

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská
Katedra inženýrství pevných látek



Strukturní charakteristiky laserových svarů ocelí

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Bc. Aleš Vlk

Vedoucí práce: Ing. Karel Trojan

Praha 2019



ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA JADERNÁ A FYZIKÁLNĚ INŽENÝRSKÁ
Katedra inženýrství pevných látek

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Student: **Bc. Aleš Vlk**

Studijní program: **Aplikace přírodních věd**

Obor: **Inženýrství pevných látek**

Akademický rok: **2018/2019**

Název práce: **Strukturní charakteristiky laserových svarů ocelí**
(česky)

Název práce: **Structure parameters of laser welded steel plates**
(anglicky)

Pokyny pro vypracování:

Diplomová práce bude zaměřena na analýzu strukturních charakteristik laserových svarů ocelových desek získaných převážně pomocí difrakčních měření. Bc. Aleš Vlk v rešeršní části práce popíše experimentální metody analýzy reálné struktury polykrystalických materiálů a problematiku laserového svařování. Text bude vypracován v českém jazyce.

Při řešení postupujte podle následujících bodů.

I. Rešeršní část

- 1) Základy difrakčních metod a laserového svařování.
- 2) Experimentální metody určení parametrů reálné struktury polykrystalů.
- 3) Změny strukturních charakteristik po laserovém svařování.

II. Experimentální část

- 1) Popis použitých experimentálních zařízení.
- 2) Realizace experimentů, popis vzorků.
- 3) Vyhodnocení získaných experimentálních dat.
- 4) Výsledky a jejich diskuze, formulace nových poznatků.

Doporučená literatura:

- [1] G. S. Schajer, *Practical Residual Stress Measurement Methods*, Wiley, 2013.
- [2] V. Pecharsky, P. Zavalij, *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*, 2nd ed., Springer, 2008.
- [3] I. Kraus, N. Ganev, *Technické aplikace difrakční analýzy*, ČVUT, 2004.
- [4] U. Welzel, et al. Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction. *Applied Crystallography*. 38 2005.
- [5] W. M. Steen, *Laser material processing*. 3rd ed. London: Springer, 2003.

Jméno a pracoviště vedoucího práce:

Ing. Karel Trojan, Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Jméno a pracoviště konzultantů:

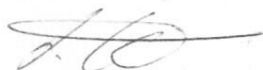
prof. Ing. Nikolaj Ganev, CSc., Katedra inženýrství pevných látek, FJFI, ČVUT v Praze

Ing. Jiří Čapek, Ph.D., Katedra inženýrství pevných látek, FJFI, ČVUT v Praze


Datum zadání diplomové práce: 23. 10. 2018

Termín odevzdání diplomové práce: 6. 5. 2019

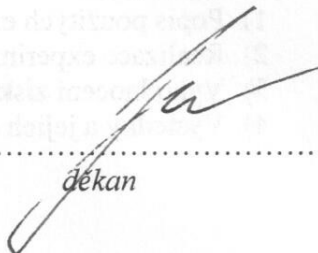
Doba platnosti zadání je dva roky od data zadání.



.....
garant oboru



.....
vedoucí katedry



.....
děkan

V Praze dne 23. 10. 2018

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně a použil pouze podklady (literaturu, projekty, SW atd.) uvedené v příloženém seznamu.

Nemám závažný důvod proti použití tohoto školního díla ve smyslu §60 Zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne

.....

Bc. Aleš Vlk

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat svému vedoucímu Ing. Karlu Trojanovi a také konzultantům prof. Ing. Nikolaji Ganevovi, CSc. a Ing. Jiřímu Čapkovi, Ph.D. za odborné vedení a cenné rady při vypracování této práce. Dále bych chtěl poděkovat firmě Raptech s.r.o. za přípravu vzorků a pánům RNDr. Zdeňku Weissovi, CSc. a Charlesovi Hervé Hervoches, Ph.D. za provedená měření. Měření byla podpořena projektem TH02010664 Technologické agentury ČR.

