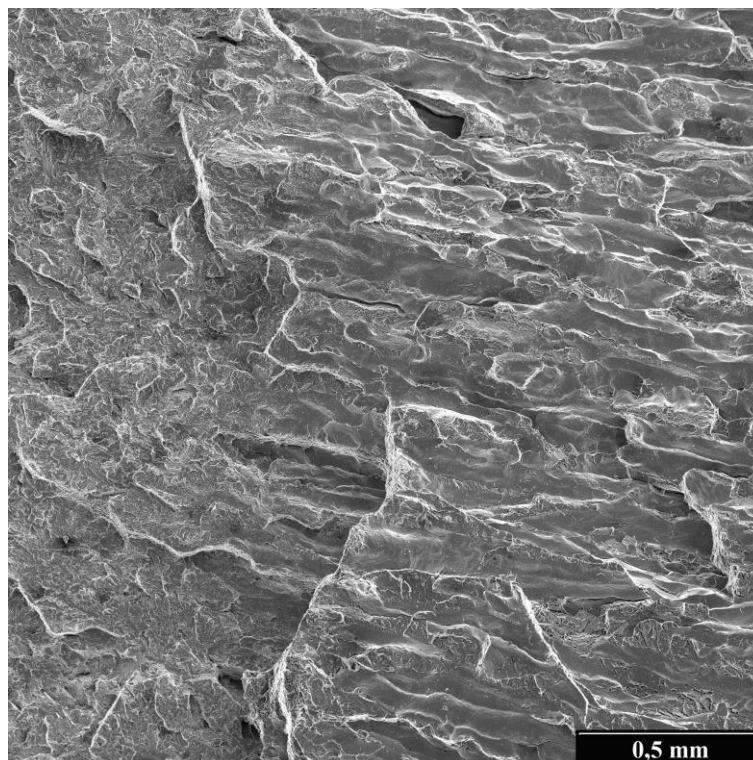
$$P_{\text{čelní tvárný nárůst}} = 100 \times \frac{\text{součet ploch čelního nárůstu na všech snímcích (pxl}^2\text{)}}{\text{součet lomových ploch na všech snímcích (pxl}^2\text{)}} \quad (\text{r. 24})$$

$$P_{TG \text{ tvárný lom}} = 100 \times \frac{\text{součet tvárně porušených ploch na všech snímcích (pxl}^2\text{)}}{\text{součet lomových ploch na všech snímcích (pxl}^2\text{)}} \quad (\text{r. 25})$$

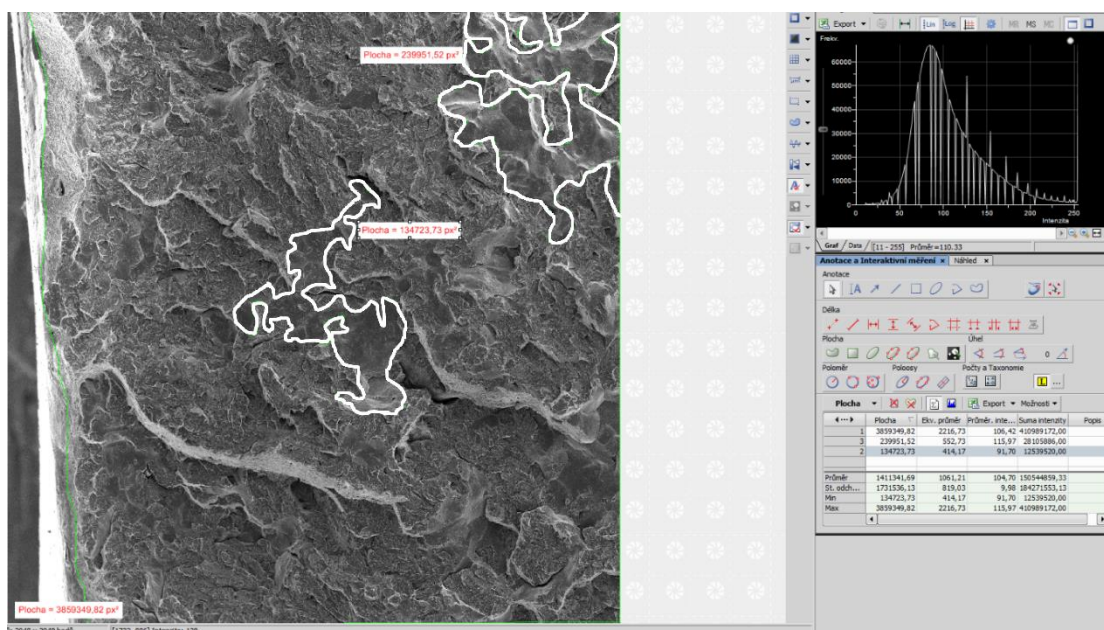
$$P_{TG \text{ štěpný lom}} = 100 - P_{IG \text{ dekoheze}} - P_{TG \text{ tvárný lom}} \quad (\text{r. 26})$$



Obr. 3-18: Snímek o původním zvětšení 20x, zachycující celou lomovou plochu zkušebního tělesa. Mapa se souřadnicovým systémem snímků o zvětšení 100x.



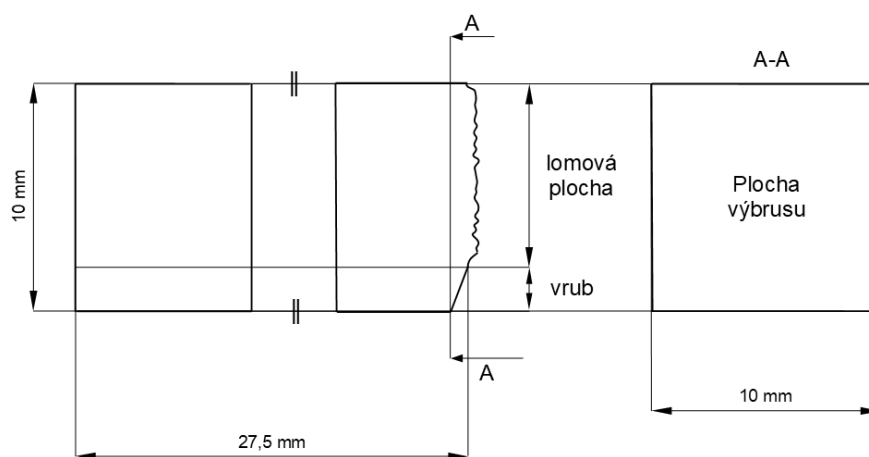
Obr. 3-19: Snímek o původním zvětšení 100x pořízený na lomové ploše ZT s označením OZI\_01 v místě o souřadnici 2d podle Obr. 3-18. Vysoké rozlišení (2048 pxl x 2048 pxl) umožňuje jednoznačně identifikovat fraktografické znaky IG dekoheze.



Obr. 3-20: Prostředí software NIS Elements, ve kterém bylo prováděno manuální měření vybraných částí lomové plochy, např. oblastí porušených mechanismem IG dekoheze.

### 3.2.3 Metalografický rozbor

Vzorky materiálu pro základní metalografický rozbor byly získány rozřezáním jedné poloviny každého ze dvou vybraných nezářených ZT (označení N\_01 a N\_03), a to způsobem naznačeným na Obr. 3-21. Výbrusy byly připraveny standardním způsobem spočívajícím v mechanickém broušení a leštění pomocí diamantové pasty a koloidní silice. Struktura byla vyvolána leptáním v roztoku 2% Nitalu.



Obr. 3-21: Způsob zhotovení metalografických výbrusů ze zkušebních těles typu "Charpy-V" svarového kovu.

## 4 Výsledky

V obou částech experimentů, tedy jak v části zaměřené na hodnocení struktury a procesů porušování austenitického návaru, tak v části zaměřené na svarový kov, bylo získáno značné množství výsledků a obrazové dokumentace. Z tohoto důvodu je disertační práce strukturována následujícím způsobem:

- 1) V textu disertační práce je kapitola s výsledky rozdělena na dvě podkapitoly (pro návar, kap. 4.1, a pro svarový kov, kap. 4.2), ve kterých je podán souhrn výsledků ve zhuštěné formě.
- 2) Podrobně jsou všechny výsledky dokumentovány ve dvou samostatných přílohách:
  - příloha č. 1 – Austenitický návar TNR VVER 440: Výsledky,
  - příloha č. 2 – Svarový kov TNR VVER 1000: Výsledky.

Každá z uvedených příloh byla zpracována jako protokol o provedených experimentech a v každé z nich lze nalézt kompletní soubor informací získaných pro jednotlivá ZT.

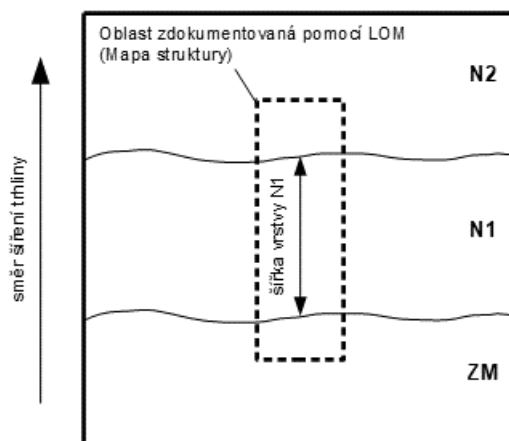
## 4.1 Austenitický návar TNR VVER 440

### 4.1.1 Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu (LOM) byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu. Na základě pořízených snímků byly sestaveny přehledné mapy struktury hodnocených vrstev návaru, tzn. vrstev, kterými se při zkoušce SLH šířila trhlina. Schematicky jsou poloha a rozměry zdokumentované oblasti znázorněny na Obr. 4-1.

Získané informace lze shrnout takto:

- Šířka hodnocené vrstvy prvního návaru ve směru šíření trhliny (viz Obr. 4-1) byla obvykle 3,0÷3,3 mm (zkušební tělesa S1 až S4), ve výjimečném případě 3,9 mm (S5).
- Šířka hodnocené vrstvy druhého návaru (N2) byla 3,4 mm na výbrusu tělesa T4, resp. 4,1 mm na T5.

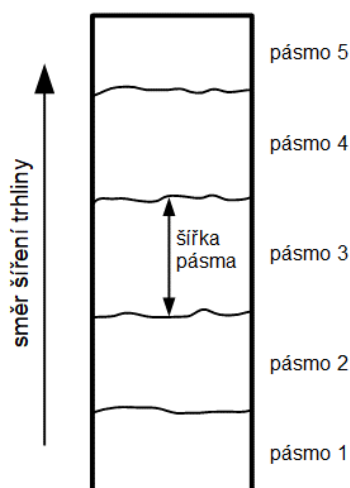


Obr. 4-1: Schéma plochy výbrusu: Rozložení materiálových vrstev ve vzorcích skupiny S. Vymezení oblasti zdokumentované pomocí LOM. Definice termínu šířky vrstvy.

- Materiály N1 a N2 měly duplexní austeniticko feritickou strukturu s majoritním podílem austenitu. Struktura byla tvořena charakteristickými solidifikačními útvary, tj. buňkami a dendrity, tvořenými z částic zbytkového delta feritu a částic sekundárních fází vzniklých při procesech dekompozice delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci, viz Obr. 4-3 až Obr. 4-5). Morfologie solidifikačních útvarů se významně lišila v závislosti na vzdálenosti od rozhraní s materiálem, na který byla daná vrstva návaru navařena (rozhraní ZM-N1 pro první návar, resp. rozhraní N1-N2 pro druhý návar): V každé z navařených vrstev bylo možné identifikovat až 5 pásem kolmých na směr šíření trhliny, která se vzájemně lišila podle morfologie solidifikačních útvarů, viz

Obr. 4-2. Morfologie každého z pěti pásem je pro první návar zdokumentována na Obr. 4-4, Obr. 4-5:

- a) CELR-1: První část celulární oblasti nacházející se v blízkosti navařovaného podkladu, kterým je v případě N1 základní materiál, viz Obr. 4-4A, B,
- b) CELR-2: Druhá část celulární oblasti (Obr. 4-4C),
- c) TRR (“transition region”): Přechodová oblast mezi celulární a dendritickou oblastí (Obr. 4-5D), která byla morfologicky velmi podobná navazující dendritické oblasti DENR-1,
- d) DENR-1: První část dendritické oblasti navazující na TRR (Obr. 4-5E),
- e) DENR-2: Druhá část dendritické oblasti navazující na DENR-1 (Obr. 4-5F).

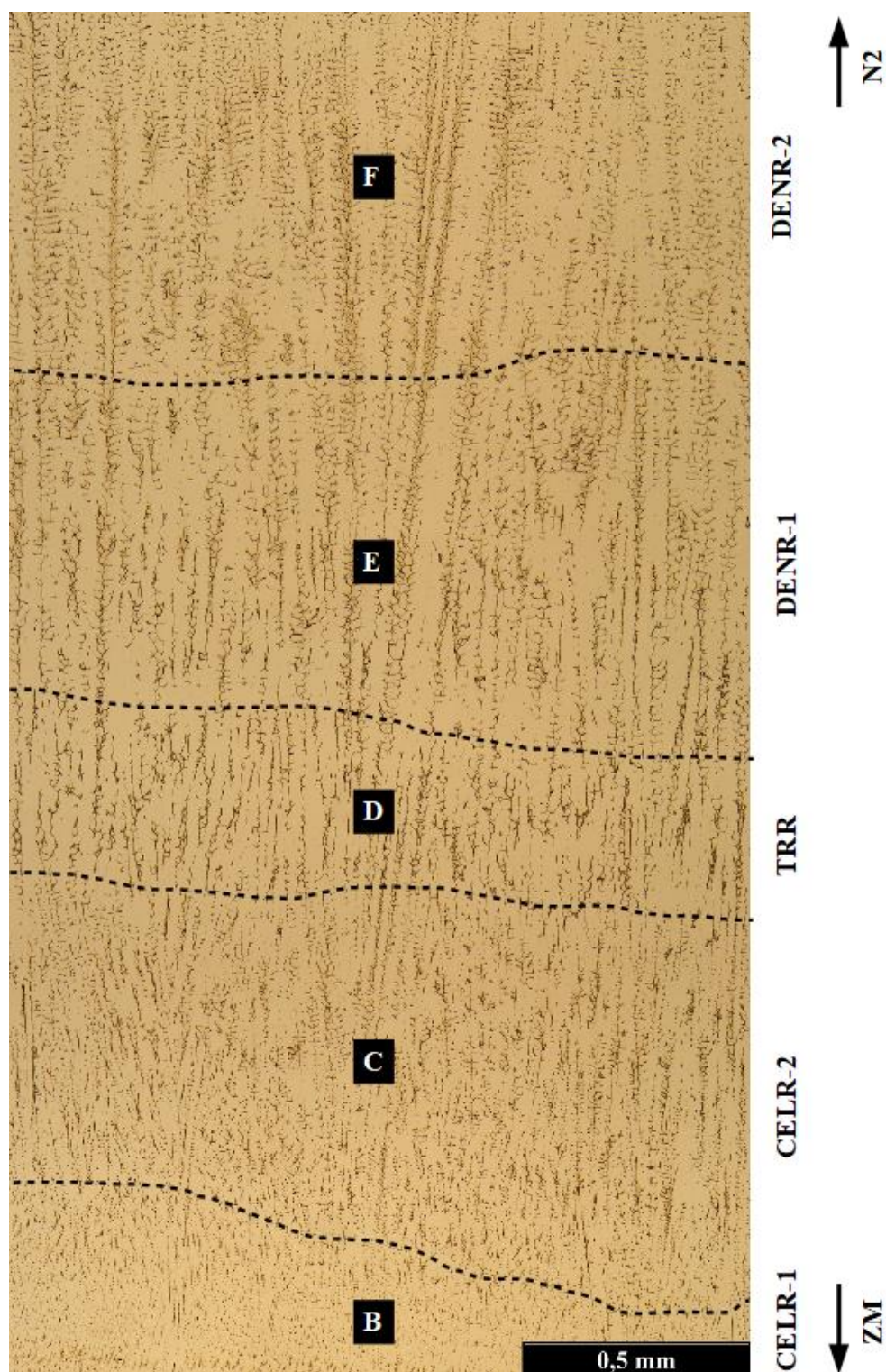


Obr. 4-2: Schéma mapy struktury podle Obr. 4-1.

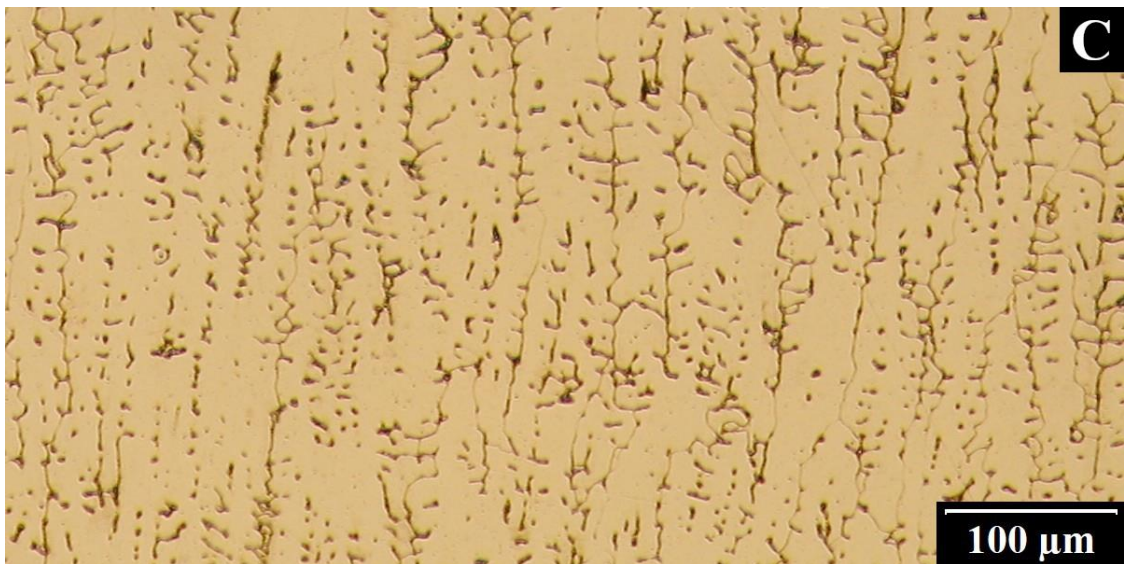
- V prvním návaru bylo možné přímo za rozhraním ZM-N1 rozlišit další oblast označovanou v souladu se zprávou [37] jako oblast epitaxiálního růstu zrn, viz Obr. 4-4A. Formálně je tato oblast v dalších textu zařazena jako součást CELR-1. Ve druhém návaru se tato oblast nevyskytovala.
- Morfologie solidifikačních útvarů TRR, DENR-1 a DENR-2 zdokumentované na Obr. 4-5 byly charakteristické jak pro první návar, tak pro druhý návar. Morfologii solidifikačních útvarů v oblastech CELR-1 a CELR-2 druhého návaru však lépe charakterizuje Obr. 4-5D.
- Ve výbrusu zkušebního tělesa S3 bylo zjištěno rozložení struktur odlišné od ostatních ZT: V blízkosti rozhraní ZM-N1 byla identifikována jen cca 100÷200 μm široká oblast



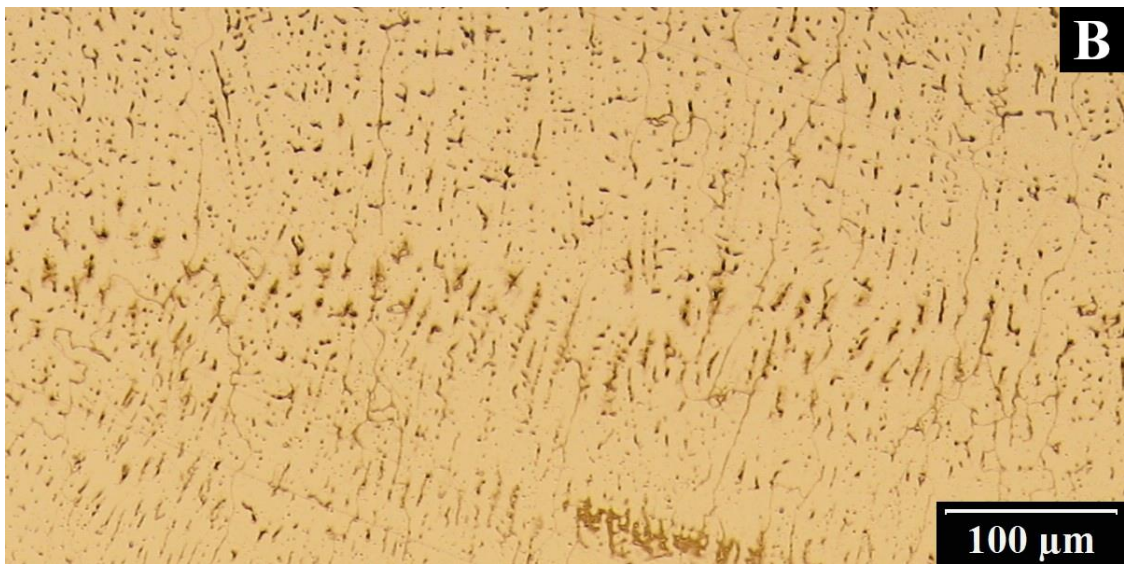
CELR. Zbýlých cca 2,9 mm návarové vrstvy N1 bylo tvořeno výhradně dendritickými strukturami DENR-1 a DENR-2.



Obr. 4-3: Mapa struktury výbrusu prvního návaru provedeného pod lomovou plochou jednoho z hodnocených ZT. Pětice pásem solidifikační struktury ve vrstvě N1 vytvořené jedním průchodem tavné páskové elektrody: 2 části celulárního oblasti (CELR), přechodová oblast (TRR) a 2 části dendritické oblasti (DENR). Rozložení struktur je charakteristické jak pro první návar (Sv 07Ch25N13), tak pro druhý návar (Sv 08Ch19N10G2B). Viz detailní snímky na Obr. 4-4 a Obr. 4-5.



*Struktura CELR-2 navazující na CELR-1*

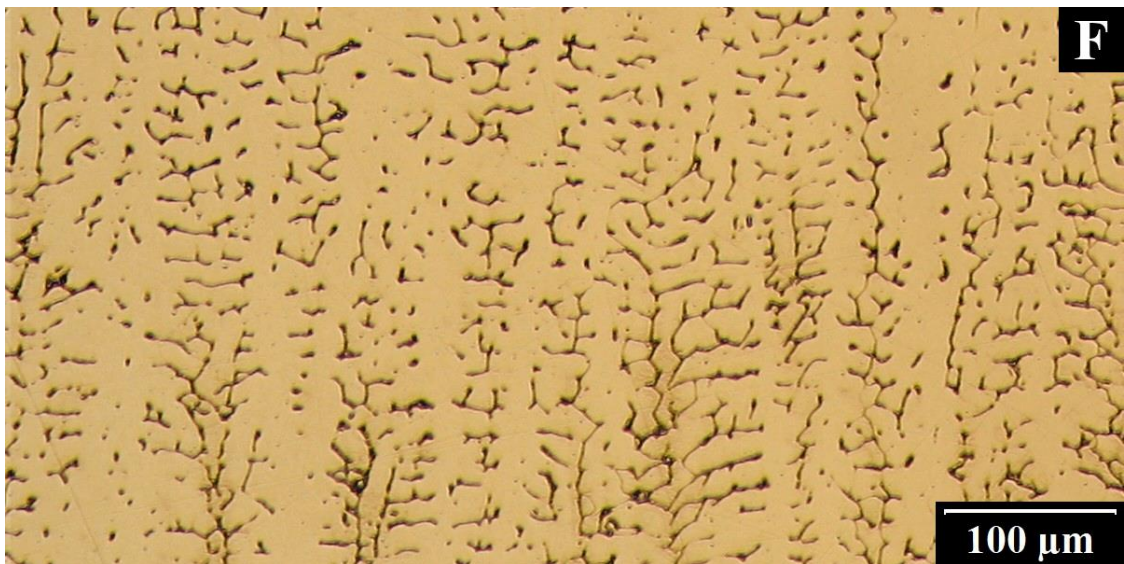


*Struktura CELR-1*

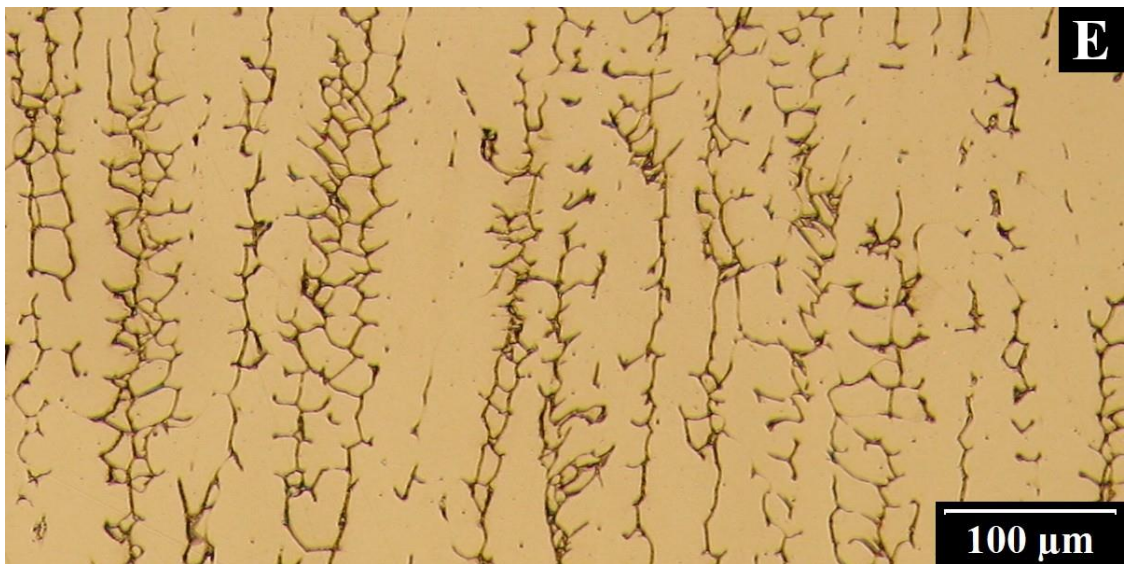


*Oblast epitaxiálního růstu zrn na rozhraní ZM-N1 v rámci CELR-1.*

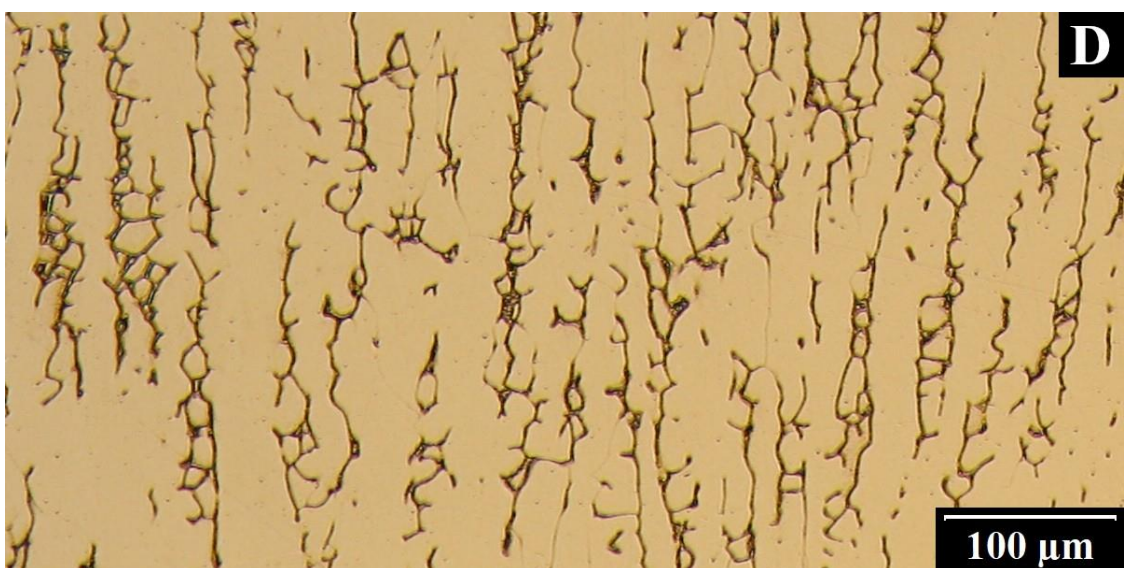
*Obr. 4-4: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 4-3.*



*Struktura DENR-2 navazující na DENR-1.*



*Struktura DENR-1 navazující na TRR.*



*Struktura TRR navazující na CELR2.*

*Obr. 4-5: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 4-3.*

Za účelem identifikace fázového složení částic podílejících se na stavbě solidifikační struktury návaru byly vybrané oblasti výbrusů pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu v režimu BEC. Současně byla na vybraných místech provedena EDX analýza za účelem vyhodnocení lokálního chemického složení. Získané informace:

- Ve struktuře obou návarů (N1 a N2) byly identifikovány tyto nejvýznamnější strukturní fáze:

**Austenit:** Majoritní fáze návaru tvořící více než 90% podíl plochy všech výbrusů. Austenitická fáze tvořila makrostrukturu návaru sestávající z protáhlých zrn s osou kolmou na materiálová rozhraní ZM-N1, resp. N1-N2. Minoritně se zde vyskytovaly také částice sekundárního austenitu, tj. produktu rozpadu delta feritu.

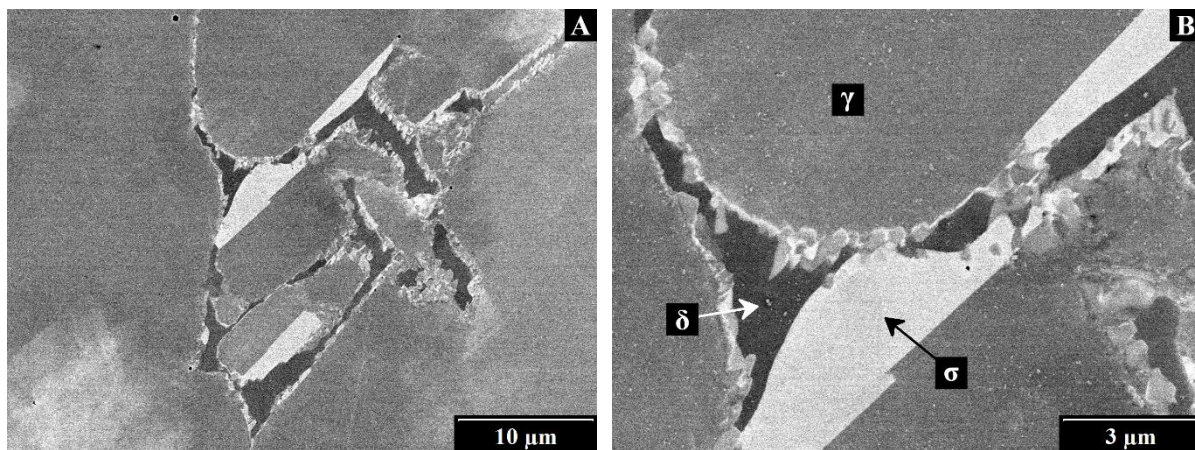
**Delta ferit:** Základem strukturních útvarů návaru, tj. solidifikačních buněk a dendritů, byly oblasti původního delta feritu. V průběhu chladnutí taveniny po navaření a následného tepelného zpracování se však uskutečnily procesy vedoucí k transformaci feritu. Intenzita transformačních procesů se v různých místech lišila a úměrně tomu se lišil také obsah zbytkového delta feritu. Dokládají to Obr. 4-6A až F pořízené na výbrusu prvního návaru: Např. v oblasti na Obr. 4-6E, F (CELR) došlo transformaci výhradně na rozhraní  $\delta/\gamma$  a relativní obsah zbytkového feritu byl vysoký. Naproti tomu v oblastech TRR a DENR (Obr. 4-6A až D) se kromě rozhraní  $\delta/\gamma$  uskutečnily také podstatně intenzivnější transformační procesy přímo uvnitř feritu. To vedlo v některých místech k prakticky úplnému rozpadu feritu a značná část solidifikačních útvarů byla tvořena částicemi sigma fáze. Podobně velké rozdíly v množství zbytkového delta feritu byly zjištěny také u druhého návaru (Obr. 4-7). Ve výbrusech vrstev N2 byl relativní podíl sigma fáze vůči zbytkovému delta feritu viditelně vyšší, než v N1.

**Sigma fáze:** Částice sigma fáze se podílely na stavbě solidifikačních buněk a dendritů. Mezi relativním podílem sigma fáze a zbytkového delta feritu byla nepřímá úměrnost. V některých oblastech byla  $\sigma$  částicemi tvořena majoritní část solidifikačních útvarů (TRR na Obr. 4-6 a Obr. 4-7C, D), zatímco v jiných oblastech byl relativní podíl sigma fáze a feritu rovnocenný (Obr. 4-6 a Obr. 4-7A, B) a v jiných oblastech se sigma fáze nevyskytovala buď vůbec, nebo pouze ve formě částic submikronových rozměrů (Obr. 4-6E, F). Chemické složení  $\sigma$  částic bylo v obou materiálech návaru charakterizováno zvýšeným obsahem chromu (35 až 40 hm. %) a ve většině případů také zvýšeným obsahem křemíku (1,3 až 1,9 hm. %). (Pozn.: Relativní podíl sigma fáze na stavbě solidifikačních útvarů (poměr  $\sigma:\delta$ ) byl ve druhém návaru viditelně vyšší, než v prvním návaru.)

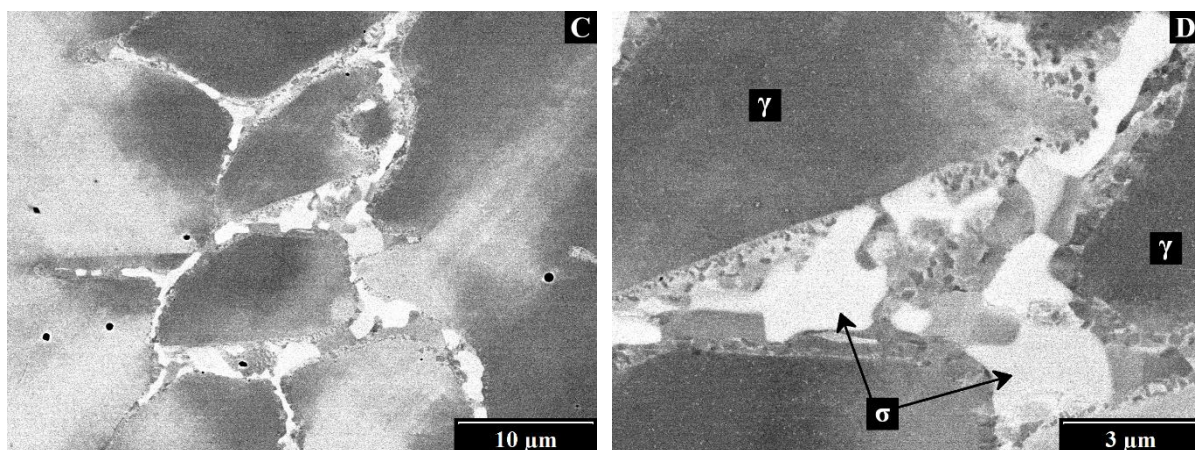
- Charakteristický obsah legur ve vybraných strukturních fázích je uveden v Tab. 4-1.
- V různých strukturních oblastech se významně lišila tloušťka solidifikačních útvarů: V některých oblastech byly útvary charakterizovány tloušťkou 1÷2 μm (Obr. 4-6F, Obr. 4-7B), v jiných oblastech dosahovala tloušťka útvarů až dvojnásobně vyšších hodnot (2 až 4 μm, Obr. 4-6D, Obr. 4-7D).
- Ve struktuře obou návarů se místy vyskytovaly vměstky obsahující zbytky tavidla. Vměstky obsahovaly velké množství křemíku, hliníku, manganu a celé řady dalších prvků. Rozměry vměstků na ploše výbrusu jen zřídka převyšovaly 1 μm.
- Ve struktuře druhého návaru (Sv 08Ch19N10G2B) byly identifikovány karbidy obohacené niobem. Karbidy byly nacházeny zejména na tavidlových vměstcích a na rozhraních solidifikačních útvarů s austenitickou maticí, viz Obr. 4-7D, F.
- Detailní informace získané při strukturní analýze každého ze sedmi hodnocených ZT lze nalézt v příloze č. 1.

Tab. 4-1: Charakteristický obsah legur v jednotlivých strukturních fázích (v jednotkách hm. %).

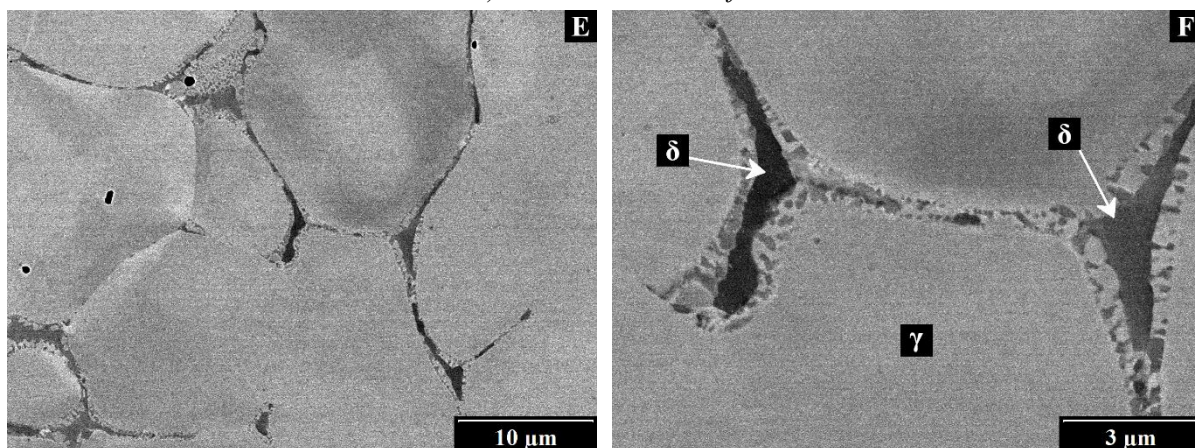
<b>návar</b>	<b>fáze</b>	<b>Fe</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>
<b>N1</b>	<b>austenit</b>	64÷67	22÷23	10÷12	0,8÷1,0	0,7÷0,9
	<b>ferit</b>	75÷76	19÷22	2÷4	max. 0,6	0,7÷1,4
	<b>sigma fáze</b>	58	35÷37	3÷4	0,6÷0,9	1,5÷1,9
<b>N2</b>	<b>austenit</b>	65÷73	19÷21	7÷12	0,9÷2,9	0,9÷1,1
	<b>ferit</b>	68÷77	17÷28	1÷5	0,1÷1,8	0,5÷1,2
	<b>sigma fáze</b>	54÷58	37÷40	0÷6	0,2÷2,2	1,3÷1,9



**DENR:** Strukturní útvary N1 prošlé částečnou transformací z delta-feritu na sigma fázi.

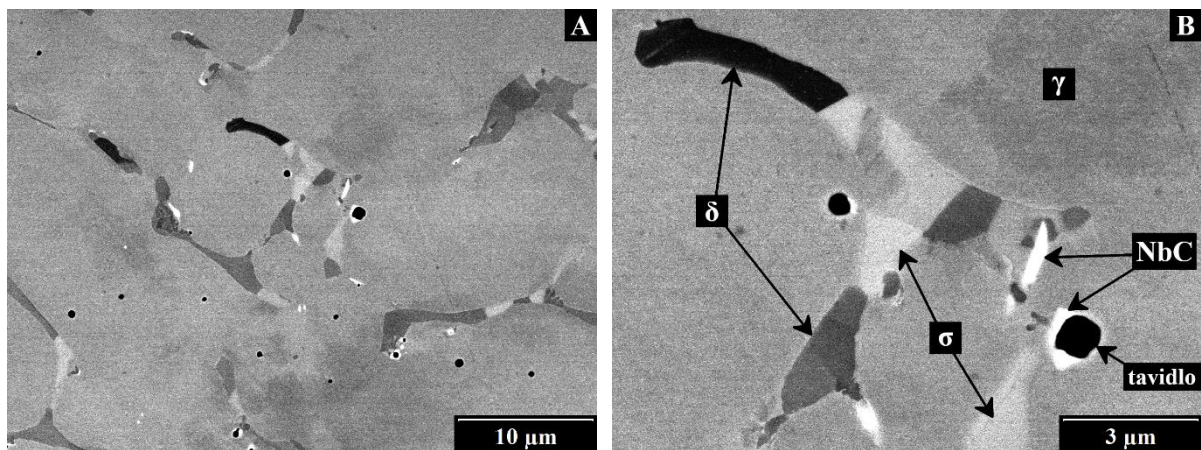


**TRR:** Strukturní útvary N1 v pokročilém stádiu transformace z delta-feritu na sigma fázi (bílé oblasti) a další sekundární fáze.

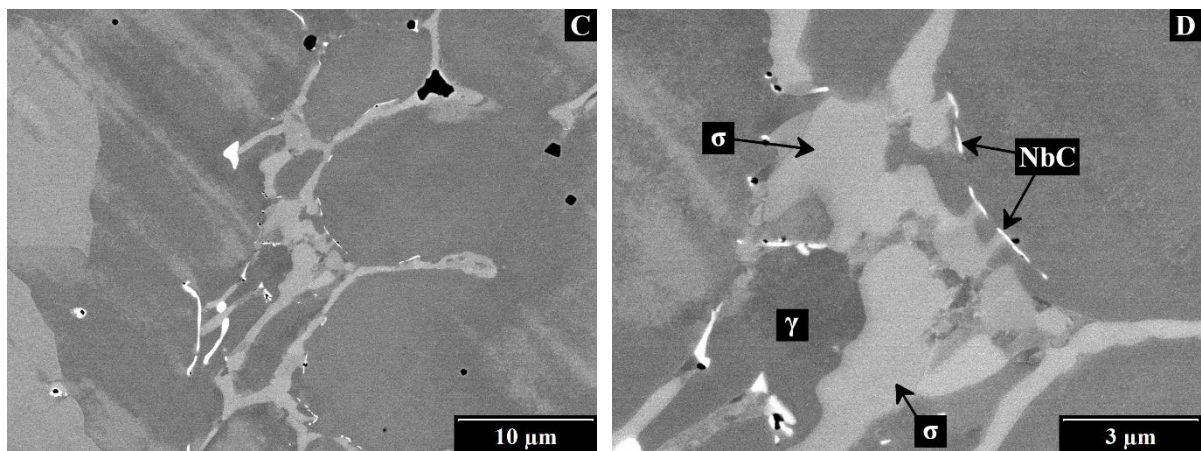


**CELR:** Jádra solidifikačních útvarů N1 tvořená zbytkovým delta feritem (černé oblasti) lemovaná produkty transformačních procesů, patrně částicemi  $\sigma$ , sekundárního austenitu, karbidů, atd.

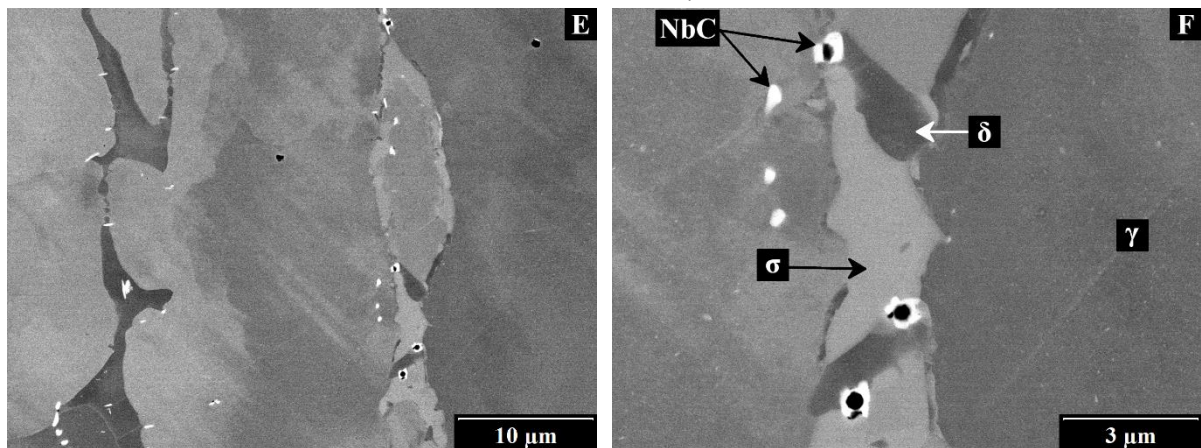
Obr. 4-6: Útvary solidifikační struktury prvního návaru (Sv 07Ch25N13) ve výbrusu vzorku S4. (Snímky pořízené v režimu SEM-BEC.)



*DENR: Strukturní útvary N2 ve stavu částečné transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost vměstků se zbytky tavidla.*

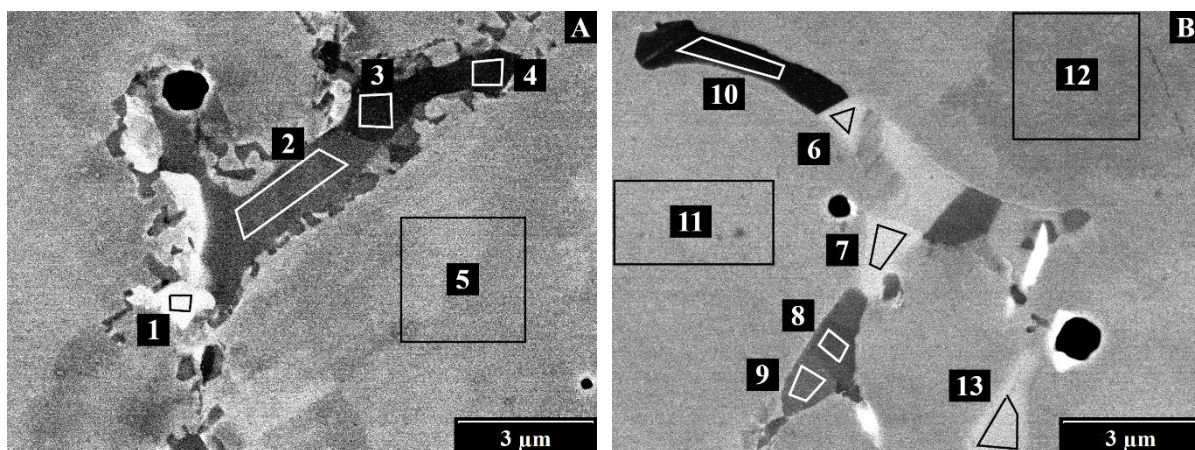


*TRR: Strukturní útvary N2 ve stavu úplné transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost částic obohacených niobem.*



*CELR: Protáhlé strukturní útvary N2 tvořené převážně delta feritem a sigma fází.*

*Obr. 4-7: Útvary solidifikační struktury druhého návaru (Sv 08Ch19N10G2B) ve výbrusech vzorků T4, T5. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)*



Obr. 4-8: Oblasti výbrusů vzorků S2 (první návar, obr. A) a T4 (druhý návar, obr. B), na kterých byla provedena EDX analýza.

Tab. 4-2: Výsledky EDX analýzy v oblastech 1-5 (první návar) a v oblastech 6-13 (druhý návar) definovaných na Obr. 4-8: Obsah relevantních prvků a identifikace fází. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace:
1	57,9	36,7	3,0	0,6	1,9	sigma fáze
2	75,5	18,5	4,3	0,5	1,2	delta ferit
3	75,5	20,0	3,1	—	1,4	delta ferit
4	76,0	20,6	2,1	—	1,3	delta ferit
5	63,6	22,9	11,6	1,0	0,9	austenit

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Identifikace:
6	56,1	38,3	2,5	1,6	1,6	sigma fáze
7	55,7	36,5	4,8	1,2	1,8	sigma fáze
8	70,0	27,6	1,3	0,3	0,9	delta ferit
9	68,1	27,3	1,7	1,8	1,1	delta ferit
10	69,7	26,1	1,2	1,7	1,2	delta ferit
11	67,6	19,0	10,1	2,5	0,9	austenit
12	68,5	20,2	8,6	1,9	0,9	austenit
13	57,8	38,1	0,2	2,0	1,9	sigma fáze



## 4.1.2 Procesy porušování

### Základní mikromechanismy porušování probíhající v návaru

Výsledky fraktografické analýzy provedené na lomových plochách sedmi hodnocených zkušebních těles naznačují, že se trhlina při zkoušce lomové houževnatosti vždy šířila mechanismem TG tvárného lomu. K tvorbě tvárných důlků však u jednotlivých ZT docházelo na odlišných typech mikrostrukturních útvarů. Nejvýznamnějšími útvary byly:

- 1) Segmenty solidifikačních buněk a dendritů tvořené částicemi sigma fáze:
  - Sigma fáze byla na lomových plochách identifikována pomocí EDX analýzy (Obr. 4-10 až Obr. 4-13). Chemické složení částic bylo shodné se složením částic identifikovaných ve výbrusech: Částice byly obohaceny chromem (33 až 37 hm. %) a v některých případech v nich byl potvrzen také vysoký obsah křemíku (až 1,9 hm. %).
- 2) Rozptýlené částice submikronových rozměrů:
  - Složení částic nebylo analyzováno. Informace shromážděné v rámci rešerše o návaru (kap. 2.4.3) naznačují, že se pravděpodobně jednalo převážně o karbidy obohacené chromem. Ve druhém návaru se tvárné důlky mohly kromě toho vytvářet na karbidech obohacených niobem.

Na proces tvárného šíření trhliny měla zásadní vliv lokální morfologie solidifikačních útvarů a jejich fázové složení. Intenzivní deformace austenitické matrice vedla k porušování segmentů solidifikačních útvarů, které byly tvořeny křehkými  $\sigma$  částicemi, a k jejich dekohezi od matrice. V blízkosti  $\sigma$  částic následně docházelo k růstu rozměrných tvárných důlků s výraznými stopami lokální plastické deformace. Vedle toho docházelo také k tvorbě podstatně menších tvárných důlků na submikronových částicích.

Intenzita porušování solidifikačních útvarů závisela na:

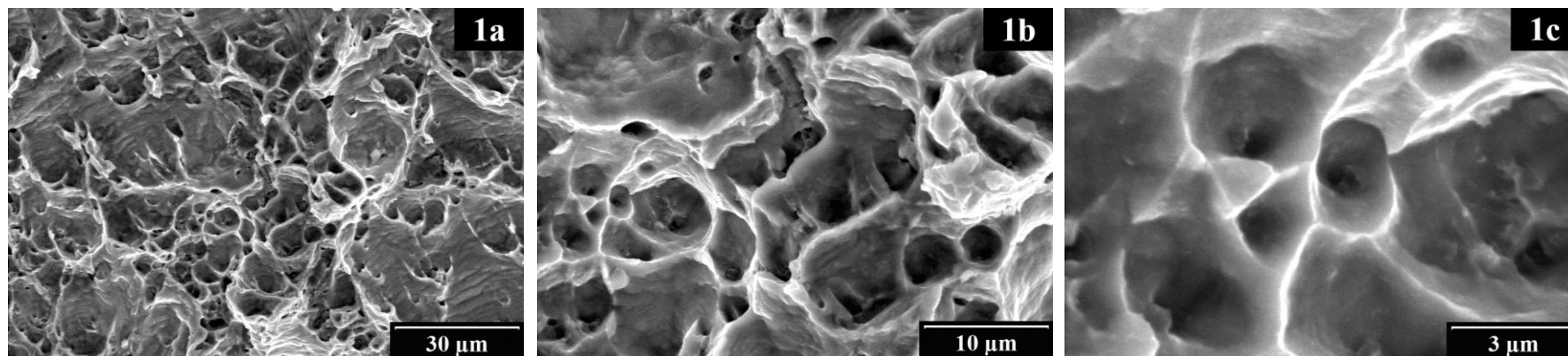
- relativním obsahu sigma fáze,
- rozměrech útvarů,
- míře spojitosti útvarů, resp.  $\sigma$  částic tvořících segmenty útvarů.

Tvrzení lze demonstrovat na obrazové dokumentaci pořízené při analýze lomové plochy a výbrusu zkušebního tělesa S4: Struktura CELR, ve které se nacházelo čelo předcyklované únavové trhliny, byla charakterizována solidifikačními buňkami o relativně malé tloušťce (1 až 2  $\mu\text{m}$ ) a nízkém obsahu sigma fáze, resp. vysokém podílu zbytkového delta feritu (viz Obr. 4-6E, F). Důsledkem toho se solidifikační buňky v procesu tvárného šíření trhliny

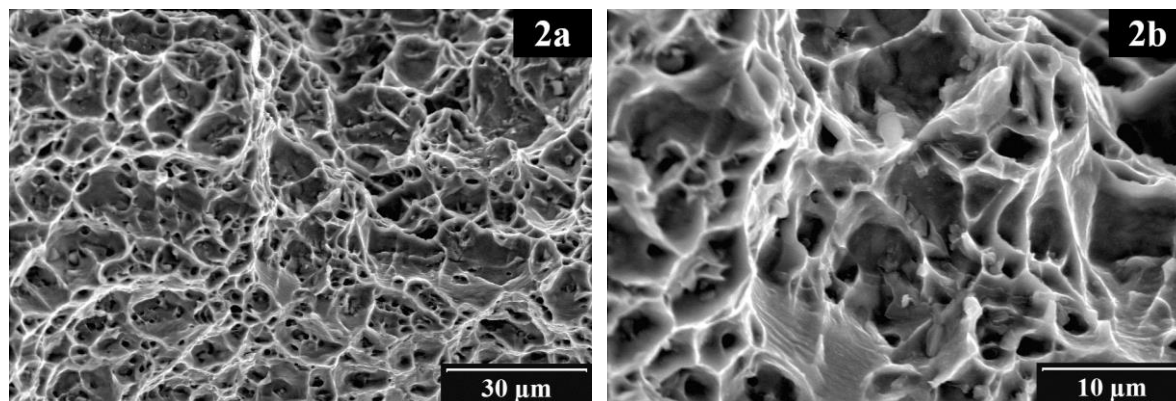
významně neprojevovaly a tvorba tvárných důlků se uskutečnila téměř výhradně na částicích submikronových rozměrů. Počáteční etapu šíření trhliny bylo možno charakterizovat jako „klasický“ TG tvárný lom. Po nárůstu trhliny o cca 400  $\mu\text{m}$  však trhlina prorostla do navazující strukturní oblasti, tedy TRR. Obr. 4-6C, D dokládají, že TRR byla charakterizována podstatně větší tloušťkou solidifikačních útvarů (2 až 4  $\mu\text{m}$ ) a vyšším podílem sigma fáze na složení dendritů. To se projevilo intenzivním porušováním  $\sigma$  částic, kolem nichž docházelo k růstu specifických tvárných důlků protáhlého tvaru a velmi velkých rozměrů, tzv. tvárných brázd (Obr. 4-10a). Mikromorfologické charakteristiky brázd korespondovaly s charakteristikami solidifikačních útvarů, které měly rovněž protáhlý tvar s osou rovnoběžnou s makroskopickým směrem šíření trhliny a které byly charakterizovány velkou mírou spojitosti (Obr. 4-5D).

Způsob porušování samotných  $\sigma$  částic byl ovlivněn jejich tvarem, rozměry a uspořádáním: Z pořízené obrazové dokumentace vyplývá, že rozměr sigma částic v rovině výbrusů jen zřídka převyšoval 10  $\mu\text{m}$ . Dokonce ani v oblastech charakterizovaných nejvyšším podílem sigma fáze se vnitřní struktura solidifikační útvarů neskládala z celistvých  $\sigma$  částic, nýbrž ze segmentů o rozměrech v řádu jednotek mikronů.  $\sigma$  částice byly mnohdy odděleny částicemi jiných sekundárních fází, viz např. Obr. 4-7C, D. Pořízená fraktografická dokumentace (Obr. 4-10 až Obr. 4-13) sice neposkytuje podklady pro jednoznačnou identifikaci vnitřních mikromechanismů porušování  $\sigma$  částic, avšak s největší pravděpodobností se jednalo o dvojici mikromechanismů: Štěpné porušování jednotlivých sigma částic a dekoheze rozhraní mezi sousedícími  $\sigma$  částicemi, resp. dekoheze fázového rozhraní  $\sigma$ - $\delta$ ,  $\sigma$ - $\gamma$ , atd.

Získané informace byly uplatněny pro stanovení vazby mezi mírou uplatnění dílčích mikromechanismů porušování a lomovou houževnatostí.

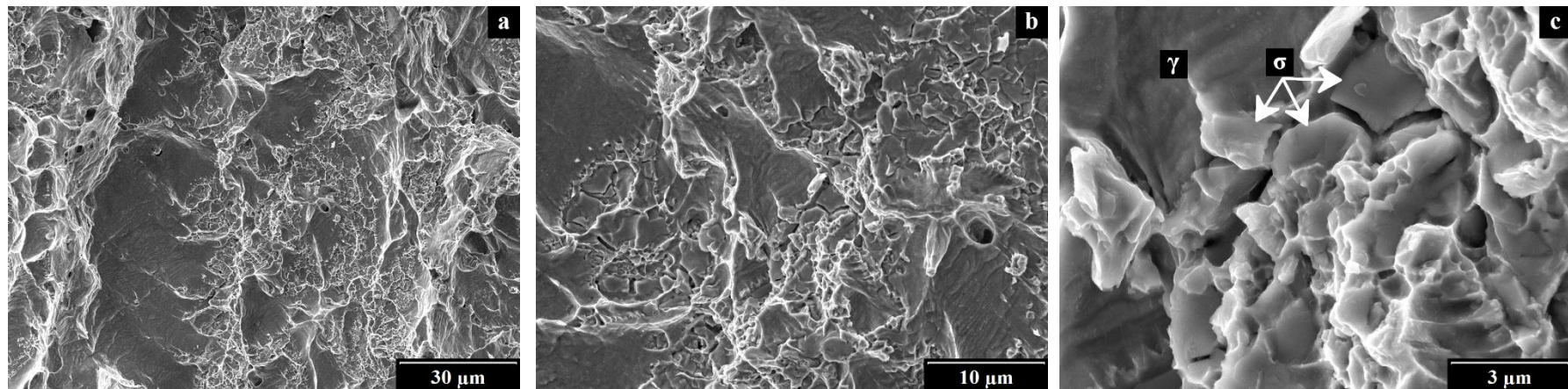


*První návar: TG tvárný lom.*



*Druhý návar: TG tvárný lom.*

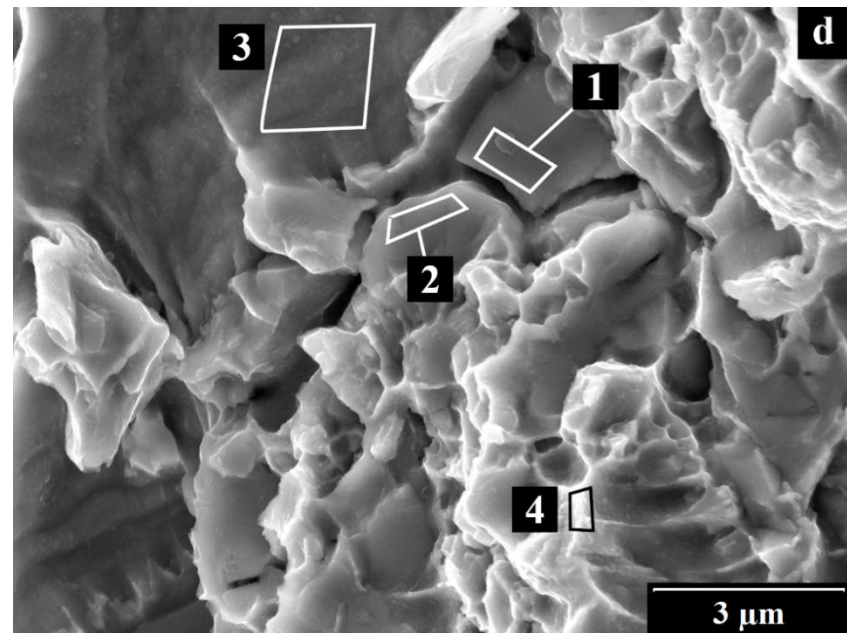
*Obr. 4-9: TG tvárné lomy v materiálech prvního návaru (obr. 1a–c), resp. druhého návaru (obr. 2a–c). Minimální množství fraktografických znaků porušování solidifikačních útvarů.*



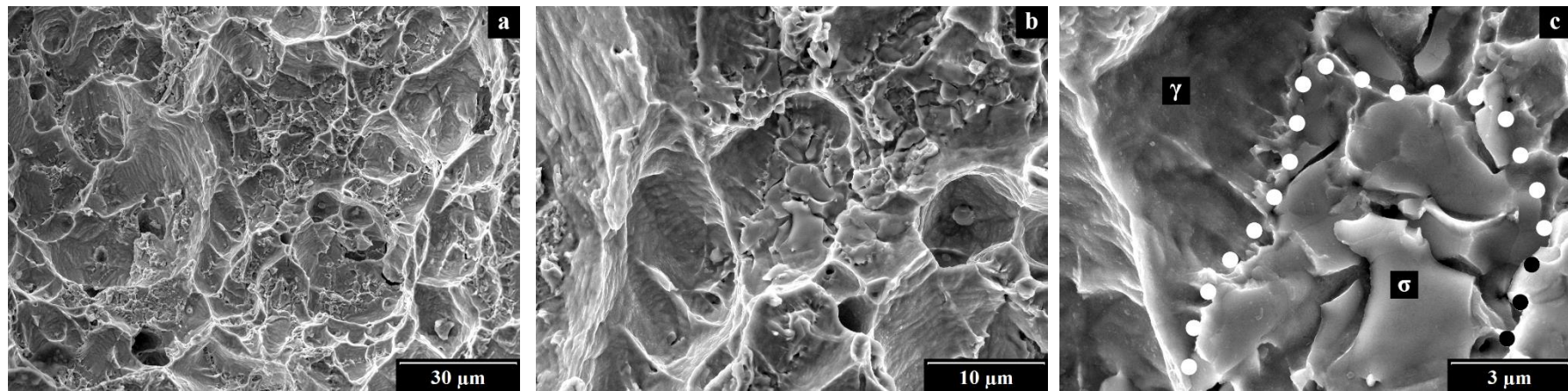
Oblast 2: Tvárné brázdy (a). Porušené  $\sigma$  částice (c), které tvořily segmenty solidifikačních útvarů a které přispěly k vytvoření brázd.

Tab. 4-3: Výsledky EDX analýzy, provedené v oblasti na Obr. 4-10 -d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	58,5	36,2	2,7	1,6	1,0	sigma fáze
2	58,4	35,9	3,0	1,2	1,4	sigma fáze
3	63,5	26,8	7,0	2,7	0,1	austenit
4	63,9	22,7	10,7	1,7	1,1	austenit



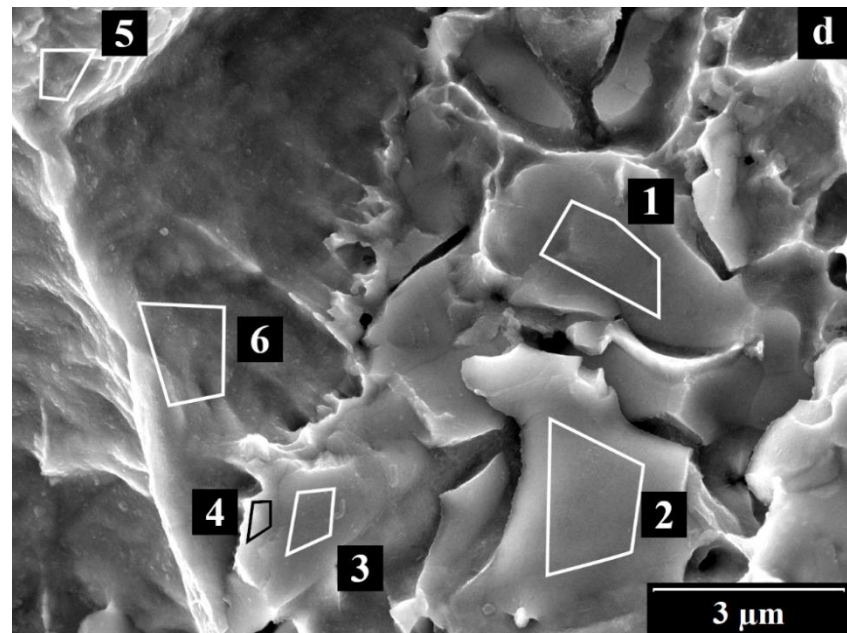
Obr. 4-10: Tvárný lom materiálu prvního návaru v oblasti TRR, těleso S4. Mikromorfologie tvárných brázd vytvořených na porušených  $\sigma$  částicích.



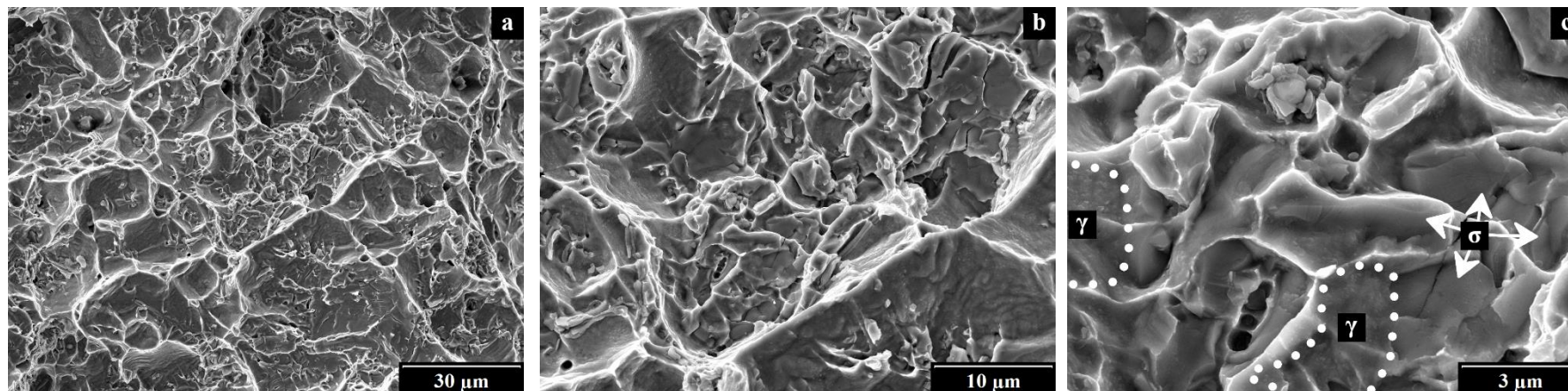
Makroskopicky tvárné porušení – TG tvárný lom (a). Některé tvárné důlky se vytvářely na porušených  $\sigma$  částicích (c).

