

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní – Odbor jaderných energetických zařízení

VZNIK A ROZVOJ TRHLIN VE FERITICKO/MARTENZITICKÉ OCELI T91 VE STYKU S TEKUTÝM EUTEKTIKEM Pb-Bi

Vedoucí práce:
doc. Ing. Dostál Václav, Ph.D.

Autor:
Bc. Antonín Mikeš

Praha 2015

Anotační list

- Jméno autora:** Bc. Antonín Mikeš
- Název DP:** Vznik a rozvoj trhlin ve feriticko/martenzitické oceli T91 ve styku s tekutým eutektikem PbBi
- Anglický název:** Crack initiation and growth in ferritic/martensitic steel T91 in contact with liquid eutecticum PbBi
- Akademický rok:** 2013/2014
- Obor studia:** Jaderná energetická zařízení
- Vedoucí DP:** doc. Ing. Dostál Václav. Ph.D.
- Konzultanti:** Dr. Anna Hojná, Ing. Jakub Klečka
- Bibliografické údaje:**
- Počet stran: 60
- Počet obrázků: 18
- Počet tabulek: 7
- Počet grafů: 15
- Klíčová slova:** liquid metal embrittlement, LME, T91, MYRRHA, eutektikum PbBi
- Keywords:** liquid metal embrittlement, LME, T91, MYRRHA, eutectic PbBi
- Anotace:** Práce se zabývá hodnocením odolnosti feriticko-martenzitické oceli T91, vůči iniciaci a růstu trhlin v prostředí eutektika PbBi. Vyhodnocením testů na C(T) vzorcích byly vypočteny hodnoty lomové odolnosti a hodnocena míra projevu LME.
- Abstract:** The thesis deals with issues of the resistance of ferritic-martensitic steel T91 against crack initiation and growth in the environment of eutectic PbBi. The evaluation of test on C(T) specimens were calculated values of fracture resistance and assessed the degree of expression LME.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci zpracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité informační zdroje a literaturu. Tato práce ani její podstatná část nebyla předložena k získání jiného nebo stejného akademického titulu.

V Praze dne 4. 1. 2015

.....

Bc. Antonín Mikeš

Poděkování

Touto cestou bych rád poděkoval doc. Ing. Václavu Dostálovi, Ph.D. a především paní Dr. Anně Hojné a Ing. Jakobovi Klečkovi. Za jejich pomoc, čas a cenné rady, které mi věnovali. Dále bych rád poděkoval Ing. Jakobu Horníkovi Ph.D za vstřícnost a umožnění měření v laboratořích ČVUT.

OBSAH

1	ÚVOD	10
2	Technologie chlazení jaderných reaktorů tekutými kovy.....	11
2.1	Chlazení tekutými kovy	11
2.1.1	Rtuť	11
2.1.2	Sodík.....	11
2.1.3	Olovo.....	13
3	Současné poznatky o příčinách křehnutí tekutými kovy	16
3.1	Náchylnost oceli k LME dle prostředí a vlastností vzorku	17
3.1.1	Mikrostruktura.....	17
3.1.2	Teplota	17
3.1.3	Geometrie součásti, režim napětí, deformační rychlost	17
3.2	Metalografická a fraktografická charakteristika LME	18
3.3	Detekce kovů způsobujících LME na ploše lomu	18
3.4	Mechanismy vzniku LME	19
3.4.1	LME způsobené adsorpcí	19
3.4.2	LME způsobené difuzí a dalšími procesy	19
4	Experimentální procedura k měření lomové odolnosti z jednoho zkušebního tělesa	20
4.1	Obecná doporučení	20
4.1.1	Základní metoda	20
4.1.2	Metoda křivky odolnosti	20
4.1.3	Přístrojové požadavky	21

4.1.4	Upevnění vzorku	21
4.1.5	Příprava vzorku	21
4.1.6	Příprava testu	24
4.1.7	Průběh testu	25
4.1.8	Optické vyhodnocení délky trhliny	26
4.2	Popis experimentů provedených v Centru výzkumu Řež.....	27
4.2.1	Ocel T91	27
4.2.2	Rozměr a typ vzorku	29
4.2.3	Tvorba únavové trhliny	30
4.2.4	Průběh testu	30
4.2.5	Oxidace a dolomení.....	31
4.2.6	Měření délky trhliny	31
5	Hodnocení zkoušek a studium morfologie lomových ploch vzorků.....	32
5.1	Vyhodnocení výsledků pro vzorek C(T).....	32
5.1.1	Úprava naměřených dat.....	32
5.2	Vyhodnocení při měření délky trhliny pomocí změny potenciálu.....	33
5.2.1	Měření růstu tvárné trhliny pomocí změny potenciálu	33
5.2.2	Určení délky trhliny a_i	33
5.2.3	Faktor intenzity napětí K	33
5.2.4	Výpočet elastické části J – <i>integrálu</i>	34
5.2.5	Výpočet plochy A_{pl}	34
5.2.6	Výpočet plastické části J – <i>integrálu</i>	34

5.2.7	Výpočet hodnoty $J - \textit{integrálu}$	35
5.2.8	Výpočet přírůstku trhliny	35
5.3	Normalizační metoda vyhodnocení přírůstku trhliny	35
5.3.1	Normalizace naměřených dat	35
5.3.2	Vynesení závislosti PNi na $v'pl$	36
5.3.3	Iterování hodnot PNi , $v'pl$ a ai	36
5.4	Stanovení $J-R$ křivky	36
5.5	Porovnání výsledků metody s měřením potenciálu a normalizační metody	39
5.6	Studium morfologie lomových ploch vzorků	40
5.6.1	Vzorek M3 testovaný na vzduchu při $T = 20$ °C	40
5.6.2	Vzorek M15 testovaný v Pb-Bi při $T = 350$ °C	42
6	Shrnutí výsledků.....	43
6.1	Srovnání zatížení	43
6.2	J-R Křivky pro jednotlivé vzorky	44
7	Zhodnocení využití získaných poznatků pro technologii Gen IV	51
	Závěr.....	52
	BIBLIOGRAFIE	53
	Příloha 1	57
	Poříloha 2	58
	Příloha 3	59
	Příloha 4	60

Seznam použitých veličin a zkratk

a_0 [mm]	Počáteční délka trhliny
a_f [mm]	Konečná délka trhliny
Δa_p [mm]	Přírůstek trhliny
a_{bi} [mm]	Normalizovaná délka trhliny
A_{pl} [N.m]	Plastická část plochy grafu
b_0 [mm]	Počáteční délka neporušeného vzorku
B [mm]	Šířka vzorku
B_e [mm]	Efektivní tloušťka vzorku
B_N [mm]	Minimální tloušťka vzorku měřená od základů drážek
E [MPa]	Modul pružnosti
$f_{(a_i/W)}$ [1]	Specifická funkce pro zkušební těleso
H^* [mm]	Vzdálenost osy díry pro čep od osy vzorku
H [mm]	Poloviční výška vzorku
J [kJ.m ⁻²]	Hodnota J-integrálu
J_{el} [kJ.m ⁻²]	Hodnota elastické části J-integrálu
J_{pl} [kJ.m ⁻²]	Hodnota plastické části J-integrálu
J_{limit} [kJ.m ⁻²]	Limitní hodnota J-integrálu
J_Q [kJ.m ⁻²]	Kritická hodnota J-integrálu pro konkrétní geometrickou konfiguraci
J_{Ic} [kJ.m ⁻²]	Rozměrová nezávislá hodnota J-integrálu
K [MPa.m ^{-1/2}]	Faktor intenzity napětí

K_{RDPCD} [mm.V]	Koeficient potenciálu
P [kN]	Zatěžující síla
P_m [kN]	Únavová síla
P_N [N.m ⁻²]	Normalizovaná síla
$R_{p0,2}$ [MPa]	Mez kluzu
R_m [MPa]	Mez pevnosti
$RDPCD$ [V]	Hodnota potenciálu
T [°C]	Teplota
v_{pl} [mm]	Plastická část posuvu
v [mm]	Posuv
v'_{pl} [1]	Normalizovaná hodnota plastického posunutí
W [mm]	Vzdálenost od osy díry pro čep k čelu vzorku
σ_y [MPa]	Efektivní mez kluzu
η [1]	Koeficient pro výpočet plastické části plochy
γ [1]	Koeficient pro výpočet plastické části plochy
ν [1]	Poissonovo číslo

1 ÚVOD

V současnosti je kladen velký důraz na bezpečnost jaderných elektráren a studium jednotlivých komponent a jejich materiálů přispívá ke zvyšování bezpečnosti a bezporuchovému provozu.

Pro rychlé reaktory IV. generace je předpoklad jako chladivo použít těžké tekuté kovy nebo plyny. Současně je nutno použít materiály odolné dlouhodobému působení tekutým těžkým kovům či plynům.

V rychlých reaktorech dochází ke štěpení rychlými neutrony a z důvodu zabránění degradace neutronového spektra není možno použít vodu ani další látky obsahující lehká jádra jako chladivo. Takové chladivo by se chovalo jako parazitní moderátor. Těžká jádra interagují s neutrony nepružnou srážkou a způsobují malé zpomalení neutronu, malou degradaci neutronového spektra.

Jako chladivo tedy lze použít kapalně chladivo s co nejvyšším nukleonovým číslem, vhodným zástupcem takového chladiva jsou některé kovy, s nízkou teplotou tání.

Některé materiály mohou být náchylné k šíření trhlin pod napětím v prostředí tekutých kovů. Z hlediska bezpečnosti jsou křehké lomy velmi nepříznivé, zejména pak jde-li o materiál vnitřních konstrukčních částí reaktoru. Jako materiál pro vnitřních konstrukčních částí je pro Evropský projekt MYRRHA uvažována nerezová feriticko-martenzitická ocel T91.

Cílem práce je hodnocení odolnosti feriticko-martenzitické (F/M) oceli T91 vůči iniciaci a růstu trhliny za podmínek interakce s tekutým eutektikem PbBi. Pro hodnocení byla použita data z analýzy vzorků z laboratoří Centrum Výzkumu Řež. Hodnocení bylo provedeno dle americké normy ASTM E 1820-11 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness.

2 TECHNOLOGIE CHLAZENÍ JADERNÝCH REAKTORŮ TEKUTÝMI KOVY

2.1 Chlazení tekutými kovy

Pro chlazení reaktorů bylo historii použito několik vhodných kovů nebo jejich slitin a ty byly v historii užívány z hlediska vhodnosti pro daný reaktor a také z hlediska technické a ekonomické proveditelnosti. Zde je výčet některých projektů pro každý kov používaný v systémech chlazení reaktoru od historie po současnost.

2.1.1 Rtuť

Clementine byl první reaktor chlazený tekutým kovem, rtuť. Jednalo se o rychlý výzkumný reaktor provozovaný v Los Alamos National Laboratory, Nové Mexico. Clementin byl postaven a spuštěn v roce 1946. Při maximálním výkonu dosahoval 25 kWt a jako palivo složilo kovové Plutonium, maximální teplota aktivní zóny byla 135 °C. Základním cílem byl výzkum jaderných vlastností materiálů pro atomové bomby po skončení projektu Manhattan. Rtuť ovšem způsobovala problémy s provozem, neboť její výpary jsou jedovaté, zejména proto nedošlo k rozšíření použití rtuti jako chladiva. [1]

2.1.2 Sodík

Sodík byl použit pro chlazení mnoha reaktorů avšak překážkou v jeho masovém vyžití je jeho prudká reakce s vodou, uvolněním vznešlivého vodíku a hoření při styku se vzduchem. Primární okruh je zpravidla bez vysokého tlaku plněn kapalným sodíkem, sekundární okruh je také plněn sodíkem až terciální okruh obsahuje parogenerátory a vzniklá pára je vedena na vstup turbíny. Tato konstrukce má zajistit zvýšení bezpečnosti snížením pravděpodobnosti průniku vody do sodíkem plněného primárního okruhu.

2.1.2.1 Rusko

Ruský reaktor BN-600 postavený v lokalitě Belayarsk-3 byl uveden do provozu v roce 1980, jeho elektrický výkon je 560MWe a konstrukce vychází z předchozího typu BN-350 postaveném v lokalitě Aktau, je doposud v provozu. Ve stejné lokalitě byl postaven také reaktor BN-800 s vyšším výkonem, ve kterém bylo dosaženo první kritičnosti v červnu 2014.[2]

2.1.2.2 Čína

Dalším reaktorem chlazeným sodíkem byl China Experimental Fast Reaktor, jedná se o experimentální reaktor bazénového typu o tepelném výkonu 65 MW a byl poprvé spuštěn v roce 2010.[3]

2.1.2.3 USA

Fermi 1 byl reaktorem USA poprvé spuštěným v roce 1963 a byl definitivně odstaven v roce 1972. V roce 1966 došlo k havárii kvůli zablokování průtoku částí reaktoru a roztavení dvou palivových tyčí, po opravě a vyčištění byl dále provozován.[7]

2.1.2.4 Velká Británie

Dounreay Fast Reactor byl projektem Velké Británie o výkonu 14MWe. Poprvé byl reaktor spuštěn v roce 1959. Chlazení bylo řešeno pomocí slitiny sodíku a draslíku, výhodou tohoto chladiva je že zůstává kapalné i při pokojové teplotě.[8]

2.1.2.5 Japonsko

Jedním z Japonských projektů je Experimentální Fast Breeder Reaktor MONJU o výkonu 246 MWe, který byl poprvé připojen do elektrické soustavy v roce 1995, ale byl odstaven po havárii s únikem sodíkového chladiva jen tři měsíce po spuštění reaktoru.[4] Japan Atomic Energy Agency, která vlastní tento reaktor, projevuje snahu o znovuspuštění reaktoru, ale stále se potýká se značnými problémy s únikem sodíku.[5]

2.1.2.6 Indie

Fast Breeder Test Reaktor v lokalitě Kalpakkam v Indii s elektrickým výkonem 13 MWe byl poprvé spuštěn v roce 1985. Jedná se o testovací reaktor na jehož základu byl postaven další reaktor Prototype Fast Breeder Reaktor s výkonem 500MWe. [6]

2.1.2.7 Francie

Francouzským projektem reaktoru chlazeným sodíkem je Phénix v lokalitě Marcoule s elektrickým výkonem 130 MWe. Poprvé byl reaktor spuštěn v roce 1973 a definitivně odstaven v roce 2009. V roce 1976 byl poprvé spuštěn větší prototyp toho reaktoru Superphénix ovšem byl definitivně odstaven v roce 1998 z důvodu přílišné

neekonomičnosti.[26]

2.1.2.8 Německo

SRN 300 byl Německý projekt rychlého reaktoru chlazeného sodíkem v lokalitě Karlsruhe, projekt byl započat v roce 1960, v roce 1965 přistoupilo k projektu Nizozemí a o rok později Belgie. Kvůli politickým průtahům byl však reaktor dokončen až v roce 1985, ale nebyl nikdy spuštěn. V roce 1991 bylo rozhodnuto o definitivním zastavení projektu.[9]

2.1.3 Olovo

Historie reaktorů s rychlými neutrony chlazenými eutektikem olova a bismutu sahá do období studené války. Čisté olovo má vysokou teplotu tání 327,5 °C, je proto velmi obtížné udržovat ho na této teplotě při výměně paliva. Stejné problémy nastanou při použití čistého bismutu (teplota tání 271,5°C). Eutektikum slitiny olova a bismutu je slitina o obsahu 55,5% objemu bismutu, toto eutektikum má teplotu tání 124 °C. Níže je výčet některých uskutečněných i plánovaných projektů pro stavbu reaktorů chlazených směsí olova a bismutu.

2.1.3.1 Rusko

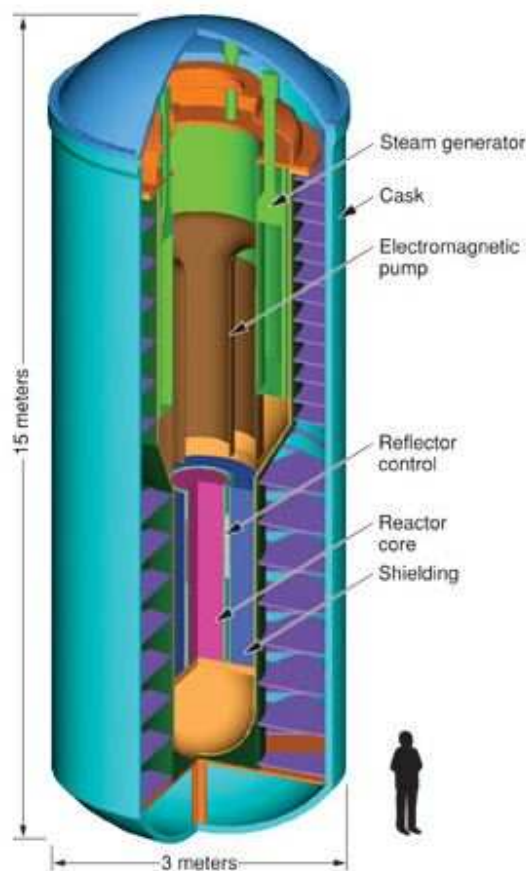
V Rusku byl vývoj zaměřen na vývoj jaderných ponorek. Rychlé reaktory chlazené tekutým kovem mají vysoký tok hustoty energie a jsou tedy velmi kompaktní a vhodné pro ponorky a lodě. První ruská ponorka s dvojicí reaktorů VT-1 byla spuštěna v roce 1963.[10] Šlo o ponorku K-27 (třída November). Dalšími reaktory použitými v ponorkách byly BM-40 a OK/550 v ponorkách třídy Alfa, které se vyznačovali vysokou maximální dosažitelnou rychlostí. Velký problém u těchto reaktorů však nastával v přístavu, neboť bylo nutné udržení reaktorů při teplotě nad 124°C. Z počátku to bylo zajišťováno pomocnou lodí s vlastním reaktorem, později v osmdesátých letech se od upustilo od přihřívání ponorek a bylo rozhodnuto reaktor nechat běžet nepřetržitě. To ovšem znamenalo že v ponorce musela být neustále přítomná posádka. To byl jeden z důvodů proč byly tyto ponorky vyřazeny koncem osmdesátých let. Tyto reaktory byli konstruovány s dostatečným obohacením pro celou životnost ponorky, tedy nebyly konstruovány pro výměnu paliva.

BREST-300 je projektem ruské společnosti IKIET a jedná se o olovem chlazený rychlý reaktor s výkonem 300 MWe a má se stát základem pro reaktory o vyšším výkonu BREST-1200.[11]

SVBR-100 je projekt rychlého reaktoru chlazeného směsí olova a bismutu s výkonem 100 MWe, schopný používat MOX palivo. Jedná se o modulární reaktor jenž má být v případě potřeby vyššího výkonu zapojován paralelně s dalšími reaktory stejného typu. Plánovaná životnost reaktoru je 60 let s výměnou paliva každých 7 až 8 let. První reaktor by měl být spuštěn v roce 2018 v lokalitě Dimitrovgrad.[13]

2.1.3.2 USA

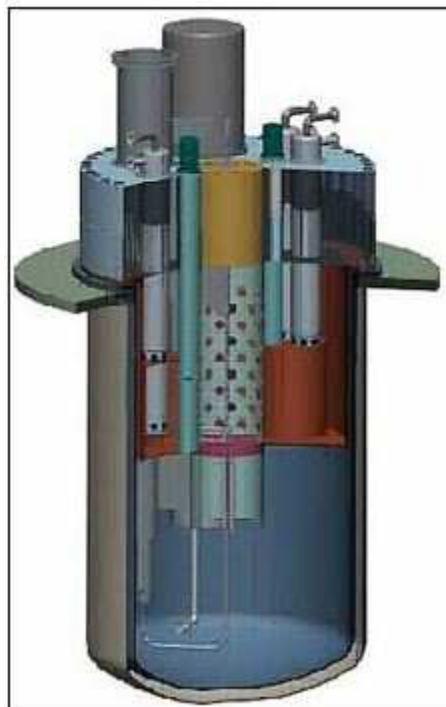
SSTAR je zkratka pro Small Sealed Transportable Autonomous Reactor.[14] Na tomto projektu spolupracují laboratoře Lawrence Livermore, Los Alamos and Argonne National Laboratories Spojených Států Amerických. Tento reaktor má být samostatnou jednotkou, která má poskytnout levnou elektřinu, teplo a čerstvou vodu. Pokud bude vyžadována údržba nebo výměna paliva, bude reaktor vždy přesunut zpět do výrobního zařízení, z důvodu zabránění šíření jaderného materiálu. Výkon reaktoru bude od 10 MWe do 100 MWe a bude chlazen kapalným olovem. V novém reaktoru by mělo být dostatek štěpného i plodivého materiálu pro provoz až 30let. První prototyp reaktoru by měl být spuštěn v roce 2015 a má sloužit k licencování.