Název práce: **Strukturní charakteristiky laserových svarů ocelí**

Autor: Bc. Aleš Vlk

Studijní program: Aplikace přírodních věd

Obor: Inženýrství pevných látek

Druh práce: Diplomová práce

Vedoucí práce: Ing. Karel Trojan, Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Konzultant: prof. Ing. Nikolaj Ganev, CSc., Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Konzultant: Ing. Jiří Čapek, Ph.D., Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

Abstrakt: Diplomová práce je zaměřena na charakterizaci zbytkového stavu napjatosti v laserem svařených ocelových deskách vyhotovených z oceli P355NL1. V úvodu této práce je čtenář stručně seznámen s pojmem zbytkových napětí, jejich klasifikací a příčinami vzniku, základy rentgenové a neutronové difrakce a problematikou laserového svařování. V experimentální části jsou provedena měření na nesvařených deskách sloužící k charakterizaci výchozího materiálu. Poté je porovnán povrchový stav zbytkové napjatosti napříč svarem žíhaných a nežíhaných desek. Toto srovnání nám dává náhled na vliv stavu zbytkové napjatosti vzniklý při výrobě na nově formovaný samotný svar. Pro žíhané desky byl dále studován zbytkový stav napjatosti objemového materiálu za použití neutronové difrakce.

Klíčová slova: rentgenová difrakce, neutronová difrakce, zbytková napětí, laserové svařování

Title: **Structure parameters of laser welded steel plates**

Author: Bc. Aleš Vlk

Abstract: The aim of this thesis is a characterization of residual stress state of laser welded P355NL1 steel plates. Theoretical part of this work contains a brief introduction in to the problematics of residual stress generation, basics of X-ray and neutron diffraction and laser welding. In the experimental part of this work, the measurements characterizing the samples before welding are performed. After the welding, a comparison of a surface residual stress state of annealed and non-annealed plates is performed, giving us information about the effect of the residual stress state present in the material before welding on the weld itself. For the annealed plates, the residual stress state of the bulk material is further studied using neutron diffraction.

Keywords: X-ray diffraction, neutron diffraction, residual stresses, laser welding

Obsah

Úvod	11
1 Mechanická napětí v pevných látkách	13
1.1 Definice zbytkových napětí	13
1.2 Klasifikace a příčiny vzniku zbytkových napětí	13
2 Experimentální metody	17
2.1 Rentgenová difrakce	17
2.1.1 Absorpce rentgenového záření	18
2.1.2 Braggova rovnice a geometrie difraktometru	19
2.1.3 Hloubka vnikání rentgenového záření	20
2.1.4 Debyeova-Scherrerova metoda v uspořádání na zpětný odraz	21
2.2 Neutronová difrakce	22
2.3 Lasery a laserové svařování	24
2.3.1 Typy laserů a lasery používané pro svařování	24
2.3.2 Režimy laserového svařování	26
2.3.3 Fázové transformace ocelí	28
2.4 Optická spektroskopie s doutnavým výbojem	30
2.5 Elektrolytické leštění	31
3 Výpočet zbytkových napětí a určení fázového složení	33
3.1 Tenzor napětí a deformace	33
3.1.1 Metoda $\sin^2 \psi$	36
3.2 Určování polohy difrakčních maxim	36
3.3 Rietveldova metoda	37
4 Popis vzorků a experiment	39
4.1 Laserové svařování	40
4.2 Stanovení zbytkových napětí	41
4.2.1 Laboratoř strukturní rentgenografie KIPL	41
4.2.2 Laboratoř aplikované strukturní rentgenografie TU v Liberci	43
4.2.3 Neutronová difrakce ÚJV Řež, a.s.	44
4.3 Debyeova-Scherrerova metoda v uspořádání na zpětný odraz . . .	45
4.4 Fázová analýza	45
4.5 Optická spektroskopie s doutnavým výbojem	45
5 Výsledky a diskuse	47
5.1 Charakterizace vzorků	47
5.1.1 Povrchová zbytková napětí a analýza chemického složení .	51
5.2 Porovnání povrchové distribuce zbytkových napětí svařených žíhaných a nežíhaných desek	57
5.3 Hloubková distribuce zbytkových napětí svařených desek	61
Závěr	67
Seznam použité literatury	69

Symboly a zkratky

73

Přílohy

75

Úvod

Studium stavu zbytkové napjatosti je stále aktuální, a to nejen z hlediska základního, ale především aplikovaného výzkumu. Zbytková napětí vzniklá při zpracování a opracování daného materiálu výrazně ovlivňují životnost výsledného výrobku. Studium zbytkových napětí ve výrobku může následně vést k návrhu na úpravu parametrů výrobního postupu a tím ke zvýšení kvality a prodloužení životnosti výsledných výrobků. Dále též lze předejít případné katastrofě způsobené jeho poškozením při běžném užívání, která může nastat u výrobků jako jsou např. součásti leteckých motorů, karosérie aut, či tlakové nádoby a produktovody.