Tab. 4-4: Výsledky EDX analýzy, provedené v oblasti na Obr. 4-11-d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	57,9	37,3	2,6	0,8	1,5	sigma fáze
2	58,8	36,1	3,1	0,3	1,6	sigma fáze
3	60,1	33,8	3,3	1,0	1,8	sigma fáze
4	68,3	23,5	6,1	1,3	0,9	austenit
5	63,7	29,1	6,2	0,7	0,3	neidentifikováno (ferrit / austenit)
6	64,8	23,0	10,0	1,0	1,1	austenit



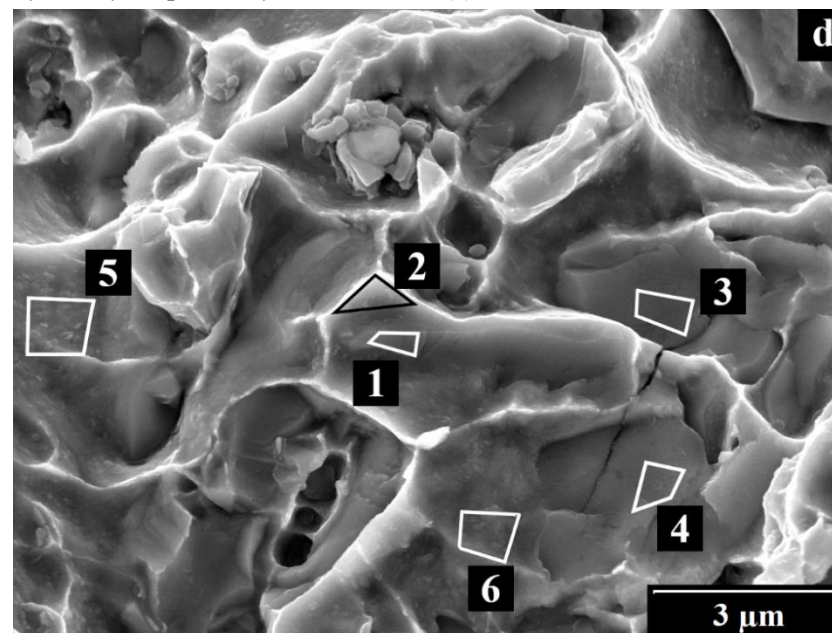
Obr. 4-11: Tvárný lom materiálu prvního návaru v DENR, těleso S4. Mikromorfologie tvárných důlků vytvořených na porušených  $\sigma$  částicích.



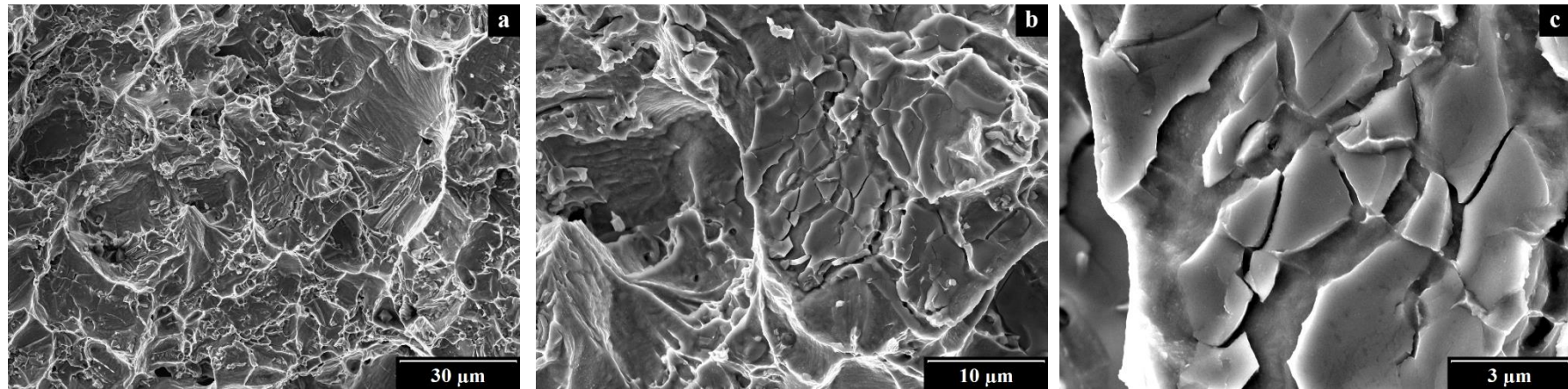
Makroskopicky tvárné porušení – TG tvárný lom (a). Některé tvárné důlky se vytvářely na porušených  $\sigma$  částicích (c).

Tab. 4-5: Výsledky EDX analýzy, provedené v oblasti na Obr. 4-12-d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	61,8	32,7	3,4	1,1	1,1	sigma fáze
2	69,9	21,9	5,6	1,6	1,1	neidentifikováno (pravděpodobně austenit)
3	59,7	33,9	3,4	1,4	1,7	sigma fáze
4	59,7	34,4	2,5	1,6	1,8	sigma fáze
5	65,8	21,4	10,1	1,8	1,0	austenit
6	64,5	25,0	8,3	1,2	1,0	austenit



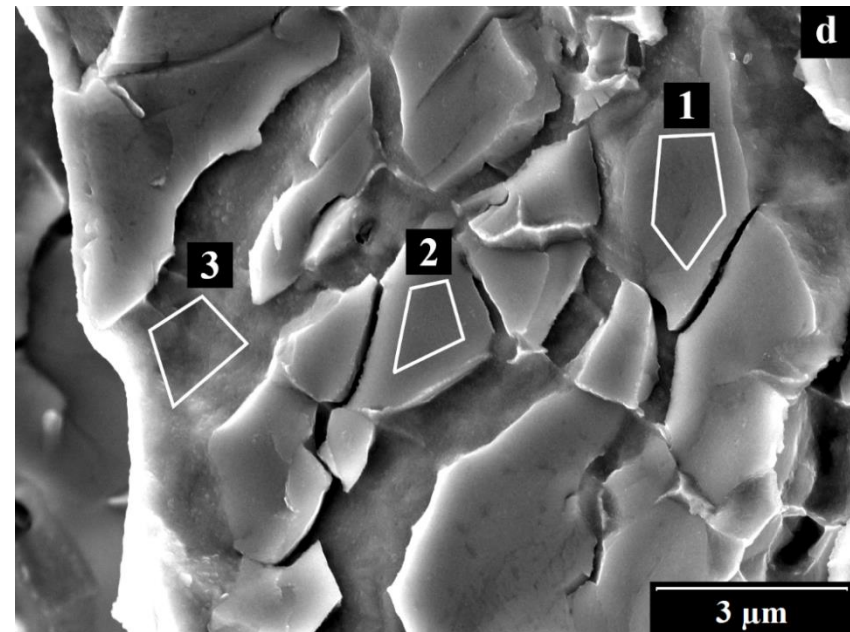
Obr. 4-12: Tvárný lom materiálu druhého návaru v CELR, těleso T5. Mikromorfologie tvárných důlků vytvořených na porušených  $\sigma$  částicích.



Makroskopicky tvárné porušení – TG tvárný lom (a). Některé tvárné důlky se vytvářely na porušených  $\sigma$  částicích (c).

Tab. 4-6: Výsledky EDX analýzy, provedené na lomové ploše T5 v oblasti na Obr. 4-13-d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	59,6	33,2	4,8	1,3	1,1	sigma fáze
2	60,1	32,8	4,4	1,4	1,4	sigma fáze
3	67,4	20,2	9,6	1,8	1,0	austenit



Obr. 4-13: Tvárný lom materiálu druhého návaru v CELR, těleso T5. Mikromorfologie tvárných důlků vytvořených na porušených  $\sigma$  částicích.

## **Vazba mezi jednotlivými mikromechanismy porušování a lomovou houževnatostí návaru**

V každém ze zkušebních těles S1 až S5 se čelo předcyklované únavové trhliny nacházelo ve vrstvě prvního návaru z oceli Sv 07Ch25N13. Současně byla trhlina vždy orientována tak, aby se šířila z N1 směrem na rozhraní s druhým návarem (ocel Sv 08Ch19N10G2B). Následuje stručný popis jednotlivých zkoušek SLH:

- Společnou charakteristikou lomových ploch zkušebních těles S2, S4 bylo, že se těsně za čelem únavové trhliny nacházela více či méně široká oblast, ve které se prakticky nevyskytovaly fraktografické znaky porušování  $\sigma$  částic, viz např. Obr. 4-9-1. Tvárné důlky se v těchto oblastech vytvářely téměř výhradně na částicích submikronových rozměrů. Na tuto oblast navazovala oblast vykazující znaky podstatně intenzivnějšího porušování  $\sigma$  částic, na nichž docházelo k tvorbě a růstu tvárných důlků podstatně větších rozměrů: Mikromorfologie lomových ploch byla vždy charakterizována tvárnými brázdami (Obr. 4-10).
- Při zkoušce SLH na tělese S3 se téměř vůbec neuplatňovaly procesy porušování  $\sigma$  částic. Trhlina se po celou dobu zkoušky šířila výhradně mechanismem „klasického“ TG tvárného lomu.
- Zcela opačný byl průběh zkoušky na tělese S1, při kterém už od samotného začátku zkoušky probíhalo intenzivní praskání sigma fáze. Mikromorfologie celé lomové plochy byla charakterizována tvárnými brázdami.
- Mikromorfologie lomové plochy vzorku S5 byla velmi podobná vzorku S2: V obou případech se ve vzdálenosti cca 150÷200  $\mu\text{m}$  za čelem předcyklované únavové trhliny nacházelo rozhraní mezi počáteční oblastí charakterizovanou tvárnými důlky relativně malých rozměrů a navazující oblastí charakterizovanou tvárnými brázdami. V případě S2 se však v počáteční oblasti téměř nevyskytovaly fraktografické znaky porušených  $\sigma$  částic, zatímco v případě S5 se porušené  $\sigma$  částice vyskytovaly velmi běžně.

Na základě uvedených skutečností bylo na pětici ZT skupiny S navrženo kritérium pro fraktografické vyhodnocení zkoušek SLH, které je shrnuto formou tabulky (Tab. 4-7): Hodnota  $J_{0,2}$  byla přímo úměrná šířce pásma bezprostředně za čelem předcyklované únavové trhliny, jehož mikromorfologie byla charakterizována prakticky úplnou absencí fraktografických znaků porušování  $\sigma$  částic.



Tab. 4-7: Navržené kritérium fraktografického hodnocení zkoušek SLH na souboru ZT skupiny prvního návaru.

ZT	Počáteční tvárný nárůst trhliny bez projevů porušování $\sigma$ částic ( $\mu\text{m}$ )	$J_{0,2}$ ( $\text{kJ m}^{-2}$ )	Poloha čela únavové trhliny
S1	0	73	TRR
S5	0	85	CELR-2
S2	150	149	CELR-2
S4	400	372	CELR-2
S3	1 150	408	DENR-1

K objasnění příčiny rozdílných průběhů zkoušek SLH přispěly informace získané metalografickým rozbohem zkušebních těles: Prostorové rozložení jednotlivých typů struktur (CELR-TRR-DENR) bylo u vzorků S1, S2, S4 a S5 velmi podobné. Na výbrusech jednotlivých ZT byly zjištěny mírné odlišnosti v šířce jednotlivých strukturních pásem. Zásadní vliv však měly jednak rozdíly v poloze čela předcyklované únavové trhliny, a jednak odlišné fázové složení jednotlivých strukturních oblastí:

- Čelo únavové trhliny se ve zkušebním tělese S1 nacházelo v oblasti spadající podle výbrusu do TRR. Jak již bylo uvedeno v předešlé sekci, solidifikační dendrity v TRR vykazovaly v porovnání s buněčnými útvary v CELR vyšší náchylnost ke křehkému porušování z důvodu vyššího obsahu sigma fáze a vyšší míry jejich spojitosti. Z tohoto důvodu docházelo již od samotného začátku zkoušky k tvorbě tvárných brázd a odpor materiálu vůči šíření trhliny byl nízký.
- Ve zkušebních tělesech S2, S4 se čelo únavové trhliny nacházelo v oblasti spadající podle výbrusu do CELR-2. Solidifikační buňky nacházející se v této oblasti vykazovaly obecně nízkou náchylnost ke křehkému porušování, a proto se trhliny šířily mechanismem „klasického“ TG tvárného lomu. Záhy však trhlina prorostla do TRR a začaly se uskutečňovat procesy porušování segmentů dendritů tvořených  $\sigma$  částicemi, což vedlo k tvorbě tvárných brázd a dramatickému poklesu odporu materiálu vůči šíření trhliny.
- Zkušební těleso S3 se od ostatních ZT zásadně lišilo rozložením struktur ve vrstvě N1: Solidifikační struktura byla tvořena téměř výhradně dendritickými strukturami. Čelo únavové trhliny se nacházelo v DENR-1 a šíření trhliny probíhalo směrem do DENR-2. Analýza fázového složení dendritů nebyla provedena. S ohledem na vysoce houževnaté chování materiálu při zkoušce SLH je však pravděpodobné, že obsah sigma fáze byl velmi nízký. Jednoznačné prokázání této domněnky by vyžadovalo podrobnější vyhodnocení výbrusu S3.

- Rozložení solidifikačních struktur v rovině šíření trhliny tělesem S5 bylo velmi podobné s S2. Zásadní rozdíl však spočíval ve fázovém složení útvarů nacházejících se v oblasti CELR-2, tedy v oblasti, ve které se v obou případech nacházelo čelo předcyklované únavové trhliny, a která měla rozhodující vliv na hodnotu lomové houževnatosti. Z výsledků metalografického rozboru vyplývá, že zatímco ve vzorku S2 se v CELR-2 nevyskytovaly téměř žádné  $\sigma$  částice, ve vzorku S5 byl podíl sigma fáze na stavbě buněk velmi vysoký. Fraktografická analýza následně prokázala, že se většina tvárných důlků vytvářela v blízkosti porušených  $\sigma$  částic. Ačkoliv se porušování  $\sigma$  částic zásadně neprojevovalo na lokálních rozměrech tvárných důlků (srovnatelných s S2 v CELR), projevovalo se podstatným usnadněním procesu tvorby tvárných důlků.

Ve druhém návaru (zkušební tělesa T4 a T5) byly konstatovány velice podobné závěry týkající se vazby mezi lomovou houževnatostí a mikromechanismy porušování: Při zkoušce SLH na zkušebním tělese T4 odpovídala převážná část procesu šíření trhliny „klasickému“ TG tvárnímu lomu (Obr. 4-9-2a, b); Zároveň je nutno dodat, že i v etapách makroskopicky „klasického“ TG tvárního lomu se projevovalo porušování  $\sigma$  částic, avšak jen ve velmi malé míře. Relativně malé rozměry částic byly příčinou toho, proč nedocházelo k tvorbě tvárných brázd. Naproti tomu při zkoušce na vzorku T5 se po většinu procesu šíření trhliny projevovalo porušování  $\sigma$  částic velmi intenzivně, což vedlo k tvorbě rozměrných tvárných důlků a brázd (Obr. 4-12, Obr. 4-13). Z tohoto důvodu byla lomová houževnatost vzorku T4 ( $183 \text{ kJ m}^{-2}$ ) mnohonásobně vyšší než lomová houževnatost vzorku T5 ( $28 \text{ kJ m}^{-2}$ ). Skutečnost, že se při zkoušce vzorku T4 (vzorek s jednou z nejvyšších hodnot lomové houževnatosti materiálu N2, viz Obr. 3-7 na str. 66) projevovalo porušování  $\sigma$  částic, je jednou z pravděpodobných příčin toho, proč byly u druhého návaru vyhodnoceny přibližně poloviční hodnoty lomové houževnatosti ve srovnání s prvním návarem (srovnání Obr. 3-6 s Obr. 3-7). Snížené hodnoty lomové houževnatosti N2 korespondují se skutečností, že v N2 byl podíl sigma fáze na stavbě solidifikačních útvarů celkově viditelně vyšší, než v N1.

Z uvedených skutečností vyplývají jednoznačné závěry experimentů zaměřených na návar:

- 1) V každé vrstvě návaru vyrobené jedním průchodem tavnou páskovou elektrodou se ve směru šíření trhliny v různých vzdálenostech od navařovaného povrchu vyskytovalo až 5 pásem charakterizovaných odlišnými typy solidifikačních struktur. Jednotlivá pásma se vzájemně lišila morfologií solidifikačních útvarů a jejich fázovým složením.
- 2) Lokální porušování částic sigma fáze tvořící segmenty solidifikačních buněk a dendritů prokazatelně snižovalo lokální odpor materiálu vůči šíření tvárné trhliny tím, že

usnadňovalo proces tvorby tvárných důlků. Intenzita porušování  $\sigma$  částic se lišila v závislosti na rozměrech částic.

- 3) Trhlina se vždy šířila mechanismem TG tvárného lomu. Jednotlivá pásma solidifikační struktury návarů byla charakterizována odlišnou lomovou houževnatostí  $J_{0,2}$ . Vysoký rozptyl hodnot lomové houževnatosti byl způsoben nahodilostí výskytu prvního strukturního pásma za čelem předcyklované únavové trhliny, které bylo dostatečně obohaceno částicemi sigma fáze.
- 4) Zvýšený podíl sigma fáze v solidifikační struktuře N2 byl příčinou snížených hodnot lomové houževnatosti  $J_{0,2}$  oproti N1.

Podrobnosti lze nalézt v příloze 1.

## 4.2 Svarový kov TNR VVER 1000

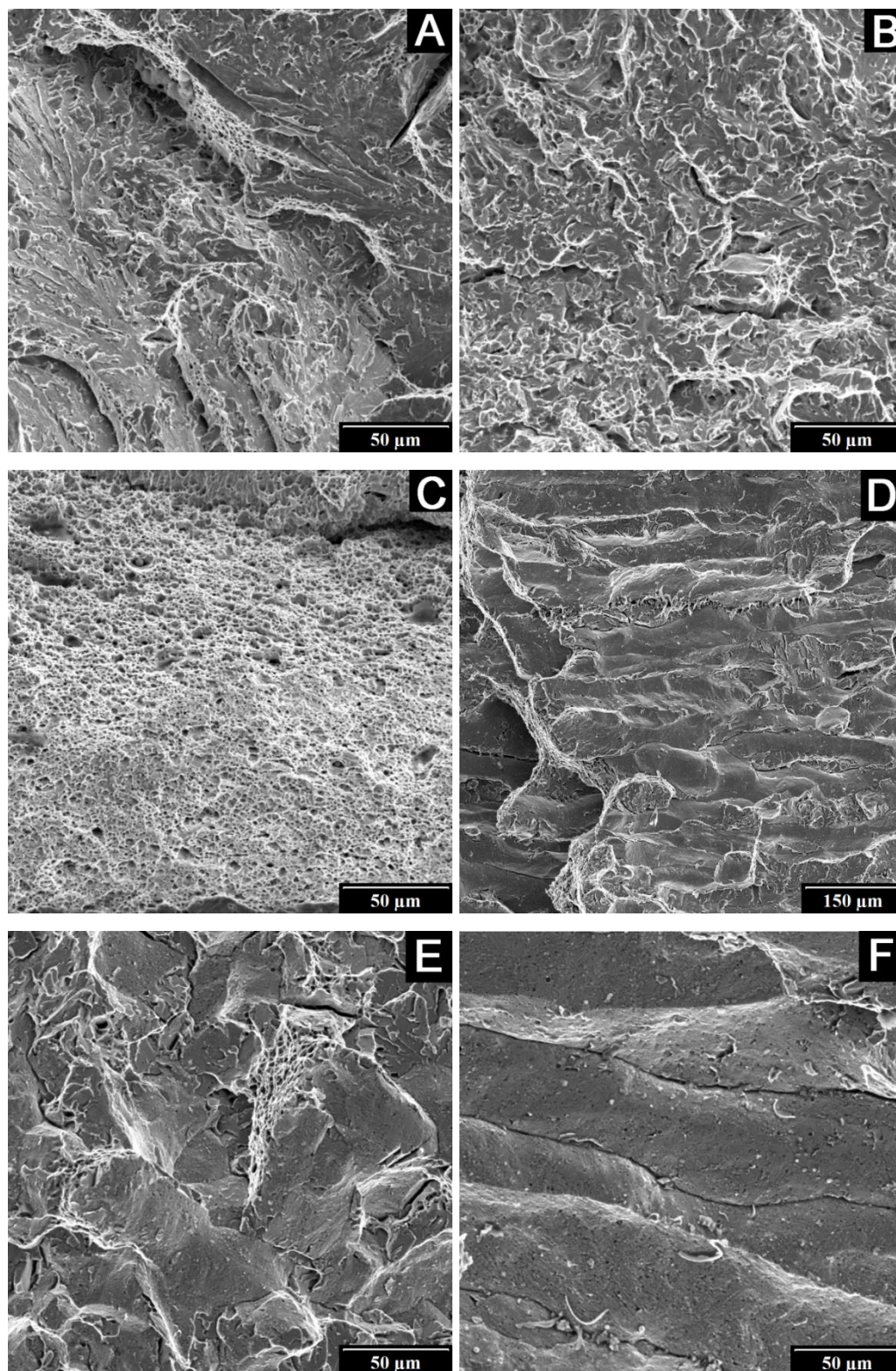
Základní charakteristika lomových ploch:

- 1) Těsně za kořenem vrubu se vždy nacházela více či méně široká oblast počátečního tvárného nárůstu trhliny (Obr. 4-14 C).
- 2) V centrální ploché části lomové plochy vždy převažovaly znaky TG štěpného lomu nad znaky IG dekoheze. Velikost a morfologie štěpných faset se na jednotlivých lomových plochách podstatně lišila – viz Obr. 4-14 A, B. Druhým nejčastějším mechanismem porušování zde byla IG dekoheze. V závislosti na lokální struktuře zrn SK byly pozorovány dvě odlišné mikromorfologie IG faset:
  - rovnoosé, odpovídající porušení po hranicích rovnoosých zrn (Obr. 4-14 E);
  - protáhlé, odpovídající porušení po hranicích sloupcovitých (kolumnárních) zrn (Obr. 4-14 F).
- 3) Ostatní okrajové oblasti lomových ploch byly tvořeny více či méně širokými smykovými okraji, resp. oblastí tvárného dolomu.

Na některých lomových plochách byly pozorovány velmi rozsáhlé souvislé oblasti, porušené mechanismem IG dekoheze. Oblasti měly tvar pásem dosahujících v některých případech šířky 1,5 mm a orientovaných rovnoběžně s makroskopickým směrem šíření trhliny (Obr. 4-14 D). Tato souvislá pásma byla tvořena fasetami kolumnárních zrn. Podélná osa kolumnárních zrn byla kolmá na makroskopický směr šíření trhliny. Těsně vedle každého takového pásma bylo vždy pozorováno ještě jedno užší pásmo, tvořené interkrystalickými fasetami rovnoosých zrn. Na těchto lomových plochách byly změřeny nejvyšší hodnoty plošného podílu IG dekoheze: 7,3 % až 17,4 %. Jednalo se o tělesa s označením N\_01, N\_02 (neozářená ZT), OZ1\_01, OZ1\_03 (fluence  $2,6 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ3\_02 (fluence  $5,8 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ5\_01, OZ5\_03 (fluence  $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ).

Na jiných ZT byly naproti tomu pozorovány jen osamocené interkrystalické fasety kolumnárních nebo rovnoosých zrn, případně rovnoosé IG fasety soustředěné do jediného pásma (orientovaného opět rovnoběžně s makroskopickým směrem šíření trhliny). Na těchto ZT byl v porovnání se ZT z předešlé skupiny pozorován podstatně nižší procentuální podíl znaků IG dekoheze: 2,1 % až 5,4 %. Jednalo se o tělesa OZ1\_02 (fluence  $2,6 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ2\_01 (fluence  $4,0 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ3\_01 (fluence  $5,8 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ4\_01, OZ4\_02, OZ4\_03 (fluence  $8,1 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ).

Na lomových plochách ostatních ZT se nevyskytovaly vůbec žádné fraktografické znaky IG dekoheze, nebo se na nich vyskytovaly jen v zanedbatelném množství (<1%). Jednalo se o tělesa N\_03 (neozářené ZT), OZ2\_02, OZ2\_03 (fluence  $4,0 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ3\_03 (fluence  $5,8 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), OZ5\_02 (fluence  $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ).

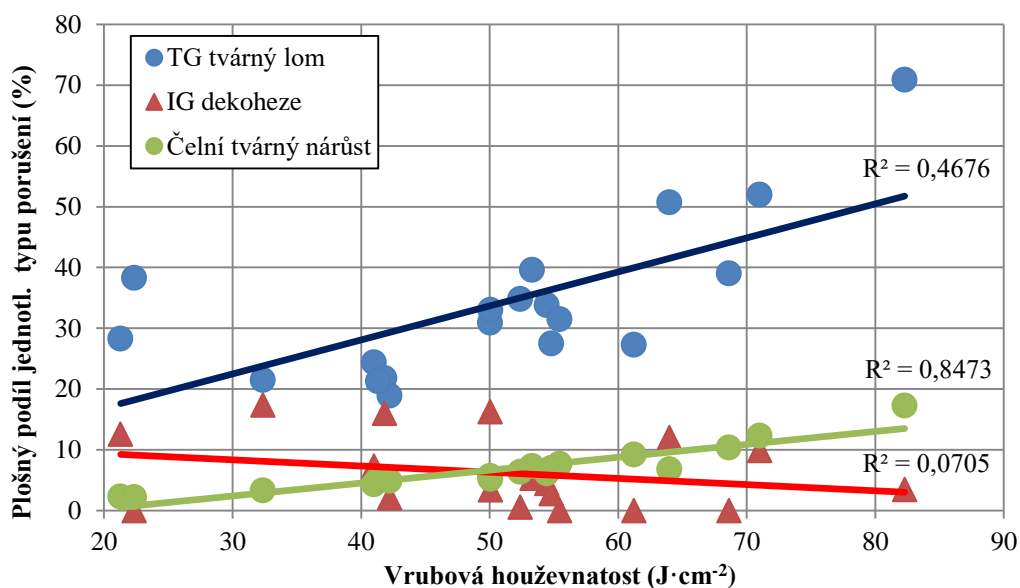


Obr. 4-14: Charakteristické fraktografické znaky na lomových plochách svarového kovu Sv 12Ch2N2MAA: TG štěpný lom (A, B), TG tvárný lom (C), IG dekoheze: rozsáhlé plochy sloupcovitých zrn (D), detail rovnoosých (E), detail sloupcovitých zrn (F).

Tab. 4-8: Výsledky kvantitativní fraktografické analýzy – plošný podíl fraktografických znaků jednotlivých typů porušení na lomových plochách.

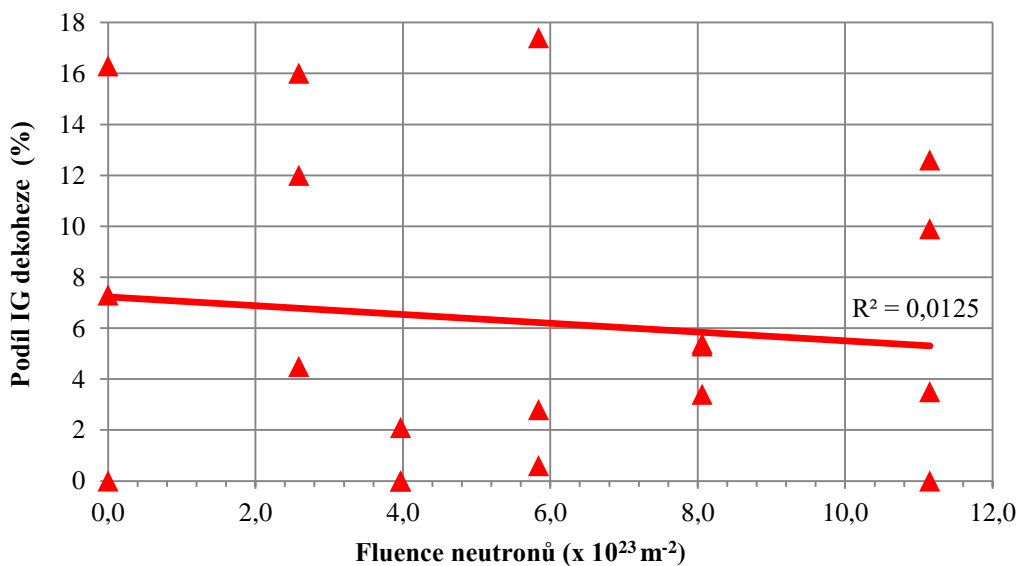
Označení ZT	Fluence ( $\times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), > 0,5 MeV	KCV ( $\text{J cm}^{-2}$ )	Plošný podíl (%)			
			TG tvárný lom	čelní tvárný nárůst	IG dekoheze	TG štěpný lom
N_01	0,0	41,0	24,4	4,3	7,3	68,3
N_02		50,1	30,9	5,7	16,3	52,8
N_03		68,6	39,0	10,4	0,0	61,0
OZ1_01	2,6	41,8	21,8	5,1	16,0	62,2
OZ1_02		54,5	33,8	6,1	4,5	61,7
OZ1_03		64,0	50,7	6,8	12,0	37,3
OZ2_01	4,0	42,2	18,9	4,9	2,1	79,0
OZ2_02		55,5	31,5	7,7	0,0	68,5
OZ2_03		61,2	27,3	9,2	0,0	72,7
OZ3_01	5,8	54,8	27,5	7,0	2,8	69,7
OZ3_02		32,4	21,5	3,3	17,4	61,1
OZ3_03		52,4	34,8	6,4	0,6	64,6
OZ4_01	8,1	41,3	21,3	5,1	5,4	73,3
OZ4_02		50,1	33,0	5,2	3,4	63,6
OZ4_03		53,3	39,6	7,3	5,3	55,1
OZ5_01	11,2	21,3	28,3	2,3	12,6	59,1
OZ5_02		22,4	38,3	2,2	0,0	61,7
OZ5_03		71,0	52,0	12,3	9,9	38,1
OZ5_04		82,3	70,9	17,3	3,5	25,6

Na Obr. 4-15 jsou graficky znázorněny hodnoty plošného podílu vybraných fraktografických znaků změřených na lomových plochách jednotlivých ZT v závislosti na vrubové houževnatosti.



Obr. 4-15: Plošný podíl fraktografických znaků na lomové ploše v závislosti na vrubové houževnatosti: TG tvárný lom, samotný čelní tvárný nárůst trhliny z kořene vrubu a IG dekoheze.

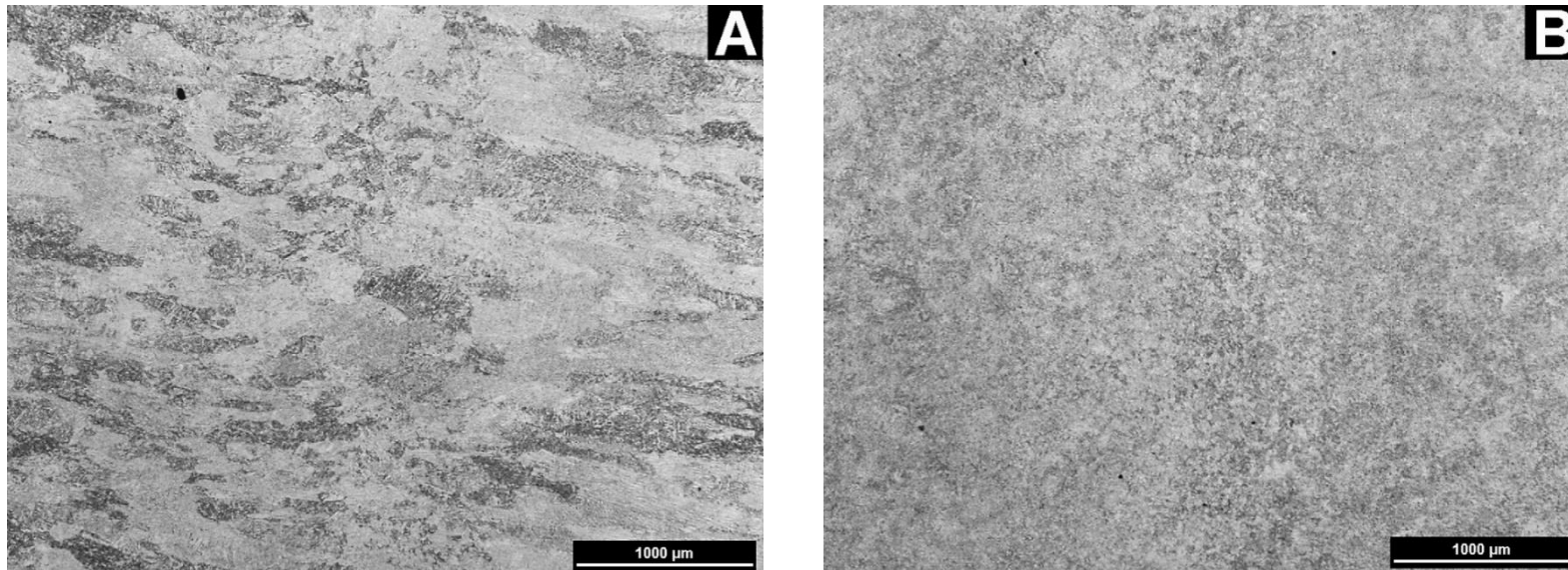
Množství IG dekoheze v závislosti na neutronové dávce je graficky znázorněno na Obr. 4-16.



Obr. 4-16: Výskyt IG dekoheze v závislosti na neutronové fluenci.

### 4.2.1 Metalografický rozbor

Metalografický rozbor byl proveden na neozářených zkušebních tělesech N\_01 a N\_03. Tato tělesa byla záměrně vybrána kvůli velmi rozdílným hodnotám plošného podílu IG dekoheze (7,3%, resp. 0%). Bylo zjištěno, že se struktury materiálu ve zkušebních tělesech významně lišily. Ve zkušebním tělese N\_01 byla pozorována struktura hrubých kolumnárních zrn (Obr. 4-17A). Ve struktuře materiálu v tělese N\_03 se žádná kolumnární zrna nevyskytovala. Vyskytovala se zde výhradně rovnoosá zrna mnohem menších rozměrů, než na N\_01 (Obr. 4-17B).



Obr. 4-17: Metalografický rozbor svarového kovu Sv 12Ch2N2MAA (výbrus rovnoběžný s lomovou plochou, těsně pod lomovou plochou): struktura hrubých kolumnárních zrn (A), resp. struktura jemných rovnoosých zrn. Tato metalografická dokumentace byla poskytnuta Ing. Zuzanou Skoumalovou (ÚJV Řež, a. s.).



## 5 Diskuze

### 5.1 Austenitický návar TNR VVER 440

#### 5.1.1 Vazba mezi jednotlivými mikromechanismy porušování a lomovou houževnatostí

V diplomové práci [67] byla provedena základní fraktografická analýza lomových ploch 29 zkušebních těles z neozářeného austenitického návaru reaktorové nádoby typu VVER 440 porušených při zkouškách statické lomové houževnatosti. Na tyto činnosti bylo přímo navázáno v této disertační práci výběrem 7 ZT z původního souboru za účelem jejich podrobení podstatně detailnější fraktografické analýze a za účelem provedení strukturní analýzy.

Hlavní závěr diplomové práce [67] spočíval v konstatování 2 skutečností:

- 1) Porušování obou materiálů austenitického návaru, tedy prvního návaru (ocel Sv 07Ch25N13) i druhého návaru (ocel Sv 08Ch19N10G2B), v neozářeném stavu a v rozmezí zkušebních teplot 24 až 270 °C probíhalo v zásadě dvěma mechanismy:
  - „Klasický“ TG tvárný lom vedoucí k vytvoření lomové plochy s mikromorfologií charakterizovanou homogenně rozmístěnými tvárnými důlky relativně malých rozměrů, viz Obr. 5-1a.
  - Mechanismus definovaný v [67] jako „tvárné porušení po hranicích útvarů solidifikační struktury návaru“ vedoucí k vytvoření lomové plochy s mikromorfologií podstatně odlišnou od předešlého případu, viz Obr. 5-1b.
- 2) Na zkušebních tělesech, na jejichž lomových plochách převažovaly fraktografické znaky „klasického“ TG tvárního porušení, byly vyhodnoceny několikanásobně vyšší hodnoty lomové houževnatosti  $J_{0,2}$ , než u ZT s převahou porušení druhého uvedeného typu.

Experimenty provedené v této práci přinesly nové a cenné informace o struktuře materiálu a procesech porušování, které umožnily zpřesnit a rozšířit předešlé závěry následujícím způsobem:

- 1) Mechanismus porušování materiálu návaru odpovídal vždy TG tvárnímu lomu: Morfologie všech částí lomových ploch byla tvořena tvárnými důlky větších či menších rozměrů.

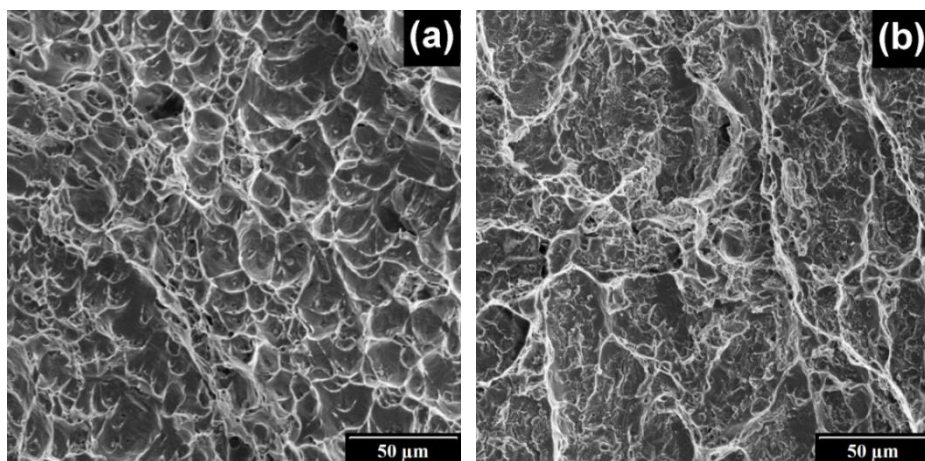
- 2) Při šíření tvárné trhliny se lokálně projevovaly procesy porušování segmentů solidifikační struktury návaru (buněk a dendritů), které byly tvořeny částicemi sigma fáze. Intenzita porušování závisela na parametrech strukturních útvarů, zejména na relativním podílu  $\sigma$  částic, rozměrech buněk a dendritů a míře jejich spojitosti. Porušené  $\sigma$  částice se při šíření trhliny projevovaly jako zárodky, kolem nichž docházelo k tvorbě tvárných důlků.
- 3) Tvar a rozměry tvárných důlků závisely na parametrech solidifikačních útvarů:
  - a) V oblastech, ve kterých byla solidifikační struktura charakterizována spojitými útvary protáhlého tvaru, docházelo k tvorbě tzv. tvárných brázd (Obr. 5-1b). V N1 byl tento způsob porušování charakteristický pro pásmo TRR (přechodová oblast mezi celulární oblastí, CELR, a dendritickou oblastí, DENR). V N2 byl tento způsob porušování charakteristický kromě TRR také pro CELR.
  - b) V oblastech charakterizovaných nižší mírou spojitosti  $\sigma$  částic docházelo obvykle k tvorbě rovnoosých důlků. V závislosti na rozměrech  $\sigma$  částic docházelo buď k tvorbě tvárných důlků o rozměrech významně převyšujících 10  $\mu\text{m}$  (viz např. snímky lomové plochy na Obr. 4-11, str. 93, v oblasti DENR-1 prvního návaru), nebo důlků podstatně menších rozměrů srovnatelných např. s těmi na Obr. 5-1 (viz např. popis zkušebního tělesa S5 v příloze č. 1, oblast CELR).
  - c) V oblastech, ve kterých se viditelně neprojevovaly procesy porušování solidifikačních útvarů (zejména v důsledku lokálně nízkého obsahu sigma fáze), docházelo k tvorbě tvárných důlků na částicích submikronových rozměrů. To se projevilo vytvořením povrchu charakterizovaného tvárnými důlky relativně malých rozměrů (většinou do 10  $\mu\text{m}$ ), viz Obr. 5-1a;
- 4) Proces porušování částic sigma fáze se projevilo usnadněním procesu tvorby tvárných důlků a snížením odporu materiálu vůči šíření tvárné trhliny.

### 5.1.2 Porovnání výsledků s literaturou

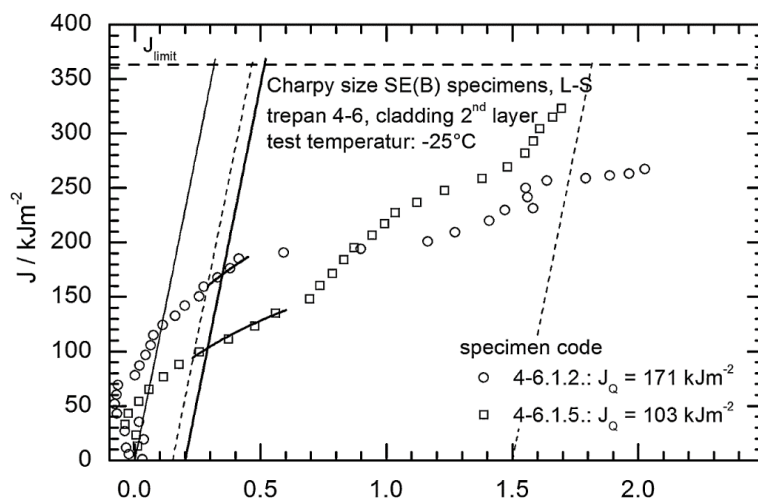
Neozářený austenitický návar hodnocený v této disertační práci projevoval v rozsahu od pokojové teploty až po provozní teplotu poměrně dobré lomové chování. V některých strukturních podoblastech jednotlivých vrstev návaru se projevovaly více či méně intenzivní procesy lokálního křehkého porušování  $\sigma$  částic, které usnadňovaly proces tvorby tvárných důlků; Mechanismus šíření trhliny však zůstával kvalitativně vždy stejný, tj. tvárný a stabilní. Je ale velkou otázkou, zda by se stejně stabilní charakter šíření trhliny zachoval také po ozáření materiálu:

- 1) Výsledky selektivního měření mikrotvrdosti jednotlivých strukturních fází materiálu návaru publikované v [25] svědčí o vysoké rychlosti radiačního vytvrzování feritické fáze, které může být až 1,5 krát intenzivnější, než zpevňování austenitické fáze. Lze proto očekávat, že po ozáření se výše popsané nežádoucí procesy budou projevovat nejenom v oblastech obohacených sigma fází, nýbrž i v oblastech charakterizovaných vysokým podílem zbytkového feritu;
- 2) Radiační zpevňování austenitické matrice a procesy vedoucí k oslabení hranic zrn mohou způsobit vyšší náchylnost materiálu k interkrystalickému porušování. To znamená, že porušení sigma částice na hranici zrn může způsobit iniciaci interkrystalické dekoheze spojené s nestabilním šířením trhliny a náhlým porušením návarové vrstvy. Případy křehkého interkrystalického porušování návaru TNR VVER 440 byly experimentálně potvrzeny při zkouškách lomové houževnatosti provedených na návaru z Greifswaldské jaderné elektrárny vystavenému reálnému provoznímu ozařování, viz publikaci [56].

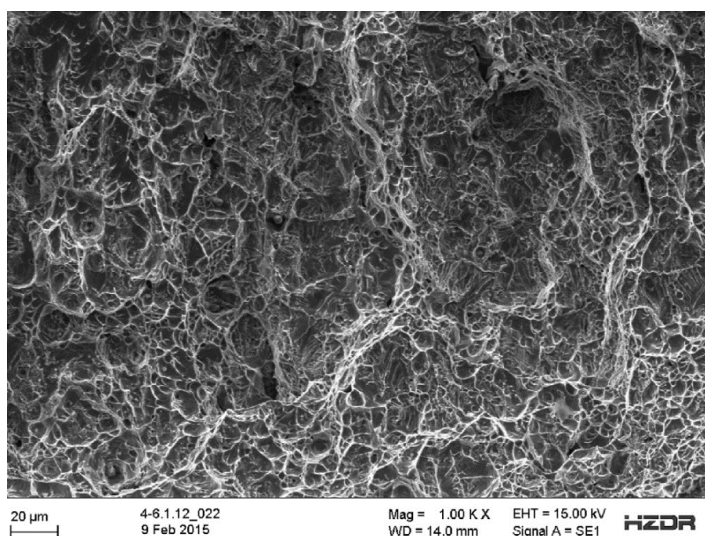
Výsledky této disertace a publikace [56] jsou konzistentní ještě v jednom smyslu: V záznamech zkoušek SLH publikovaných v uvedeném článku ve formě J-R křivek se mnohdy vyskytovaly projevy významného kolísání směrnice křivky, viz Obr. 5-2. Z výsledků fraktografické analýzy vyplývalo, že polohy náhlých změn směrnice křivky byly totožné s polohami, ve kterých se na lomových plochách náhle měnil charakter mikromorfologických znaků. Na Obr. 5-3 je zdokumentována jedna z těchto oblastí, která byla na základě jejích projevů při zkoušce SLH v publikaci označena výstižným anglickým termínem “low tearing strength region”. Mikromorfologické charakteristiky této oblasti jsou shodné s charakteristikami některých oblastí zdokumentovaných v této disertační práci (porovnání Obr. 5-3 s Obr. 5-1b): Bylo možné je charakterizovat jako „tvárné brázdy“, a stejně jako v publikaci [56] byly identifikovány jako oblasti se sníženým odporem vůči tvárnému šíření trhliny.



Obr. 5-1: Dva typy tvárného porušení prvního návaru (Sv 07Ch25N13): Klasický TG tvárný důlkovitý lom, lomová houževnatost  $J_{0,2}=335 \text{ kJ m}^{-2}$  (a), „tvárné porušení po hranicích útvarů solidifikační struktury (buněk/dendritů)“, lomová houževnatost  $J_{0,2}=149 \text{ kJ m}^{-2}$  (b). Převzato z [67].



Obr. 5-2: Změny směrnice J-R křivky detekované v záznamu dvojice zkoušek SLH provedených na ozářeném návaru z Greifswaldského reaktoru. Převzato z [56].



Obr. 5-3: Oblast charakterizovaná v publikaci [56] termínem “low tearing strength region”.

### **5.1.3 Návrhy pro navazující experimentální činnost**

Hlavní závěr disertační práce lze shrnout konstatováním skutečnosti, že lokální lomová houževnatost návaru byla v první řadě závislá na intenzitě křehkého porušování sigma fáze tvořící segmenty útvarů solidifikační struktury návaru. Porušené částice byly na lomové ploše identifikovány jako sigma fáze na základě informací o obsahu prvků získaných pomocí EDX analýzy: Změřené hodnoty se shodují s hodnotami charakteristickými pro sigma fázi, které byly shromážděny v rámci rešerše (viz např. [57, 58]). Tyto informace však nevypovídají nic o vnitřní struktuře částic, jejíž vyhodnocení je pro jednoznačnou identifikaci částic nezbytná. Podklady pro jednoznačnou identifikaci sigma fáze by bylo možné získat např. pomocí technik transmisní elektronové mikroskopie, nebo difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD).

## 5.2 Svarový kov TNR VVER 1000

### 5.2.1 Vliv neutronového ozáření na míru interkrystalického porušování SK

Před zahájením experimentu se předpokládalo, že neozářený SK se nebude porušovat mechanismem interkrystalické dekoheze vůbec, nebo že se jím bude porušovat jen v zanedbatelné míře. Dále se předpokládalo, že se míra interkrystalického porušování bude zvyšovat úměrně neutronové fluenci. Tato očekávání se však nenaplnila. Už v neozářeném stavu byly u některých vzorků stanoveny poměrně významné hodnoty plošného podílu IG dekoheze: Např. na vzorku N\_02 byl změřen 16,3% podíl fraktografických znaků IG dekoheze. Současně byl u některých vysoce ozářených vzorků, např. OZ2\_02, OZ2\_03 (fluence  $4,0 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), nebo OZ5\_02 (fluence  $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ), výskyt IG porušování jednoznačně vyloučen.

Tento výsledek je nekonzistentní s výsledky publikovanými v článku [7], ve kterém byly prezentovány výsledky zkoušek rázem v ohybu provedených na stejném typu svarového kovu, Sv 12Ch2N2MAA, a výsledky podrobného fraktografického a metalografického rozboru ZT. Obsah niklu v materiálu z práce [7] byl vyšší (1,77 %), než v materiálu hodnoceném v této disertační práci (1,67 %), a proto bylo možné očekávat vyšší míru interkrystalického porušování. Na lomových plochách ZT zkoušených v neozářeném stavu však byl vyhodnocen prakticky nulový podíl IG dekoheze. Znaky interkrystalického lomu byly detekovány pouze v ozářeném stavu. S rostoucí neutronovou fluencí byl prokázán růst míry interkrystalického módu porušování.

Další zvláštností souboru výsledků této disertační práce je velmi vysoký rozptyl hodnot plošného podílu IG dekoheze. Např. na 3 zkušebních tělesech skupiny N (neozářený stav) byly vyhodnoceny 3 velice rozdílné hodnoty IG dekoheze (0 %, resp. 7,3 %, resp. 16,3 %), ačkoliv byla všechna tato ZT zkoušena za stejné teploty (-50 °C). Podobné chování materiálu bylo možné pozorovat také ve skupinách ozářených ZT. Tato skutečnost svědčí o nehomogenitě struktury, kterou potvrdil metalografický rozbor vzorků N\_01 a N\_03:

Metalografický rozbor prokázal, že se struktury materiálu na obou vzorcích významně lišily. Struktura N\_01 byla tvořena hrubými kolumnárními zrny (Obr. 4-17A na str. 104). To se při zkoušce vrubové houževnatosti projevilo tím, že se trhlinka šířila po hranicích těchto kolumnárních zrn a na lomové ploše byl vyhodnocen relativně vysoký plošný podíl IG faset. Naproti tomu, ve struktuře N\_03 se žádná kolumnární zrna nevyskytovala. Struktura byla

tvořena výhradně rovnoosými zrny a byla mnohem jemnější (Obr. 4-17B). Na lomové ploše N\_03 nebyly nalezeny žádné fraktografické znaky IG dekoheze. Celá centrální část nosného průřezu ZT se porušila téměř výhradně mechanismem TG štěpného lomu. Jemnější struktura se projevila také tím, že štěpné fasety byly na lomové ploše N\_03 jemnější (Obr. 4-14 B), než na N\_01 (Obr. 4-14 A).

Bylo konstatováno, že struktura materiálu v jednotlivých zkušebních tělesech tvořících skupinu neozářených těles (N) se významně lišila a bylo možné předpokládat, že ani v jednotlivých skupinách ozářených vzorků (OZ1 až OZ5) nebyla struktura materiálu konzistentní. Variabilita struktury byla patrně způsobena vysokou mírou heterogenity svarového spoje, jehož rozřezáním byla ZT vyrobena, resp. způsobem třídění vzorků do skupin.

Z výsledků fraktografické analýzy a metalografického rozboru bylo možné vyvodit tyto závěry:

- 1) Množství TG štěpného lomu na lomových plochách všech 19 hodnocených ZT mnohonásobně převyšovalo množství IG dekoheze (viz Tab. 4-8 na str. 102).
- 2) Všechna ZT – bez ohledu na neutronovou fluenci – bylo možné rozdělit do dvou kategorií podle struktury materiálu nacházejícího se v rovině šíření trhliny, přičemž každá z těchto základních struktur vykazovala značně odlišnou tendenci k interkrystalickému porušování:
  - a) Vzorky s výraznou převahou hrubozrnné struktury s kolumnárními zrny: Na lomových plochách těchto vzorků byl vyhodnocen relativně vysoký podíl IG dekoheze, protože IG fasety protáhlého tvaru vytvářely rozsáhlé spojitě oblasti (Obr. 4-14 D). Lze sem zařadit zejména vzorky N\_01, N\_02, OZ1\_01, OZ1\_03, OZ3\_02, OZ5\_01 a OZ5\_03. Kromě toho bylo pozorováno, že fasety TG štěpného lomu zde měly relativně velké rozměry korespondující s velkými rozměry zrn.
  - b) Vzorky s převahou jemnozrnné struktury s rovnoosými zrny: Na lomových plochách těchto vzorků byl vyhodnocen velmi nízký, případně nulový podíl IG dekoheze. Lze sem zařadit zejména vzorky N\_03, OZ2\_01, OZ2\_02, OZ2\_03, OZ3\_03 a OZ5\_02). Také bylo zjištěno, že se zde vyskytovaly štěpné fasety podstatně menších rozměrů, než v předchozím případě.
- 3) Skutečnost, že se v experimentálním materiálu už v neozářeném stavu vyskytovaly stejně vysoké hodnoty IG dekoheze, jako ve všech ozářených stavech, svědčí o tom, že hranice strukturních zrn byly v maximální míře oslabeny už ve výchozím stavu a následné neutronové ozáření už žádné další oslabení zrn nezpůsobilo. Příčina oslabení hranic zrn není známa, mohlo k ní dojít např. nedodržením technologického postupu při výrobě

svarového spoje a rozvojem procesů způsobujících tzv. popouštěcí křehkost. Popouštěcí křehkost se na mechanických vlastnostech ocelí projevuje podobným způsobem, jako neutronového ozáření, mimo jiné oslabením hranic zrn.

- 4) Míra IG dekoheze v průběhu lomu ZT při každé zkoušce vrubové houževnatosti závisela na tom, která ze zmíněných struktur SK se nacházela v rovině šíření trhliny. Pokud se zde nacházela oblast s kolumnární strukturou zrn, byla míra interkrystalického porušování vyšší, než v případě jemnozrnné struktury.

### **5.2.2 Vazba mezi jednotlivými mechanismy porušování a vrubovou houževnatostí**

Na Obr. 4-15 na straně 103 jsou v jediném grafu shrnuty výsledky měření plošného podílu jednotlivých fraktografických znaků (celkový tvárný lom, samostatná plocha čelního tvárního nárůstu trhliny a IG dekoheze) na lomových plochách všech těles bez ohledu na neutronovou fluenci:

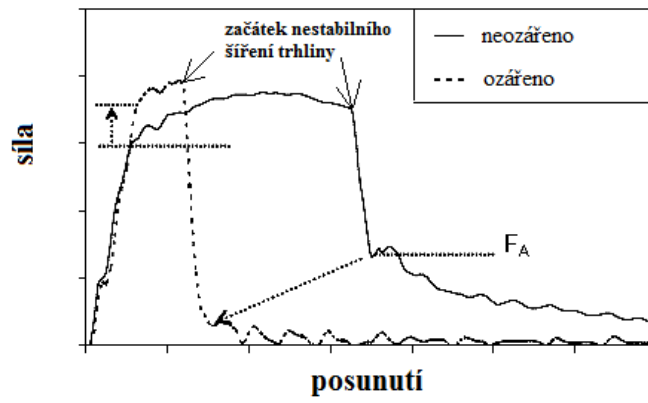
- 1) **Interkrystalická dekoheze:** Z grafu na Obr. 4-15 vyplývá, že vrubová houževnatost byla prakticky nezávislá na míře interkrystalického porušování. Korelace mezi hodnotami plošného podílu IG dekoheze a KCV byla v důsledku vysokého rozptylu naměřených hodnot velmi nízká, cca 11 %, což odpovídá koeficientu determinace  $R^2 \approx 0,01$ . Tento výsledek je odlišný např. od výsledků publikace [7], kde byl na ozářeném svarovém kovu Sv 12Ch2N2MAA pokles KCV s rostoucí mírou interkrystalického porušování jednoznačně prokázán.
- 2) **Celkový tvárný lom:** Vazba mezi vrubovou houževnatostí a celkovým plošným podílem TG tvárního lomu na lomové ploše byla podstatně silnější, než v případě IG dekoheze. Výsledek je konzistentní se skutečností, že TG tvárný lom je mechanismem lomového porušování reaktorových ocelí, při kterém dochází k nejintenzivnější disipaci energie. Korelace mezi KCV a plošným podílem celkového TG tvárního lomu byla však pouze 68 %, což odpovídá relativně nízkému koeficientu determinace ( $R^2=0,47$ ).
- 3) **Čelní tvárný nárůst trhliny:** Zdaleka nejvyšší korelace s hodnotami vrubové houževnatosti vykazovaly hodnoty plošného podílu samostatného čelního tvárního nárůstu trhliny, tj. tvárně porušené oblasti mezi kořenem vrubu a centrální plochou částí lomové plochy. Koeficient korelace byl 92 % a koeficient determinace byl poměrně vysoký ( $R^2=0,85$ ).



Tyto tři závěry lze nejlépe dokumentovat na zkušebních tělesech OZ5\_01 a OZ5\_02. Na obou ZT ozářených stejně vysokou fluencí ( $11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ) byly při stejné zkušební teplotě ( $24 \text{ }^\circ\text{C}$ ) vyhodnoceny prakticky stejné hodnoty vrubové houževnatosti:  $KCV = 21,3 \text{ J cm}^{-2}$ , resp.  $22,4 \text{ J cm}^{-2}$ , tedy nejnižší hodnoty v rámci souboru všech ZT:

- 1) Lomové plochy ZT se výrazně lišily. Na OZ\_01 byl vyhodnocen relativně vysoký plošný podíl IG dekoheze (12,6 %). Na OZ\_02 byl podíl IG dekoheze nulový. Míra interkrystalického porušování tedy neměla na výsledek zkoušky podstatný vliv.
- 2) Vyhodnocení zkoušky na základě celkového plošného podílu TG tvárného lomu by však bylo rovněž problematické. Na obou ZT, zvláště na OZ\_02, došlo k vytvoření poměrně širokých smykových okrajů. Hodnoty celkového tvárného lomu jsou v důsledku toho poměrně vysoké a současně velmi vzdálené od regresní přímky – podobně vysoké hodnoty tvárného lomu byly vyhodnoceny na některých ZT s 2,5 krát vyšší vrubovou houževnatostí ( $KCV \approx 50 \text{ J cm}^{-2}$ ).
- 3) Nejlepším kritériem fraktografického hodnocení je u obou ZT plošný podíl čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu. Příslušné hodnoty jsou na obou vzorcích téměř totožné (2,3 %, resp. 2,2 %) a z celé série hodnocených těles nejnižší. Tato skutečnost je konzistentní s tím, že vrubová houževnatost obou těles byla v celém hodnoceném souboru ZT rovněž nejnižší.

Tyto závěry jsou konzistentní se závěry publikací [14, 72] a výzkumné zprávy [73]. Autoři publikace [14] se zabývali vrubovou houževnatostí základního materiálu VVER 440, tj. oceli 15Ch2MFA. V publikaci se uvádí, že velikost energie absorbované před iniciací nestabilního křehkého lomu (tj. před porušením centrálního nosného průřezu kombinací mechanismů TG štěpného lomu a IG dekoheze) je úměrná velikostí plochy čelního tvárného nárůstu trhliny. Zbývá část absorbované energie je úměrná ploše smykových okrajů a dolomu. Největší část energie (plocha pod křivkou) je při tom absorbována před iniciací nestabilního šíření trhliny, viz Obr. 5-4.



Obr. 5-4: Záznam zkoušky vrubové houževnatosti, převzato z publikace [14] a upraveno.

## 6 Závěry

Vypracování této disertační práce je završením mnohaletého studia a práce autora v oboru hodnocení procesů porušování konstrukčních ocelí jaderných reaktorů. Experimentální činnost provedená v rámci disertační práce byla zaměřena na 2 typy reaktorových ocelí, konkrétně austenitický návar tlakové nádoby reaktoru typu VVER 440 (který je téměř totožný s návarem příbuzného a modernějšího reaktoru typu VVER 1000) a svarový kov reaktorové nádoby typu VVER 1000. Oba materiály plní nezastupitelné konstrukční funkce: Austenitický návar plní funkci protikorozní ochrany TNR a hraje významnou roli z hlediska integrity reaktorové nádoby při nehodovém scénáři typu „Pressurized Thermal Shock“ i za standardního provozu jaderné elektrárny; Svarový kov reaktorové nádoby typu VVER 1000 hraje při zajištění bezpečného provozu ještě významnější roli, protože stav svarových spojů TNR má rozhodující vliv na životnost celého energobloku s reaktorem typu VVER 1000. Procesy porušování materiálů byly hodnoceny na zkušebních tělesech porušených při zkouškách rázem v ohybu a při zkouškách lomové houževnatosti, tedy zkouškách mechanických vlastností materiálů majících rozhodující význam při hodnocení bezpečnosti provozu JE. Díky tomu disertace pokrývá poměrně značnou část materiálové problematiky reaktorů aktuálně provozovaných v České republice, na Slovensku a v mnoha dalších zemích.

V rámci disertační práce byl získán rozsáhlý soubor dat a obrazové dokumentace, které obsahují informace o mikrostruktuře a o procesech porušování reaktorových ocelí ve vazbě na jejich vrubovou houževnatost a lomovou houževnatost. Tento soubor lze použít jako vstupní informace při dalších procesech, případně při hodnocení reálných provozních poruch. Na základě získaných informací mohou být ve spolupráci s technologií navrženy postupy pro zlepšení výrobní technologie svarových spojů. Metodické postupy osvědčené při vypracování této disertační práce mohou být použity pro ověřování kvality svarových spojů.

Následuje souhrn konkrétních závěrů pro každý z hodnocených materiálů:

### **Austenitický návar TNR VVER 440**

Zkušební tělesa pocházela ze zkušebního programu zaměřeného na hodnocení statické lomové houževnatosti vrstev materiálů tvořících návar, tzn. jak vrstvy prvního návaru z oceli Sv 07Ch25N13, tak vrstvy druhého návaru z oceli Sv 08Ch19N10G2B. Zkoušky byly provedeny v intervalu od pokojové teploty až po provozní teplotu reaktoru. Hodnoty lomové houževnatosti vyhodnocené formou kritické hodnoty J-integrálu,  $J_{0,2}$ , vykazovaly za podobných zkušebních podmínek velmi vysoký rozptyl. Cílem této disertační práce bylo získání podkladů pro objasnění stochastického charakteru lomové houževnatosti návaru.

Byly provedeny experimenty založené na metodách:

- fraktografické analýzy lomových ploch provedené pomocí technik elektronové mikroskopie (SEM) a selektivní EDX spektrometrie,
- strukturní analýzy provedené na metalografických výbrusech pomocí technik světelné mikroskopie, elektronové mikroskopie a EDX spektrometrie.

Experimenty přinesly cenné informace, které přispěly k naplnění vytyčeného cíle, a které umožňují lépe porozumět struktuře a procesům porušování návaru:

- 1) V každé vrstvě návaru vyrobené jedním průchodem tavnou páskovou elektrodou se ve směru šíření trhliny v různých vzdálenostech od navařovaného povrchu vyskytovalo až 5 pásem charakterizovaných odlišnými typy solidifikačních struktur. Jednotlivá pásma se vzájemně lišila morfologií solidifikačních útvarů a jejich fázovým složením.
- 2) Trhlina se vždy šířila mechanismem TG tvárného lomu. Porušování částic sigma fáze tvořících segmenty solidifikačních buněk a dendritů však prokazatelně snižovalo lokální odpor materiálu vůči šíření tvárné trhliny tím, že usnadňovalo proces tvorby tvárných důlků. Intenzita porušování sigma částic se lišila v závislosti na rozměrech částic.
- 3) Jednotlivá pásma solidifikační struktury návarů byla charakterizována odlišnou lomovou houževnatostí  $J_{0,2}$ . Vysoký rozptyl hodnot lomové houževnatosti byl způsoben nahodilostí výskytu prvního strukturního pásma za čelem předcyklované únavové trhliny, které bylo dostatečně obohaceno částicemi sigma fáze.
- 4) Zvýšený podíl sigma fáze v solidifikační struktuře druhého návaru byl příčinou snížených hodnot lomové houževnatosti  $J_{0,2}$  oproti prvnímu návaru.

### **Svarový kov TNR VVER 1000**

Druhá část experimentů byla zaměřena na hodnocení procesů porušování feritické oceli Sv 12Ch2N2MAA. Materiál byl dodán ve formě zkušebních těles typu „Charpy-V“ porušených při zkouškách rázem v ohybu. Část zkušebních těles byla při tom odzkoušena ve výchozím stavu a část byla odzkoušena ve stavu po urychleném ozáření různě vysokými neutronovými fluencemi.

Byla provedena kvalitativní a kvantitativní fraktografická analýza lomových ploch zkušebních těles porušených za podmínek odpovídajících oblasti přechodu z křehkého k houževnatému lomu. Cílem experimentů bylo posouzení vlivu ozáření na míru uplatnění jednotlivých mechanismů porušování, zejména interkrystalického porušování, a stanovení vazby mezi mírou jejich uplatnění a vrubovou houževnatostí.

Hodnoty plošného podílu interkrystalické dekoheze vykazovaly značný rozptyl, pohybovaly se v rozmezí 0 % až 17,4 %. Znaky interkrystalické dekoheze byly ve velké míře pozorovány už v neozářeném stavu (až 16,3 %). Bylo zjištěno, že míra interkrystalického porušování SK byla nezávislá na neutronové fluenci. Skutečnost, že na lomech ZT experimentálního materiálu v neozářeném stavu byl zjištěn stejně vysoký plošný podíl IG dekoheze, jako ve všech ozářených stavech, naznačuje, že hranice strukturních zrn byly v maximální míře oslabeny už ve výchozím stavu. K oslabení hranic zrn patrně došlo už při výrobě svarového spoje, např. důsledkem nedodržení technologického postupu a následného rozvoje popouštěcího zkřehnutí.

Výsledky metalografického rozboru naznačují, že soubor vzorků byl zatížen značnou variabilitou struktury materiálu. Byly identifikovány dva základní typy struktury svarového kovu vyskytující se v souboru vzorků:

- 1) hrubozrnná struktura obsahující kolumnární zrna,
- 2) jemnozrnná struktura s rovnoosými zrny.

Struktura tvořená kolumnárními zrny projevovала mnohem větší náchylnost k interkrystalickému porušování, než jemnozrnná struktura. Míra interkrystalického porušování závisela v první řadě na lokální struktuře materiálu v rovině šíření trhliny. Pokud se zde vyskytovala struktura obsahující hrubá kolumnární zrna, byl vždy vyhodnocen výrazně vyšší plošný podíl interkrystalické dekoheze, než pokud se zde vyskytovala jemnozrnná struktura. Podíl TG štěpného lomu však vždy mnohonásobně převyšoval podíl IG dekoheze.