Obr. 1 Vertikální řez reaktorem SSTAR [14]

2.1.3.3 Belgie

MYRRHA, plným názvem je Multi-purpose Hybrid Research Reator for High-tech Applications, je projekt Belgian Nuclear Research Centre a měl by být v provozu na plném výkonu kolem roku 2025.[16] Jde o flexibilní reaktor s rychlými neutrony s výkonem 50 až 100 MWt, který je koncipován jako systém řízený urychlovačem (accelerator driven system - ADS). Cílem projektu je demonstrovat funkci ADS technologie, výzkum transmutace vysoce aktivního odpadu, testování materiálů a pokročilých paliv pro ADS a reaktory Generace IV. Dále má posloužit k ověření základních a aplikovaných výsledků výzkumů provedených na vysokoenergetických protonových urychlovačích. [15]

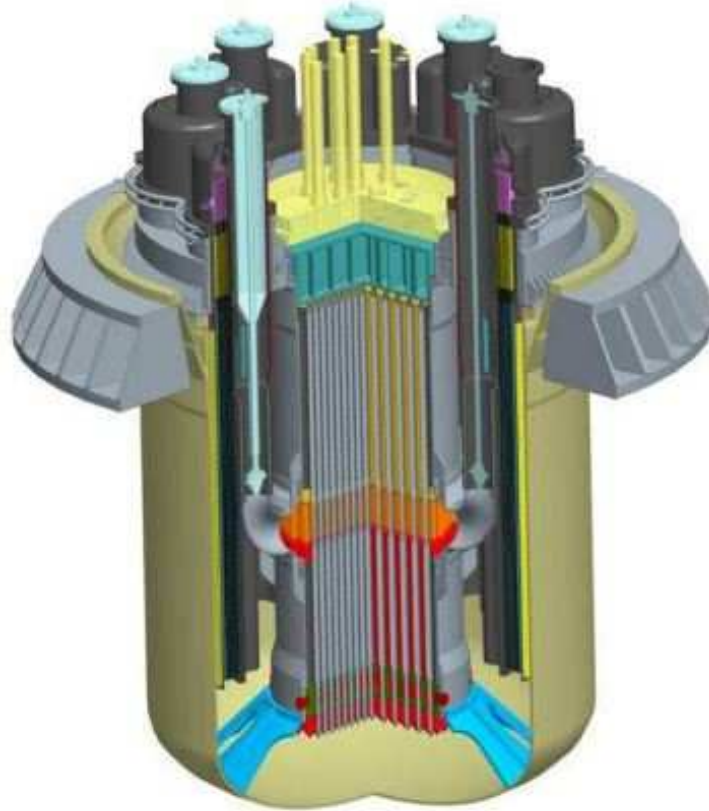


Obr. 2 Vertikální řez reaktorem MYRRHA/XT-ADS [15]

2.1.3.4 Evropa - Rumunsko

Advanced Lead Fast Reactor European Demonstrator, zkráceně ALFRED, je projekt na němž se podílí 16 evropských organizací pod vedením italské společnosti Ansaldo Nucleare.[17] Jde o reaktor bazénového typu s tepelným výkonem 300 MWt, který bude chlazen tekutým olovem, v sekundární smyčce bude voda a přehřátá vodní pára, díky čemuž by se měla účinnost pohybovat kolem 41%. V reaktoru bude používáno MOX palivo. Stavba reaktoru

ALFRED započne v roce 2017, v lokalitě Pitesti v Rumunsku a reaktor by měl být připraven k provozu v roce 2025.[18] Cílem projektu je ověřit předpoklady a pomoci odhalit a vyřešit hlavní technologické problémy.



Obr. 3 Vertikální řez reaktorem ALFRED [19]

3 SOUČASNÉ POZNATKY O PŘÍČINÁCH KŘEHNUTÍ TEKUTÝMI KOVY

Křehkost způsobená tekutými kovy (Liquid Metal Embrittlement - LME) je jev vyskytující se u kovových součástí v prostředí tekutých kovů, v důsledku působení prostředí dochází ke snížení tažnosti a kvazi-štěpnému lomu. Prasknutí součásti z důvodu působení tekutých kovů je méně časté než z dalších příčin jako jsou únava, vodíkové křehnutí nebo korozní praskání pod napětím. K výskytu LME dochází částečně z důvodu malého povědomí a částečně z nedostatku znalosti podmínek vhodných pro jeho vznik. Kvazi-štěpný lom se může projevit během zpracování oceli nebo během provozu, pokud tahové napětí překročí prahovou hodnotu a ocel je v přímém kontaktu s tekutým kovem.[27] Existují dvě základní podmínky vzniku LME, první z nich je aby tekutý kov smáčel přímo kovový povrch součástí bez

ochranných vrstev a druhá je dosažení potřebného napětí, které způsobí lokalizovanou plastickou deformaci. Křehkost se však projevuje pouze po dobu kontaktu tekutého kovu s materiálem součásti, v případě že tato podmínka není splněna (oxidace povrchu, změna prostředí,..) křehkost nenastává. [23]

3.1 Náchylnost oceli k LME dle prostředí a vlastností vzorku

Citlivost oceli vůči LME lze posuzovat z mnoha hledisek jakými jsou, mikrostruktura, teplota, geometrie, režim zatížení a deformační rychlost

3.1.1 Mikrostruktura

LME se obecně více projevuje u ocelí s vysokou pevností, stejně jako jsou tyto oceli náchylnější k vodíkovému křehnutí. Vztah mezi náchylností k LME a mikrostrukturou často závisí na materiálu a testovací podmínkách, ale lze pro některé materiály říci že náchylnější jsou oceli s většími zrny a zatímco materiály po tváření za studena jsou odolnější. U materiálů s většími zrny a rovinným skluzem je LME pravděpodobnější, zřejmě z důvodu větší koncentrace napětí na hranici zrn, respektive na pásmu skluzu, pak je zapotřebí nižší napětí pro iniciaci trhliny v těchto místech. Při tváření za studena dochází k vzniku vláknité struktury a to poté vede ke vzniku více zakřivené interkrystalické lomové cestě. Vysokopevnostní oceli jsou náchylné k napadení LME zvláště z důvodu zvýšené přítomnosti příměsí (např. Sb a Sn) na hranicích zrn.

3.1.2 Teplota

Ke projevu LME častěji dochází v oblasti teplot blízkých bodu tání kovu, který LME způsobuje. S rostoucí teplotou se náchylnost k LME snižuje, zřejmě v důsledku relaxace napětí na potenciálně vhodných místech pro iniciaci trhliny, ke které dochází snáze při vyšší teplotě. LME může nastat i pod hranicí teploty tání kovu způsobujícího křehnutí pokud existují eutektické formy mezi tekutým kovem a materiálem součásti.

3.1.3 Geometrie součásti, režim napětí, deformační rychlost

Získaná data naznačují že pro vznik LME mají geometrie, režim zatížení a napjatost podobný efekt jako pro vodíkové křehnutí. Například se dá předpokládat vznik LME u vzorku s vrubem, rovinná deformace je závažnější než rovinná napjatost a cyklické zatížení je horší než stálé zatížení. Vznik LME je také častější při vyšších napětích, zvláště u materiálů

vykazujících zvýšení napětí na mezi kluzu při zvyšování rychlosti deformace.

3.2 Metalografická a fraktografická charakteristika LME

Při kvazi-štěpném lomu v důsledku působení tekutého kovu dochází ke vzniku lomu, který vykazuje vlastnosti křehkého lomu, s interkrystalickým a transkrystalickým povrchem trhliny pro široké rozmezí jinak běžně tažných materiálů. Kvazi-štěpný interkrystalický lom převažuje pro materiály s kubickou plošně centrovanou mřížkou (fcc) a s kubickou prostorově středěnou mřížkou (bcc), ale podstatná část transkrystalických lomů vzniká u materiálů s hexagonální těsně uspořádanou mřížkou (hcp). Obecně se dá říci že LME tvoří převážně interkrystalické lomy. Mělké důlky, tvárné hřbety a skluzové linie jsou přítomny na povrchu kvazi-štěpného interkrystalického a transkrystalického lomu u většiny materiálů. LME ve vysokopevnostních ocelích obvykle v lomu nemá přítomnou žádnou makroskopickou známku plasticity, ale citlivé techniky mohou odhalit plastické oblasti kolem lomu. Naproti tomu v interkrystalických a transkrystalických lomech nízkopevnostních materiálů jsou často přítomny velké plastické oblasti.

3.3 Detekce kovů způsobujících LME na ploše lomu

Ve většině případů je možné vidět film nebo kapičky kovu způsobujícího LME na povrchu lomu pouhým okem nebo binokulárním mikroskopem. V případě že není znám původ kovu je vhodné použít energetickou dispersní analýzu pomocí rentgenového záření (EDXA). Slabé vrstvy kovu způsobujícího křehnutí je možné snadno detekovat pomocí augerovy elektronové spektroskopie (AES), rentgenovou fotoelektrickou spektroskopií (XPS) a hmotnostní spektrografií sekundárních iontů (SIMS), neboť vzorkovací hloubka těchto metod je 1-2 nm. Nicméně někdy může být nezbytné odstranění filmů tvořených atmosférickou kontaminací pro odhalení spodních vrstev kovu způsobující kvazi-štěpný lom. Mezi tekutým a pevným kovem někdy dochází k tvorbě slitin a sloučeniny vzniklé z toho procesu mohou být přítomny na povrchu součásti. Pokud je teplota dostatečně vysoká mohou se některé těkavé kovy, jakým je například rtuť, odpařit. Byla-li součást jen částečně nalomena v důsledku působení LME, po ochlazení může dojít k prodloužení trhliny nebo úplnému roztržení součásti z důvodu tuhnutí tenké vrstvy kovu trhlíně.

3.4 Mechanismy vzniku LME

Jsou známi dva mechanismy vzniku LME, které se liší hlavně dle vzájemné rozpustnosti materiálu a prostředí.

3.4.1 LME způsobené adsorpcí

Adsorpce atomů z prostředí na povrchu s koncentrátorem napětí a trhlinou je nejčastější důvod vzniku kvazi-štěpného lomu, zejména mají-li tekutý a pevný kov malou vzájemnou rozpustnost a nevytvářejí intermetalické sloučeniny. Poškození nebo odstranění oxidické nebo jiné ochranné vrstvy je nezbytné pro úspěšnou adsorpci, přičemž však nedochází k difuzi. Po odstranění napětí se u takto předexponovaného vzorku v prostředí tekutého kovu neprojeví LME. Adsorpce atomů z prostředí na povrchu zřejmě vede ke změnám v elektronové hustotě a následně k oslabení meziatomárních vazeb mezi atomy základního materiálu do vzdálenosti několika atomových vrstev. Nicméně detaily tohoto jevu nejsou zatím zcela odhaleny a není možná predikovat, které kovy budou podléhat křehnutí v daných tekutých kovech. Výzkumné týmy pracující na LME kolem roku 1970 došli k závěru, že adsorpce snižuje napětí potřebné pro překonání koheze v místech vzniku trhlin, tedy dochází k atomárně kvazi-štěpnému lomu. Nicméně další detailní metalografické a fraktografické studie poukázali na přítomnost důlků v lomu a na skluzu v rovině protínající lom. To vedlo k úsudku, že adsorpce napomáhá k injekci dislokací do bodu lomu a pak tedy dochází k růstu trhliny více lokalizovaným splynutím mikroductin, které se projevuje v inertním prostředí.

3.4.2 LME způsobené difuzí a dalšími procesy

Difuze atomů z prostředí do materiálu součástí podél hranic zrn ("smáčení hranic zrn") často nastává v systémech, kde je tekutý kov poměrně nerozpustný v pevném kovu, ale pevný kov je značně rozpustný v kovu prostředí. Tento způsob vzniku LME pak vede ke vzniku tekutého filmu na hranicích zrn a následné působení napětí vede k rozdělení materiálu na jednotlivá zrna. Tento jev může být vhodný při studiu morfologie zrn a kavitace na hranicích zrn způsobené předchozí deformací. Například difuze po hranicích zrn v nerezavějící oceli vede ke vzniku sloučeniny Ni-Zn, které vede k úbytku niklu na hranici zrn. V souvislosti s touto změnou dochází k lokální přeměně struktury z austenitické na feritickou, zvětšení objemu, růst napětí a praskání.

V kapalných prostředích obsahujících alkalické kovy, která jsou často přítomna v jaderných

zařizování, může docházet k přenosu intersticiálních prvků, jako je uhlík, vodík a kyslík, mezi kapalinou a materiálem, které způsobí změnu mechanických vlastností. Reakce mezi některými kapalnými a pevnými materiály produkuje křehké intermetalické sloučeniny nebo dochází k selektivnímu rozpouštění oceli čímž se usnadní vznik trhliny.

4 EXPERIMENTÁLNÍ PROCEDURA K MĚŘENÍ LOMOVÉ ODOLNOSTI Z JEDNOHO ZKUŠEBNÍHO TĚLESA

Cílem této metody je zjištění lomové houževnatosti kovových materiálů pomocí parametrů K , J a CTOD. Lomová houževnatost může být vyhodnocena buď jako J - R křivka nebo jako bodová hodnota. Cílem této metody je zatížit vzorek s předem připravenou únavovou trhlinou a vyvolat buď nestabilní prodloužení trhliny zvané "lomová nestabilita" nebo stabilní prodloužení zvané "stabilní trhání". Lomová nestabilita vede ke zjištění bodové hodnoty lomové houževnatosti v bodě nestability. Stabilní trhání vede ke zjištění vztahu mezi lomovou houževnatostí a prodloužení trhliny, " J - R křivka". Stabilní trhání přerušené nestabilitou vede k J - R křivce ukončené bodem nestability. Tvorba J - R křivky popsána touto metodou pro ohybově testované vzorky (SE(B),C(T) a DC(T)) je konzervativní vzhledem k výsledkům z konfigurací s tahovým zatížením. Měřené hodnoty mohou být ovlivněny velikostí vzorku.

4.1 Obecná doporučení

Je možné provést dva způsoby měření, základní metoda a metoda křivky odolnosti.

4.1.1 Základní metoda

Základní metoda zahrnuje fyzikální označení trhlin předem a je použito více vzorků k vytvoření grafu, ze kterého je možno vyhodnotit počáteční hodnotu houževnatosti

4.1.2 Metoda křivky odolnosti

Jedná se o metodu kde je mnoho bodů zjištěno z jediného vzorku. V tomto případě je nutná vysoká přesnost rozlišení signálů měření. Tato data mohou také být použity k vytvoření J - R křivky.

4.1.3 Přístrojové požadavky

Pro úspěšné provedení měření je zapotřebí kontinuální měření síly a posuvu nebo otevírání trhliny, případně obou těchto hodnot. Pokud dojde k trhání, je získána J - R křivka a mělo by být získáno mnoho stabilních bodů při pomalém prodlužování trhliny. Data mohou být sbírána přímo do počítače nebo vykreslovaná do grafu automatickým plotrem.

4.1.3.1 Měření posuvu

Posuv je nutno měřit pro vyhodnocení P_Q pro výpočet K_{Ic} , pro výpočet plochy z grafu závislosti síly na posuvu, CTOD z grafu závislosti síly na rozevření trhliny a pro elastickou srovnávací metodu určení prodloužení trhliny. Přesnost měření by měla být $\pm 1\%$ z celkového měřicího rozsahu.

4.1.3.2 Měření síly

Zatěžující síla může být měřena každým siloměrem který je schopen kontinuálního záznamu. Přesnost záznamu by měla být $\pm 1\%$ měřicího rozsahu.

4.1.3.3 Měření rozevření trhliny

Pro měření rozevření trhliny (CTOD) je třeba speciální úpravy vzorku, vytvoření ostrých břitů pro přesný dotyk měřících lamel. Tyto břity mohou být přišroubovány nebo též bodově přivařeny ke vzorku. Přesnost by se měla být $\pm 1\%$ z pracovního rozsahu.

4.1.4 Upevnění vzorku

Je vhodné aby vzorek byl uložen na valivých podkladech pro přímý ohybový vzorek a na otočných čepech pro CT (compact test) vzorky. Tyto volné podpory umožňují mírný pohyb a eliminují nežádoucí vlivy tření mezi vzorkem a ložem. Je nutné aby jak během testu tak během přípravy (tj. tvorby únavové trhliny) byl vzorek upnut rovnoměrně aby trhlina mohla růst co nejrovnoměrněji.

4.1.5 Příprava vzorku

4.1.5.1 Tvar vzorku

Využívají se tři základní typy vzorků jejichž tvar je dán normou Single Edge SE(B), Compact C(T) a Disk-Sharped Compact DC(T). Jejich rozměry jsou jednotkové, odvozené od hlavního

rozměru. Ve speciálních případech je možné volit vzorky se zvláštními rozměry, pokud jsou splněny kvalifikační rozměry. Je vhodné použít jeden ze tří předepsaných vrubů zakončených klínem, odvratným otvorem nebo rádiusem. Pro usnadnění tvorby únavového lomu na nízkých úrovních intenzity napětí je doporučený rádius na konci V vrubu roven 0,08mm nebo méně. V případě drážky zakončené otvorem bude nutné vytvořit ostrý koncentrátor napětí na konci vrubu.

4.1.5.2 Tvorba únavové trhliny

Ve všech vzorcích by měla být cyklována únavová trhlina. Zkušenosti ukazují že je obtížné získat reprodukovatelný ostrý, úzký, obrobený zářez, který přijatelně simuluje přírodní trhlinu pro získání výsledků testů lomové houževnatosti s dostatečnou přesností, z toho důvodu je cyklování doporučováno. Nejeftivnější pro tento účel je úzký zářez, ze kterého vychází krátká únavová trhlina. Tato trhlina je vytvořena cyklickým zatěžováním vzorku s vrubem počtem cyklů obvykle mezi 10^4 až 10^6 , počet cyklů závisí na velikosti vzorku, připraveném vrubu a intenzitě napětí. Rozměry vrubu, únavového lomu a ostrost únavového lomu musí splňovat určité podmínky, které mohou být snadno splněny u většiny konstrukčních materiálů, neboť je snazší kontrolovat růst únavové trhliny omezíme-li vliv známých faktorů. Nicméně jsou zde některé materiály, které jsou příliš křehké než aby mohly být podrobeny tvorbě únavové trhliny, neboť prasknou ihned po začátku cyklování, tyto materiály nelze testovat touto metodou.

Celková délka trhliny (součet celkové průměrné délky drážky na začátku testu a únavové trhliny) by měla ležet mezi 0,45 až 0,70W pro vyhodnocování J a δ , ale je zde zakázaný rozsah rozměrů 0,45 až 0,55W pro vyhodnocování K_{Ic} . Při cyklování trhliny je třeba použít takové zařízení, aby rozložení napětí bylo rovnoměrné po celé tloušťce vzorku, jinak nebude trhlina růst rovnoměrně. Samozřejmě napětí by mělo být rovnoměrné i v průběhu testu, aby nedošlo k abnormálnímu růstu trhliny a výsledky testu nebyly ovlivněny. Faktor intenzity napětí K by měl být znám s nejistotou menší než 5%. Přípravky pro upevnění při cyklování by měli být vyrobeny se stejnou tolerancí jako přípravky pro testování.