Jedním z témat výzkumu prováděného v Laboratoři strukturní rentgenografie je studium využitelnosti metody laserového svařování pro výrobu vysokotlakých nádob a produktovodů. V předchozích letech byla tato metoda v rámci projektu TH02010664 Technologické agentury ČR porovnána s metodou svařování pod tavidlem a elektronovým svazkem. U vysokotlakých nádob je kladen důraz na kvalitu a pevnost svaru. Pro určení těchto vlastností jsou svary podrobovány předepsaným destruktivním i nedestruktivním testům. Jedním z příspěvků do tohoto výzkumu je studium stavu zbytkové napjatosti ocelových desek svařených právě metodou laserového svařování, a to za pomoci rentgenové a neutronové difrakce.

Cílem této práce je prozkoumat zbytkový stav napjatosti vzniklý při laserovém svařování desek z ocele pod označením P355NL1 určené právě pro již zmíněnou výrobu vysokotlakých nádob. K tomu bylo využito jak rentgenové, tak neutronové difrakce a dalších doplňujících metod pro charakterizaci vzorků. Pro relaxaci zbytkových napětí vzniklých během výroby desek a zjištění vlivu na výsledný stav zbytkové napjatosti ve svaru byla část desek podrobena žíhání pro relaxaci zbytkových napětí.

V teoretické části textu je čtenář seznámen se samotným pojmem zbytkových napětí, jejich klasifikací a příčinami vzniku. Dále jsou též stručně přiblíženy použité experimentální metody a základní principy metody laserového svařování. Experimentální část lze pomyslně rozdělit na dva oddíly. V prvním oddíle je charakterizován vliv provedeného žíhání na reálnou strukturu a vliv oxidické vrstvy na povrchový stav napjatosti. V rámci toho jsou provedena difrakční měření pomocí Debyeovy-Scherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz, kvantitativní fázová analýza a hloubkové průběhy zbytkových napětí v těsné blízkosti povrchu. Tyto hloubkové průběhy byly získány dvěma přístupy. Prvním z nich bylo použití elektrolytického leštění v kombinaci s rentgenovým zářením $CrK\alpha$. V druhém přístupu byly využity čtyři zdroje rentgenového záření o různých vlnových délkách, a tudíž i různých hloubkách vnikání. Také je provedena hloubková analýza chemického složení za použití metody optické spektroskopie s doutnavým výbojem. V druhém oddíle pak následuje samotné studium povrchového stavu zbytkové napjatosti napříč svarem žíhaných a nežíhaných desek a objemového stavu zbytkové napjatosti napříč svarem žíhaných desek a jejich vzájemné porovnání.

1. Mechanická napětí v pevných látkách

Mechanická napětí lze dělit na dva základní druhy. Napětí vložena a napětí zbytková [1].

Vložena mechanická napětí jsou napětí vyvolaná vnějšími silami působícími na těleso (gravitační nebo odstředivá), změnou jednotlivých částí objemu způsobenou nehomogenním teplotním polem nebo změnami fáze. Tato napětí v tělese existují pouze dočasně, a to za působení příčiny jejich vzniku [1].

1.1 Definice zbytkových napětí

Zbytková napětí jsou definována jako napětí, která zůstávají v materiálu i po odstranění vnějších působících sil, neboli pokud je těleso v rovnováze se svým okolím [2]. *”Zbytková napětí jsou vždy důsledkem nehomogenity lokální deformace, pokud by deformace proběhla v celém materiálu totožně (současně a stejným způsobem), zbytkové napětí by nevzniklo”*[1].