Byla vyhodnocena data z kvantitativní fraktografické analýzy. Data získaná ze ZT všech neutronových fluencí byla vložena do společného grafu závislosti plošného podílu jednotlivých typů fraktografických znaků na lomové ploše (interkrystalická dekoheze, celkový tvárný lom a samostatná oblast čelního tvárního nárůstu trhliny z kořene vrubu). Byly vyvozeny tyto závěry:

- 1) Vrubová houževnatost byla prakticky nezávislá na míře interkrystalického porušování;
- 2) Vrubová houževnatost byla úměrná ploše celkového tvárního lomu. Data však byla zatížena poměrně vysokým rozptylem a míra spolehlivosti výsledků nebyla vysoká ( $R^2 = 0,47$ ).
- 3) Vrubová houževnatost byla přímo úměrná ploše samostatného čelního tvárního nárůstu trhliny z kořene vrubu. Data vykazovala velmi dobrou korelaci a poměrně vysokou míru spolehlivosti ( $R^2 = 0,85$ ). Tato veličina se jeví jako optimální kritérium pro fraktografické hodnocení zkoušek rázem v ohybu.

## Seznam literatury a publikací

- [1] KOUTSKÝ, J. a J. KOČÍK. *Radiation damage of structural materials*. Praha: Academia, 1994. ISBN 80-200-0462-9.
- [2] TIMOFEEV, B. T. a G. P. KARZOV. Assessment of the WWER-440/V-213 reactor condition. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [online]. 2006, **83**(3), 216–226. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijpvp.2005.11.007
- [3] TIMOFEEV, B. T. a G. P. KARZOV. Assessment of the WWER-1000 reactor condition. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [online]. 2006, **83**(6), 464–473. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijpvp.2005.11.008
- [4] PLUHAR, J., A. PUŠKÁR, J. KOUTSKÝ, K. MACEK a V. BENEŠ. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*. Praha: SNTL/Alfa, 1957. ISBN 04-411-87.
- [5] *Guidelines for prediction of irradiation embrittlement of operating WWER-440 reactor pressure vessels* [online]. Vienna: IAEA. 2005. Dostupné z: [https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/TE\\_1442\\_web.pdf](https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/TE_1442_web.pdf)
- [6] KULESHOVA, E. A., B. A. GUROVICH, Ya I. SHTROMBAKH, Yu A. NIKOLAEV a V. A. PECHENKIN. Microstructural behavior of VVER-440 reactor pressure vessel steels under irradiation to neutron fluences beyond the design operation period. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2005, **342**(1–3), 77–89. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2005.03.011
- [7] GUROVICH, B. A., E. A. KULESHOVA, Ya I. SHTROMBAKH, D. Yu ERAK, A. A. CHERNOBAEVA a O. O. ZABUSOV. Fine structure behaviour of VVER-1000 RPV materials under irradiation. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2009, **389**(3), 490–496. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2009.02.002
- [8] ERAK, A. D., D. A. ŽURKO a V. B. PAPINA. Issledovanije radiacionnogo ochrupčivaniya pri uskorennom oblučenii. In: *15-ja ježegodnaja Konferencija molodych specialistov po jaděrnym eněrgetičeskim ustanovkam* [online]. Podolsk: OKB Hidropress, 2013, s. 1–7. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/kms2013/documents/kms2013-028.pdf>
- [9] KULESHOVA, E. A., B. A. GUROVICH, Ya I. SHTROMBAKH, D. Yu ERAK a O. V. LAVRECHUK. Comparison of microstructural features of radiation embrittlement

- of VVER-440 and VVER-1000 reactor pressure vessel steels. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2002, **300**(2–3), 127–140. Dostupné z: doi:10.1016/S0022-3115(01)00752-8
- [10] GUROVICH, B. A., E. A. KULESHOVA, Ya I. SHTROMBAKH, O. O. ZABUSOV a E. A. KRASIKOV. Intergranular and intragranular phosphorus segregation in Russian pressure vessel steels due to neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2000, **279**(2–3), 259–272. Dostupné z: doi:10.1016/S0022-3115(00)00007-6
- [11] GUROVICH, B. A., E. A. KULESHOVA, Yu A. NIKOLAEV a Ya I. SHTROMBAKH. Assessment of relative contributions from different mechanisms to radiation embrittlement of reactor pressure vessel steels. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 1997, **246**(2–3), 91–120. Dostupné z: doi:10.1016/S0022-3115(97)00103-7
- [12] GUROVICH, B. A., E. A. KULESHOVA, O. V. LAVRECHUK, K. E. PRIKHODKO a Ya I. SHTROMBAKH. The principal structural changes proceeding in Russian pressure vessel steels as a result of neutron irradiation, recovery annealing and re-irradiation. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 1999, **264**(3), 333–353. Dostupné z: doi:10.1016/S0022-3115(98)00455-3
- [13] HAUŠILD, P., M. KYTKA, M. KARLÍK a P. PEŠEK. Influence of irradiation on the ductile fracture of a reactor pressure vessel steel. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2005, **341**(2–3), 184–188. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2005.01.019
- [14] VÁLEK, Š., P. HAUŠILD a M. KYTKA. Mechanisms of fracture in neutron-irradiated 15Ch2MFA steel. *Strength of Materials* [online]. 2008, **40**(1), 102–105. Dostupné z: doi:10.1007/s11223-008-0027-7
- [15] BRUMOVSKY, M. *Guidelines for Integrity and Lifetime Assessment of Components and Piping in WWER NPPs during Operation (VERLIFE) [Draft]*. Vienna: IAEA, 2013
- [16] KUNZ, J. *Aplikovaná lomová mechanika*. 4. vyd. Praha: Česká technika – nakladatelství ČVUT, 2005. ISBN 80-01-03306-6.
- [17] MCCABE, D. E., J. G. MERKLE a K. WALLIN. *An Introduction to the Development and Use of the Master Curve Method*. West Conshohocken: ASTM, 2009. ISBN 0-8031-3368-5.
- [18] GUROVIČ, B. A., Je. A. KULEŠOVA, M. A. ARTAMONOV a A. D. ERAK. Srovnání osobnosti zarožďění chrupkogo razrušění v obrazcích typu 3TI osnovnogo metalla i metalla svarnogo šva VVER-1000, ispytannyh na

- treščinostojkost'. In: *8-ja međunarodnaja naučno-těhničeskaja konferencija «Obespečeniye bezopasnosti AES s VVER»* [online]. Podolsk: OKB Gidropress, 2001. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/mntk2013/autorun/article101-ru.htm>
- [19] ERAK, A. D. Fraktografičeskije issledovanija obrazcov-svidětělej osnovnogo metalla korpusa reaktora VVER-1000, ispytannyh na treščinostojkost'. In: *14-ja naučno-těhničeskaja konferencija molodyh specialistov OKB GIDROPRESS* [online]. Podolsk: OKB Gidropress, 2012. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/kms2012/documents/kms2012-048.pdf>
- [20] ASTM E 1921-09A. *Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, To, for Ferritic Steels in the Transition Range*. West Conshohocken: ASTM. 2009
- [21] ASTM E 1820-08A. *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*. West Conshohocken: ASTM. 2008
- [22] ŠTEFAN, J., R. KOPŘIVA, I. ELIÁŠOVÁ a M. KYTKA. Ocenka Mechičeskich svojstv matěrialov komponěnt AES ispol'zovanijem sovremennyh metodov i ich sravněniye s tradicionnymi mechičeskimi ispytanijami. In: *17-ja ježegodnaja Konferencija molodyh specialistov po jaděrnym eněrgetičeskim ustanovkam* [online]. Podolsk: OKB Gidropress, 2015, s. 7. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/kms-2015/documents/kms2015-048.pdf>
- [23] ŠTEFAN, J., R. KOPŘIVA, I. ELIÁŠOVÁ a J. SIEGL. Comparison of Conventional Mechanical Testing with Innovative Techniques for Determination of Mechanical Properties of Nuclear Power Plant Components Materials. *Applied Mechanics and Materials* [online]. 2015, **784**, 452–459. Dostupné z: [doi:10.4028/www.scientific.net/amm.784.452](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amm.784.452)
- [24] LEE, J. S., I. S. KIM, C. H. JANG a A. KIMURA. Irradiation Embrittlement of Cladding and HAZ of RPV Steel. *Nuclear Engineering and Technology*. 2005, **38**(5), 405–410.
- [25] LEE, J. S., I. S. KIM, R. KASADA a A. KIMURA. Microstructural characteristics and embrittlement phenomena in neutron irradiated 309L stainless steel RPV clad. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2004, **326**(1), 38–46. Dostupné



- z: doi:10.1016/j.jnucmat.2003.11.005
- [26] KIM, I. S., J. S. LEE a A. KIMURA. Embrittlement of ER309L stainless steel clad by  $\sigma$ -phase and neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2004, **329–333**, 607–611. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2004.04.104
- [27] *Small punch test method for metallic materials. CEN Workshop Agreement CWA 15627:2006 (E)*. Brussels: European Committee for Standardization. 2006.
- [28] JANČA, A. *Metodika penetračních testů Small Punch Test*. Praha, 2013. Bakalářská práce ČVUT-FJFI-KMAT.
- [29] JANČA, A. *Studium vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračního testu*. Praha, 2015. Diplomová práce ČVUT-FJFI-KMAT.
- [30] SIEGL, J., P. HAUŠILD, A. JANČA a R. KOPŘIVA. Fractographic Aspects of Small Punch Test Results. *Procedia Materials Science* [online]. 2014, **3**, 912–917. Dostupné z: doi:10.1016/j.mspro.2014.06.148
- [31] *Test Methods for Automated Ball Indentation (ABI) Testing of Metallic Samples and Structures to Determine Tensile Properties and Stress-Strain Curves. 37. NWIP of ISO-TC 164-SC 1. [Draft]*. 2011
- [32] KOPŘIVA, R., P. PETELEOVÁ, I. ELIÁŠOVÁ, M. KYTKA a M. CULEK. Comparison of Irradiated 15Kh2MFA Material Mechanical Properties Using Conventional Testing Methods and Innovative Approach of Small Punch Testing (SPT) and Automated Ball Indentation (ABIT). *Materials Science and Engineering* [online]. 2017, **179**. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899x/179/1/012040
- [33] HAUŠILD, P., J. SIEGL, A. MATERNA, M. KYTKA a R. KOPŘIVA. Characterization of Reactor Pressure Vessel Steel by ABI Testing. *Procedia Materials Science* [online]. 2016, **12**, 7–11. Dostupné z: doi:10.1016/j.mspro.2016.03.002
- [34] KOPŘIVA, R., M. FALCNÍK, I. ELIÁŠOVÁ a J. SIEGL. Implementation of Semi-Destructive Mechanical Testing Techniques for Quantification of Irradiated NPP Components Materials Operational Degradation. *Procedia Engineering* [online]. 2015, **130**, 1598–1602. Dostupné z: doi:10.1016/j.proeng.2015.12.333
- [35] *Guidelines for application of the Master Curve approach to reactor pressure vessel integrity in nuclear power plants. Technical Reports Series No. 429*. [online]. Vienna: IAEA. 2005. Dostupné z: [https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/TRS429\\_web.pdf](https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/TRS429_web.pdf)

- [36] ČERNOBAJEVA, A. A. *Obosnovanije modělej radiacionnogo ochrupčivanija matěrialov korpusov reaktorov i procedury ich primeněnija dlja ocenki sostojanija ekspluatirujuščichsja korpusov reaktorov*. Moskva, 2009. Disertační práce, Kurčatovův institut.
- [37] KEILOVÁ, E., J. KOČÍK, J. BURDA, R. RYBKA a M. POSTLER. *Mikrostruktura materiálů návaru TNR VVER-440. Výzkumná zpráva ÚJV (DIM 302/89)*. Husinec: ÚJV Řež, a. s. 1998.
- [38] TIMOFEEV, B. T., G. P. KARZOV, A. A. BLUMIN a V. V. ANIKOVSKY. Fracture toughness of 15X2MFA steel and its weldments. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [online]. 2000, **77**(1), 41–52. Dostupné z: doi:10.1016/s0308-0161(99)00059-9
- [39] TIMOFEEV, B. T., A. A. BLUMIN a V. V. ANIKOVSKY. Fracture toughness of 15X2HMFA steel and its welds. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [online]. 1997, **74**(3), 165–172. Dostupné z: doi:10.1016/s0308-0161(97)00048-3
- [40] TITOVA, T. I. a N. A. ŠUL'GAN. Soveršenstvovanije kačestva metallurgičeskich zagotovok dlja korpusov reaktorov AES s VVER, izgotavlivajemych OOO «OMZ-SPECSTAL'» i OAO «IŽORSKIJe ZAVODY». In: *8-ja meždunarodnaja naučno-těchničeskaja konferencija «Obespečenije bezopasnosti AES s VVER»* [online]. Podolsk: OKB Gidropress, 2013. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/mntk2013/documents/mntk2013-176.doc>
- [41] BRUMOVSKÝ, Milan, Miloš KYTKA a Radim KOPŘIVA. Radiation damage in a high Ni weld. In: *Fontevraud 8 - Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability Radiation*. Avignon: SCK CEN, 2015.
- [42] SVĚTUCHIN, V. V., D. V. KOZLOV a V. N. GOLOVANOV. Mikrostrukturnye mechanizmy i moděl' radiacionnogo ochrupčivanija stali 15Ch2N2MFAA i jeje svarnych sojediněnij posle oblučenija v issledovatěl'skich reaktorach. In: *5-ja meždunarodnaja naučno-těchničeskaja konferencija Obespečenije bezopasnosti AES s VVER* [online]. Podolsk: OKB Gidropress, 2007. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/mntk2007/f68.pdf>
- [43] GUROVIČ, B. A., A. KULEŠOVÁ, JE., S. V. FEDOTOVÁ, D. A. MAL'CEV a A. S. FROLOV. Vlijanije chimičeskogo sostava i strukturnych parametrov stalej korpusov

- reaktorov VVER na sklonnosť k ochrupčivanju, obuslovlennomu obrazovanijem zernogranicznych segregacij, v tom čisle, v uslovijach, charakternyh dlja dlitel'noj ekspluatácii eněrgeti. In: *7-ja meždunarodnaja naučno-těchničeskaja konferencija Obespečenije bezopasnosti AES s VVER* [online]. Podolsk: OKB Hidropress, 2011. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/mntk2011/documents/mntk2011-151.pdf>
- [44] ERAK, D. Ju., V. B. PAPINA, A. A. ČERNOBAJEVA a D. A. ŽURKO. Učet vklada upročnjajuščego i něupročnjajuščego mehanizmov v radiacionnoje ochrupčivanije matěrialov KR VVER-1000. In: *17-ja ježdgodnaja Konferencija molodyh specialistov po jaděrnym eněrgetičeskim ustanovkam* [online]. Podolsk: OKB Hidropress, nedatováno. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/kms-2015/documents/kms2015-042.pdf>
- [45] ERAK, D. Ju., V. B. PAPINA a A. A. ČERNOBAJEVA. Efekty těmperaturnogo starenija v matěrialach svarnych švov VVER-1000. In: *16-ja ježdgodnaja Konferencija molodyh specialistov po jaděrnym eněrgetičeskim ustanovkam* [online]. Podolsk: OKB Hidropress, 2014. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/kms2014/documents/kms2014-036.pdf>
- [46] GILLEMOT, F. Overview of reactor pressure vessel cladding. *International Journal of Nuclear Knowledge Management* [online]. 2010, 4(4), 265–278. Dostupné z: doi:10.1504/ijnkm.2010.037070
- [47] PNAE G-7-010-89. *Equipment and Piping of Nuclear Power Installations. Weld Joints and Weld Overlays. Rules of inspection*. Moscow: Gosatomnadzor of Russia. 2000
- [48] CHODAKOV, D. V., M. A. BAZANOV a S. V. LUKIČEVA. Raznorodnye svarnye sojediněnija oborudovanija i truboprovodov AES. Sostojanije i perspektivy. In: *9-ja meždunarodnaja naučno-těchničeskaja konferencija Obespečenije besopasnosti AES s VVER*. Podolsk: OKB Hidropress, nedatováno.
- [49] CHODAKOV, D. V. *Issledovanije i razrabotka těchnologii remonta raznorodnyh svarnych sojediněnij uzla kreplenija kollektorov těplonositělja k patrubkam korpusov parogėnėratorov PGV-440*. Moskva, 2012. Autoreferát disertačnij práce, Central'nyj naučno-issledovatěl'skij institut těchnologii mašinostrojenija.
- [50] GILLEMOT, F., M. HORVÁTH, G. ÚRI, T. FEKETE, E. HOUNDEFFO, B. ACOSTA,

- L. DEBARBERIS a H. W. VIEHRIG. Radiation stability of WWER RPV cladding materials. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* [online]. 2007, **84**(8), 469–474. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijpvp.2007.04.004
- [51] *Guidelines on Pressurized Thermal Shock Analysis for WWER Nuclear Power Plants. IAEA-EBP-WWER-08.* [online]. Vienna: IAEA. 2006. Dostupné z: [https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/IAEA-EBP-WWER-08\(1\).pdf](https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/IAEA-EBP-WWER-08(1).pdf)
- [52] XU, H., S. FYFITCH a J. W. HYRES. Laboratory Investigation of the Stainless Steel Cladding on the Davis-Besse Reactor Vessel Head. In: *12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors.* 2005, s. 821–831.
- [53] HWANG, S. S. Review of PWSCC and mitigation management strategies of Alloy 600 materials of PWRs. *Journal of Nuclear Materials* [online]. 2013, **443**(1–3), 321–330. Dostupné z: doi:10.1016/j.jnucmat.2013.07.032
- [54] FUJIMORI, H., E. HAYASHI, Y. MOTORA, H. OHATA a H. SAKURAI. Guideline of Weld Overlay Repair Method for Primary Piping of Japanese Boiling Water Reactors. In: *PVP2006-ICPVT-11* [online]. New York: ASME, 2006, s. 7. Dostupné z: doi:10.1115/pvp2006-icpvt-11-93690
- [55] CHODAKOV, D. V., M. A. BAZANOV, L. N. NĚMČANINOVA, S. V. LUKIČOVA a A. A. ABROSIN. Remont s ispol'zovanijem svarki uzla privarki kollektorov tĕplonositĕlja k potrubkam DU1100 korpusov parogenĕratorov VVER-440 posled dlitĕl'noj ekspluatacii. In: *8j meĕdunarodnyj seminar po gorizontaľnym parogenĕratoram* [online]. Podolsk: OKB Hidropress, 2010, s. 6. Dostupné z: <http://www.gidropress.podolsk.ru/files/proceedings/seminar8/documents/sgpg2010-027.pdf>
- [56] VIEHRIG, H. W., E. ALTSTADT a M. HOUSKA. Radiation response of the overlay cladding from the decommissioned WWER-440 Greifswald Unit 4 reactor pressure vessel. *Nuclear Engineering and Design* [online]. 2015, **286**, 227–236. Dostupné z: doi:10.1016/j.nucengdes.2015.02.008
- [57] VITEK, J. M. a S. A. DAVID. The sigma phase transformation in austenitic stainless steels. *Welding Journal.* 1986, **65**(4), 106–111.
- [58] HSIEH, Ch.-Ch. a W. WU. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy* [online]. 2012, **2012**(4), 16. Dostupné z: doi:10.5402/2012/732471

- [59] HSIEH, Ch. Ch., D. Y. LIN a T. Ch. CHANG. Microstructural evolution during the  $\delta/\sigma/\gamma$  phase transformation of the SUS 309LSi stainless steel after aging under various nitrogen atmospheric ratios. *Materials Science and Engineering A* [online]. 2008, **475**(1–2), 128–135. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2007.04.028
- [60] KARZOV, G. P., S. N. GAL'ATKIN, E. I. MICHELEVA a I. A. MOROZOVSKAJA. Povyšeniej stojkosti protiv ochrupčivanija metalla antikorrozionnoj naplavki korpusov VVER dlja AES. In: *4-ja meždunarodnaja naučno-těchničeskaja konferencija Obespečenije bezopasnosti AES s VVER*. Podolsk: OKB Hidropress, 2005.
- [61] PROKOŠEV, O. Ju. *Vlijanije těchnologičeskich i ekspluatacionnych faktorov na ochrupčivanije antikorrozionnoj naplavki korpusov reaktorov tipa VVER*. Petrohrad, 2005. Autoreferát disertační práce, Central'nyj naučno-issledovatěl'skij institut konstrukcionnych matěrialov «IPOMETEJ».
- [62] BADANIN, V. I., V. A. IGNATOV, V. A. NICKOLAEV, V. V. RYBIN a B. T. TIMOFEEV. Brittle fracture resistance of anti-corrosive cladding on pressure vessel. In: *10th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT-10)*. 1989, s. 221–225.
- [63] HAGGAG, F. M., W. R. CORWIN, D. J. ALEXANDER a R. K. NANSTAD. Effects of Irradiation on Strength and Toughness of Commercial LWR Vessel Cladding. In: *CONF-8710111—27*. 1987, s. 17.
- [64] BRUMOVSKY, M., M. KYTKA, R. KOPRIVA a M. FALCNIK. Austenitic Cladding and Master Curve. In: *PVP2015-45502* [online]. New York: ASME, 2017, s. 2015–2018. Dostupné z: doi:10.1115/pvp2015-45502
- [65] TIMOFEEV, B., A. BLUMIN a G. KARZOV. Fracture toughness of austenitic anticorrosive cladding and austenitic welded joints. In: *15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology SMiRT-15*. 1999.
- [66] ŠTEFAN, J. *Fraktografické studium mechanismu porušování materiálu v oblasti rozhraní austenitických návarů tlakové nádoby reaktoru*. Praha, 2012. Výzkumný úkol ČVUT-FJFI-KMAT.
- [67] ŠTEFAN, J. *Fraktografický přístup k hodnocení zkoušek lomové houževnatosti materiálů TNR ve stavu po ozáření rychlými neutrony* [online]. Praha, 2013. Diplomová práce ČVUT-FJFI-KMAT. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/16225>
- [68] ŠTEFAN, J., J. SIEGL a M. KYTKA. Fractographic Evaluation of the Fracture

- Toughness Tests of PWR Materials after Neutron Irradiation. *Procedia Materials Science* [online]. 2014, **3**, 841–846. Dostupné z: doi:10.1016/j.mspro.2014.06.137
- [69] ŠTEFAN, J., J. SIEGL, M. KYTKA a M. BRUMOVSKÝ. On the Failure Mechanisms in Reactor Pressure Vessel with Austenitic Cladding. *Applied Mechanics and Materials* [online]. 2015, **784**, 492–499. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/amm.784.492
- [70] ASTM E 1823-96. *Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing*. West Conshohocken: ASTM. 1996
- [71] *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. ASTM E 1820-99*. West Conshohocken: ASTM. 1999
- [72] HAUSILD, P., I. NEDBAL, C. BERDIN a C. PRIOUL. The influence of ductile tearing on fracture energy in the ductile-to-brittle transition temperature range. *Materials Science and Engineering A* [online]. 2002, **335**(1–2), 164–174. Dostupné z: doi:10.1016/s0921-5093(01)01913-x
- [73] SIEGL, J., P. HAUŠILD a A KOL. *Srovnávací fraktografická analýza zkušebních těles po zkoušce vrubové houževnatosti. Zpráva č. E-KMAT-884/13*. Praha: ČVUT-FJFI-KMAT. 2013.

**České vysoké učení technické v Praze  
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská**

# **DISERTAČNÍ PRÁCE**

**Módy porušování konstrukčních materiálů  
tlakové nádoby reaktoru**

*PŘÍLOHA Č. 1:*

*Austenitický návar TNR VVER 440: Výsledky*

# **Souhrn**

V této příloze disertační práce jsou podrobně popsány a zdokumentovány výsledky první části experimentální činnosti zaměřené na hodnocení struktury a procesů porušování ocelí Sv 07Ch25N13 a Sv 08Ch19N10G2B, tedy materiálů austenického návaru tlakové nádoby jaderného reaktoru typu VVER 440. Dokument je zpracován formou protokolů s výsledky strukturní a fraktografické analýzy jednotlivých zkušebních těles.



# Obsah

Souhrn.....	ii
Obsah.....	iii
Seznam zkratk a veličin.....	v
Vzorek S1.....	6
Základní informace.....	6
Výsledky.....	7
Strukturní analýza.....	7
Procesy porušování.....	7
Vzorek S2.....	13
Základní informace.....	13
Výsledky.....	14
Strukturní analýza.....	14
Procesy porušování.....	15
Vzorek S3.....	24
Základní informace.....	24
Výsledky.....	25
Strukturní analýza.....	25
Procesy porušování.....	25
Vzorek S4.....	29
Základní informace.....	29
Výsledky.....	30
Strukturní analýza.....	30
Procesy porušování.....	31
Vzorek S5.....	44
Základní informace.....	44
Výsledky.....	45
Strukturní analýza.....	45
Procesy porušování.....	45

Vzorek T4.....	55
Základní informace	55
Výsledky	56
Strukturní analýza.....	56
Procesy porušování.....	57
Vzorek T5.....	69
Základní informace	69
Výsledky	70
Strukturní analýza.....	70
Procesy porušování.....	71
Reference.....	82

## Seznam zkratek a veličin

<b>zkratka</b>	<b>význam</b>
BEC	Režim detekce zpětně odražených elektronů COMPO
CELR	Celulární (buněčná) oblast struktury návaru (“Cellular Region”)
DENR	Dendritická oblast struktury návaru (“Dendritic Region”)
EDX	Energiově disperzní rentgenová spektrometrie (“Energy Dispersive X-ray Spectrometry”)
IG	Interkrystalický (“Intergranular”)
LOM	Světelná mikroskopie
N1	První návar TNR
N2	Druhý návar TNR
SE	Režim detekce sekundárních elektronů
SEM	Řádkovací elektronový mikroskop
SLH	Statická lomová houževnatost
TG	Transkrystalický (“Transgranular”)
TNR	Tlaková nádoba reaktoru
TRR	Přechodová oblast mezi CELR a DENR
ZM	Základní materiál TNR
ZT	Zkušební těleso

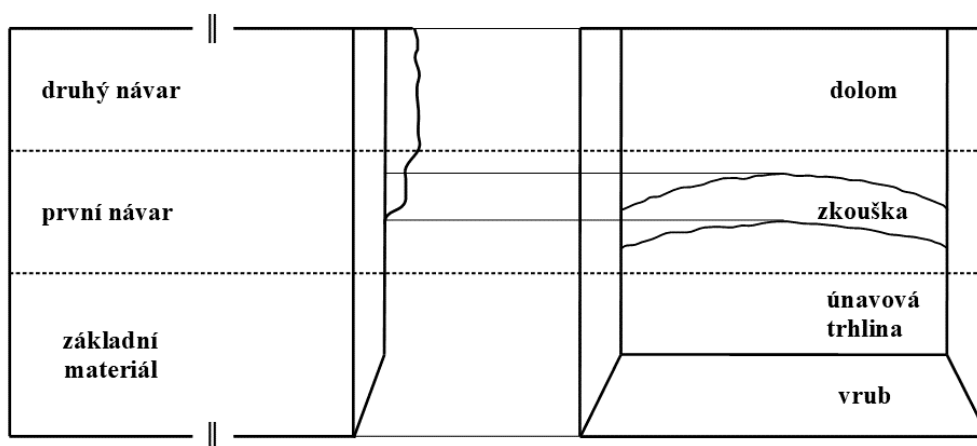
<b>Veličina</b>	<b>Význam</b>
T [°C]	Teplota
a [mm]	Délka trhliny
a <sub>0</sub> [mm]	Počáteční délka umělé trhliny
a <sub>p</sub> [mm]	Celková délka trhliny po ukončení zkoušky SLH
Δa [mm]	Přírůstek trhliny
J [kJ m <sup>-2</sup> ]	J integrál
J <sub>0,2</sub> [kJ m <sup>-2</sup> ]	Lomová houževnatost

# Vzorek S1

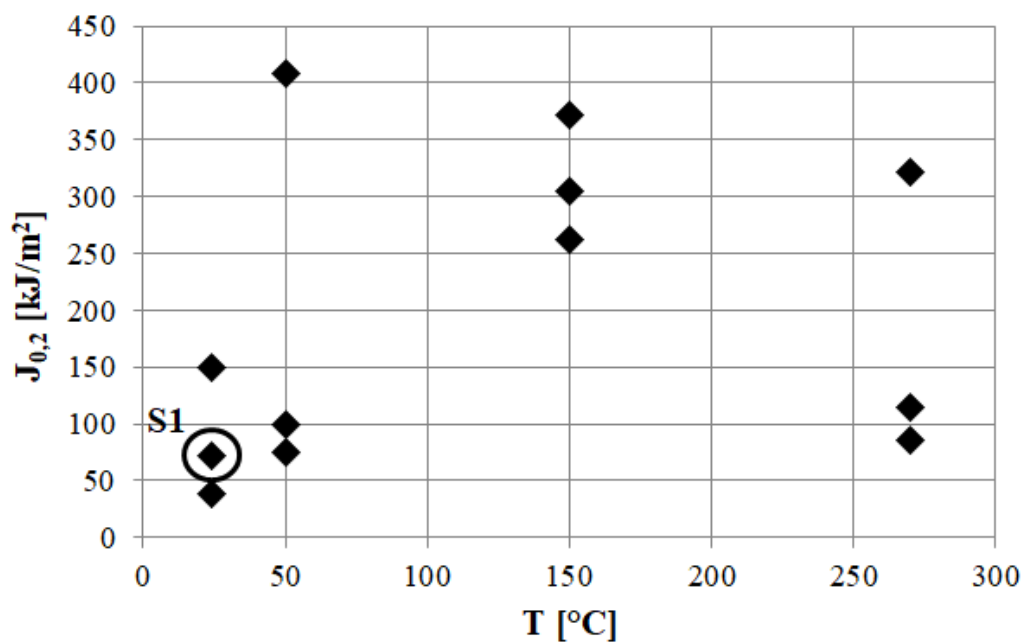
## Základní informace

Tab. 1: Základní parametry vzorku S1.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	$J_{0,2}$ [kJ m <sup>-2</sup> ]	$a_0$ [mm]	$\Delta a$ [mm]	$a_p$ [mm]
LR	N1	N2	24	73	5,32	1,02	6,34



Obr. 1: Polohy materiálových vrstev ve vzorku S1 (schéma).



Obr. 2: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N1.

## Výsledky

### Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstvy N1, kterou se při zkoušce SLH šířila trhlina (Obr. 3). Získané informace:

- Celková šířka vrstvy N1 ve směru šíření trhliny byla přibližně 3,0 až 3,2 mm.
- Materiál návaru byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci na Obr. 3 až Obr. 5).
  - Morfologie solidifikačních útvarů N1 se lišila v závislosti na vzdálenosti od rozhraní se ZM nacházejícím se ve vzdálenosti cca 4 mm od ústí vrubu ZT. Bylo identifikováno 5 typů struktur N1 (Obr. 4 a Obr. 5):
    - CELR-1: První část celulární oblasti návaru nacházející se v blízkost rozhraní ZM-N1,
    - CELR-2: Druhá část celulární oblasti návaru navazující na CELR-1,
    - TRR (“transition region”): Přechodová oblast mezi celulární a dendritickou oblastí,
    - DENR-1: První část dendritické oblasti návaru navazující na TRR,
    - DENR-2: Druhá část dendritické oblasti návaru navazující na DENR-1.
- Čelo předcyklované únavové trhliny se na začátku zkoušky SLH nacházelo přibližně uprostřed oblasti, která podle výbrusu spadala do TRR. Trhlina se při zkoušce SLH šířila oblastmi TRR a DENR-1.

### Procesy porušování

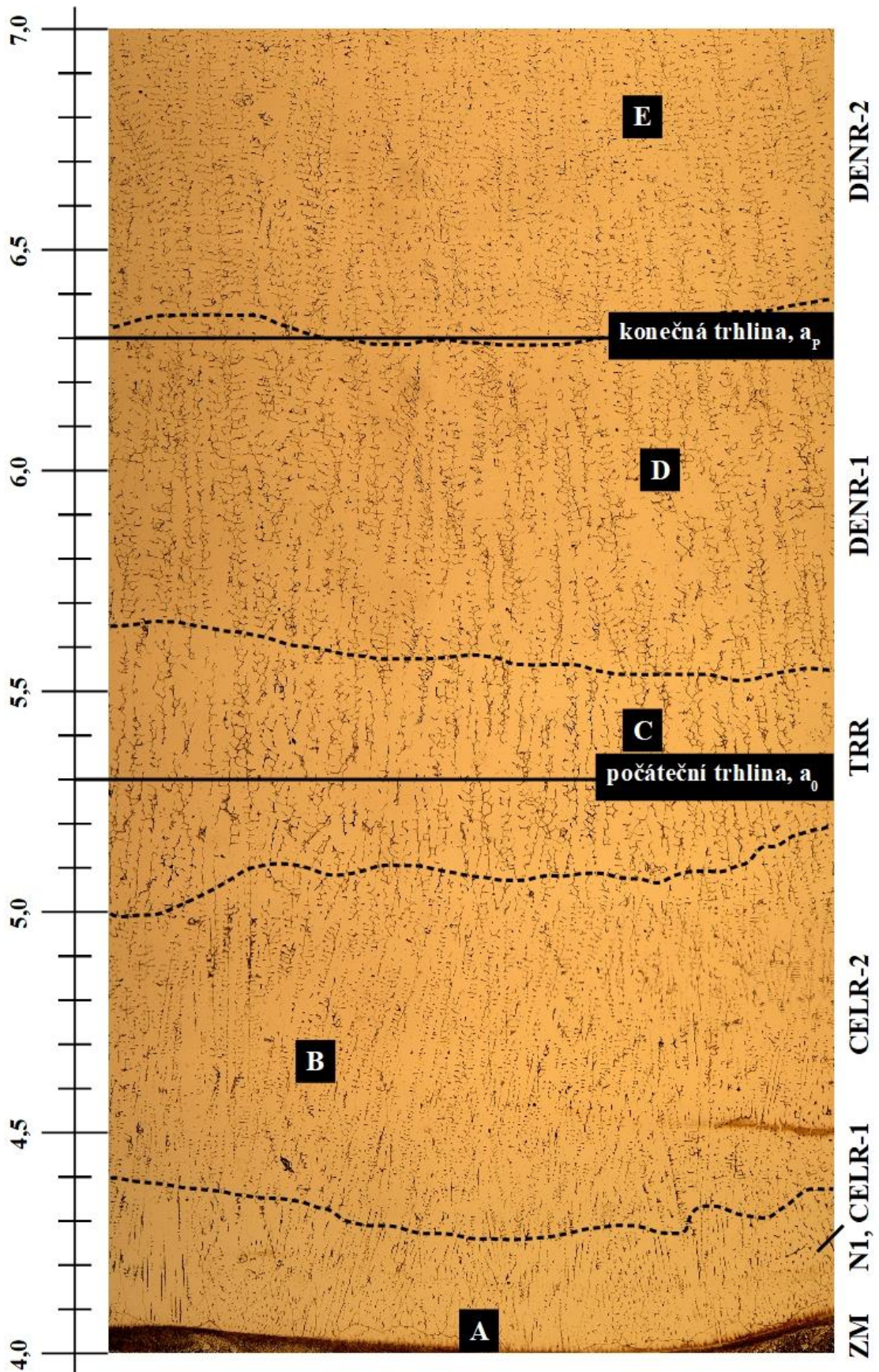
**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH šířila mechanismem TG tvárného lomu. V průběhu šíření trhliny docházelo k porušování křehkých strukturních fází, které usnadňovaly proces tvárného důlkovitého porušování. To se projevilo nízkým odporem materiálu vůči šíření trhliny a také specifickou mikromorfologií lomové plochy charakterizovanou tvárnými důlky protáhlého tvaru a velkých rozměrů, tzv. tvárnými brázdami. Zásadní rozdíl oproti zkouškám jiných ZT spočíval v tom, že jinde začal proces šíření trhliny více či méně dlouhou etapou, ve které se navenek prakticky neprojevovaly procesy porušování  $\sigma$  částic. V případě S1 však k porušování  $\sigma$  částic docházelo po celou dobu šíření trhliny. Tato skutečnost byla příčinou toho, proč byla na S1 vyhodnocena nejnižší hodnota lomové houževnatosti  $J_{0,2}$  z celého hodnoceného souboru.

**Podrobnosti:** Při analýze vzorku S1 nebyla použita tak široká škála experimentálních technik, jako u vzorků S4 a S5, a proto nebyly získány natolik průkazné podklady pro identifikaci

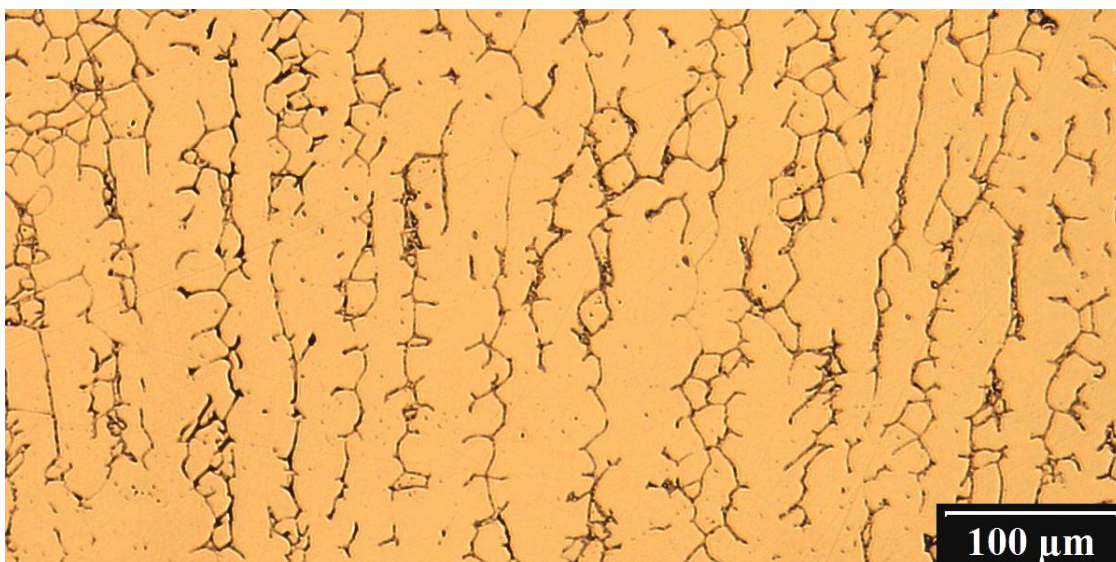
procesů porušování. Informace získané na vzorcích S4 a S5 však napomohly při vyhodnocení S1, a to s ohledem na evidentní podobnost charakteristických mikromorfologických znaků na lomových plochách:

Z pořízené fraktografické dokumentace vyplývá, že mikromorfologie lomové plochy byla ve všech místech charakterizována tvárnými brázdami, tedy tvárnými důlky velkých rozměrů a protáhlého tvaru (Obr. 6-1, Obr. 6-2). Na dně brázd byly ve větších zvětšeních identifikovány znaky lokálního porušování některých složek struktury N1 (Obr. 6-1c, Obr. 6-2c). Složení částic nebylo analyzováno, ale s největší pravděpodobností se – stejně jako u vzorků S4 a S5 – jednalo o sigma fázi tvořící část objemu útvarů solidifikační struktury N1. V okolí porušených částic následně docházelo k růstu tvárných brázd. Současně docházelo k tvorbě menších tvárných důlků, patrně na submikronových částicích. Nelze vyloučit, že se vedle toho uplatňovaly i jiné mechanismy porušování.

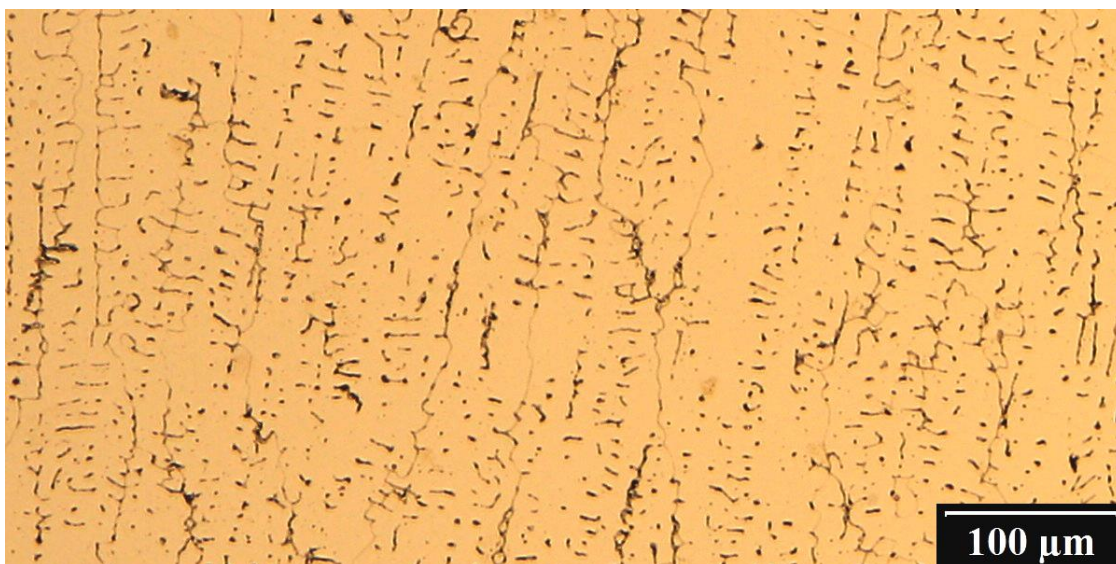
Tvar brázd korespondoval s tvarem solidifikačních útvarů nacházejících se v oblasti šíření trhliny (oblast TRR) a zdokumentovaných na Obr. 4-C: Solidifikační útvary měly rovněž protáhlý tvar s osou rovnoběžnou s makroskopickým směrem šíření trhliny a byly charakterizovány poměrně velkou mírou spojitosti.



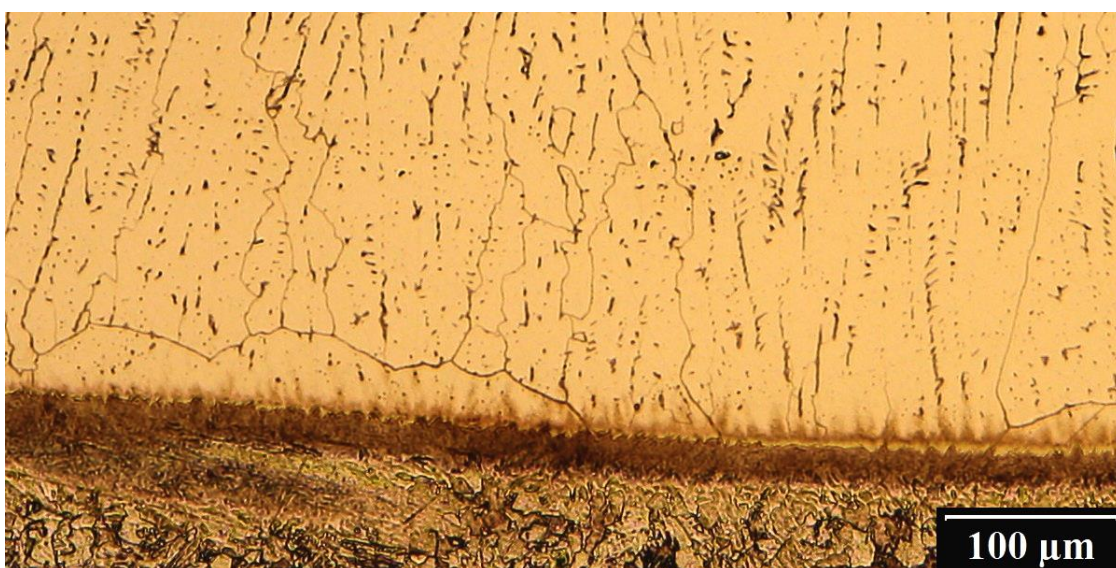
Obr. 3: Mapa struktury výbrusu vzorku S1, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-E) z Obr. 4 a Obr. 5.



C) *Struktura TRR navazující na CELR2 (poloha: 5,3 mm podle Obr. 3).*



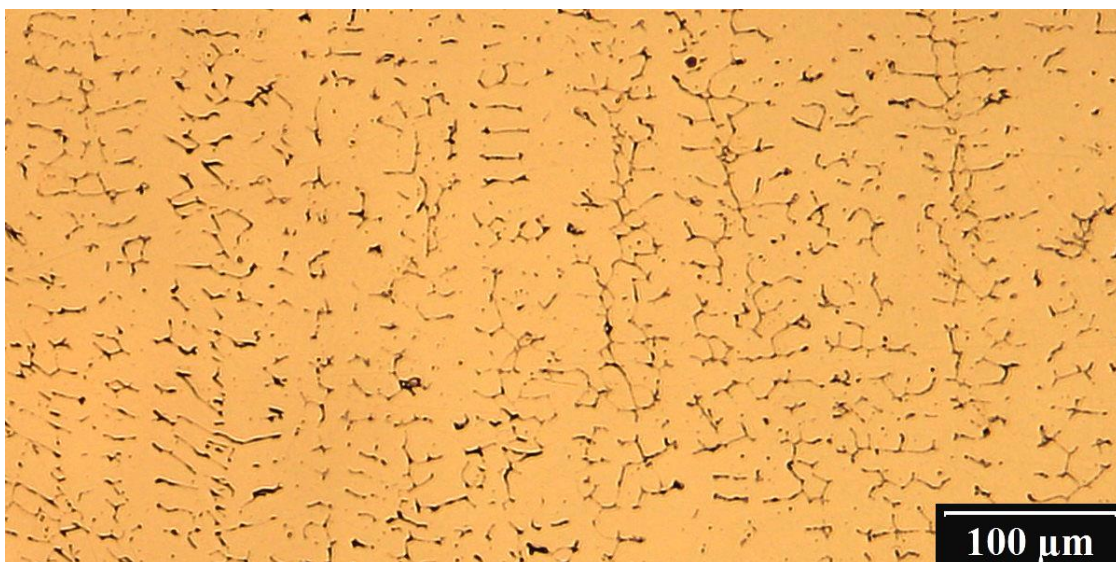
B) *Struktura CELR-2 navazující na CELR-1 (poloha: 4,6 mm podle Obr. 3).*



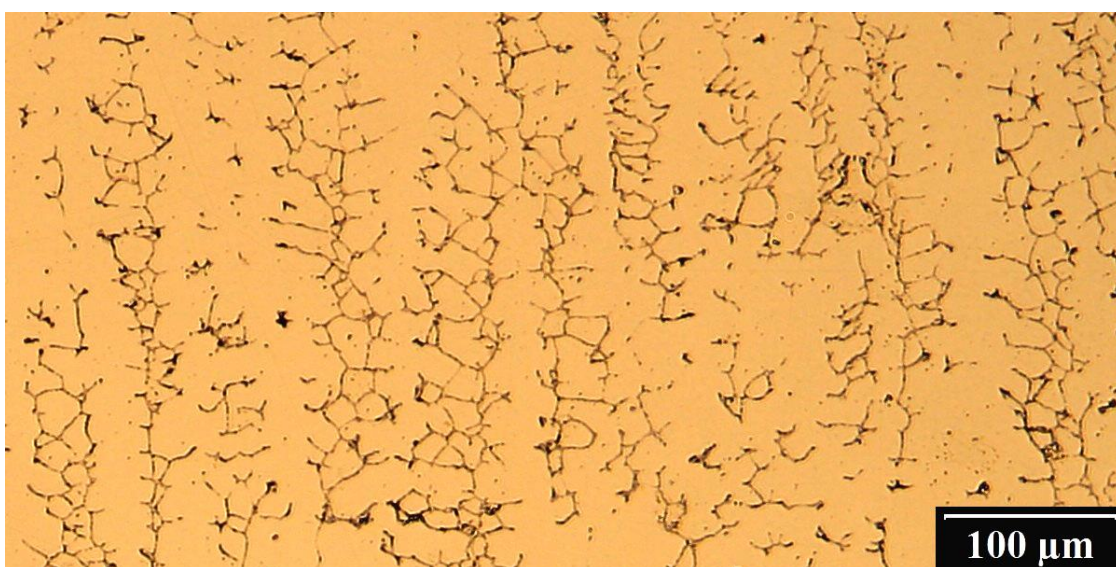
A) *Struktura CELR-1 v blízkosti ZM (poloha: 4,1 mm podle Obr. 3).*

Obr. 4: *Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 3.*



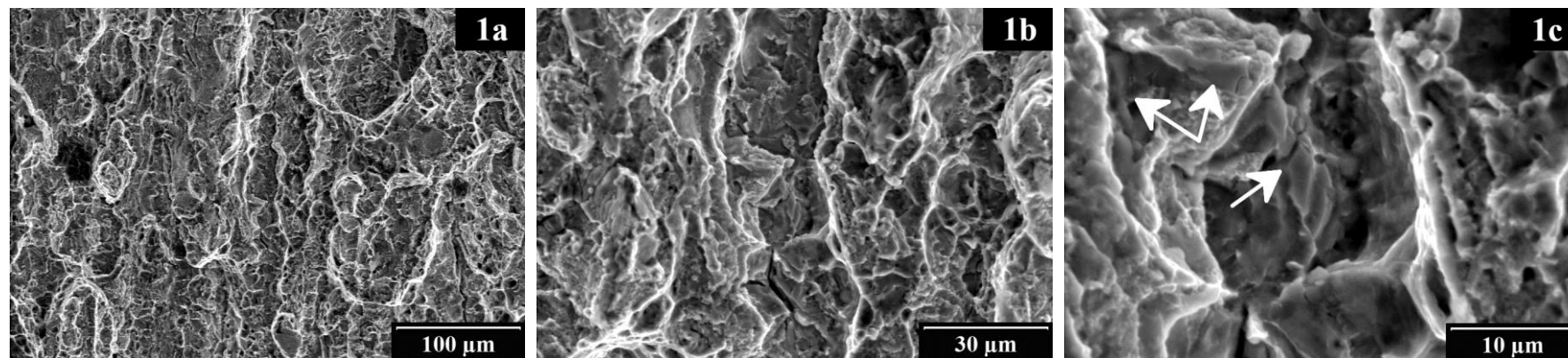


E) Struktura DENR-2 navazující na DENR-1 (poloha: 6,8 mm podle Obr. 3).

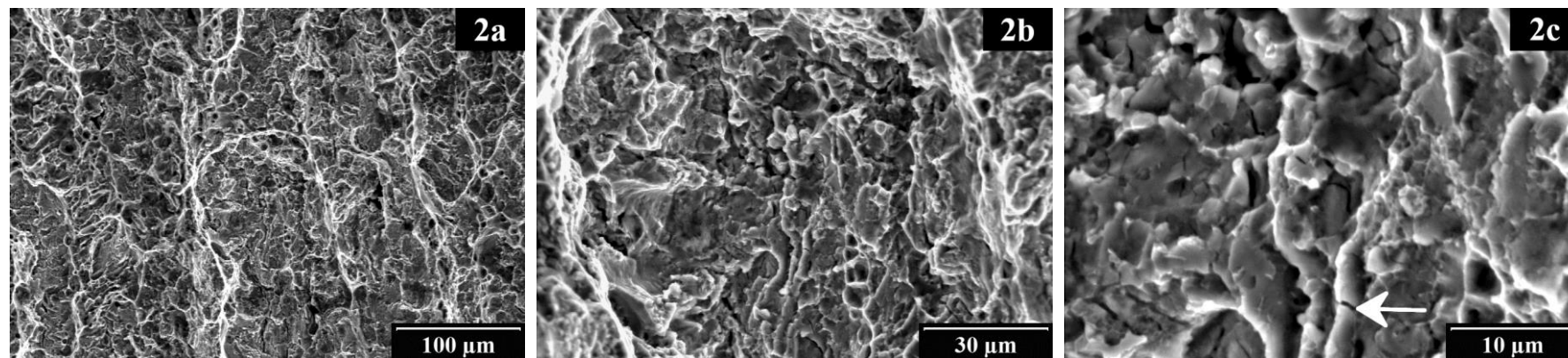


D) Struktura DENR-1 navazující na TRR (poloha: 6,0 mm podle Obr. 3).

Obr. 5: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 3.



Oblast 1. Na obr. (1c) jsou šipkou označeny porušené částice, které přispěly k vytvoření zobrazeného úseku tvárné brázdy.



Oblast 1. Na obr. (2c) je šipkou označena jedna z porušených částic, která přispěla k vytvoření tvárné brázdy.

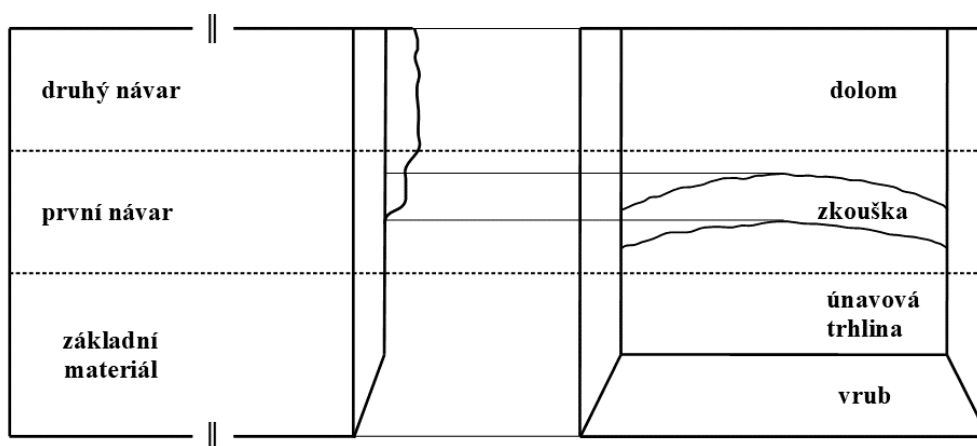
Obr. 6: Fraktografické znaky ve dvou reprezentativních místech lomové plochy S1.

# Vzorek S2

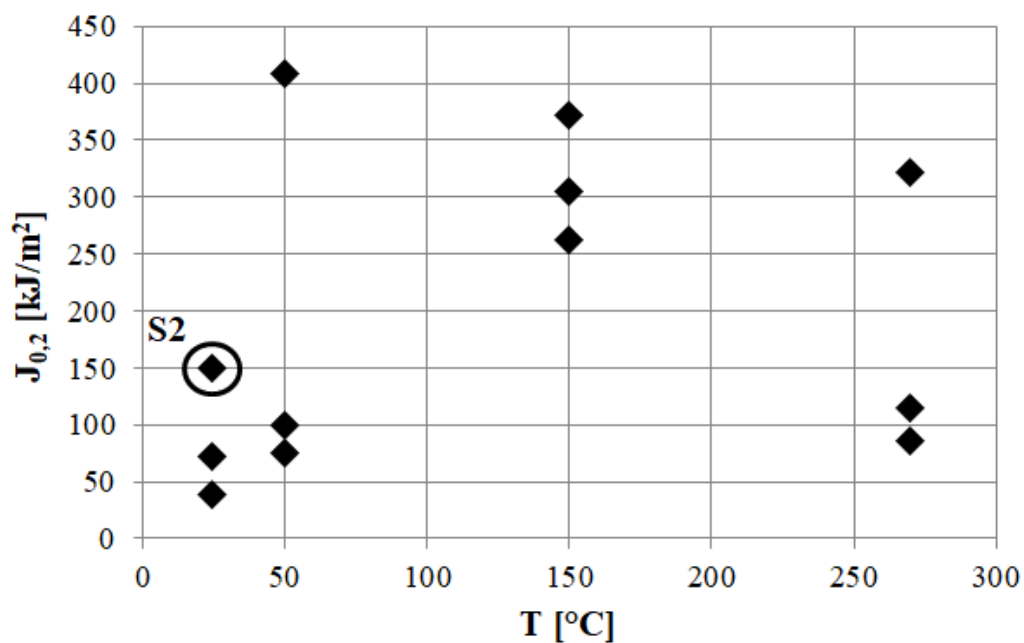
## Základní informace

Tab. 2: Základní parametry vzorku S2.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	$J_{0,2}$ [kJ m <sup>-2</sup> ]	$a_0$ [mm]	$\Delta a$ [mm]	$a_p$ [mm]
CR	N1	N2	24	149	5,23	1,08	6,31



Obr. 7: Polohy materiálových vrstev ve vzorku S2 (schéma).



Obr. 8: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N1.

## Výsledky

### Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstvy N1, kterou se při zkoušce SLH šířila trhlinka (Obr. 9). Získané informace:

- Celková šířka vrstvy N1 ve směru šíření trhlinky byla přibližně 3,3 mm.
- Materiál návaru byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci na Obr. 9 až Obr. 11).
  - Morfologie solidifikačních útvarů N1 se lišila v závislosti na vzdálenosti od rozhraní se ZM nacházejícím se ve vzdálenosti cca 4,2 až 4,3 mm od ústí vrubu ZT. Bylo identifikováno 5 typů struktur N1 (Obr. 10 a Obr. 11):
    - CELR-1: První část celulární oblasti návaru nacházející se v blízkost rozhraní ZM-N1,
    - CELR-2: Druhá část celulární oblasti návaru navazující na CELR-1,
    - TRR (“transition region”): Přechodová oblast mezi celulární a dendritickou oblastí,
    - DENR-1: První část dendritické oblasti návaru navazující na TRR,
    - DENR-2: Druhá část dendritické oblasti návaru navazující na DENR-1.
- Čelo předcyklované únavové trhlinky se nacházelo v oblasti, která podle výbrusu spadala do CELR-2. Trhlinka se při zkoušce SLH šířila oblastmi CELR-2, TRR a DENR-1.

Některé oblasti výbrusu byly pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu JEOL 5510 v režimu BEC. Na vybraných místech byla technikou EDX provedena analýza chemického složení jednotlivých strukturních složek. Získané informace:

- Oblast CELR-2, ve které se nacházelo čelo předcyklované únavové trhlinky, byla charakterizována diskretní morfologií solidifikačních útvarů (Obr. 12-B). Solidifikační útvary byly tvořeny převážně delta feritem.
- Oblast TRR byla zásadně odlišná od CELR-2, a to jak z hlediska morfologie útvarů solidifikační struktury, tak z hlediska jejich fázového složení (Obr. 12-C). Solidifikační útvary měly protáhlý tvar s osou rovnoběžnou s makroskopickým směrem šíření trhlinky. Ze snímků pořízených v režimu SEM-BEC vyplývá, že solidifikační útvary byly tvořeny ze dvou hlavních fází: delta ferit (tmavé oblasti) a sigma fáze (bílé oblasti). Sigma fáze byla identifikována na základě chemického složení vyhodnoceného pomocí EDX analýzy, viz Tab. 3:  $\sigma$ -částice byly významně obohaceny chromem (35÷37 hm. %). Tyto hodnoty jsou v souladu s hodnotami obsahu chromu v sigma fázi v příbuzné oceli 308L

publikované v článku [2]. Významné bylo také obohacení těchto oblastí křemíkem: cca  $1,5 \div 1,7$  hm. %. Množství sigma fáze bylo sice nižší, než množství delta feritu,  $\sigma$  částice však přesto tvořily značnou část objemu solidifikačních útvarů: Obr. 12-C-b dokládá, že některé útvary o délce převyšující 100  $\mu\text{m}$  byly charakterizovány významným podílem sigma fáze.

- V oblasti DENR-1 navazující na TRR byla morfologie solidifikačních útvarů poměrně podobná morfologii v TRR. Útvary však byly převážně tvořeny delta feritem. Sigma fáze se zde vyskytovala pouze ve formě izolovaných částic a jejich plošný podíl byl v porovnání s podílem delta feritu velmi nízký.

## **Procesy porušování**

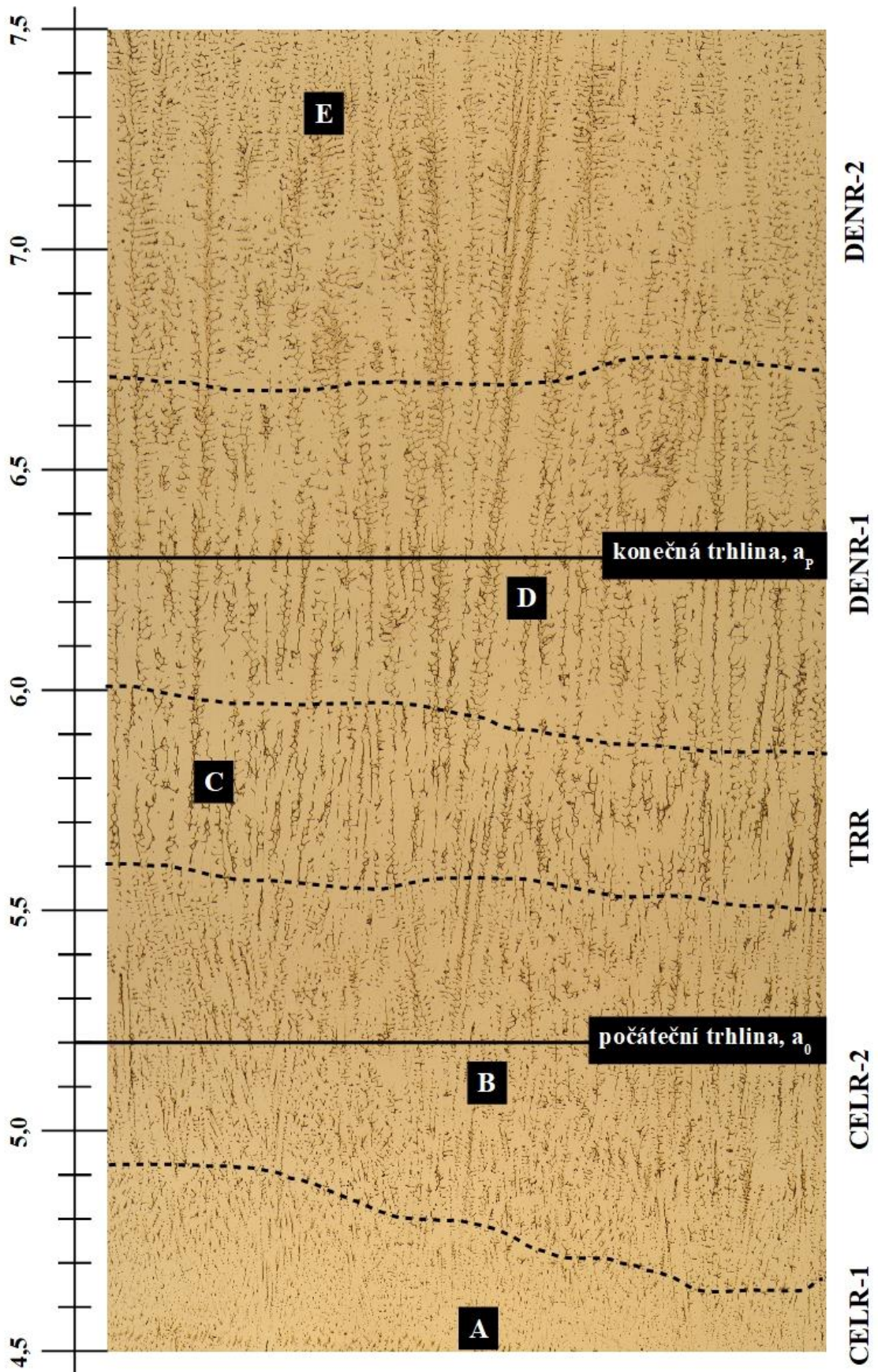
**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH šířila mechanismem TG tvárného lomu. V průběhu šíření trhliny docházelo k porušování křehkých částic sigma fáze, které usnadňovaly proces tvárného důlkovitého porušování. To se projevovalo lokálně sníženým odporem materiálu vůči šíření trhliny a také specifickou mikromorfologií lomové plochy charakterizovanou tvárnými důlky protáhlého tvaru a velkých rozměrů, tzv. „tvárnými brázdami“. V počáteční etapě šíření trhliny (prvních 150  $\mu\text{m}$ ), která měla zásadní vliv na lomovou houževnatost  $J_{0,2}$ , však téměř k žádnému porušování  $\sigma$  částic nedocházelo. Nelze vyloučit, že se některé tvárné důlky vytvářely na solidifikačních útvarech s minoritním obsahem sigma fáze, avšak makroskopicky se to podstatně neprojevovalo. Z tohoto důvodu byla na vzorku S2 vyhodnocena podstatně vyšší hodnota  $J_{0,2}$ , než na vzorcích S1 a S5. Jelikož však trhlina záhy prorostla z oblasti s vysokým odporem vůči šíření trhliny do oblasti charakterizované nižším odporem, byla hodnota  $J_{0,2}$  zároveň podstatně nižší, než u vzorků S3 a S4.

**Podrobnosti:** Při analýze vzorku S2 nebyla použita tak široká škála experimentálních technik, jako u vzorků S4 a S5, a proto nebyly získány natolik průkazné podklady pro identifikaci procesů porušování. Informace získané na vzorcích S4 a S5 však napomohly při vyhodnocení S2, a to s ohledem na evidentní podobnost charakteristických mikromorfologických znaků na lomových plochách:

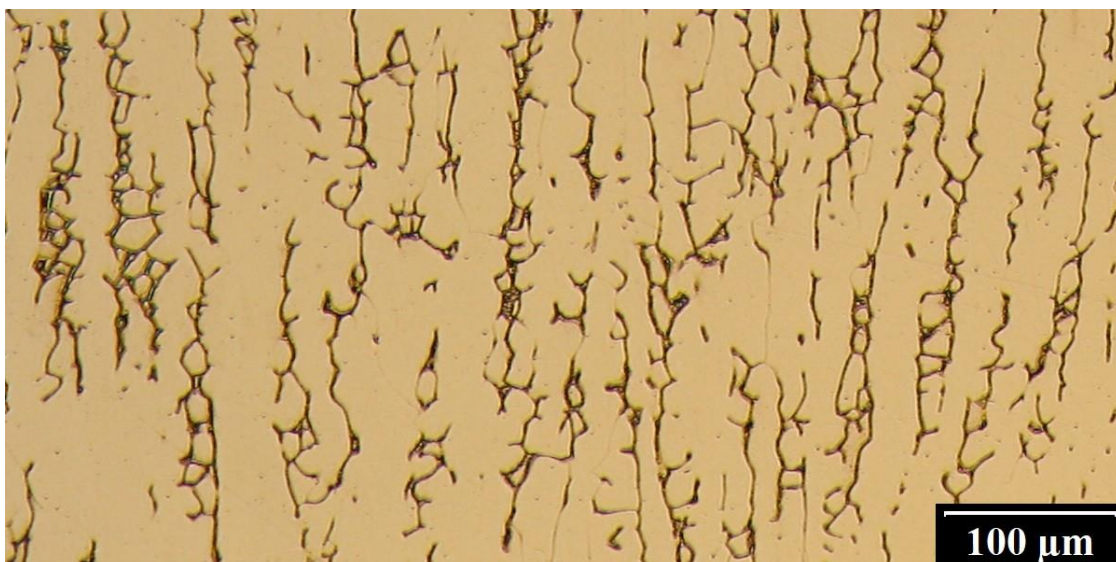
Na samotném začátku hodnocené oblasti lomové plochy se nacházelo cca 150  $\mu\text{m}$  široké pásmo (oblast 4 podle Obr. 14) s mikromorfologií charakterizovanou tvárnými důlky relativně malých rozměrů (Obr. 15-4a). Tvárné důlky se vytvářely převážně na částicích submikronových rozměrů. Nelze vyloučit, že se některé důlky vytvářely na útvarech solidifikační struktury (Obr. 15-4b), avšak na celkovém charakteru morfologie oblasti 4 se to významně neprojevovalo, tj. nevyskytovaly se zde žádné tvárné brázdy. Tato skutečnost koresponduje s poměrně diskrétním charakterem morfologie solidifikačních útvarů nalezené v této strukturní oblasti na ploše

výbrusu, tedy CELR-2 (viz Obr. 12), a také se skutečností, že zde nebyly identifikovány žádné sigma částice.

