

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Depozice ochranných vrstev Fe pomocí radio-frekvenčního indukčně vázaného plazmatu

Radio-frequency inductively-coupled plasma deposition of protective Fe coatings

AUTOR: Lukáš Babka

STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Jan Čížek Ph.D.

PRAHA 2021

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Babka** Jméno: **Lukáš** Osobní číslo: **483136**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Depozice ochranných vrstev Fe pomocí radiofrekvenčního indukčně vázaného plazmatu

Název bakalářské práce anglicky:

Radio-frequency inductively-coupled plasma deposition of protective Fe coatings

Pokyny pro vypracování:

Cílem této pilotní studie je nanesení vrstev Fe na připravené substráty ocelí Eurofer pomocí technologie RF-ICP. Jednotlivé kroky: 1) vypracovat rešerši o základních charakteristikách technologie RF-ICP, 2) nanést nástřiky Fe na ocelové substráty za různých depozičních podmínek, 3) provést mikrostrukturní, případně chemickou analýzu deponovaných nástřiků, 4) korelovat získaná data se zvolenými parametry depozice.

Seznam doporučené literatury:

- J. Matejíček, P. Chraska, J. Linke: Thermal Spray Coatings for Fusion Applications-Review. Journal of Thermal Spray Technology, 16(1), 2007, 64.
- J.R. Davis: Handbook of Thermal Spray Technology. ASM International, 338p, 2004, ISBN: 978-1-61503-996-8.
- M. Boulos: New frontiers in thermal plasmas from space to nanomaterials. Nuclear Engineering and Technology, 44(5), 2012, 1.
- O. Kovanik, A. Materna, J. Seigl, J. Cizek, J. Klecka: Fatigue Crack Growth in Plasma-Sprayed Refractory Materials. Journal of Thermal Spray Technology, 28, 2019, 87.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc., ústav materiálového inženýrství FS

Jméno a pracoviště druhého(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

Ing. Jan Čížek, Ph.D., Ústav fyziky plazmatu AV ČR, v. v. i.

Datum zadání bakalářské práce: **04.04.2021** Termín odevzdání bakalářské práce: **25.07.2021**

Platnost zadání bakalářské práce: _____

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
podpis vedoucí(ho) práce

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne:

.....

Podpis

Anotace

Tato bakalářská práce popisuje využití radiofrekvenčního indukčně vázaného plazmatu pro deponování nástřiků železa na ocelové a grafitové substráty. Hlavním cílem je zjištění závislosti zvolených depozičních parametrů na vlastnosti deponovaných nástřiků, jako například jejich tloušťku, porozitu, či míru výskytu nenatavených částic. Vyhodnocení těchto vlastností bylo provedeno analýzou na elektronovém mikroskopu ve spolupráci s Ústavem fyziky plazmatu Akademie věd České republiky.

Klíčová slova

jaderné reaktory IV. generace, tekutá chladiva, žárové nanášení, RF-ICP, radiofrekvenční indukčně vázané plazma

Annotation

This bachelor thesis is focused on the usage of inductively coupled plasma for deposition of iron coatings on steel and graphite substrates. The main goal of the thesis is to find the influence of the process parameters on the quality of the coatings and their important characteristics such as thickness, porosity or unmelted particles content. These coatings were analyzed using the scanning electron microscope in cooperation with the Institute of Plasma Physics of the Czech Academy of Sciences.

Keywords

IV. generation nuclear reactors, liquid refrigerant, thermal spray, RF-ICP, inductively coupled plasma

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Janu Čížkovi Ph.D. za odborný a trpělivý přístup, a především cenné rady a připomínky. Dále pak děkuji Ing. Jakubovi Klečkovi za významnou pomoc při přípravě vzorků a jejich následném vyhodnocení. Děkuji též doc. Ing. Janě Sobotové Ph.D. za zprostředkování spolupráce s Ústavem fyziky plazmatu Akademie věd České republiky.

Obsah

1	Úvod	7
2	Literární rešerše.....	8
2.1	Jaderně štěpení – obecný popis	8
2.1.1	IV. generace reaktorů	8
2.2	Technologie žárového nanášení.....	10
2.2.1	Principy žárového nanášení.....	10
2.2.2	Nanášení plamenem.....	12
2.2.3	Nanášení detonační pistolí (DGS)	13
2.2.4	HVOF.....	13
2.2.5	Nanášení elektrickým obloukem (wire-arc)	14
2.3	Nanášení plazmatem.....	15
2.3.1	Nanášení plazmatem generovaným elektrickým obloukem	15
2.3.2	RF-ICP.....	16
3	Experimentální plán.....	18
3.1	Použité materiály.....	18
3.1.1	Železný prášek	18
3.1.2	Substráty.....	19
3.2	Depozice nástřiků	20
3.2.1	Použitý přístroj	20
3.2.2	Postup depozice a charakterizace nástřiků	23
4	Výsledky a diskuse	25
4.1	Shrnutí výsledků	25
4.1.1	RF1	25
4.1.2	RF2	26
4.1.3	RF3	27
4.1.4	RF4	29
4.1.5	RF5	30
4.2	Diskuse výsledků.....	32
5	Závěr	34
6	Seznam obrázků	35
7	Bibliografie.....	36

1 Úvod

Zvyšující se poptávka po elektrické energii a zároveň tlak na celkovou šetrnost procesu její výroby vyžaduje neustále zlepšování samotného procesu jejího získávání. V dnešní době je jedním z nejčistších způsobů výroba v jaderných elektrárnách, přičemž na přelomu tisíciletí došlo k vytvoření konsorcia vyspělých států, které podporují neustálý vývoj nových, šetrnějších a zároveň výkonnějších reaktorů

Pro správné fungování a vysokou efektivitu jaderného procesu je nutné intenzivně chladit jednotlivé komponenty. Jedním z možných řešení je použití tekutých kovů na bázi Pb, Pb-Li jako chladiva. Zvýšení teploty chladiva by mělo za následek v první řadě úsporu financí vynaložených pro jeho ochlazování, dále pak například možnost využití získaného procesního tepla pro výrobu vodíku či vytápění budov.

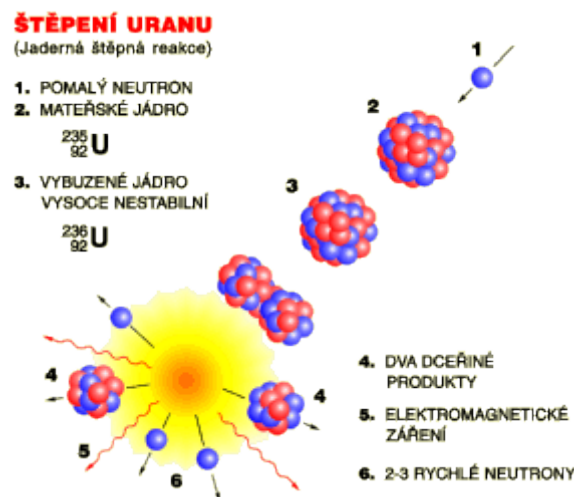
Aby však chlazení pomocí tekutých kovů o relativně vysokých teplotách bylo konstrukčně proveditelné, je nutno zajistit dostatečnou ochranu materiálu vnitřku chladících soustav těchto reaktorů. Toho lze docílit mimo jiné použitím ochranných povrchových vrstev či nástřiků. Pro takovou úlohu se jeví vhodné použití technologie žárového nanášení RF-ICP, neboť jí lze deponovat nástřiky vykazující vlastnosti vhodné pro použití v extrémních podmínkách.

V teoretické části této práce budou shrnuty základní poznatky o štěpných reaktorech IV. generace a technologiích žárového nanášení, přičemž zvláštní důraz bude kladen na technologii RF-ICP, která byla v České republice poprvé použita na Ústavu fyziky plazmatu v Praze. Úkolem experimentální části bude pak nanášení nástřiků pomocí této technologie, jejich následný detailní rozbor a hodnocení jejich vlastností.

2 Literární rešerše

2.1 Jaderné štěpení – obecný popis

O objev a popsání nové jaderné reakce, při které je původní jádro zasaženo částicí a rozštěpeno na dvě nová jádra, se zasloužili v roce 1938 vědci Hahn a Strassmann. Při svých pokusech uskutečnili první jadernou reakci tohoto typu, při které rozštěpili jádro uranu na dvě přibližně stejně těžké částice za vzniku velkého množství energie a uvolnění dalších neutronů. Právě tyto uvolněné neutrony se stávají částicemi, které zasáhnou další uranová jádra, čímž se spustí rozvětvená řetězová reakce, při které počet štěpení lavinovitě roste, což je znázorněno na **Obrázku 1** [1].



Obrázek 1: Schéma jaderného štěpení [2]

Jaderné reakce lze dle možnosti kontroly jejich šíření rozdělit na řízené a neřízené. Řízených jaderných reakcí se využívá především v oblasti energetiky v jaderných reaktorech, kdy reakce může být kontrolována například regulačními tyčemi z materiálu, který dokáže pohlcovat přebytečné neutrony (např. bór, hafnium či slitina Ag-In-Cd) a jejich vysunutím do aktivní zóny lze okamžitě regulovat výkon reaktoru. Neřízená jaderná reakce pak nastává například při výbuchu atomové bomby.

2.1.1 IV. generace reaktorů

V roce 2001 vzniklo Mezinárodní fórum pro IV. generaci GIF (The Generation IV International Forum) s cílem vytvoření spolku vyspělých států se zájmem na efektivnějším využívání jaderné energie, jednotnému a transparentnímu přístupu k jaderné bezpečnosti a ekologii, a především rozvoji možností získávání jaderné energie. Mezi zakládající státy patří Argentina, Brazílie, Kanada, Francie, Japonsko, Jižní Korea, Jihoafrická republika, Spojené království a Spojené státy americké. Posléze se připojily i další státy a vzniklo tak společenství, které si klade za cíl především vývoj moderních a efektivních technologií spojených s produkcí jaderné energie při dodržení přísných bezpečnostních norem v kombinaci se šetrným přístupem k přírodě.

Projekt GIF v roce 2008 stanovil čtyři nejvýznamnější požadavky na reaktory IV. generace:

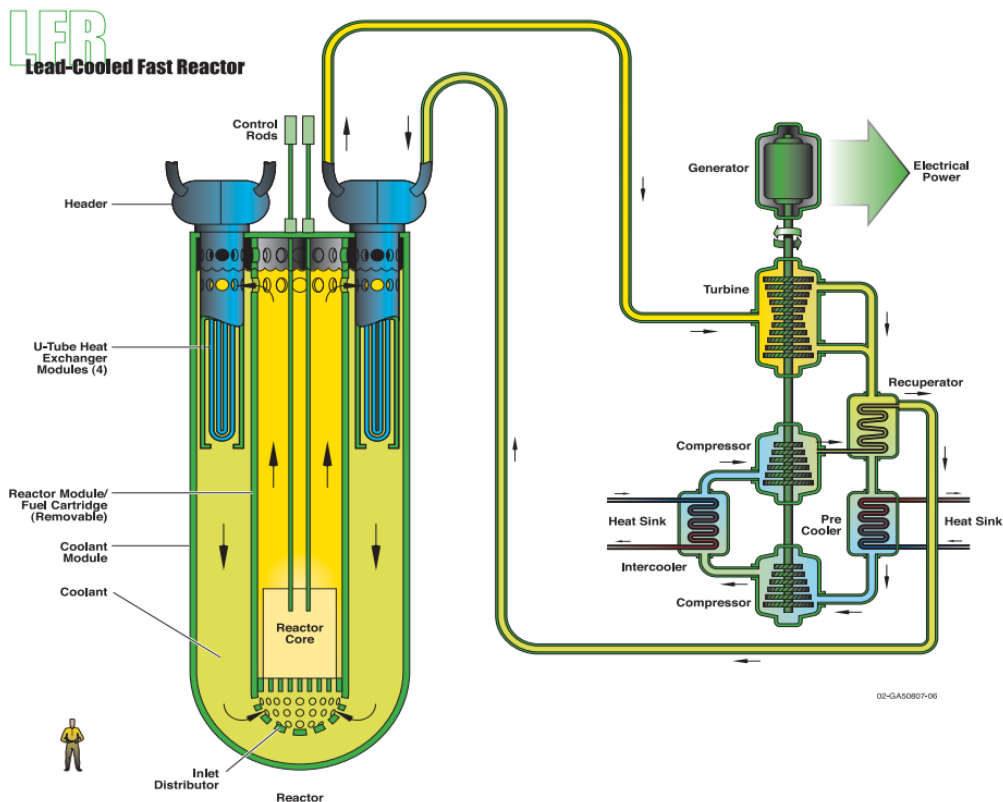
- udržitelnost
- ekonomická konkurenceschopnost
- bezpečnost
- ochrana před zneužitím jaderného materiálu

Následně bylo nalezeno sedm optimálních řešení jaderných reaktorů, které se liší svou pracovní teplotou, principem chlazení, velikostí a výkonem.