Přípustné hodnoty síly při cyklování únavové trhliny jsou omezeny dodržáním maximální intenzity napětí použité při cyklování, K_{MAX} , která by měla být výrazně pod hodnotou lomové houževnatosti. Cyklování únavové trhliny by mělo být provedeno při stejné teplotě a podmínkách jaké budou použity při testování. Žádné další úpravy mezi únavovým

cyklováním a testováním nejsou dovoleny. Existuje několik způsobů včasného zahájení růstu trhliny: použitím velmi ostrého vrubu, použitím zámkového vrubu, statickým předeprnutím vzorku takovým způsobem, že vrub je stlačen v rovině kolmé k rovině zamýšleného lomu nebo použitím záporného poměru únavové síly, díky těmto metodám by mělo dojít k rychlejší iniciaci trhliny. Maximum tlakové síly by nemělo překročit P_m . Hodnoty P_m jsou rozdílné pro různé typy vzorků a vzorce pro jejich výpočet jsou uvedeny v normě E1820-11.

Tvorba únavové trhliny může být řízena pomocí kontroly síly nebo posunutím. Je-li cyklující síla udržována konstantní, maximální K bude zvyšovat délku trhliny; je-li udržován posuv konstantní nedojde k prodlužování únavové trhliny. Počáteční hodnota síly by neměla překročit P_m . Začátek únavového cyklování je obvykle se sinusovým průběhem síly a blízko k nejvyšší možné frekvenci. Není popsán žádný známý vliv frekvence na vznik únavové trhliny při frekvenci nižší než 100Hz, pokud není přítomno žádné nepříznivé prostředí. Vzorek by měl být pečlivě sledován během vzniku trhliny, není-li pozorován vznik trhliny z obou stran ve stejný okamžik, je nutné cyklování zastavit a zjistit příčinu nesymetrického vzniku trhliny. Někdy jednoduché otočení vzorku může vyřešit daný problém.

Délka únavové trhliny měřena od obrobeného vrubu by neměla být méně než $0,05B$ a ne méně než 1,3 mm pro široký vrub a ne méně než $0,025B$ a ne méně než 0,6 mm pro úzký vrub. Tvorba cyklovaného lomu by měla být alespoň ve dvou fázích. Pro první fázi by měl být maximální faktor intenzity napětí limitován:

$$K_{MAX} = \left(\frac{\sigma_{YS}^f}{\sigma_{YS}} \right) (0,063 \sigma_{YS}^f MPa\sqrt{m}) \quad (4.1)$$

Maximální síla by měla být známa s přesností $\pm 5\%$. Průběh tvorby únavového lomu by měl být prováděn s tak malým K_{MAX} , jak jen je vzhledem k časové náročnosti rozumné. Pro některé hliníkové slitiny a vysokopevnostní oceli může být únavová síla velmi vysoká, zde je vhodné začít s hodnotou síly odpovídající $0,7K_{MAX}$ a pokud trhlina nebude růst ani po 10^5 cyklech je vhodné zvýšit zatížení. Pro druhou fázi, která by měla obsahovat tvorbu alespoň 50% únavové trhliny nebo 1,3 mm pro široký vrub, respektive 0,6 mm pro úzký vrub, je možné aplikovat K_{MAX} dle následující rovnice:

$$K_{MAX} = 0,6 \frac{\sigma_{YS}^f}{\sigma_{YS}} K_F \quad (4.2)$$

$$K_F = \sqrt{\frac{EJ_F}{(1-\nu^2)}} \quad (4.3)$$

Mezi těmito fázemi může být více fází se středními hodnotami zatížení.

Boční drážky jsou doporučeny, když je předpoklad použití porovnávací metody velikosti trhliny. Vzorek také může mít drážky, které pomohou udržet rovnou linii lomu. Ovšem celkové snížení tloušťky by nemělo přesáhnout $0,025B$, bylo zjištěno že snížení tloušťky o $0,20B$ funguje velmi dobře pro většinu materiálů. Drážky by měly mít úhel nižší než 90° a rádius na hrotu drážky by měl být $0,5 \pm 0,2 \text{ mm}$. Pro vytvoření téměř rovného únavového lomu by měly být drážky vyrobeny až po vytvoření únavové trhliny. B_N je minimální tloušťka vzorku měřená od základů drážek.

4.1.6 Příprava testu

Před testem je třeba přeměřit hlavní rozměry, B_N, B, W, H^* . Po testu ještě změřit délky lomů b_0, b_f . Měření je vhodné provést na optickém mikroskopu s dostatečnou přesností. Vzorek by měl být na testovací teplotě držen alespoň po dobu 30min/25 mm tloušťky vzorku před začátkem testu a to s přesností $\pm 3^\circ\text{C}$. Teplota vzorku by měla být měřena v průběhu testu s přesností $\pm 3^\circ\text{C}$, a to ve vzdálenosti $W/4$ od trhliny. Teplota během testu by měla být stálá s odchylkou $\pm 3^\circ\text{C}$.

Při ohybovém zkoušení Single Edge Bend SE(B) vzorku je třeba dbát na to aby zatěžující síla procházela středem mezi podporami s přesností $\pm 1\%$ vzdálenosti mezi osami otočných podpor. Také je třeba se ujistit že vzorek bude během testu umístěn, tak aby se trhlinka nacházela ve středu mezi podporami s přesností $\pm 1\%$. V případě že je posunutí monitorováno přímo zatěžujícím strojem, je možné, že se objeví chyby ze dvou zdrojů. Jedním z nich je deformace uložení stroje, která se objeví s rostoucí silou a je přičítána k posunutí. Pokud je použit vzdálený snímač posunutí, dbejte na to aby došlo k vyloučení elastického posunutí měření zatížení a posunutí při vzniku trhliny v jednotlivých bodech zatížení.

Při měření pomocí kompaktních vzorků Compact C(T) a Disk-Sharped Compact DC(T) mohou upínací čepy a excentricita v zatížení vést k chybám ve vyhodnocování lomové houževnatosti. Střed horního a dolního čepu by neměli mít odchylku od osy více než $0,25 \text{ mm}$. Střed vzorku by měl být uložen s přesností $0,76 \text{ mm}$ vzhledem k otvorům čepů. Umístěte

měřič rozevření na nožové hrany vzorku s mírným napružením měřících lamel.

4.1.7 Průběh testu

4.1.7.1 Základní metoda

Zatěžujte všechny vzorky za současného měření posunutí lamelami měřidla, příčnicku stroje nebo měřením posunutí pohonu. Základní metoda zahrnuje zatěžování vzorků do vybraných bodů posunutí a určení prodloužení trhliny, které se objevilo během zatěžování. Zatěžování vzorků provedeme při konstantní rychlosti tak, že doba potřebná k dosažení síly P_m je mezi 0,3 až 3 minuty. Jestliže test skončí lomovou nestabilitou, změřte počáteční trhlínu a jakýkoliv tvárný růst trhliny při testu. Může být obtížné rozlišit tvárnou část lomu, ale měla by být definována z jedné strany únavovou trhlínou a z druhé strany kvazi-štěpným lomem. Pokud dochází ke stabilnímu trhání testujeme další vzorky ke zjištění počáteční hodnoty houževnatosti. Pět či více příznivě umístěných bodů je potřebných pro vytvoření J - R křivky a určení počátečního bodu.

4.1.7.2 Metoda tvorby křivky odolnosti

Zde je popsána metoda zatěžování a odlehčování, tzv. elastická porovnávací metoda. Touto metodou byly vyhodnoceny vzorky M12 a M13. Normalizační metoda použitá pro výpočet v této práci je popsána níže v kapitole 5.3.

Tato metoda zahrnuje použití elastické porovnávací metody nebo dalších metod k získání J nebo CTOD křivky odolnosti z jediného vzorku. Zatěžujeme vzorek za současného měření posunutí lamelami měřidla, příčnicku stroje nebo měřením posunutí pohonu. Zvyšujeme zatížení takovou rychlostí, aby k dosažení síly P_m došlo přibližně po 0,3 až 3 min. Čas potřebný pro zatížení a odlehčení vzorku by měl být dle potřeby s ohledem na velikost vzorku ale neměl by být delší než 10 minut. Každý vzorek se vyhodnocuje zvlášť, vezmeme tedy jeden vzorek a provedeme hodnocení délky trhliny.

K určení počáteční délky trhliny a_0 , začneme měření sekvencí odlehčování/zatěžování s hodnotami sil od 0,5 do 1,0 násobku maximální síly pro únavový lom. Stanovte provizorní počáteční délku trhliny a_{0q} z alespoň tří odlehčovacích/zatěžovacích sekvencí. Žádná hodnota by se neměla lišit od průměru více než $\pm 0,002W$. Pokračujte v testu použitím odlehčovací/zatěžovací sekvencí, které dávají hodnoty růstu trhliny v intervalech stanovených

platnou částí dat pro analýzu. Pamatujte, že je potřeba alespoň osm bodů s hodnotami dříve, než vzorek dosáhne maximální síly. Je-li zde obava z nestabilního lomu, může být užitečné zatěžovat vzorek monotónně v rozsahu $P_m < P < P_Q$. Pokud se hodnoty velikosti mění záporně více než $0,005a_0$ zastavte test a proveďte kontrolu vyrovnání upínacích přípravků. Hodnoty délky trhliny, získané na síle nižší než je maximální cyklovací síla, by měli být ignorovány. V mnoha materiálech může docházet k relaxaci pod zatížením, vedoucí k časově závislé nelinearitě v odlehčovací části dat. Metoda, kterou lze použít k nápravě toho efektu, je udržovat vzorek po určitou dobu zatížený dokud se síla neustálí na konstantním posunutí, před následným odlehčením. Maximální doporučený rozsah odlehčení/zatížení pro měření prodloužení trhliny by neměl překročit nižší hodnotu z následujících buď 50% síly P_m nebo 50% aktuální síly. Po ukončení posledního odlehčovacího cyklu odlehčete na nulu bez dalšího posouvání příčnicku stroje za hranici aktuálního maximálního posunutí.

Mohou být použity další metody měření růstu trhliny jako je měření poklesu elektrického potenciálu. Tato metoda byla použita při měření vzorků M1 až M6. Jsou-li použity alternativní metody pro získání J_{Ic} alespoň jeden další, srovnávací vzorek by měl být testován při stejné testovací rychlosti a za stejných podmínek. Z alternativní metody by měl být určen bod prodloužení tvárné trhliny o 0,5 mm. Následně by mělo dojít k zatížení vzorku do tohoto bodu, trhlina ve vzorku by měla být označena (temperování), vzorek dolomen a tvárná trhlina změřena. Naměřená hodnota prodloužení trhliny by měla být $(0,5 \pm 0,25) \text{ mm}$, aby na základě těchto výsledků mohly být další výsledky vyhodnocovány dle této metody.

Jsou-li měření posunutí provedena v rovině jiné než v jaké je přítomno zatížení, měla by být na dalším vzorku prokázána schopnost odvodit posunutí v rovině zatížení za stejných podmínek a teploty. Odvozené hodnoty posunutí by měly být s přesností $\pm 1\%$.

4.1.8 Optické vyhodnocení délky trhliny

Po odlehčení zatížení je vhodné označit trhlinu následujícím způsobem. Pro ocel a slitiny titanu velmi dobře funguje teplené temperování při teplotě kolem 300°C po dobu 30 minut. Pro další materiály je možné použít únavové cyklování. Používání kapalných penetrantů není vhodné. Pro obě doporučené metody je počátek stabilního růstu trhliny označen plochou oblastí únavového lomu. Konec stabilního růstu trhliny je označen barevnou změnou po temperování nebo začátkem druhé oblasti únavového lomu. Dolomte vzorek pro odkrytí

trhliny, ale dbejte na co nejnižší dodatečnou deformaci vzorku. Podél začátku únavové trhliny a trhliny stabilního růstu změřte délku původní trhliny a fyzický konec trhliny v devíti bodech rovnoměrně vzdálených od centrální osy, přičemž krajní body jsou vzdáleny od povrchu vzorku $0,005W$. Vypočteme počáteční délku trhliny a_0 a konečnou délku trhliny a_p , tak že vypočteme nejprve průměr dvou krajních bodů a poté přidáme zbylých sedm naměřených hodnot a vypočteme průměrnou délku trhliny.

$$a_0 = \frac{\sum_{i=2}^8 a_{0i} + \frac{a_{01} + a_{09}}{2}}{8} \quad (4.4)$$

Vypočteme prodloužení trhliny

$$\Delta a_p = a_p - a_0 \quad (4.5)$$

Měřicí přístroj by měl mít přesnost $0,025$ mm. Žádná z devíti naměřených hodnot počáteční délky trhliny a konečné délky trhliny by se neměla lišit více než o $0,05B$ od průměrné délky trhliny.

4.2 Popis experimentů provedených v Centru výzkumu Řež

Byl jsem přítomen cyklování a testu dvou vzorků M8 a M9 provedených na vzduchu za pokojové teploty v laboratořích CV Řež. Další testy byly vzhledem k značné časové náročnosti prováděny bez mé přítomnosti. Vzorky M1 až M6 byly provedeny s metodou měření délky trhliny pomocí změny potenciálu za teploty 250 °C. Vzorek M15 byl testován v LBE při teplotě 350 °C.

4.2.1 Ocel T91

Ocel T91 je nerezavějící ocel, jenž bude použita pro vnitřní konstrukční části reaktoru v projektu MYRRHA. Zvažuje se též použití této oceli pro pokrytí palivových článků, bude tedy přímo vystavena záření neutronů a musí zajistit těsnost i po mnoha měsících provozu. T91 je ocel používaná hlavně pro parogenerátory, tlakové nádoby, kotlová tělesa a další zařízení kde stabilní provozní teplota dosahuje až 650 °C a je vystavena vlivu vody a vodní páry.

4.2.1.1 Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti oceli T91 se s průběhem teploty mění, vzhledem k malému rozdílu hodnot pro teplotu 200 °C a 300 °C, jsem hodnoty $R_{p0,2}$ a R_m pro teplotu 250 °C určil jako aritmetický průměr hodnot pro vyšší a nižší teploty.

T [°C]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]	$R. A.$ [%]	E [GPa]
20	580	708	21	78	210
200	511	616	18	79	-
250	507	618,5	-	-	-
300	503	621	20	75	185
350	459	557	18	73	-
500	464	498	19	85	165

Tabulka 1 Mechanické vlastnosti oceli T91[30][29]

4.2.1.2 Chemické složení

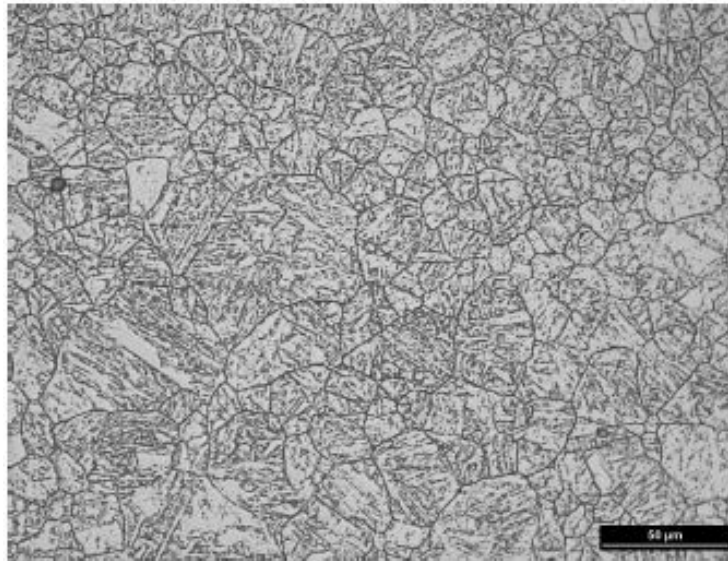
Feritické oceli obsahující chrom a molybden jsou známe pro své dobré mechanické vlastnosti. Mezi tyto oceli patří i ocel T91 obsahující 9% chromu, 0,9% molybdenu a malé množství vanadu a niobu a vyznačuje se lepšími mechanickými vlastnostmi v porovnání s dalšími např. austenitickými ocelemi, například AISI 316 nebo 304. T91 se vyznačuje vyšší pevností v oblasti teplot do 600 °C.[29] Chemické složení oceli T91 je uvedeno v Tabulce 2.

T91	Fe	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Nb	N	P	S	Al
%hm	Bal.	0,1	0,2	0,4	8,9	0,9	0,1	0,2	0,06	0,04	≤ 0,02	≤ 0,01	≤ 0,02

Tabulka 2 Chemické složení oceli T91[28]

4.2.1.3 Tepelné úpravy

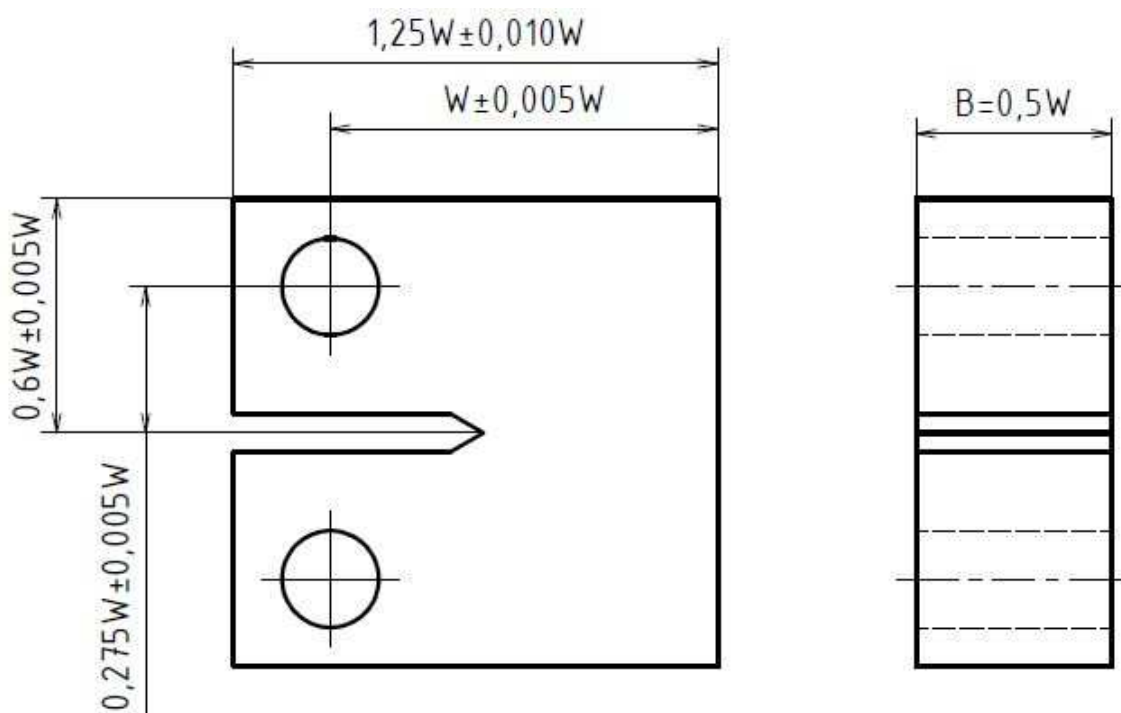
Ocel byla normalizována při teplotě 1050 °C po dobu patnácti minut, poté následovalo kalení do vody na pokojovou teplotu a temperování na teplotě 770 °C po dobu 45 minut následované dochlazením na vzduchu. Feriticko-martenzitická struktura oceli je viditelná na obrázku 4. Na obrázku jsou viditelné typické martenzitické lamely, společně s částečně viditelnými původními zrny austenitu. Velikost zrn byla v průměru 20 mikrometrů.



Obr. 4 Struktura martenziticko-feritické oceli T91[24]

4.2.2 Rozměr a typ vzorku

Pro vyhodnocení lomové houževnatosti byl zvolen kompaktní C(T) typ vzorku s rozměry dle normy pro $W = 25 \text{ mm}$. Další rozměry jsou viditelné z obrázku 5. Vzorky testované na vzduchu měly boční vruby o hloubce $1,25 \text{ mm}$ s vrcholovým úhlem 90° .