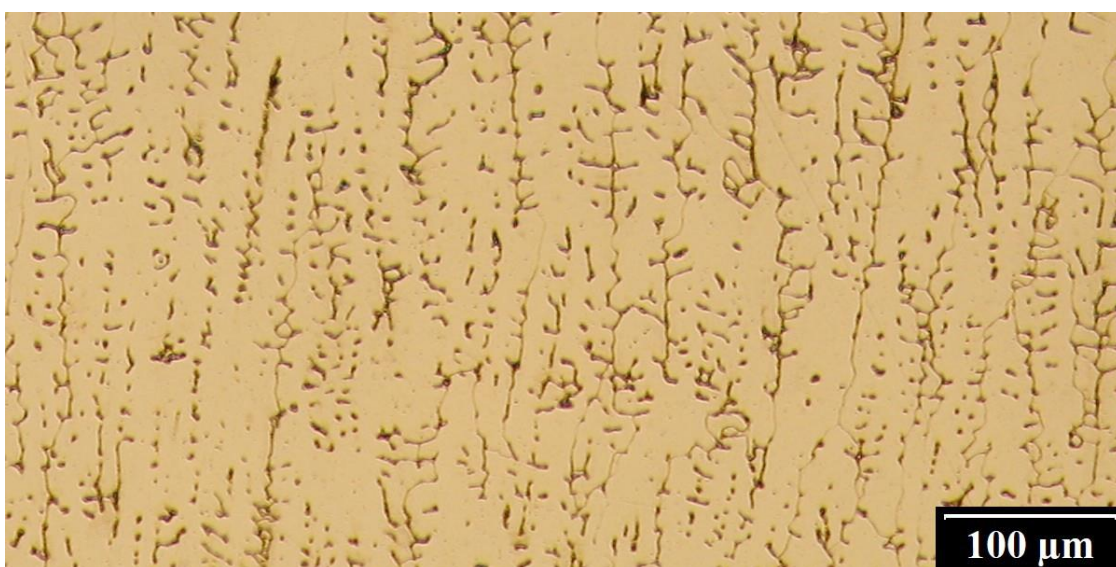
Mikromorfologie navazujících oblastí lomové plochy (2, 3 a 4 podle Obr. 14) byla charakterizována tvárnými brázdami, tedy tvárnými důlky protáhlého tvaru. Na dně brázd byly identifikovány fraktografické znaky praskání některých složek struktury N1, viz Obr. 15-2b, 3b. Složení částic nebylo analyzováno, avšak mikromorfologie těchto útvarů byla shodná s útvary, které byly na lomových plochách vzorků S4 a S5 prostřednictvím EDX analýzy identifikovány jako částice sigma fáze. V okolí porušených částic následně docházelo k růstu tvárných brázd. Tvar brázd korespondoval s tvarem solidifikačních útvarů identifikovaných v oblasti TRR a zdokumentovaných na Obr. 10C a Obr. 12C: Solidifikační útvary měly rovněž protáhlý tvar s osou rovnoběžnou s makroskopickým směrem šíření trhliny a byly charakterizovány poměrně velkou mírou spojitosti. EDX analýza kromě toho prokázala, že značná část útvarů byla tvořena částicemi sigma fáze (Obr. 12C, resp. Obr. 13). Poloha rozhraní mezi oblastmi 4 a 3 byla shodná s polohou rozhraní mezi CELR-1 a TRR, tj. cca 5,5 až 5,6 mm od ústí vrubu – viz Obr. 9 a Obr. 14.



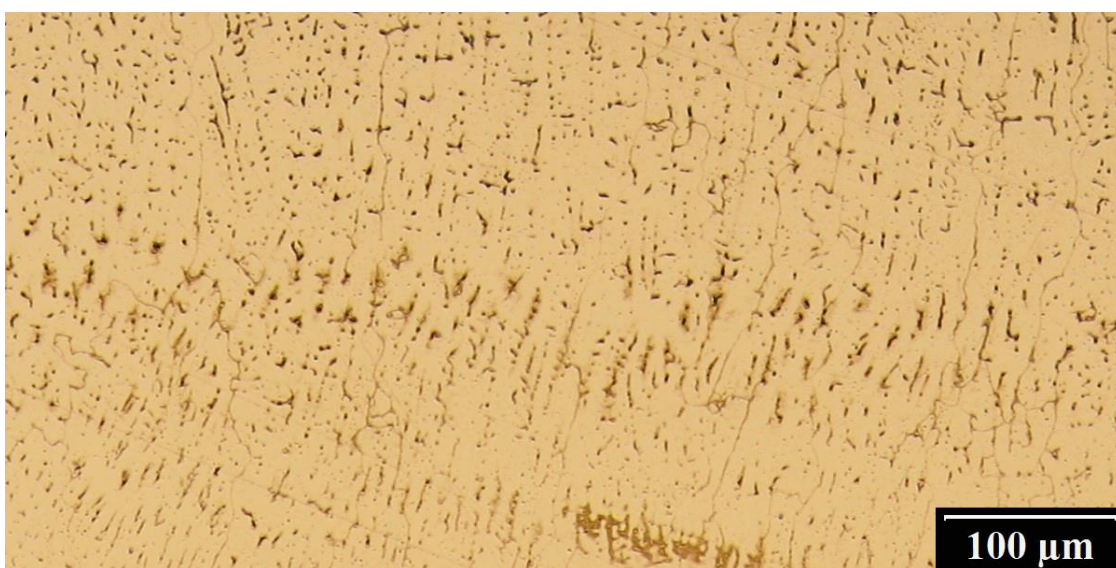
Obr. 9: Mapa struktury výbrusu vzorku S2, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-E) z Obr. 10 a Obr. 11.



C) *Struktura TRR navazující na CELR2 (poloha: 5,8 mm podle Obr. 9).*



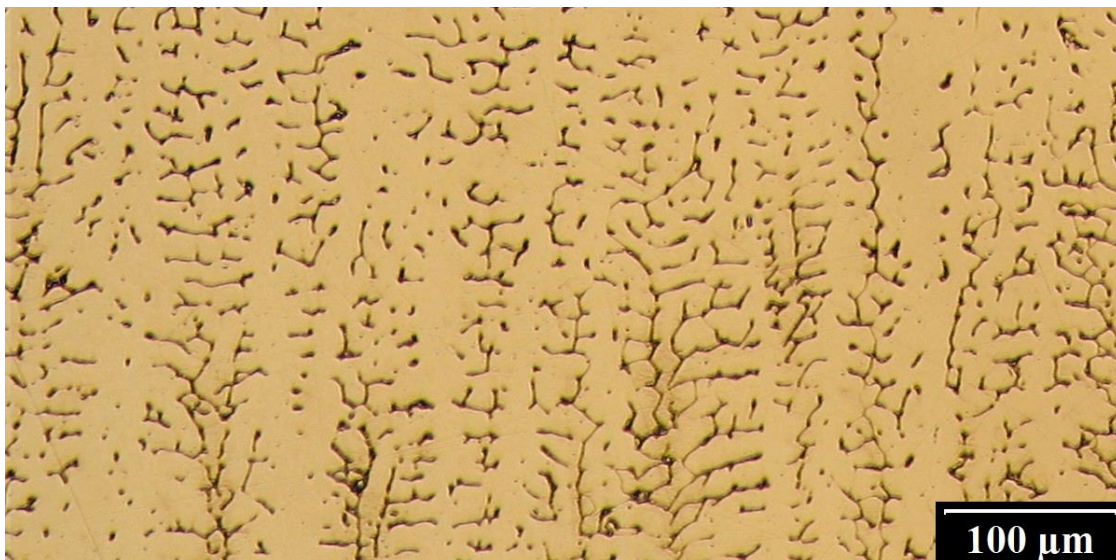
B) *Struktura CELR-2 navazující na CELR-1 (poloha: 5,1 mm podle Obr. 9).*



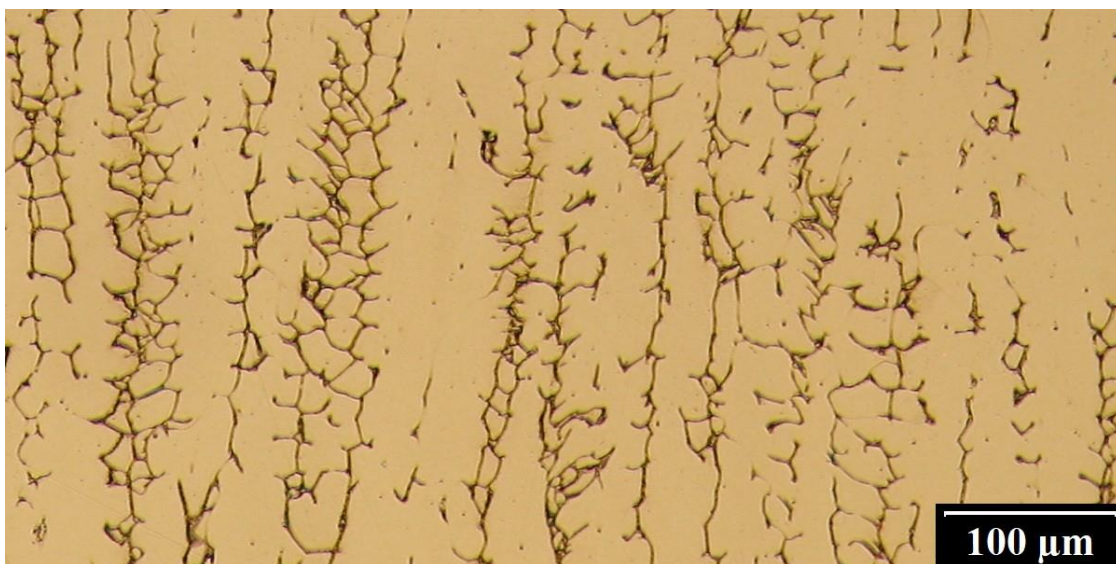
A) *Struktura CELR-1 (poloha: 4,5 mm podle Obr. 9).*

Obr. 10: *Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 9.*



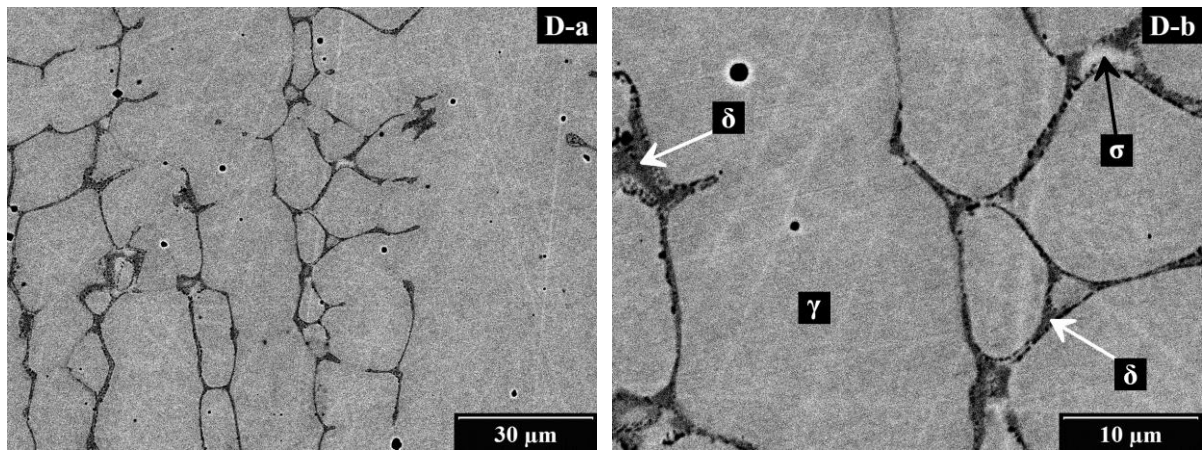


*E) Struktura DENR-2 navazující na DENR-1 (poloha: 7,3 mm podle Obr. 9).*

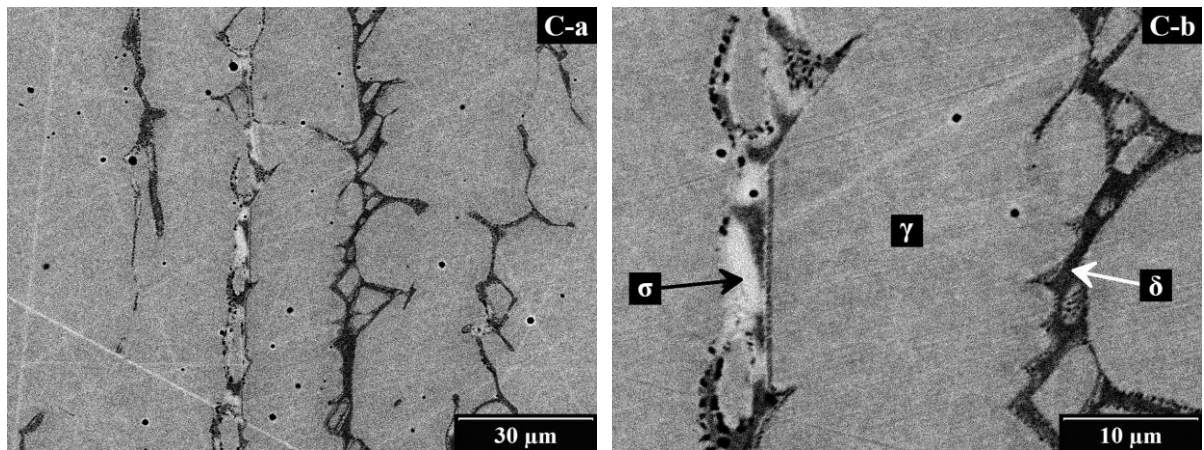


*D) Struktura DENR-1 navazující na TRR (poloha: 6,2 mm podle Obr. 9).*

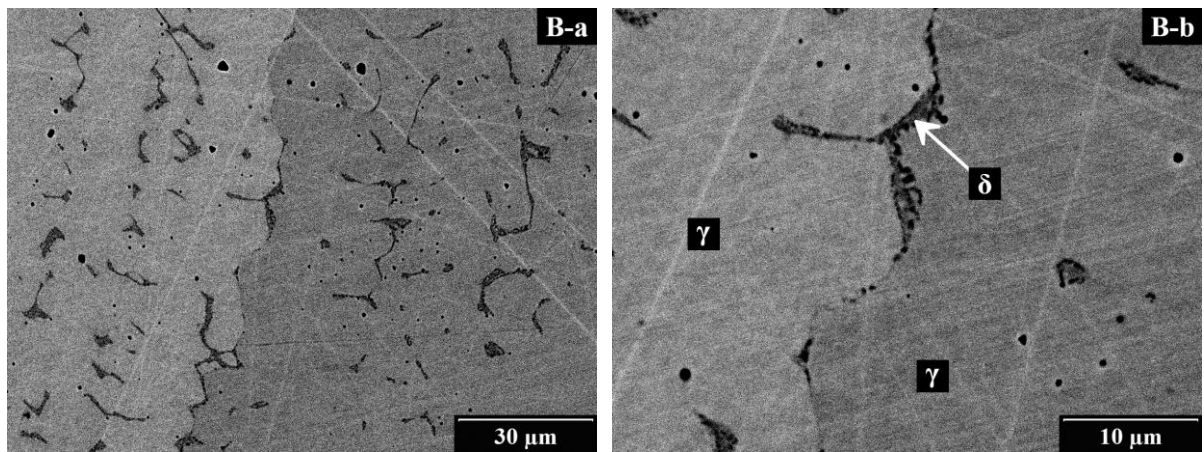
*Obr. 11: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 9.*



*Oblast D: DENR: Protáhlé solidifikační útvary. Nízký obsah sigma fáze.*



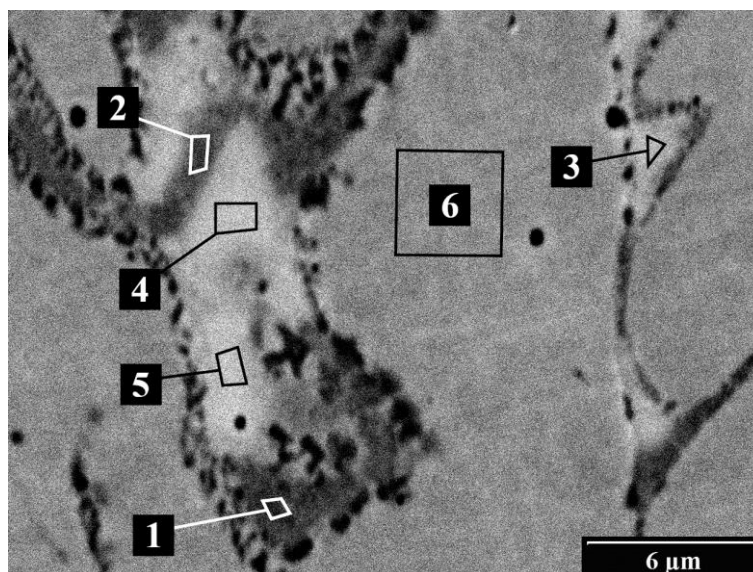
*Oblast C: TRR: Protáhlé solidifikační útvary. Významný podíl sigma fáze.*



*Oblast B: CELR: Nespojité solidifikační útvary. Nebyly identifikovány žádné částice sigma fáze.*

*Obr. 12: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 9.*

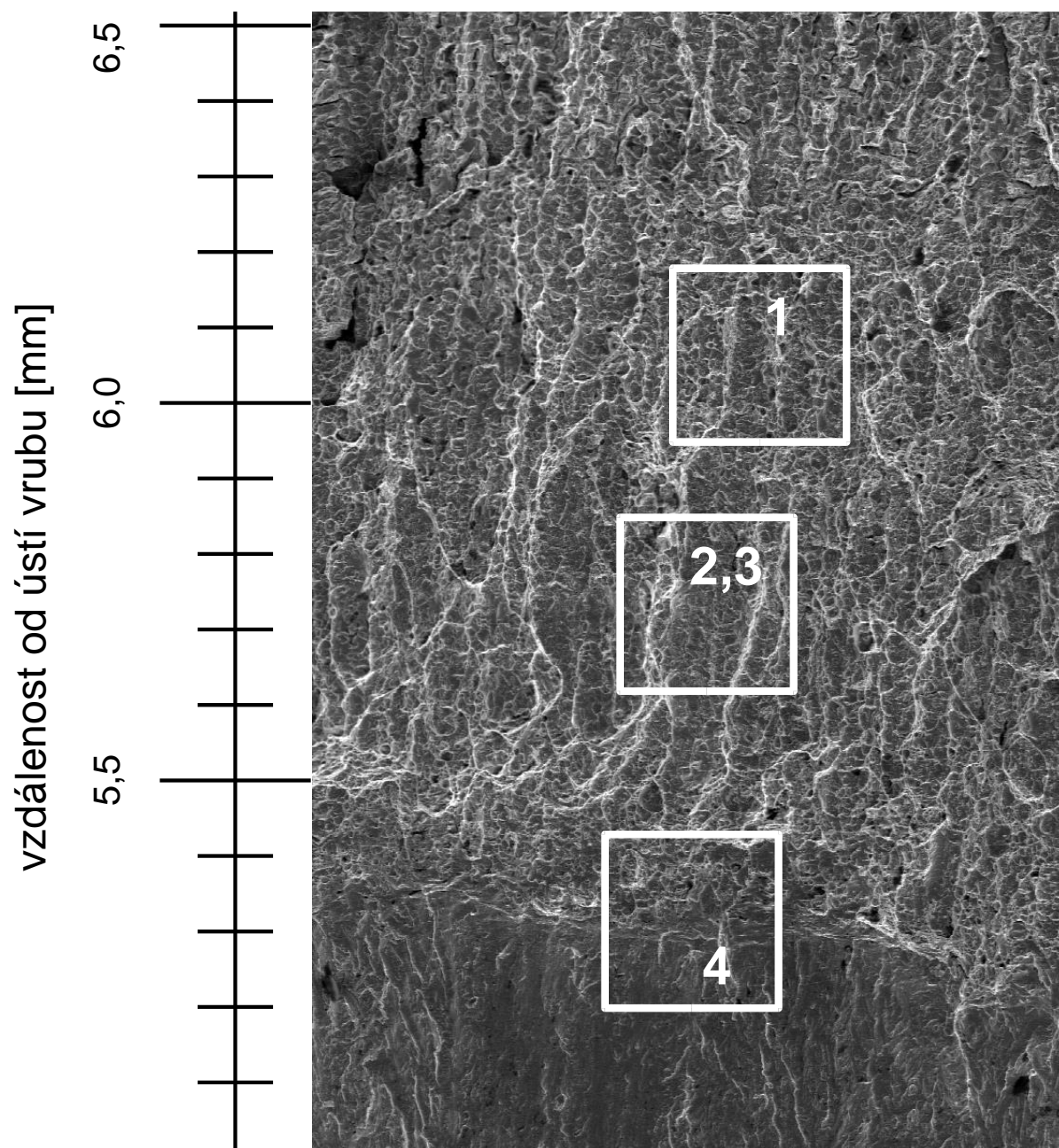
Výsledky EDX analýzy:



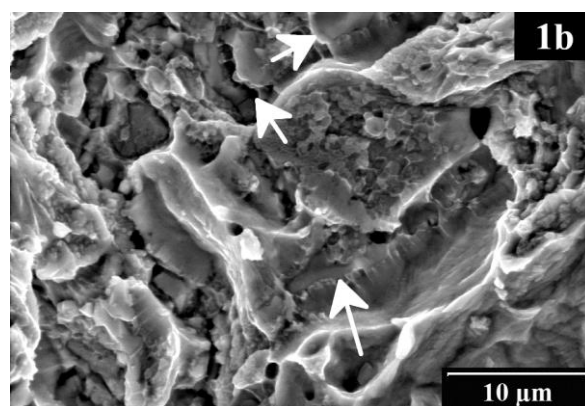
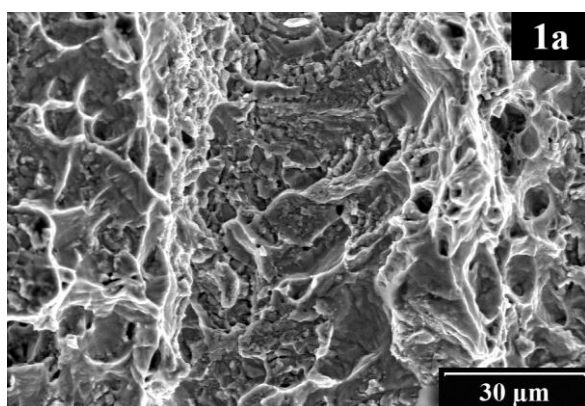
Obr. 13: Oblast výbrusu vzorku S2, na které byla provedena EDX analýza. Oblast se nachází v TRR podle Obr. 9.

Tab. 3: Výsledky EDX v oblastech 1-6 definovaných na Obr. 13: Obsah relevantních prvků a identifikace fází. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

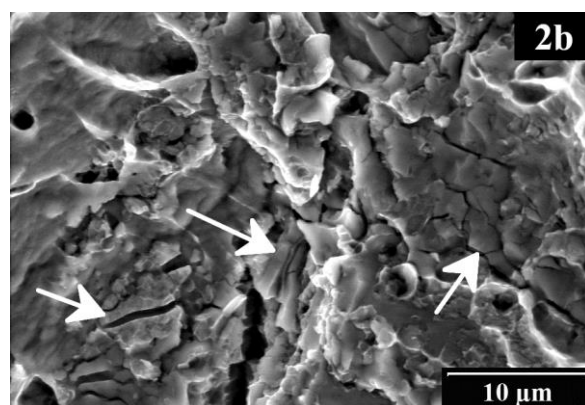
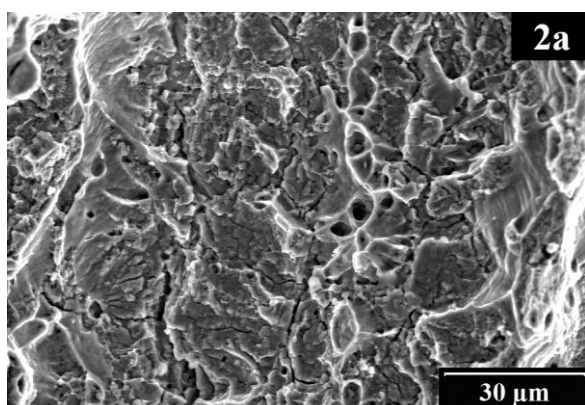
č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	67,8	27,5	3,6	0,4	0,7	delta ferit
2	74,6	21,9	2,2	0,6	0,7	delta ferit
3	58,2	35,7	3,6	0,8	1,7	sigma fáze
4	58,1	36,4	3,1	0,9	1,6	sigma fáze
5	58,8	35,4	3,8	0,5	1,5	sigma fáze
6	66,6	21,8	10,1	0,8	0,7	austenit



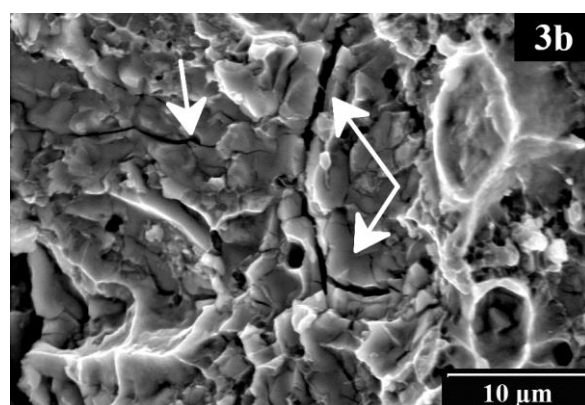
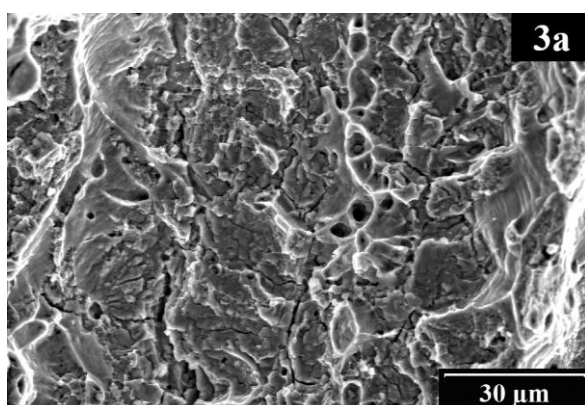
Obr. 14: Fraktografická mapa lomové plochy vzorku S2.



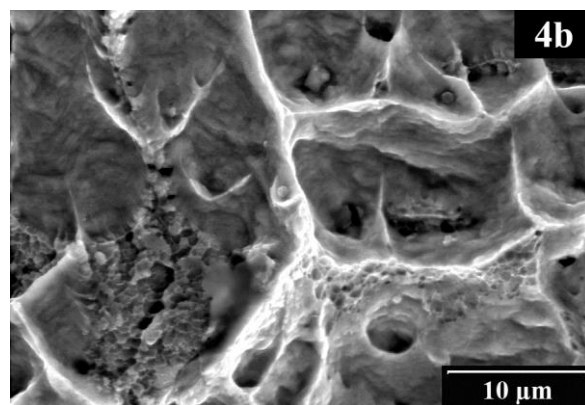
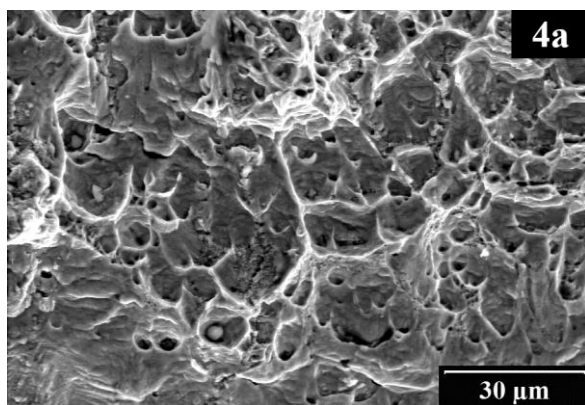
*Střed tvárné brázdy (a). Porušené strukturální částice (pravděp.  $\sigma$ ) přispívající k tvorbě brázd (b).*



*Střed tvárné brázdy (a). Porušené strukturální částice (pravděp.  $\sigma$ ) přispívající k tvorbě brázd (b).*



*Střed tvárné brázdy (a). Porušené strukturální částice (pravděp.  $\sigma$ ) přispívající k tvorbě brázd (b).*



*TG tvárný lom. Absence tvárných brázd.*

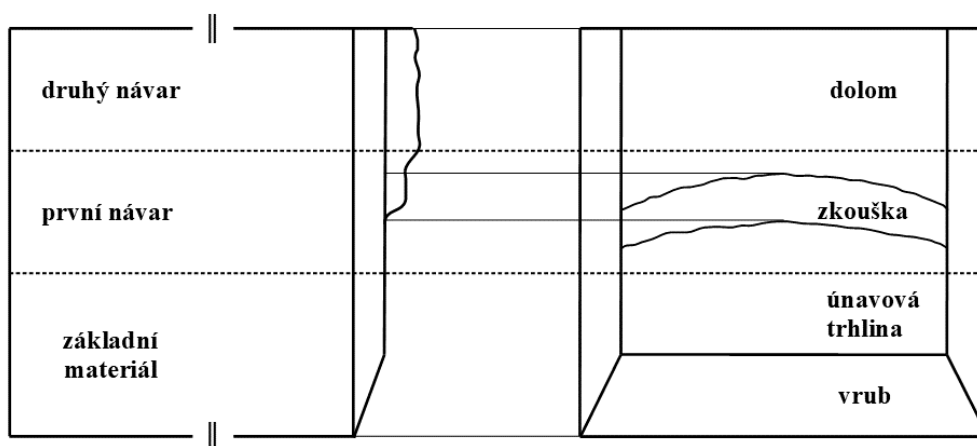
*Obr. 15: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 14.*

# Vzorek S3

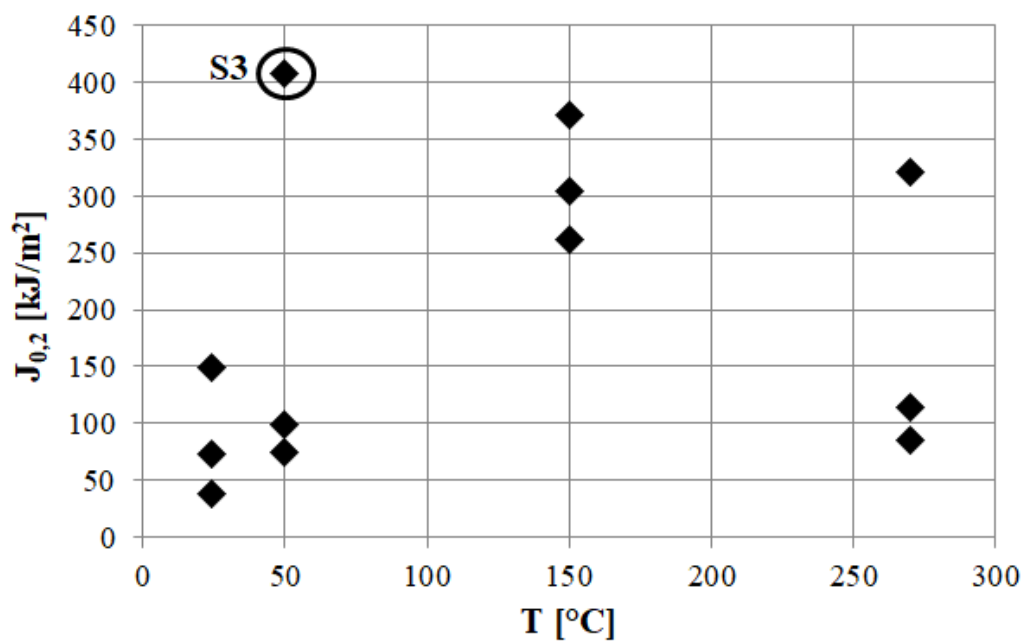
## Základní informace

Tab. 4: Základní parametry vzorku S3.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	$J_{0,2}$ [kJ m <sup>-2</sup> ]	$a_0$ [mm]	$\Delta a$ [mm]	$a_p$ [mm]
CR	N1	N2	50	408	5,26	1,15	6,41



Obr. 16: Polohy materiálových vrstev ve vzorku S3 (schéma).



Obr. 17: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N1.

## Výsledky

### Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstvy N1, kterou se při zkoušce SLH šířila trhlina (Obr. 19). Získané informace:

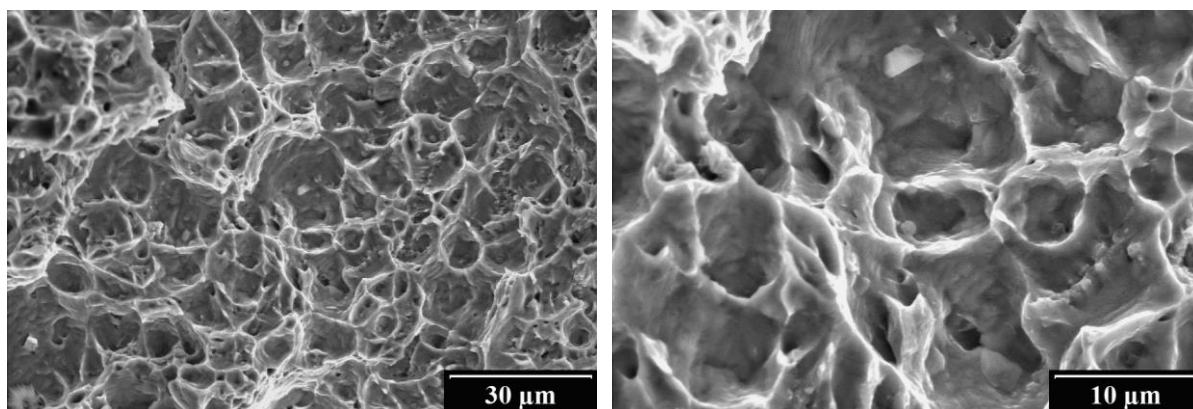
- Celková šířka vrstvy N1 ve směru šíření trhliny byla přibližně 3,0 mm.
- Materiál návaru byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci na Obr. 19 a Obr. 20).
  - Morfologie solidifikačních útvarů N1 se lišila v závislosti na vzdálenosti od rozhraní se ZM nacházejícím se ve vzdálenosti cca 3,6 až 3,9 mm od ústí vrubu ZT. Byly identifikovány 3 typy struktur N1 (Obr. 20):
    - CELR: Celulární oblasti návaru nacházející se v bezprostřední blízkost rozhraní ZM-N1,
    - DENR-1: První část dendritické oblasti návaru navazující na CELR,
    - DENR-2: Druhá část dendritické oblasti návaru navazující na DENR-1.
- Čelo předcyklované únavové trhliny nacházelo v oblasti, která podle výbrusu spadala do DENR-1. Trhlina se při zkoušce SLH šířila oblastmi DENR-1 a DENR-2.

### Procesy porušování

**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH až šířila strukturami DENR-1 a DENR-2 mechanismem TG tvárného lomu. Mikromorfologie lomové plochy byla ve všech místech charakterizována relativně malými tvárnými důlky (Obr. 18), které se téměř bez výjimky vytvářely na částicích submikronových rozměrů. Nikde nebyly nalezeny žádné tvárné brázdy ani jiné mikromorfologické útvary, které by se podstatně lišily od těch na Obr. 18. V tom spočívá zásadní rozdíl od všech ostatních hodnocených vzorků, na nichž byly prokázány případy porušování  $\sigma$ -částic, které usnadňovaly proces tvorby tvárných důlků. Tyto skutečnosti se při zkoušce SLH vzorku S3 projevíly velmi vysokým odporem materiálu vůči šíření trhliny. Hodnota lomové houževnatosti,  $J_{0,2}=408 \text{ kJ m}^{-2}$ , byla nejvyšší z celého hodnoceného souboru.

**Podrobnosti:** Příčinu odlišného chování S3 oproti ostatním vzorkům lze nalézt v zásadě odlišném rozložení struktur ve vrstvě N1 charakterizovaném značně omezeným rozsahem CELR a úplnou absencí TRR, viz Obr. 19 a Obr. 20. Příčinou specifického charakteru struktury N1 ve vzorku S3 byl zřejmě odlišný způsob tuhnutí návaru v místě odběru S3. K tomu mohlo dojít např. důsledkem významně odlišné rychlosti tuhnutí taveniny při navařování. V rámci

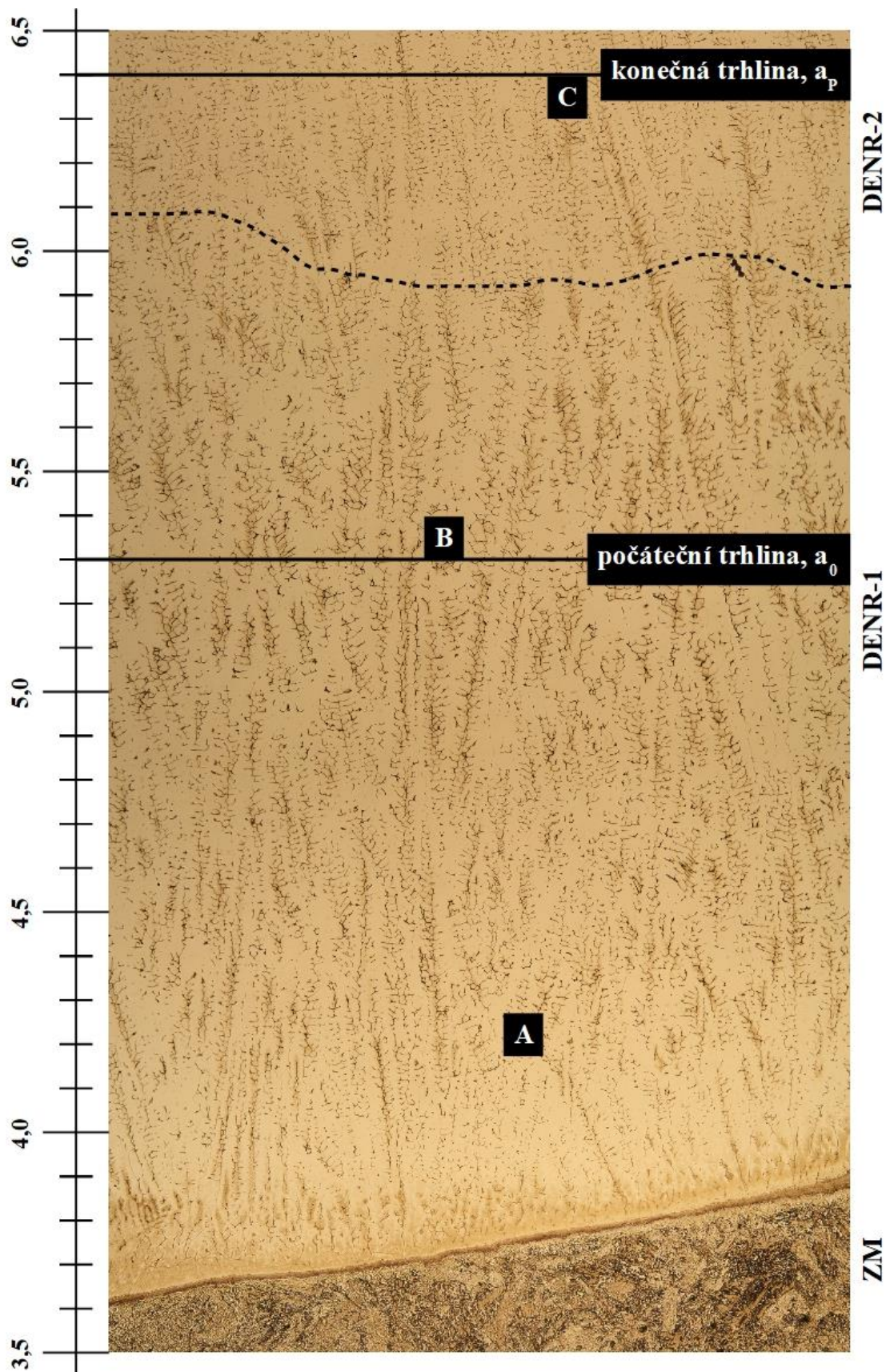
strukturní analýzy nebyla provedena analýza fázového složení dendritů, avšak s ohledem na chování ZT při zkoušce SLH je pravděpodobné, že obsah sigma fáze byl velmi nízký. Jednoznačné prokázání této domněnky by vyžadovalo podrobnější vyhodnocení výbrusu S3, např. pomocí technik elektronové mikroskopie a EDX.



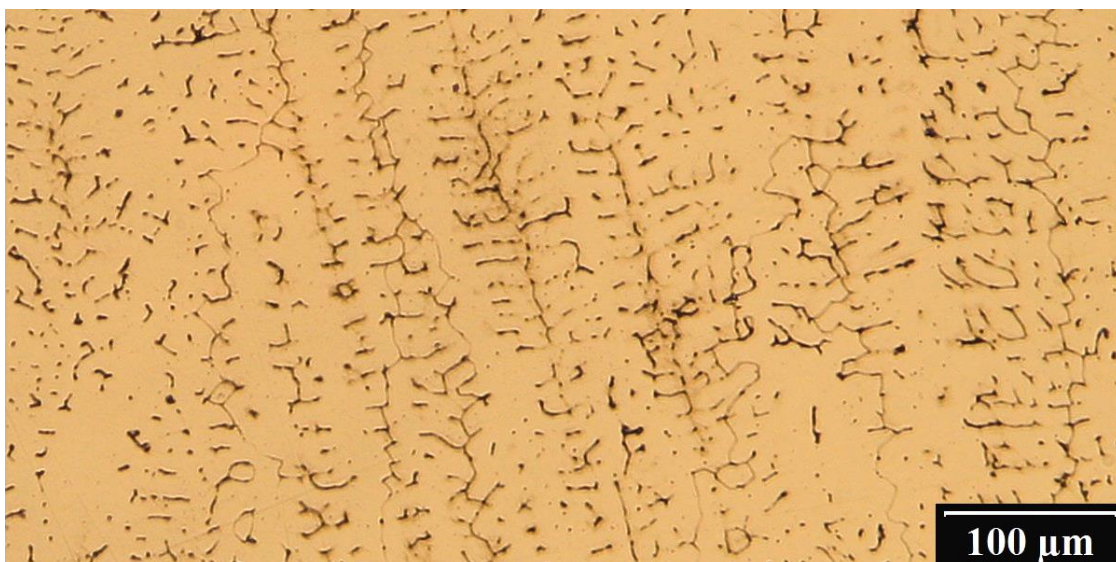
*TG tvárný lom*

Obr. 18: Charakteristické fraktografické znaky na lomové ploše S3.





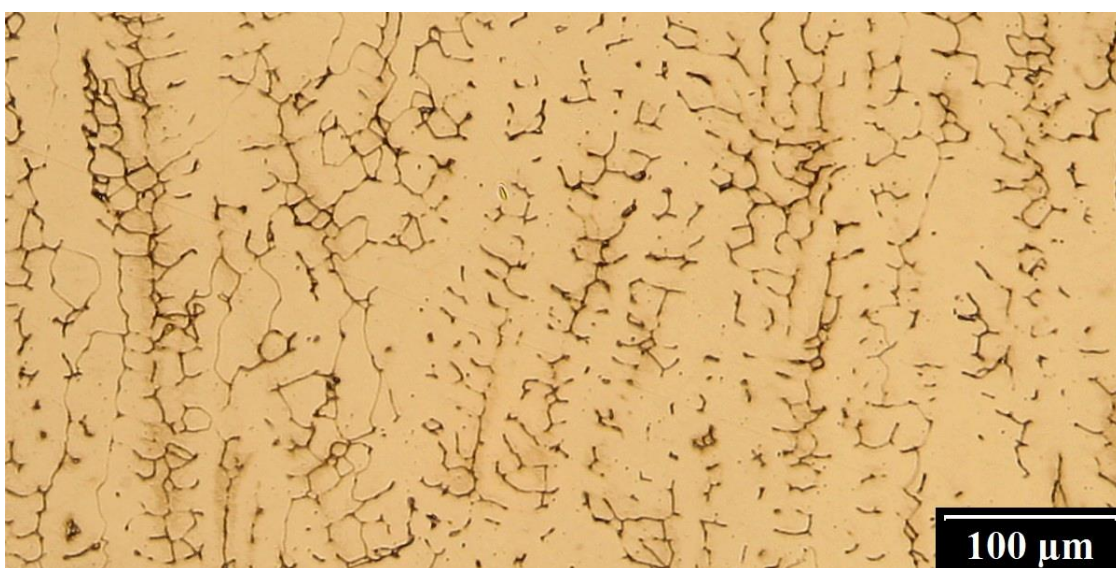
Obr. 19: Mapa struktury výbrusu vzorku S3, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-C) z Obr. 20.



C) *Struktura DENR-2 navazující na DENR-1 (poloha: 6,4 mm podle Obr. 19)..*



B) *Struktura DENR-1 (poloha: 5,3 mm podle Obr. 19).*



A) *Struktura DENR-1 (poloha: 4,2 mm podle Obr. 19).*

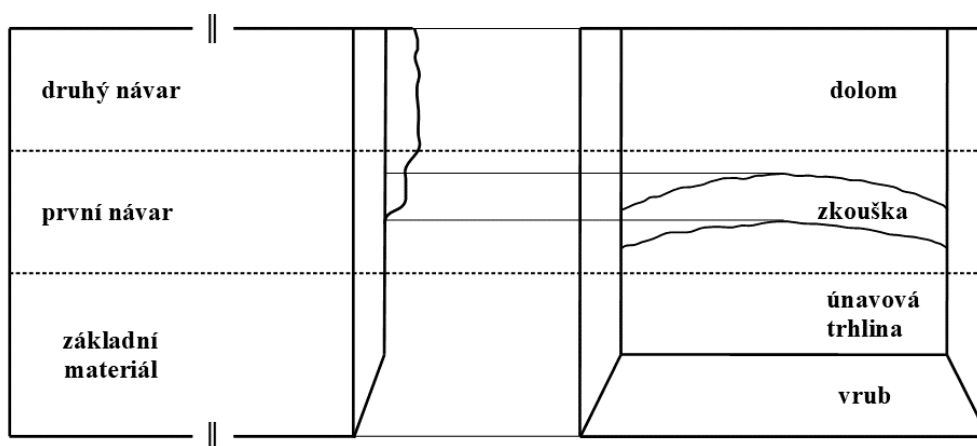
Obr. 20: *Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 19.*

# Vzorek S4

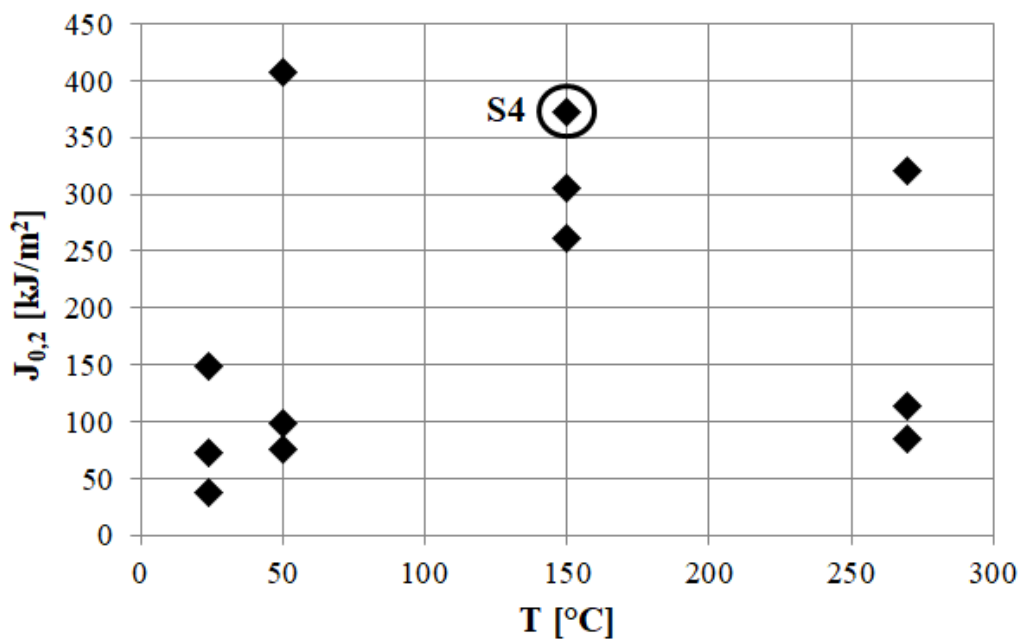
## Základní informace

Tab. 5: Základní parametry vzorku S4.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	$J_{0,2}$ [kJ m <sup>-2</sup> ]	$a_0$ [mm]	$\Delta a$ [mm]	$a_p$ [mm]
LR	N1	N2	150	372	4,92	1,67	6,59



Obr. 21: Polohy materiálových vrstev ve vzorku S4 (schéma).



Obr. 22: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N1.

## Výsledky

### Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstvy N1, kterou se při zkoušce SLH šířila trhlina (Obr. 23). Získané informace:

- Celková šířka vrstvy N1 ve směru šíření trhliny byla přibližně 3,2 mm.
- Materiál návaru byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci na Obr. 23 až Obr. 25).
  - Morfologie solidifikačních útvarů N1 se lišila v závislosti na vzdálenosti od rozhraní se ZM nacházejícím se ve vzdálenosti cca 4,8 mm od ústí vrubu ZT. Byly identifikovány 4 typy struktury N1 (Obr. 24 a Obr. 25):
    - CELR: Celulární oblast návaru,
    - TRR (“transition region”): Přechodová oblast mezi celulární a dendritickou oblastí,
    - DENR-1: První část dendritické oblasti návaru navazující na TRR,
    - DENR-2: Druhá část dendritické oblasti návaru navazující na DENR-1.
- Čelo předcyklované únavové trhliny se nacházelo v oblasti, která podle výbrusu spadala do CELR. Trhlina se při zkoušce SLH šířila oblastmi CELR, TRR a DENR-1.

Některé oblasti výbrusu byly pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu JSM IT 500 HR v režimu BEC. Vybraná místa A až E jsou vyznačena na Obr. 23. Na některých místech byla technikou EDX provedena analýza chemického složení jednotlivých strukturních fází. Získané informace:

- Solidifikační útvary v oblastech CELR-1 a CELR-2 byly charakterizovány relativně nízkým obsahem sigma fáze. Transformační procesy probíhaly nejintenzivněji na rozhraní  $\delta/\gamma$ , viz Obr. 26A, B: Jádra útvarů byly většinou tvořeny zbytkovým delta feritem, zatímco okraje byly tvořeny sekundárními částicemi, patrně sigma fází, sekundárním austenitem, atd. Relativní plošný podíl solidifikačních útvarů na celkové lokální struktuře byl relativně nízký.
- Oblasti TRR a DENR-1 byly charakterizovány poměrně významným stupněm dekompozice delta feritu. Solidifikační útvary byly z velké části tvořeny  $\sigma$  částicemi, jejichž množství převyšovalo množství zbytkového delta feritu (Obr. 26C a Obr. 27C, D). V porovnání s oblastmi CELR-1, 2 byly lokální solidifikační útvary charakterizovány podstatně větší tloušťkou (2÷4  $\mu\text{m}$  oproti 1÷2  $\mu\text{m}$  v CELR).

- V oblasti DENR-2 také docházelo k intenzivní transformaci delta feritu na sigma fázi. Relativní podíl sigma fáze zde však byl viditelně nižší, než v TRR a DENR-1 (Obr. 27E).
- EDX analýza provedená na vybraném místě DENR-2 (Obr. 28 a Tab. 6 na str. 38) prokázala vysoké obohacení sigma fáze chromem (37 hm. %) a křemíkem (1,9 hm. %).

## **Procesy porušování**

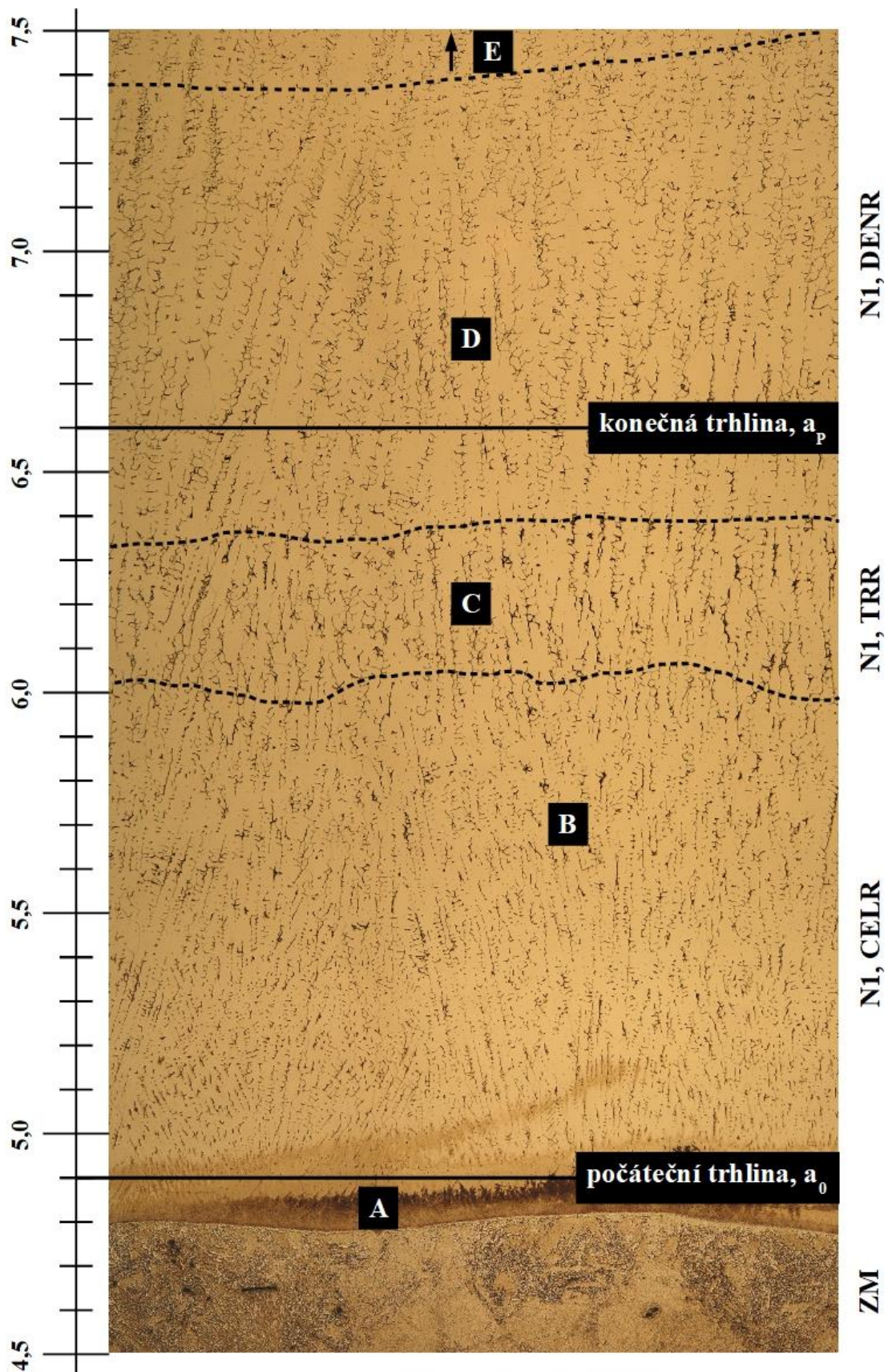
**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH šířila mechanismem TG tvárného lomu. V průběhu šíření trhliny docházelo k porušování křehkých částic sigma fáze, které lokálně usnadňovaly proces tvárného důlkovitého porušování. To se projevovalo lokálně sníženým odporem materiálu vůči šíření trhliny a také specifickou mikromorfologií lomové plochy charakterizovanou tvárnými důlky velkých rozměrů, zejména „tvárnými brázdami“. V počáteční etapě šíření trhliny (prvních 400  $\mu\text{m}$ ), která měla rozhodující vliv na lomovou houževnatost  $J_{0,2}$ , však téměř k žádnému porušování  $\sigma$  částic nedocházelo, a proto byla na vzorku S4 vyhodnocena jedna z nejvyšších hodnot  $J_{0,2}$ .

**Podrobnosti:** Na samotném začátku hodnocené oblasti se nacházelo cca 400  $\mu\text{m}$  široké pásmo (oblast 4 podle Obr. 29) s mikromorfologií charakterizovanou tvárnými důlky relativně malých rozměrů (Obr. 30-4). Tvárné důlky se patrně vytvářely výhradně na submikronových částicích, neboť zde nebyly nalezeny téměř žádné mikromorfologické znaky útvarů solidifikační struktury.

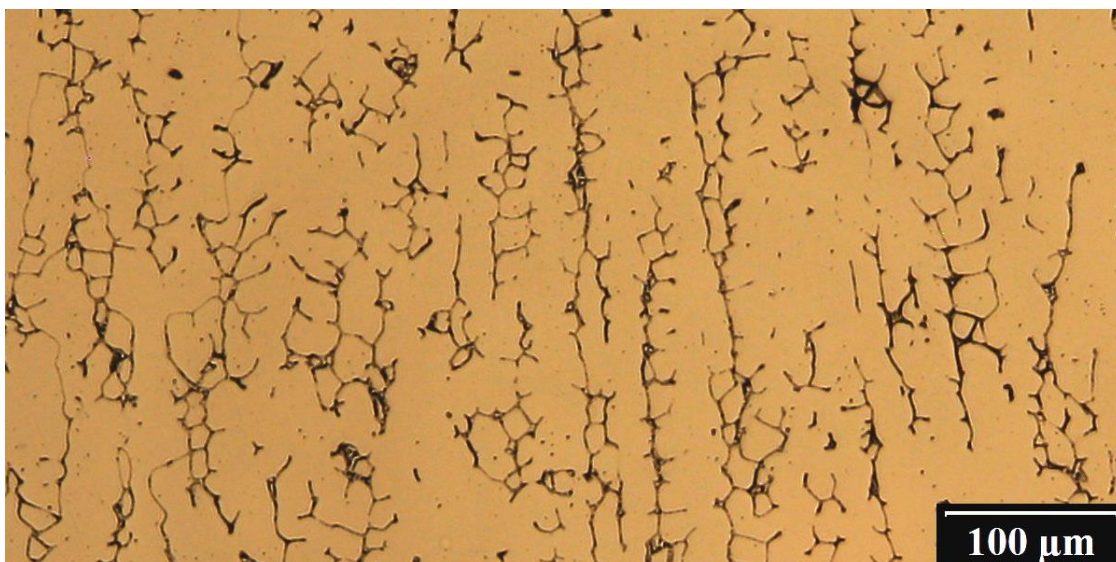
V navazující oblasti (2 a 3 podle Obr. 29) byla morfologie lomové plochy charakterizována tvárnými brázdami, tedy tvárnými důlky protáhlého tvaru a relativně velkých rozměrů. Na dně brázd byly identifikovány fraktografické znaky praskání některých složek struktury N1, viz Obr. 30-3b, c, Obr. 32c, d. Selektivní EDX analýza provedená v místě na Obr. 32d prokázala, že chemické složení těchto částic je shodné se složením částic, které byly při strukturní analýze (tj. na výbrusu) identifikovány jako sigma fáze, viz Obr. 32 a Tab. 7, resp. Obr. 33 a Tab. 8: Částice byly vysoce obohaceny chromem (36÷37 hm. %) a v některých případech také křemíkem (až 1,8 hm. %). Na základě toho byly tyto částice identifikovány jako sigma fáze. V okolí porušených částic následně docházelo k růstu tvárných brázd, viz Obr. 30-3a, Obr. 31-2a. Tvar brázd korespondoval s tvarem solidifikačních útvarů nacházejících se v koncové části CELR-2 a v oblastech TRR a DENR-1 zdokumentovaných na Obr. 24B, C, Obr. 25D: Solidifikační útvary měly rovněž protáhlý tvar s osou rovnoběžnou s makroskopickým směrem šíření trhliny a byly charakterizovány poměrně velkou mírou spojitosti.

Mikromorfologie koncové části tvárné trhliny – oblast 1 podle Obr. 29 – byla z převážné části charakterizována tvárnými důlky malých rozměrů (Obr. 31-1a), které se vytvářely na

submikronových částicích. Některé důlky se však prokazatelně vytvořily na porušených  $\sigma$  částicích, viz Obr. 33. V tom spočíval zásadní rozdíl mezi oblastmi 1 a 4: V oblasti 1 kladl materiál nižší odpor vůči šíření trhliny, neboť porušující se  $\sigma$  částice usnadňovaly proces tvorby a růstu tvárných důlků.



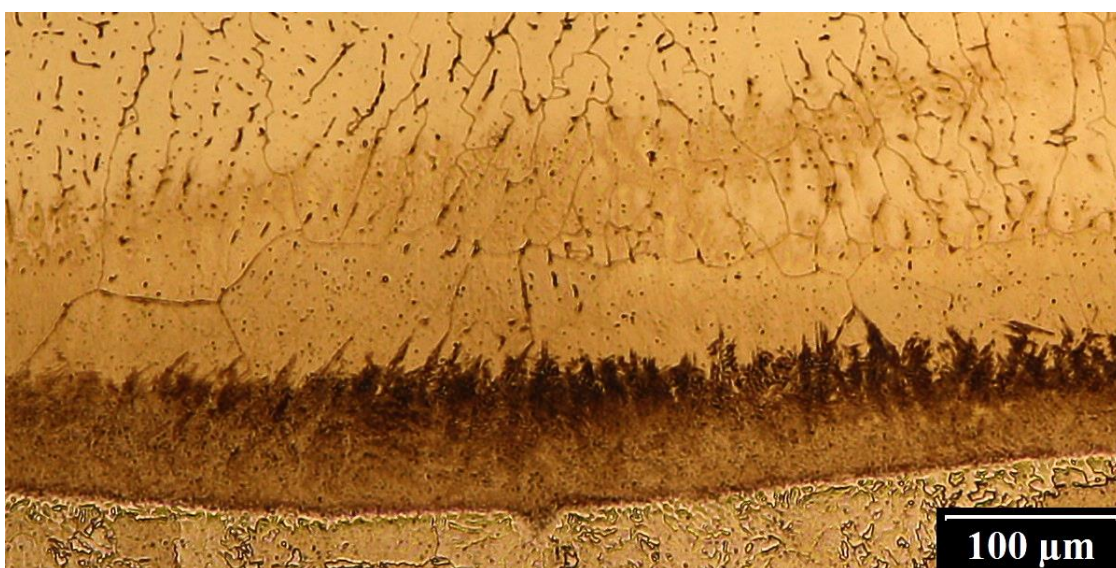
Obr. 23: Mapa struktury výbrusu S4, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-E) z Obr. 24 a Obr. 25.



C) Struktura TRR navazující na CELR (poloha 6,2 mm podle Obr. 23).



B) Struktura CELR (poloha 5,7 mm podle Obr. 23).



A) Rozhraní ZM-N1 přecházející v oblast CELR (poloha: 4,8 mm podle Obr. 23).

Obr. 24: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 23.



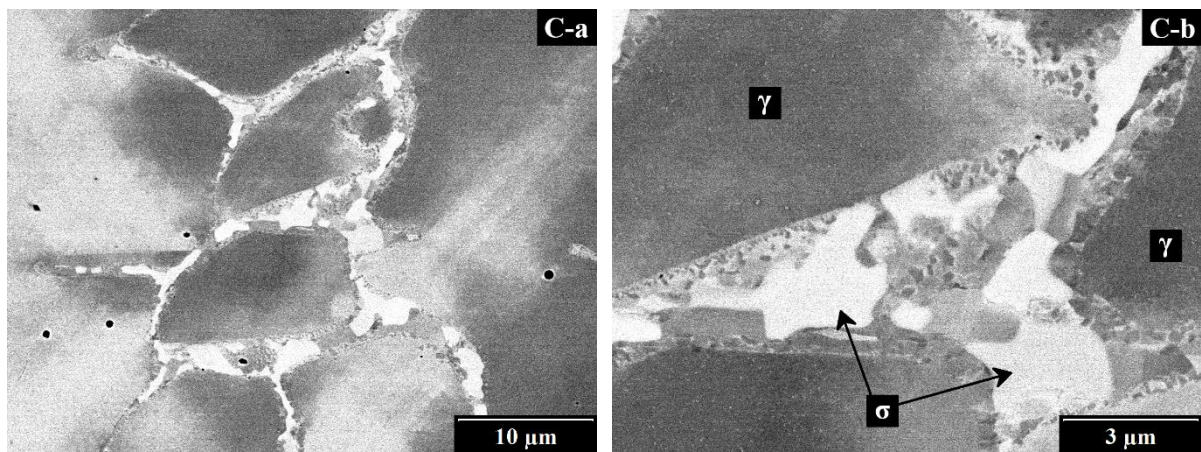


E) Struktura DENR-2 navazující na DENR-1 (poloha 7,7 mm podle Obr. 23).

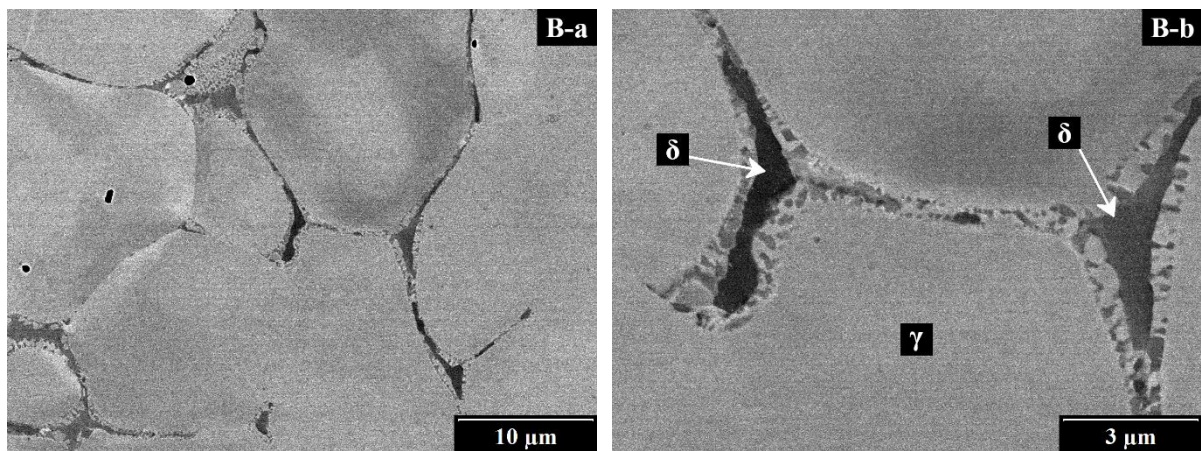


D) Struktura DENR-1 navazující na TRR (poloha: 6,8 mm podle Obr. 23).