Jsou to následující typy:

- VHTR – vysokoteplotní reaktor (Very-High-Temperature Reactor System)
- SFR – rychlý reaktor chlazený sodíkem (Sodium-Cooled Fast Reactor System)
- SCWR – reaktor chlazený vodou v nadkritické fázi (Supercritical-Water-Cooled Reactor System)
- GFR – rychlý reaktor chlazený plynem (Gas-Cooled Fast Reactor System)
- LFR – rychlý reaktor chlazený olovem (Lead-Cooled Fast Reactor System)
- MSR – reaktor s roztavenými solemi (Molten Salt Reactor System)
- LWR – lehkovodní reaktor (Light Water Reactor System)

Při výběru perspektivních projektů byl kladen důraz nejen na efektivní, bezpečnou a ekologickou výrobu elektrické energie, ale také možnost získávat procesní teplo využitelné například pro vytápění budov, či výrobu vodíku, který má velký potenciál stát se nástupcem fosilních paliv především v oblasti dopravy [3].



Obrázek 2: Schéma jaderného reaktoru typu LFR [3]

Projekt GIF mimo jiné stanovil množství požadavků na zvýšení životnosti reaktorů, které jsou v současné době předmětem výzkumu. U jaderných reaktorů LFR s chlazením strukturních komponent tekutými kovy na bázi Pb a Pb-Li (viz **Obrázek 2**) je z tohoto pohledu stěžejní použití vysoce kvalitních, trvanlivých a odolných materiálů, které s tímto médiem přichází do styku. Proto byl stanoven požadavek na výzkum materiálů, které by tyto extrémní podmínky, zahrnující především chemické a teplotní působení, byly schopny snést v kombinaci s dostatečně dlouhou životností. Jedním ze vhodných řešení na prodloužení životnosti těchto komponent, které se nabízí díky prudkému rozvoji technologií povrchových úprav, je depozice ochranných vrstev na bázi železa či molybdenu [3]. Zároveň se zajištěním kvalitní ochranné vrstvy vnitřku chladicí soustavy se tím otevírá i možnost zvýšit teplotu chladiva a tím pádem i možnost využití tepla na výrobu vodíku.

V případě těchto vrstev lze přepokládat požadavek na jejich minimální kritickou tloušťku přesahující ekonomicky přijatelné možnosti technologií PVD, CVD apod. Naopak se zde otevírá možnost využití některé z technologií žárového nanášení, které se pro tento úkol jeví příhodné.

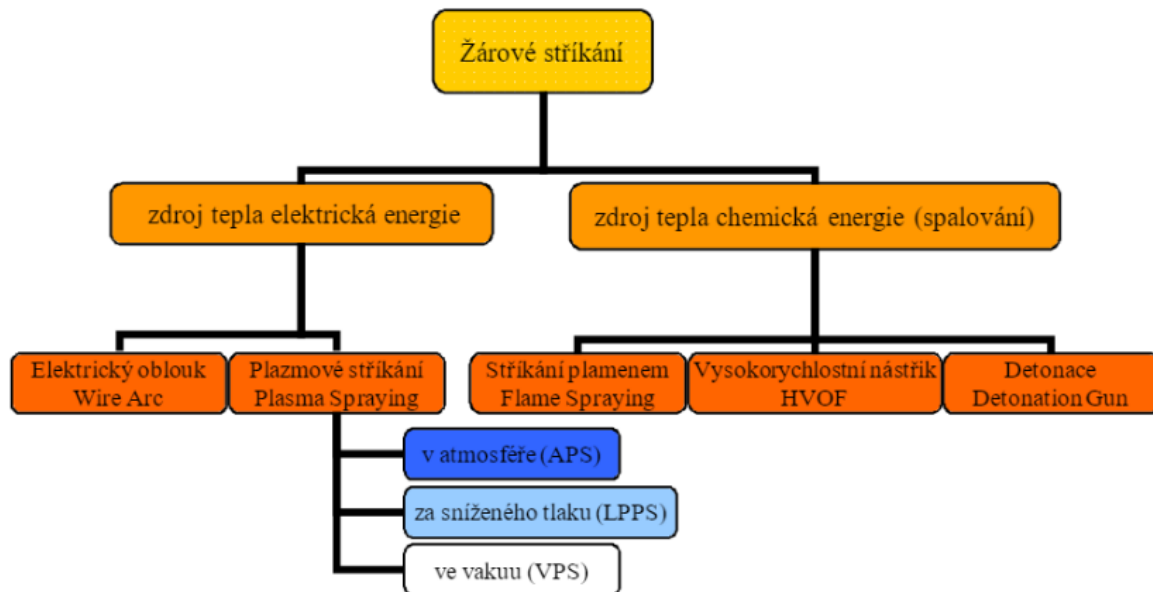
2.2 Technologie žárového nanášení

Obecně lze říci, že depozice povrchových vrstev zahrnují širokou škálu postupů, které principiálně slouží k úpravě a vylepšení vlastností funkčních ploch strojních součástí, či k opravě opotřebovaných a nevyhovujících dílů. Tímto postupem může být například jádro součásti vyrobeno z houževnatého, lehkého materiálu, přičemž depozice ochranné vrstvy zajistí např. zvýšení tvrdosti, otěruvzdornost, či korozivzdornost povrchu. Technologie depozice povrchových vrstev lze mj. rozdělovat dle tloušťky nanášené vrstvy. Zatímco technologie jako jsou PVD, CVD nanáší vrstvy s tloušťkou v řádech mikrometrů, technologiemi žárového nanášení lze vytvořit vrstvy s tloušťkou přesahující jednotky milimetrů, ve zvláštních případech i více.

2.2.1 Principy žárového nanášení

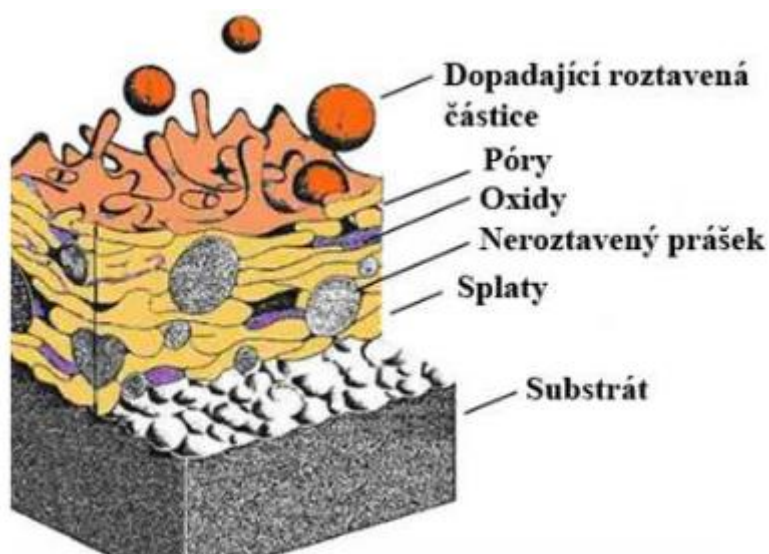
Žárové nanášení je obecným pojmenováním technologií, jejichž cílem je úprava základního materiálu nanesením relativně silné vrstvy kovových i nekovových (např. keramických) materiálů. Za průkopníka této technologie lze považovat švýcarského vynálezce Maxe Ulricha Schoopa, který si nechal v roce 1909 patentovat proces, při kterém přiváděl olovený prášek do kyslíko-acetylenového svařovacího hořáku. Přivedený prášek se následně roztavil a byl unášen plamenem hořáku na základní materiál. Roztavené částice, jimž byla plamenem hořáku udělena rychlost, se po styku se základním materiálem postupně vrstvily za vzniku nástřiku. Tento průlomový experiment lze považovat za první provedení technologie žárového nanášení a navazuje na něj řada technologií, které jsou využívány především pro vysokou depoziční účinnost a nízkou cenu dodnes [4].

Technologie žárového nanášení se dělí do dvou hlavních skupin dle druhu použitého tepelného zdroje na metody elektrické a spalovací viz **Obrázek 3**.



Obrázek 3: Rozdělení metod žárového stříkání [5]

Souhrn technologií žárového nanášení popisuje norma DIN EN 657, ve které jsou tyto technologie popsány jako proces, při kterém je přídatný materiál ve formě prášku, tyče či drátu dodáván do zdroje tepla, který ho roztaví, či převede do stavu vysoké plastické deformovatelnosti [6]. Materiál je v této podobě následně urychlen proudem plynů směrem k povrchu základní součásti, která není předem tepelně upravena. Při dopadu jsou takto urychlené částice deformovány za vzniku lamelárních útvarů (tzv. „splatů“), které přilnou k povrchu základní součásti, vrství se, a při tuhnutí formují heterogenní lamelární strukturu s obsahem mikrotrhlin, nenatavených částic a oxidačních vměstků, která je pro technologii žárového nanášení charakteristická a je znázorněna na **Obrázku 4** [4], [7], [8].

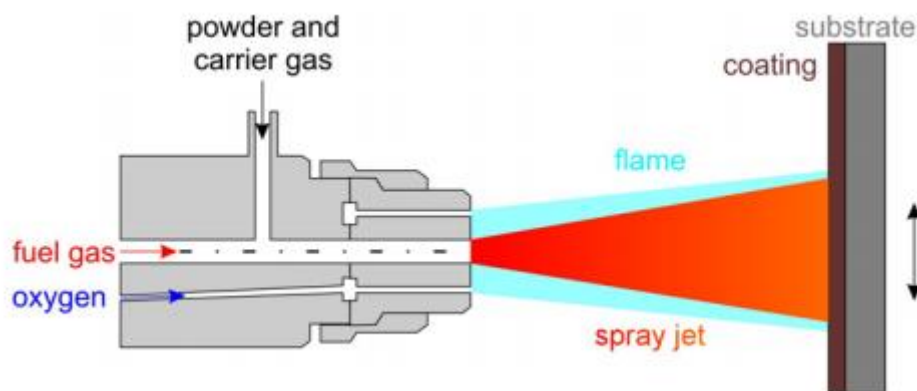


Obrázek 4: Charakteristická struktura nástříků tvořených žárovým nanášením [5]

Tato finální struktura nástřiků se odvíjí od parametrů procesu nanášení, z nichž největší vliv mají letová teplota, rychlost unášení roztavených částic a prostředí, ve kterém nanášení probíhá, přičemž zvolením vhodné ochranné atmosféry lze zamezit oxidaci. Zároveň je třeba zajistit optimální vzdálenost nanášecí hlavičky od základní součásti, neboť příliš malá vzdálenost by nedovolila roztaveným částicím dostatečně zrychlit, a příliš velká vzdálenost by měla za následek ztrátu rychlosti částic a jejich částečné ztuhnutí, což by negativně ovlivnilo výslednou strukturu nástřiku [9].

2.2.2 Nanášení plamenem

Technologie nanášení plamenem vychází přímo z patentu M.U. Schoopa a je tedy průkopníkem v oblasti žárového nanášení. Začala se používat na počátku 20. století a je díky jednoduchému použití, nízké hlučnosti, vysoké depoziční účinnosti a především nízkým nákladům používána dodnes. Principem této technologie je přivádění přídavného materiálu ve formě prášku, tyčí či drátu do plamene, který je udržován spalováním palivového plynu (například acetylen, propan či methyl-acetylen-propadien MAPP). Plamen následně roztavené částice unáší rychlostí až 80 m/s směrem k povrchu součásti, kde postupně dochází k jejich vrstvení [10].

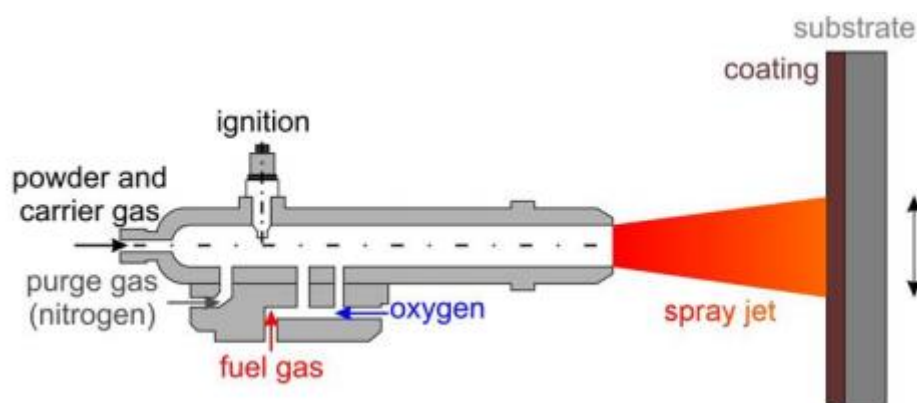


Obrázek 5: Schéma metody nanášení plamenem [7]

Tímto způsobem lze nanášet velké množství materiálů, přičemž nastavení zařízení pro nanášení různých materiálů obnáší pouze seřízení trysky a přívodu plynu pro konkrétní přídavný materiál. Výsledná struktura povrchové vrstvy vytvořené touto technologií závisí na nastavení provozních parametrů, z nichž má bezesporu největší vliv teplota plamene, která se v závislosti na použitém palivovém plynu pohybuje v rozmezí 2500 až 3100 stupňů Celsia. S vyšší teplotou plamene dochází k dokonalejšímu roztavení částic přídavného materiálu a tím pádem k jejich lepšímu vrstvení, čímž je zajištěna nižší pórovitost a vyšší hustota nástřiku. Nevýhodami této technologie je v případě nanášení kovových materiálů oxidace deponované vrstvy, neboť k samotnému procesu nedochází v ochranné atmosféře. Zajímavostí je využití této technologie k opravě součástí, které byly vyrobeny pod tolerančním polem – nanesením vrstvy lze zvětšit potřebné rozměry a součást tak není třeba vyřadit [9], [10].