Obr. 4 Kompaktní C(T) vzorek z oceli T91 s $W = 25 \text{ mm}$

4.2.3 Tvorba únavové trhliny

4.2.3.1 Cyklování na vzduchu

Únavová trhlina byla vytvořena na rezonančním cyklovacím stroji, jenž zatěžuje vzorek střídavou silou. Rezonanční cyklovací stroj se vyznačuje nízkou spotřebou energie v porovnání s jinými zařízeními, jeho nevýhodou však zůstává že frekvence cyklování je závislá na tuhosti soustavy, tj. na typu a tvaru vzorku a se dá regulovat pouze skokově přidáváním závaží. Frekvence klesá s průběhem cyklování dle toho, jak se mění délky trhliny, která ovlivňuje tuhost. Cyklování probíhalo dle zkušeností personálu v několika fázích, tabulka s hodnotami z průběhu cyklování pro vzorek M8 je uvedena jako Příloha 1. Po nacyklování trhliny byly v bočních stranách obrobena drážky. Vzorky M8 a M9 byly drážkami opatřeny už před cyklováním.

4.2.3.2 Cyklování v olovu

Při cyklování v olovu byl vzorek umístěn do cely CALLISTO, která je umístěna v trhacím stroji. Cella CALLISTO je zařízení, podobné nádobě z nerezové oceli, jenž umožňuje provádět tahové zkoušky a zkoušky excentrickým tahem na tahovém stroji v různých prostředích za zvýšených teplot. Vzorek je v cele ponořen tak, že je celý včetně úchytů ponořen v LBE. Cella je naplněna eutektikem PbBi a vyhřívána na teplotu 450 °C s výdrží na této teplotě asi 20 hodin, aby došlo k rozpuštění oxidické vrstvy. Oxidická vrstva brání přímému kontaktu LBE s povrchem vzorku. Následovalo snížení teploty na testovací podmínky a cyklování trhliny v režimu kontroly síly. Vzhledem k tomu že při tomto testu není možné kontrolovat délku cyklované trhliny, bylo několik testů znehodnoceno prasknutím upínacího čepu, zřejmě z důvodu krátké únavové trhliny a vysoké síly v průběhu testu. Při cyklování byla obava z prasknutí vzorku, volila se tedy kratší délka únavové trhliny, která však nesla další úskalí. Po cyklování probíhal test.

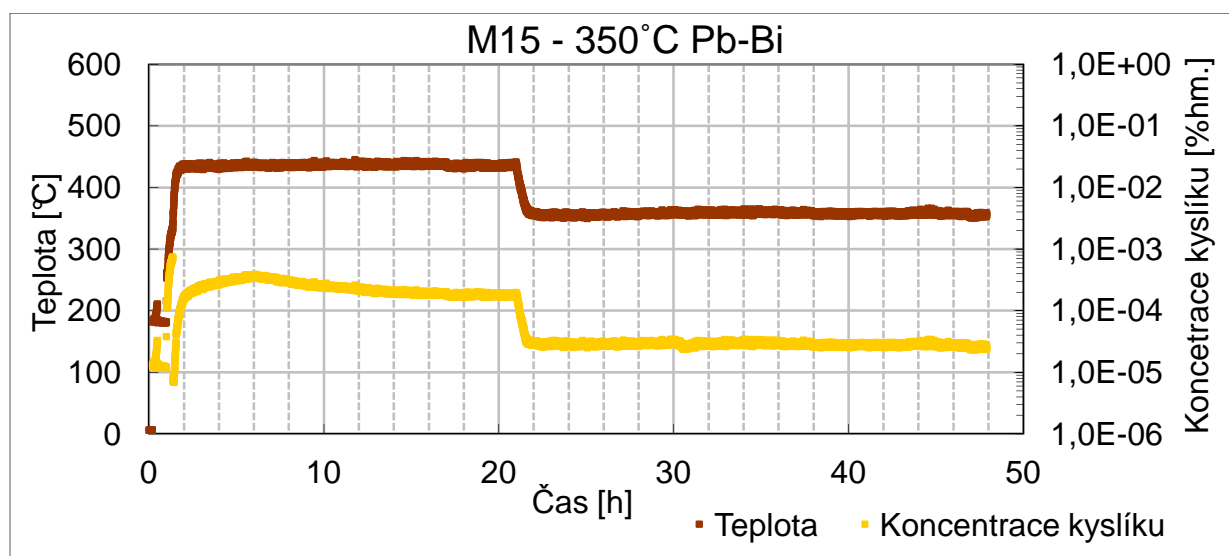
4.2.4 Průběh testu

4.2.4.1 Testy na vzduchu

V případě vzorků M8 a M9 nebyla měřena změna potenciálu, vyhodnocení jsem tedy provedl normalizační metodou. Vzorek byl upnut do stroje a zatěžován za stálého posuvu $0,2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Test byl ukončen po poklesu síly 20% pod maximální dosaženou hodnotu. Hodnoty síly a posuvu byly zaznamenávány automaticky.

4.2.4.2 Testy v prostředí eutektika Pb-Bi

Testy v prostředí eutektika Pb-Bi byly prováděny v cele CALLISTO. Vzorek se nacházel v cele CALLISTO už od okamžiku cyklování. Během testu je také kontrolována a regulována hladina kyslíku v eutektiku probubláváním eutektika směsí plynu $Ar - 6,5\%H_2$. Průběh teploty a koncentrace kyslíku je znázorněn Grafu 1. Z dosavadních měření vyplývá, že velmi nízký obsah kyslíku v LBE může mít značný vliv, z důvodu snazšího rozpouštění ochranných vrstev, ovšem není jisté zda přímo záporný. Test prováděn za konstantního posuvu $0,1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$.



Graf 1 Průběh koncentrace kyslíku a teploty během přípravy a testu vzorku M15.[30]

4.2.5 Oxidace a dolomení

Po provedení testu je vzorek ohřát na vařiči na teplotu asi $300 \text{ }^\circ\text{C}$, kdy dojde k oxidaci a zbarvení povrchu na fialovo-hnědou. Po zbarvení je vzorek dolomen v tekutém dusíku, pro omezení dalšího plastického ovlivnění a změřena délka trhliny.

4.2.6 Měření délky trhliny

Měření délky trhliny pro vzorky M8 a M9 jsem provedl v laboratořích materiálového inženýrství ČVUT. Měření je provedeno v devíti bodech dle normy. Fotografie a data z měření jsou v přílohy jako Příloha 2 a Příloha 3. Povrch trhliny byl zkoumán pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu.

5 HODNOCENÍ ZKOUŠEK A STUDIUM MORFOLOGIE

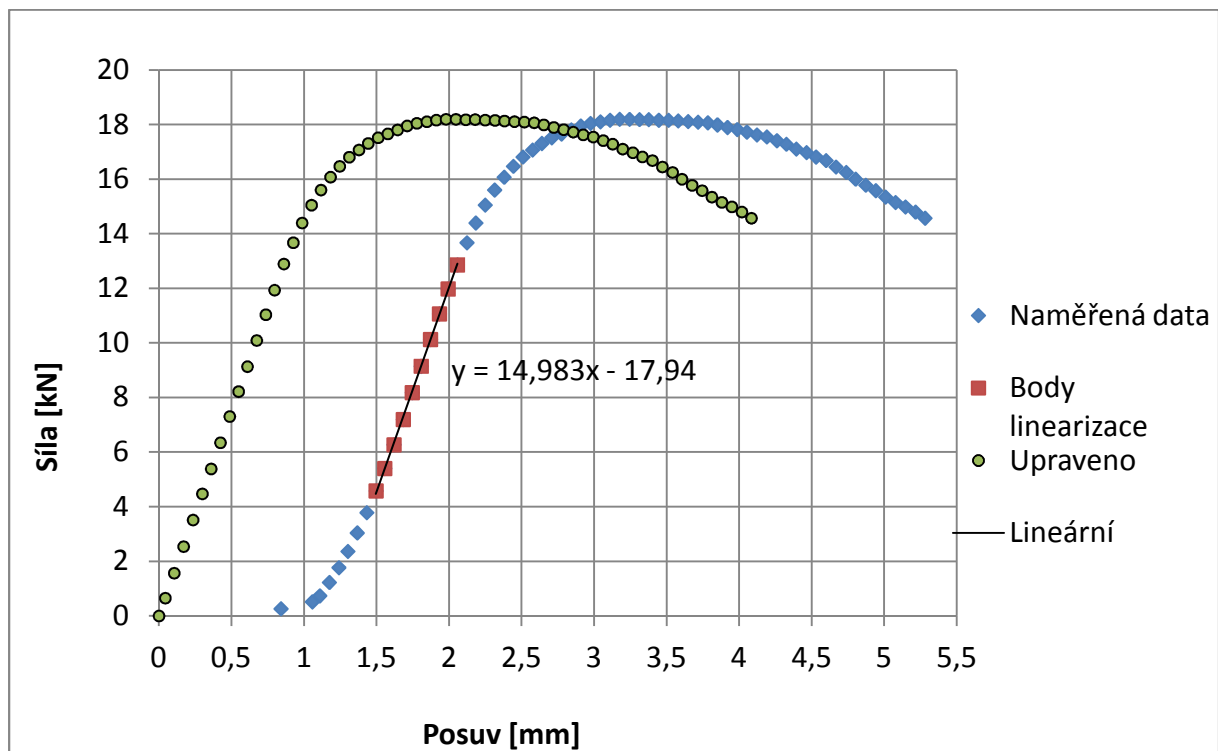
LOMOVÝCH PLOCH VZORKŮ

Data vyhodnocovaná jako příklad v této kapitole jsou provedena pro vzorek označený M3.

5.1 Vyhodnocení výsledků pro vzorek C(T)

5.1.1 Úprava naměřených dat

Při úpravě naměřených dat je potřeba provést linearizaci závislosti síly na posunutí, neboť v oblasti malých sil se projevují jevy, které nejsou predikovatelné, viz graf 1. Zvolíme množinu vhodných bodů, z nich odvodíme lineární funkci a body pod nejnižším bodem této množiny nahradíme nově dopočtenými body dle této lineární funkce. Následně odečteme od hodnot posuvu hodnotu posuvu pro sílu rovnou nule a tím zajistíme počátek dat v nule. Zde dochází ke vnosu systematické chyby, neboť záleží na tom, které body jsou vybrány pro linearizaci.



Graf 2 Průběh naměřených a upravených dat zatěžující síly na posuvu.

5.2 Vyhodnocení při měření délky trhliny pomocí změny potenciálu

5.2.1 Měření růstu tvárné trhliny pomocí změny potenciálu

Potenciál je závislý na délce trhliny, současně je však také závislý na síle. Závislost potenciálu na síle je třeba odečíst od všech dat potenciálu. Vhodné je vynést graf závislosti potenciálu na síle a identifikovat množinu bodů vhodných k určení závislosti potenciálu na síle, neboť v první části testu potenciál roste pouze v závislosti na síle, růst trhliny nastává později. Následně od všech dat potenciálu odečteme tuto funkci. Touto úpravou se vnáší další systematická chyba, která je závislá na tom, které body jsou zahrnuty do zjištění funkce.

5.2.2 Určení délky trhliny a_i

Pro určení délky trhliny je nutné znát délku trhliny na začátku testu a_0 a na konci testu a_f . Dle vzorce vypočteme rozdíl délek trhlín Δa . Dále vypočteme rozdíl počáteční a konečné hodnoty potenciálu RDCPD.

$$\Delta a = a_f - a_0 \quad (5.1)$$

$$\Delta RDCPD = RDCPD_f - RDCPD_0 \quad (5.2)$$

Dále vypočteme koeficient potenciálu.

$$K_{RDCPD} = \frac{\Delta a}{\Delta RDCPD} \quad (5.3)$$

Následně lze vypočítat délku trhliny pro každý bod měření.

$$a_i = RDCPD_i * K_{RDCPD} + a_0 \quad (5.4)$$

5.2.3 Faktor intenzity napětí K

Výpočet provedeme pro každý bod trhliny.

$$K_{(i)} = \frac{P_i}{(B \cdot B_N \cdot W)^{1/2}} \cdot f_{(a_i/W)} \quad (5.7)$$

Kde $f_{(a_i/W)}$ je dáno rovnicí 5.8 a je určeno pro daný typ vzorku.

$$f_{(a_i/W)} = \frac{\left[\left(2 + \frac{a_i}{W} \right) \cdot \left(0,866 + 4,64 \cdot \left(\frac{a_i}{W} \right) - 13,32 \left(\frac{a_i}{W} \right)^2 + 14,72 \left(\frac{a_i}{W} \right)^3 - 5,6 \left(\frac{a_i}{W} \right)^4 \right) \right]}{\left(1 - \frac{a_i}{W} \right)^{3/2}} \quad (5.6)$$

B, B_N, W [mm] jsou základní rozměry vzorku

5.2.4 Výpočet elastické části J – integrálu

Elastickou část J – integrálu vypočteme dle následujícího vzorce:

$$J_{el(i)} = \frac{(K_{(i)})^2 (1-\nu^2)}{E} \quad (5.7)$$

Kde: ν [1] je Poissonovo číslo

E [MPa] je Youngův modul pružnosti.

5.2.5 Výpočet plochy A_{pl}

Provedeme výpočet plochy pod křivkou v grafu závislosti síly P a plastického posuvu v_{pl} .

$$A_{pl(i)} = A_{pl(i-1)} + \frac{[P_{(i)} + P_{(i-1)}] \cdot [v_{pl(i)} - v_{pl(i-1)}]}{2} \quad (5.8)$$

Plastickou deformaci spočteme dle uvedené rovnice.

$$v_{pl} = v_i - P_i C_i \quad (5.9)$$

$$C_i = \frac{\Delta v}{\Delta P} \quad (5.10)$$

Pro $i = 0$, tedy pro počátek vzniku trhliny a všechny předchozí naměřené body předpokládám $A_{pl} = 0$. Počátek růstu trhliny je shodný s počátkem plastické deformace.

5.2.6 Výpočet plastické části J – integrálu

Plastická část J -integrálu je pro bod počátku tvorby trhliny rovna nule.

$$J_{pl(i)} = \left[J_{pl(i-1)} + \left(\frac{\eta_{(i-1)}}{b_{(i-1)}} \right) \cdot \frac{A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}}{B_N} \right] \cdot \left[1 - \gamma_{(i-1)} \frac{a_{(i)} - a_{(i-1)}}{b_{(i-1)}} \right] \quad (5.11)$$

Koeficienty $\eta_{(i-1)}$ a $\gamma_{(i-1)}$ jsou dány rovnicemi 5.12 a 5.13.

$$\eta_{(i-1)} = 2,0 + 0,522 \cdot \frac{b_{(i-1)}}{W} \quad (5.12)$$

$$\gamma_{(i-1)} = 1,0 + 0,76 \cdot \frac{b_{(i-1)}}{W} \quad (5.13)$$

5.2.7 Výpočet hodnoty J – integrálu

Hodnotu J – integrálu vypočteme sečtením elastické a plastické části.

$$J_{(i)} = J_{el(i)} + J_{pl(i)} \quad (5.14)$$

5.2.8 Výpočet přírůstku trhliny

Vypočteme přírůstek trhliny pro daný bod dle následující rovnice a pak provedeme vynesení do grafu závislosti J – integrál na Δa_i .

$$\Delta a_i = a_i - a_0 \quad (5.15)$$

5.3 Normalizační metoda vyhodnocení přírůstku trhliny

Pro vyhodnocení dat v případě, kdy nebylo možné zaznamenávat změnu potenciálu, jsou hodnoty změny délky trhliny získány pomocí normalizace dat posunutí a síly. Při měření v prostředí tekutého kovu nelze použít metodu měření délky trhliny pomocí změny potenciálu. Pro ověření výpočtu této metody jsem provedl vyhodnocení dat pro z měření na vzorku M3 touto metodou.

5.3.1 Normalizace naměřených dat

Tuto metodu nelze použít je-li $0,45 \leq a_0/W \leq 0,70$ nebo pokud prodloužení přesáhne 4 mm nebo je větší než 15% W.

Pro každou hodnotu P_i , vyjma hodnoty síly P_{max} , vypočteme normalizovanou sílu P_{Ni} dle následující rovnice.

$$P_{Ni} = \frac{P_i}{WB \left(\frac{W-a_{bi}}{W} \right)^{\eta_{pl}}} \quad (5.16)$$

kde a_{bi} je korigovaná délka trhliny, určená dle uvedené rovnice.

$$a_{bi} = a_0 + \frac{J_i}{2\sigma_Y} \quad (5.17)$$

Hodnota J_i je spočtena dle rovnic v předchozích kapitolách s dosazenou hodnotou a_0 pro všechny body, krom posledního bodu, kde dosazujeme hodnotu a_f .

Každou hodnotu plastického posunutí normalizujeme podělením hodnotou W .

$$v'_{pl} = \frac{v_{pl}}{W} \quad (5.18)$$

5.3.2 Vynesení závislosti P_{Ni} na v'_{pl}

Po vynesení dat do grafu provedeme tečné propojení bodů spočtených pro a_0 a posledního bodu síly spočteného pro a_f . Data nacházející se vpravo od bodu dotyku jsou vyloučeny z dalšího vyhodnocování a také vyloučíme body jejichž hodnoty normalizovaného plastického posunutí nevyhovují podmínce $v'_{pl} \leq 0,001$. Následně provedeme proložení zbylých bodů normalizačních funkcí dle následující rovnice. Pro správné proložení bodů je potřeba mít k dispozici alespoň deset bodů vyhovujících předchozím podmínkám.

$$P_N = \frac{a+b \cdot v'_{pl}+c \cdot v'_{pl}^2}{d+v'_{pl}} \quad (5.19)$$

Pro vzorek M3 jsou zde uvedené hodnoty koeficientů $a = 0,3779$, $b = 289,5$, $c = 1579$ a $d = 0,001774$.