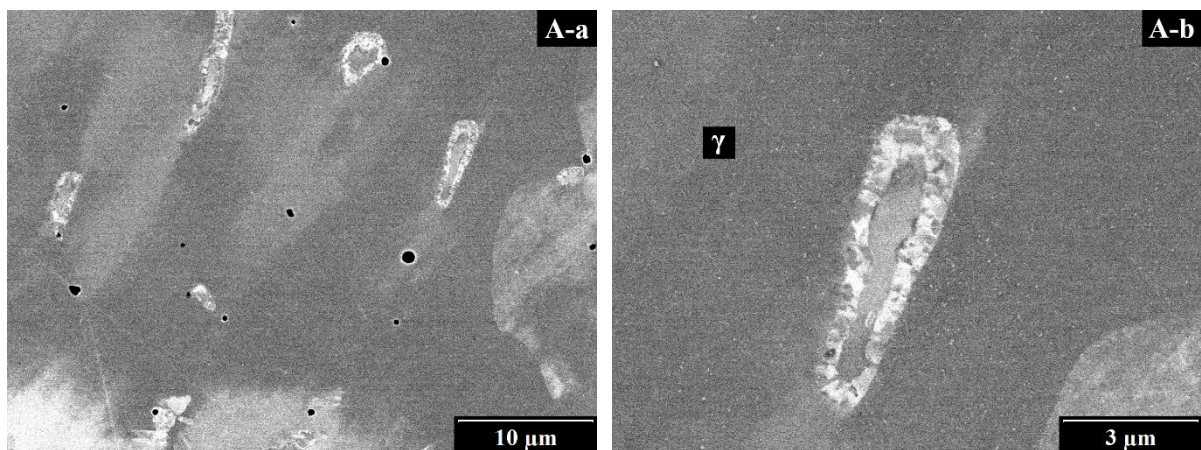
Obr. 25: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 23.



**Oblast C:** TRR. Strukturální útvary v pokročilém stádiu transformace z delta-feritu na sigma fázi (bílé oblasti) a další sekundární fáze.

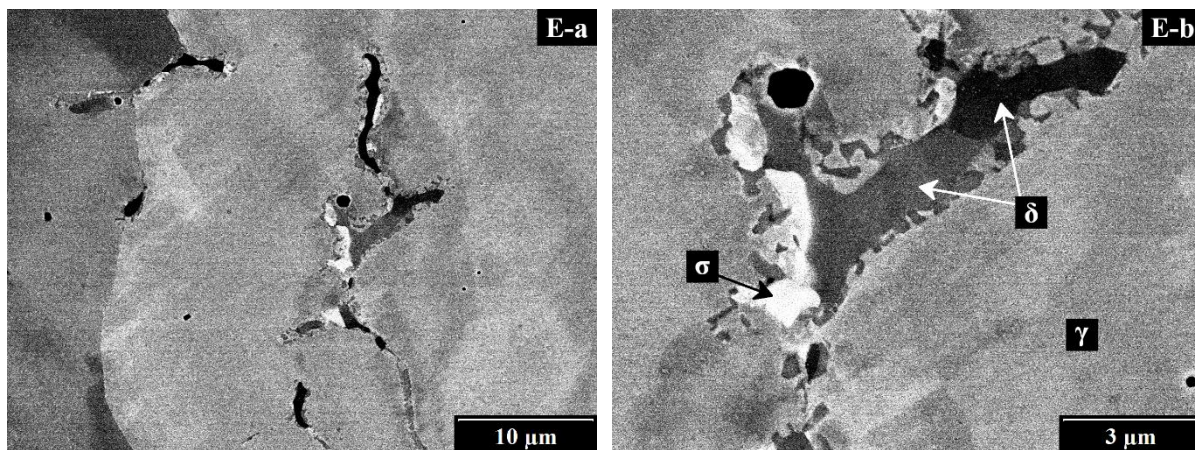


**Oblast B:** CELR-2. Jádra solidifikačních útvarů tvořená zbytkovým delta feritem (černé oblasti) lemovaná produkty transformačních procesů, patrně částicemi  $\sigma$ , sekundárního austenitu, karbidů, atd.

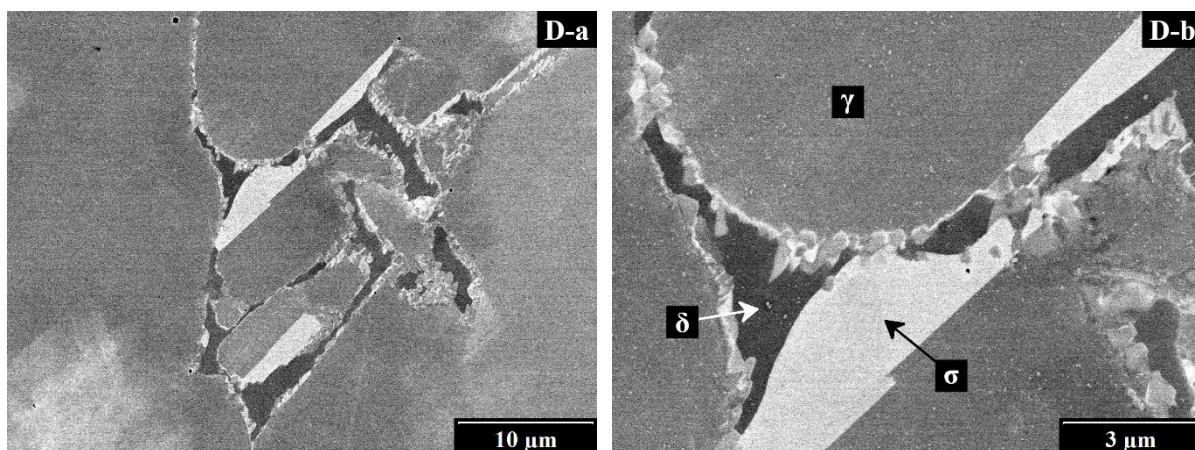


**Oblast A:** CELR-1 v blízkosti rozhraní ZM-N1. Řídce rozptýlené útvary struktury N1 (a). Projevy intenzivních transformačních procesů na původním rozhraní  $\delta/\gamma$ : jádra útvarů původního delta feritu lemovaná sekundárními částicemi, patrně sigma fáze, sekundární austenit, atd. (b).

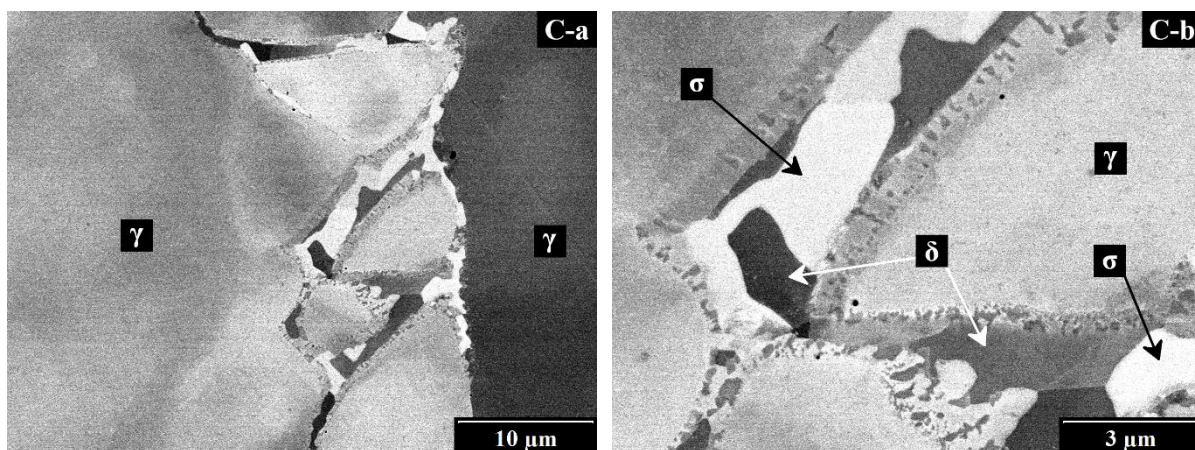
Obr. 26: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 23. (Snímky byly pořizeny v režimu SEM-BEC.)



*Oblast E: DENR-2. Útvary struktury NI: Delta-ferit prošlý částečnou transformací na sigma fázi.*



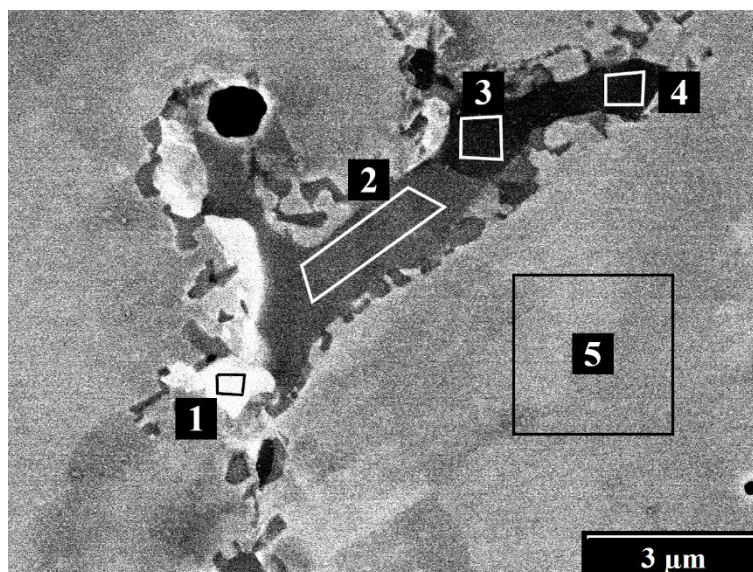
*Oblast D: DENR-1. Strukturní útvary NI prošlé částečnou transformací z delta-feritu na sigma fázi.*



*Oblast C: TRR. Strukturní útvary NI tvořící síťoví na hranici dvou austenitických subzrn a tvořené oblastmi zbytkového delta-feritu, sigma fáze a dalších sekundárních fází.*

*Obr. 27: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 23. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)*

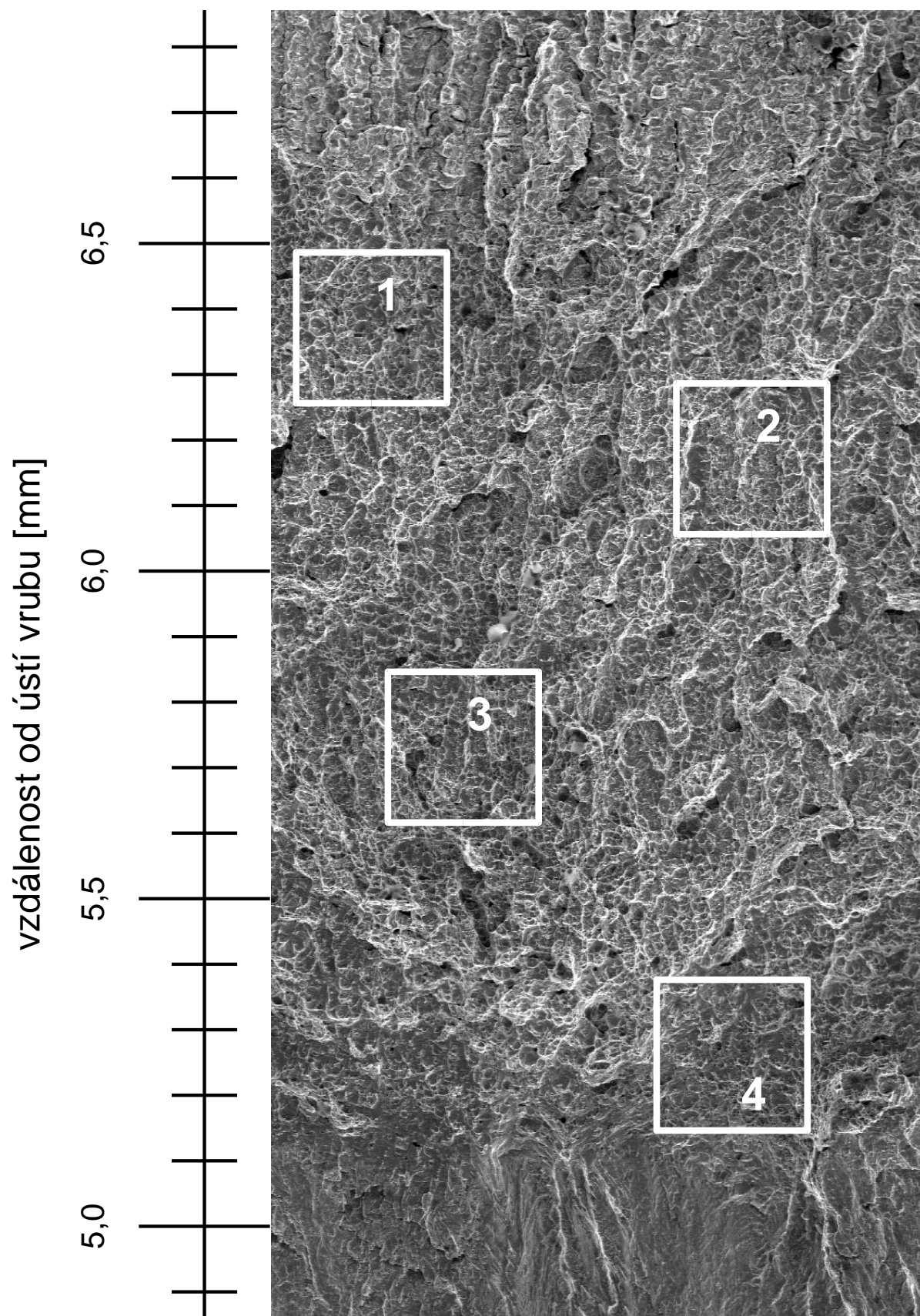
Výsledky EDX analýzy výbrusu:



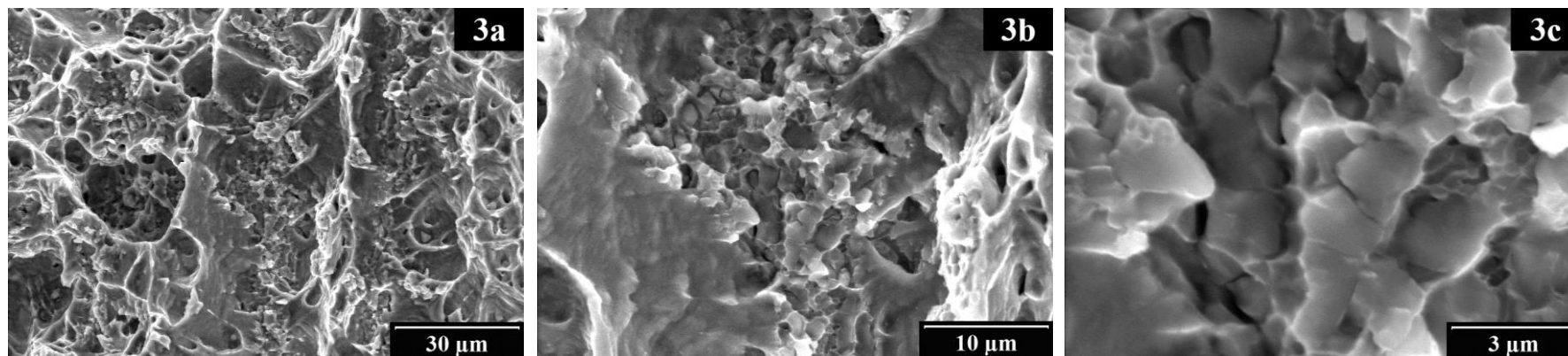
Obr. 28: Oblast výbrusu vzorku S2, na které byla provedena EDX analýza. (Snímek je totožný s Obr. 27E).

Tab. 6: Výsledky EDX v oblastech 1-5 definovaných na Obr. 28: Obsah relevantních prvků a identifikace fází. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

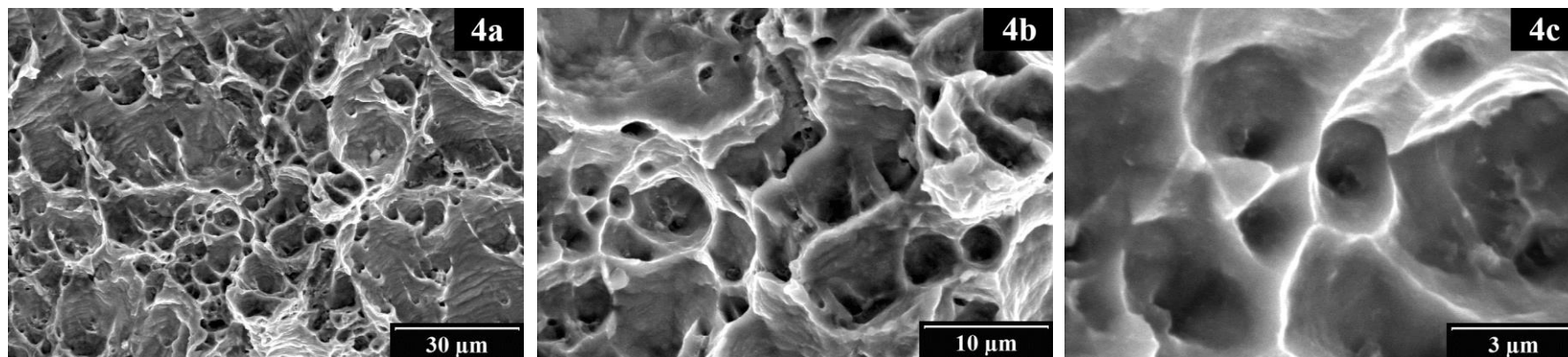
č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace:
1	57,9	36,7	3,0	0,6	1,9	sigma fáze
2	75,5	18,5	4,3	0,5	1,2	delta ferit
3	75,5	20,0	3,1	—	1,4	delta ferit
4	76,0	20,6	2,1	—	1,3	delta ferit
5	63,6	22,9	11,6	1,0	0,9	austenit



Obr. 29: Fraktografická mapa lomové plochy S4.

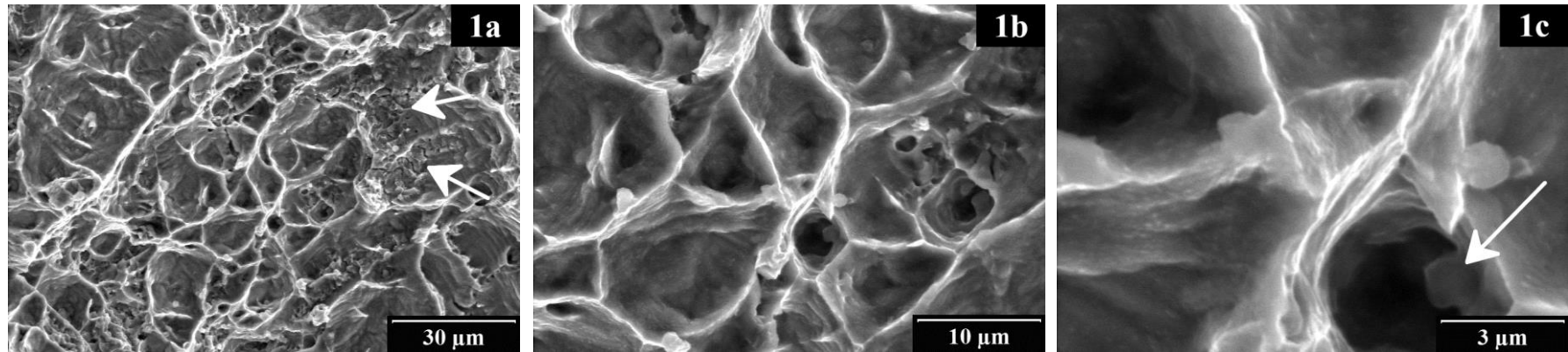


Oblast 3: Tvárné brázdy (3a). Porušené částice (3b, 3c, pravděpodobně sigma fáze), které přispěly k vytvoření brázd.

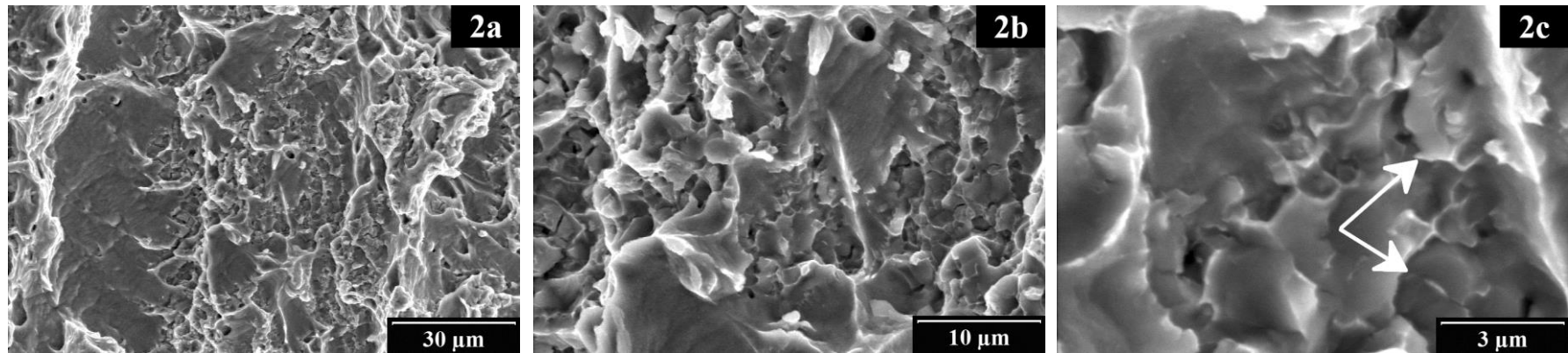


Oblast 4: TG tvárný lom. Absence tvárných brázd.

Obr. 30: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 29.

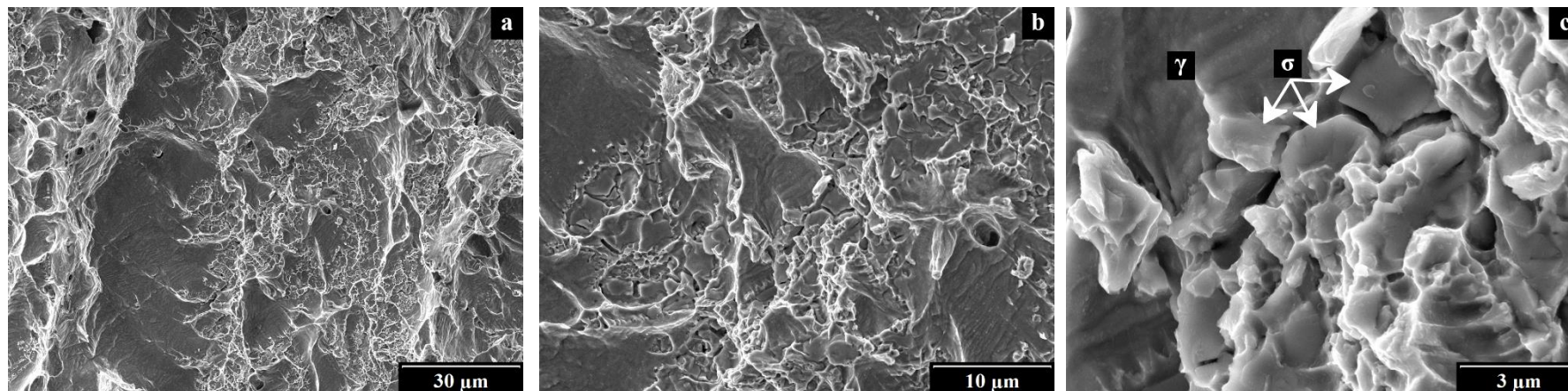


Oblast 1: TG tvárný lom. Lokálně bylo možné nacházet porušené  $\sigma$  částice (1a). Jedna z dutin na obr. 1c pravděpodobně obsahuje zbytky tavidla.



Oblast 2: Tvárné brázdy (2a). Porušené částice (2b, 2c, pravděpodobně sigma fáze), které přispěly k vytvoření brázd.

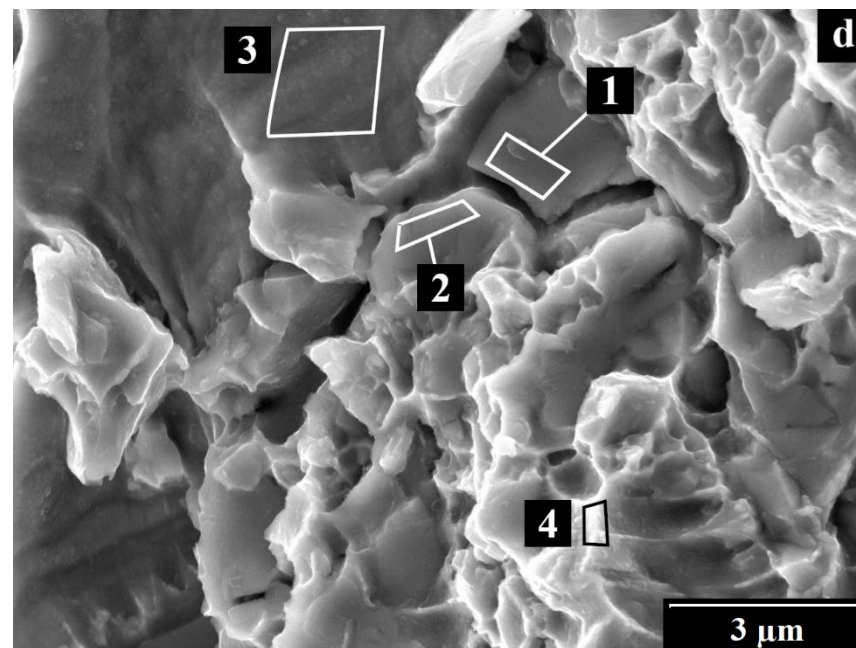
Obr. 31: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 29.



Oblast 2: Tvárné brázdy (a). Porušené  $\sigma$  částice (c), které přispěly k vytvoření brázd.

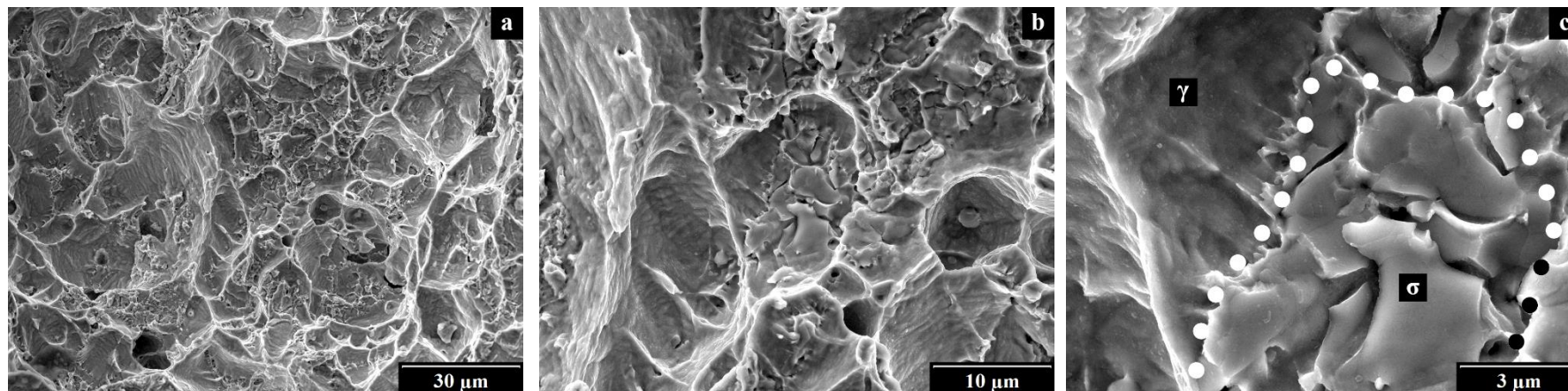
Tab. 7: Výsledky EDX analýzy, provedené na lomové ploše S4 v oblasti na Obr. 32-d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	58,5	36,2	2,7	1,6	1,0	sigma fáze
2	58,4	35,9	3,0	1,2	1,4	sigma fáze
3	63,5	26,8	7,0	2,7	0,1	austenit
4	63,9	22,7	10,7	1,7	1,1	austenit



Obr. 32: Oblast lomové plochy S4, na které byla provedena EDX analýza. Oblast se nachází v místě 2 podle Obr. 29.

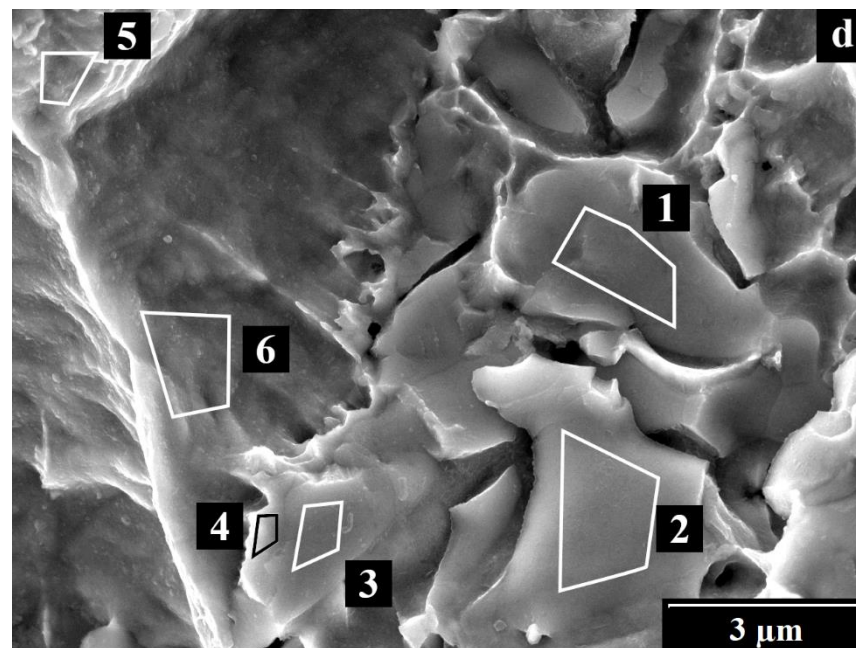




Makroskopicky tvárné porušení materiálu – TG tvárný lom (a). Některé tvárné důlky se prokazatelně vytvářely na porušených  $\sigma$  částicích (c).

Tab. 8: Výsledky EDX analýzy, provedené na lomové ploše S4 v oblasti na Obr. 33-d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	57,9	37,3	2,6	0,8	1,5	sigma fáze
2	58,8	36,1	3,1	0,3	1,6	sigma fáze
3	60,1	33,8	3,3	1,0	1,8	sigma fáze
4	68,3	23,5	6,1	1,3	0,9	austenit
5	63,7	29,1	6,2	0,7	0,3	neidentifikováno (ferit / austenit)
6	64,8	23,0	10,0	1,0	1,1	austenit



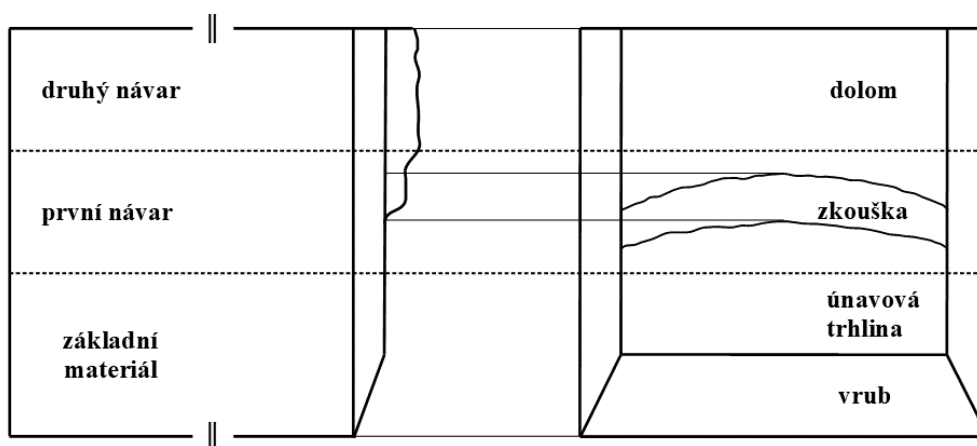
Obr. 33: Oblast lomové plochy S4, na které byla provedena EDX analýza. Oblast se nachází zhruba na úrovni místa 1 podle Obr. 29.

# Vzorek S5

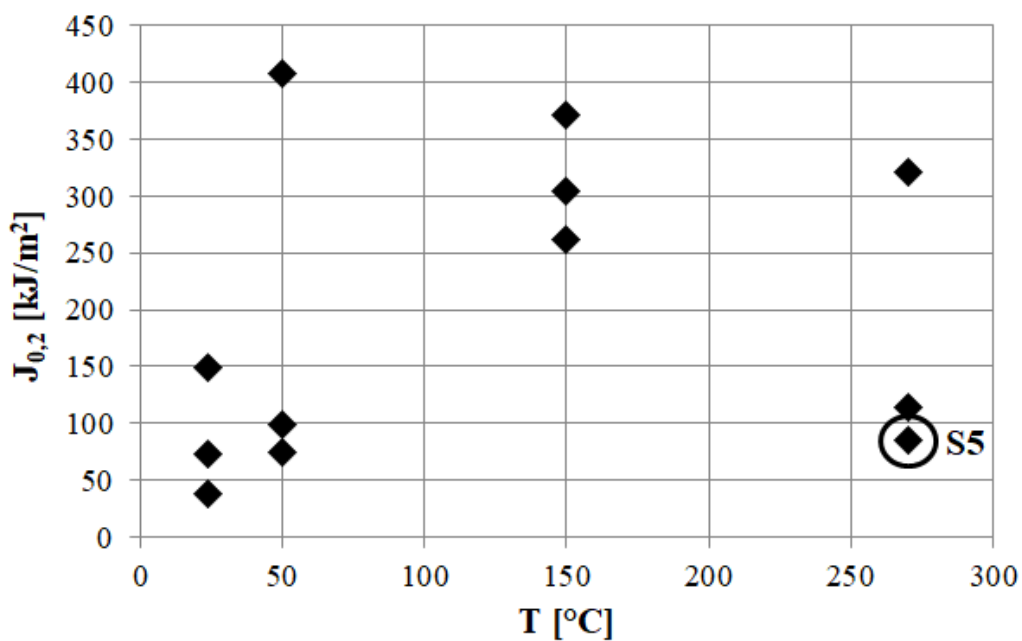
## Základní informace

Tab. 9: Základní parametry vzorku S5.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	$J_{0,2}$ [kJ m <sup>-2</sup> ]	$a_0$ [mm]	$\Delta a$ [mm]	$a_p$ [mm]
LR	N1	N2	270	85	5,14	1,37	6,51



Obr. 34: Polohy materiálových vrstev ve vzorku S5 (schéma).



Obr. 35: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N1.

## Výsledky

### Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstvy N1, kterou se při zkoušce SLH šířila trhlina (Obr. 36). Získané informace:

- Celková šířka vrstvy N1 ve směru šíření trhliny byla přibližně 3,9 mm.
- Materiál návaru byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci na Obr. 36 až Obr. 38).
  - Morfologie solidifikačních útvarů N1 se lišila v závislosti na vzdálenosti od rozhraní se ZM nacházejícím se ve vzdálenosti cca 4,1 mm od ústí vrubu ZT. Bylo identifikováno 5 typů struktur N1 (Obr. 37 a Obr. 38):
    - CELR-1: První část celulární oblasti návaru,
    - CELR-2: Druhá část celulární oblasti návaru navazující na CELR-1,
    - TRR (“transition region”): Přechodová oblast mezi celulární a dendritickou oblastí,
    - DENR-1: První část dendritické oblasti návaru navazující na TRR,
    - DENR-2: Druhá část dendritické oblasti návaru navazující na DENR-1.
- Čelo předcyklované únavové trhliny se nacházelo v oblasti, která podle výbrusu spadala do CELR-2. Trhlina se při zkoušce SLH šířila oblastmi CELR-2, TRR a DENR-1.

Některé oblasti výbrusu byly pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu JSM IT 500 HR v režimu BEC. Vybraná místa A až E jsou vyznačena na Obr. 36. Získané informace:

- Většina struktur N1, tj. CELR-1, 2, TRR, DENR-1 a DENR-2, se nacházela v pokročilém stupni dekompozice delta feritu, viz Obr. 39, Obr. 40. Téměř ve všech oblastech byla převážná část solidifikačních útvarů tvořena částicemi sigma fáze.
- Výjimečně bylo možné nalézt oblasti charakterizované relativně vysokým podílem zbytkového delta feritu – viz např. snímky na Obr. 40D-a, D-b pořízené v DENR-1.

### Procesy porušování

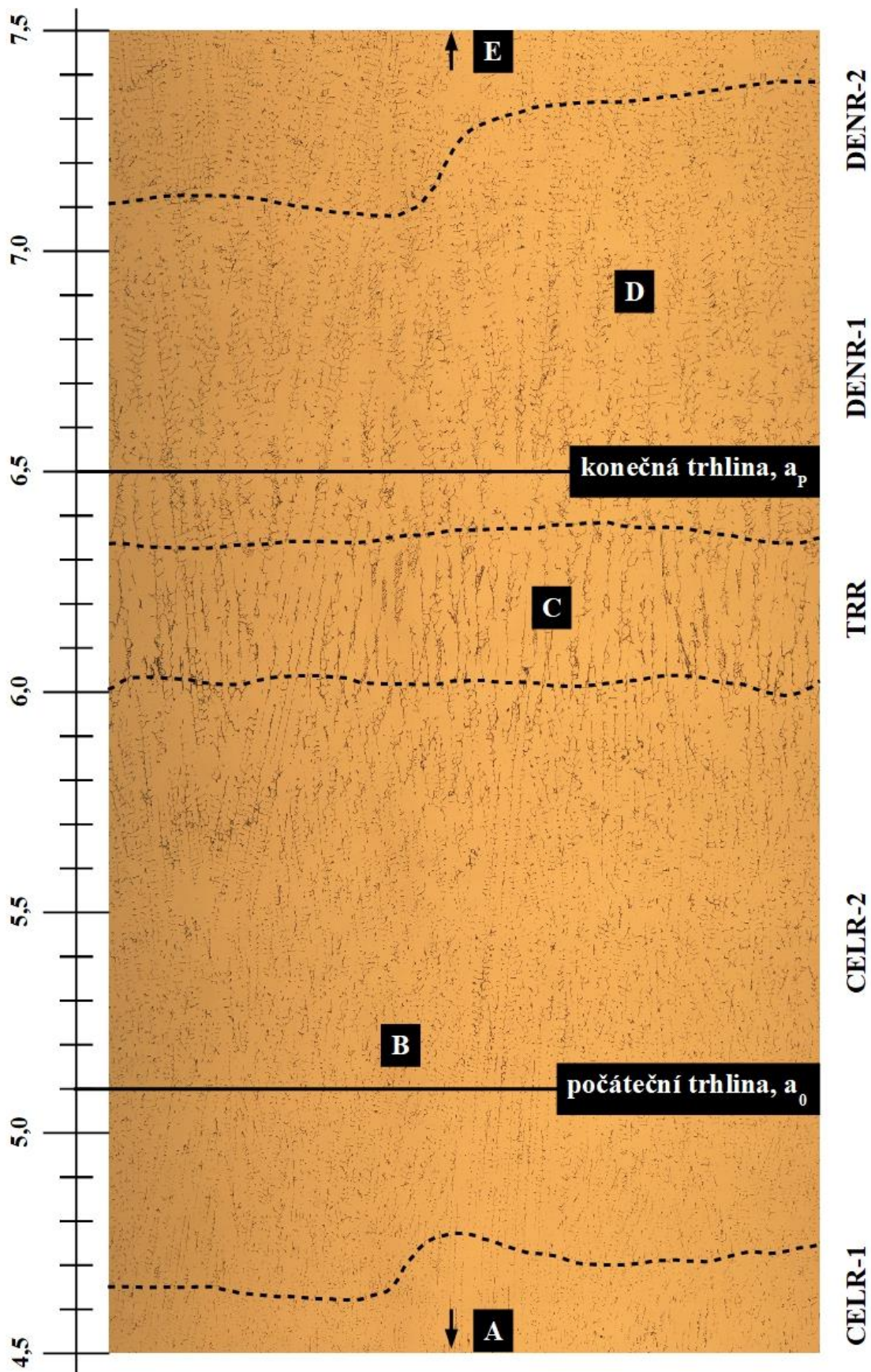
**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH šířila mechanismem TG tvárného lomu. V průběhu šíření trhliny docházelo k porušování křehkých částic sigma fáze, které lokálně usnadňovaly proces tvárného důlkovitého porušování. To se projevovalo lokálně sníženým odporem materiálu vůči šíření trhliny a také specifickou mikromorfologií lomové plochy charakterizovanou v některých místech tvárnými brázdami. Mikromorfologie lomové plochy vzorku S5 byla velmi podobná

vzorku S2: V obou případech se ve vzdálenosti cca 100÷200  $\mu\text{m}$  za čelem předcyklované únavové trhliny nacházelo rozhraní mezi počáteční oblastí charakterizovanou tvárnými důlky relativně malých rozměrů a navazující oblastí charakterizovanou tvárnými brázdami. Toto rozhraní s největší pravděpodobností na obou ZT odpovídalo rozhraní mezi CELR-2 a TRR. Zásadní rozdíl mezi oběma ZT však spočíval v odlišném mechanismu tvorby tvárných důlků v CELR-2: Zatímco v případě S2 se tvárné důlky vytvářely na částicích submikronových rozměrů, v případě S5 se většina tvárných důlků tvořila na porušených  $\sigma$  částicích. To bylo příčinou velmi nízké lomové houževnatosti  $J_{0,2}$  vzorku S5, která byla srovnatelná např. s lomovou houževnatostí S1.

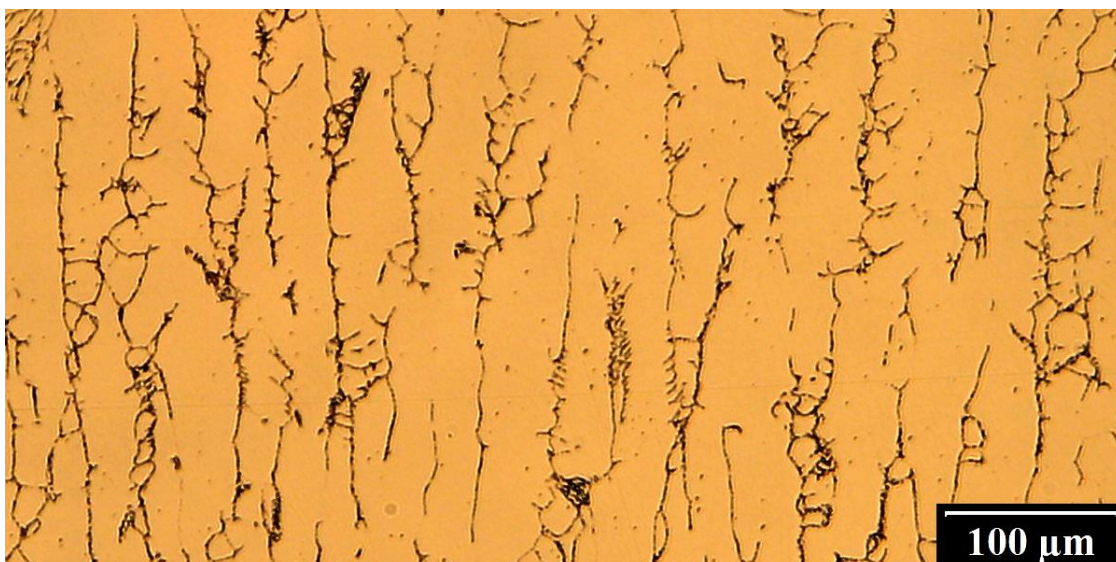
**Podrobnosti:** Na samotném začátku hodnocené oblasti (oblast 4 podle Obr. 41) se nacházelo pásmo šířky cca 200  $\mu\text{m}$ , jehož mikromorfologie byla charakterizována tvárnými důlky relativně malých rozměrů (Obr. 42-4a). Podrobným fraktografickým ohledáním bylo zjištěno, že se většina důlků patrně vytvářela na útvarech solidifikační struktury, tedy CELR-2 (Obr. 42-4c). Důsledkem diskrétního charakteru solidifikační struktury tvořené rozptýlenými  $\sigma$  částicemi malých rozměrů byly tyto důlky v porovnání s navazujícími oblastmi lomu charakterizovány relativně malými rozměry.

V navazujících oblastech (2 a 3 podle Obr. 41) byla morfologie lomové plochy charakterizována tvárnými brázdami, tedy tvárnými důlky velkých rozměrů a protáhlého tvaru. Na dně brázd byly identifikovány fraktografické znaky porušování některých složek struktury N1, které způsobily vytvoření brázd, viz Obr. 42-4c a Obr. 43-2c. Předběžná EDX analýza provedená v místě na Obr. 42-4c prokázala významné obohacení destičkovitých částic chromem (>30 hm. %). Na základě toho byly tyto částice identifikovány jako sigma fáze. Protáhlý tvar brázd a popsanych částic a jejich orientace korespondovaly s orientací solidifikačních útvarů nacházejících se v příslušném místě výbrusu.

Mikromorfologie koncové části tvárné trhliny – oblast 1 podle Obr. 41 – byla charakterizována klasickými tvárnými důlky a nepříliš častým výskytem tvárných brázd. Většina důlků na Obr. 43-1a se vytvořila na submikronových částicích, avšak některé z nich se vytvářely také na solidifikačních útvarech (Obr. 43-1b).



Obr. 36: Mapa struktury výbrusu S5, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-E) z Obr. 37 a Obr. 38.



C) Struktura TRR navazující na CELR2 (poloha 6,2 mm podle Obr. 36).

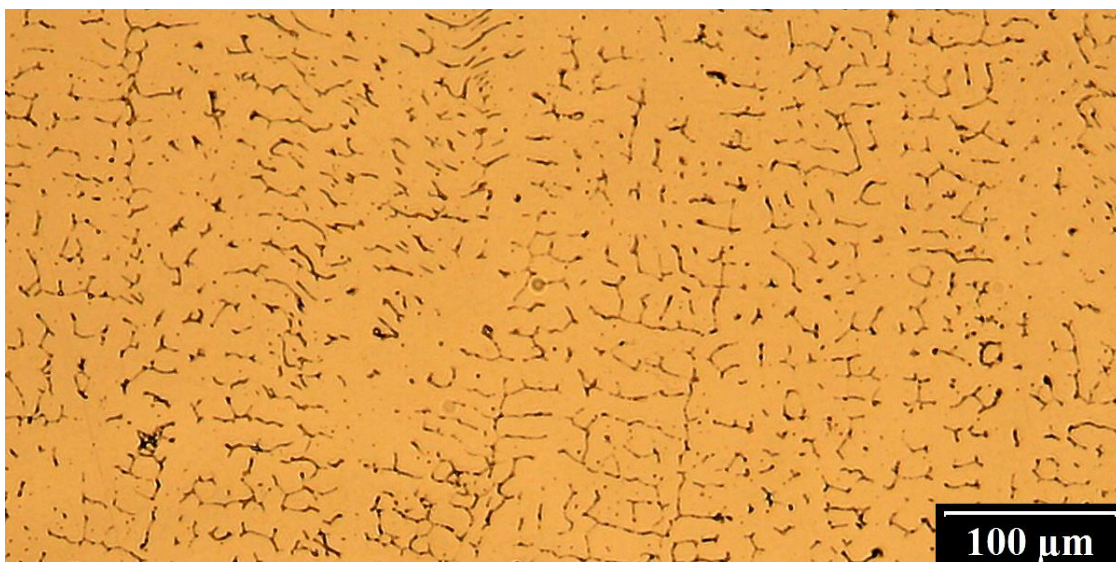


B) Struktura CELR-2 navazující na CELR-1 (poloha 5,2 mm podle Obr. 36).



A) Struktura CELR-1 v blízkosti rozhraní se ZM (poloha: 4,5 mm podle Obr. 36).

Obr. 37: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 36.

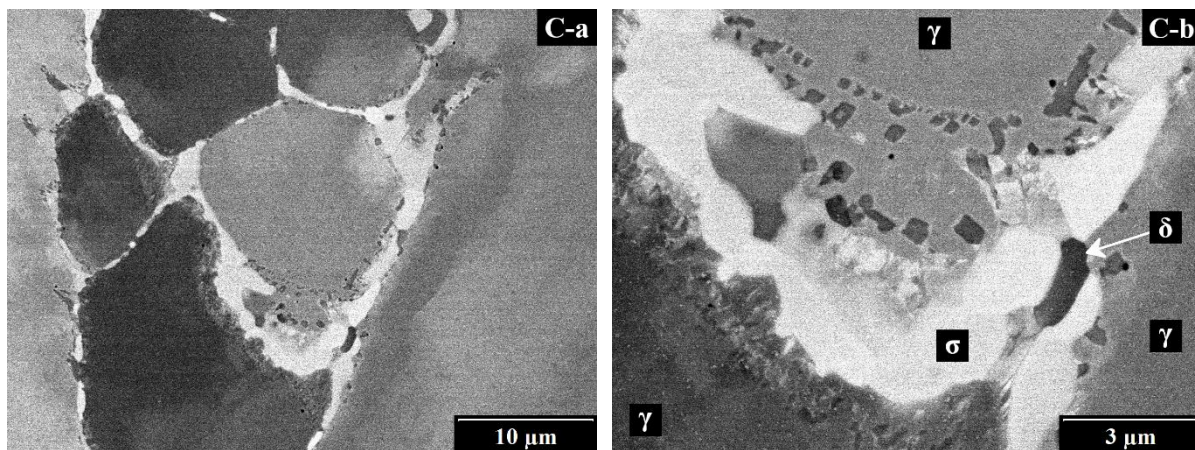


E) Struktura DENR-2 navazující na DENR-1 (poloha 7,7 mm podle Obr. 36).

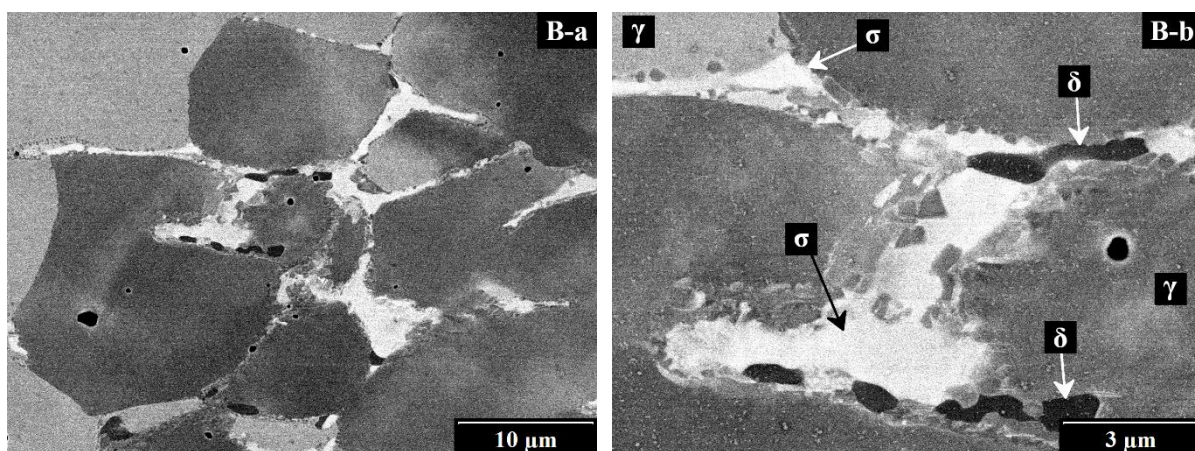


D) Struktura DENR-1 navazující na TRR (poloha: 6,9 mm podle Obr. 36).

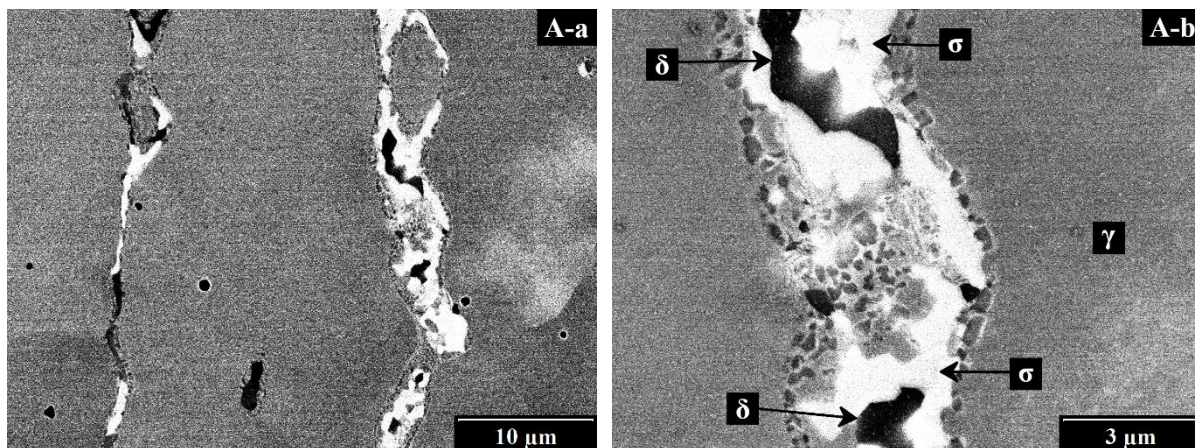
Obr. 38: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 36.



**Oblast C:** TRR. Strukturální útvary N1 ve stavu téměř úplné transformace z delta feritu na sigma fázi a další sekundární fáze.



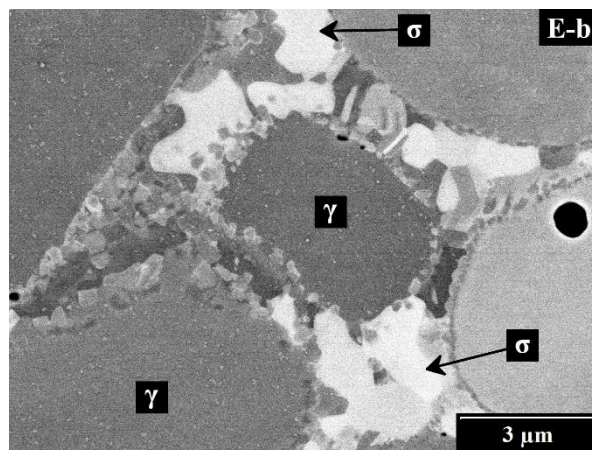
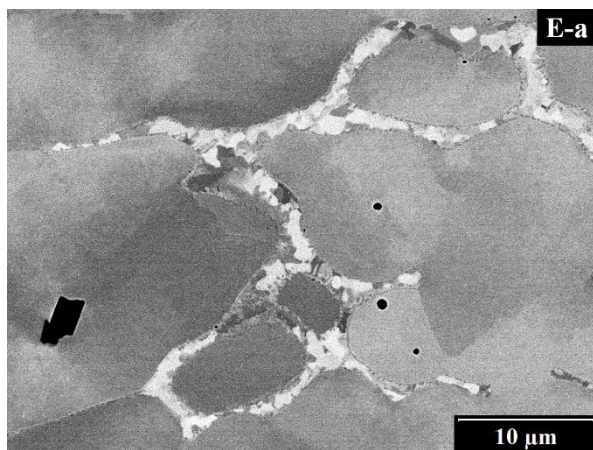
**Oblast B:** CELR-2. Strukturální útvary v pokročilém stupni transformace z delta feritu na sigma fázi a další sekundární fáze.



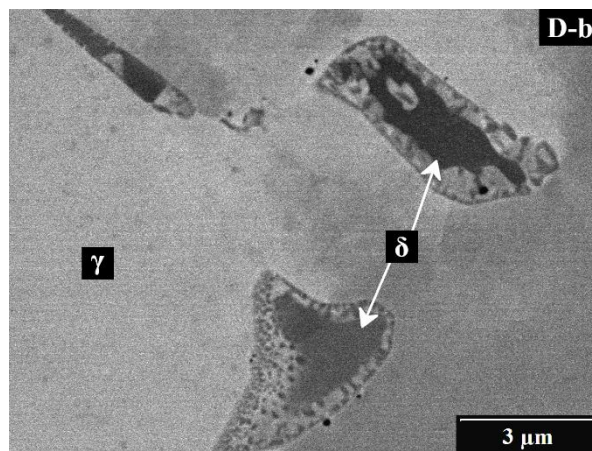
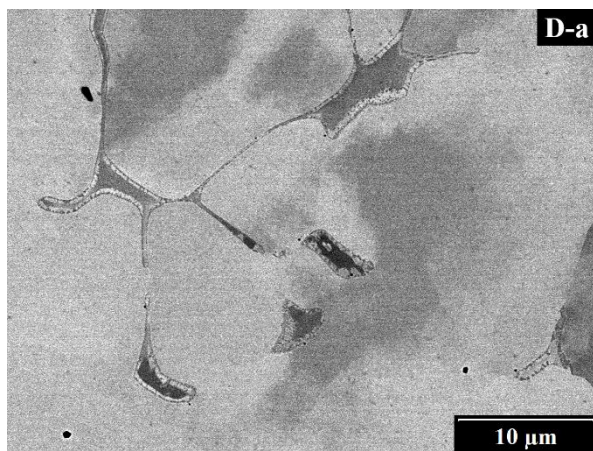
**Oblast A:** CELR-1 v blízkosti rozhraní ZM-N1. Protáhlé strukturální útvary N1 v pokročilém stupni transformace z delta feritu na sigma fázi a další sekundární fáze.

Obr. 39: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 36. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)

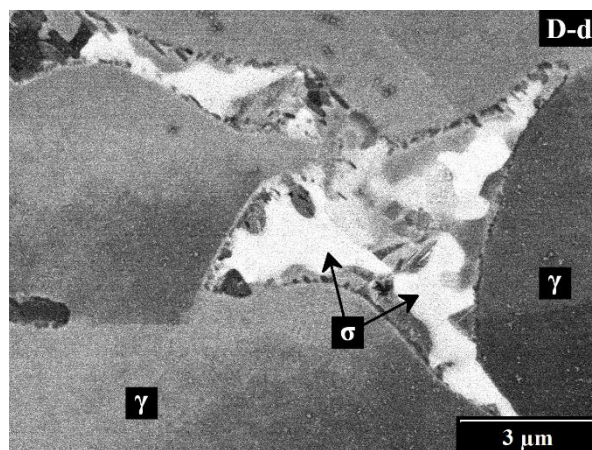
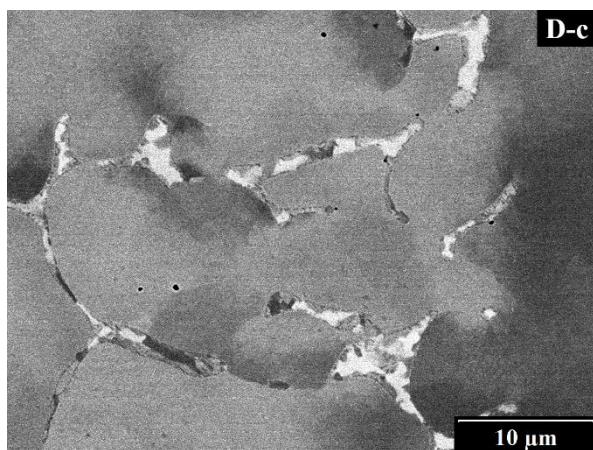




**Oblast E:** DENR-2. Strukturální útvary NI v pokročilém stupni transformace z delta feritu na sigma fázi a další sekundární fáze.

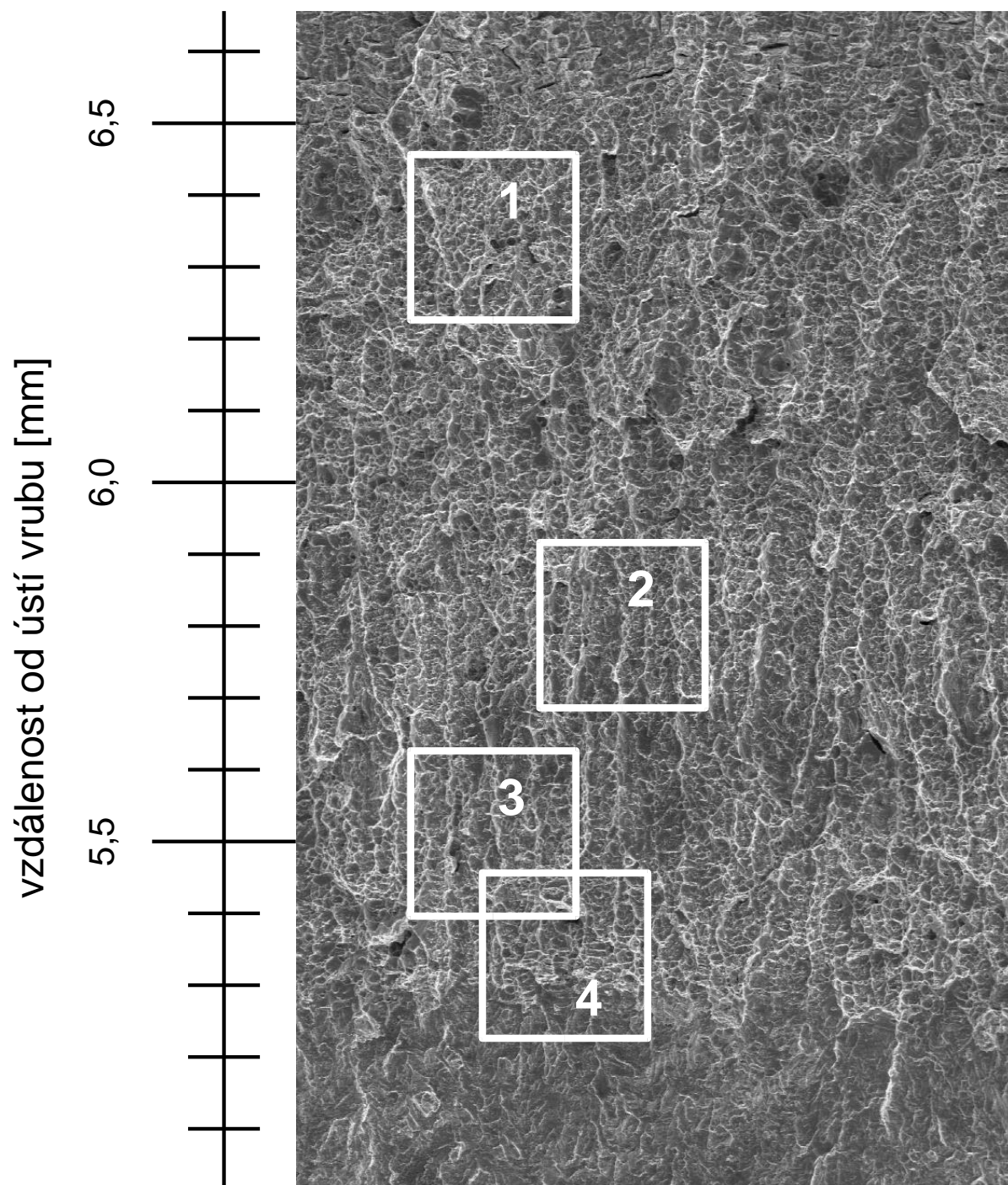


**Oblast D:** DENR-1. Jádra solidifikačních útvarů tvořená zbytkovým delta feritem (černé oblasti) lemovaná produkty transformačních procesů, patrně částicemi  $\sigma$ , sekundárního austenitu, karbidů, atd.

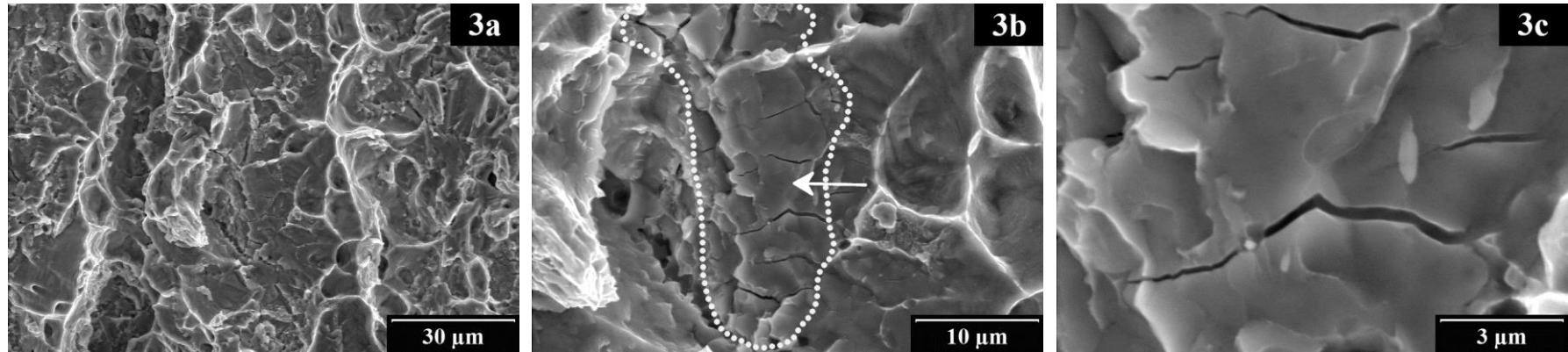


**Oblast D:** DENR-1. Strukturální útvary NI v pokročilém stupni transformace z delta feritu na sigma fázi a další sekundární fáze.