2.2.3 Nanášení detonační pistolí (DGS)

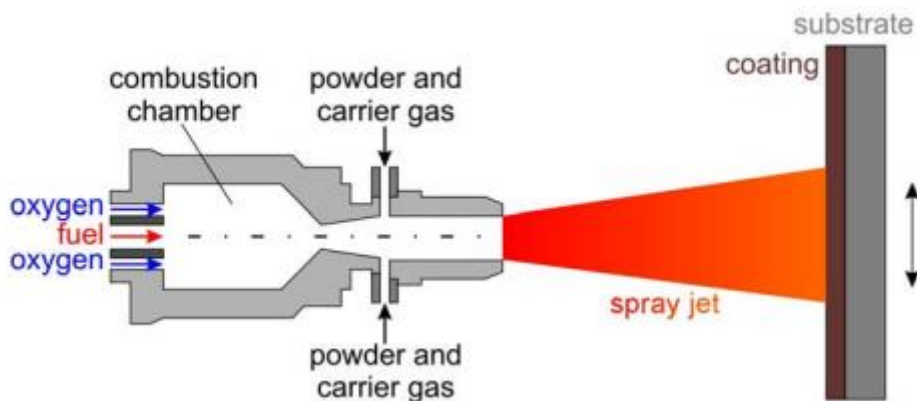
Detonační nástřiky pracují na principu přivádění směsi plynů (nejčastěji kyslíku a acetylenu) spolu s přidavným materiálem ve formě prášku do detonační komory (**Obrázek 6**). Následně je tato směs zapálena svíčkou, přičemž její detonace částice přidavného materiálu roztaví a unáší je směrem k povrchu součásti, kde se při nárazu deformují a tvoří charakteristickou strukturu. Detonace dokáže částicím udělit rychlost až 750 m/s, ovšem úpravou palivového plynu a dalších parametrů lze docílit rychlosti až 1000 m/s. Detonační nástřik je cyklický děj, opakující se až desetkrát za vteřinu, kdy po každé detonaci následuje vyčištění detonační komory dusíkem. Depozice vrstev tedy na rozdíl od technologie nanášení plamenem neprobíhá kontinuálně, nýbrž s každou detonací je nanесena slabá vrstva nástřiku. Vzhledem k vysoké teplotě uvnitř spalovací komory lze nanášet nástřiky z kovových i keramických materiálů, popřípadě cermetů. Nástřiky vyrobené touto technologií mají ze všech metod žárového nanášení největší tvrdost a hustotu, dále se vyznačují velmi nízkou porozitou (<2%), přičemž důslednou kontrolou použitých plynů lze v případě nanášení kovových materiálů částečně zamezit jejich oxidaci. Především z těchto důvodů jsou ideální pro ochranu součástí leteckých motorů, jimž zajišťují otěruvzdornost a ochranu proti korozi [9], [11].



Obrázek 6: Schéma metody DGS [7]

2.2.4 HVOF

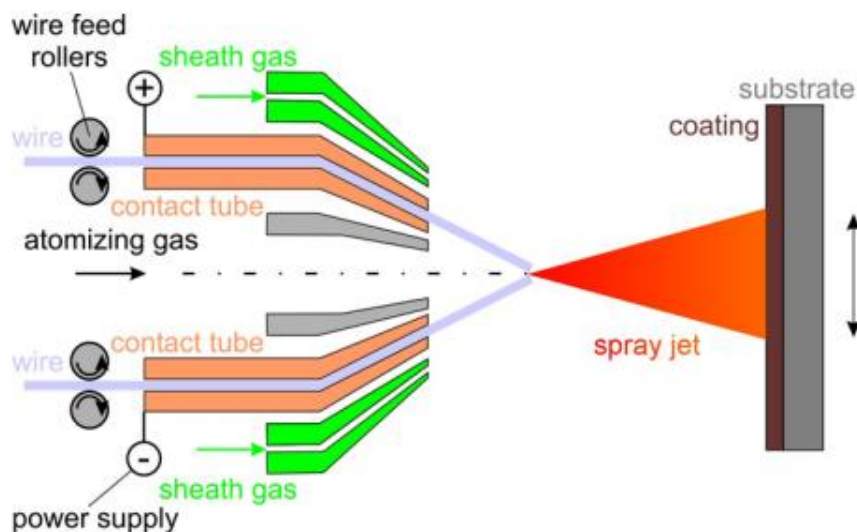
Technologie HVOF (high-velocity oxy-fuel) používá jako palivo pro udržení plamene plyny jako propan, propylen, MAPP nebo vodík. Ty se spalují ve spalovací komoře, jak je vidět na **Obrázku 7**, a následně dodávají energii částicím přidavného materiálu ve formě prášku, který je do plamene přiváděn a je následně vysokou rychlostí unášen na povrch upravované součásti, kde se deformuje. Struktura výsledného nástřiku je obdobná jako při nanášení plamenem, ovšem produkty spalování, které v trysce expandují, mohou udělit částicím nadzvukovou rychlost (až 1800 m/s) a tím pádem je výsledná struktura jemná, s nízkým obsahem pórů (<1%) a mikrotrhlin v kombinaci s vyšší hustotou. Vzhledem k tomu, že jsou částice vystaveny produktům spalování, se v případě nanášení kovových materiálů v hojně míře vyskytuje oxidace přidavného materiálu, což je ve většině případů považováno za nežádoucí. Technologie HVOF lze nicméně nanášet nástřiky z kovových i nekovových materiálů, či cermetů, mj. je ideální pro nanášení tvrdokovů (tj. směsi W-Co). Tloušťka nástřiků vyráběných technologií HVOF se pohybuje v rozmezí 0,05 až 0,5 mm, a v praxi slouží především pro zajištění odolnosti proti opotřebení [8], [9], [10].



Obrázek 7: Schéma metody HVOF [7]

2.2.5 Nanášení elektrickým obloukem (wire-arc)

Tato technologie se liší od všech dosud zmíněných metod žárového nanášení, neboť energie k roztavení přídavného materiálu není dodávána spalováním plynů, nýbrž elektrickým výbojem. Přídavný materiál je dodáván ve formě drátu tvořícího elektrody, proto je jedna z podmínek funkčnosti jeho elektrická vodivost. Tyto drátové elektrody jsou kontinuálně posouvány směrem k sobě (**Obrázek 8**), přičemž mezi nimi hoří elektrický oblouk o teplotě až 4000 stupňů Celsia. Tím je materiál roztaven a jeho částice jsou hnány proudem stlačeného vzduchu či jiného plynu směrem k povrchu součásti, kde formují obdobnou strukturu jako u všech dosud zmíněných metod žárového nanášení. Výhodou této metody je nízké tepelné ovlivnění součásti, neboť teplo je na povrch přenáшено pouze natavenými částicemi přídavného materiálu, tím pádem lze tuto technologii použít pro tvorbu nástřiků na součástech vyrobených z materiálů, u kterých je nutno vzhledem k jejich povaze udržet nízkou teplotu povrchu (např. polymery, dřevo). Nevýhodou je vyšší míra výskytu nenatavených částic ve struktuře oproti nástřikům tvořených ostatními metodami žárového nanášení. Tyto částice sice roztaveny byly, nicméně kvůli jejich nízké rychlosti stihly při letu směrem k součásti ztuhnout. Tato technologie se řadí mezi nejlevnější metody žárového nanášení a je využívána například pro tvorbu zinkových korozivzdorných nástřiků na ocelových konstrukcích [9], [12].



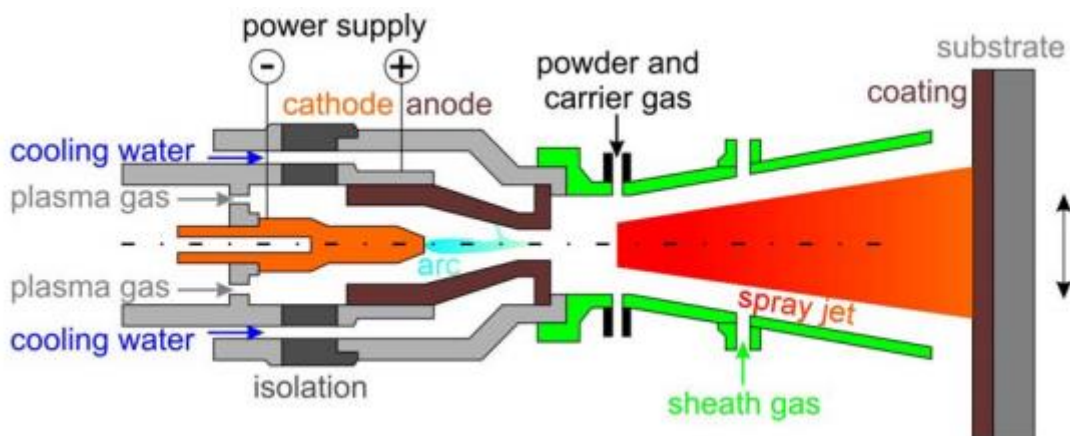
Obrázek 8: Schéma metody AWS [7]

2.3 Nanášení plazmatem

Plazma, též čtvrté skupenství hmoty, je soubor nabitých i neutrálních částic v různých kvantových stavech, o kterém platí, že jeho prostorový náboj je přibližně roven nule. Tento stav je též znám pod názvem kvazineutralita. Plazma se dle způsobu dodání energie rozlišuje na izotermické a neizotermické. V případě technologie plazmového nanášení je využíváno právě plazmatu neizotermického, které se vyznačuje vyšší teplotou elektronů, než ostatních obsažených částic. Tento druh plazmatu zároveň v přírodě samovolně zaniká a je nutno jej tedy udržovat uměle. Přístroje, které slouží k plazmovému nanášení, mohou plazma generovat buď výbojem, či radiofrekvenčně (tzv. indukčně vázané plazma) [13]. Oběma typům nanášení pomocí plazmatu budou věnovány následující dvě sekce, neboť jsou vzhledem ke své povaze jedním z možných řešení výroby nástřiků pro vnitřní struktury chladicí soustavy jaderných reaktorů LFR.

2.3.1 Nanášení plazmatem generovaným elektrickým obloukem

Jedná se o velmi univerzální metodu, která je vhodná pro tvorbu ochranných vrstev s vysokou kvalitou a unikátními vlastnostmi. Tato technologie spočívá v tavení přídavného materiálu ve formě prášku, tyče či drátu pomocí proudu plazmatu, které je generováno stejnosměrným elektrickým obloukem. Takové generování pracuje na principu kombinace wolframových katod s měděnými anodami, které jsou zároveň tryskou hořáku, jak je zřetelné na **Obrázku 9**. Obě elektrody musí být vzhledem k teplotě elektrického oblouku chlazeny, nejčastěji vodou. Mezi nimi se tvoří elektrický oblouk, do kterého je přiváděn plyn (nejčastěji argon), který je následně ionizován za vzniku plazmatu vysoké teploty. Přídavný materiál je následně přiváděn nosným plynem (tzv. „carrier gas“) do proudu plazmatu, roztaven, a tyto roztavené částice jsou unášeny rychlostmi 300 až 550 m/s směrem k povrchu základní součásti, kde se postupně deformují a vrství a vzniká charakteristická struktura, která je srovnatelná se strukturou nástřiků nanášených metodami HVOF a DGS [13].



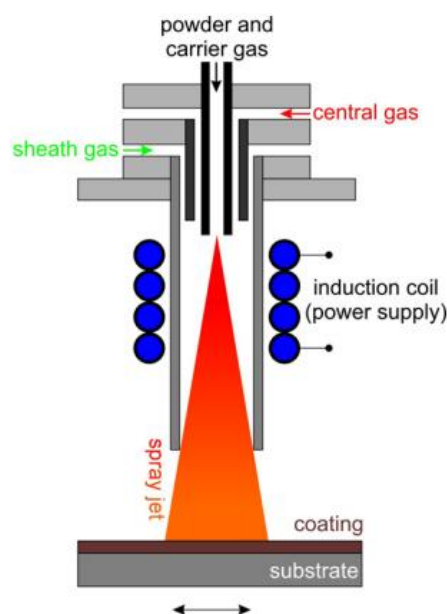
Obrázek 9: Schéma nanášení plazmatem generovaného elektrickým obloukem [7]

Vzhledem k teplotě plazmatu, která může při použití metody generování plazmatu elektrickým obloukem dosahovat až 30 000 stupňů Celsia, je toto prostředí silně oxidující, což může mít negativní vliv na výsledné mechanické vlastnosti a strukturu nástřiku. Tvorba oxidických vměstků je ve většině případů nežádoucí, proto byla vyvinuta technologie tvořící nástřiky pomocí radio-frekvenčně vázaného plazmatu, zvaná RF-ICP. Přístroje pracující s touto technologií nanášejí nástřiky v ochranné atmosféře, čímž je eliminována tvorba oxidačních vměstků v nanášeném nástřiku [10].