5.3.3 Iterování hodnot P_{Ni} , v'_{pl} a a_i

Posledním krokem je iteračním způsobem nastavit délku trhliny a_i pro každý bod, tak aby vypočtené hodnoty normalizované síly P_{Ni} byly rovny hodnotám P_N , ležících na normalizační funkci s maximální tolerancí $\pm 0,1\%$. Po vypočtení délky trhliny a_i pro každý bod vypočteme hodnoty J_i a provedeme stanovení J - R křivky

5.4 Stanovení J - R křivky

Po vynesení dat do grafu závislosti J_i na Δa_i je třeba určit oblast vhodných dat pro určení J_Q . Dle normy je nejprve nutné určit limity, které hned vyloučí některá data. Limity se v jednotlivých vydáních mění zřejmě s ohledem na to jak postupují znalosti v dané problematice. Výpočet limitních hodnot jsem provedl dle následujících výrazů.

$$J_{limit} = b_0 \cdot \sigma_y / 7,5 \quad (5.20)$$

$$\Delta a_{max} = 0,25 \cdot b_0 \quad (5.21)$$

Data za limity jsou vyloučena z dalšího vyhodnocování. Následně je třeba vynést konstrukční přímku s rovnicí

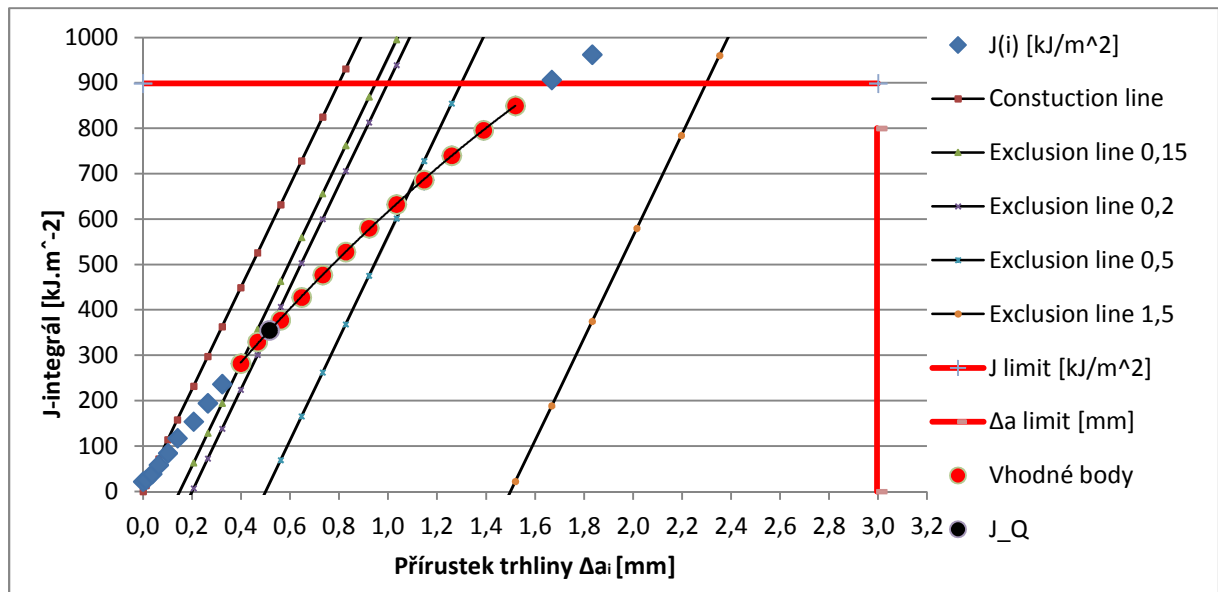
$$J = 2\sigma_y \cdot \Delta a \quad (5.22)$$

Dále vyneseme čtyři další přímky rovnoběžné ke konstrukční, první z nich protíná osu x v hodnotě 0,15 mm, druhá v hodnotě 0,2 mm, třetí v hodnotě 0,5 mm a čtvrtá v hodnotě 1,5 mm. Vynesením těchto vylučovacích "exclusion" přímek rozdělíme graf na dvě oblasti. První oblast A je ohraničená přímkou protínající osu x v hodnotě 0,15 mm, přímkou označující J_{limit} a přímkou protínající osu x v hodnotě 0,5 mm. Druhá oblast B je ohraničená přímkou protínající osu x v hodnotě 0,5 mm, přímkou označující J_{limit} a přímkou protínající osu x v hodnotě 1,5 mm.

Alespoň jeden bod by měl ležet mezi vylučovacími čarami protínajícími osu x v hodnotách 0,15 mm a 0,5 mm. Nejméně jeden bod by měl ležet mezi vylučovacími čarami protínajícími osu x v hodnotách 0,5 mm a 1,5 mm. Celkem alespoň pět bodů musí zůstat v první a druhé oblasti.

Použitím metody nejmenších čtverců vypočtete rovnici regrese, pro body obsažené v oblasti, ve formě:

$$\ln J = \ln C_1 + C_2 \ln \left(\frac{\Delta a}{k} \right) \quad (5.23)$$



Graf 3 J-R křivka pro vzorek M3 vyhodnocená dle měření změny potenciálu

Průsečík křivky regrese a přímky protínající osu x v hodnotě 0,2 mm definuje hodnotu J_Q a Δa_Q . Pro vzorek M3 jsem určil koeficienty jako:

$$C_1 = 611,59 \quad (5.24)$$

$$C_2 = 0,824 \quad (5.25)$$

Koeficient C_2 by měl být menší než 0.

Z grafu určíme předběžné $J_{Q(1)}$ jako hodnotu rovnou $J_{Q(i)}$. V tomto konkrétním případě je tato hodnota $J_{Q(1)} = 377,6 \text{ kJ} \cdot \text{m}^{-2}$. Dále určíme $\Delta a_{(i)}$ dle uvedeného vztahu.

$$\Delta a_{(i)} = \frac{J_{Q(i)}}{2\sigma_Y} + 0,2 \quad (5.26)$$

$$\Delta a_{(1)} = 0,536 \text{ mm}$$

Následně vyhodnotíme předběžnou hodnotu $J_{Q(i+1)}$ z následující rovnice.

$$J_{Q(i+1)} = C_1 \left(\frac{\Delta a_{(i)}}{k} \right)^{C_2} \quad (5.27)$$

Kde $k = 1,0 \text{ mm}$.

Tento proces iteračně opakujeme dokud se hodnoty J_Q nepřekrývají nejvýše o $\pm 2\%$. Výsledné

hodnoty jsou $J_Q = 353,7 \text{ kJ} \cdot \text{m}^{-2}$ a $\Delta a_i = 0,514 \text{ mm}$.

Průsečíky vylučovacích přímek protínající osu x v bodech 0,15 mm a 1,5 mm s regresní křivkou $J - R$ dávají limitní hodnoty Δa_{min} a Δa_{max} .

Hodnota J_Q může být vyhodnocena jako hodnota J_{Ic} , tedy rozměrově nezávislá lomová houževnatost, jsou-li splněny následující podmínky.

Pro šířku vzorku B .

$$B > 10 \frac{J_Q}{\sigma_Y} \quad (5.28)$$

Pro vzorek před provedením testu.

$$b_0 > 10 \frac{J_Q}{\sigma_Y} \quad (5.29)$$

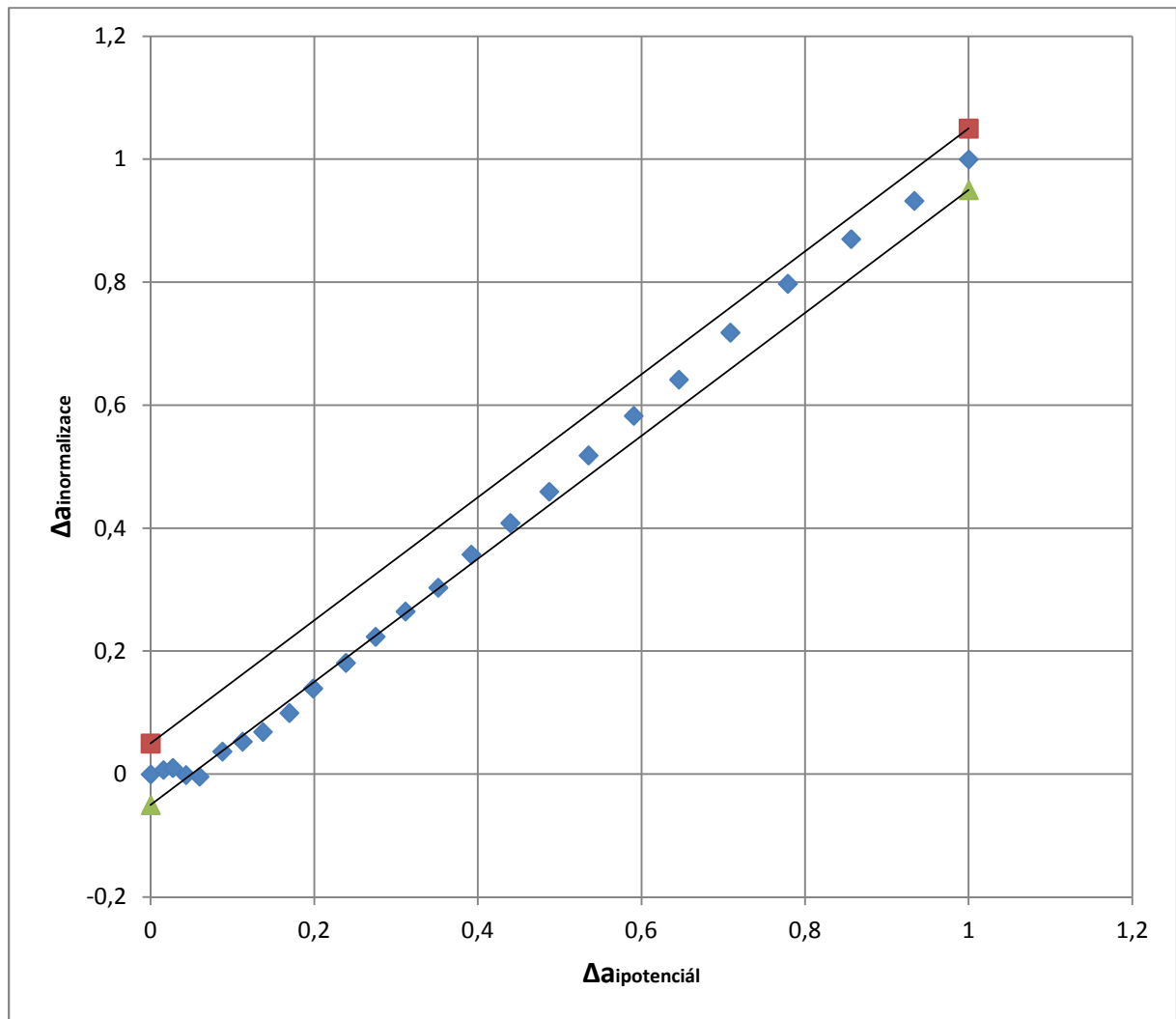
Limitní hodnota pro šířku vzorku a délku celistvé části vzorku, pro vzorek M3, je 6,29 mm. Vzorek má šířku 12,48 mm a počáteční délka celistvé části vzorku před provedením testu b_0 je rovna 11,98 mm. Hodnotu $J_Q = J_{Ic}$ lze tedy považovat za hodnotu rozměrově nezávislou.

5.5 Porovnání výsledků metody s měřením potenciálu a normalizační metody

Po vypočtení hodnot přírůstků trhliny Δa_i pro obě metody jsem provedl jejich normalizaci a pro jednoduché srovnání vynesl do grafu závislosti normalizovaného přírůstku trhliny z metody normalizace $\Delta a_{Ninormalizace}$ na hodnotách normalizovaného přírůstku trhliny z metody s měřením potenciálu $\Delta a_{Nipotenciál}$. V grafu je znázorněna obálka hodnot pro funkci $y = x \pm 5\%$. Lze pozorovat shodu do rozdílu pěti procent v oblasti hodnoty 0,3 kde se běžně nachází hodnota J_Q . Hodnoty po vyhodnocení J_Q a Δa_Q si pro obě metody poměrně velmi přesně odpovídají s odchylkou do dvou procent. Číselné hodnoty pro vzorek M3 jsou uvedeny v tabulce.

	potenciál	normalizace
J_Q	353,7	346,7
Δa_Q	0,514	0,508

Tabulka 3 Porovnání výsledků z metody měření potenciálu a normalizační metody.

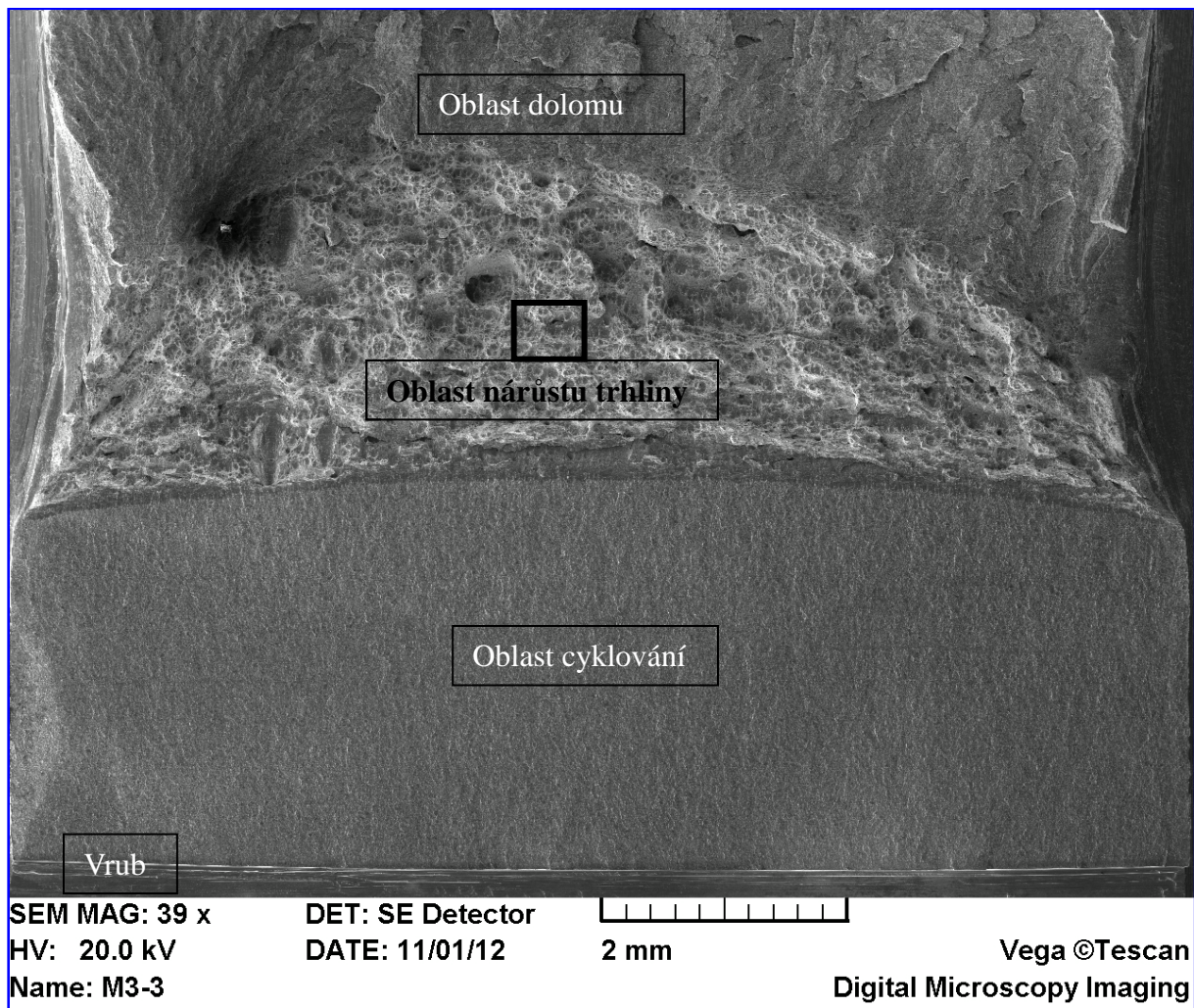


Graf 4 Porovnání přírůstku trhliny vyhodnoceného pomocí měření potenciálu $\Delta a_{ipotenciál}$ a přírůstku trhliny vyhodnoceného metodou normalizace $\Delta a_{inormalizace}$

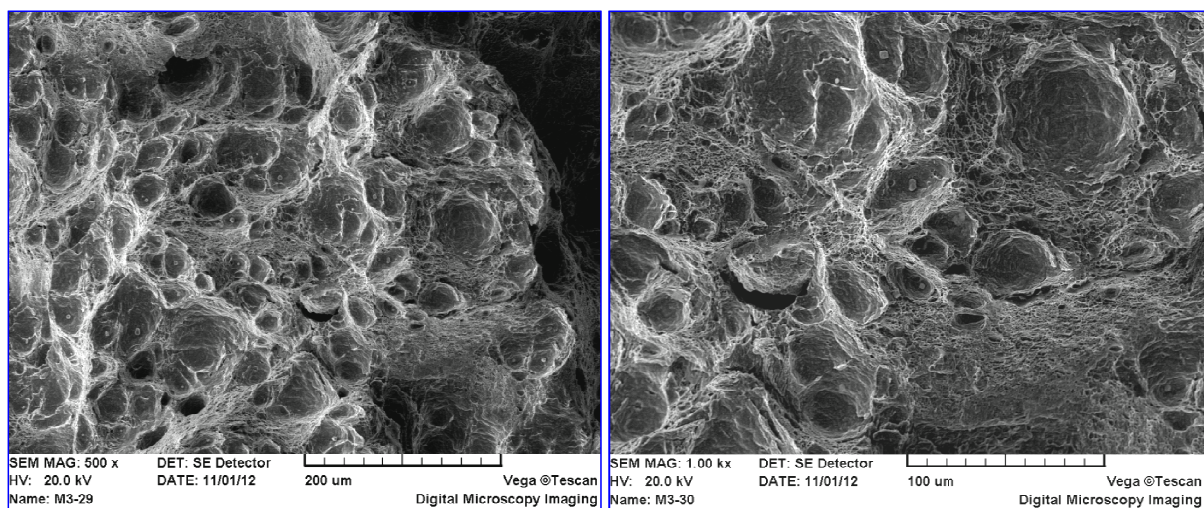
5.6 Studium morfologie lomových ploch vzorků

5.6.1 Vzorek M3 testovaný na vzduchu při $T = 20\text{ °C}$

Fotografie na Obrázku 6 ukazuje pohled na celou trhlinu. Rozpoznáváme plochou část únavového lomu (první oblast zdola). Na tuto část navazuje tvárný lom z průběhu testu a poté tvárný lom z dolomení vzorku pro vyhodnocení. Na fotografii je viditelné výrazné otupění čela předcyklované únavové trhliny a vytvoření zóny protažení. Následně došlo k šíření trhliny mechanismem trans-kystalického tvárného důlkovitého lomu, viz Obrázek 7. Trhlina se šířila stabilně až do ukončení zkoušky.

