

OPONENTSKÝ POSUDEK

disertační práce

THE STRUCTURAL STABILITY OF CREEP RESISTANT AUSTENITIC STEELS

SUPER 304H AND Tp 347HFG

Doktorand: Ing. Jakub Horváth, IWE

Školitel: doc. Ing. Jiří Janovec, CSc.

Školitelské pracoviště: ČVUT Praha, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálového inženýrství

Předložená disertační práce obsahuje 120 stran textu (včetně citací, seznamu symbolů a zkratk, tabulek a obrázků), 26 tabulek a 121 obrázků. Práce je vypracována v anglickém jazyce. Téma disertační práce je aktuální. Nejrozšířenějším zdrojem elektrické energie v globálním měřítku jsou v současné době tepelné elektrárny, kde je tepelná energie získávána spalováním fosilních paliv. Přestože v posledních desetiletích dochází k rychlému rozvoji alternativních zdrojů energie, tepelné elektrárny si své dominantní postavení s vysokou pravděpodobností udrží i v horizontu několika dalších desetiletí. To souvisí nejen s celkovými zásobami fosilních paliv, ale i s časovou nevyvážeností dodávek elektrické energie z alternativních zdrojů. Neustále rostoucí požadavky na redukci ceny elektrické energie a zároveň na snižování množství emisí vyvolávají tlak na zvyšování tepelné účinnosti nově budovaných nebo renovovaných bloků tepelných elektráren. Toho lze dosáhnout zvyšováním parametrů páry, tj. teploty a tlaku páry, na vstupu do parních turbín. Využití páry s vysokými parametry je však podmíněno dostupností vhodných konstrukčních materiálů. V nedávné době byly vyvinuty nové značky žárovevných austenitických ocelí, které jsou v současné době již aplikovány v modernizovaných energetických zařízeních v České republice. Pro tyto oceli nejsou k dispozici relevantní údaje o jejich degradaci během jejich dlouhodobého provozování, což bude výrazně komplikovat predikci zbytkové životnosti provozovaných komponent. Mezi tyto oceli patří i SUPER 304H a Tp 347HFG, kterými se zabývá posuzovaná disertační práce.

V teoretické části práce doktorand detailně diskutuje současné poznatky o žárovevných austenitických ocelích typu 18Cr/9Ni s důrazem na nově vyvinuté značky SUPER 304H a Tp 347HFG, které jsou předmětem praktické části práce. Především se zabývá strukturní stabilitou těchto ocelí, precipitačními procesy, degradací mechanických vlastností, termodynamickým modelováním rovnovážného stavu struktury a kinetikou fázových transformací. Tato část práce je zpracována na 46 stranách, při jejím zpracování byly použity relevantní literární prameny a provedená rešerše dobře charakterizuje současný stav poznání. K této části práce mám následující připomínky a dotazy:

1. V řadě případů jsou v práci použity neobvyklé termíny, např.:

str. 16: *matrix distortion – hardening* místo *solid solution hardening*,

str. 16: *austenitic area stable element* místo *austenite former*,

str. 16: *ferritic area stable element* místo *ferrite former*,

str. 30: *grain coursing* místo *grain coarsening*,

Tab.16: *portion of area* místo *area fraction*,

str. 84: *atomic diffraction* místo *electron diffraction*,

Obr. 86: *Kikutchi lines* místo *Kikuchi lines*.

2. Pro obě hodnocené oceli je charakteristická malá velikost austenitického zrna. Čím je podmíněna malá velikost zrna v austenitických ocelích?

3. V seznamu použitých zkratk a symbolů jsou některé zkratky charakterizovány nepřesně, pro některé parametry jsou definovány dvě různé zkratky, rovněž by bylo vhodné uvést jednotky.