2.3.2 RF-ICP

Použití této technologie se jeví jako ideální při řešení návrhu ochranné vrstvy vnitřku chladicí soustavy pro jaderné reaktory typu LFR s chlazením tekutými kovy na bázi Pb a Pb-Li, neboť právě díky ochranné atmosféře mohou být prvky jako železo a molybden, které za běžných podmínek silně podléhají oxidaci, nanášeny v čisté formě bez nežádoucích oxidických vměstků.

Technologie indukčně vázaného plazmatu pracuje na principu průtoku plynu (nejčastěji argonu) hlavicí, jež je umístěna uvnitř měděné indukční cívky s vodou chlazenými závitmi, což je patrné na **Obrázku 10**. Nejčastějšími materiály pro výrobu těchto hlavic jsou křemen, či různé druhy keramiky. Hlavice zároveň musí být intenzivně chlazena, nejčastěji vodou. Zdrojem vysokofrekvenčního proudu protékajícího cívkou je radiofrekvenční generátor, přičemž tento proud pak generuje oscilující elektromagnetické pole. Následuje zažehnutí plynu, které je zajištěno svíčkou. Po zažehnutí započnou uvnitř plazmové hlavice vznikat volné elektrony, které jsou pomocí vytvořeného elektromagnetického pole urychlovány. Tyto volné elektrony narážejí do atomů plynů, čímž jim předávají část své kinetické energie. Atomy plynu se tímto způsobem zahřívají na ionizační teplotu a vzniká řetězová reakce generující indukčně vázané plazma. Plazma generované touto metodou může dosahovat teploty až 10000 stupňů Celsia (tedy výrazně nižší než plazma generované elektrickým obloukem), nicméně běžně používané teploty se pohybují v rozmezí 5000 až 7000 stupňů Celsia [7], [10].



Obrázek 10: Schéma metody RF-ICP [7]

Nanášení touto metodou probíhá obdobně, jako při nanášení pomocí plazmatu generovaného elektrickým obloukem – přídavný materiál ve formě prášku je plazmatem roztaven, unášen proudícím plynem směrem k povrchu součásti, kde se roztavené částice deformují a tvoří lamelární strukturu tvořenou splaty. Na rozdíl od plazmatu generovaného elektrickým obloukem jsou u RF-ICP letové rychlosti částic výrazně nižší, okolo 30 m/s, což způsobuje rozdíly, které jsou patrné při detailnějším pohledu na strukturu nástřiků tvořených těmito metodami. Tyto rozdíly spočívají především ve vyšším obsahu mikrotrhlin a pórů u nástřiků tvořených metodou RF-ICP, které s nižší letovou rychlostí částic souvisí [7], [9].

Rovněž teplota indukčně vázaného plazmatu je oproti plazmatu generovanému elektrickým obloukem nižší, ovšem stále dost vysoká pro nanášení i materiálů s vysokou teplotou tání, jako je keramika, či wolfram. Další významnou výhodou je tvorba nástřiků v uzavřeném prostředí, což umožňuje využití inertních i aktivních plynů a zároveň i ochranu proti oxidaci přídavného materiálu [11].

Mimo povrchové inženýrství nachází indukčně vázané plazma využití v mnoha dalších odvětvích, z nichž se mezi nejvýznamnější řadí hmotnostní emisní spektroskopie (ICP-MS), optická emisní spektroskopie (ICP-OES) či atomizace nano-prášků. Technologie ICP-MS a ICP-OES slouží k velmi detailnímu rozboru chemického složení vzorků, které jsou indukčně vázaným plazmatem rozloženy na atomární ionty a následně zkoumány dle intenzity záření, hmotnosti a náboje [10], [14].

Využití indukčně vázaného plazmatu pro deponování nástřiků, které se nabízí jako vhodné řešení úpravy vnitřku chladicí soustavy jaderných reaktorů typu LFR, je ovšem pro tuto práci vzhledem k jejímu charakteru nejvýznamnější. Proto bude v experimentální části této práce detailně popsán postup použití metody RF-ICP pro deponování vrstvy železa na připravené ocelové a grafitové substráty.

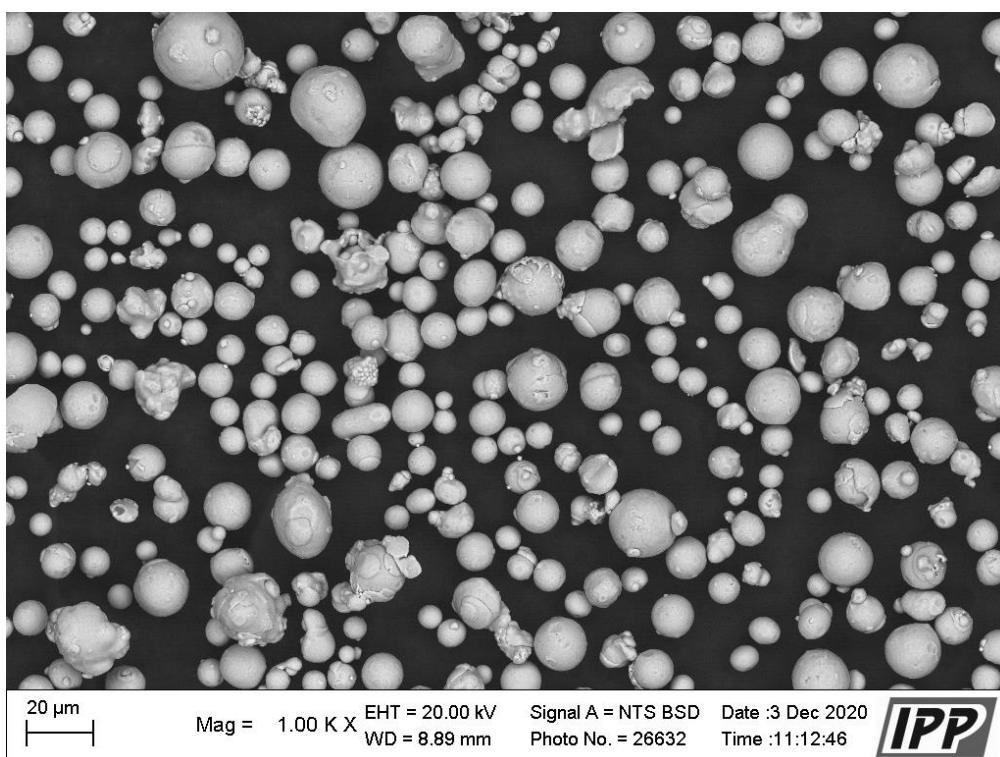
3 Experimentální plán

V této části bude popsán postup využití technologie RF-ICP pro nanášení nástřiku na předem připravené ocelové a grafitové substráty. Výchozím materiálem pro tvorbu nástřiku bude prášek Fe a směs Fe a legované oceli, jejichž charakteristiky budou popsány v další kapitole.

3.1 Použité materiály

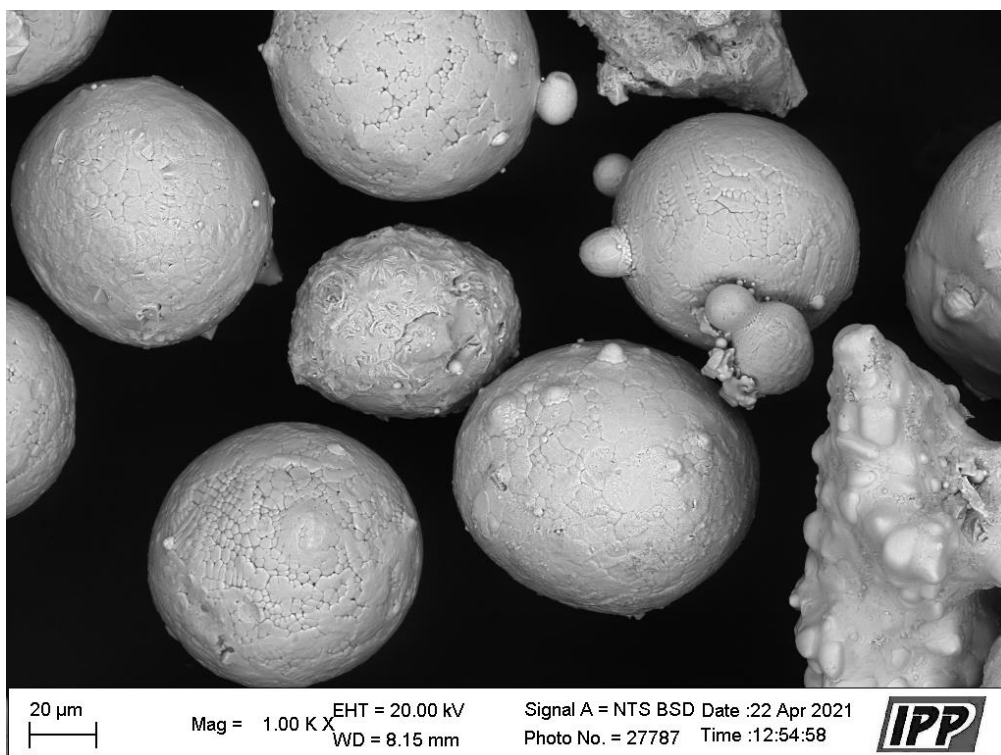
3.1.1 Železné prášky

Pro tuto práci byl jako první vybrán železný prášek od německé firmy Nanoval s čistotou >99,9 % Fe a velikostí částic 10-32 μm , což bylo ověřeno pomocí elektronového mikroskopu. Jak je patrné na **Obrázku 11**, tento prášek se vyznačuje vysokým podílem pravidelných kulovitých částic, což je důsledkem technologie jeho výroby (atomizace vzduchem). Právě tato kulovitá morfologie částic je pro technologii RF-ICP ideální. Bohužel, jak se později ukázalo, tento prášek byl příliš jemný a nástřiky nevykazovaly kvalitu dostatečnou pro zamýšlenou aplikaci, což bude detailně vysvětleno v kapitole 4.



Obrázek 11: Morfologie použitého železného prášku od firmy Nanoval

V rámci této bakalářské práce tak byl otestován ještě druhý prášek. Vyznačuje se větší velikostí částic (40-90 μm), složení pak odpovídá směsi prášků čistého Fe a legované oceli. Tento prášek sloužil především pro ověření stanovené hypotézy vlivu velikosti částic, a proto nebyla příměs legované oceli nežádoucí (pro finální vzorky bude použit prášek čistého Fe podobných velikostí, který je momentálně objednan v zahraničí). Stejně jako první prášek je i u tohoto druhého prášku patrný vysoký podíl kulovitých částic, což je zřetelné na **Obrázku 12**.

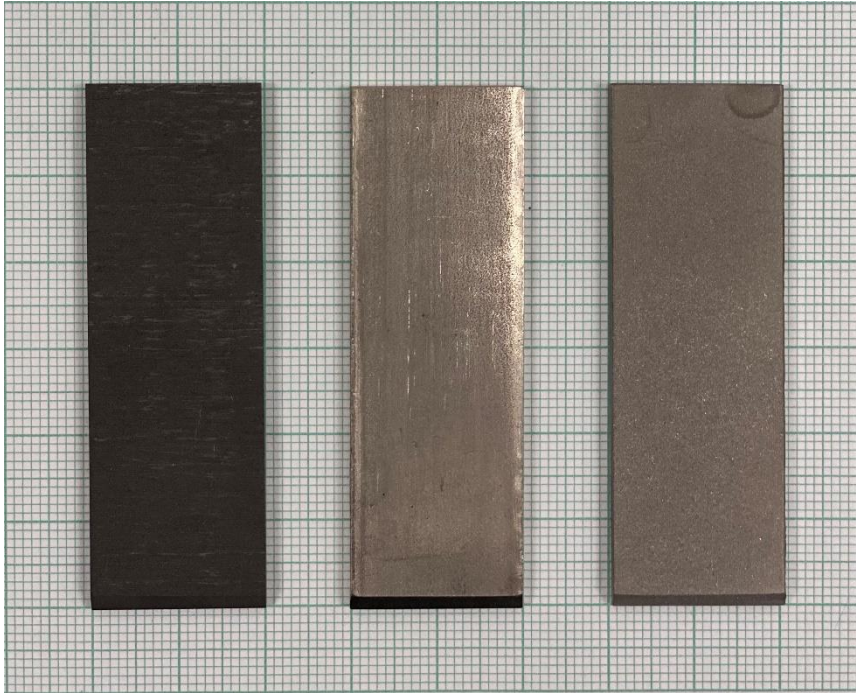


Obrázek 12: Morfologie druhého použitého prášku s větší velikostí částic

3.1.2 Substráty

Díky možnosti využití nového chlazeného držáku pro současnou depozici až šesti vzorků bylo rozhodnuto testovat tři typy materiálů, čímž bylo umožněno rozšířit získané poznatky např. o vliv tepelné vodivosti či povrchového stavu substrátů. První typ substrátu byl vyroben z korozivzdorné oceli AISI304, druhý typ byl vyroben z totožné oceli, ovšem s povrchem ošetřeným tryskáním korundem, a třetím použitým typem substrátu byl substrát grafitový. Použití oceli je relevantní pro plánovanou aplikaci (kontakt s tekutými kovy Pb, Pb+Li), kdežto použití grafitu umožňuje srovnání výsledků s výsledky získanými za použití starého hřídele. Tryskání substrátů je ve světě žárových nástřiků standardně používaná procedura, vedoucí k rozbití oxidické vrstvy a následně zvýšení přilnutí nástřiku díky povrchovým nerovnostem. Otryskání proběhlo korundovými částicemi o velikosti cca. 100-300 μm při tlaku vzduchu 0,6 MPa ze vzdálenosti zhruba 150 mm. Následně byly otryskané substráty ponořeny do acetonu a vloženy na 10 minut do ultrazvukové čističky. Tento postup je používán ke snížení výskytu zbytkových částic korundu, neboť tyto částice mohou negativně ovlivnit výslednou kvalitu nástřiku.