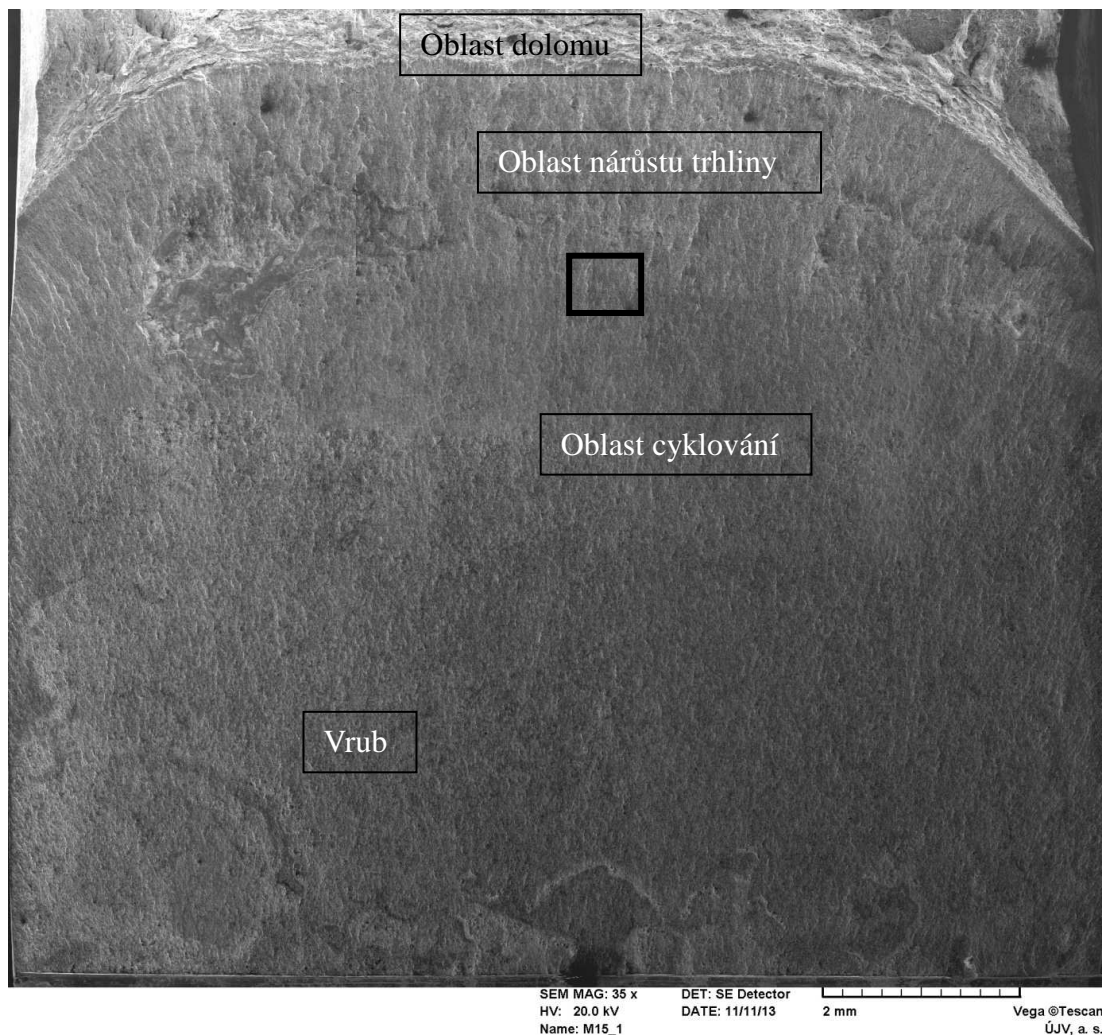


Obr. 6 Fotografie lomové plochy vzorku M3 s vyznačeným místem zvětšení



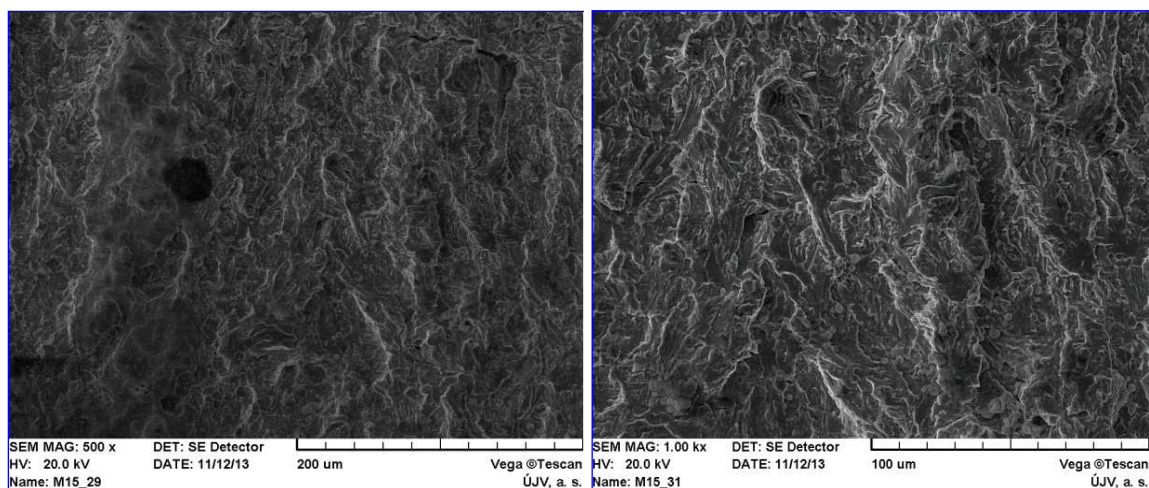
Obr. 7 a Obr. 8 Zvětšení vybrané oblasti fotografie pro vzorek M3 - 500x a 1000x

5.6.2 Vzorek M15 testovaný v Pb-Bi při $T = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$



Obr. 9 Fotografie lomové plochy vzorku M15 s vyznačeným místem zvětšení

Na Obrázku 9 je fotografie lomové plochy vzorku M15 testovaném v eutektiku Pb-Bi. Opět můžeme rozeznat tři plochy lomu, oblast únavového lomu, oblast kvazi-štěpného lomu a oblast dolomu. Na konci únavového lomu není viditelná výrazná oblast otupení a poté následuje kvazi-štěpný transkrystalický lom, který nesleduje krystalografické plochy. Jsou viditelné drobné tvárné důlky, nejedná se tedy o klasický štěpný lom. Došlo tedy k omezené plastické deformaci v malém objemu. Lomová plocha je poměrně rovná a kolmá k ose zatížení.[31]



Obr. 10 a Obr. 11 Zvětšení vybrané oblasti otografie pro vzorek M15 -500x a 1000x

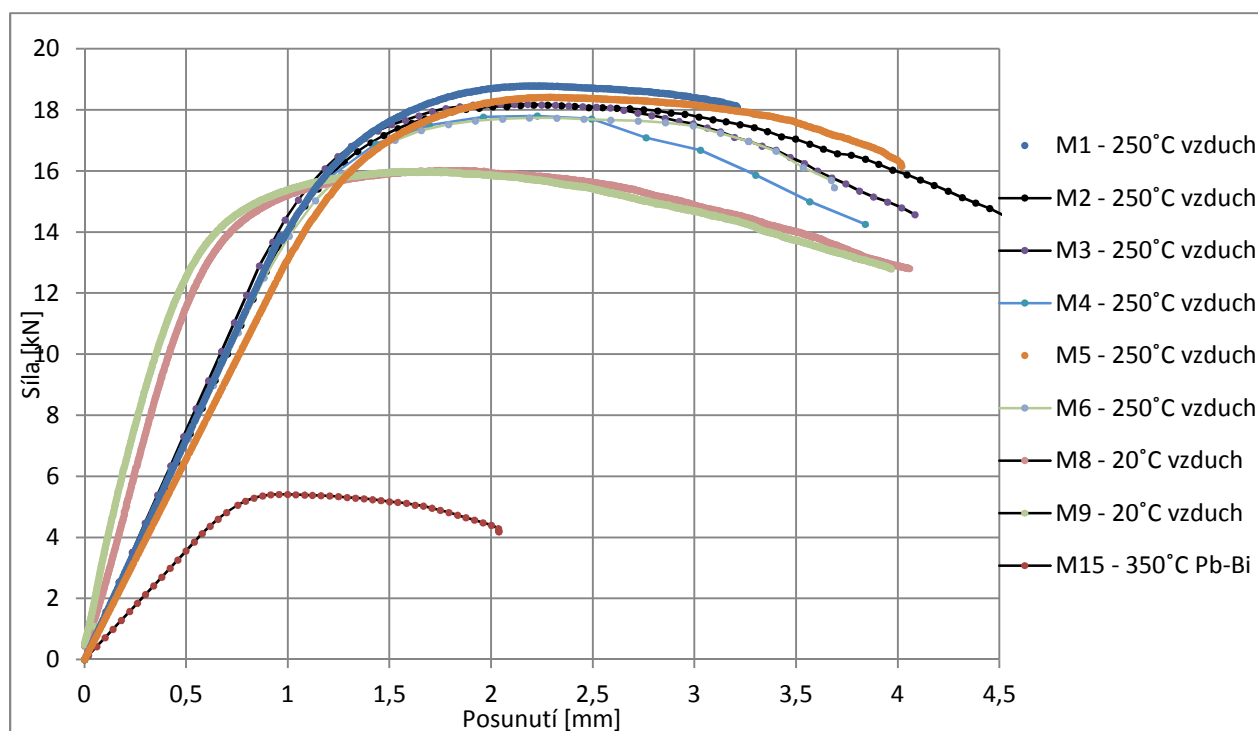


Obr. 12 Fotografie povrchu lomu s viditelnými zbytky olova na povrchu (světlé skvrny)

6 SHRUTÍ VÝSLEDKŮ

6.1 Srovnání zatížení

Níže je v grafu 5 uvedeno srovnání průběhu závislosti zatížení na posunutí pro vyhodnocované vzorky. Zde je třeba upozornit že testy probíhali za různých teplot a v různých prostředích, proto se jednotlivé průběhy značně liší, avšak skupiny se stejnou teplotou a prostředím mají průběh velmi podobný.



Graf 5 Porovnání průběhu zatížení v průběhu testů v různých podmínkách

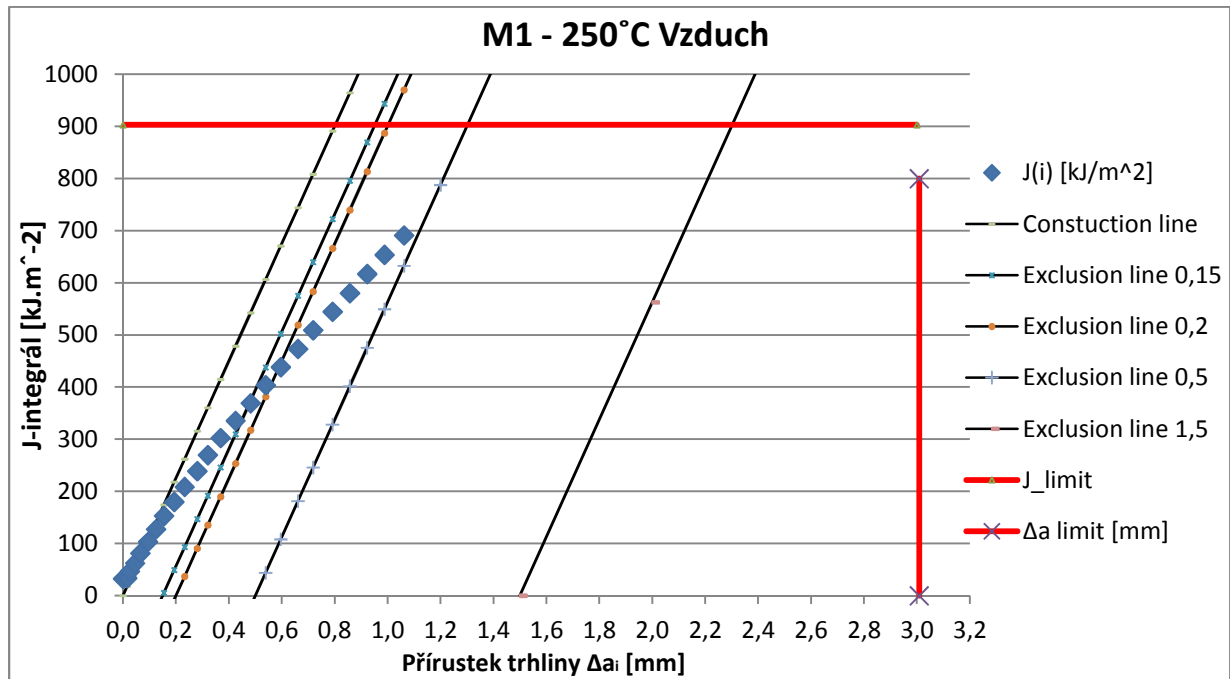
Dále jsou uvedeny grafy J-R křivek pro jednotlivé vyhodnocené vzorky s označenými body vyhovujícími dle normy a vyznačenou hodnotou J_Q . Číselné hodnoty a podrobné informace jsou uvedeny v tabulce výsledků.

6.2 J-R Křivky pro jednotlivé vzorky

J-integrál je parametr charakterizující pole napětí a deformace před čelem trhliny při vzniku plastické deformace většího rozsahu, užívaný v elasto-plastické lomové mechanice. Obecně udává sílu působící ve směru růstu trhliny, která působí na thlinu i platickou zónu nacházející se v křivce integrace. Za předpokladu plastnosti podmínky, že plastická deformace je omezena jen na kritickou oblast nosného průřezu, nemění svou velikost a zbytek tělesa je namáhán pouze elasticky. Pak se tedy pomyslné části tělesa natačí vůči sobě kolem plastického kloubu. V praxi je zpravidla určována kritická hodnota J-integrálu, charakterizující odolnost materiálu vůči lomu a je to hodnota na počátku stabilního šíření trhliny.

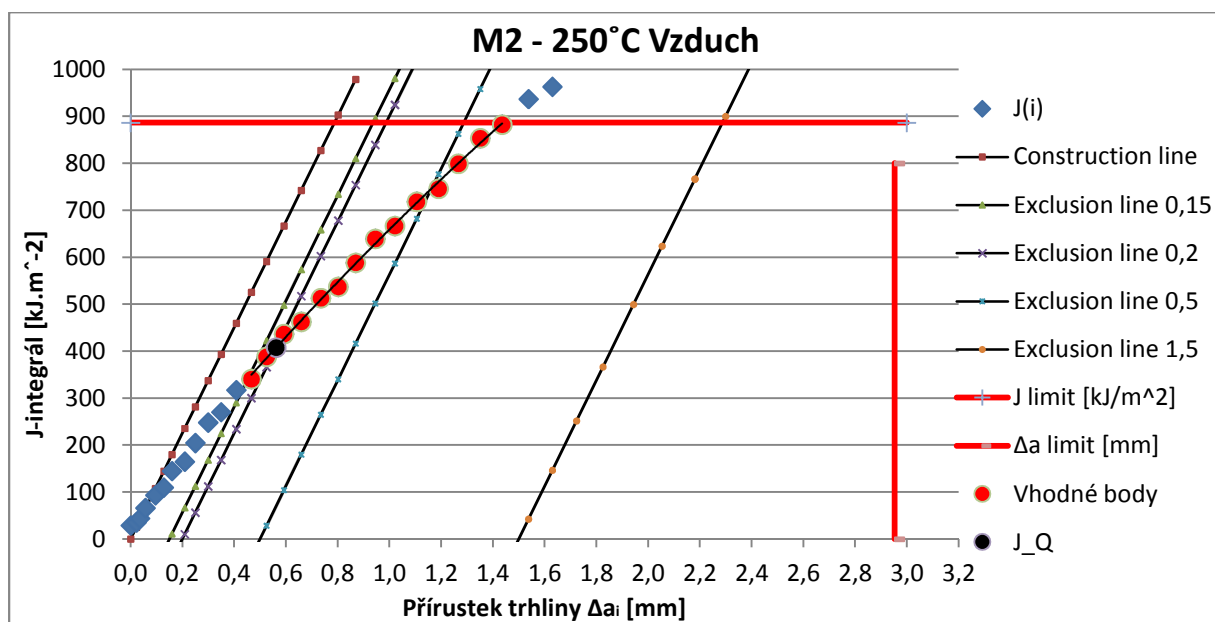
Kritickou hodnotu J-integrálu pro jeden materiál ovlivňuje mnoho faktorů, mezi ně patří teplota, vlivy prostředí, geometrie tělesa, délka trhliny, radiační záření.[31] Aby bylo dosaženo správného porovnání právě vlivu prostředí, je zapotřebí eliminovat ostatní vlivy. Toho dosáhneme použitím stejných vzorků nařezaných z jediné části materiálu a několika

kontrolních měření za stejné teploty na vzduchu a následně v testovaném prostředí LBE. Jeden z postupů měření a určení J_{IC} popsany výše je uveden v ASTM. (Zde užitá značení odpovídá normě ASTM).[25]

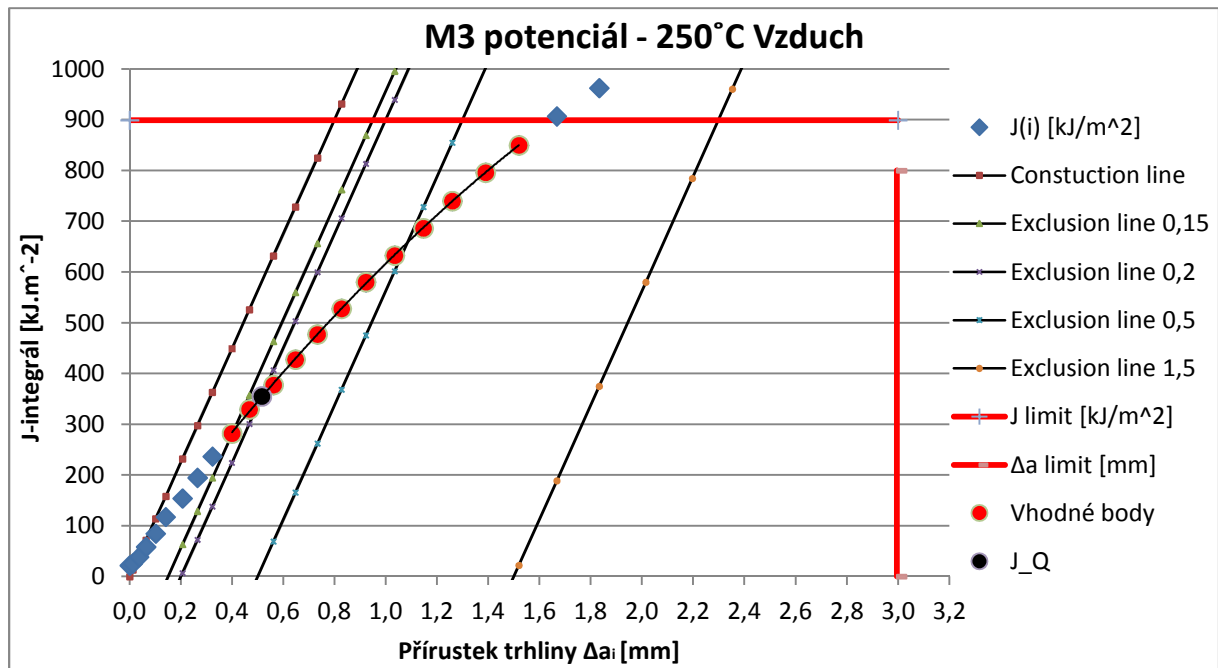


Graf 6 J-R křivka pro vzorek M1 vyhodnocena metodou s měřením potenciálu

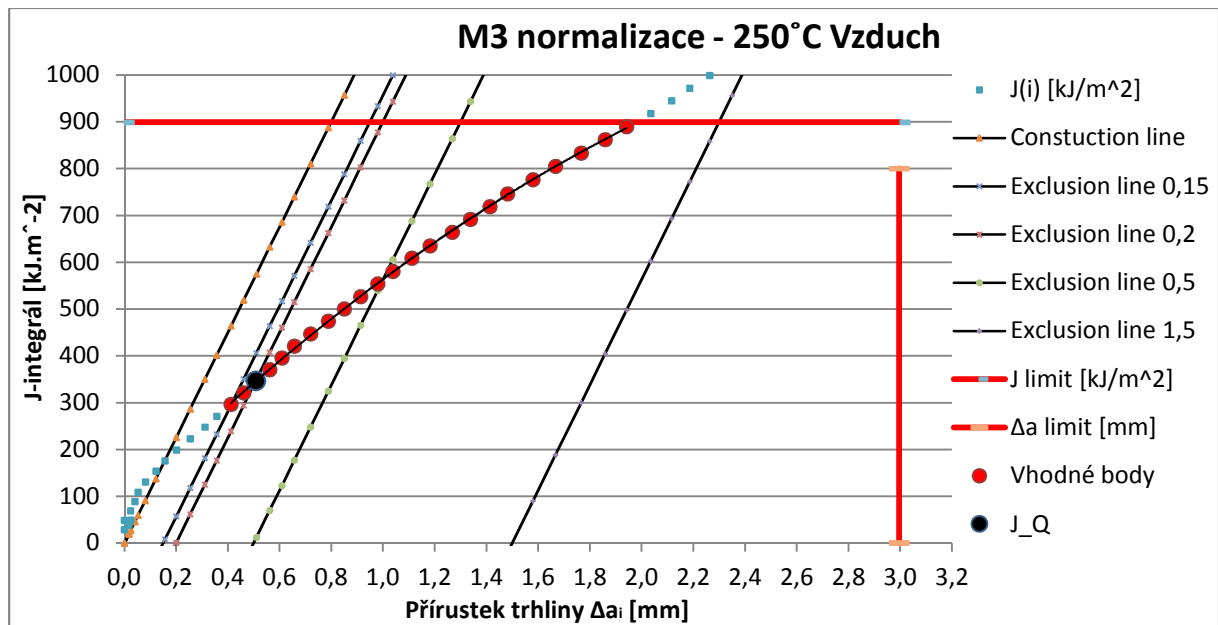
U vzorku M1 zřejmě došlo k prasknutí v průběhu testu, proto nebyl test dokončen. V druhé oblasti se nenachází žádný bod, proto data nevyhovují podmínkám normy a hodnocení není možné.