Pro patřičné porozumění následujícímu textu je nutné definovat význačné hodnoty zbytkových napětí jako jsou mez kluzu, pružnosti a pevnosti.

- Mez pružnosti σ_e je hodnota napětí, po jejímž překročení v materiálu zůstává deformace i po odstranění vnějších sil [3].
- Mez pevnosti σ_p je hodnota normálového napětí, při které dochází k porušení celistvosti materiálu [3].
- Mez kluzu σ_k definuje hodnotu napětí, po jejíž dosažení se těleso plasticky deformuje bez dalšího zvyšování napětí [3].

1.2 Klasifikace a příčiny vzniku zbytkových napětí

Zbytková napětí lze klasifikovat vícero způsoby. Zde uvedeme několik nejzákladnějších a nejpoužívanějších dělení zbytkových napětí. Zbytková napětí můžeme dělit:

- a) Dle velikosti objemů, v nichž jsou zbytková napětí přibližně homogenní [1, 4].
 - Zbytková napětí I. druhu, označována též jako makroskopická, jsou zbytková napětí, která jsou přibližně homogenní v makroskopické oblasti materiálu, jejíž jeden rozměr dosahuje alespoň řádu mm. Tato oblast může mít tvar tenké vrstvy a kolmo k této vrstvě jsou přípustné strmé gradienty napětí I. druhu. Při difrakčních měřeních se tato napětí projevují posuvem difrakčních maxim. Síly, které jsou spojené se zbytkovými napětími I. druhu jsou v rovnováze vzhledem k jakémukoliv řezu tělesem. V rovnovážném stavu jsou rovněž momenty vzhledem k libovolné ose procházející tělesem nulové [1].

- Zbytková napětí II. druhu, také nazývána mikroskopická napětí, jsou zbytková napětí, která jsou přibližně homogenní v oblastech srovnatelných s velikostí jednotlivých krystalitů (oblastí koherentního rozptylu). Síly a momenty jsou v rovnováze i v objemech tvořených většími počty krystalitů, kde porušení této rovnováhy nemusí nutně vést ke změně tvaru tělesa. Při difrakčních měřeních se tato napětí projevují posuvem a rozšířením difrakčních maxim [1].
- Zbytková napětí III. druhu, někdy také označována jako submikroskopická. Tato zbytková napětí jsou vyvolána mřížkovými poruchami v jinak periodickém uspořádání atomů v krystalové mřížce, tj. jsou nehomogenní v oblastech o velikostech meziatomové vzdálenosti atomů v krystalu. V difrakčních měřeních se projevují rozšířením difrakčních maxim a změnou jejich intenzit [1].

Tyto tři kategorie patří v současné době mezi nejpoužívanější kategorizaci zbytkových napětí.

Zde je nutné podotknout, že toto dělení je značně schématické a v reálných materiálech se vyskytuje superpozice všech tří druhů.

b) Dle příčiny vzniku na *deformační, tepelná a transformační* napětí [1].

- Deformační napětí jsou vyvolána nevratnými nehomogenními deformacemi způsobenými vnějšími silami.
- Tepelná napětí vznikají nerovnoměrným ochlazováním tělesa, které má za následek různé deformace v různých částech tělesa.
- Transformační napětí jsou důsledkem fázových transformací materiálu.

c) Dle technologického postupu, jímž jsou zbytková napětí vyvolána [1].

- *Základními typy namáhání* – tah, tlak, ohyb, torze.
- *Obráběním* – broušení, soustružení, frézování, hoblování, vrtání.
- *Spojováním* – sváření, měkké a tvrdé pájení, lepení.
- *Litím* – vstřikování.
- *Tvářením* – tažení a válcování za studena, kování, kuličkování, lisování, tlačení.
- *Tepelným a tepelně chemickým zpracováním* – kalení, boridování, cementování, nitridování.
- *Vytvářením krycích vrstev* – galvanizace, plátování, potahování, stříkání, zinkování.

d) Dle mechanismu vzniku na napětí vzniklá [1].

- *Mechanickými procesy*. Do této kategorie spadají například zbytková napětí vzniklá povrchovým opracováním daného materiálu, při kterém dochází k vyvolání zbytkových tlakových napětí na plasticky deformovaném povrchu (nataženém) a tahových napětí uvnitř tělesa (vnitřek je deformován převážně elasticky).