Všechny substráty byly nařezány na předem stanovený rozměr $60 \times 20 \times 3 \text{ mm}^3$, což je odpovídající rozměr pro přesné zasazení do otočného hřídele nanášecího zařízení. Dále byla u všech substrátů obroušena kratší hrana pod úhlem 45° pro bezpečnější uchycení. **Obrázek 13** ukazuje geometrii a vzhled všech tří typů substrátů.



Obrázek 13: Připravené substráty v pořadí grafit, korozivzdorná ocel AISI304, a její otryskaná varianta

3.2 Depozice nástřiků

3.2.1 Použitý přístroj

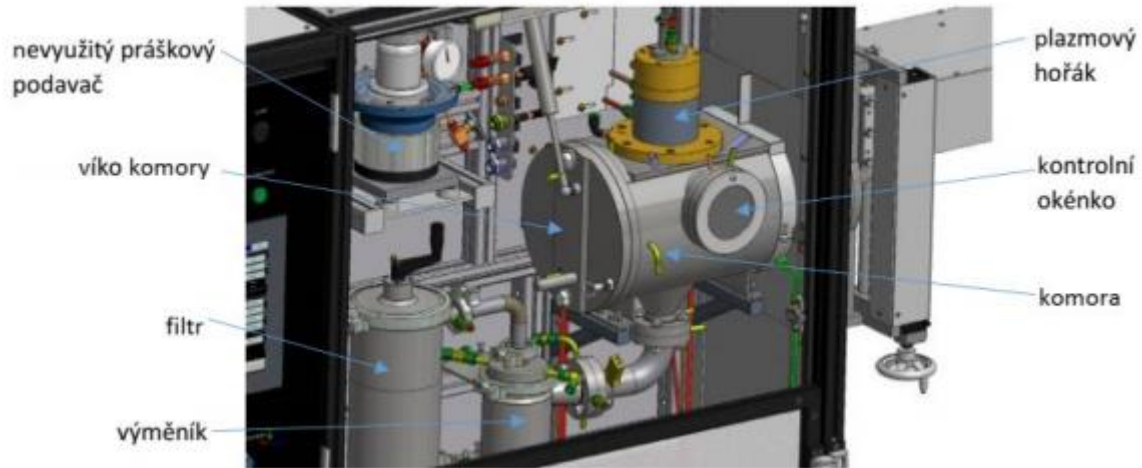
Pro depozici nástřiku byl použit přístroj Tekspray 15 (viz **Obrázek 14**) od kanadského výrobce Tekna s maximálním výkonem 15 kW. Toto zařízení pracující v ochranné atmosféře slouží primárně k výzkumu a vývoji nových nástřiků, přičemž dle slov výrobce vyniká jejich vysokou hustotou a výbornou strukturní charakteristikou.



Obrázek 14: Komerčně dodávané zařízení Tekna TekSpray 15 pro depozici nástřiků metodou RF-ICP

Vnější konstrukce přístroje je vzhledem k nutnosti odstranění vlivu elektromagnetického rušení a vysokofrekvenční radiace navrhována jako Faradayova klec. Samotný vnitřek přístroje je pak tvořen dvěma hlavními částmi – ovládacím panelem s plynovými průtokoměry (**Obrázek 14**) a vnitřní komorou, kterou je možno vidět na

Obrázku 15. Ovládací panel slouží k nastavení parametrů nanášení, plynové průtokoměry pak umožňují kontrolovat použité plyny, v našem případě argon a vodík. Argon je typicky používán jako hlavní plazmatvorný, ale i jako nosný plyn, přičemž konstrukce zařízení umožňuje i přimíchání např. vodíku pro zvýšení entalpie a tím pádem zvýšení efektivity procesu. [15]



Obrázek 15: Schéma vnitřní komory zařízení Tekna TekSpray 15

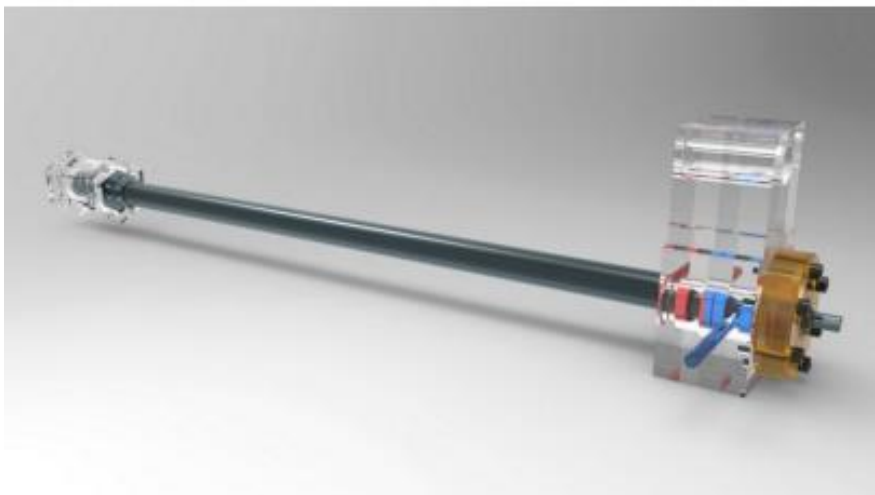
Přístroj Tekna Tekspray 15 je dodáván ve třech modifikacích. Námí použitá varianta využívá přídavného materiálu ve formě prášku pro tvorbu povrchových vrstev, přičemž původně dodaný podavač prášku byl nahrazen podavačem externím z důvodu spolehlivějšího dávkování prášku do nanášecí komory. Tento přístroj umožňuje nanášení nástřiků téměř ze všech typů materiálů; výjimku tvoří samozápalné materiály, jako jsou hliník či hořčík, které jsou pro použití v tomto případě nevhodné.

Generování plazmatu probíhá uvnitř horizontálního, vodou chlazeného hořáku s keramickou trubicí a vyměnitelnými tryskami (viz **Obrázek 16**). Tento plazmový hořák směřuje do dvouplášťové válcové depoziční komory, která je vyrobena z korozi-vzdorné oceli. Do depoziční komory je zajištěn přístup pomocí odklopného víka a samotný proces stříkání je možno sledovat skrz menší kontrolní okénko. Jednou z úprav provedených na této komoře bylo přidání vysokorychlostní kamery pro zajištění detailních záznamů jednotlivých procesů uvnitř komory.



Obrázek 16: Plazmový hořák zařízení TekSpray 15

Uvnitř depoziční komory jsou substráty připevněny na posuvném hřídeli, který byl v rámci úprav vyměněn za vodou chlazený hřídel se šestiúhelníkovým držákem (**viz Obrázek 17**), do něhož je možno upnout až 6 vzorků. Původní hřídel byl koncipován pro nanášení pouze na grafitové substráty kruhového tvaru, nicméně provedená úprava vzhledem k chlazení umožňuje nanášení nástřiků na substráty s nižší teplotou tavení, což je v případě tohoto experimentu právě ocel. Tento nový hřídel umožňuje mj. konat posuvný pohyb pod hořákem bez rotace v případě nanášení pouze jednoho vzorku, nebo v kombinaci s posuvem i rotovat, čímž otevírá možnost rovnoměrně nanášet nástřiky až na šest vzorků současně.



Obrázek 17: Model nového, vodou chlazeného hřídele se šestihranným držákem. Autorem modelu je T. Bajer

Na samotný proces nanášení dohlíží komplexní bezpečnostní systém, který sleduje aktuální stav zařízení, teploty, tlaky, průtoky plynů či například správné dovření ventilů a odklopného víka depoziční komory. Tento systém je připraven v případě neočekávané odchylky či poruchy okamžitě zareagovat, zařízení odstavit a vyhnout se tak havárii či poškození zařízení. Mimo aktivních bezpečnostních prvků jsou obsaženy i prvky pasivní, jako

je například přetlaková pojistka. Při dosažení kritického přetlaku uvnitř zařízení dojde k destrukci této pojistky, čímž se zajistí bezpečné odvedení plynů.

3.2.2 Postup depozice a charakterizace nástřiků

Experimentální část této práce spočívala ve zkoumání vlivu čtyř faktorů na kvalitu výsledného nástřiku, a to konkrétně výkonu hořáku, množství podávaného přídavného materiálu (prášku Fe), použitého substrátu a v poslední řadě vliv velikosti částic přídavného materiálu ve formě prášku.

V **tabulce 1** je možno vidět jednotlivé parametry pro pět zkušebních nanášení označených RF1-5, přičemž při sériích 1-4 bylo nanášeno dohromady na šest substrátů: dva grafitové, dva ocelové a dva ocelové s otryskaným povrchem, série 5 pak proběhla pouze na ocelový substrát s otryskaným povrchem. Druh použitého substrátu je ve značení vzorků znázorněn jako G (grafit), O (ocel AISI304) a OT (tryskaná ocel AISI304). Jednotkou „slpm“, která je uvedena v **tabulce 1**, rozumíme „standard liter per minute“, což je jednotka reprezentující objem toku plynu za časovou jednotku při teplotě 0 °C a atmosférickém tlaku 101,325 kPa.

Tabulka 1: Parametry jednotlivých nanášení RF1-4

Parametry	RF1	RF2	RF3	RF4	RF5
Velikost částic použitého prášku [μm]	10-32				40-90
Výkon [kW]	15	12	9	9	15
Dávkování prášku [g/min]	2,5			7,5	3,1
Tlak v komoře [kPa]	103,4				
Rychlost přejezdu držáku při depozici [mm/s]	0,2				
Počet přejezdů [-]	1				
Rychlost přejezdu držáku při předehřevu [mm/s]	0,5				
Doba předehřevu [s]	110				
Ochranný plyn [slpm]	Ar 35				
Centrální plyn [slpm]	Ar + H ₂ 10 + 3,6				
Nosný plyn [slpm]	Ar 8				

Prvním krokem depozice byl předehřev substrátu, kdy se hřídel posouval rychlostí 0,5 mm/s pod hořákem a zároveň rotoval pro rovnoměrné zahřátí všech šesti substrátů. Při tomto zahřívání bylo dávkování Fe prášku vypnuté. Toto nahřívání je u metod žárového nanášení obecně používaný postup pozitivně ovlivňující např. přilnavost deponovaných vrstev. [10] Poté se hřídel vrátil do výchozí polohy, přičemž začal být přiváděn přídavný materiál, což se vizuálně projevilo změnou barvy plazmatu, a po krátké stabilizační době započala samotná depozice nástřiku.

Po ukončení procesu nanášení byly vzorky ponechány k ochlazení v ochranné atmosféře zařízení. Po vyjmutí byly rozřezány pomocí vysokorychlostní pily a vakuově zality,

příčemž samotný povrch průřezu byl před vyhodnocením pomocí elektronového mikroskopu vyleštěn za použití brusných papírů a diamantové pasty. Vyhodnocení takto připravených výbrusů proběhlo na elektronovém mikroskopu EVO MA 15 (Zeiss, Německo).

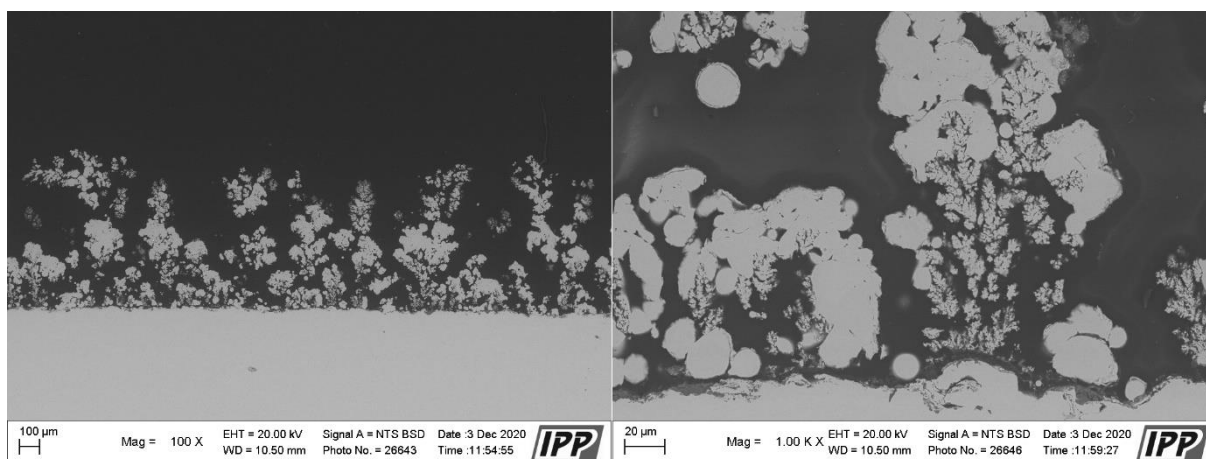
4 Výsledky a diskuse

V této kapitole budou představeny vlastnosti pěti nástřiků připravených technologií RF-ICP a dále bude diskutován vliv zvolených parametrů nanášení na charakter a kvalitu těchto vrstev.