Graf 7 J-R křivka pro vzorek M2 vyhodnocena metodou s měřením potenciálu

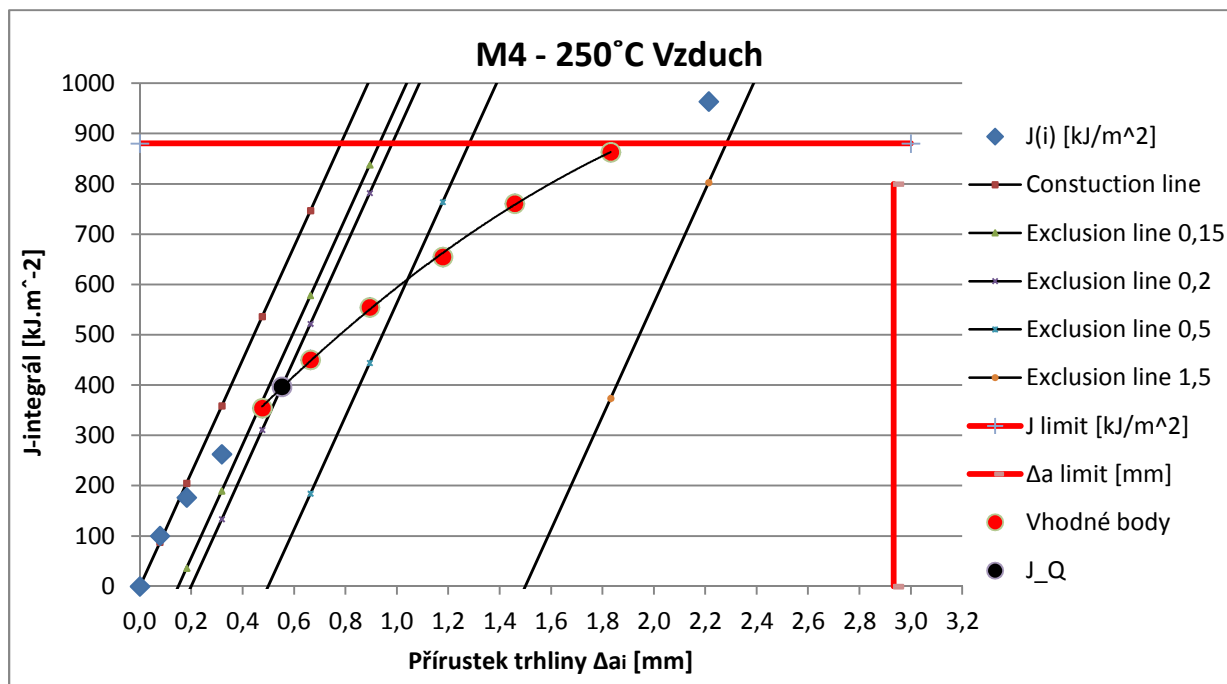


Graf 8 J-R křivka pro vzorek M3 vyhodnocena metodou s měřením potenciálu



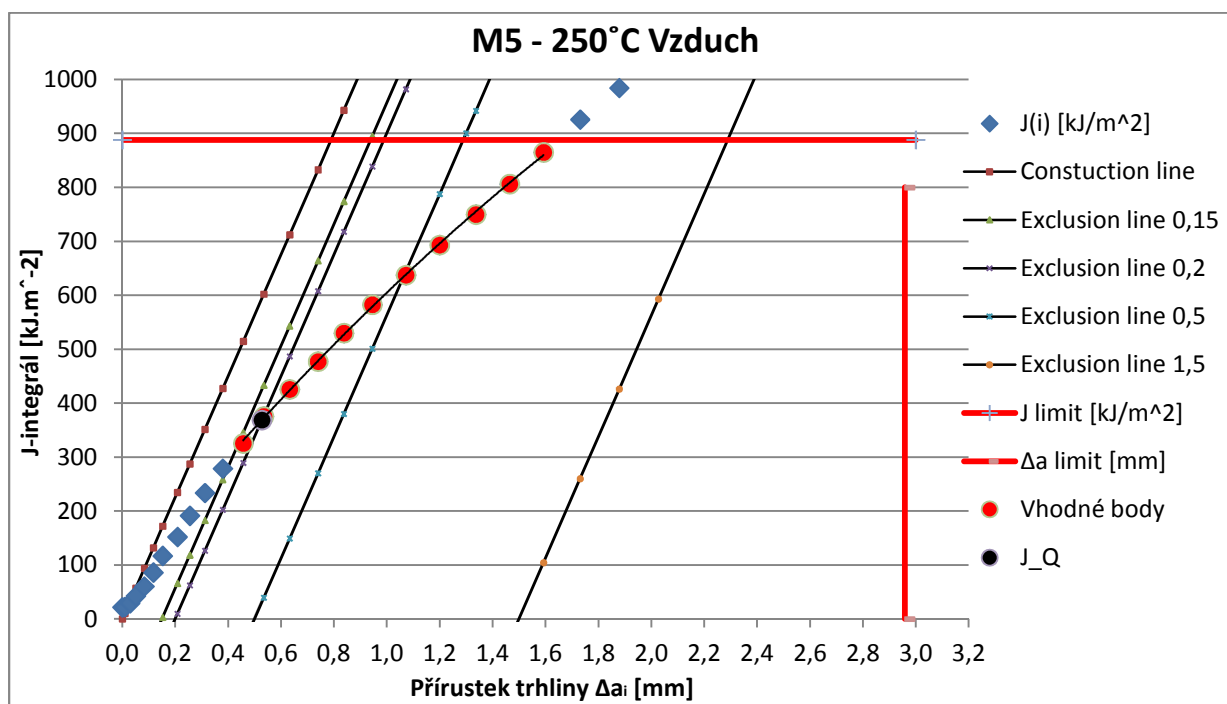
Graf 9 J-R křivka pro vzorek M3 vyhodnocena metodou normalizace

Z porovnání Grafů 8 a 9 je vidět poměrně přesnou schodu pro nižší hodnoty J-integrálu, pro vyšší hodnoty se grafy poměrně rozcházejí. Avšak hodnoty J_Q vycházejí stejně pro obě metody a to s přesností několika procent.

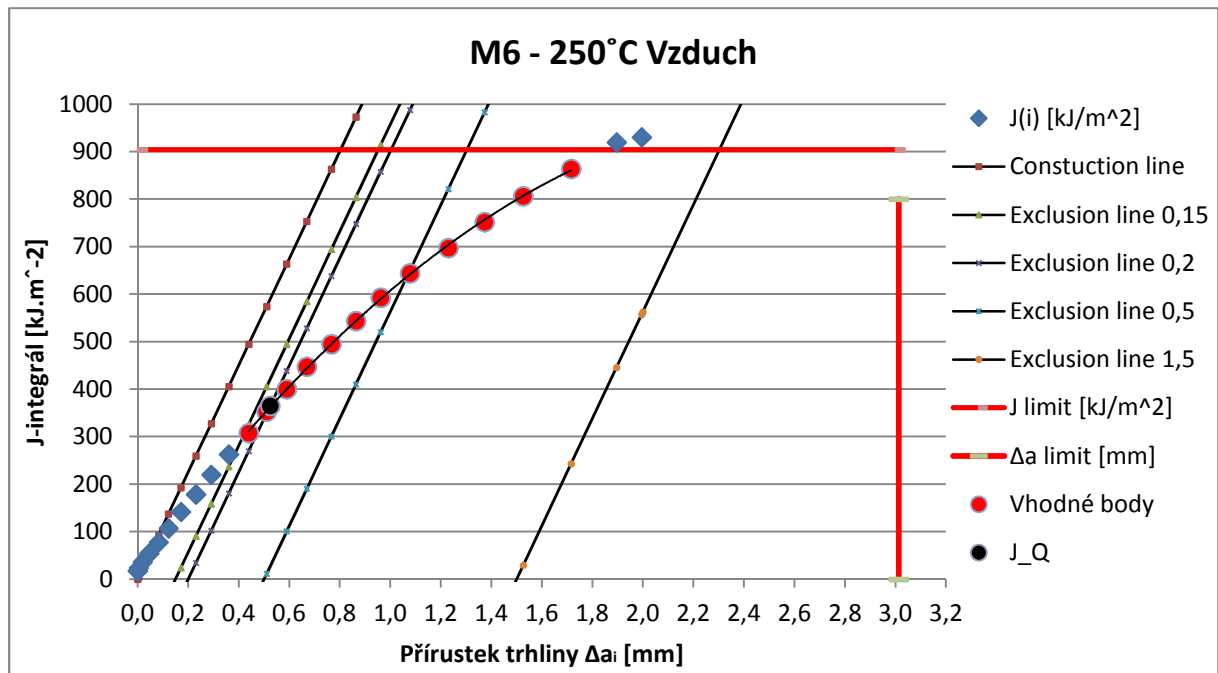


Graf 10 J-R křivka pro vzorek M4 vyhodnocen metodou s měřením potenciálu

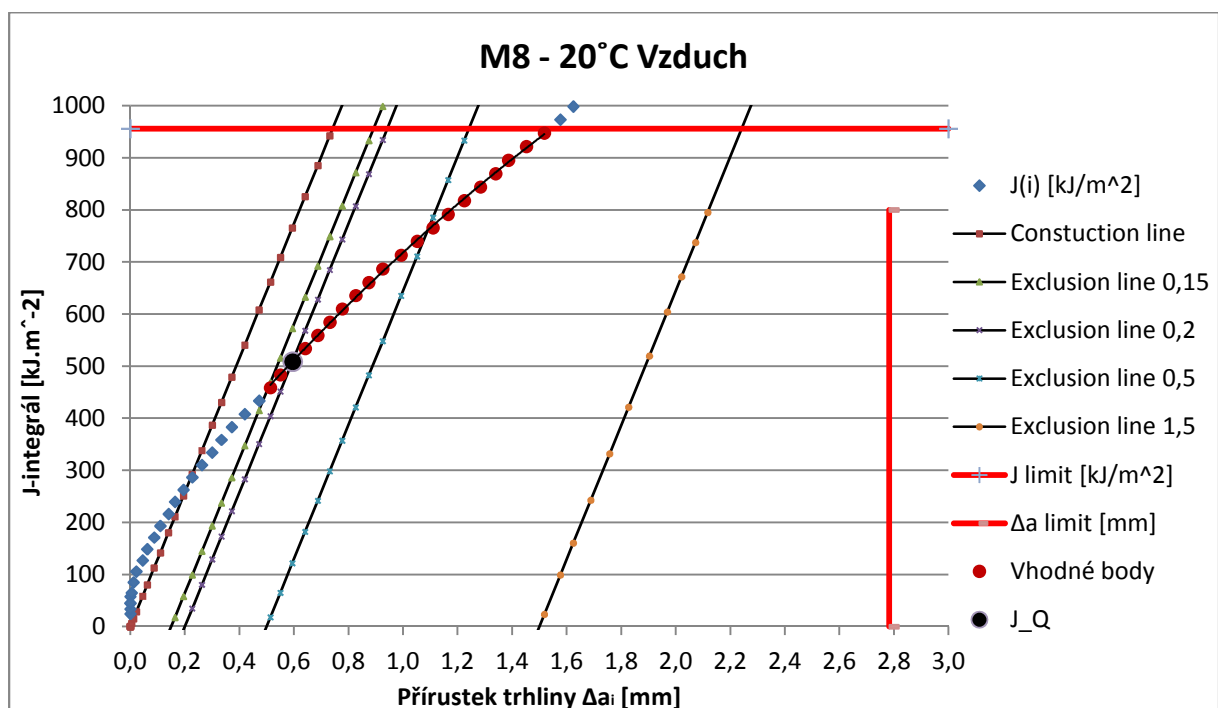
Vzorek M4 má právě přesně daný počet vhodných bodů nutný pro vyhodnocení hodnoty J_Q .



Graf 11 J-R křivka pro vzorek M5 vyhodnocen metodou s měřením potenciálu

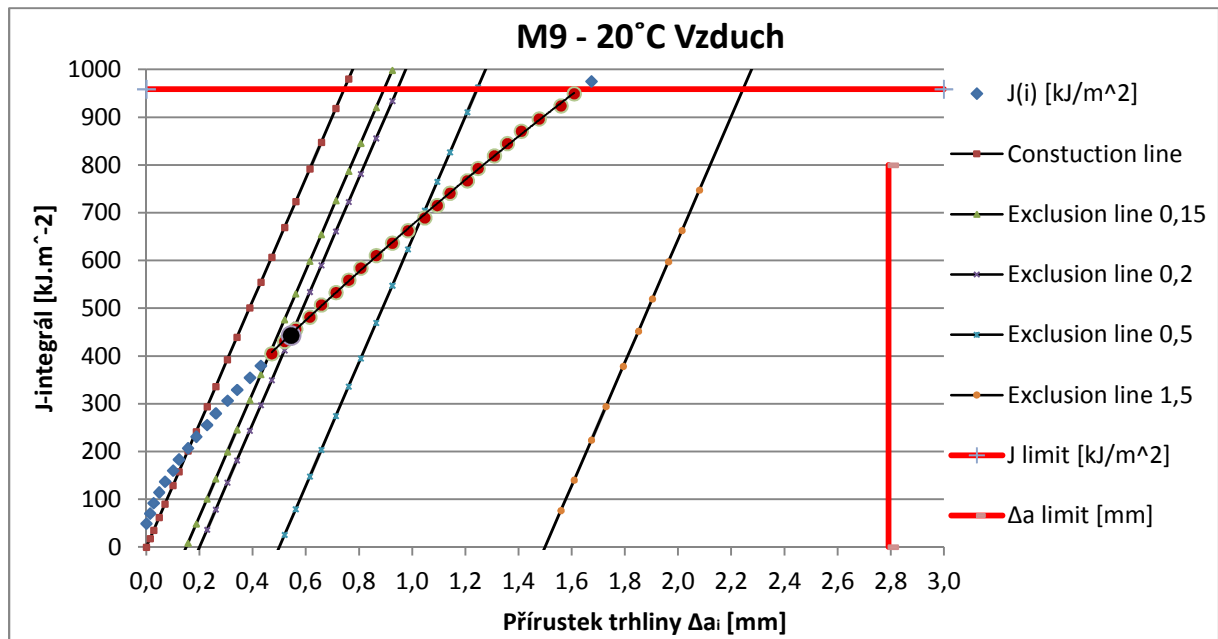


Graf 12 J-R křivka pro vzorek M6 vyhodnocen metodou s měřením potenciálu

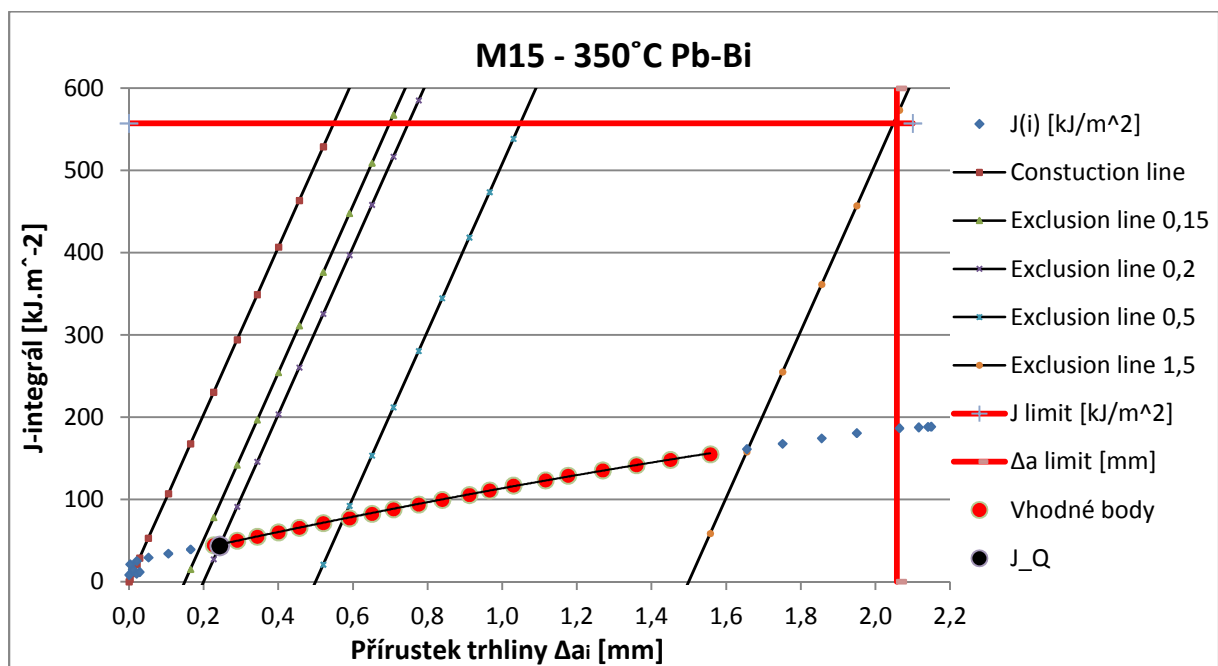


Graf 13 J-R křivka pro vzorek M8 vyhodnocen metodou normalizace

J-R křivka pro vzorek M8 a M9 vykazuje vyšší strmost než pro předchozí vzorky a také vyšší hodnoty J_Q . Zde se s vysokou pravděpodobností projevuje vliv nižší teploty, který zvyšuje odolnost materiálu.



Graf 14 J-R křivka pro vzorek M9 vyhodnocen metodou normalizace



Graf 15 J-R křivka pro vzorek M15 vyhodnocena metodou normalizace

J-R křivka pro vzorek M15 vychází velmi plochá a hodnota J_Q vychází velmi nízká. To ukazuje že energie potřebná pro růst trhliny v prostředí Pb-Bi je mnohem nižší než na vzduchu.

Vzhledem k technickým problémům během testování (tj. nerovnoměrný růst trhliny, praskání čepů..) byl po konzultaci vybrán pro porovnání vzorek M15. Během cyklování a testování v

olovu je zcela vyloučená kontrola růstu trhliny, proto roste-li nerovnoměrně, není možné cyklování přerušit a pokusit se o nápravu. Vzorky M12 a M13 byly testovány a vyhodnoceny v laboratořích ÚJV Řež. Data a výpočty jsou přiloženy na CD jako Příloha 4.

Vzorek	Prostředí	Teplota [°C]	J_Q [kJ.m ⁻²]	J_{IC} [kJ.m ⁻²]	J_{max} [kJ.m ⁻²]	Δa_Q [mm]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	Rychlost [mm.min ⁻¹]	
M1	vzduch	250	-	-	677	-	507	619	0,2	
M2	vzduch	250	407,7	407,7	665	0,562	507	619	0,2	
M3	Pot.	vzduch	250	353,7	353,7	674	0,514	507	619	0,2
	Nor.	vzduch	250	346,7	353,7	674	0,508	507	619	0,2
M4	vzduch	250	397,0	397,0	660	0,553	507	619	0,2	
M5	vzduch	250	368,8	368,8	666	0,528	507	619	0,2	
M6	vzduch	250	365,1	365,1	678	0,524	507	619	0,2	
M8	vzduch	20	508,0	508,0	717	0,595	580	708	0,2	
M9	vzduch	20	437,3	437,3	719	0,539	580	708	0,2	
M12	vzduch	350	395,7	-	675	0,575	471	584	0,2	
M13	vzduch	350	399,9	399,9	630	0,579	471	584	0,2	
M15	Pb-Bi	350	43,6	43,6	418	0,243	459	557	0,1	

Tabulka 4 Shrnutí výsledků, teplota při provedení testu, kritická hodnota integrálu J_{IC} , kritická délka trhliny Δa_Q , rychlost posuvu při provedení testu.

Při porovnání v tabulce je, ve shodě s očekáváním, jasně nejvyšších hodnot J_{IC} dosaženo při testu pro pokojovou teplotu. Hodnoty J_{IC} pro teplotu 250 °C jsou nižší, zde se projevuje vliv teploty, který byl také dopředu predikovatelný.