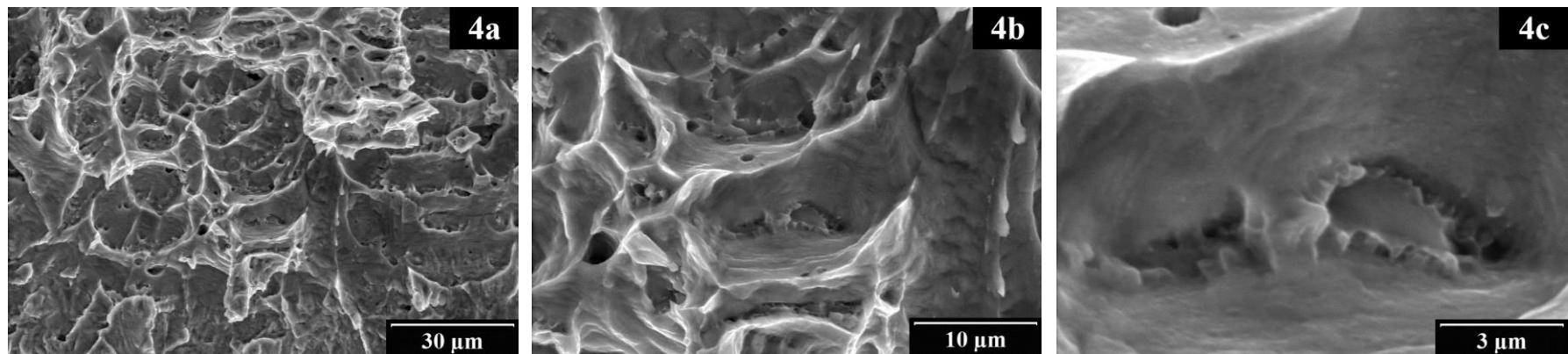
Obr. 40: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 36. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)



Obr. 41: Fraktografická mapa lomové plochy S5.

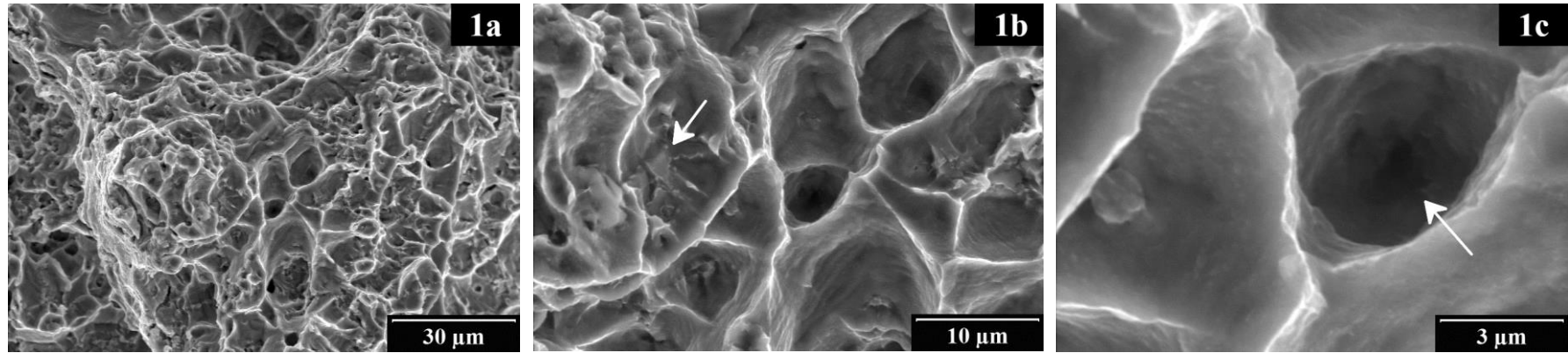


Oblast 3: Tvárné brázdy (3a). Oblast bohatá na  $\sigma$  částice, které přispěly k vytvoření brázdy (3b). Detailní snímek porušené destičkovité  $\sigma$  částice.

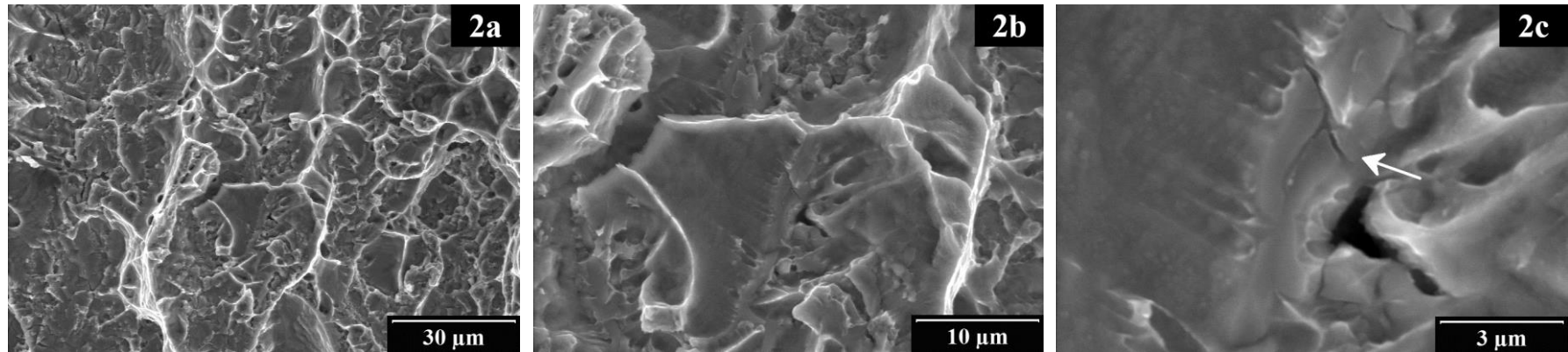


Oblast 4: TG tvárný lom. Některé tvárné důlky se pravděpodobně vytvářely na  $\sigma$  částicích (4c).

Obr. 42: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 41.



Oblast 1: TG tvárný lom (1a). Lokálně bylo možné nacházet porušené  $\sigma$  částice (1b). Dutina na obr. 1c pravděpodobně obsahuje zbytky tavidla.



Oblast 2: Tvárné brázdy (2a). Porušené částice (2b, 2c, pravděpodobně sigma fáze), které přispěly k vytvoření brázdy.

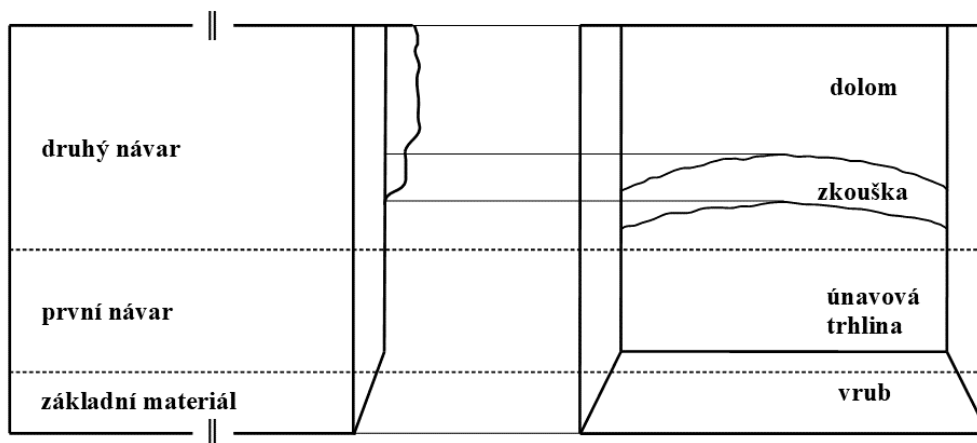
Obr. 43: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 41.

# Vzorek T4

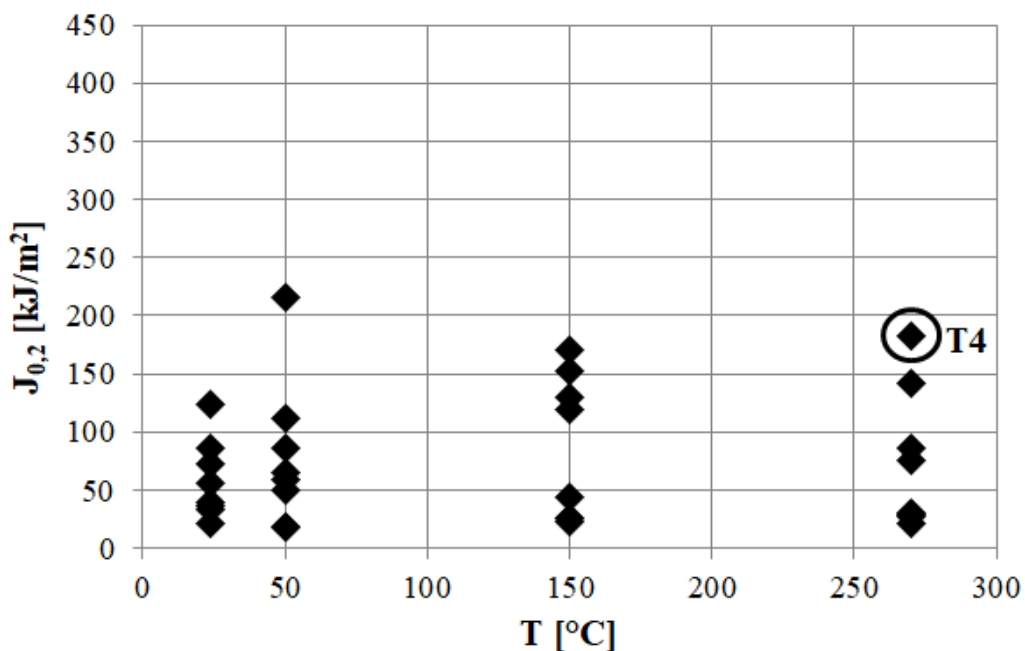
## Základní informace

Tab. 10: Základní parametry vzorku T4.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	J <sub>0,2</sub> [kJ m <sup>-2</sup> ]	a <sub>0</sub> [mm]	Δa [mm]	a <sub>p</sub> [mm]
CR	N2	N2	270	183	4,77	2,15	6,92



Obr. 44: Polohy materiálových vrstev ve vzorku T4 (schéma).



Obr. 45: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N2.

# Výsledky

## Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstev materiálů, kterými se při zkoušce SLH šířila trhlina (Obr. 46). Získané informace:

- Při zkoušce SLH se trhlina šířila dvěma vrstvami materiálu N2, tzn. vrstvami N2 nanesenými dvěma průchody páskovou elektrodou.
  - Rozhraní sousedních vrstev N2 se nacházelo ve vzdálenosti cca 6,5-6,8 mm od ústí vrubu.
- Materiál N2 byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci na Obr. 46 až Obr. 48);
  - Morfologie solidifikačních útvarů N2 se v různých místech vrstev N2 lišila. V oblasti šíření trhliny se nacházely 3 strukturní podoblasti:
    - DENR-1: První část dendritické oblasti první vrstvy N2,
    - DENR-2: Druhá část dendritické oblasti první vrstvy návaru N2 navazující na DENR-1,
    - CELR-1: První část celulární oblasti druhé vrstvy návaru N2 navazující na DENR-2.
  - Kromě toho byly zdokumentovány 2 podoblasti první vrstvy N2, předcházející oblasti DENR-1:
    - CELR-2: Celulární oblast první vrstvy N2,
    - TRR: Přejímová oblast první vrstvy N2 tvořící přechod mezi CELR-2 a DENR-1.
  - Jednotlivé struktury jsou zdokumentovány na Obr. 47 a Obr. 48.
- Čelo předcyklované únavové trhliny nacházelo v oblasti, která podle výbrusu spadala do DENR-1 první vrstvy N2. Trhlina se při zkoušce SLH šířila oblastmi DENR-1 a DENR-2 první vrstvy N2 a následně prorostla do oblasti CELR-1 navazující vrstvy návaru N2.

Některé oblasti výbrusu byly pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu JSM IT 500 HR v režimu BEC. Vybraná místa A až E jsou vyznačena na Obr. 46. Na některých místech byla technikou EDX provedena analýza chemického složení jednotlivých strukturních složek. Získané informace:

- Oblasti CELR-2 a TRR byly charakterizovány poměrně vysokým stupněm transformace delta feritu na sigma fázi (Obr. 49A, B). Solidifikační útvary byly z velké části tvořeny  $\sigma$  částicemi, jejichž množství převyšovalo množství zbytkového delta feritu.

- Solidifikační útvary v oblastech DENR-1 a DENR-2 (Obr. 49C a Obr. 50D) rovněž obsahovaly poměrně velké množství sigma fáze, avšak méně, než v oblastech CELR-2 a TRR. Relativní obsah sigma fáze byl přibližně rovnocenný s obsahem zbytkového delta feritu.
- Solidifikační útvary v CELR-1 navazující vrstvy N2 byly charakterizovány také vysokým obsahem sigma fáze (Obr. 50E).
- EDX analýza provedená na vybraných místech výbrusu (Obr. 51 a Tab. 11 na str. 64, resp. Obr. 52 a Tab. 12 na str. 65) prokázala vysoké obohacení sigma fáze chromem (36÷40 hm. %) a křemíkem (1,3÷1,9 hm. %).

## **Procesy porušování**

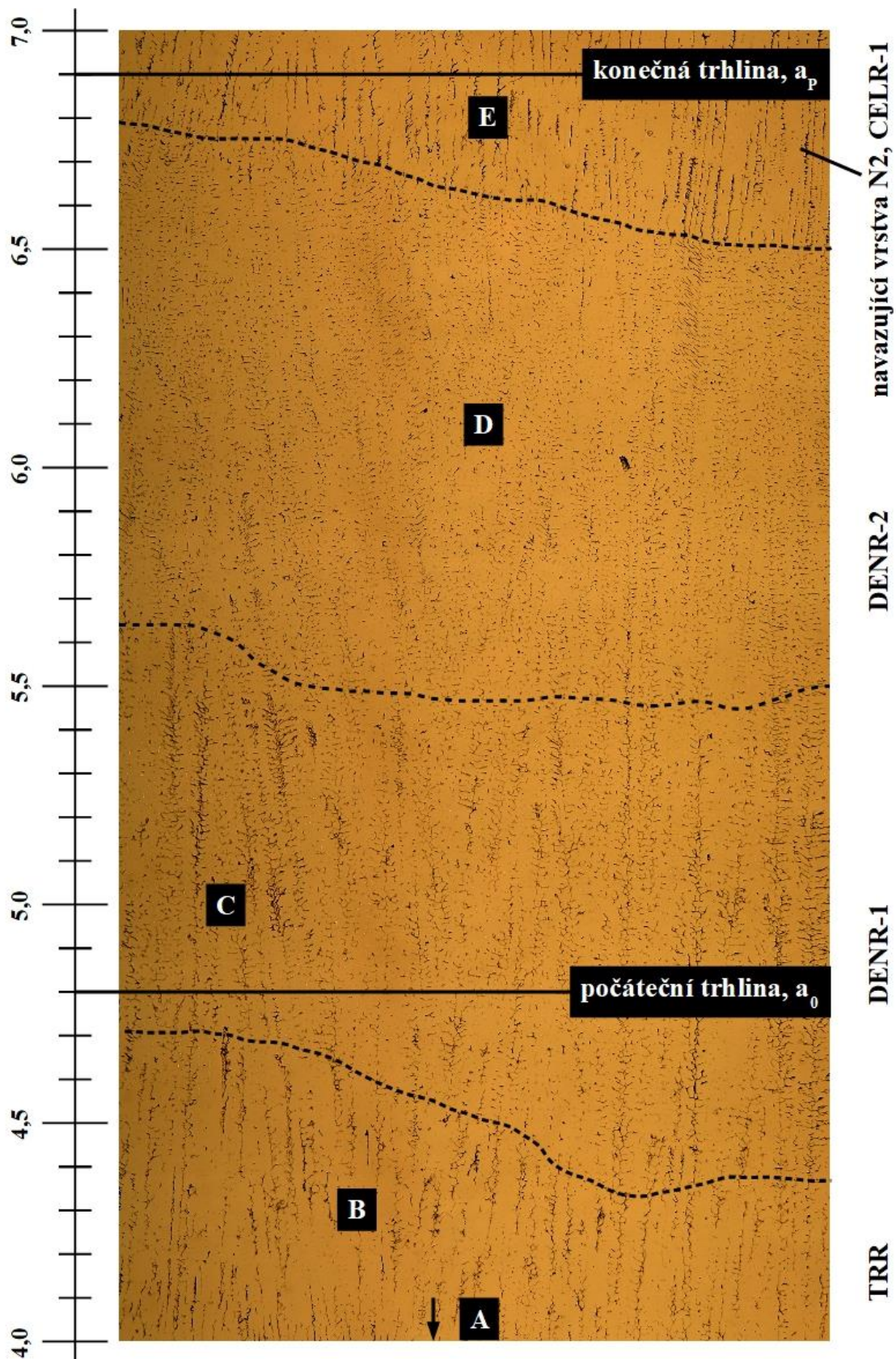
**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH šířila mechanismem TG tvárného lomu. V převážné části procesu šíření trhliny, jmenovitě v etapě počátečního nárůstu trhliny o cca 1,5 mm, převažovala tvorba tvárných důlku na částicích submikronových rozměrů. Některé tvárné důlky se zde vytvářely na útvarech solidifikační struktury N2 obsahujících  $\sigma$  částice. To se projevilo mírně sníženým odporem materiálu vůči tvárnému důlkovitému porušování. Z důvodu lokálně nízké míry spojitosti útvarů, jejich relativně malých rozměrů a nepřiliš vysokého obsahu sigma fáze však nedocházelo k tvorbě velkých důlků typu tvárných brázd. Proto byla u vzorku T5 vyhodnocena mnohonásobně vyšší hodnota  $J_{0,2}$ , než u druhého hodnoceného ZT (tělesa označeného jako T5).

**Podrobnosti:** V oblastech 2, 3 a 4 podle Obr. 53 byla mikromorfologie lomové plochy poměrně podobná: Byla charakterizována tvárnými důlky relativně malých rozměrů. Důlky se vytvářely převážně na částicích submikronových rozměrů. Některé tvárné důlky se však vytvářely také na útvarech solidifikační struktury N2 obsahujících  $\sigma$  částice, zejména v raném stádiu šíření trhliny, viz Obr. 54-3b, 4b. Uvedené skutečnosti korespondují s charakterem morfologie solidifikačních útvarů zdokumentovaných na ploše výbrusu v těchto oblastech, tedy DENR-1 (Obr. 49C-b) a DENR-2 (Obr. 50D). Útvary v DENR-1 byly charakterizovány poměrně významným podílem  $\sigma$  částic, které usnadnily proces tvorby tvárných důlků a tím pravděpodobně způsobily mírné snížení odporu materiálu vůči šíření trhliny. Naproti tomu v DENR-2 byly solidifikační útvary již charakterizovány velmi diskrétní morfologií:  $\sigma$  částice v nich byly poměrně rozptýlené a nevytvářely velké spojitě oblasti, které by mohly zásadně urychlit proces tvárného porušování.

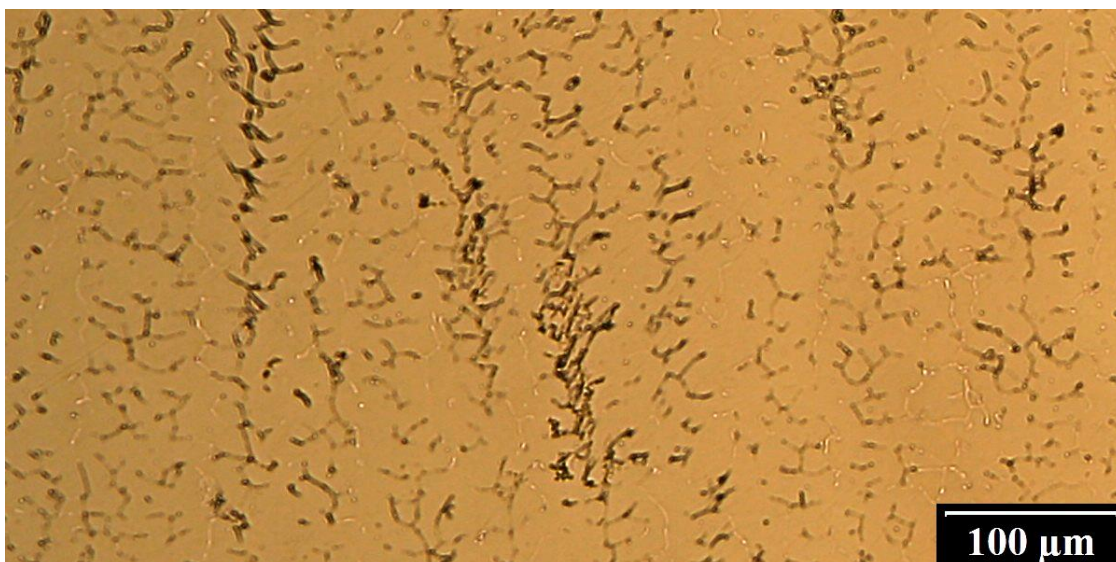
Mikromorfologie navazující oblasti 1 (Obr. 53) se dramaticky lišila od předešlých oblastí – byla charakterizována tvárnými brázdami. Jak vyplývá z Obr. 55-1, značná část morfologie byla

tvořena destičkovitými částicemi, které způsobily vznik brázd. Stejně částice byly pozorovány na lomových plochách jiných vzorků a byly identifikovány jako částice sigma fáze, viz např. Obr. 42-3b, 3c, Obr. 65-1b, 1c, nebo také Obr. 67-c. Vysoká koncentrace částic sigma fáze byla potvrzena v příslušném místě výbrusu (Obr. 50E). Rozhraní mezi oblastmi 2 a 1 bylo jednoznačně identifikováno jako rozhraní mezi sousedními vrstvami N2. Charakter porušování oblasti 1 (CELR-1) měl na výslednou hodnotu lomové houževnatosti jen minimální vliv, neboť oblast byla velmi vzdálená od čela předcyklované únavové trhliny (>1,5 mm). Analýza této oblasti však přinesla velmi důležitou a současně závažnou informaci, že odpor materiálu v CELR-1 vůči šíření trhliny byl podstatně nižší, než v oblastech 2-4.





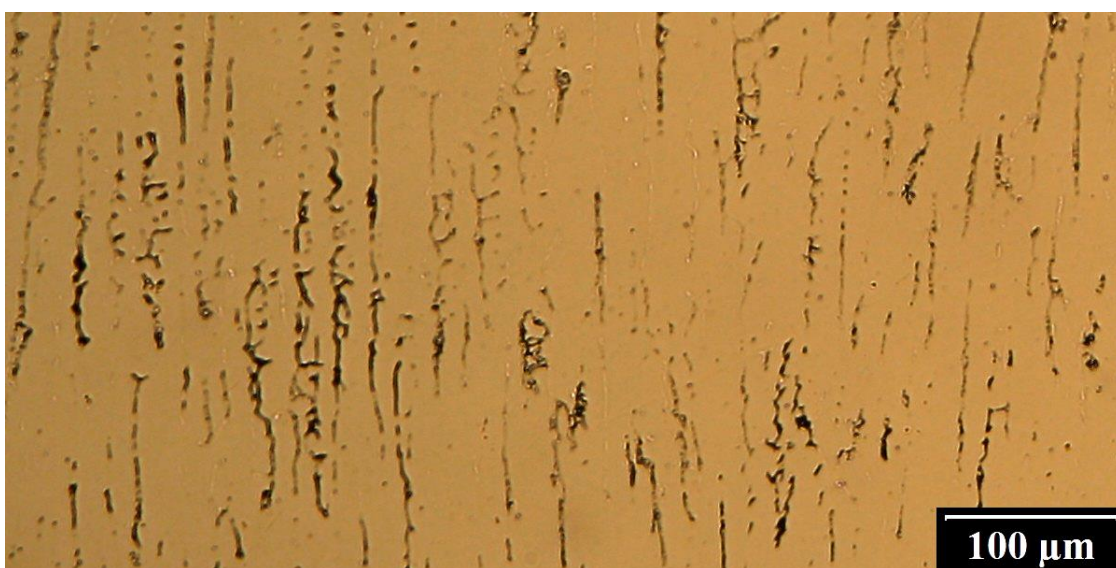
Obr. 46: Mapa struktury výbrusu T4, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-E) z Obr. 47 a Obr. 48.



C) *Struktura DENR-1 navazující na TRR (poloha 5,0 mm podle Obr. 46).*

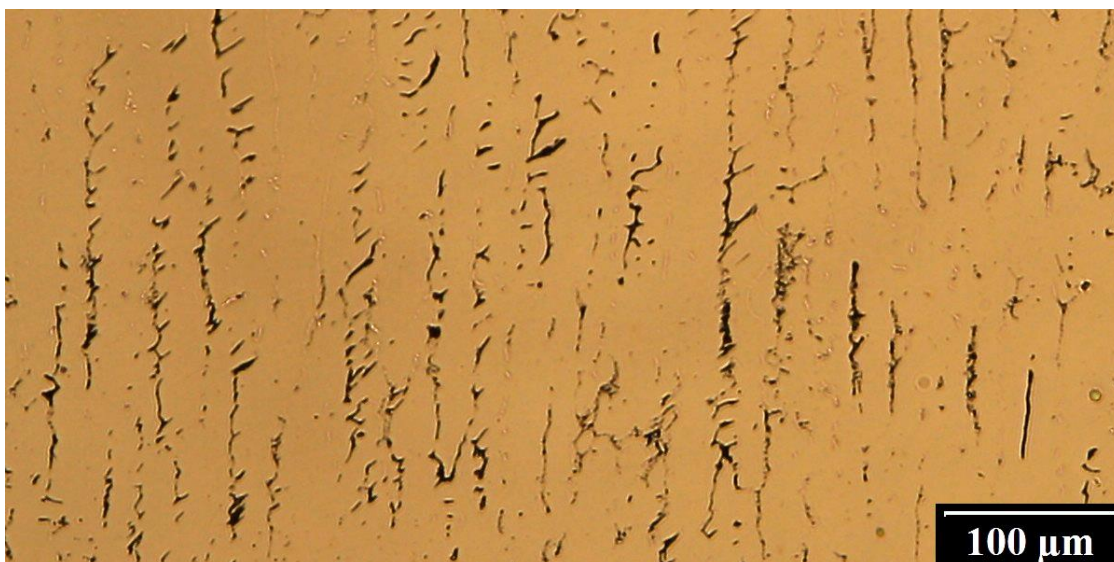


B) *Struktura TRR navazující na CELR-2 (poloha 4,3 mm podle Obr. 46).*



A) *Struktura CELR-2 (poloha: 3,2 mm podle Obr. 46).*

Obr. 47: *Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 46.*

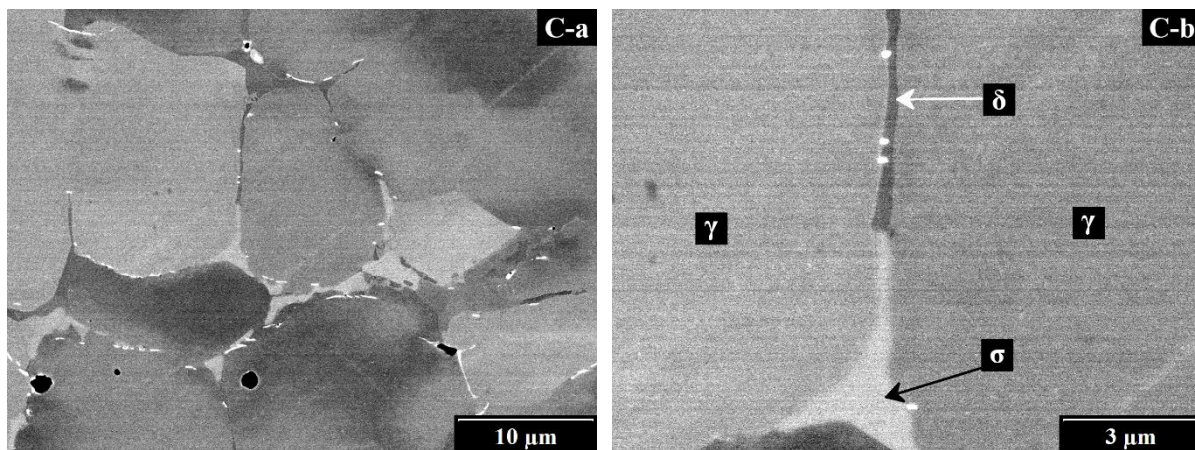


E) Struktura CELR-1 navazující vrstvy N2 (poloha 6,8 mm podle Obr. 46).

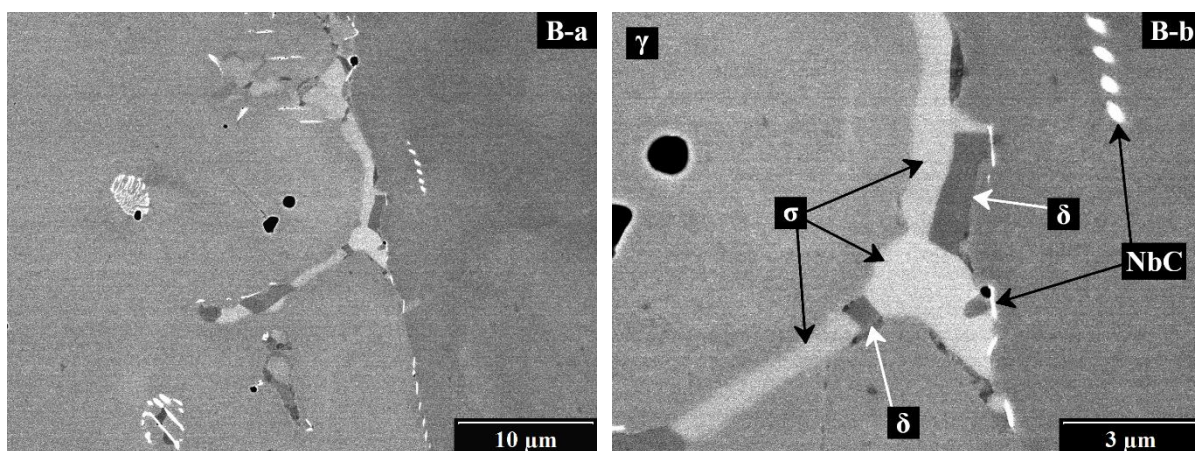


D) Struktura DENR-2 navazující na DENR-1 (poloha: 6,1 mm podle Obr. 46).

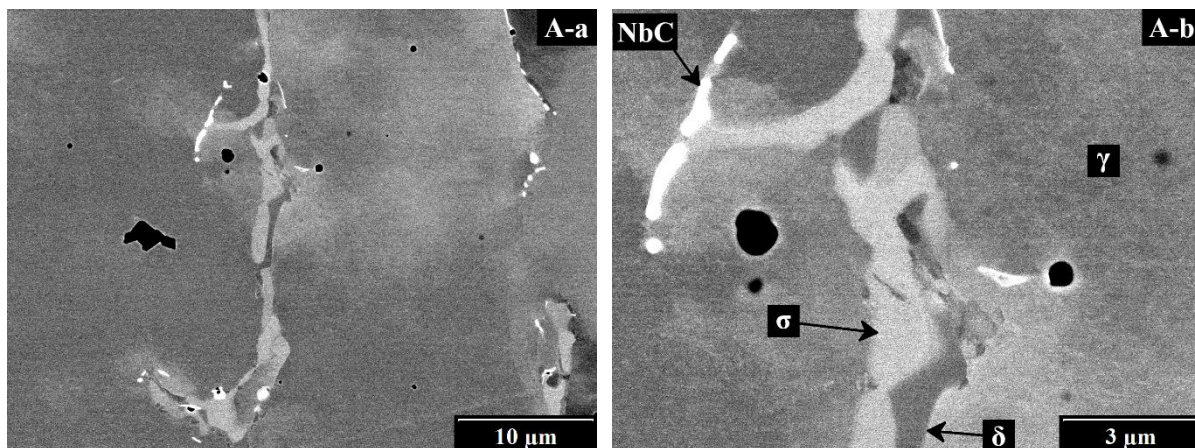
Obr. 48: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 46.



**Oblast C: DENR-1.** Strukturní útvary N2 ve stavu částečné transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze.

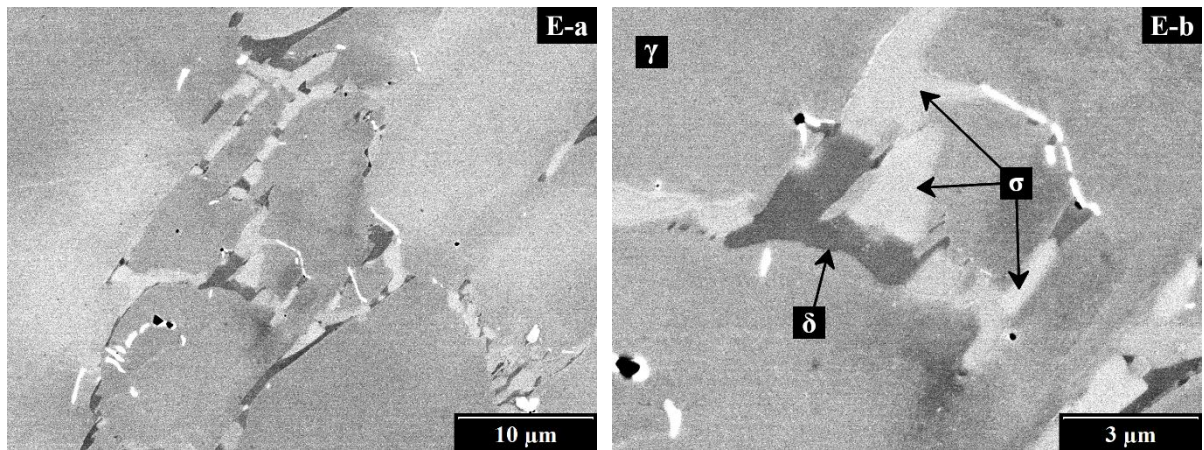


**Oblast B: TRR.** Strukturní útvary N2 v pokročilém stupni transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost karbidů obohacených niobem.

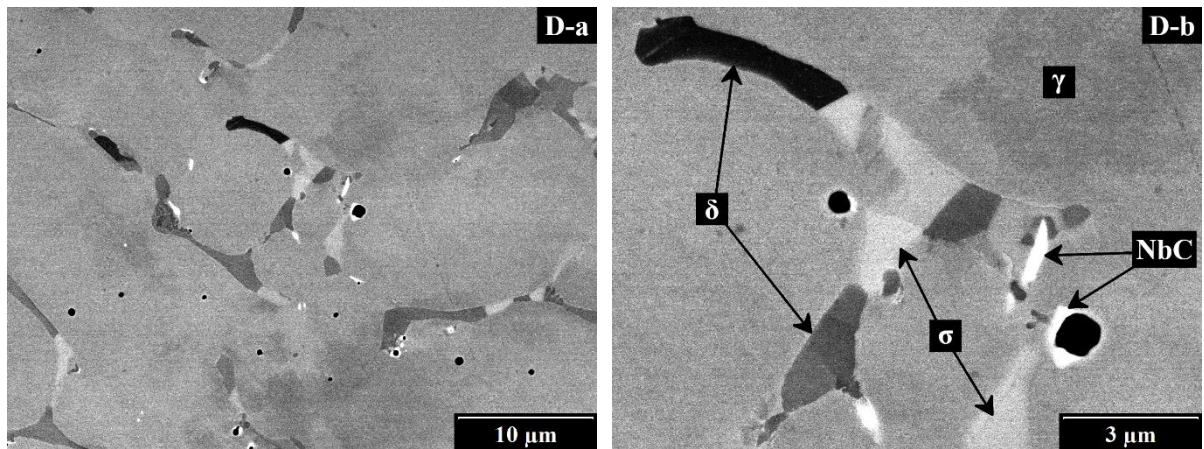


**Oblast A: CELR-2.** Protáhlé strukturní útvary N2 v pokročilém stupni transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost karbidů obohacených niobem.

Obr. 49: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 46. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)



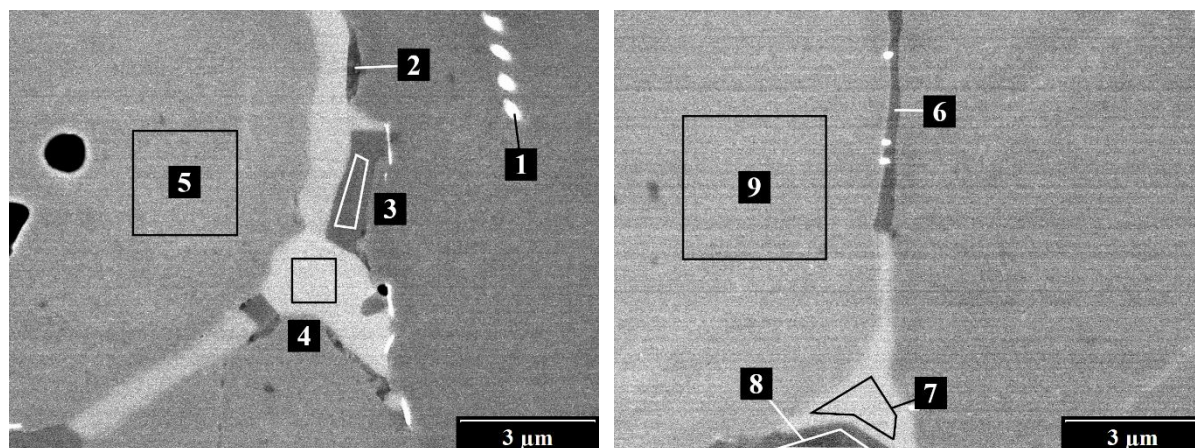
**Oblast E:** CELR-1 navazující vrstvy N2. Strukturální útvary N1 v pokročilém stupni transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze.



**Oblast D:** DENR-2. Strukturální útvary N2 ve stavu částečné transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze.

Obr. 50: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 46. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)

## Výsledky EDX analýzy výbrusu

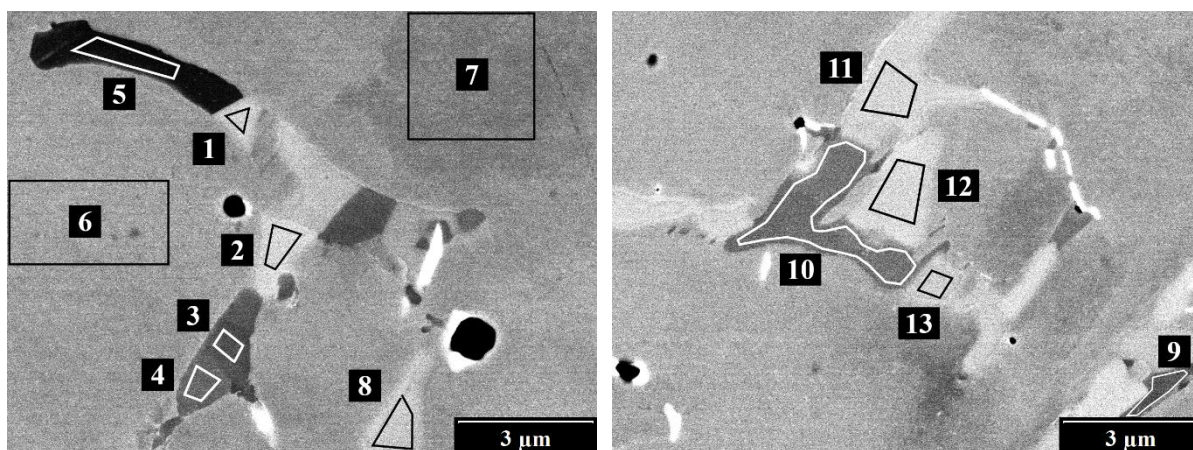


Obr. 51: Oblast EDX analýzy provedené na výbrusu vzorku T4.  
(Snímky jsou totožné s Obr. 49 B-b, C-b).

Tab. 11: Výsledky EDX analýzy provedené na výbrusu vzorku T4 v místě definovaném na Obr. 51. Obsah relevantních prvků v analyzovaných oblastech. (Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.) Předběžná identifikace fází v analyzovaných oblastech.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Nb	Identifikace:
1	41,2	15,2	4,3	2,1	0,8	36,3	karbidy obohacené niobem
2	75,6	16,8	5,4	1,0	1,2	—	delta ferit
3	76,6	19,5	3,4	0,1	0,5	—	delta ferit
4	54,3	37,7	5,3	1,3	1,3	—	sigma fáze
5	69,3	19,7	7,2	2,9	0,9	—	austenit

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Nb	Identifikace:
6	68,3	28,3	2,4	0,1	1,0		delta ferit
7	53,9	42,3	0,0	2,2	1,6		sigma fáze
8	67,6	21,1	10,4	—	0,9		austenit
9	72,7	19,7	6,6	0,2	0,9		austenit

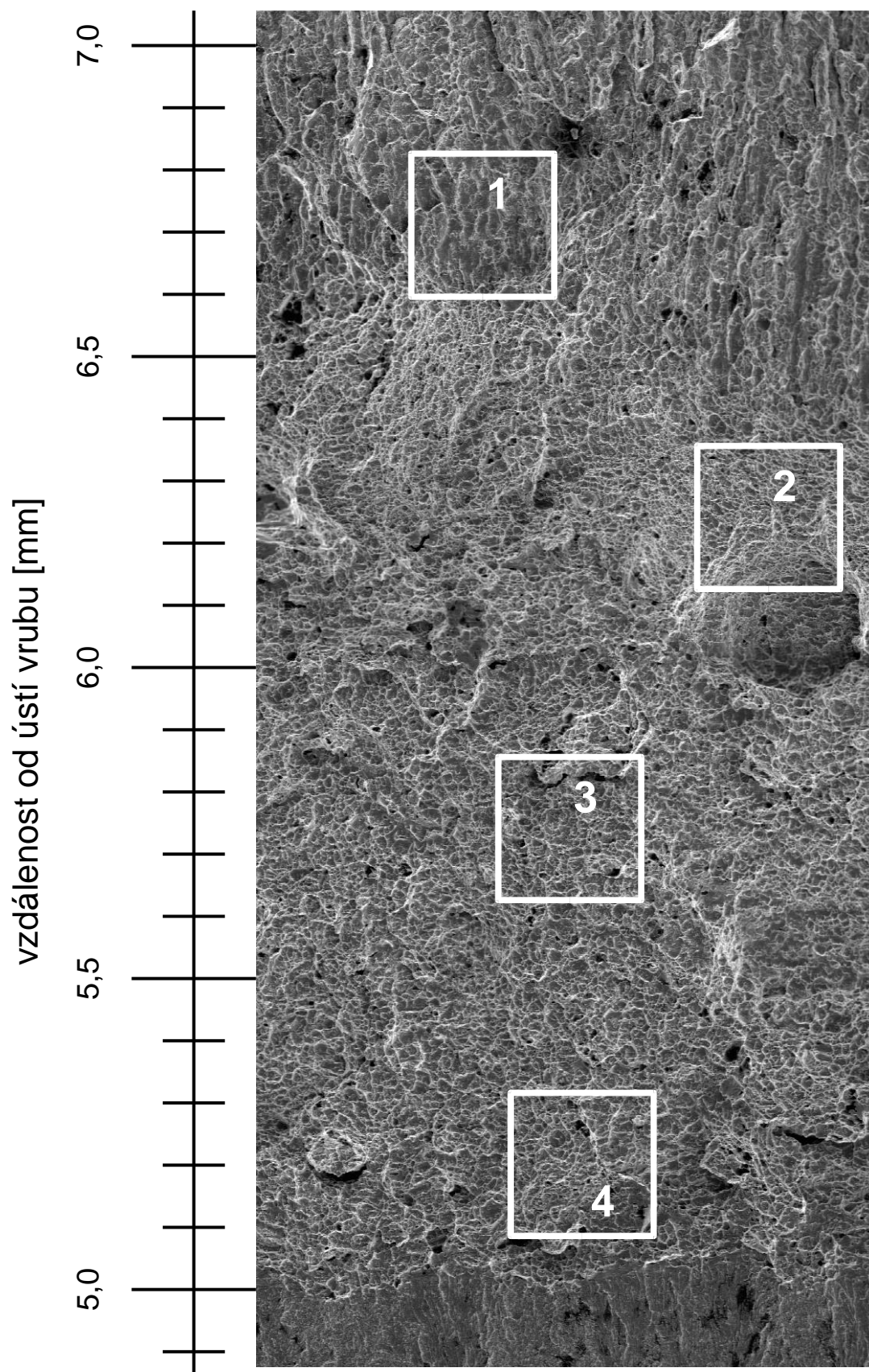


Obr. 52: Oblasti výbrusu vzorku T4, na kterých byla provedena EDX analýza. (Snímky jsou totožné s Obr. 50 D-b, E-b).

Tab. 12: Výsledky EDX analýzy provedené v oblastech 1-13 definovaných na Obr. 52: Obsah relevantních prvků a identifikace fází. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

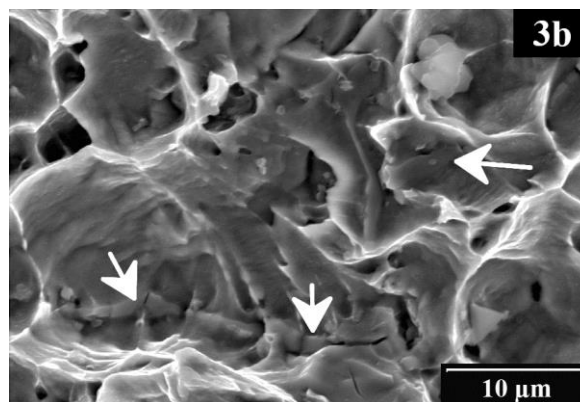
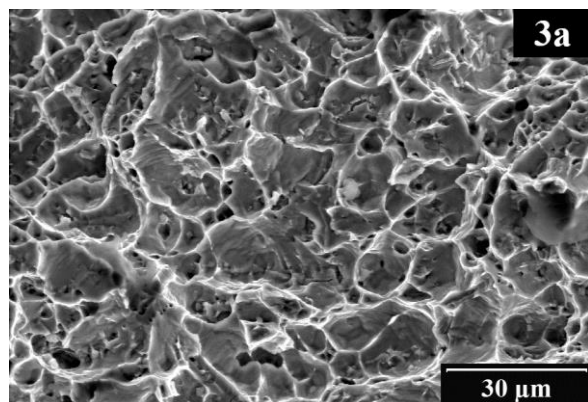
č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Identifikace:
1	56,1	38,3	2,5	1,6	1,6	sigma fáze
2	55,7	36,5	4,8	1,2	1,8	sigma fáze
3	70,0	27,6	1,3	0,3	0,9	delta ferit
4	68,1	27,3	1,7	1,8	1,1	delta ferit
5	69,7	26,1	1,2	1,7	1,2	delta ferit
6	67,6	19,0	10,1	2,5	0,9	austenit
7	68,5	20,2	8,6	1,9	0,9	austenit
8	57,8	38,1	0,2	2,0	1,9	sigma fáze

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Identifikace:
9	71,9	21,6	4,9	0,8	0,8	delta ferit
10	72,9	23,9	2,0	0,3	0,9	delta ferit
11	57,9	40,2	0,0	0,2	1,7	sigma fáze
12	56,4	39,9	0,0	1,8	1,9	sigma fáze
13	53,6	40,1	3,6	1,1	1,6	sigma fáze

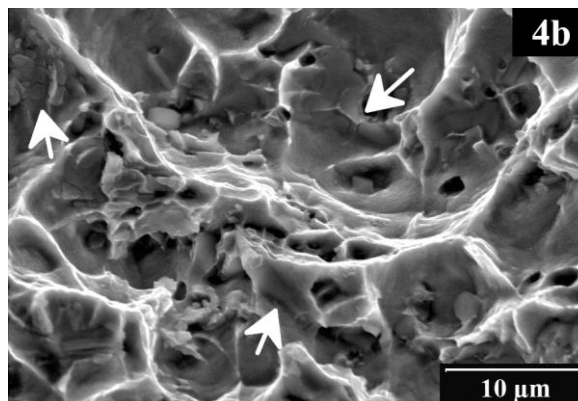
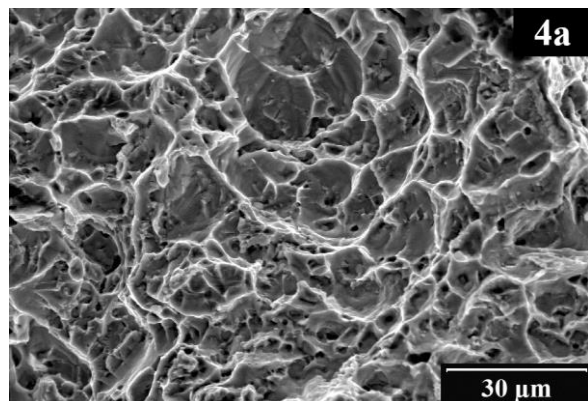


Obr. 53: Fraktografická mapa lomové plochy T4.



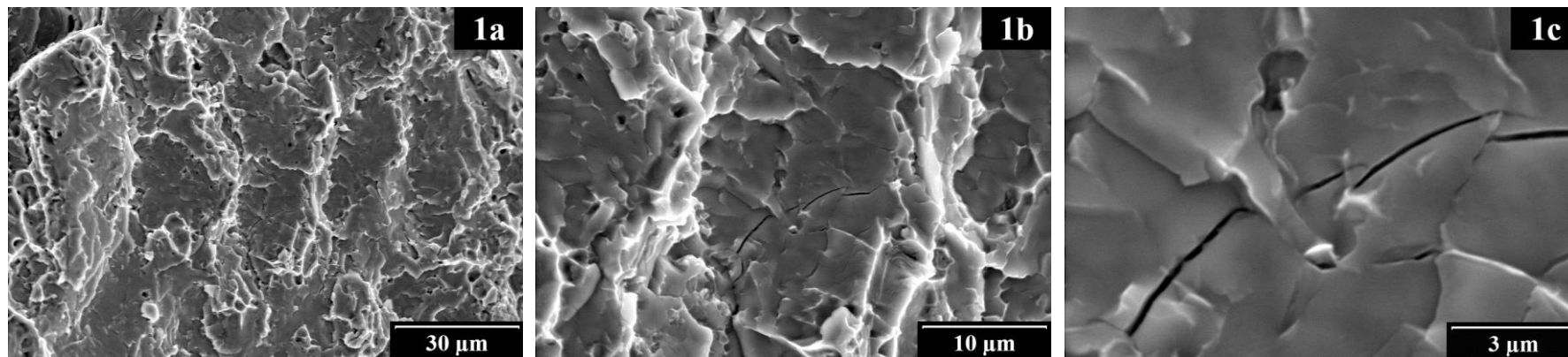


Oblast 3: TG tvárný lom. Některé tvárné důlky se pravděpodobně vytvářely na  $\sigma$  částicích (3b).

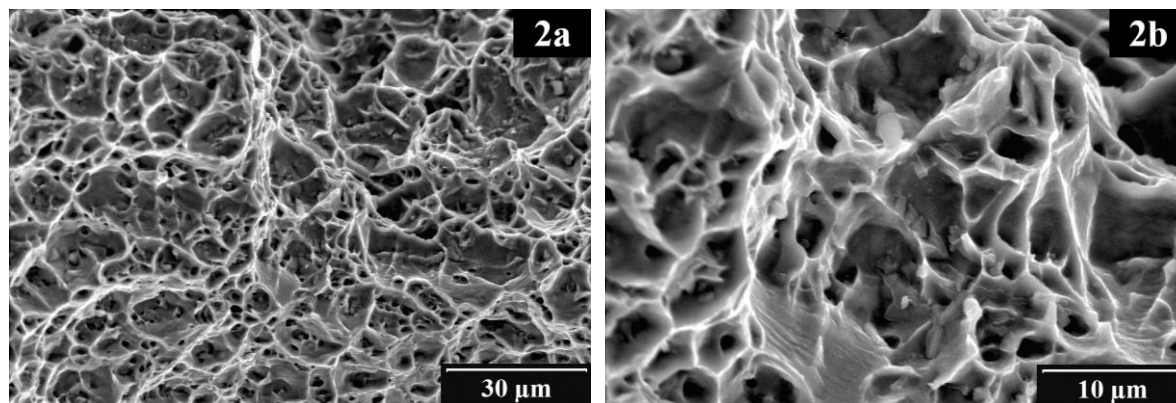


Oblast 4: TG tvárný lom. Některé tvárné důlky se pravděpodobně vytvářely na  $\sigma$  částicích (4b).

Obr. 54: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 53.



*Oblast 1: Tvárné brázdy (1a). Porušené destičkovité částice (1b, 1c, pravděpodobně sigma fáze), které přispěly k vytvoření brázd.*



*Oblast 2: TG tvárný lom.*

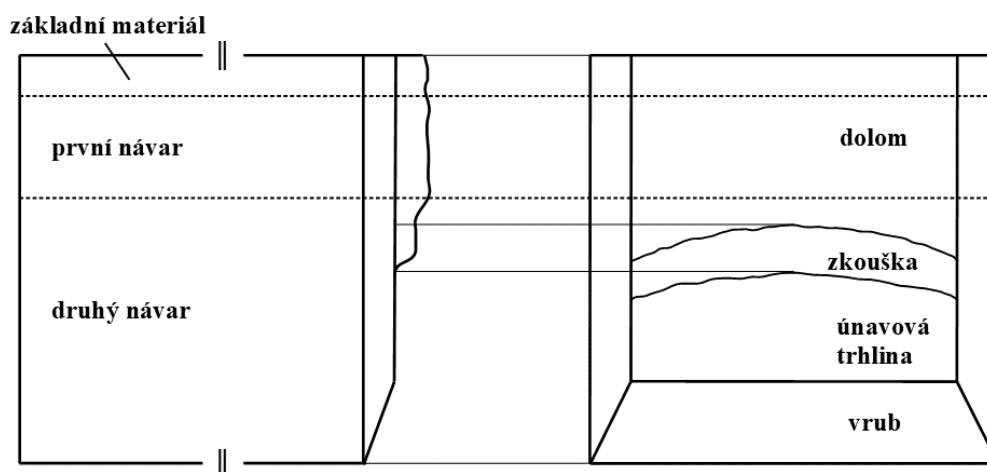
*Obr. 55: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 53.*

# Vzorek T5

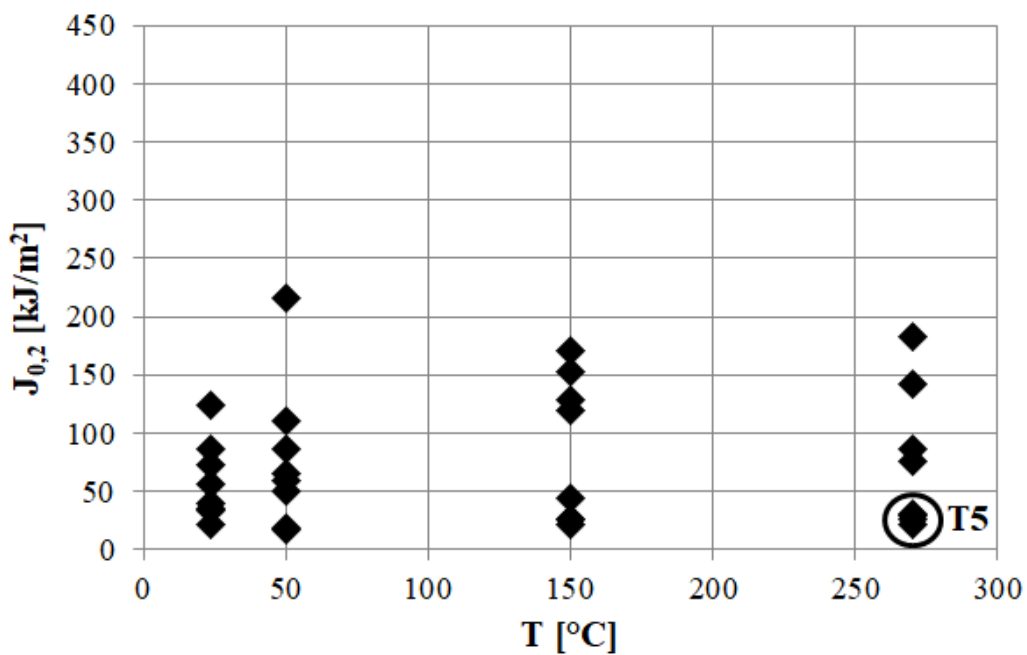
## Základní informace

Tab. 13: Základní parametry vzorku T5.

Geometrie ZT			Parametry zkoušky SLH		Rozměry trhlin (fraktografické měření [1])		
orientace vrubu	umístění trhliny	směr šíření trhliny	T [°C]	$J_{0,2}$ [kJ m <sup>-2</sup> ]	$a_0$ [mm]	$\Delta a$ [mm]	$a_p$ [mm]
LR	N2	N1	270	28,3	4,97	1,11	6,08



Obr. 56: Polohy materiálových vrstev ve vzorku T5 (schéma).



Obr. 57: Výsledky zkoušek SLH souboru vzorků s trhlinou v N2.

## Výsledky

### Strukturní analýza

Pomocí světelného mikroskopu byla pořízena obrazová dokumentace výbrusu, ze které byla sestavena přehledná mapa struktury vrstvy N2, kterou se při zkoušce SLH šířila trhlina (Obr. 58). Získané informace:

- Při zkoušce SLH se trhlina šířila jedinou vrstvou materiálu N2, tzn. vrstvou vytvořenou jedním průchodem páskovou elektrodou.
- Materiál N2 byl charakterizován solidifikační strukturou:
  - Solidifikační útvary byly tvořeny oblastmi původního delta feritu (tmavé oblasti v obrazové LOM dokumentaci).
  - Morfologie solidifikačních útvarů N2 se v různých místech vrstev N2 lišila. V oblasti šíření trhliny se nacházely pouze 2 strukturní podoblasti:
    - TRR: Přejímová oblast mezi DENR-1 a CELR-2,
    - CELR: Celulární oblast.
- Čelo předcyklované únavové trhliny se nacházelo v oblasti, která podle výbrusu spadala do TRR. Trhlina se při zkoušce SLH šířila oblastmi TRR a CELR.

Některé oblasti výbrusu byly pozorovány v řádkovacím elektronovém mikroskopu JSM IT 500 HR v režimu BEC. Vybraná místa A až E jsou vyznačena na Obr. 58. Na některých místech byla technikou EDX provedena analýza chemického složení jednotlivých strukturních fází. Získané informace:

- Pokročilost procesu transformace z delta feritu na sigma fázi byla prakticky v celé hodnocené oblasti velmi vysoká. Sigma částice tvořily velmi významnou část solidifikačních útvarů. Relativní množství zbytkového delta feritu bylo v porovnání s množstvím sigma fáze nízké.
- Jednotlivé části struktury TRR a CELR (Oblasti B, C, D, E podle Obr. 58) se mírně lišily morfologií a hustotou sítě solidifikačních útvarů: Oblasti TRR (B) a počátek oblasti CELR (C) byly charakterizovány relativně nižší mírou spojitosti útvarů a nižší hustotou jejich sítě, než oblast D.
- V oblasti D byly místy detekovány vměšky o velikosti 10÷20 μm tvořené zbytky tavidla.
- EDX analýza provedená na vybraných místech (Obr. 61 a Tab. 14 na str. 75, resp. Obr. 62 a Tab. 15 na str. 76) prokázala vysoké obohacení sigma fáze chromem (34÷37 hm. %) a ve většině případů také vysoké obohacení křemíkem (1,5÷1,9 hm. %).

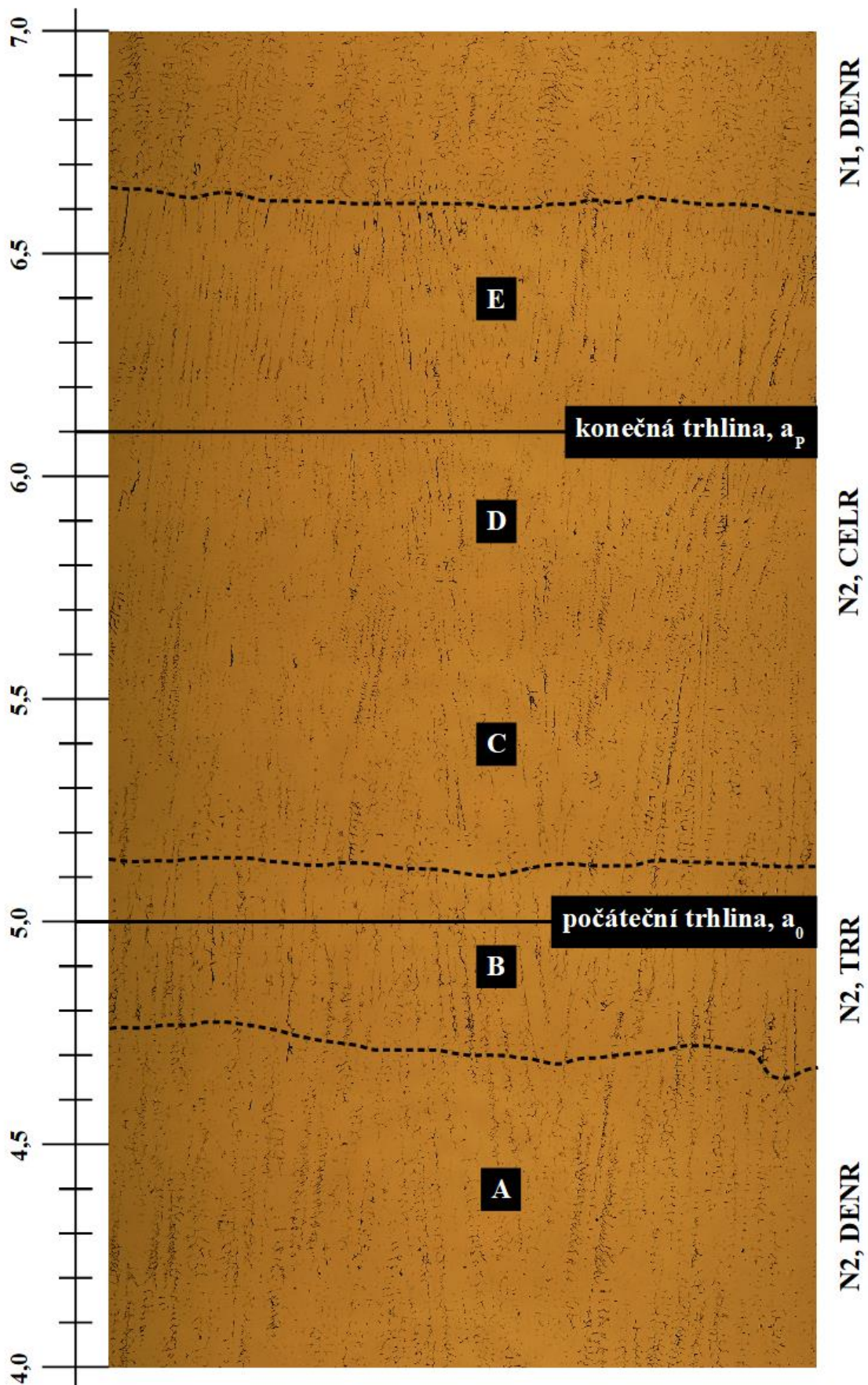
## **Procesy porušování**

**Souhrn:** Trhlina se při zkoušce SLH šířila mechanismem TG tvárného lomu. S rostoucí délkou trhliny docházelo k čím dál intenzivnějšímu porušování křehkých částic sigma fáze, které usnadňovaly proces tvárného důlkovitého porušování. To se projevovalo rychle klesajícím odporem materiálu vůči šíření trhliny a specifickou mikromorfologií lomové plochy charakterizovanou tvárnými důlky velkých rozměrů a v některých případech také tvárnými brázdami. Z tohoto důvodu byla na T5 vyhodnocena podstatně nižší lomová houževnatost  $J_{0,2}$ , než na vzorku T4. Příčinou odlišného chování obou vzorků byl odlišný charakter struktury: V dotčených oblastech T5 byly strukturní útvary charakterizovány prakticky úplnou transformací na sigma fázi, zatímco v případě T4 byla značná část útvarů charakterizována ještě poměrně vysokým obsahem zbytkového delta feritu,  $\sigma$  částice byly řidčeji rozptýlené a netvořily natolik celistvé útvary.

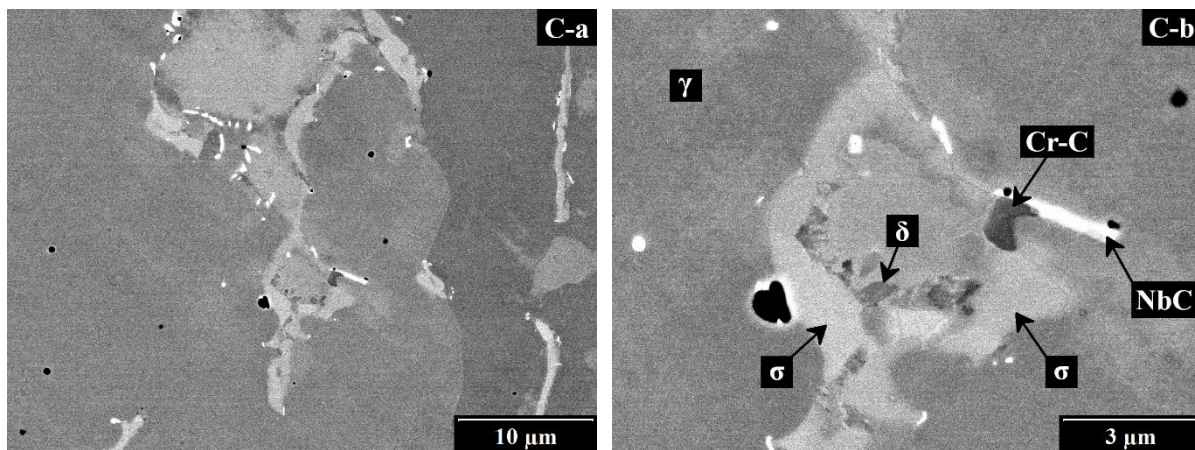
**Podrobnosti:** Mikromorfologie lomové plochy na samotném začátku hodnocené oblasti (oblast 4 podle Obr. 63) byla v některých místech charakterizována tvárnými důlky relativně malých rozměrů (Obr. 64-4a), neboť většina z nich se zde vytvářela na částicích submikronových, rozměrů. Na samotném začátku zkoušky dokonce došlo k vytvoření zóny protažení (Obr. 64-4b).

S rostoucí délkou trhliny začal být proces tvorby tvárných důlků čím dál více ovlivňován porušováním útvarů solidifikační struktury: Rozměry tvárných důlků se začaly postupně zvětšovat, resp. se zvyšoval plošný podíl velkých tvárných důlků. Dokumentují to snímky na Obr. 64-3, Obr. 65-2, Obr. 66 pořízené v navazujících oblastech 2 a 3: Částice, které iniciovaly vznik tvárných důlků, byly na základě výsledků selektivní EDX analýzy identifikovány jako  $\sigma$  částice, viz Obr. 66 a Tab. 16: Obohacení částic chromem dosahovalo hodnot  $33\div 34$  hm. % a v některých případech byly částice významně obohaceny také křemíkem ( $1,8\div 1,9$  hm. %).