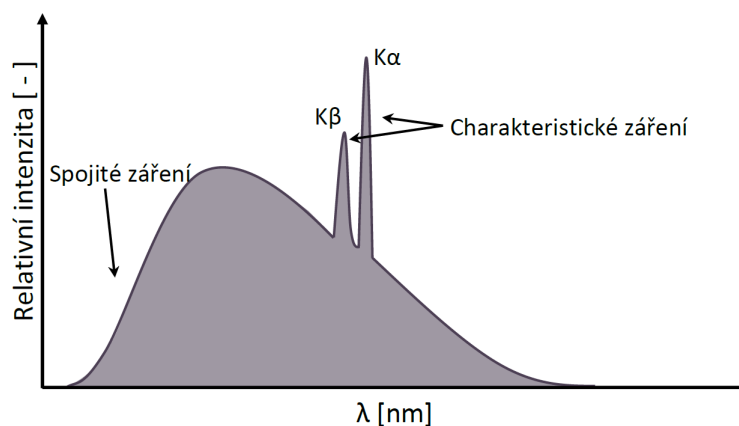
- *Tepelnými procesy.* Mezi zbytková napětí patřící do této kategorie řadíme například napětí vyvolaná teplotními gradienty při kalení, odlévání, či svařování.
- *Chemickými procesy.* Do této kategorie řadíme např. oxidaci, korozi nebo galvanické pokovování.
- *Kombinovanými procesy.* Tato kategorie zahrnuje procesy kombinující několik výše zmíněných způsobů vzniku zbytkových napětí, jako jsou např. broušení za použití nevhodného chladicího média nebo tupého nástroje. V takovémto případě dochází ke kombinaci mechanicky a tepelně vyvolaných zbytkových napětí.

2. Experimentální metody

2.1 Rentgenová difrakce

Rentgenové záření bylo objeveno v roce 1895 W. C. Roentgenem. Při experimentech s katodovým zářením, které Roentgen prováděl, si povšiml, že kartonová deska natřená platinokyanidem baria, jež byla umístěna více než metr od katodové trubice začala fluoreskovat, což bylo způsobeno právě dopadajícím rentgenovým zářením. Takto Roentgen objevil nejen nové záření, ale i nejpoužívanější způsob pro jeho generaci [5].

Rentgenové záření je tedy běžně produkováno urychlováním elektronů mezi dvěma elektrodami za použití vysokého napětí ($\approx 10^1$ kV). Tyto elektrody jsou umístěny v evakuované trubici. Žhavená katoda slouží jako zdroj elektronů, ty jsou poté urychleny elektrickým polem a naráží do anody, jejíž materiál určuje výslednou vlnovou délku charakteristického rentgenového záření. Při interakci s anodou ztrácí energii ve formě kvant záření gamma¹, tepla (ca 99 %), nebo pokud má dopadající elektron dostatečnou energii, může způsobit emisi elektronu z elektronového obalu atomu materiálu anody. Díra po emitovaném elektronu je poté zaplněna elektronem z vyšší energetické hladiny. Přeskok tohoto elektronu je doprovázen vyzářením fotonu o příslušné vlnové délce odpovídající energetickému rozdílu hladin. Záření vzniklé při tomto procesu se nazývá charakteristické záření [6]. Jednotlivé linie charakteristického spektra se označují v souladu s energetickými hladinami, z nichž byl elektron uvolněn jako série K, L, M, ..., viz obrázek 2.1 [7].



Obrázek 2.1: Spektrum rentgenového záření. Pro rentgenovou difrakci jsou velmi důležité spektrální linie charakteristického záření K_α a K_β [8].

Jak již vyplývá z výše uvedených procesů vzniku rentgenového záření, spektrum tohoto záření je spojitou funkcí vlnové délky (energie). Schéma typického spektra rentgenového záření je na obrázku 2.1 [6].

Minimální vlnová délka λ_{min} (resp. maximální energie) odpovídá ztrátě veškeré energie elektronu při jedné srážce viz (2.1).