Další zvýšení teploty se dle výsledků neprojevuje výrazným snížením hodnoty J_{IC} , je možné že došlo k odchylce ve vyhodnocení, neboť vzorky M12 a M13 byly vyhodnoceny s jinými hodnotami $R_{p0,2}$ a R_m . Tyto hodnoty jsou důležité pro výpočet efektivní meze kluzu σ_Y , s přihlédnutím k faktu že se efektivní hodnoty meze kluzu pro vzorek M15 a M13 liší o méně než 4% lze obě hodnoty považovat za správné. Mé výpočty jsou provedeny s hodnotami měřenými v CV Řež, data pro vzorek M12 a M13 jsou deklarována výrobcem. Rozdíl ve výsledcích může být také způsoben použitou metodou, neboť pro vzorek M12 a M13 byla použita metoda tvorby křivky odolnosti, kdežto vzorek M15 byl vyhodnocen metodou normalizace.

Hodnoty pro vzorek M15 však ukazují velmi silný pokles a také fraktorgrafické zkoumání prokázalo že došlo pravděpodobně k působení jevu zvaného Liquid Metal Embrittlement (LME) v prostředí LBE. Tento jev způsobuje změnu mechanismu vzniku lomu z tvárného na kvazi-štěpný a také příslušné snížení absorpce energie v průběhu vzniku lomu.

Značný vliv na testové vzorky v tekutém kovu může mít také obsah kyslíku, který ovlivňuje tvorbu a rozpouštění oxidické vrstvy na povrchu součásti. Ovšem závislost poklesu kritické hodnoty J-integrálu na množství kyslíku v tekutém kovu je třeba ověřit dalšími testy. Jak se zdá není úměrnost poklesu J_{IC} přímo úměrná hladině kyslíku v LBE.

7 ZHODNOCENÍ VYUŽITÍ ZÍSKANÝCH POZNATKŮ PRO TECHNOLOGII GEN IV

Využití těžkých kovů jako chladiv pro některé rychlé reaktory IV. generace má zvýšit bezpečnost provozu a ekonomickou rentabilitu. Má se tedy jednat o čisté zdroje, schopné dlouhodobého provozu bez poruch a úniků radiace.

Vliv LME na ocel T91, prokázáný z výsledků této práce, může mít značný vliv na bezpečnost jaderného zařízení. Vzhledem k tomu, že ocel T91 má být použita pro vybrané komponenty vnitřních částí reaktoru, je nutné zajistit aby si zachovala své vlastnosti ve všech provozních stavech zařízení.

Projektovaná teplota na vstupu do reaktoru MYRRHA je 270 °C a výstupní teplota je 400 °C. Teplota, při které byly prováděny testy T91 v této práci, tedy leží v intervalu plánovaných provozních teplot. Je zřejmé že vliv LME na rozvoj trhlin v oceli T91 může mít značný vliv na bezpečnost a provoz reaktoru. Dále se zvažuje zvyšování účinnosti užitím vyšší teploty v primárním okruhu, v takovém případě by bylo vhodné rozšířit výzkum pro vyšší rozsah teplot.

Vliv hladiny kyslíku není zatím přesně prokázán a prozkoumán, test probíhal při koncentraci kyslíku kolem $2 \cdot 10^{-4} \%hm$. Není jisté jak nízká hladina kyslíku působí na projevy LME. Považuji za reálné, řízením obsahu kyslíku chránit konstrukční části reaktoru před vlivy LME. V takovém případě je však třeba zvážit a prozkoumat vliv obsahu kyslíku na další agresivní projevy prostředí LBE.

Za zvážení stojí zda neexistuje vhodnější materiál pro vnitřní části reaktoru než je ocel T91. Testy probíhající i pro další materiály, jako je ocel ODS s 9% Cr, dávají poměrně příznivé výsledky.

Další možností jak zvýšit odolnost oceli T91 je nanesení povlaků. Některé z povlaků již jsou v procesu testování, např. povlaky na bázi chromu, nitridu titanu, FeAl, FeCrAlY. Tato cesta vývoje a ochrany oceli dává slibné výsledky i při dlouhodobé expozici. [32]

ZÁVĚR

Úvodní část této práce se zabývá historií, současným využitím i plánovaným vývojem chlazení reaktorů tekutými kovy. Výčet je proveden, jak pro jednotlivé používané kovy, tak pro jednotlivé země, které se touto technologií zabývaly.

V následující části jsou popsány současné poznatky o principech vzniku a projevech Liquid Metal Emrittlement. Dále metalografická a fraktografická charakteristika lomů vzniklých mechanismem LME a obecnými příčinami jejich vzniku.

Poslední část je zaměřena na teoretický rozbor experimentální procedury měření lomové odolnosti, popis experimentů provedených v Centru Výzkumu Řež a způsob jejich vyhodnocení. Je zde popsána úprava dat, dvě metody měření délky trhliny a také dva způsoby vyhodnocení dle způsobu měření. Na závěr je uveden souhrn naměřených dat s hodnocením vlivu LME na testovanou ocel T91.

Hlavním dílem této práce byla analýza dat z experimentů provedených v Centru Výzkumu Řež a vyhodnocení náchylnosti oceli T91 ke vzniku LME v prostředí eutektika PbBi. Z výsledků mé práce vychází, že ocel T91 není dostatečně odolná proti LME a je třeba hledat lepší materiál nebo efektivní způsoby ochrany součástí vystavených působení LME. Současně by bylo vhodné ověřit vliv obsahu kyslíku v LBE na rozvoj LME v oceli T91.

BIBLIOGRAFIE

- [1] E. Bunker. *Bunker. Eearly Reactors From Fermi's Water Boiler to Novel Power Prototypes* [online] 1987 [cit.2014-09-20] Dostupné z:
<http://library.lanl.gov/cgi-bin/getfile?00416628.pdf>
- [2] International Atomic Energy Agency. Power Reactor Information System. *Beloyarsk-4* [online] ©1998-2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z:
<http://www.iaea.org/PRIS/CountryStatistics/ReactorDetails.aspx?current=451>
- [3] China Institute of Atomic Enegy. *China Experimental Fast Reactor* [online] [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.ciae.ac.cn/eng/cefr/index.htm>
- [4] Japan Atomic Energy Agency. *Fast Breeder Reactor Prototype FBR MONJU* [online] ©2000-2001 [cit.2014-09-20] Dostupné z:
<http://www.jaea.go.jp/jnc/jncweb/02r-d/fast.html>
- [5] Japan Atomic Energy Agency. *JAEA efforts toward restart of the Monju FBR* [online] ©2000-2001 [cit.2014-09-20] Dostupné z:
<http://www.jaea.go.jp/english/news/090514/index.shtml>
- [6] Government of India. Department of Atomic Energy. *A creditable performance at Kalpakkam* [online] [cit. 2014-09-20] Dostupné z:
http://www.igcar.ernet.in/press_releases/press15.htm
- [7] US. Nuclear Regulatory Commisiion. *Fermi, Unit 1* [online] ©2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.nrc.gov/info-finder/decommissioning/power-reactor/enrico-fermi-atomic-power-plant-unit-1.html>
- [8] Dourneay. *The Background to the Dounrey Fast Reactor* [online] [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.dounreay.com/UserFiles/File/DFR/History%20of%20DFR.pdf>
- [9] International Atomic Energy Agency. International Nuclear Information System. *The SRN 300 fast breeder in the ups and downs of it history* [online] ©2010-2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: http://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:26054910

- [10] Federation of American Scientists. *Project 627 Kit November class* [online] ©2000 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://fas.org/man/dod-101/sys/ship/row/rus/627.htm>
- [11] Ux Consulting Company. *SMR Design Profile BREST-OD-300* [online] ©2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: http://www.uxc.com/smr/uxc_SMRDetail.aspx?key=BREST-OD-300
- [12] Ux Consulting Company. *SMR Design Profile SVBR-100* [online] ©2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: http://www.uxc.com/smr/uxc_SMRDetail.aspx?key=SVBR-100
- [13] World Nuclear News. *Land secured for pilot fast reactor* [online] ©2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: http://www.world-nuclear-news.org/NN-Land_secured_for_pilot_fast_reactor-1806135.html
- [14] Science and technology. *Energy to Go, A Self-Contained, Portable Reactor* [online] ©2004 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <https://str.llnl.gov/str/JulAug04/Smith.html>
- [15] European Nuclear Society. *MYRRHA a new futur for nuclear reasearch* [online] [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <https://www.euronuclear.org/e-news/e-news-21/myrrha.htm>
- [16] SCK-CEN. *MYRRHA: Multi-purpose Hybrid Research Reactor for High-tech Applications* [online] © 2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://myrrha.sckcen.be/>
- [17] ANSALDO ENERGIA GROUP. ANSALDO NUCLEARE. *IV-gen NUCLEAR POWER PLANTS AND FUSION REACTORS* [online] [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.ansaldonucleare.it/easyNews/NewsLeggi.asp?NewsID=8>
- [18] World Nuclear News. *Consortium Established to Build Alfred* [online] ©2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.world-nuclear-news.org/NN-Consortium-established-to-build-Alfred-2012134.htm>
- [19] ALEMBERTI. BRUYN. GRASSO. International Atomic Energy Agency. *The European Lead Fast Reactor Strategy and Roadmap fot the Demonstrator ALFRED* [online] ©2013 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.iaea.org/NuclearPower/Downloadable/Meetings/2013/2013-03-04-03-07-CF-NPTD/T1.2/T1.2.alemberti.pdf>

- [20] FABRIZIO, DULLA, NERVO, Italian National Agency for New Technologies, Energy and Sustainable Economic Development. *ALFRED Reactor* [online] ©2013 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: http://www.enea.it/it/Ricerca_sviluppo/documenti/ricerca-di-sistema-elettrico/nucleare-iv-gen/2012/rds-2013-018.pdf
- [21] ALEMBERTI. Research Laboratory for Nuclear Reactors *ELFR-DEMO ALFRED System Configutaion* [online] ©2012 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: [http://www.nr.titech.ac.jp/~mtakahas/X13/2.3%20\(A.%20Alemberti\).pdf](http://www.nr.titech.ac.jp/~mtakahas/X13/2.3%20(A.%20Alemberti).pdf)
- [22] PONCIROLI, CAMMI, LORENZI. *A Preliminary Approach to the ALFRED Reactor Strategy* [online] 2014 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: http://ac.els-cdn.com/S0149197014000286/1-s2.0-S0149197014000286-main.pdf?_tid=e490bf48-4f4d-11e4-b9db00000aab0f6c&acdnat=1412815849_3c76540ecaf07579f3eca9e693424caf
- [23] AUGER, HOJNA, DI GABRIELE. *Fracture mechanics behavior of the T91 martensitic steel in contact with liquid lead–bismuth eutectic for application in an accelerator driven system* [online] 2011 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311511003801>
- [24] HOJNA, DI GABRIELE. *On the kinetics of LME for the ferritic–martensitic steel T91 immersed in liquid PbBi eutectic* [online] 2011 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311511003126>
- [25] E1820-11. *Standard test metod for measurement od fracture toughness*. American Society for Testing and Materials, 2011. 56s.
- [26] COCHRAN, FEIVESON, PATTERSON *Fast Breeder Reactor Programs: History and Status* [online] 2010 [cit. 2014-09-20] Dostupné z: <http://fissilematerials.org/library/rr08.pdf>
- [27] Lynch, S. P.: Metal-Induced Embrittlement of Materials. In: *Materials Characterisation* 28, Commonwealth of Australia, 1992, s. 279-289

- [28] HOJNA, DI GABRIELE, GORSE. *Influence of liquid lead and lead–bismuth eutectic on tensile, fatigue and creep properties of ferritic/martensitic and austenitic steels for transmutation systems* [online] 2011 [cit. 2014-09-20] Dostupné z:
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311511004065>
- [29] ThyssenKrupp Materials International. *T91 Material Data Sheet* [online] 2011 [cit. 2014-09-20] Dostupné z:
http://www.s-k-h.com/media/de/Service/Werkstoffblaetter_englisch/Kesselrohre_ASTM/P91_T91_engl.pdf
- [30] Centrum Výzkumu Řež s.r.o. Husinec Řež, *Interní materiály z měření 2013-2014*
- [31] KUNZ. *Aplikovaná lomová mechanika*. Praha Vydavatelství ČVUT, 2005
- [32] HOJNA, DI GABRIELE. *Materiálové Problémy Jaderných Reaktorů G.IV Chlazených Těžkými Kovy*. [přednáška] 2014. Odborné diskusní fórum MATPEA, Praha.

PŘÍLOHA 1

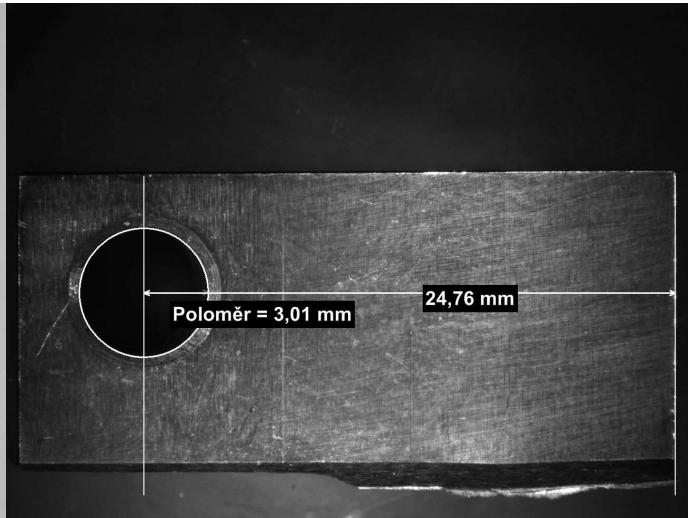
Fáze cyklování	Počáteční frekvence [Hz]	Konečná frekvence [Hz]	Maximální síla [kN]	Minimální síla [kN]	Počet cyklů [1]
1	105,0	103,1	2,2	1,8	60800
2	102,7	100,0	2,0	1,6	38900
3	99,1	96,8	1,8	1,4	25200
4	96,5	94,5	1,6	1,3	22800
5	93,2	91,0	1,2	1,0	43000

Tabulka 5 Data zaznamenaná během cyklování vzorku M8

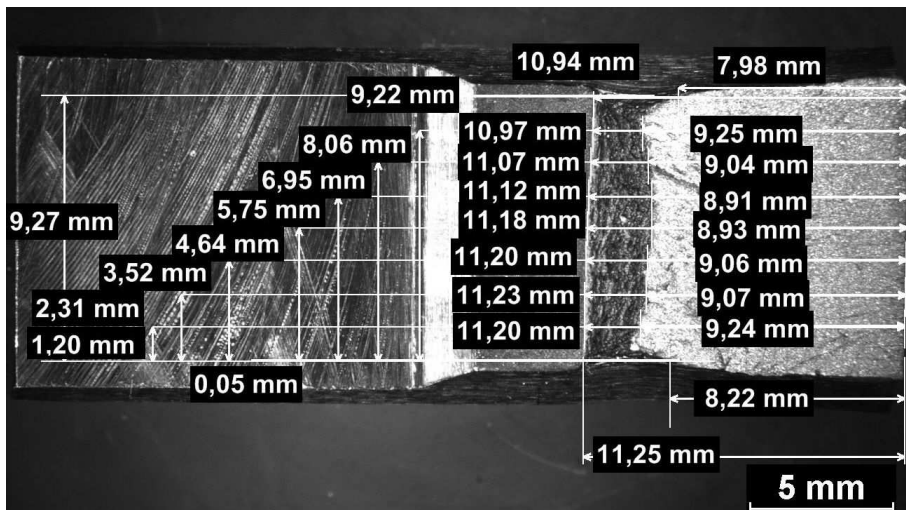
POŘÍLOHA 2



Obr. 13 Vzorek M8 po testu a dolomení



Obr. 14 Měření rozměru W na vzorku M8



Obr. 15 Fotografie z měření délky trhliny vzorku M8 na digitálním mikroskopu

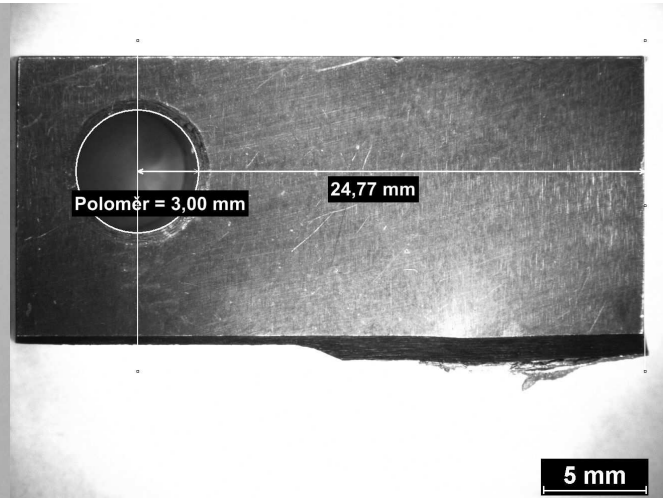
M8	1	2	3	4	5	6	7	8	9
b_f	8,22	9,24	9,07	9,06	8,93	8,91	9,04	9,25	7,98
b_0	11,25	11,20	11,23	11,20	11,18	11,12	11,07	10,97	10,94
Δa	3,03	1,96	2,16	2,14	2,25	2,21	2,03	1,72	2,96
a_0	13,51	13,56	13,53	13,56	13,58	13,64	13,69	13,79	13,82
a_f	16,54	15,52	15,69	15,70	15,83	15,85	15,72	15,51	16,78
W	24,76		\bar{a}_0	13,63					
B_N	9,27		\bar{a}_f	15,81					

Tabulka 6 Naměřená data délky trhliny ze vzorku M8

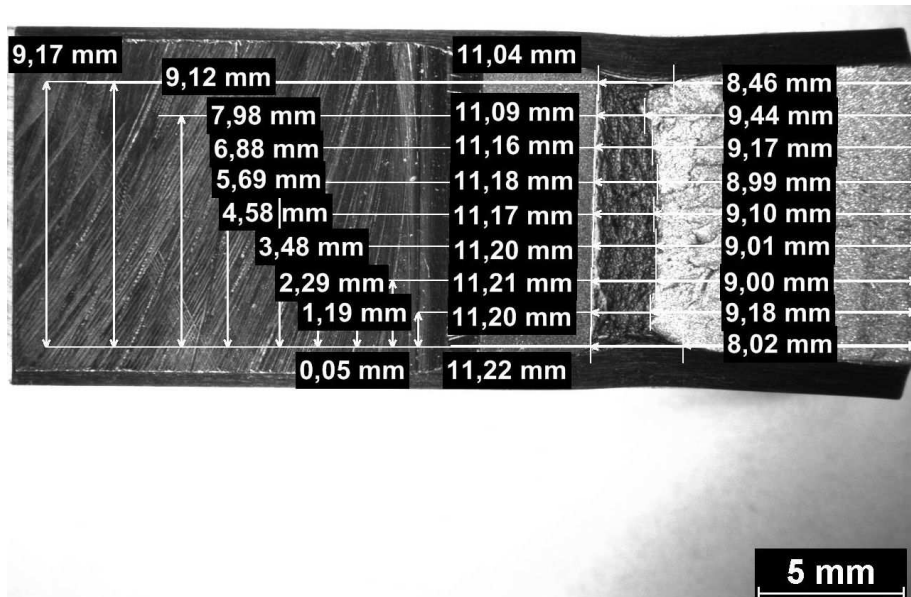
PŘÍLOHA 3



Obr. 16 Vzorek M9 po testu a dolomení



Obr. 17 Měření rozměru W na vzorku M9



Obr. 18 Fotografie z měření délky trhliny vzorku M9 na digitálním mikroskopu

M9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
b_f	8,02	9,18	9,00	9,01	9,10	8,99	9,17	9,44	8,46
b_0	11,22	11,20	11,21	11,20	11,17	11,18	11,16	11,09	11,04
Δa	3,20	2,02	2,21	2,19	2,07	2,19	1,99	1,65	2,58
a_0	13,55	13,57	13,56	13,57	13,60	13,59	13,61	13,68	13,73
a_f	16,75	15,59	15,77	15,76	15,67	15,78	15,60	15,33	16,31
W	24,77		\bar{a}_0	13,60					
B_N	9,17		\bar{a}_f	15,75					

Tabulka 7 Naměřená data délky trhliny ze vzorku M9

PŘÍLOHA 4