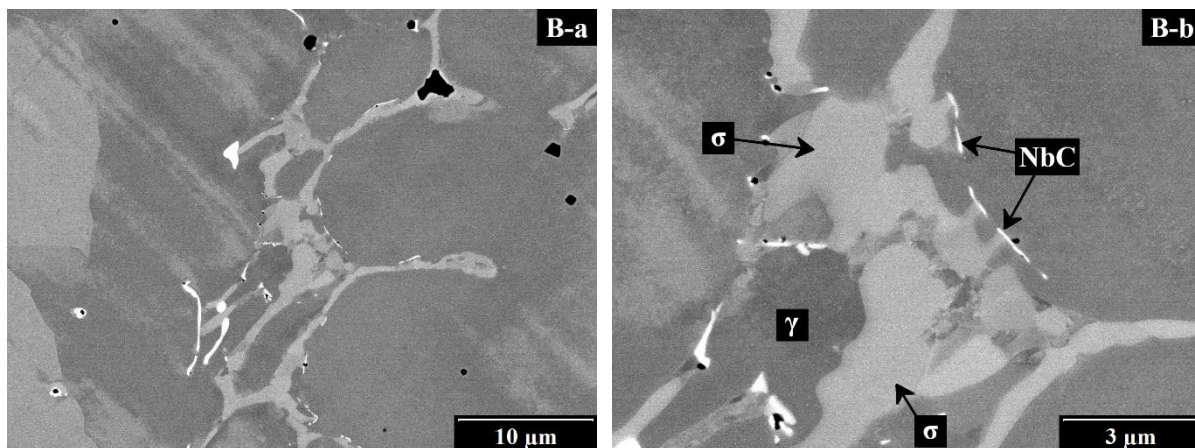
Po nárůstu trhliny o zhruba 0,6 mm (poloha 5,8 mm podle Obr. 63) začalo docházet k intenzivní tvorbě tvárných brázd (Obr. 65-1) a současně se zvětšovaly rozměry rovnoosých tvárných důlků. Částice iniciující vznik brázd a důlků byly prostřednictvím EDX analýzy identifikovány jako částice sigma fáze: Destičkovité částice na Obr. 67-d byly obohaceny chromem (33 hm. %) a v některých částech také křemíkem (1,4 hm. %), viz Tab. 17. Předběžnou selektivní EDX analýzou oblasti lomové plochy zdokumentované na Obr. 65-1b byl vyhodnocen dokonce ještě vyšší obsah chromu:  $36\div 39$  hm. %.



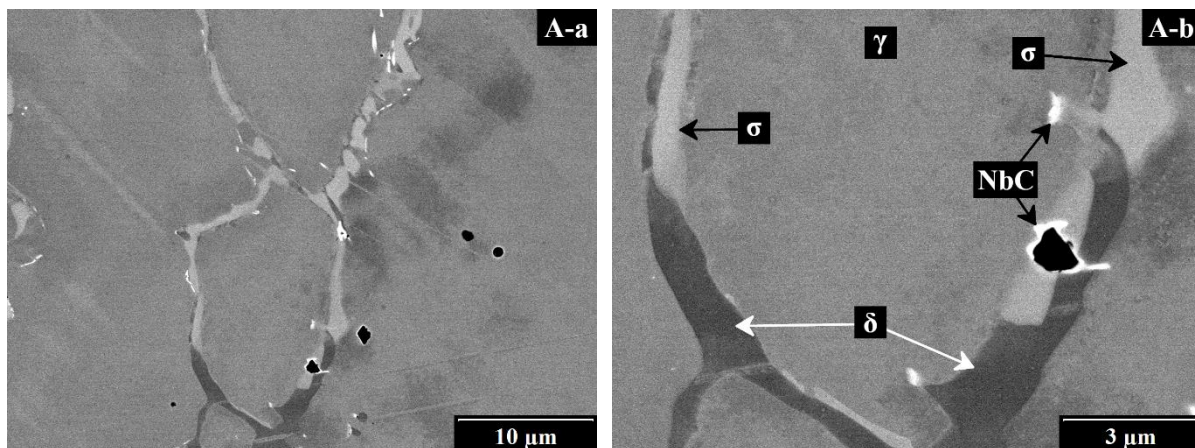
Obr. 58: Mapa struktury výbrusu T5, sestaveno ze snímků LOM. Postranní měřítko určuje vzdálenost od ústí vrubu. Poloha detailních snímků (A-E) z Obr. 59 a Obr. 60.



**Oblast C:** CELR. Strukturní útvary N2 ve stavu úplné transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost částic obohacených niobem.

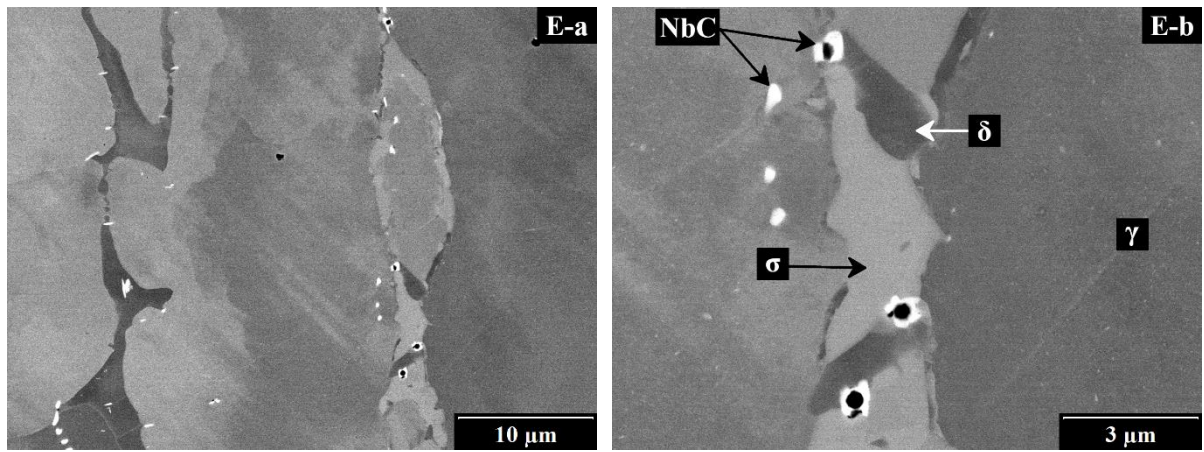


**Oblast B:** TRR. Strukturní útvary N2 ve stavu úplné transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost částic obohacených niobem.

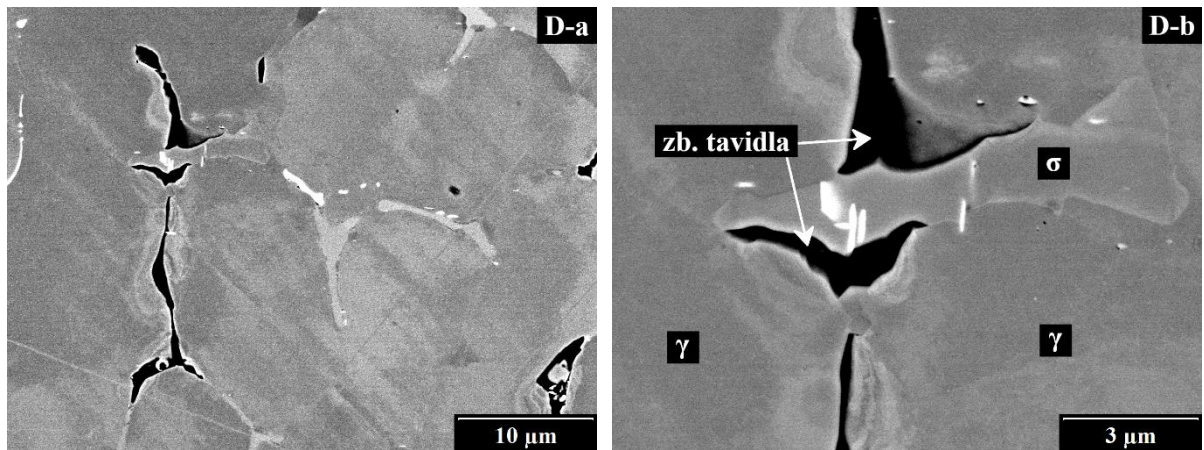


**Oblast A:** DENR. Protáhlé strukturní útvary N2 v pokročilém stupni transformace z delta-feritu na sigma fázi a další fáze. Přítomnost částic obohacených niobem.

Obr. 59: Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 58. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)



**Oblast E:** CELR. Protáhlé strukturní útvary NI tvořené převážně delta feritem a sigma fází.

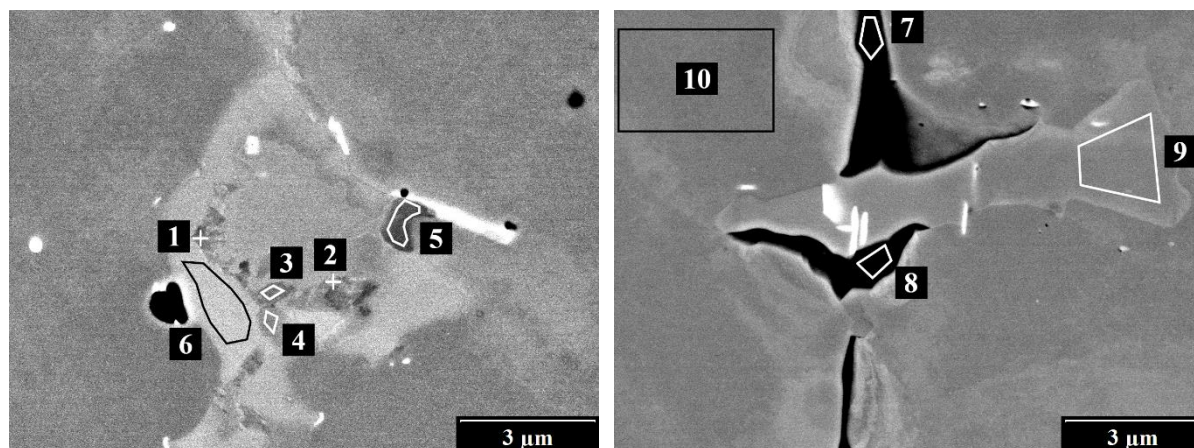


**Oblast D:** CELR. Vměstky tvořené ze zbytků tavidla. Částice  $\sigma$  vytvořená mezi dvěma vměstky.

**Obr. 60:** Charakteristické solidifikační útvary v jednotlivých pásmech podle Obr. 58. (Snímky pořizené v režimu SEM-BEC.)



## Výsledky EDX analýzy výbrusu

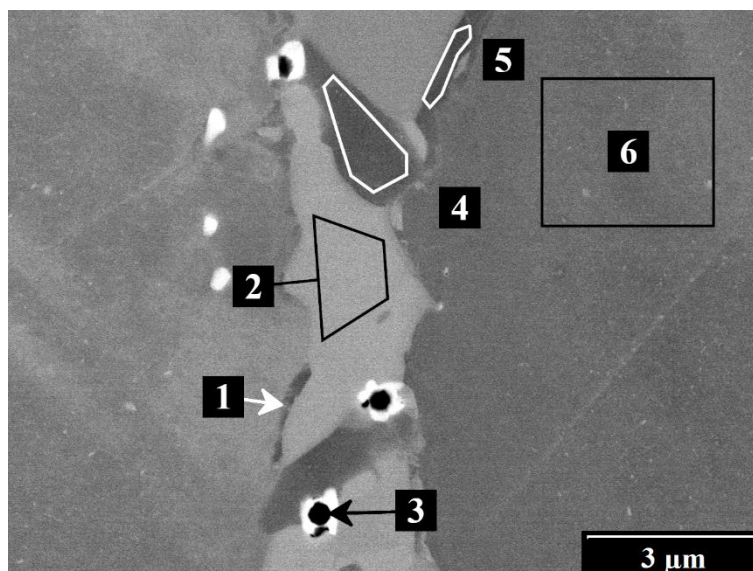


Obr. 61: Oblasti výbrusu vzorku T5, na kterých byla provedena EDX analýza. (Snímky jsou totožné s Obr. 59 C-b, Obr. 60 D-b).

Tab. 14: Výsledky EDX v oblastech 1-10 definovaných na Obr. 61: Obsah relevantních prvků a identifikace fází. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Nb	C	identifikace:
1	77,0	17,3	4,6	0,7	0,5	—	—	neidentifikováno (pravděpodobně delta ferit)
2	73,9	17,1	7,5	1,0	0,6	—	—	austenit
3	74,7	16,6	5,7	2,7	0,3	—	—	neidentifikováno (pravděpodobně delta ferit)
4	79,0	18,9	0,0	1,2	0,8	—	—	delta ferit
5	31,8	57,3	3,3	—	0,0	2,1	5,4	oblast obohacená karbidy chromu a niobu
6	54,3	36,6	6,0	1,7	1,5	—	—	sigma fáze

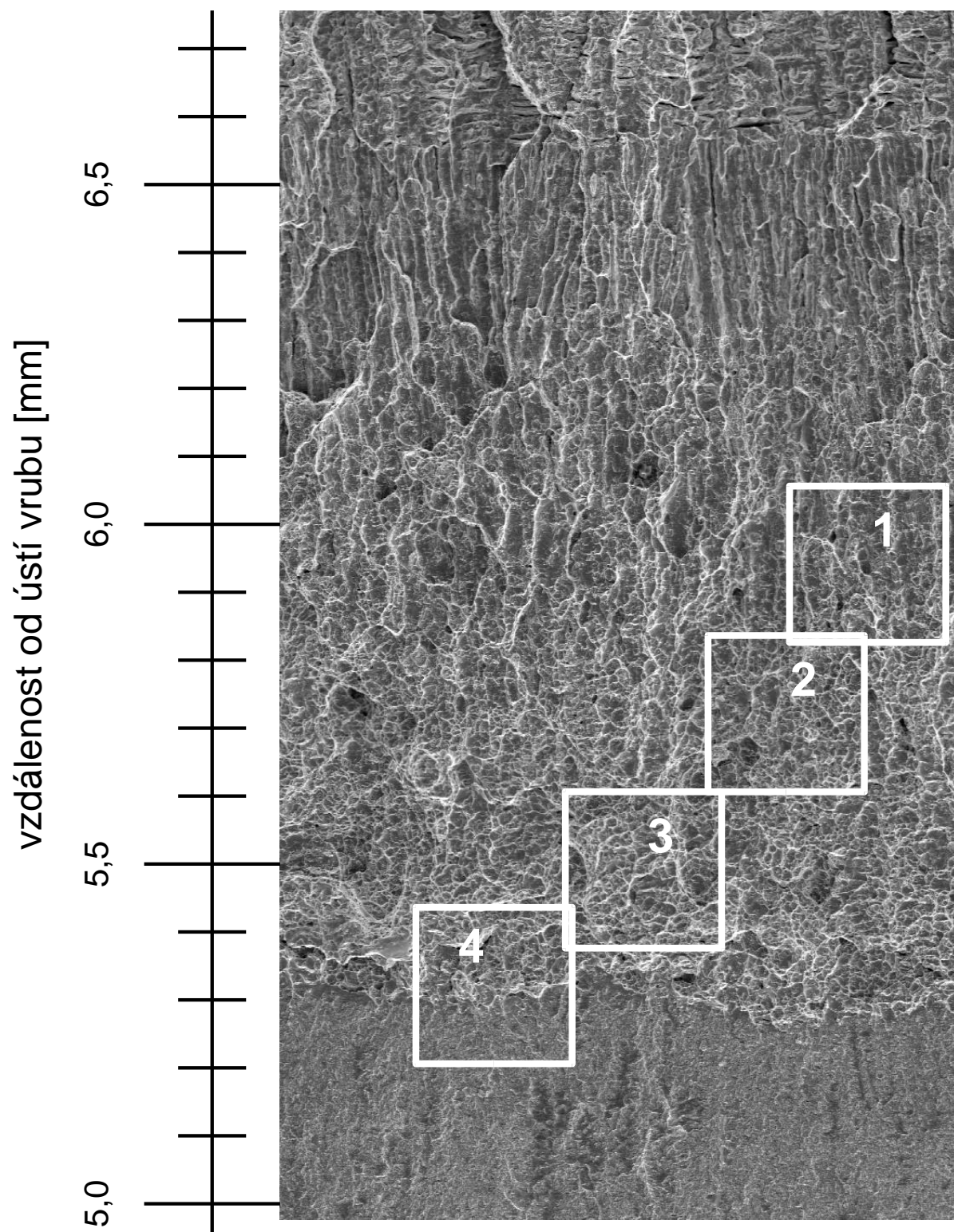
č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Nb	C	O	S	identifikace:
7	53,9	16,2	6,7	—	8,4	—	—	13,3	1,6	zbytky tavidla, vměstky
8	36,1	19,6	5,0	—	12,0	5,4	3,2	17,0	1,8	zbytky tavidla, vměstky
9	64,8	33,7	0,0	0,4	1,0	—	—	—	—	sigma fáze
10	68,8	20,0	8,2	2,2	0,9	—	—	—	—	austenit



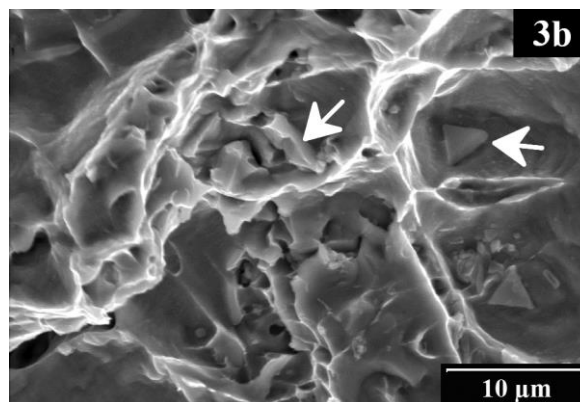
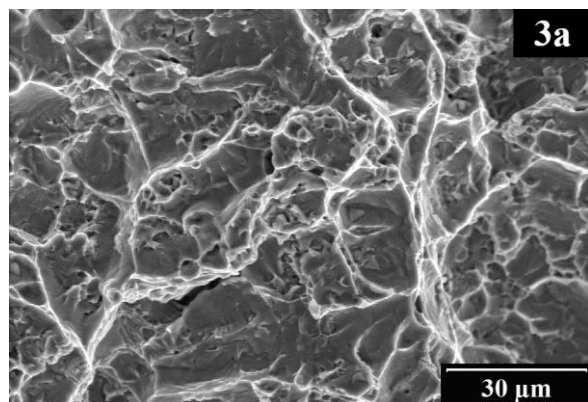
Obr. 62: Oblast výbrusu vzorku T5, na které byla provedena EDX analýza. (Snímek je totožný s Obr. 60 E).

Tab. 15: Výsledky EDX v oblastech 1-6 definovaných na Obr. 62: Obsah relevantních prvků a identifikace fází. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

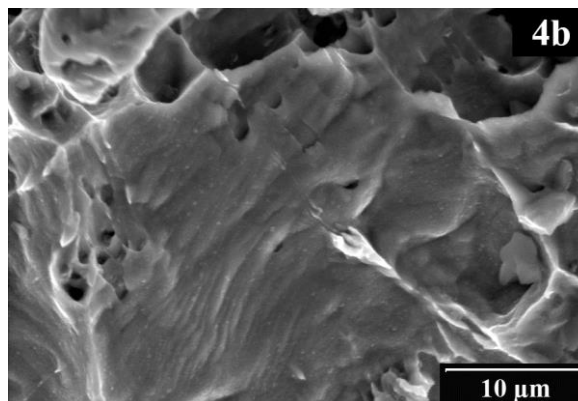
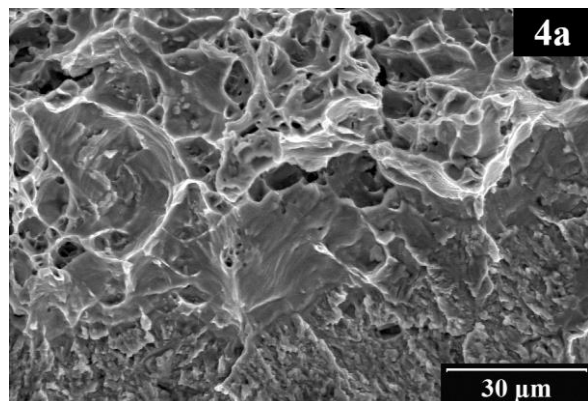
č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Nb	Al	O	S	identifikace:
1	69,6	19,8	7,7	1,9	1,0	—	—	—	—	neidentifikováno (pravděpodobně austenit)
2	56,9	37,0	3,6	0,7	1,9	—	—	—	—	sigma fáze
3	5,6	8,1	—	18,8	—	43,5	5,5	14,7	3,8	zbytky tavidla, vměstek
4	75,9	20,1	2,8	0,6	0,6	—	—	—	—	delta ferit
5	75,7	16,7	6,6	0,5	0,5	—	—	—	—	neidentifikováno
6	65,4	20,4	11,9	1,2	1,1	—	—	—	—	austenit



Obr. 63: Fraktografická mapa lomové plochy T5.

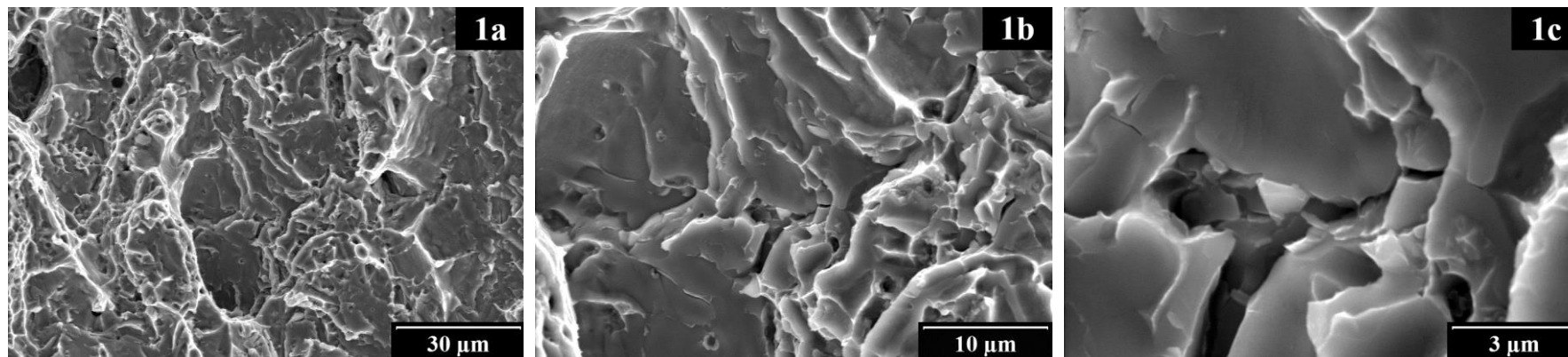


Oblast 3: TG tvárný lom. Některé tvárné důlky se pravděpodobně vytvářely na  $\sigma$  částicích (3b). Přítomnost trojúhelníkových částic tavidla (3b)

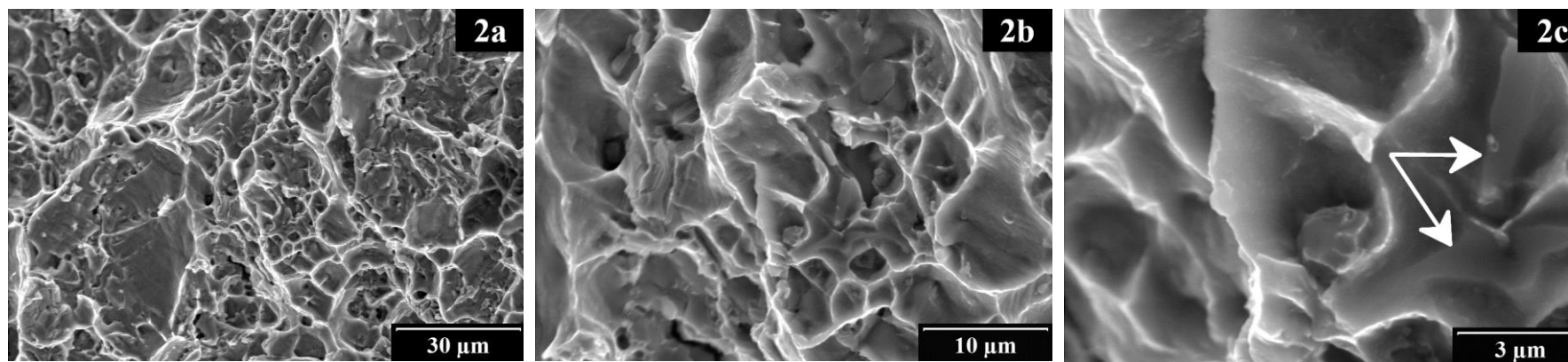


Oblast 4: TG tvárný lom. Zóna protažení (4b).

Obr. 64: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 63.

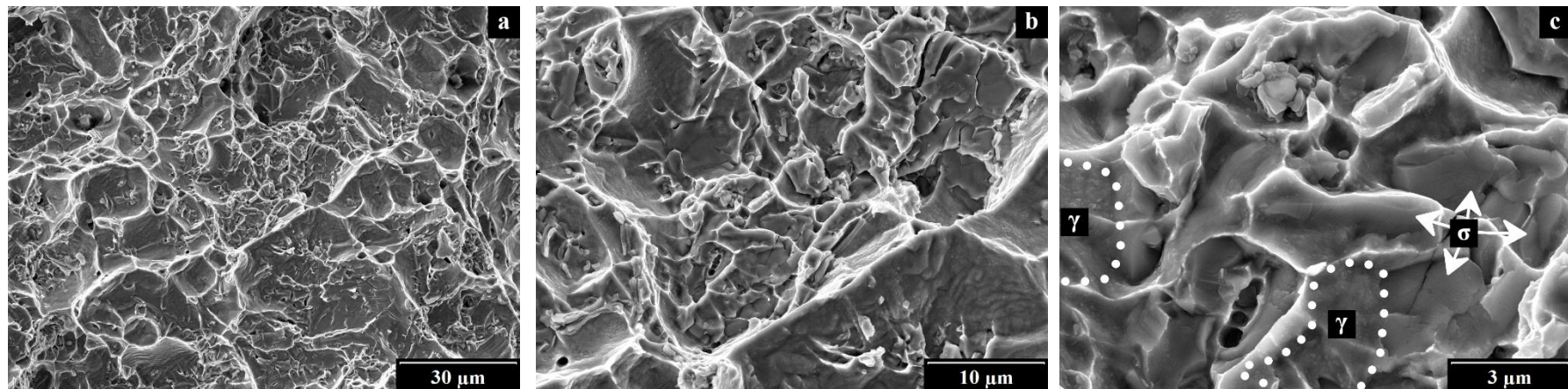


Oblast 1: Tvárné brázdy (1a). Porušené destičkovité částice (1b, 1c, pravděpodobně sigma fáze), které přispěly k vytvoření brázdy.



Oblast 2: TG tvárný lom. Některé tvárné důlky se pravděpodobně vytvářely na  $\sigma$  částicích (2c).

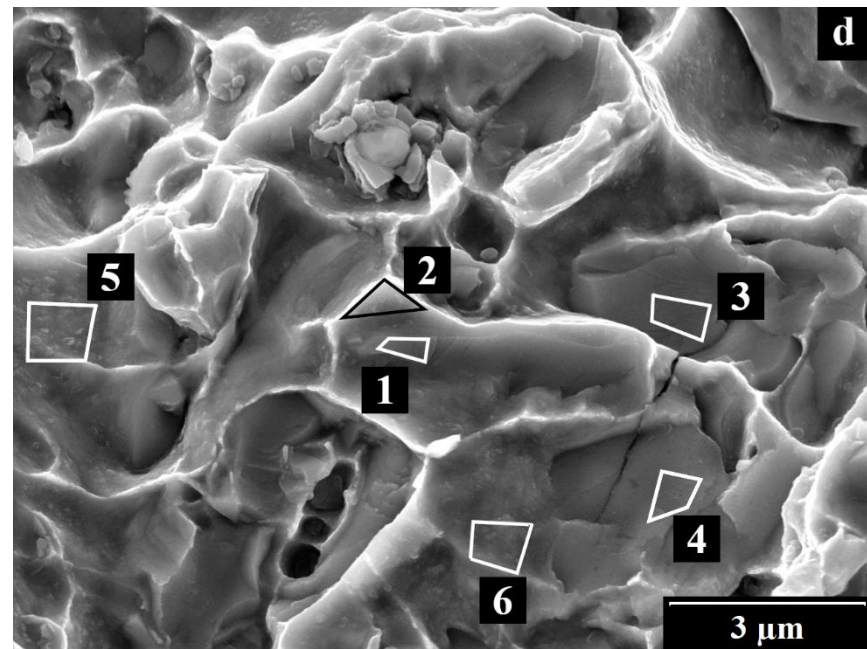
Obr. 65: Charakteristické fraktografické znaky v jednotlivých místech lomové plochy podle Obr. 63.



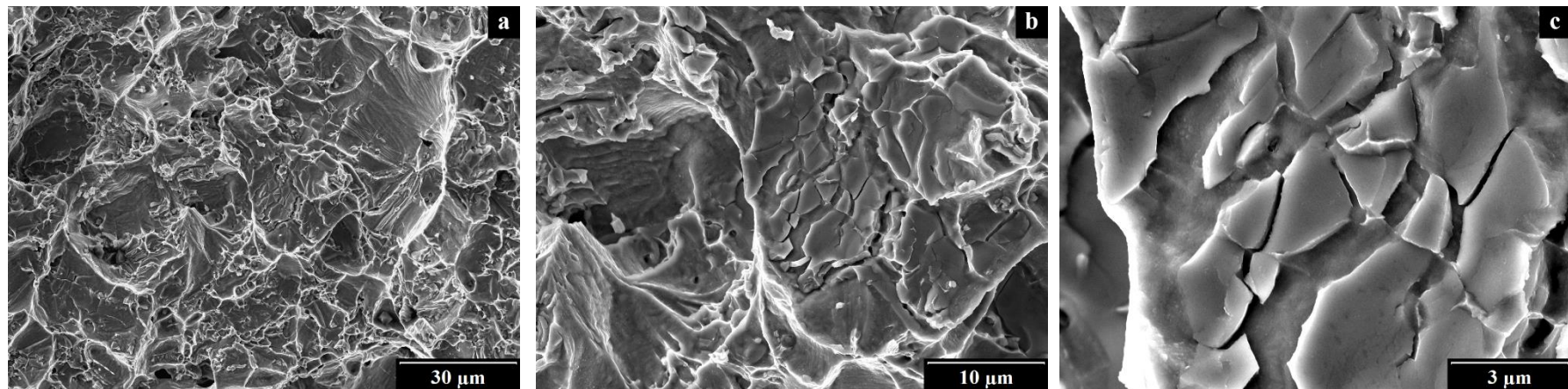
Oblast 3: Makroskopicky tvárné porušení – TG tvárný lom (a). Mnoho tvárných důlků se prokazatelně vytvořilo na porušených  $\sigma$  částicích (c).

Tab. 16: Výsledky EDX analýzy, provedené na lomové ploše T5 v oblasti na Obr. 66 -d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	61,8	32,7	3,4	1,1	1,1	sigma fáze
2	69,9	21,9	5,6	1,6	1,1	neidentifikováno (pravděpodobně austenit)
3	59,7	33,9	3,4	1,4	1,7	sigma fáze
4	59,7	34,4	2,5	1,6	1,8	sigma fáze
5	65,8	21,4	10,1	1,8	1,0	austenit
6	64,5	25,0	8,3	1,2	1,0	austenit



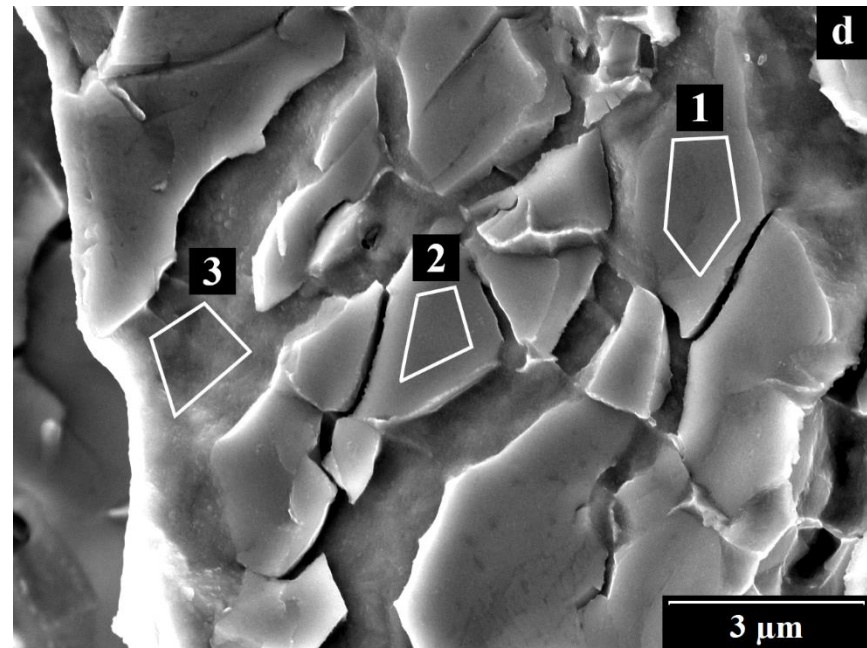
Obr. 66: Oblast lomové plochy T5, na které byla provedena EDX analýza. Oblast se nachází v místě 3 podle Obr. 63.



Makroskopicky tvárné porušení – TG tvárný lom (a). Mnoho tvárných důlků se prokazatelně vytvořilo na porušených  $\sigma$  částicích (c).

Tab. 17: Výsledky EDX analýzy, provedené na lomové ploše T5 v oblasti na Obr. 67 -d. Údaje jsou uvedeny v jednotkách hm. %.

č.	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	identifikace
1	59,6	33,2	4,8	1,3	1,1	sigma fáze
2	60,1	32,8	4,4	1,4	1,4	sigma fáze
3	67,4	20,2	9,6	1,8	1,0	austenit



Obr. 67: Oblast lomové plochy T5, na které byla provedena EDX analýza. Oblast se nachází na úrovni místa 1 podle Obr. 63.

## Reference

- [1] ŠTEFAN, J. *Fraktografický přístup k hodnocení zkoušek lomové houževnatosti materiálů TNR ve stavu po ozáření rychlými neutrony* [online]. Praha, 2013. Diplomová práce ČVUT-FJFI-KMAT. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/16225>
- [2] VITEK, J. M. a S. A. DAVID. The sigma phase transformation in austenitic stainless steels. *Welding Journal*. 1986, **65**(4), 106–111.



**České vysoké učení technické v Praze  
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská**

# **DISERTAČNÍ PRÁCE**

**Módy porušování konstrukčních materiálů  
tlakové nádoby reaktoru**

*PŘÍLOHA Č. 2:*

*Svarový kov TNR VVER 1000: Výsledky*

# **Souhrn**

V této příloze disertační práce jsou podrobně popsány a zdokumentovány výsledky druhé části experimentální činnosti zaměřené na hodnocení procesů porušování oceli Sv 12Ch2N2MAA, tedy svarového kovu tlakové nádoby jaderného reaktoru typu VVER 1000, při zkouškách rázem v ohybu. Dokument byl zpracován formou protokolů s výsledky fraktografické analýzy lomových ploch zkušebních těles. Dokument je strukturován do kapitol podle skupin těles ozářených stejnou neutronovou fluencí.

# Obsah

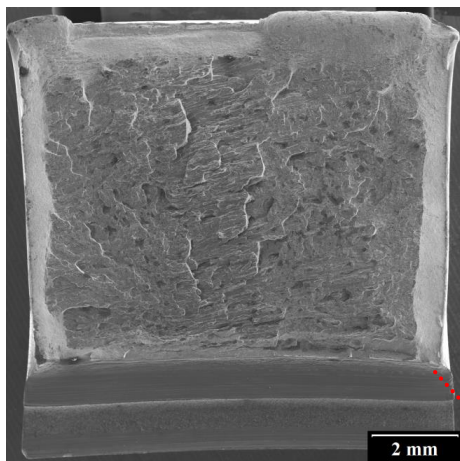
Souhrn.....	2
Obsah.....	3
Seznam zkratk a veličin.....	4
Skupina N – neozářený stav.....	5
Zkušební těleso N_01.....	6
Zkušební těleso N_02.....	7
Zkušební těleso N_03.....	8
Skupina 1 – ozářený stav, $F = 2,6 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ .....	9
Zkušební těleso OZ1_01.....	10
Zkušební těleso OZ1_02.....	11
Zkušební těleso OZ1_03.....	12
Skupina 2 – ozářený stav, $F = 4,0 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ .....	13
Zkušební těleso OZ2_01.....	14
Zkušební těleso OZ2_02.....	15
Zkušební těleso OZ2_03.....	16
Skupina 3 – ozářený stav, $F = 5,8 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ .....	17
Zkušební těleso OZ3_01.....	18
Zkušební těleso OZ3_02.....	19
Zkušební těleso OZ3_03.....	20
Skupina 4 – ozářený stav, $F = 8,1 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ .....	21
Zkušební těleso OZ4_01.....	22
Zkušební těleso OZ4_02.....	23
Zkušební těleso OZ4_03.....	24
Skupina 5 – ozářený stav, $F = 11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ .....	25
Zkušební těleso OZ5_01.....	26
Zkušební těleso OZ5_02.....	27
Zkušební těleso OZ5_03.....	28
Zkušební těleso OZ5_04.....	30

## Seznam zkratek a veličin

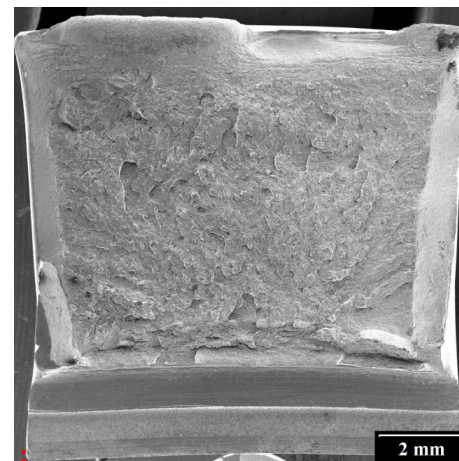
<b>zkratka</b>	<b>význam</b>
IG	Interkrystalický (angl.. “ <u>I</u> nter <u>G</u> ranular“)
SK	Svarový kov
TG	Transkrystalický (angl.. “ <u>T</u> rans <u>G</u> ranular“)
ZT	Zkušební těleso

<b>Veličina</b>	<b>Význam</b>
F [ $\times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ ]	Fluence neutronů Charakterizuje míru ozáření materiálu. Vyjadřuje počet rychlých neutronů, kterými byla ozářena jednotková plocha materiálu. Hodnoty fluence jsou vztaženy na neutrony s energií $E > 0,5 \text{ MeV}$ .
KCV [ $\text{J} \cdot \text{cm}^{-2}$ ]	Vrubová houževnatost Podíl nárazové práce a plochy příčného průřezu ZT v rovině kořene „V“ vrubu
T [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Teplota

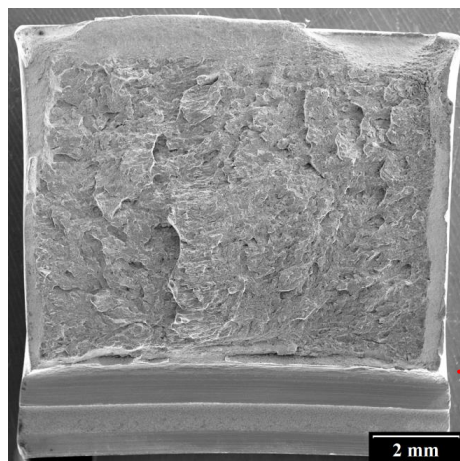
# Skupina N – neozářený stav



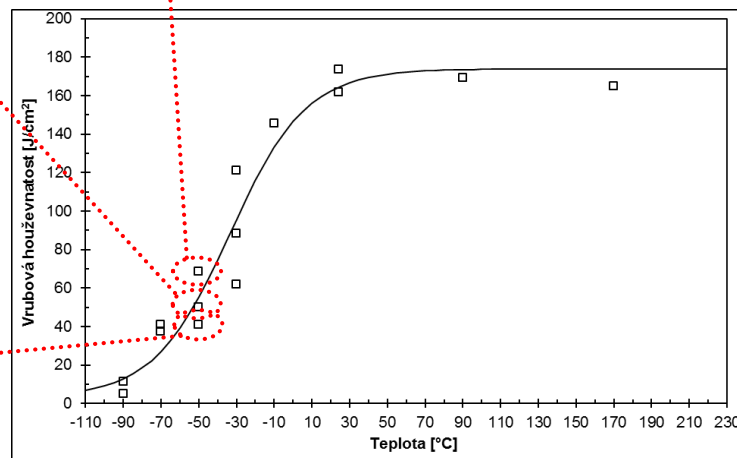
Obr. 1: Lomová plocha tělesa N\_02



Obr. 2: Lomová plocha tělesa N\_03



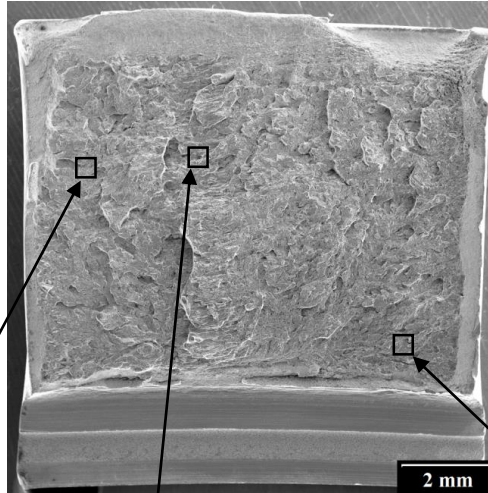
Obr. 3: Lomová plocha tělesa N\_01



Obr. 4: Přejímová křivka skupiny N

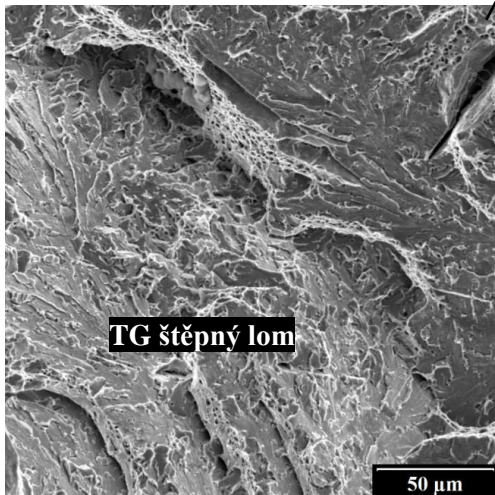
## Zkušební těleso N\_01

Teplota [°C]	-50
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	41,0
TG tvárný lom [%]	24,4
Čelní tvárný nárůst [%]	4,3
IG dekoheze [%]	7,3

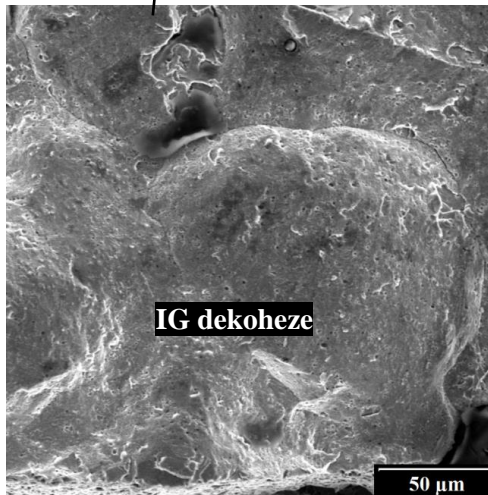


Obr. 5: Lomová plocha tělesa N\_01

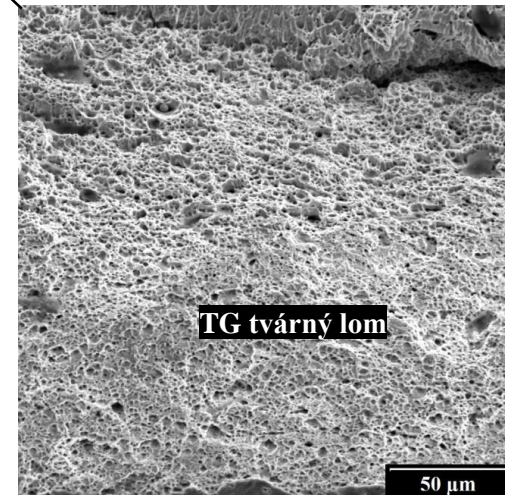
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 7,3 % lomové plochy. Většina IG faset byla na lomové ploše soustředěna do pásma o šířce cca 1,5 mm rovnoběžného s makroskopickým směrem šíření trhliny. Byly pozorovány interkystalické fasety rovnoosých zrn a kolumnárních zrn. Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 4,3% lomové plochy.



Obr. 6: Detail z Obr. 5



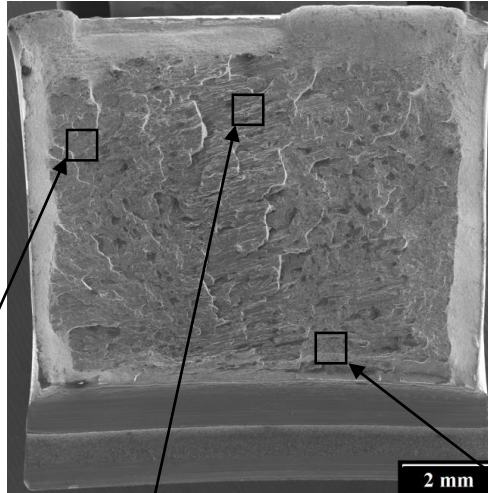
Obr. 7: Detail z Obr. 5



Obr. 8: Detail z Obr. 5

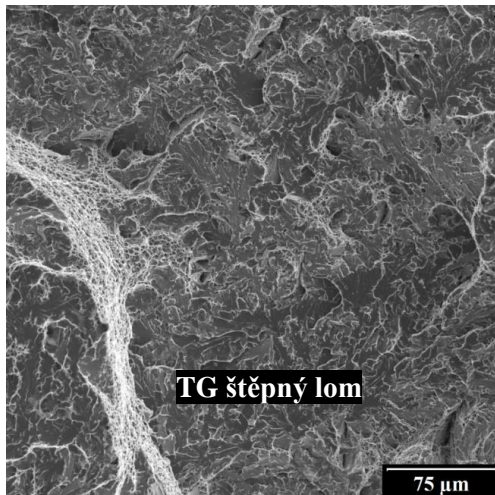
## Zkušební těleso N\_02

Teplota [°C]	-50
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	50,1
TG tvárný lom [%]	30,9
Čelní tvárný nárůst [%]	5,7
IG dekoheze [%]	16,3

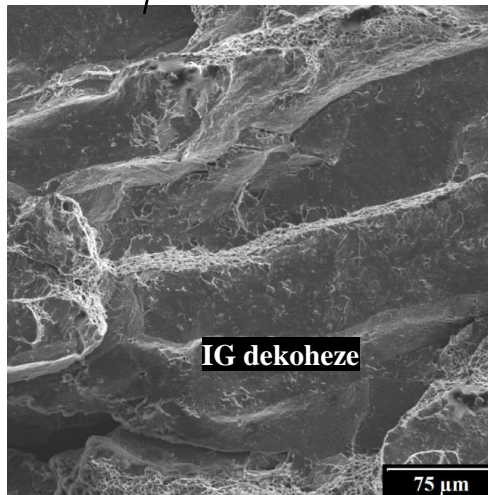


Obr. 9: Lomová plocha tělesa N\_02

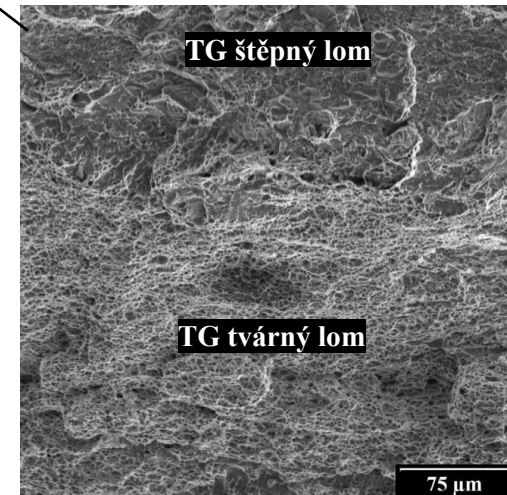
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 16,3 % lomové plochy. Většina IG faset byla na lomové ploše soustředěna do pásma o šířce cca 2 mm rovnoběžného s makroskopickým směrem šíření trhliny. Množství interkrystalických faset kolumnárních zrn značně převyšovalo množství faset rovnoosých zrn. Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 5,7 % lomové plochy.



Obr. 10: Detail z Obr. 9



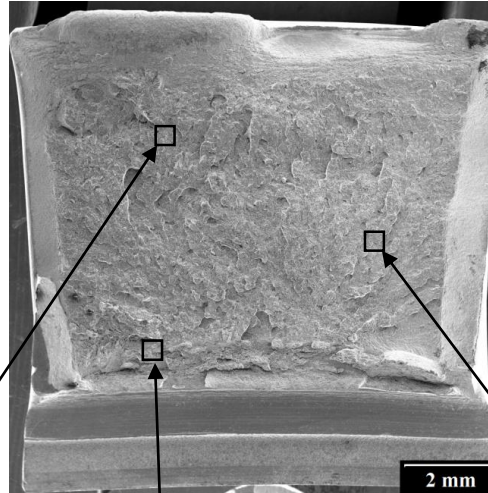
Obr. 11: Detail z Obr. 9



Obr. 12: Detail z Obr. 9

## Zkušební těleso N\_03

Teplota [°C]	<b>-50</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>68,6</b>
TG tvárný lom [%]	<b>39,0</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>10,4</b>
IG dekoheze [%]	<b>0</b>

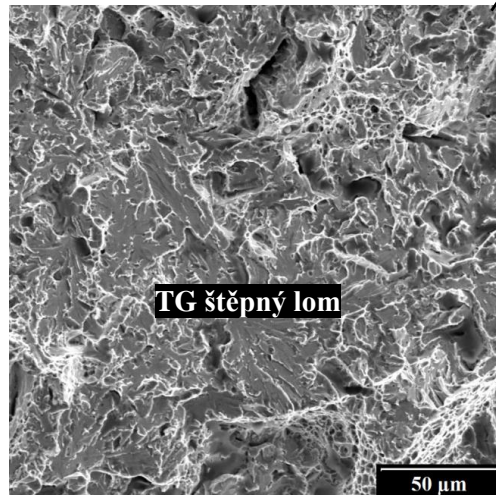


Obr. 13: Lomová plocha tělesa N\_03

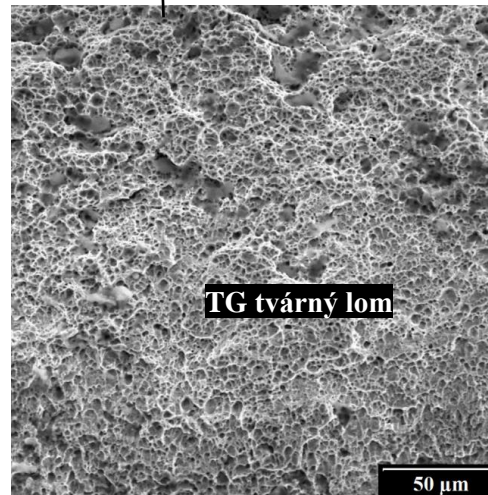
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu.

Nebyly nalezeny žádné fraktografické znaky IG dekoheze.

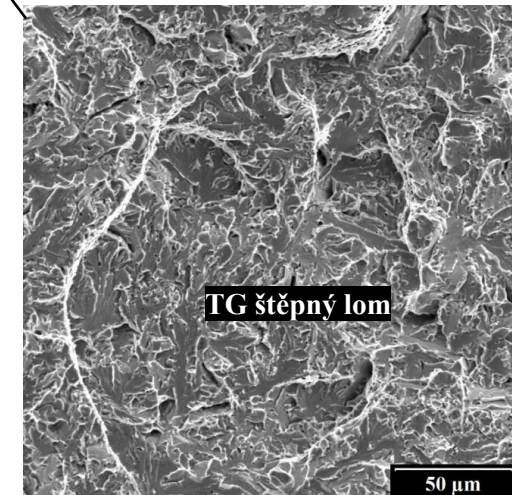
Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 10,4% lomové plochy.



Obr. 14: Detail z Obr. 13



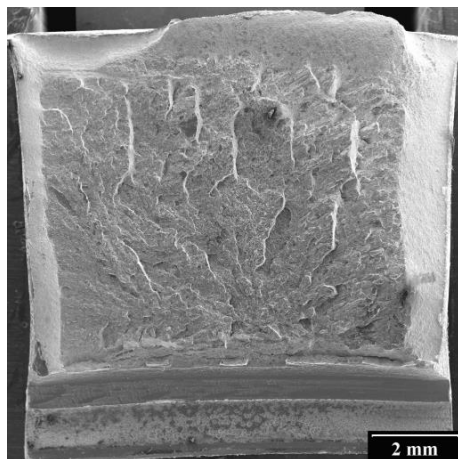
Obr. 15: Detail z Obr. 13



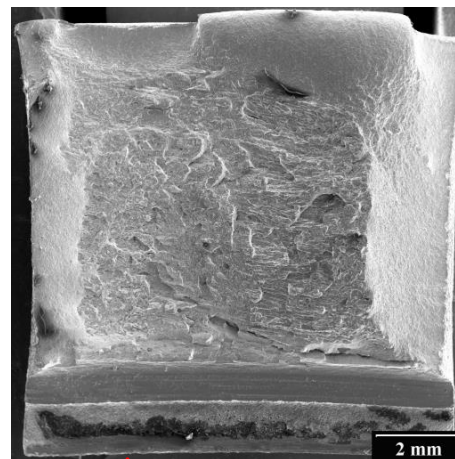
Obr. 16: Detail z Obr. 13



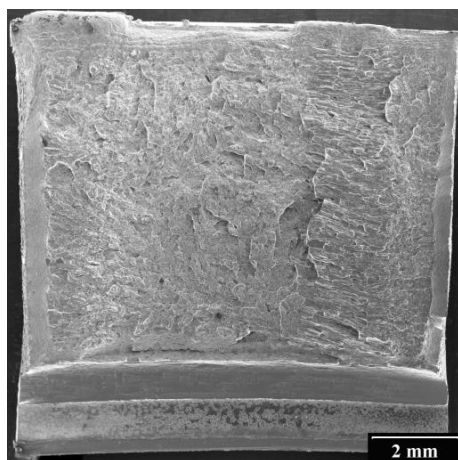
# Skupina 1 – ozářený stav, $F = 2,6 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$



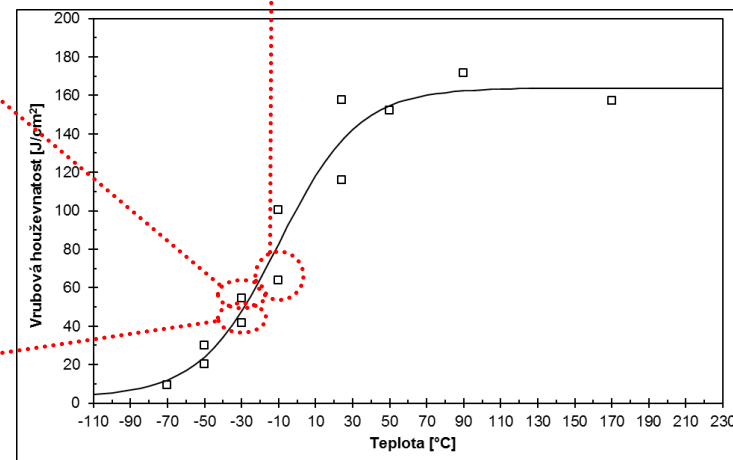
Obr. 17: Lomová plocha tělesa OZ1\_02



Obr. 18: Lomová plocha tělesa OZ1\_03



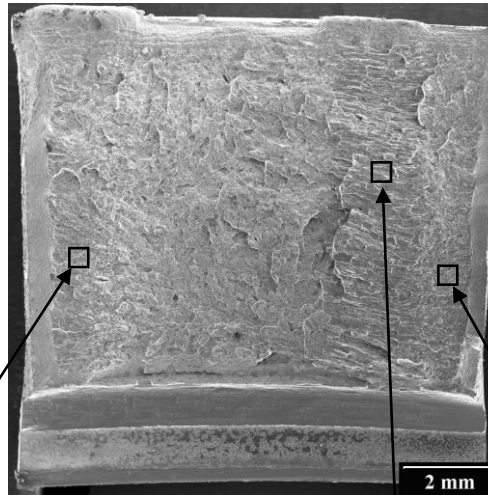
Obr. 19: Lomová plocha tělesa OZ1\_01



Obr. 20: Přechodová křivka skupiny 1.

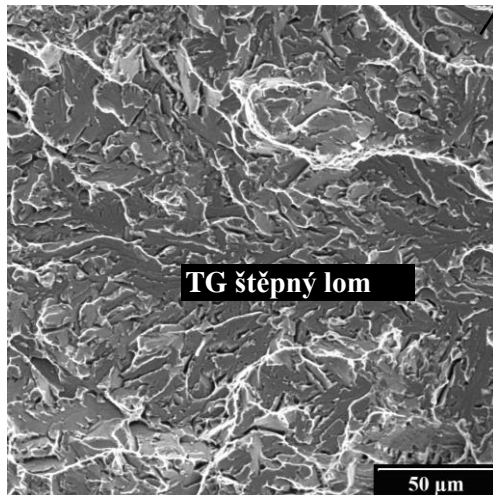
## Zkušební těleso OZ1\_01

Teplota [°C]	-30
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	41,8
TG tvárný lom [%]	21,8
Čelní tvárný nárůst [%]	5,1
IG dekoheze [%]	16,0

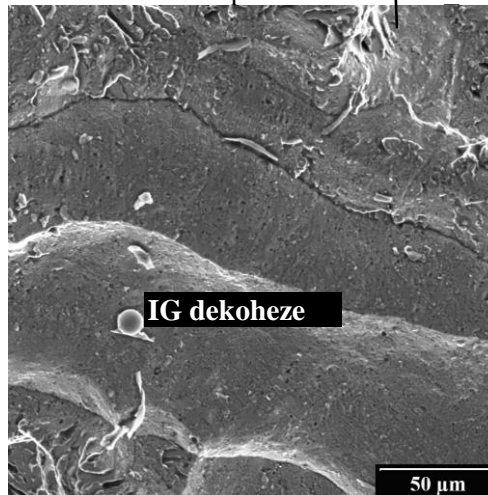


Obr. 21: Lomová plocha tělesa OZ1\_01

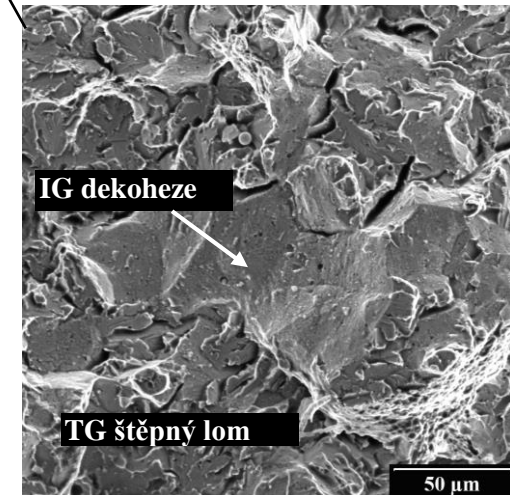
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 16,0 % lomové plochy. Většina IG faset byla na lomové ploše soustředěna do několika pásem rovnoběžných s makroskopickým směrem šíření trhliny. Největší pásmo bylo tvořeno fasetami kolumnárních zrn (Obr. 23). Těsně vedle něj se nacházelo pásmo mnohem menších rovnoosých zrn (Obr. 24). Kromě toho se na lomové ploše nacházel jeden osamocený pás rovnoosých IG faset. Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny byla rovna 5,1 % lomové plochy.



Obr. 22: Detail z Obr. 21



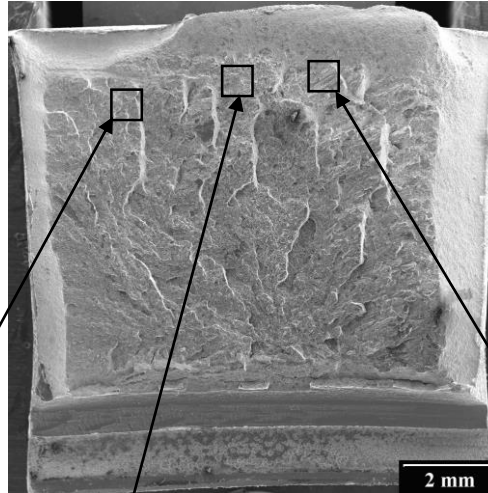
Obr. 23: Detail z Obr. 21



Obr. 24: Detail z Obr. 21

## Zkušební těleso OZ1\_02

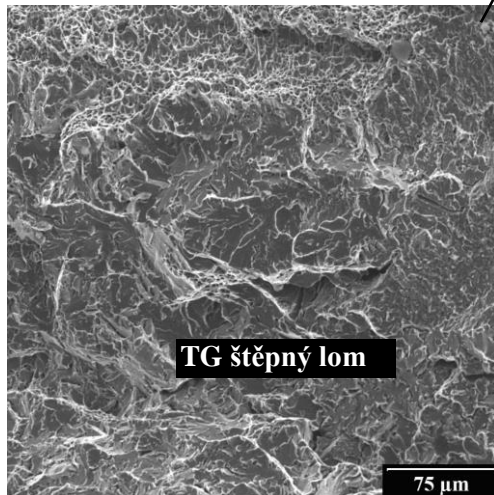
Teplota [°C]	<b>-30</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>54,5</b>
TG tvárný lom [%]	<b>33,8</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>6,1</b>
IG dekoheze [%]	<b>4,5</b>



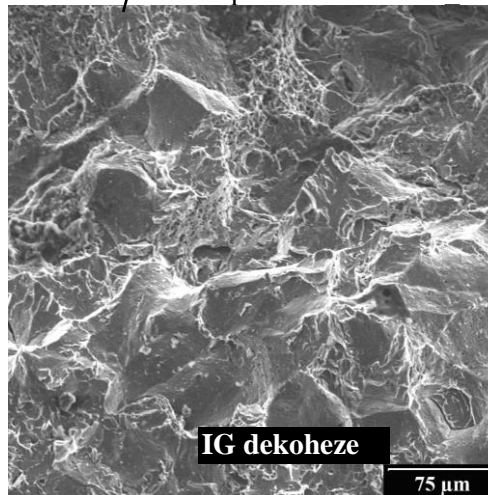
Obr. 25: Lomová plocha tělesa OZ1\_02

Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 4,5 % lomové plochy. Byly pozorovány jak fasety malých rovnoosých zrn (Obr. 27) tak fasety větších kolumnárních zrn (Obr. 28).

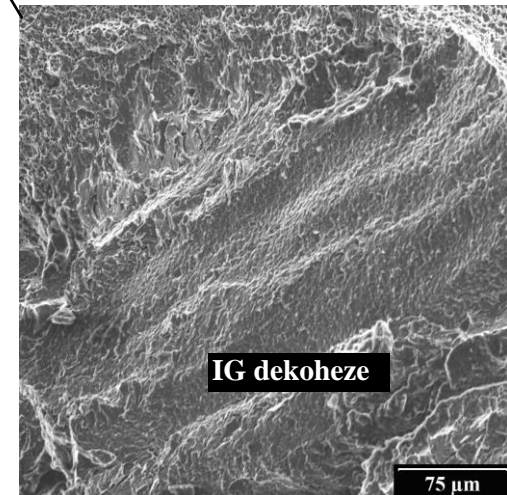
Plocha čelního tvárního nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 6,1 % lomové plochy.



Obr. 26: Detail z Obr. 25



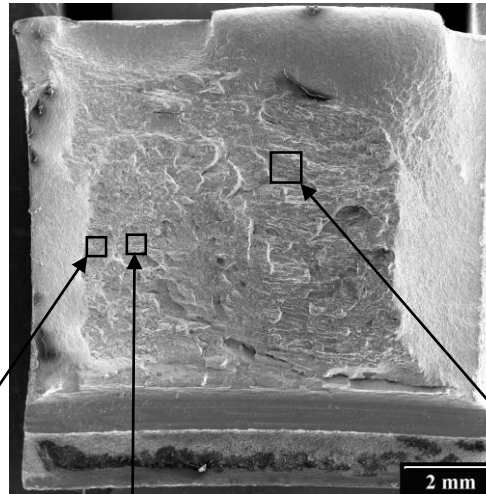
Obr. 27: Detail z Obr. 25



Obr. 28: Detail z Obr. 25

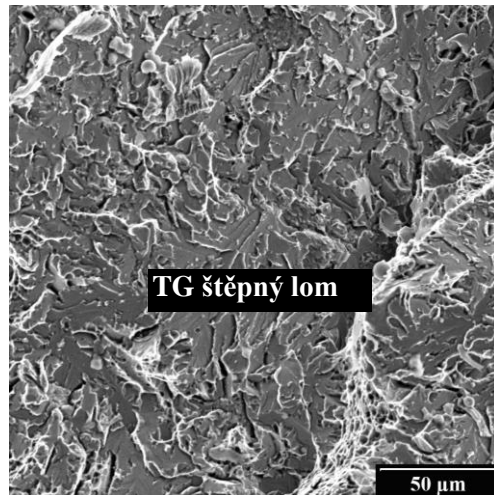
## Zkušební těleso OZ1\_03

Teplota [°C]	<b>-10</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>64,0</b>
TG tvárný lom [%]	<b>50,7</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>6,8</b>
IG dekoheze [%]	<b>12,0</b>

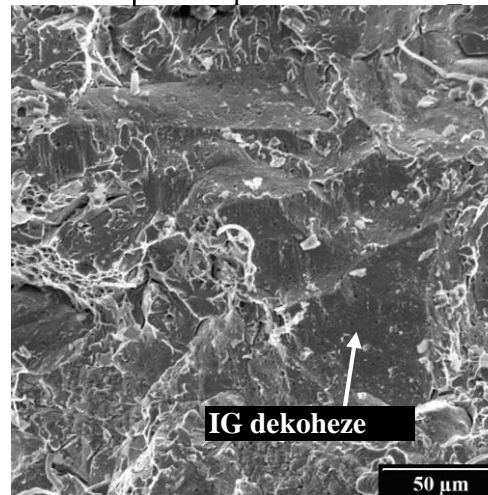


Obr. 29: Lomová plocha tělesa OZ1\_03

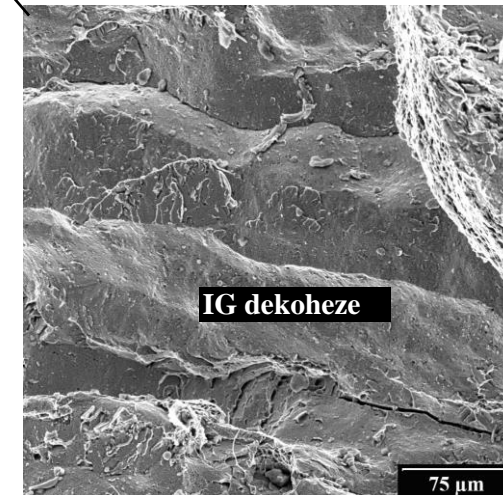
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrytalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 12,0 % lomové plochy. Většina IG faset byla na lomové ploše soustředěna do pásem rovnoběžných s makroskopickým směrem šíření trhliny. V největším pásmu se nacházela velká kolumnární zrna (Obr. 32), ve dvou menších pásech se nacházela malá rovnoosá zrna (Obr. 31). Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 6,8 % lomové plochy.