¹Nazýváno spojitě, brzděné záření nebo též brehmsstrahlung.

Tabulka 2.1: Hodnoty vlnových délek linií $\lambda_{K_{\alpha 2}}$, $\lambda_{K_{\alpha 1}}$ a $\lambda_{K_{\beta}}$ ^{24}Cr a vlnové délky absorpční hrany linie K ^{23}V β -filtru [11].

anoda	$\lambda_{K_{\alpha 2}}$ [Å]	$\lambda_{K_{\alpha 1}}$ [Å]	$\lambda_{K_{\beta}}$ [Å]	β -filtr	λ_K [Å]
^{24}Cr	2,29351	2,28962	2,08480	^{23}V	2,26902

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{eV}, \quad (2.1)$$

kde h je Planckova konstanta, c rychlost světla ve vakuu, e elementární náboj a V napětí na elektrodách [6].

Dalším zdrojem rentgenového záření jsou relativistické elektrony obíhající po kruhové dráze v magnetickém poli v tzv. synchrotronu. Toto synchrotronové záření, jak se také často označuje, má spojitě spektrum v širokém rozsahu vlnových délek a dosahuje vyššího jasu (ca o 12 řádů [9]) než rentgenové záření získávané pomocí rentgenky výše popsáním způsobem. S tím je také spojen výrazně kratší expoziční čas. Další výhodou oproti standartním rentgenkám je také nízká divergence svazku [10].

2.1.1 Absorpce rentgenového záření

Při průchodu rentgenového záření látkou dochází k interakcím jako jsou: fotoefekt, Comptonův efekt, tvorba párů elektron-pozitron, pružný rozptyl [7].

Díky superpozici výše uvedených jevů je výsledná intenzita I prošlého záření výrazně nižší než intenzita I_0 záření dopadajícího. Výslednou intenzitu I v hloubce materiálu x lze vyjádřit pomocí rovnice [7]:

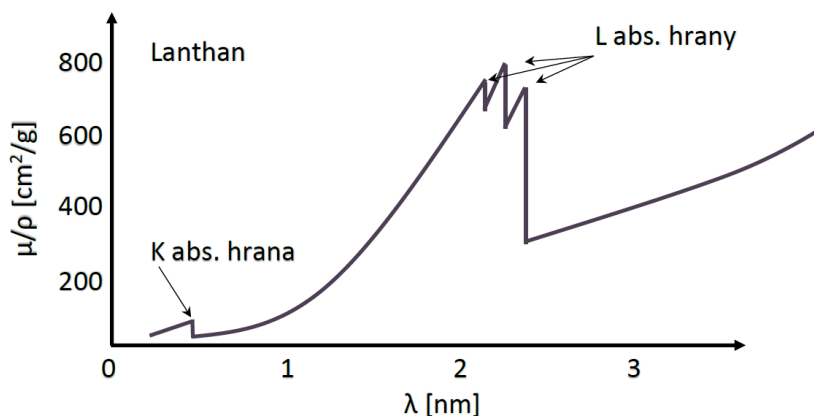
$$I = I_0 \exp\{-\mu(\lambda)x\}, \quad (2.2)$$

kde $\mu(\lambda)$ je lineární absorpční koeficient. Tento koeficient mimo vlnové délky rentgenového záření λ závisí na vlastnostech daného materiálu. Proto se také zavádí takzvaný hmotnostní absorpční koeficient $\frac{\mu(\lambda)}{\rho}$, kde ρ je hustota materiálu [6].

Hmotnostní absorpční koeficient roste s rostoucí vlnovou délkou, resp. se snižující se energií. Na obrázku 2.2 je možné vidět průběh závislosti pro lanthan. Diskontinuity v závislosti jsou tzv. absorpční hrany, které souvisí s vyražením elektronu z elektronového obalu atomu (fotoefekt). Prudký pokles vyplývá z nedostatečné energie fotonu pro vyražení elektronu z elektronového obalu [7].

Absorpci rentgenového záření lze, mimo jiné, využít jako tzv. β -filtr, který je používán pro snížení poměru intenzit $I_{\alpha} : I_{\beta}$ linií K_{α} , K_{β} a zároveň snížení intenzity části spojitěho spektra s vlnovou délkou menší, než je vlnová délka linie K_{β} . Tímto dochází k částečné monochmatizaci svazku rentgenových paprsků, což výrazně usnadňuje zpracování naměřených dat z difrakčních experimentů.