Experimentální práce byly zaměřeny především na ocel SUPER 304H ve výchozím stavu (po dvou režimech rozpouštěcího žíhání) a po dlouhodobém laboratorním žíhání na teplotách 650, 675 a 700 °C. Teplotní interval žíhání byl vzhledem k předpokládaným teplotám provozní expozice zvolen správně. Maximální doba žíhání byla 24 500 hod. V disertační práci je zpracován velký soubor experimentálních výsledků. Při charakterizaci struktury studovaných ocelí byla využita řada moderních metod: obrazová analýza ve spojení se světelnou mikroskopií, řádkovací elektronová mikroskopie (SEM), EBSD, prozařovací elektronová mikroskopie (TEM), rtg spektrální mikroanalýza (EDX). Tento přístup je správný, poněvadž komplexní charakterizace precipitačních procesů v žárovevných ocelích vyžaduje použití kombinaci řady mikroskopických technik s rozdílnou rozlišovací schopností, metody umožňující charakterizovat lokální chemické složení a krystalovou strukturu přítomných fází. Velká pozornost byla věnována identifikaci sigma fáze za použití několika moderních technik strukturně fázové analýzy a definici parametrů barevného leptání, které by umožnilo spolehlivou diskriminaci této fáze při automatizované obrazové analýze. Tato část práce je zpracována kvalitně. Bylo prokázáno, že sigma fáze precipituje ve studované oceli až během žíhání na teplotách 650 – 700 °C. Stanovené plošné podíly sigma fáze ve studovaných vzorcích byly korelovány s Larson - Millerovým parametrem (LMP). Závislost plošného podílu sigma fáze na LMP byla matematicky zpracována pomocí exponenciální funkce. Získané výsledky charakterizují tepelnou degradaci studované oceli. V provozních podmínkách komponenty z austenitických ocelí často pracují v creepovém režimu. Je známo, že creepová deformace významně akceleruje precipitační procesy, nicméně experimentální materiál z creepových zkoušek do lomu nebyl k dispozici.

Mechanické zkoušky provedené na žíhaném materiálu prokázaly vysokou úroveň pevnostních vlastností, ale výrazný pokles nárazové práce. Fraktografická analýza prokázala u žíhaných vzorků výskyt hrubých částic sigma fáze na lomových plochách. Negativní účinek lze předpokládat především v případě částic sigma fáze situovaných v trojných bodech. V případě oceli Tp 347 HFG byl vypracován model kinetiky precipitace sigma fáze, který vychází z výsledků hodnocení kinetiky precipitace této fáze v oceli SUPER 304H, rozdílů v chemickém složení obou ocelí a vypočtených koeficientů s využitím difúzních zákonů.

Verifikace navrženého modelu byla provedena s využitím vzorku oceli Tp 347HFG po laboratorním žíhání na teplotě 700 °C po dobu 10 000 hod. Bylo dosaženo relativně dobré shody mezi výsledky výpočtů a experimentem.

Za nedostatek disertační práce považuji skutečnost, že v práci je selektivně věnována pozornost pouze hodnocení sigma fáze, u které se předpokládá významný účinek na mechanické vlastnosti, ale není detailně dokumentována a diskutována precipitace ostatních minoritních fází. Pro komplexní posouzení změn vlastností studovaných ocelí v závislosti na parametrech expozice musí být tyto údaje brány v úvahu.

K experimentální části hodnocené disertační práci mám následující připomínky, případně dotazy:

1. Směrné chemické složení oceli SUPER 304H je v disertační práci zbytečně uvedeno dvakrát, viz Tab. 1 a 11.
2. Údaje prezentované v tabulkách Fig. 20 a Fig. 84 jsou zcela identické.
3. U některých snímků mikrostruktury buď nejsou uvedeny (obr. 75, 90) nebo jsou špatně čitelné „markery“. Informace o zvětšení by měla být uvedena u každého snímku struktury.
4. Je sice pravda, že v technické praxi se převážně chemické složení materiálů uvádí v hm.%, nicméně u výsledků laboratorních analýz se často s výhodou využívají i at. %. V této souvislosti by údaje o chemickém složení v odborných zprávách měly být přesně specifikovány (hm. % nebo at. %).
5. Str. 63: „Precipitated sigma phase is marked at the base of chromium detection in Fig. 75“. Je možné spolehlivě rozlišit mezi sigma fází a $M_{23}C_6$ karbidy pouze na základě plošných rtg map chrómu?
6. Obr. 86: uvedené difraktogramy nepředstavují „transmission diffraction“, ale difraktogram získaný pomocí techniky EBSD.
7. Str. 90: autor uvádí „precipitation of the sigma phase can be classified like precipitation hardening..“. Proč se autor domnívá, že sigma fáze významně přispívá k precipitačnímu zpevnění oceli SUPER 304H? Jakou roli mohou hrát další minoritní fáze (Nb(C,N), $M_{23}C_6$ a ϵ -Cu) ?
8. Str. 76: Při popisu expozice žárovečných ocelí pomocí parametru LMP je kritická použitá hodnota konstanty. Jak autor stanovil použitou LMP konstantu?
9. Stanovení plošného podílu sigma fáze bylo provedeno na základě snímků ze světelného mikroskopu. Jaká byla nejmenší velikost částic této fáze, kterou se za použití techniky barevného leptání podařilo spolehlivě identifikovat? Jak tato skutečnost ovlivnila vypovídací schopnost výsledků obrazové analýzy plošného podílu sigma fáze?
10. Tab. 20: V případě oceli Tp 347 FG byl po tepelné expozici zjištěn větší pokles nárazové práce než u oceli SUPER 304H, ale naměřený plošný podíl sigma fáze byl v oceli Tp 347 HFG nižší. Mohl by doktorand komentovat tuto skutečnost?

11. Je spolehlivě prokázáno, že kinetiku precipitace sigma fáze v austenitických ocelích kromě chromu významně ovlivňují i další prvky, které při sestavování modelu v kap. 6.5 nebyly vzaty v úvahu. Například, precipitaci sigma fáze výrazně stabilizuje křemík, naopak dusík precipitaci této fáze významně brzdí.

12. Str. 52: „Resolution of SEM can be 10 nm.“ Rozlišení této techniky je v současné době přibližně o jeden řád lepší.

13. V tab. 21 uvedené koeficienty difúze substitučních prvků v železe nejsou reálné.

14. Kinetická křivka v případě difúzních transformací má sigmoidální charakter. Pro matematický popis této křivky by měla být použita rovnice typu Johnson-Mehl-Avrami, která umožňuje vyjádřit zpomalení transformace v závěrečné etapě. Použitá exponenciální závislost sice dobře popisuje počátek precipitace, ale nemůže správně popsat závěrečnou etapu vylučování sigma fáze.

15. V případě rovnic (11) a (12) není jasně definován význam jednotlivých proměnných.

V souvislosti s poměrně velkým rozsahem disertační práce, která je napsána v anglickém jazyce, se doktorand nevyhnul řadě typografických chyb, případně i určité neobratnosti ve formulaci vět. Tyto nedostatky však výrazněji neovlivňují kvalitu předložené disertační práce.

Podle mého názoru doktorand prokázal schopnost definovat odborný problém, získat a vyhodnotit experimentální výsledky a provést interpretaci získaných výsledků s využitím současných poznatků o řešené problematice. Dílčí výsledky disertační práce byly již publikovány v 6 článcích indexovaných na WoS a v dalších 13 odborných příspěvcích. Získané výsledky bude možné využívat při monitorování stupně degradace komponent z oceli SUPER 304H, které jsou v České republice aplikovány v modernizovaných blocích tepelných elektráren.

Lze konstatovat, že hlavní cíle disertační práce se podařilo splnit. Předložená disertační práce Ing. Jakuba Horvátha, IWE splňuje všechny požadavky kladené na daný typ prací, a proto ji doporučuji k obhajobě a na základě úspěšného obhájení práce doporučuji udělení titulu Ph.D. v doktorském studijním programu „Strojní inženýrství“.

V Ostravě, 18. 10. 2018

prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.
Katedra materiálového inženýrství, FMMI
VŠB - TU Ostrava