Obr. 30: Detail z Obr. 29

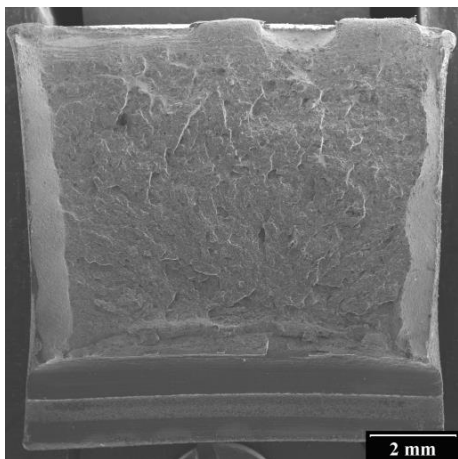


Obr. 31: Detail z Obr. 29

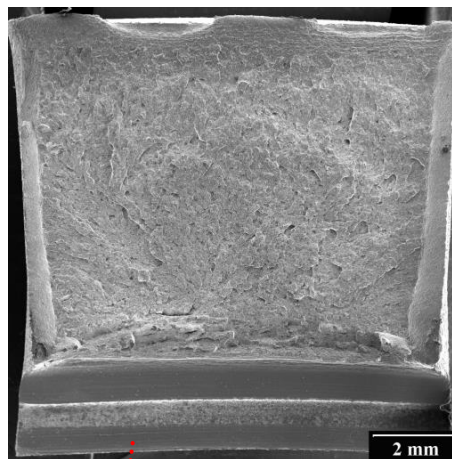


Obr. 32: Detail z Obr. 29

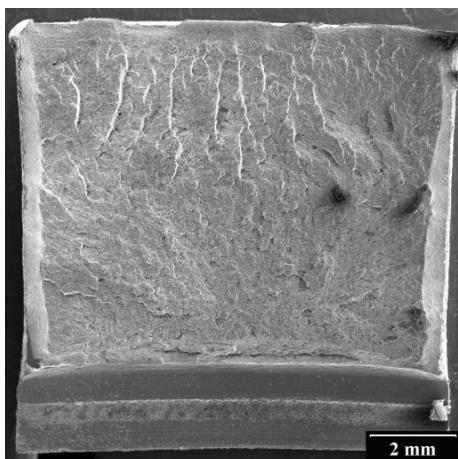
# Skupina 2 – ozářený stav, $F = 4,0 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$



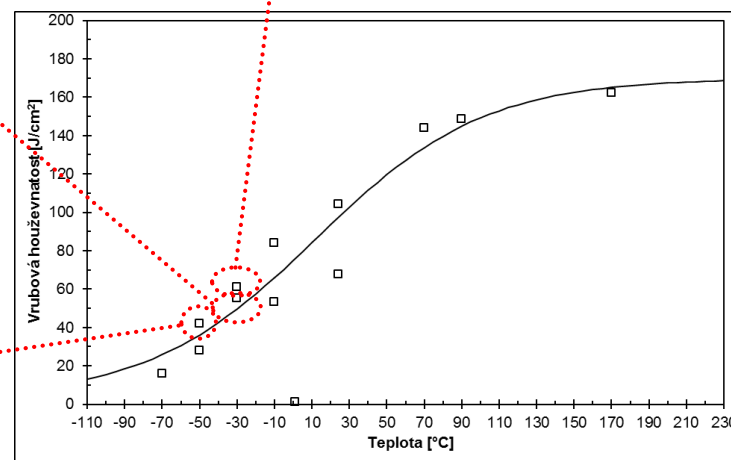
Obr. 33: Lomová plocha tělesa OZ2\_02



Obr. 34: Lomová plocha tělesa OZ2\_03



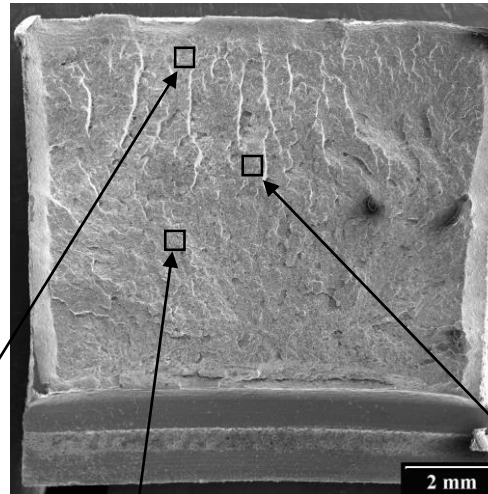
Obr. 35: Lomová plocha tělesa OZ2\_01



Obr. 36: Přebodová křivka skupiny 2.

## Zkušební těleso OZ2\_01

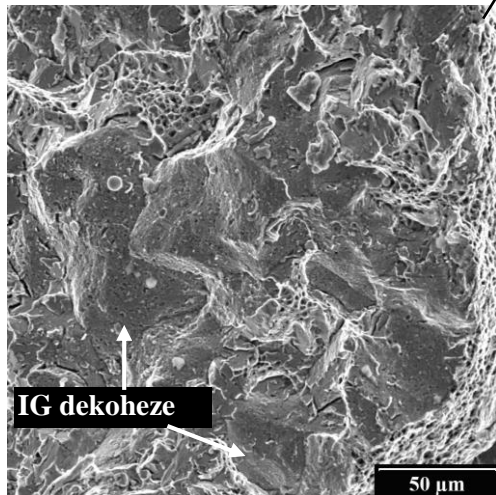
Teplota [°C]	<b>-50</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>42,2</b>
TG tvárný lom [%]	<b>18,9</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>4,9</b>
IG dekoheze [%]	<b>2,1</b>



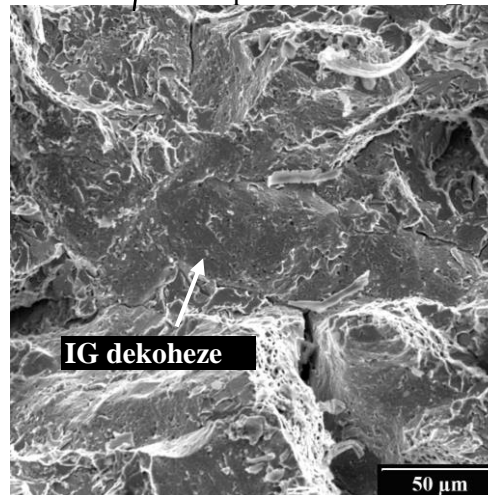
Obr. 37: Lomová plocha tělesa OZ2\_01

Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 2,1 % lomové plochy. Fasety byly tvořeny téměř výhradně malými rovnoosými zrnky (Obr. 38 a Obr. 39) a většina z nich byla soustředěna do jediného pásma, rovnoběžného se směrem šíření trhliny.

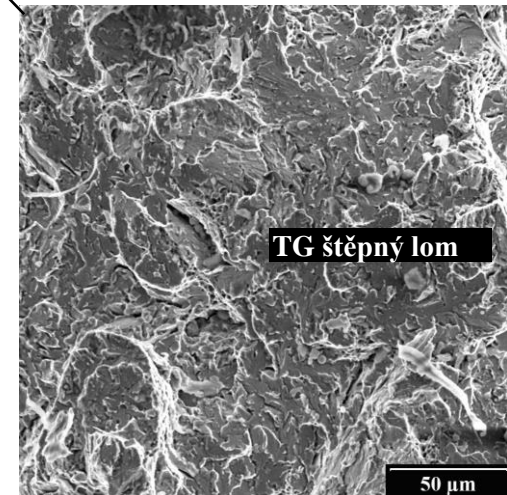
Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 4,9 % lomové plochy.



Obr. 38: Detail z Obr. 37



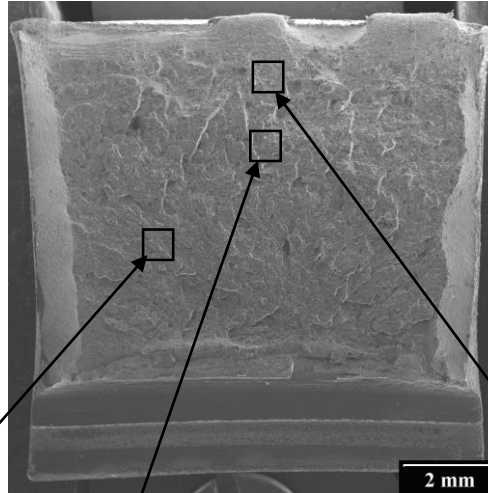
Obr. 39: Detail z Obr. 37



Obr. 40: Detail z Obr. 37

## Zkušební těleso OZ2\_02

Teplota [°C]	<b>-30</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>55,5</b>
TG tvárný lom [%]	<b>31,5</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>7,7</b>
IG dekoheze [%]	<b>0</b>

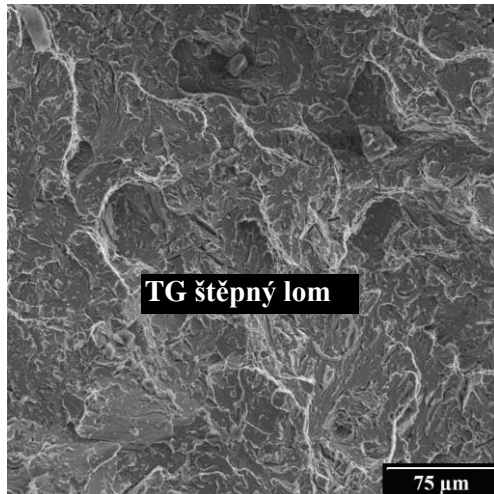


Obr. 41: Lomová plocha tělesa OZ2\_02

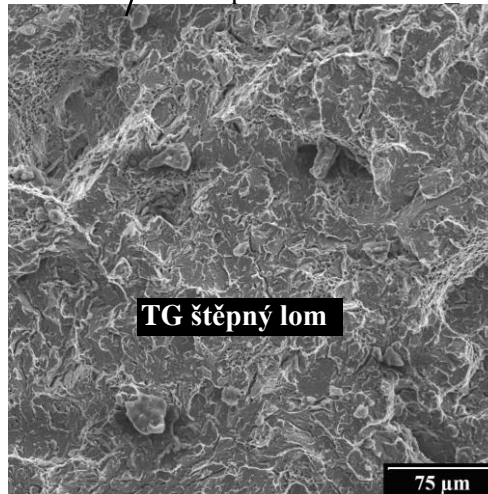
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu.

Nebyly nalezeny žádné fraktografické znaky IG dekoheze.

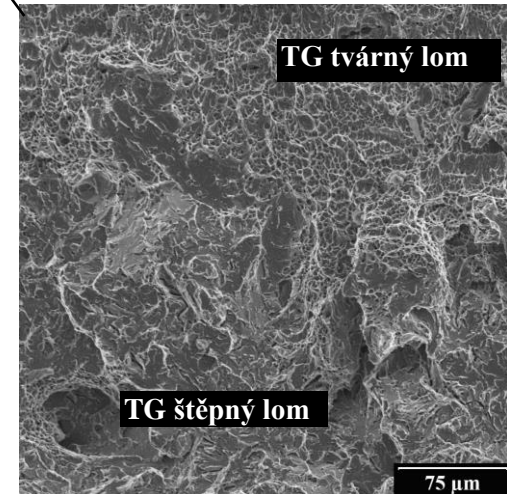
Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 7,7 % lomové plochy.



Obr. 42: Detail z Obr. 41



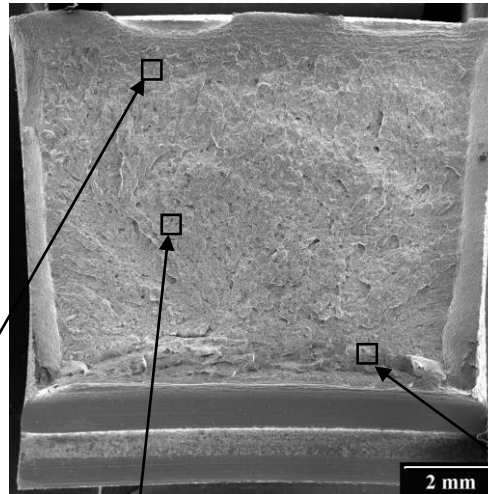
Obr. 43: Detail z Obr. 41



Obr. 44: Detail z Obr. 41

## Zkušební těleso OZ2\_03

Teplota [°C]	<b>-30</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>61,2</b>
TG tvárný lom [%]	<b>27,3</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>9,2</b>
IG dekoheze [%]	<b>0</b>

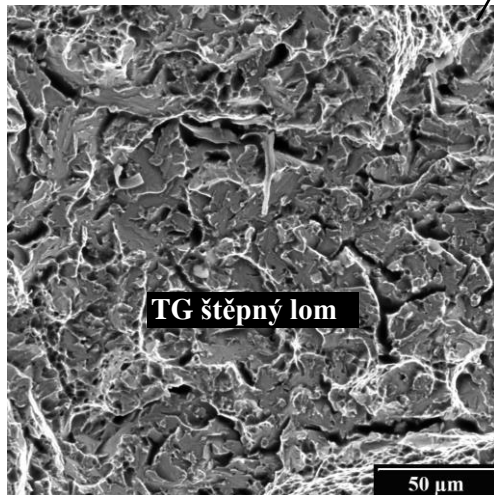


Obr. 45: Lomová plocha tělesa OZ2\_03

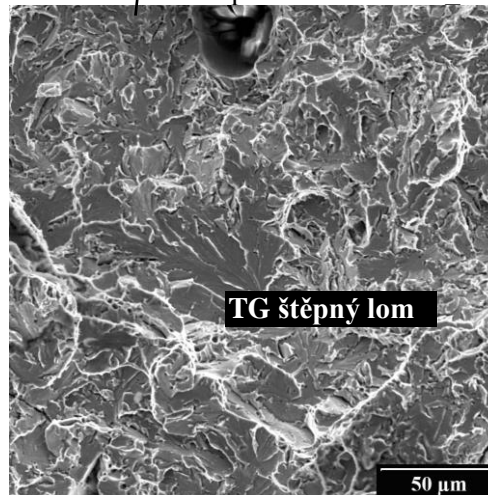
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu.

Nebyly nalezeny žádné fraktografické znaky IG dekoheze.

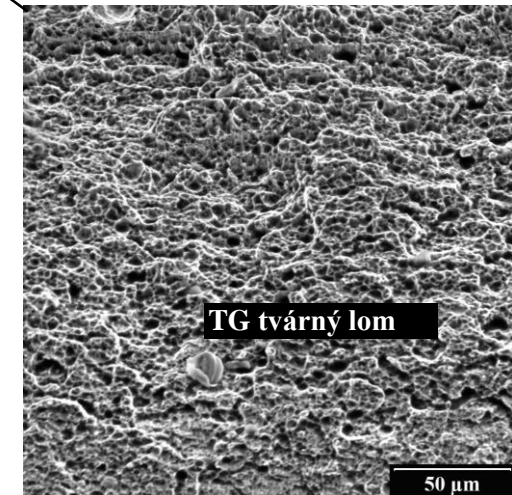
Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 9,2 % lomové plochy.



Obr. 46: Detail z Obr. 45



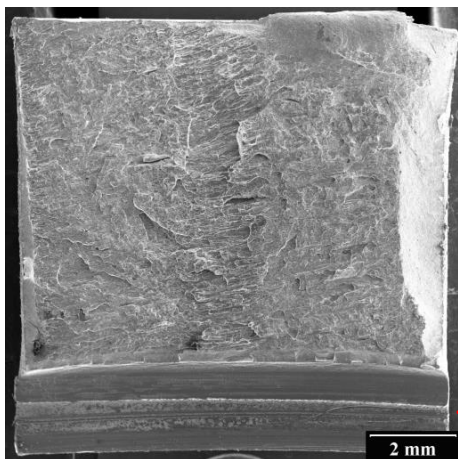
Obr. 47: Detail z Obr. 45



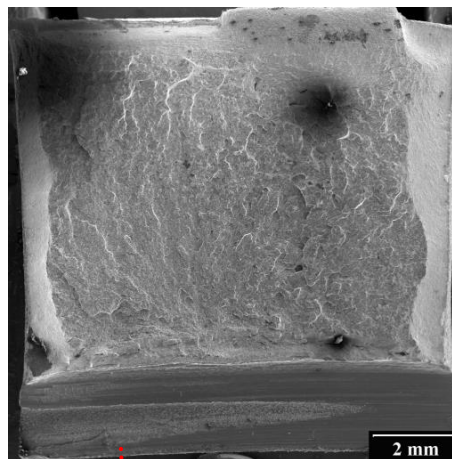
Obr. 48: Detail z Obr. 45



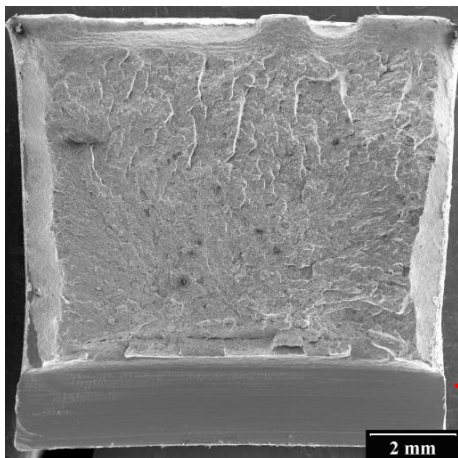
# Skupina 3 – ozářený stav, $F = 5,8 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$



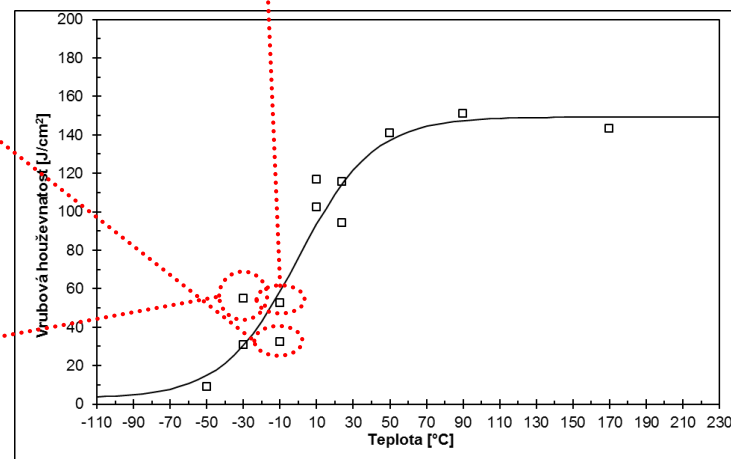
Obr. 49: Lomová plocha tělesa OZ3\_02



Obr. 50: Lomová plocha tělesa OZ3\_03



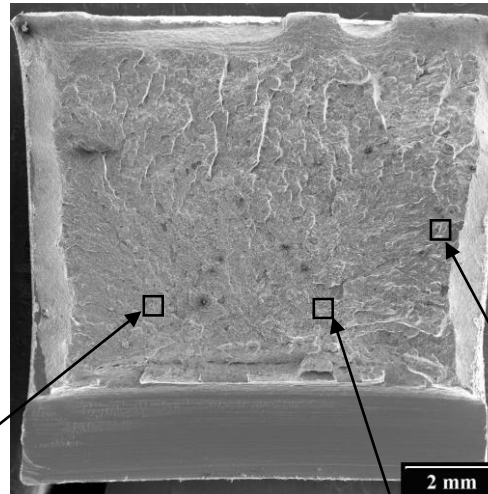
Obr. 51: Lomová plocha tělesa OZ3\_01



Obr. 52: Přechodová křivka skupiny 3.

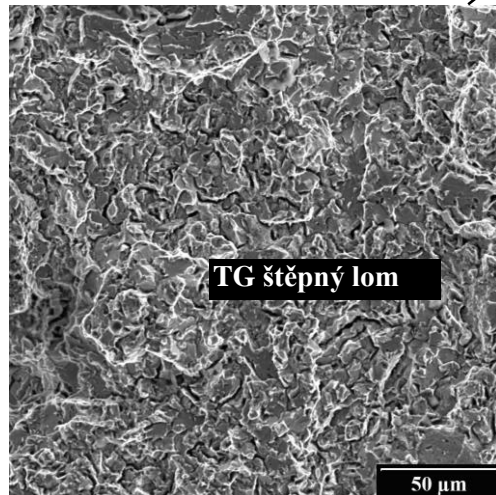
## Zkušební těleso OZ3\_01

Teplota [°C]	<b>-30</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>54,8</b>
TG tvárný lom [%]	<b>27,5</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>7,0</b>
IG dekoheze [%]	<b>2,8</b>

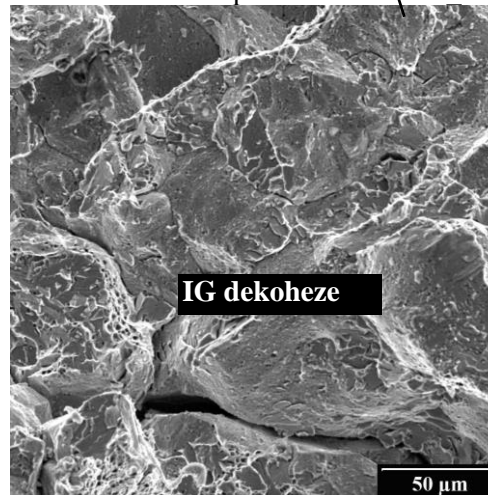


Obr. 53: Lomová plocha tělesa OZ3\_01

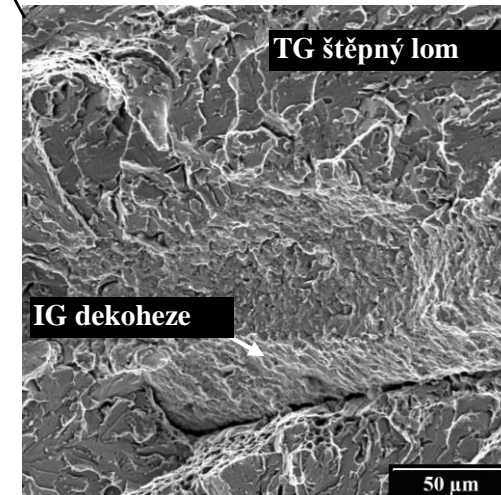
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 2,8 % lomové plochy. IG fasety byla na lomové ploše soustředěny do dvou pásem rovnoběžných s makroskopickým směrem šíření trhliny. V jednom pásmu byla pozorována rovnoosá zrna (Obr. 55) a ve druhém pásmu byla pozorována kolumnární zrna (Obr. 56). Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 7,0 % lomové plochy.



Obr. 54: Detail z Obr. 53



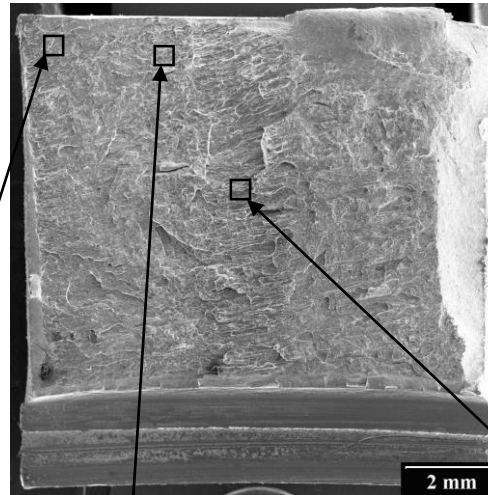
Obr. 55: Detail z Obr. 53



Obr. 56: Detail z Obr. 53

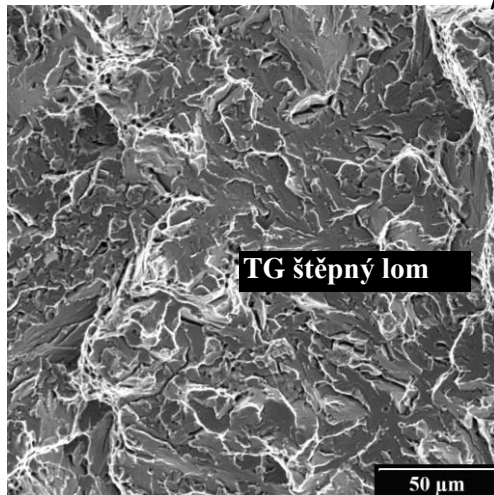
## Zkušební těleso OZ3\_02

Teplota [°C]	<b>-10</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>32,4</b>
TG tvárný lom [%]	<b>21,5</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>3,3</b>
IG dekoheze [%]	<b>17,4</b>

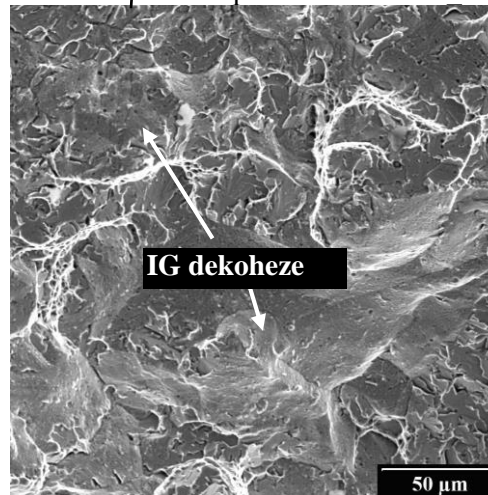


Obr. 57: Lomová plocha tělesa OZ3\_02

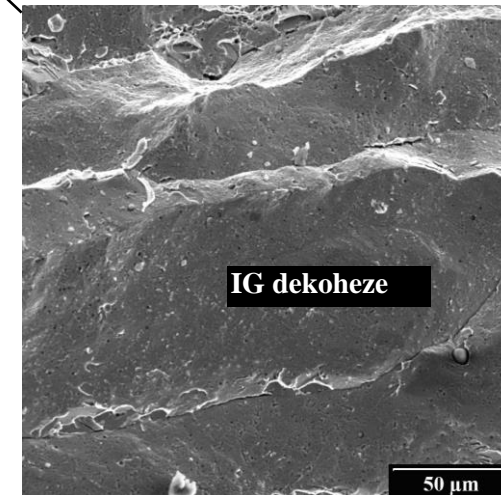
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 17,4 % lomové plochy. Většina IG faset byla na lomové ploše soustředěna do pásma rovnoběžného s makroskopickým směrem šíření trhliny. Množství interkrystalických faset kolumnárních zrn (Obr. 60) značně převyšovalo množství faset rovnoosých zrn (Obr. 59). Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 3,3 % lomové plochy.



Obr. 58: Detail z Obr. 57



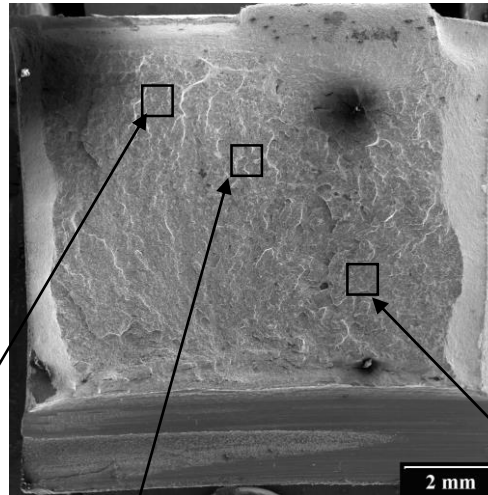
Obr. 59: Detail z Obr. 57



Obr. 60: Detail z Obr. 57

## Zkušební těleso OZ3\_03

Teplota [°C]	<b>-10</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>52,4</b>
TG tvárný lom [%]	<b>34,8</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>6,4</b>
IG dekoheze [%]	<b>0,6</b>

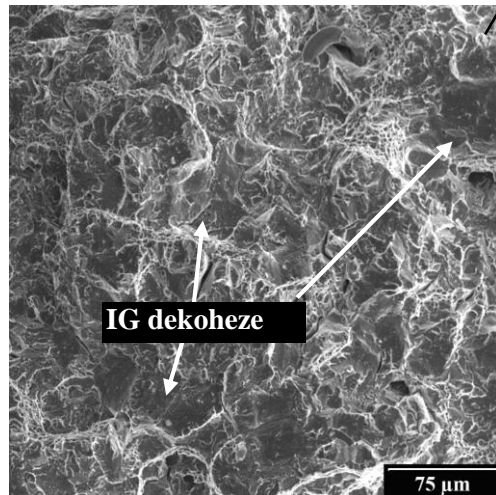


Obr. 61: Lomová plocha tělesa OZ3\_03

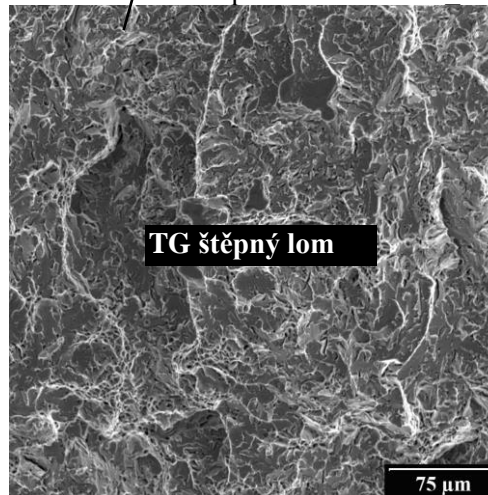
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu.

Fraktografické znaky IG dekoheze (Obr. 62) se na lomové ploše vyskytovaly ve zcela nepatrném množství.

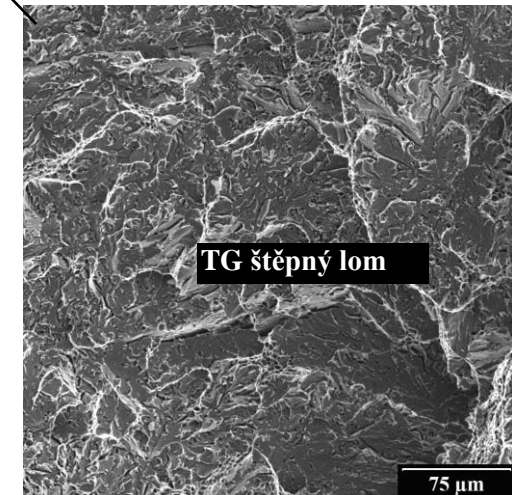
Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 6,4 % lomové plochy.



Obr. 62: Detail z Obr. 61

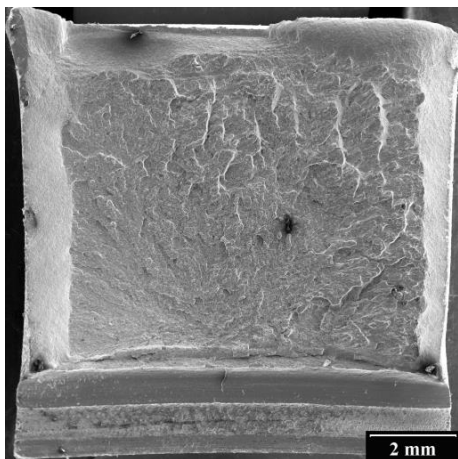


Obr. 63: Detail z Obr. 61

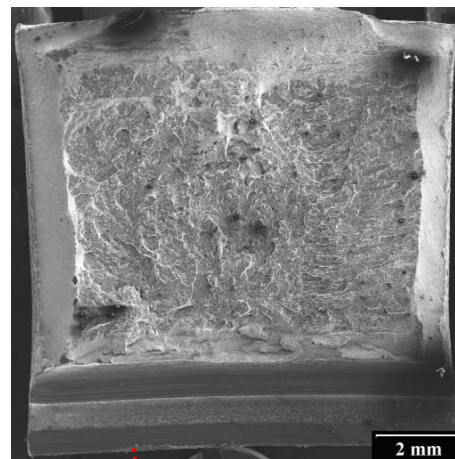


Obr. 64: Detail z Obr. 61

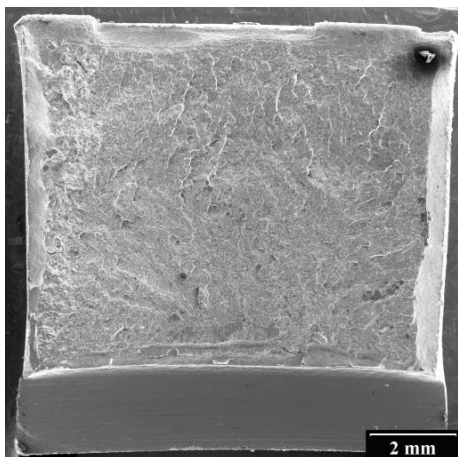
# Skupina 4 – ozářený stav, $F = 8,1 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$



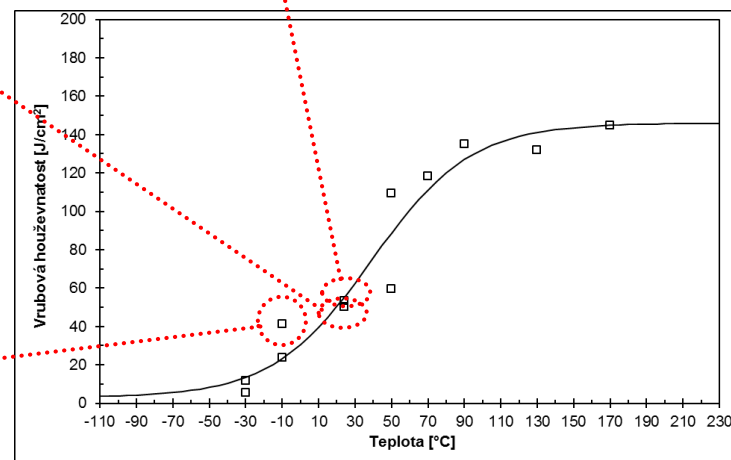
Obr. 65: Lomová plocha tělesa OZ4\_02



Obr. 66: Lomová plocha tělesa OZ4\_03



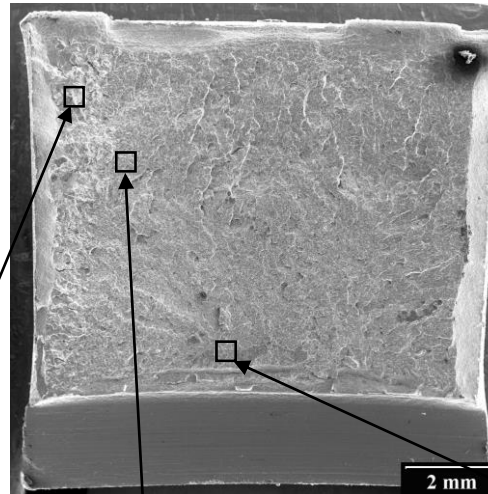
Obr. 67: Lomová plocha tělesa OZ4\_01



Obr. 68: Přechodová křivka skupiny 4.

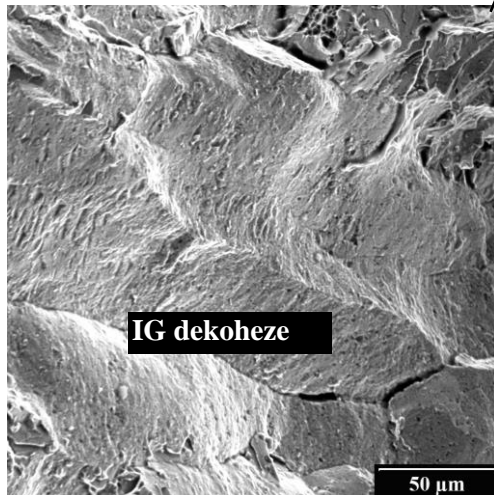
## Zkušební těleso OZ4\_01

Teplota [°C]	<b>-10</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>41,3</b>
TG tvárný lom [%]	<b>21,3</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>5,1</b>
IG dekoheze [%]	<b>5,4</b>

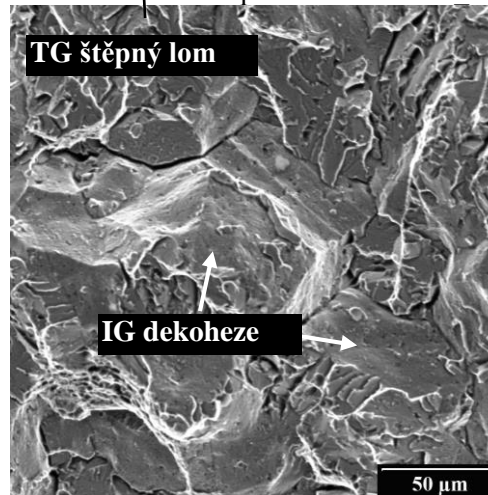


Obr. 69: Lomová plocha tělesa OZ4\_1

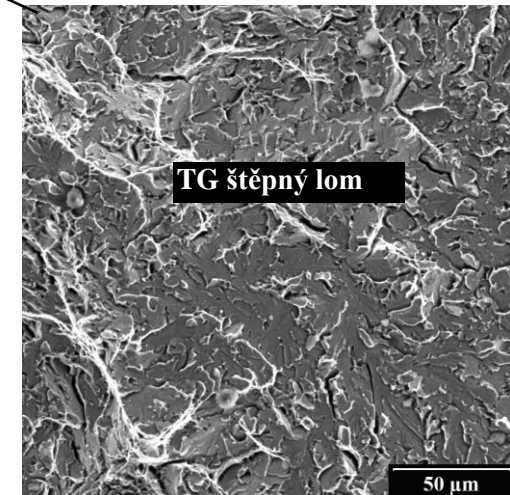
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 5,4 % lomové plochy. IG fasety byly soustředěny do 3 pásem, rovnoběžných s makroskopickým směrem šíření trhliny. Ve dvou pásmech byla pozorována rovnoosá zrna (Obr. 71) a v jednom pásmu byla pozorována kolumnární zrna (Obr. 70). Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 5,1 % lomové plochy.



Obr. 70: Detail z Obr. 69



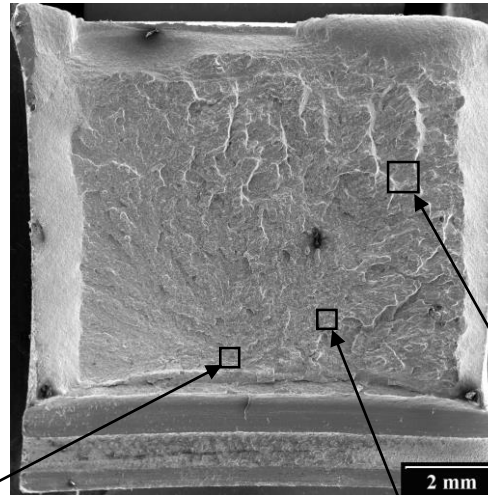
Obr. 71: Detail z Obr. 69



Obr. 72: Detail z Obr. 69

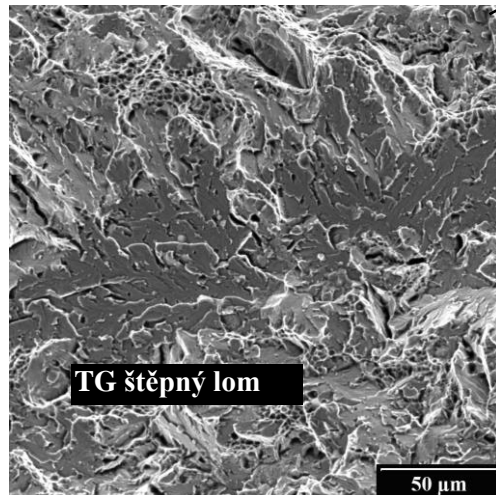
## Zkušební těleso OZ4\_02

Teplota [°C]	24
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	50,1
TG tvárný lom [%]	33,0
Čelní tvárný nárůst [%]	5,2
IG dekoheze [%]	3,4

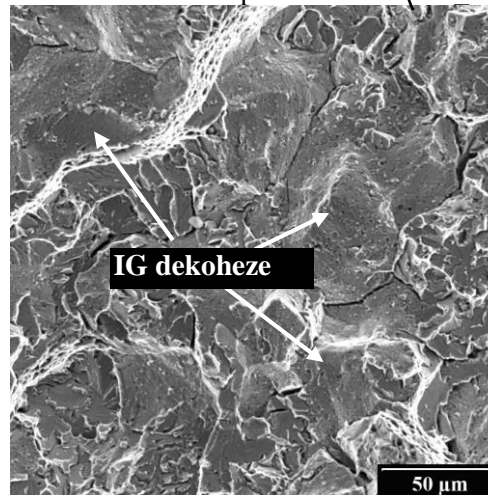


Obr. 73: Lomová plocha tělesa OZ4\_02

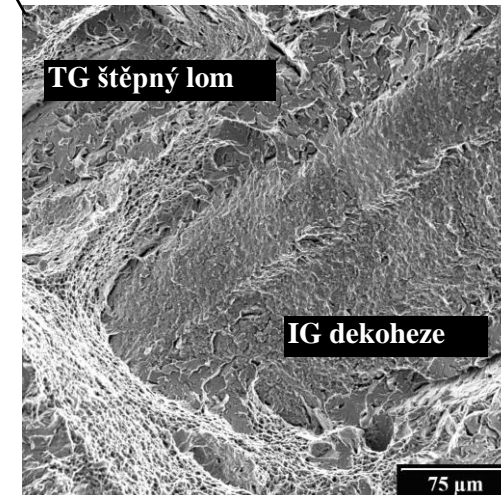
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 3,4 % lomové plochy. Byla pozorována jak rovnoosá zrna (Obr. 75), tak kolumnární zrna (Obr. 76). Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 5,2 % lomové plochy.



Obr. 74: Detail z Obr. 73



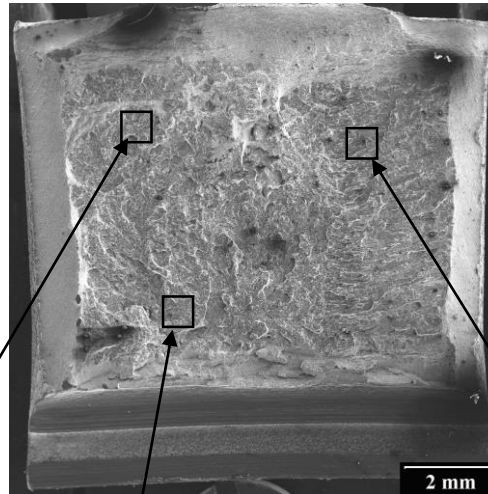
Obr. 75: Detail z Obr. 73



Obr. 76: Detail z Obr. 73

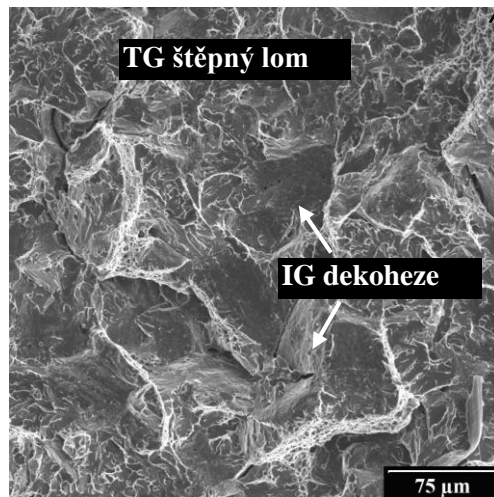
## Zkušební těleso OZ4\_03

Teplota [°C]	24
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	53,3
TG tvárný lom [%]	39,6
Čelní tvárný nárůst [%]	7,3
IG dekoheze [%]	5,3

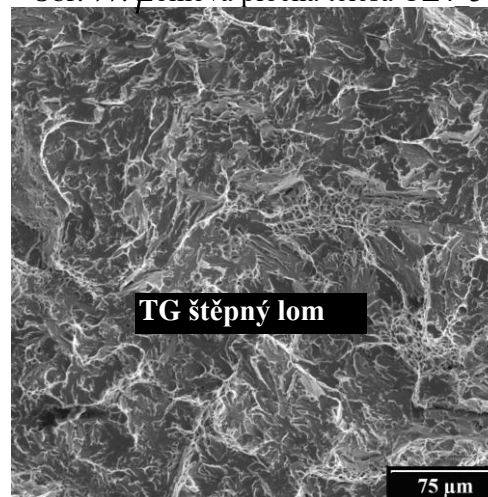


Obr. 77: Lomová plocha tělesa OZ4\_3

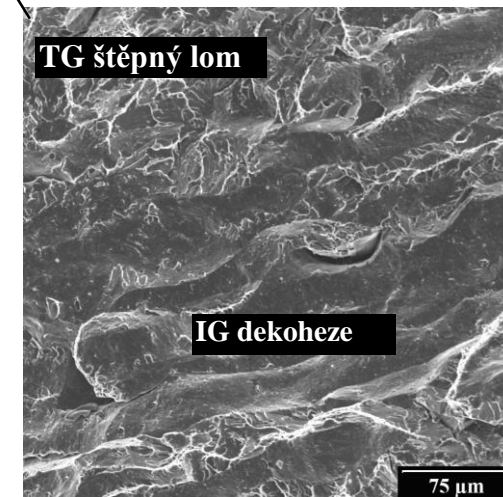
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 5,3 % lomové plochy. Byla pozorována jak rovnoosá zrna (Obr. 78), tak kolumnární zrna (Obr. 80). Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 7,3 % lomové plochy.



Obr. 78: Detail z Obr. 77



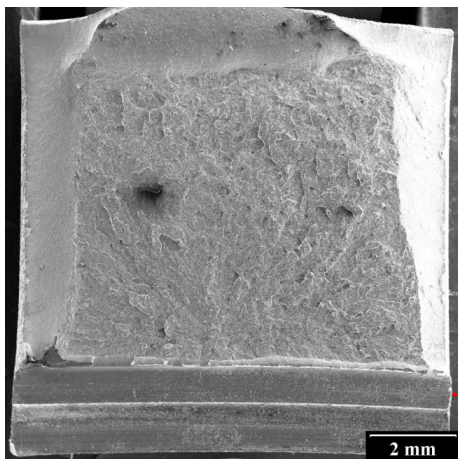
Obr. 79: Detail z Obr. 77



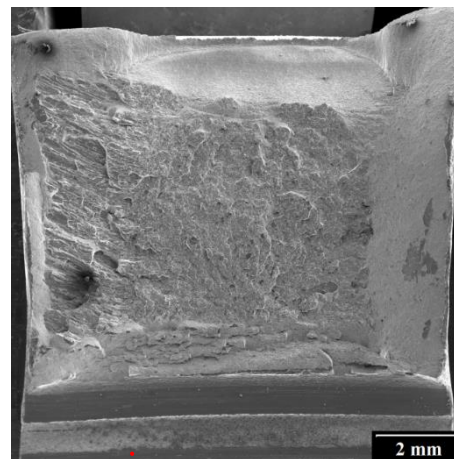
Obr. 80: Detail z Obr. 77



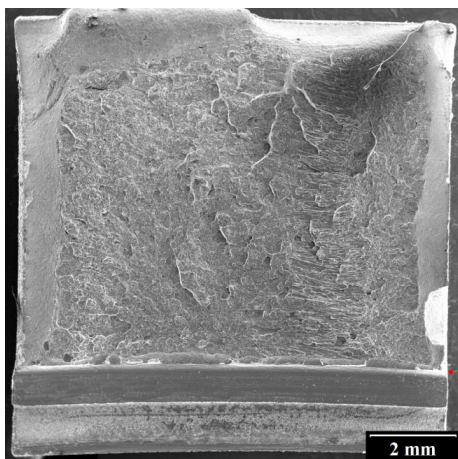
# Skupina 5 – ozářený stav, $F = 11,2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$



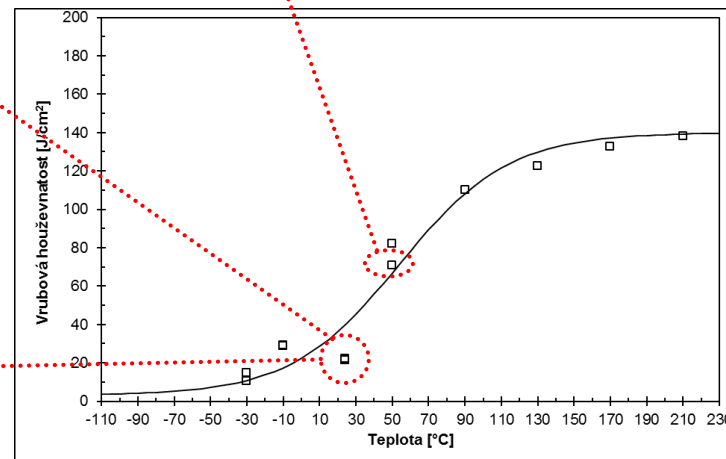
Obr. 81: Lomová plocha tělesa OZ5\_02



Obr. 82: Lomová plocha tělesa OZ5\_03



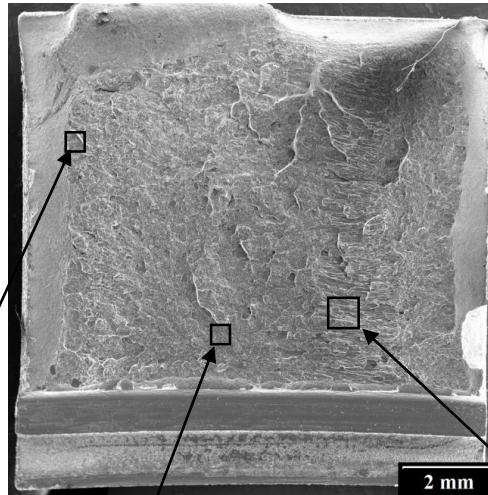
Obr. 83: Lomová plocha tělesa OZ5\_01



Obr. 84: Přechodová křivka skupiny 5.

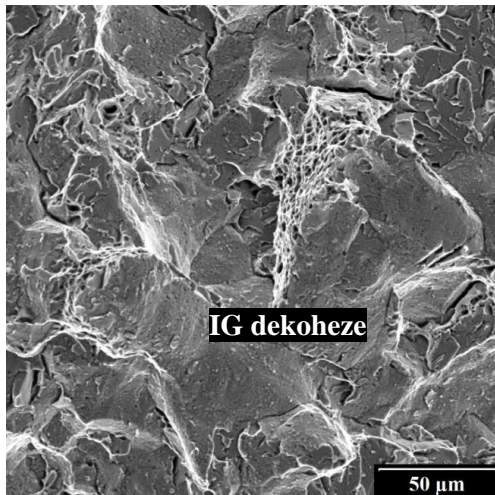
## Zkušební těleso OZ5\_01

Teplota [°C]	24
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	21,3
TG tvárný lom [%]	28,3
Čelní tvárný nárůst [%]	2,3
IG dekoheze [%]	12,6

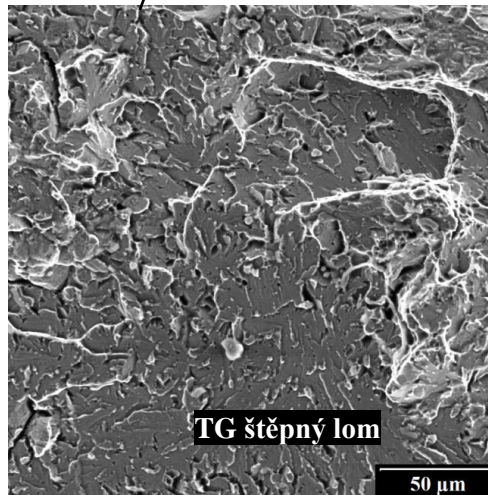


Obr. 85: Lomová plocha tělesa OZ5\_01

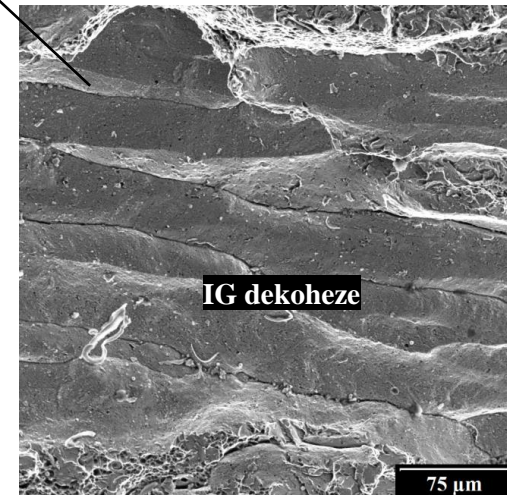
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 12,6 % lomové plochy. Množství interkrystalických faset kolumnárních zrn převyšovalo množství faset rovnoosých zrn. Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 2,3 % lomové plochy.



Obr. 86: Detail z Obr. 85



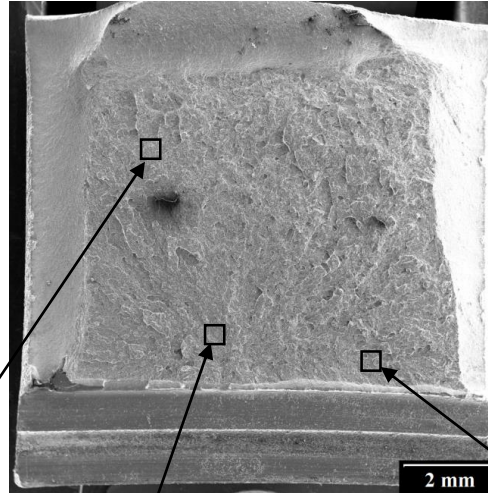
Obr. 87: Detail z Obr. 85



Obr. 88: Detail z Obr. 85

## Zkušební těleso OZ5\_02

Teplota [°C]	24
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	22,4
TG tvárný lom [%]	38,3
Čelní tvárný nárůst [%]	2,2
IG dekoheze [%]	0

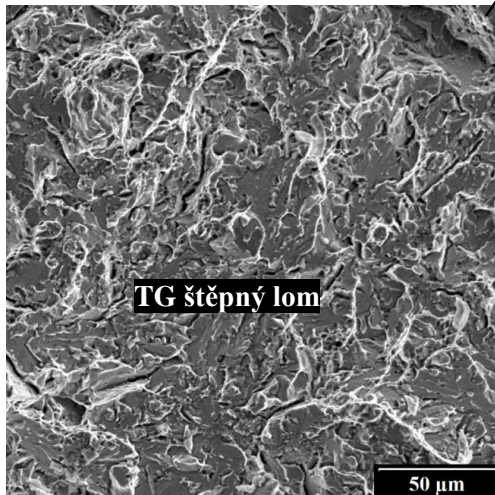


Obr. 89: Lomová plocha tělesa OZ5\_02

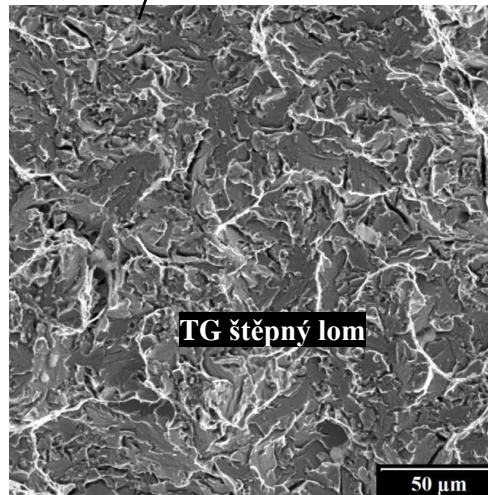
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu.

Nebyly nalezeny žádné fraktografické znaky IG dekoheze.

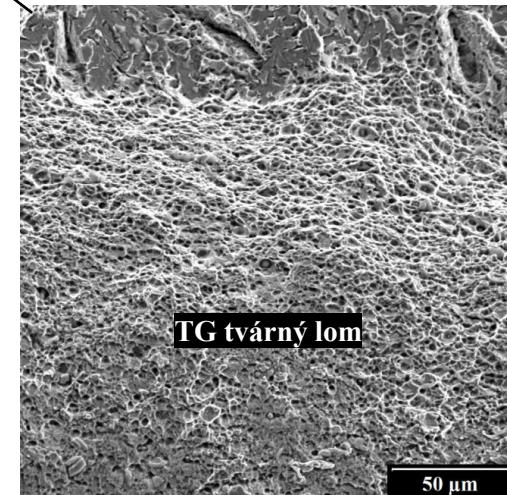
Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 2,2 % lomové plochy.



Obr. 90: Detail z Obr. 89



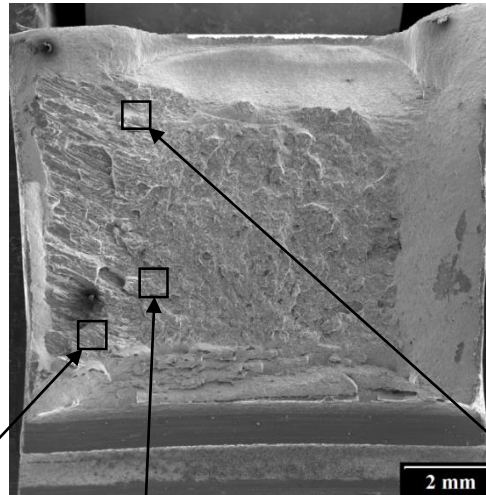
Obr. 91: Detail z Obr. 89



Obr. 92: Detail z Obr. 89

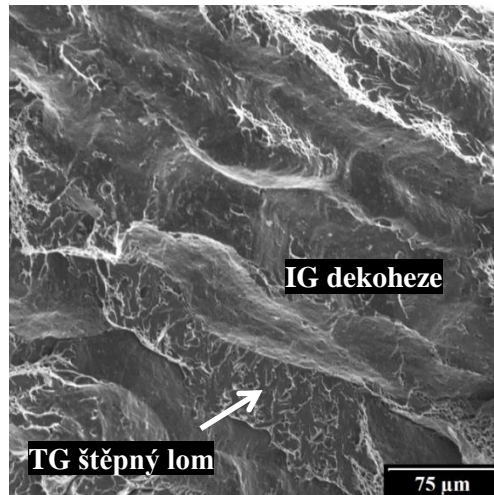
## Zkušební těleso OZ5\_03

Teplota [°C]	<b>50</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>71,0</b>
TG tvárný lom [%]	<b>52,0</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>12,3</b>
IG dekoheze [%]	<b>9,9</b>

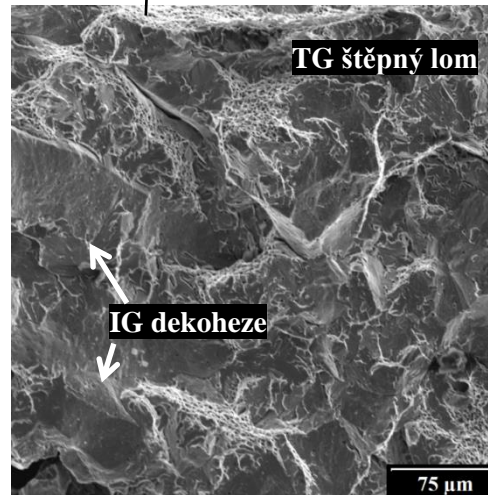


Obr. 93: Lomová plocha tělesa OZ5\_03

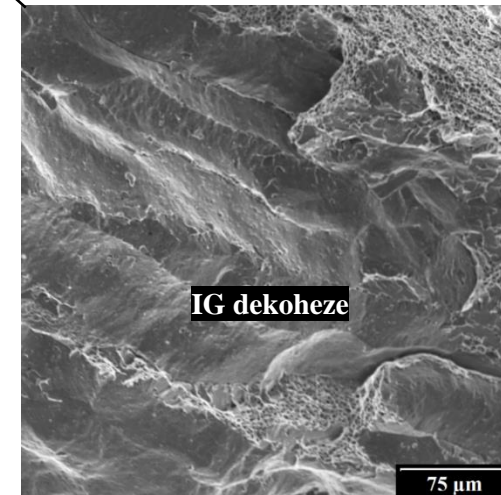
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG štěpného lomu. Kromě toho docházelo k interkrytalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 9,9 % lomové plochy. Množství interkrytalických faset kolumnárních zrn převyšovalo množství faset rovnoosých zrn. Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 12,3 % lomové plochy.



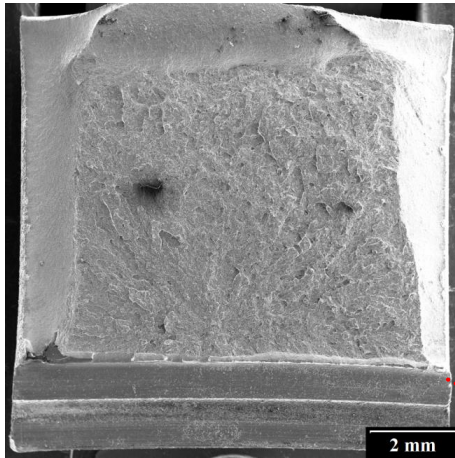
Obr. 94: Detail z Obr. 93



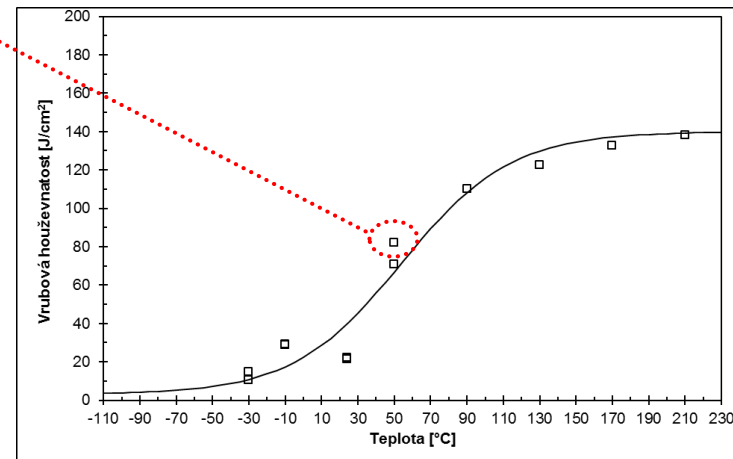
Obr. 95: Detail z Obr. 93



Obr. 96: Detail z Obr. 93



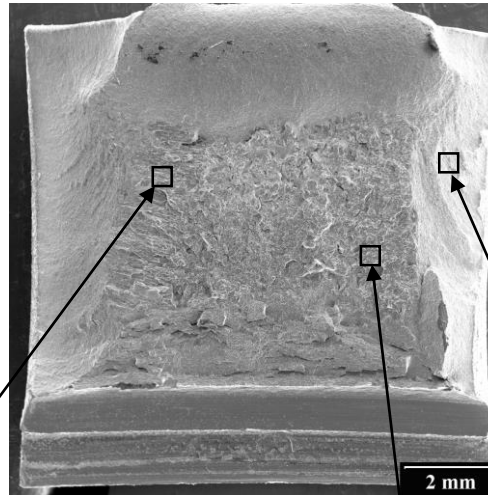
Obr. 97: Lomová plocha tělesa OZ5\_04



Obr. 98: Přejíchodová křívka skupiny 5.

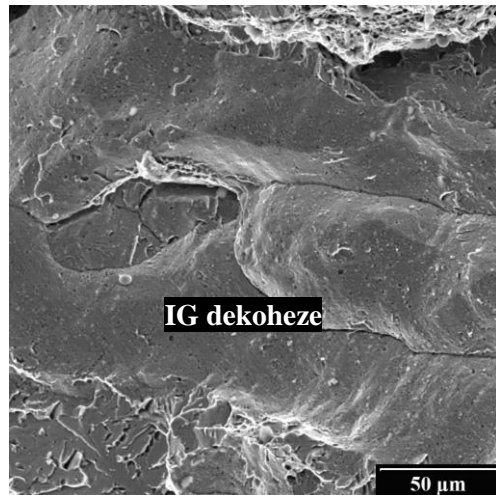
## Zkušební těleso OZ5\_04

Teplota [°C]	<b>50</b>
KCV [J/cm <sup>2</sup> ]	<b>82,3</b>
TG tvárný lom [%]	<b>70,9</b>
Čelní tvárný nárůst [%]	<b>17,3</b>
IG dekoheze [%]	<b>3,5</b>

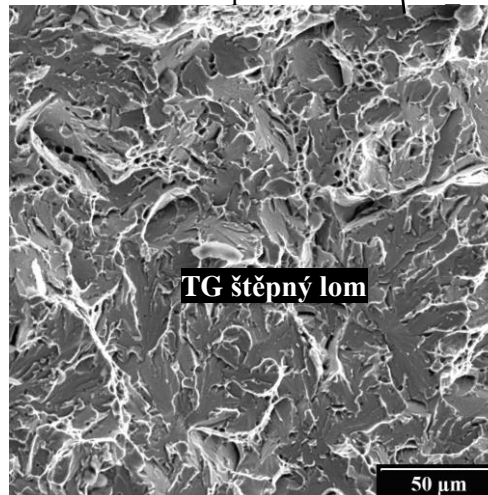


Obr. 99: Lomová plocha tělesa OZ5\_04

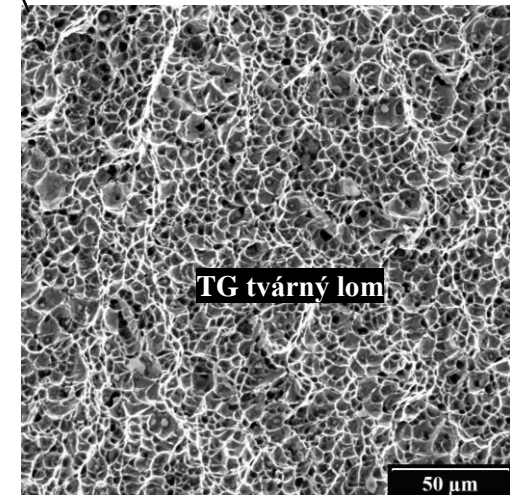
Materiál svarového kovu se při zkoušce rázem v ohybu porušil převážně mechanismem TG tvárného lomu. Kromě toho docházelo ke štěpnému a k interkrystalickému porušování. IG fasetami bylo tvořeno 3,5 % lomové plochy. IG fasety byly tvořeny z části rovnoosými zrny a z části kolumnárními zrny. Plocha čelního tvárného nárůstu trhliny z kořene vrubu byla rovna 17,3 % lomové plochy.



Obr. 100: Detail z Obr. 99



Obr. 101: Detail z Obr. 99



Obr. 102: Detail z Obr. 99