Pro každou anodu zhotovenou z různých materiálů je vhodný jiný β -filtr. Pro měření uskutečněná v této práci byla použita rentgenka s ^{24}Cr anodou. Jako vhodný β -filtr pro tuto anodu byl použit ^{23}V filtr. Hodnoty vlnových délek linií $\lambda_{K_{\alpha 1}}$, $\lambda_{K_{\alpha 2}}$ a $\lambda_{K_{\beta}}$ ^{24}Cr a vlnové délky absorpční hrany linie K ^{23}V β -filtru jsou uvedeny v tabulce 2.1.



Obrázek 2.2: Závislosti hmotnostního absorpčního koeficientu $\frac{\mu}{\rho}$ na vlnové délce rentgenového záření. *K* absorpční hrana je využívána při monochromatizaci záření pro rentgenovou difrakci [6].

2.1.2 Braggova rovnice a geometrie difraktometru

Pro vznik difrakčního obrazu je rozhodující pružný rozptyl na atomových mřížkových rovinách. Ustálený interferenční jev lze poté pozorovat pouze tehdy, mají-li vlny rozptýlené atomy v rovnoběžných rovinách stejnou fázi, tj. dráhový rozdíl se musí rovnat celistvému počtu n vlnových délek. Tuto podmínku nazýváme Braggovým zákonem a je vyjádřen rovnicí:

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (2.3)$$

kde d je mezirovinná vzdálenost, θ úhel mezi dopadajícím svazkem a difraktující rovinou, n řád maxima a λ vlnová délka použitého záření [1].

Difraktometr je přístroj se dvěma osami ω a 2θ (osa ω bývá někdy též označována jako θ), okolo kterých lze zcela nezávisle rotovat. Tento přístroj nám umožňuje měřit intenzitu difraktovaného rentgenového svazku jako funkci úhlu, který vyhovuje Braggovu zákonu (2.3) za předpokladu známé vlnové délky rentgenového záření.

V případě stacionárních difraktometrů rozlišujeme dvě základní uspořádání pro odraz: Braggovo-Bretanovo a Seemannovo-Bohlinovo uspořádání, viz obrázek 2.3.

Braggovo-Bretanovo uspořádání

Toto uspořádání nazývané též semifokusační metodou je momentálně nejpoužívanější v průmyslových i akademických laboratořích. Zajišťuje velkou intenzitu difraktovaného svazku na úkor menšího rozlišení.

Princip tohoto uspořádání spočívá v umístění vzorku ve středu kružnice difraktometru, po které se pohybuje zdroj i detektor divergentního rentgenového svazku [12].

Zdroj záření, vzorek a detektor leží na společné kružnici nazývané fokusační kružnice na které dochází k fokusaci divergentního svazku.

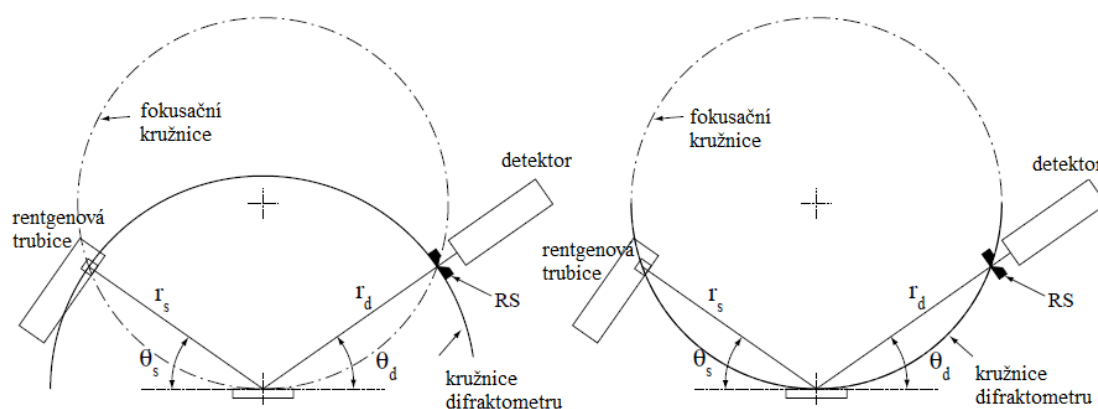
Braggovo-Bretanovo uspořádání může být rozděleno na dvě podkategorie. První je tzv. θ - 2θ geometrie, u které zůstává zdroj záření nehybný a dochází