4.1 Shrnutí výsledků

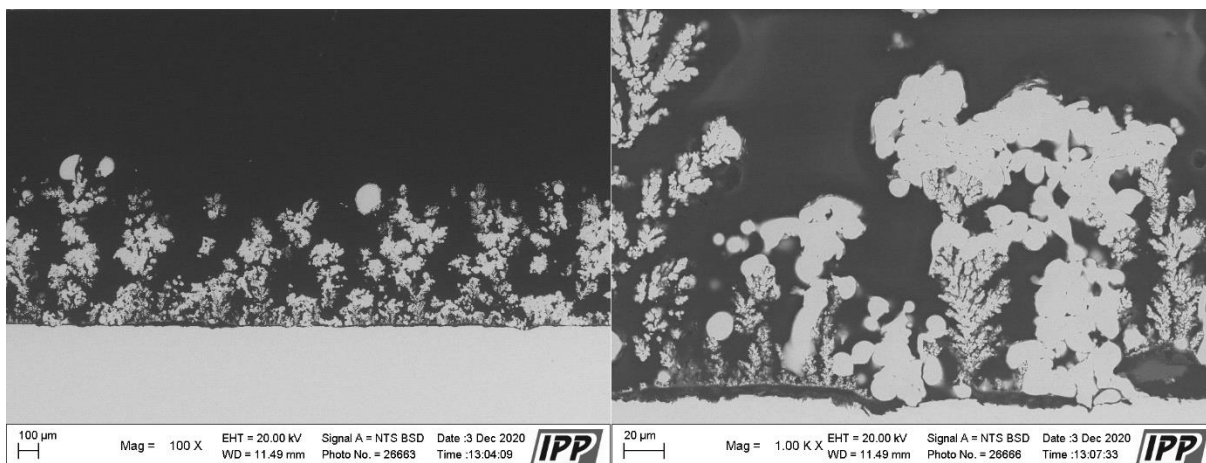
4.1.1 RF1

V souladu s dosavadními poznatky a zkušenostmi získanými při nanášení nástřiků z prášků podobné velikosti proběhlo prvotní nanášení při maximálním výkonu zařízení, a to 15 kW [16]. Další parametry tohoto nanášení jsou uvedeny v **Tabulce 1**.



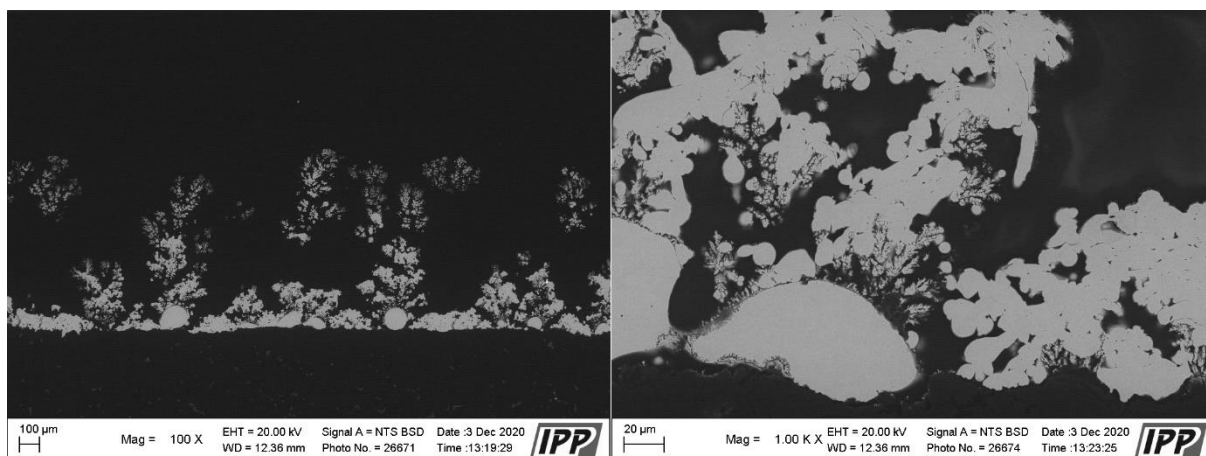
Obrázek 18: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF1-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Z **Obrázku 18** je patrné, že nástřik RF1-OT vykazoval minimální výskyt splatů typických pro procesy žárového nanášení, měl velmi proměnlivou tloušťku dosahující rozmezí 300-600 µm, vysokou porozitu, ovšem s minimálním výskytem nenatavených částic. Delaminace nástřiku nebyla detekována.



Obrázek 19: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF1-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Přes absenci tryskání ani u nástřiku RF1-O nedošlo k jeho delaminaci (**viz Obrázek 19**), přičemž vykazoval obdobné vlastnosti jako nástřik RF1-OT.

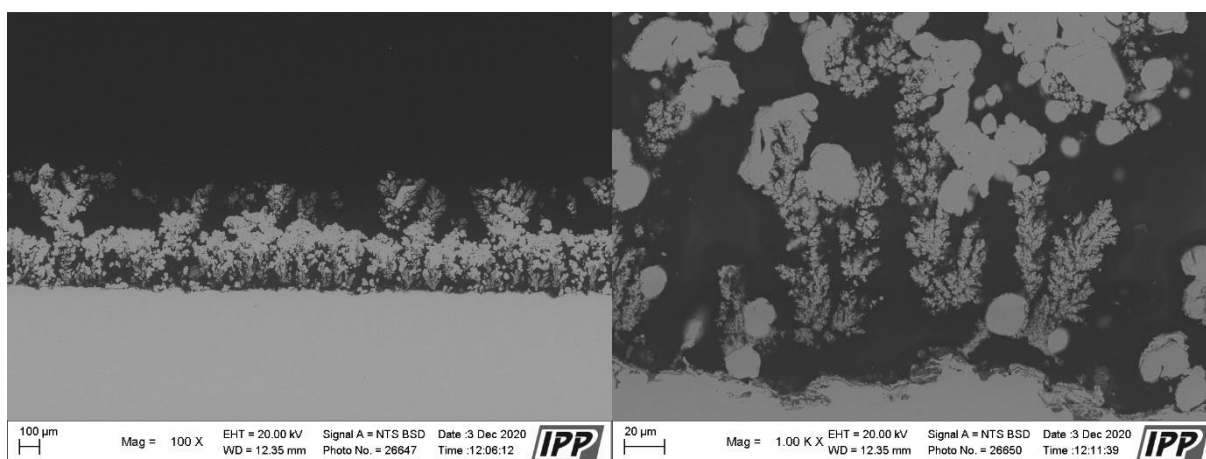


Obrázek 20: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF1-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Nejméně zdařilým byl u dávky RF1 nástřik RF1-G (**Obrázek 20**), který dosahoval proměnlivé tloušťky 100–600 μm a nevykazoval téměř žádnou tvorbu splatů. Naopak zde byla zaznamenána značná porozita, opakovaně odhalující substrát pod nástřikem.

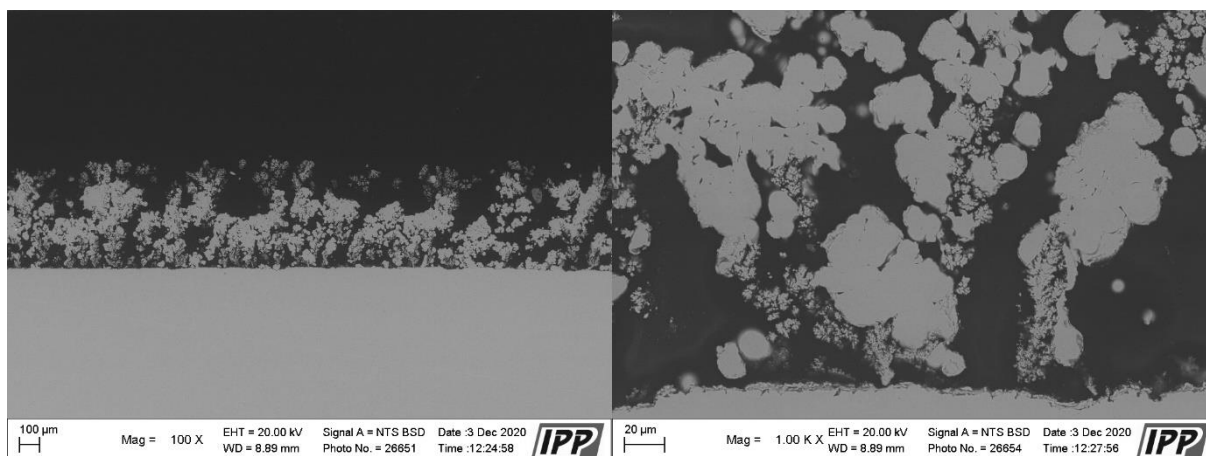
4.1.2 RF2

Druhé nanášení proběhlo při sníženém výkonu 12 kW, ostatní parametry jsou uvedeny v **Tabulce 1**.



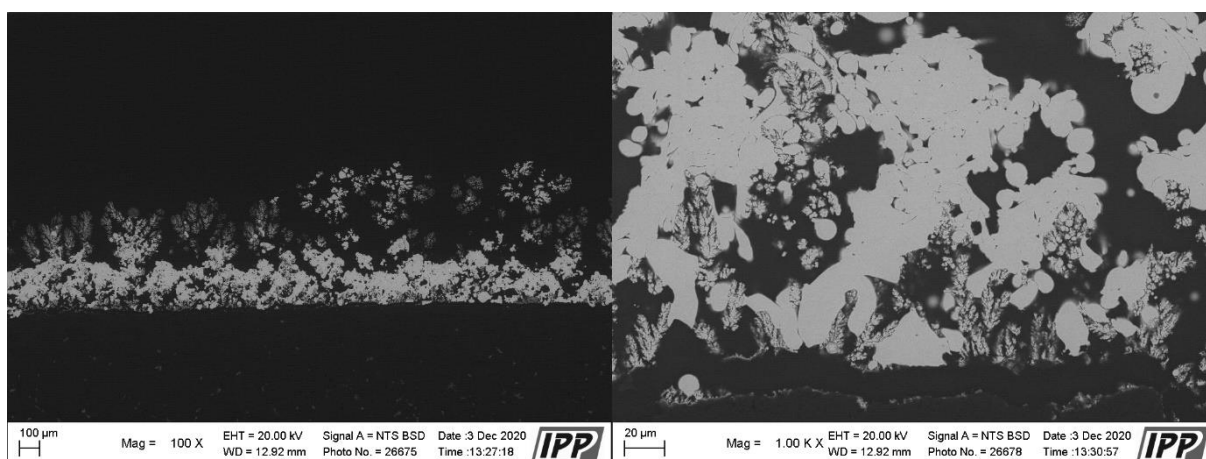
Obrázek 21: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF2-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Jak je vidět na **Obrázku 21**, nástřik RF2-OT měl velmi proměnlivou tloušťku dosahující přibližně 300–600 μm a byl nicméně opět vysoce porézní. Tato porozita však byla mírně nižší než u dávky RF1. Splaty se vyskytovaly pouze lokálně ve vzdálenosti přibližně 300 μm od substrátu, nevyskytovala se zde delaminace nástřiku.



Obrázek 22: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF2-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Vzorek RF2-O (**Obrázek 22**) ukazoval podobné vlastnosti, jaké vykazoval nástřik RF2-OT, přičemž se zde opět vyskytovala pouze lokální tvorba splatů do vzdálenosti přibližně 300 µm. Nástřik měl proměnlivou tloušťku, vysokou porozitu, ovšem vyšší výskyt nenatavených částic než nástřik utvořený na vzorku RF1-O. Nebyl zde zřejmý ani výskyt delaminace nástřiku.

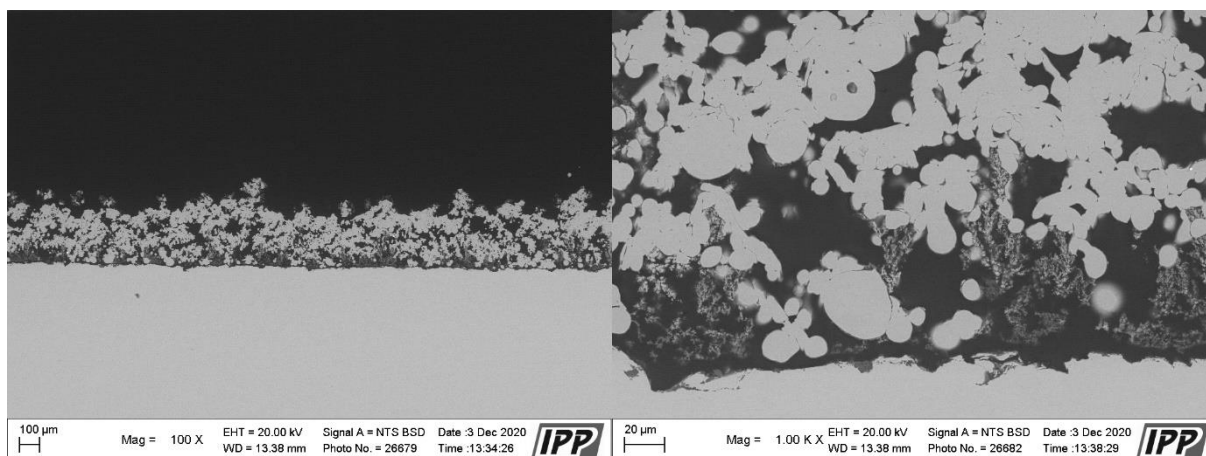


Obrázek 23: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF2-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Tytéž vlastnosti jako v předchozím případě, vykazoval i vzorek RF2-G, na **Obrázku 23** je viditelná proměnlivá tloušťka nástřiku dosahující 400–600 µm, vysoká porozita a výskyt nenatavených částic. Podobně jako u dávky RF1, kvalitativně byl tento nástřik z dávky RF2 opět nejhorší.

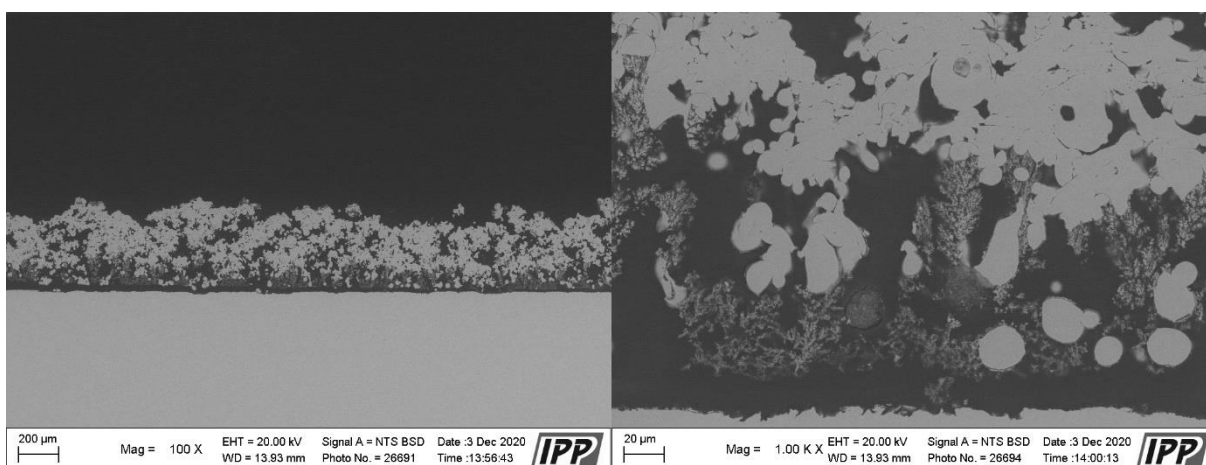
4.1.3 RF3

Třetí nanášení proběhlo při nejnižším možném výkonu hořáku 9 kW, ostatní parametry nanášení jsou uvedeny v **Tabulce 1**.



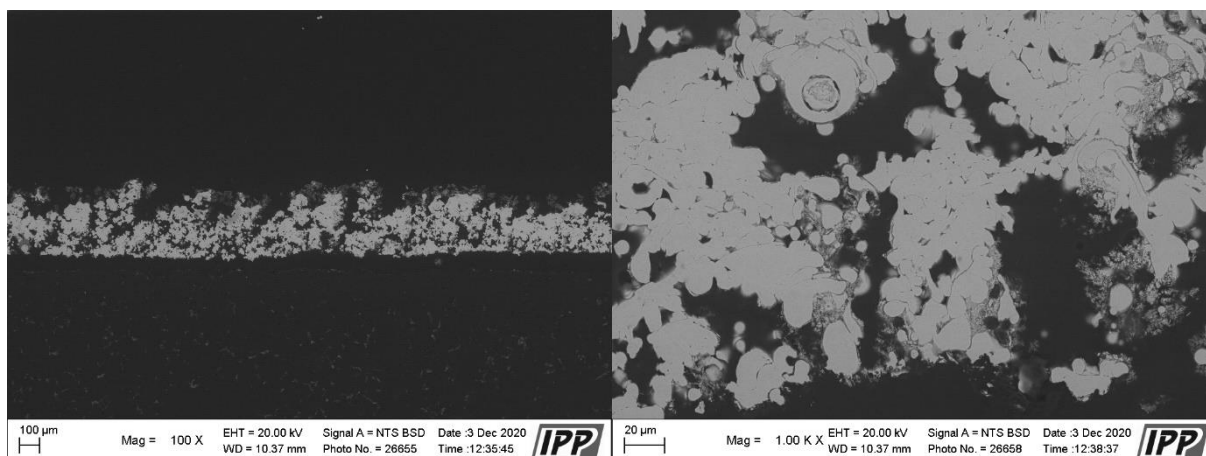
Obrázek 24: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF3-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Jak můžeme vidět na **Obrázku 24**, nástřik byl stále porézni, nicméně tato porozita byla z dávek RF1-RF3 nejnižší. Tloušťka nástřiku byla konstantní, dosahující až 600 µm, splaty se však již neutvořily pouze lokálně, avšak v celé tloušťce nástřiku. Ve vyšší míře se zde vyskytovaly nenatavené částice. Ani zde nebyla patrná delaminace nástřiku.



Obrázek 25: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF3-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Na **Obrázku 25** bylo možno vyzorovat obdobné vlastnosti, jaké měl nástřik RF3-OT, nicméně se zde vyskytla delaminace nástřiku v kombinaci s výskytem nenatavených částic a vysokou porozitou.

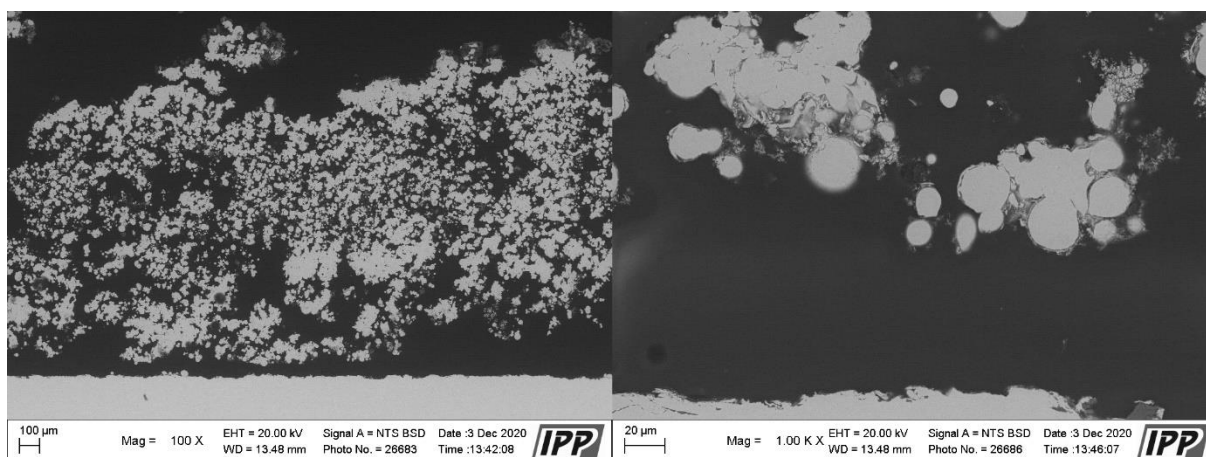


Obrázek 26: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF3-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Posledním vzorkem v dávce RF3 byl vzorek RF3-G (viz **Obrázek 26**), přičemž zde bylo dosaženo obdobných vlastností jako u vzorku RF3-O.

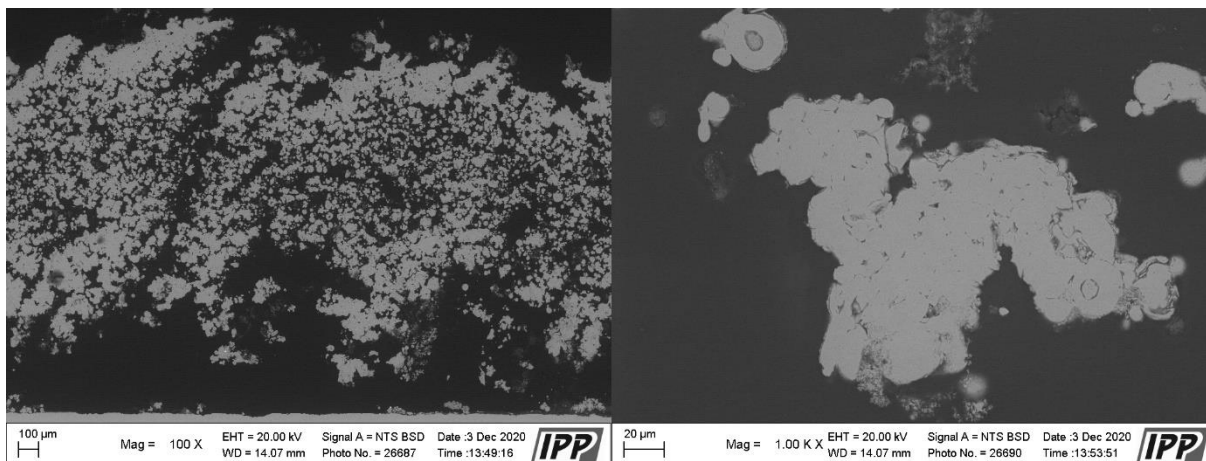
4.1.4 RF4

Čtvrté zkušební nanášení proběhlo při výkonu 9 kW. Na rozdíl od předchozí série byl zhruba trojnásobně zvýšen přísun přidaného materiálu (Fe). Ostatní parametry tohoto nanášení jsou uvedeny v **Tabulce 1**.



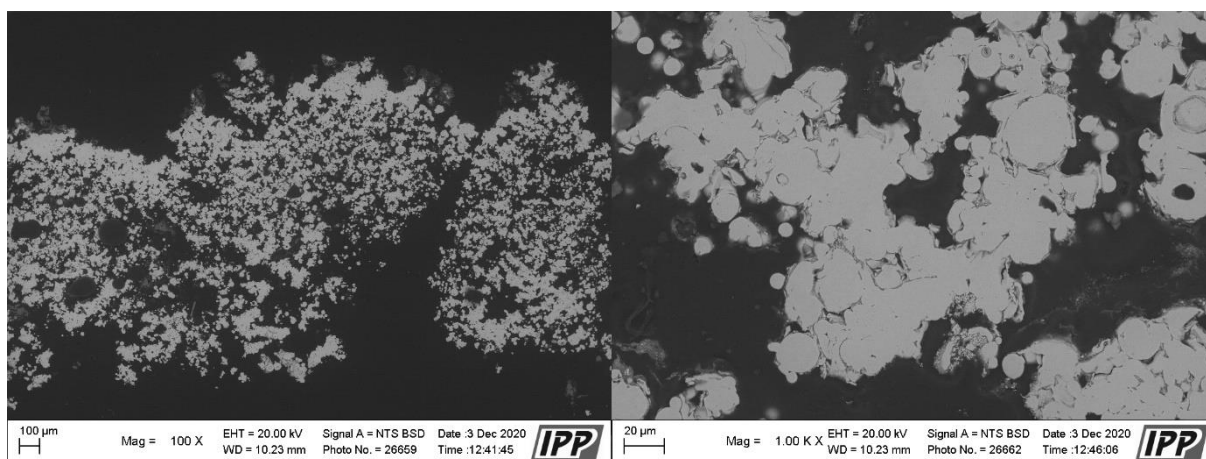
Obrázek 27: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF4-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Na **Obrázku 27** můžeme pozorovat nástřik RF4-OT s vysokou porozitou a extrémním obsahem nenatavených částic. Splaty se vytvořily pouze lokálně. Tloušťka nástřiku dosahovala přibližně 1200 µm a vyskytovala se zde jeho delaminace, a to i v případě nanášení na otryskaný povrch.



Obrázek 28: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF4-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Obdobné vlastnosti vykazoval i nástřik RF4-O, (viz **Obrázek 28**) přičemž i zde je patrný vysoký výskyt nenatavených částic, delaminace nástřiku a vysoká porozita.

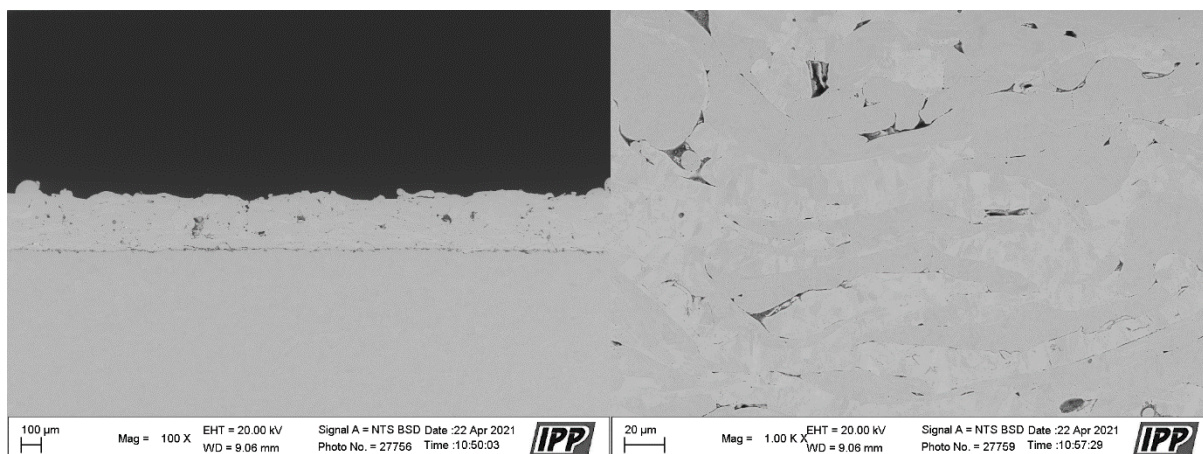


Obrázek 29: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF4-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail

U této série bylo nejhorších výsledků dosaženo u grafitového substrátu (viz **Obrázek 29**), je patrný velký rozdíl v tloušťce nástřiku a téměř žádný výskyt deformovaných splatů.

4.1.5 RF5

Vzhledem k výsledkům získaným za použití zvoleného prášku Fe bylo navrženo změnit použitý výchozí materiál, neboť jednou z příčin vzniku nekvalitních nástřiků mohla být příliš malá velikost jeho částic. V rámci této bakalářské práce tedy byla nanesena ještě pátá série, nanášená při výkonu 15 kW pouze na ocelový substrát s otryskaným povrchem, ostatní parametry jsou k dispozici v **Tabulce 1**.



Obrázek 30: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF5-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail

Již na první pohled zde bylo zřejmé dosažení výborné kvality nástřiku, splaty se utvořily v celém průřezu, jak je vidět na **Obrázku 30**. Nástřik měl rovnoměrnou tloušťku dosahující 500 µm, nevyskytovaly se zde téměř žádné nenatavené částice a nebyla patrná ani jeho delaminace.

4.2 Diskuse výsledků

Pro první sérii byl nastaven výkon hořáku na 15 kW, neboť dosavadní zkušenosti získané při nanášení prášků s obdobnou velikostí částic poukazovaly na určitou korelaci mezi velikostí výkonu a kvalitou nástřiků [16]. V závislosti na dosažených výsledcích je zřejmé, že tento předpoklad v případě použitého prášku Fe nebyl správný, neboť nástřiky RF1 dosahovaly neuspokojivých výsledků spočívajících ve vysoké porozitě, částečném výskytu nenatavených částic (přes nejvyšší možný použitý výkon hořáku), nedostatečné tvorbě splatů a nerovnoměrné tloušťce nástřiků. Tyto skutečnosti mohly být způsobeny nízkou teplotou tavení či tepelnou vodivostí železa, neboť původní předpoklady vycházely z experimentů, při kterých byly nanášeny nástřiky z materiálů s výrazně vyšší teplotou tavení, jako je například wolfram či molybden. Proto byl pro další sérii snížen výkon na 12 kW, přičemž dle nových předpokladů by tato skutečnost měla mít za následek výrazné zlepšení kvality nanášených nástřiků.

Snížení výkonu na 12 kW skutečně mělo za následek viditelné zlepšení kvality nástřiků. Ty sice stále nedosahovaly uspokojivých výsledků pro aplikaci v tekutých kovech, nicméně je zde znatelný posun především ve výrazně vyšší tvorbě splatů, nižší porozitě a celkově vyšší hustotě nástřiku. Oproti vzorkům RF1 se zde ovšem ve větší míře vyskytovaly nenatavené částice, což je způsobeno nižším množstvím energie v plazmatu. Zároveň se u vzorků z neotryskané oceli a grafitu vyskytla částečná delaminace povrchu. Z důvodu markantního zlepšení výsledků dosažených při nanášení nástřiků označených RF2 bylo navrženo provést další nanášení při nejnižším výkonu, který je zařízení TekSpray 15 schopno poskytnout.

Vzhledem k vyvrácení dřívějšího předpokladu o pozitivním vlivu vyššího výkonu nanášení na kvalitu povrchu tedy proběhlo další nanášení při výkonu 9 kW, což mělo za následek získání znatelně lepších výsledků, než byly získány u vzorků RF2. Ke tvorbě splatů docházelo již v celé tloušťce nástřiku, nástřik byl však stále vysoce porézni a u vzorků z neotryskané oceli a grafitu se vyskytovala delaminace nástřiku. V porovnání se vzorky RF1 bylo ovšem dosaženo výrazně lepších výsledků. Charakter nástřiku ukazoval na stále ještě příliš vysoký výkon hořáku pro použitý materiál (jemný prášek Fe). Jedním z možných řešení pro další krok bylo zvýšení množství přiváděného přídavného materiálu. V takovém případě by se teplo obsažené v plazmatu rozdělilo na větší množství materiálu, což by dle předpokladu mohlo dále napomoci zkvalitnit mikrostrukturu nástřiku. Proto bylo provedeno další nanášení při výkonu 9 kW, ovšem s trojnásobným množstvím přiváděného prášku Fe.

Ztrojnásobení množství přiváděného prášku mělo u dávky RF4 za následek markantní zvýšení výskytu nenatavených částic. Tato skutečnost je dána právě zmíněným rozdělením energie mezi větší množství Fe. Bohužel ani v tomto případě částice netvořily deformované splaty typické pro procesy žárového nanášení a v konečném důsledku tak porozita nástřiku snížena nebyla. Z praktického hlediska byly RF4 horší než vzorky RF3 a v praxi stále nepoužitelné.

Po diskusi v rámci řešitelského kolektivu bylo jako vhodné řešení navrženo použití prášku s většími částicemi, neboť neuspokojivé výsledky mohly být způsobeny příliš malou velikostí částic. Malé částice zřejmě nedokázaly vzhledem k nízké hmotnosti v proudu plazmatu získat dostatečnou hybnost pro správné deformování při svém dopadu a tvorbu

splatů. Pro ověření této hypotézy bylo provedeno další nanášení, pro které byl vybrán prášek s větší velikostí částic.

Jak ukazuje pohled na sérii RF5, použitím většího prášku bylo dosaženo výrazně lepších výsledků. Tento prášek sice neměl chemické složení 100 % Fe, ale tato série kvalitativně potvrdila správnost stanovené hypotézy; tento nástřík dosahoval kvality, díky které by mohl být v praxi použitelný.

Na základě výsledků ověřovací série RF5 bylo přistoupeno k zakoupení prášku čistého Fe o velikosti částic přesahující 63 μm od společnosti Hoganas (Švédsko). Vlastní experimenty budou provedeny ihned po dodání prášku, což lze očekávat koncem května 2021. V případě úspěšné optimalizace nástříků a získání kvalitních nástříků bude tento prášek deponován na připravené finální vzorky speciálních ODS ocelí. Ty budou následně testovány v prostředí tekutých kovů na bázi Pb v partnerském ústavu CV Řež.

5 Závěr

Cílem této práce bylo zkoumání možnosti použití technologie RF-ICP pro deponování vrstev Fe na připravené substráty pro ochranu vnitřku chladicí soustavy jaderných reaktorů IV. generace typu LFR.

V experimentální části této práce byly nejprve nanášeny čtyři série nástřiků RF1-4 (každý z nich na tři různé substráty: ocel, otryskaná ocel, grafit), přičemž dle následné analýzy se jako nejlepší jevil vzorek RF3 na ocelovém substrátu, který byl nanášen při nejnižším dosažitelném výkonu zařízení Tekspray 15, a to 9 kW. I tento vzorek byl sice pro praktické použití nevhodující, nicméně experiment odhalil důležité poznatky pro budoucí výzkum.

Tím nejzásadnějším poznatkem bylo zjištění příliš malé velikosti částic použitého prášku pro aplikaci pomocí technologie RF-ICP. Tyto částice s největší pravděpodobností nedokázaly získat dostatečnou hybnost pro dostatečnou deformaci a následnou tvorbu splatů na připravených substrátech.

Z výše uvedeného důvodu byl experiment zopakován s použitím dostupného, chemicky podobného prášku s větší velikostí částic (série RF5), což se ukázalo jako krok správným směrem. Tento důležitý poznatek tedy nasměroval další výzkum a v případě úspěšné optimalizace tak otevírá možnost získat kvalitní nástřik Fe a otestovat jej pro použití jako ochrany vnitřních komponent chladicí soustavy jaderných reaktorů.

6 Seznam obrázků

Obrázek 1: Schéma jaderného štěpení [2]	8
Obrázek 2: Schéma jaderného reaktoru typu LFR [3]	9
Obrázek 3: Rozdělení metod žárového stříkání [5]	11
Obrázek 4: Charakteristická struktura nástřiků tvořených žárovým nanášením [5]	11
Obrázek 5: Schéma metody nanášení plamenem [7]	12
Obrázek 6: Schéma metody DGS [7]	13
Obrázek 7: Schéma metody HVOF [7]	14
Obrázek 8: Schéma metody AWS [7]	14
Obrázek 9: Schéma nanášení plazmatem generovaného elektrickým obloukem [7]	15
Obrázek 10: Schéma metody RF-ICP [7]	16
Obrázek 11: Morfologie použitého železného prášku od firmy Nanoval	18
Obrázek 12: Morfologie druhého použitého prášku s větší velikostí částic	19
Obrázek 13: Připravené substráty v pořadí grafit, korozivzdorná ocel AISI304, a její otryskaná varianta	20
Obrázek 14: Komerčně dodávané zařízení Tekna TekSpray 15 pro depozici nástřiků metodou RF-ICP	20
Obrázek 15: Schéma vnitřní komory zařízení Tekna TekSpray 15	21
Obrázek 16: Plazmový hořák zařízení TekSpray 15	22
Obrázek 17: Model nového, vodou chlazeného hřídele se šestihranným držákem. Autorem modelu je T. Bajer	22
Obrázek 18: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF1-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail	25
Obrázek 19: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF1-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail	25
Obrázek 20: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF1-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail	26
Obrázek 21: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF2-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail	26
Obrázek 22: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF2-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail	27
Obrázek 23: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF2-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail	27
Obrázek 24: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF3-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail	28
Obrázek 25: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF3-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail	28
Obrázek 26: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF3-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail	29
Obrázek 27: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF4-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail	29
Obrázek 28: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF4-O, vlevo celkový pohled, vpravo detail	30
Obrázek 29: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF4-G, vlevo celkový pohled, vpravo detail	30
Obrázek 30: Pohled na mikrostrukturu nástřiku RF5-OT, vlevo celkový pohled, vpravo detail	31

7 Bibliografie

1. **Nesvizhevsky, V., a další.** The discovery of the neutron and its consequences (1930–1940). *Comptes Rendus Physique*, 2017, 18.9-10: 592-600.
2. **Simopt, s.r.o.** Štěpná reakce. ČEZ. [Online] 1999. https://www.cez.cz/edee/content/file/static/encyklopedie/images//03/31_03.gif.
3. **Kelly, J. E.** Generation IV International Forum: A decade of progress through international cooperation. *Progress in Nuclear Energy*, 2014, 77: 240-246.
4. **Siegmann, S., a další.** 100 years of thermal spray: About the inventor Max Ulrich Schoop. *Surface and Coatings Technology*, 2013, 220: 3-13.
5. **Mušálek, R.** Inženýrské výzvy v oblasti žárového stříkání. 2011.
6. **DIN EN 657:2005-06.** *Thermal spraying - Terminology, classification*. 2005.
7. **Wank, A.** Basics of thermal spray technology i processes. GTV Verschleiss-Schutz GmbH. 2006.
8. **Zavareh, S., a další.** Fundamentals and applications of thermal spray coating. *Can. J. Basic Appl. Sci*, 2017, 5: 1-11.
9. **Cotell, C. M., a další.** Thermal spray coatings. *ASM Handbook*, 2002, 5: 497-509.
10. **Davis, J. R., a další.** Handbook of thermal spray technology. ASM international, 2004.
11. **Vuoristo, P.** Thermal spray coating processes. 2014. 4: 229-276.
12. **Cooke, K., a další.** Optimisation of the electric wire arc-spraying process for improved wear resistance of sugar mill roller shells. *Surface and Coatings Technology*, 2007, 202.1: 185-188.
13. **Boulos, M. I.** New frontiers in thermal plasmas from space to nanomaterials. *Nucl. Eng. Technol*, 2012, 44.1: 1-8.
14. **Liu, H., a další.** Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) and inductively coupled plasma optical emission spectrometer (ICP-OES)-based discrimination for the authentication of tea. *Food Control*, 2021, 123: 107735.
15. **Tekna Plasma Systems inc.** 15 kW Induction plasma system. *Original operating manual*. Sherbrooke, Quebec, 2000.
16. **Klečka, J., a další.** Tailoring the structure of RF-ICP tungsten coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2021, 406: 126745.
17. **Matějíček, J., a další.** Thermal spray coatings for fusion applications. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2007, 16.1: 64-83.