k rotaci vzorku a pohybu detektoru záření, kde vzájemný pohyb se děje v poměru² $\theta:2\theta$. Druhá geometrie se označuje $\theta-\theta$. Zde se pohybuje zdroj záření a detektor, vzorek naopak zůstává nehybný [13].

Seemannovo-Bohlinovo uspořádání

Toto uspořádání i přes své některé výhody oproti předchozímu zmíněnému je mnohem méně využívané, a to především pro svou větší technickou náročnost.

V tomto případě leží zdroj záření neboli rentgenka i vstupní štěrbinu detektoru na kružnici difraktometru, která je zároveň kružnicí fokusační. Právě z toho plyne nutnost více stupňů volnosti pro zdroj záření, abychom byli schopni udržet zdroj, vzorek a detektor na jedné kružnici po celou dobu měření [1].



Obrázek 2.3: Nejčastější uspořádání difraktometru. Schéma Braggova-Brentanova (vlevo) a Seemannova-Bohlinova uspořádání (vpravo) [13].

2.1.3 Hloubka vnikání rentgenového záření

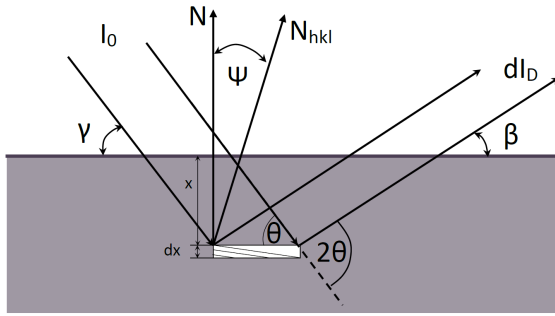
Většina kovových vzorků silně absorbuje rentgenové záření, tudíž svazek difraktovaných fotonů pochází především z tenké vrstvy u povrchu vzorku. Pro rozumnou interpretaci naměřených dat je nutné si položit otázku z jaké hloubky vzorku obdržená informace pochází. Odpověď na tuto otázku není zcela jednoznačná, neboť intenzita dopadajícího svazku neklesne na nulovou hodnotu náhle, ale klesá k ní exponenciálně.

Intenzitu dI_D difraktovaného svazku z infinitezimálně tenké vrstvy dx vzorku umístěné v hloubce x pod povrchem lze vyjádřit jako:

$$dI_D = \frac{I_0 ab}{\sin \gamma} \exp \left\{ -\mu x \left(\frac{1}{\sin \gamma} + \frac{1}{\sin \beta} \right) \right\} dx, \quad (2.4)$$

kde I_0 je intenzita primárního svazku, μ je lineární absorpční koeficient, a je část objemu vzorku, která obsahuje částice s vhodnou orientací pro difrakci dopadajícího svazku, b je zlomek difraktované energie jednotkovým objemem látky

²Význam úhlů θ a 2θ je patrný z obrázku 2.4.



Obrázek 2.4: Schéma dopadajícího a difraktujícího svazku na rovném vzorku [8].

a význam ostatních veličin je zřejmý z obrázku 2.4. Část G_T celkové intenzity difraktované krystality ve vrstvě nekonečné tloušťky připadající na krystality ve vrstvě tloušťky T lze poté vyjádřit vztahem:

$$G_T = \frac{\int_{x=0}^{x=T} dI_D}{\int_{x=0}^{x=\infty} dI_D} = \left[1 - \exp \left\{ -\mu T \left(\frac{1}{\sin \gamma} + \frac{1}{\sin \beta} \right) \right\} \right]. \quad (2.5)$$

Za pomoci tohoto vztahu můžeme definovat efektivní hloubku vnikání T_e jako tloušťku materiálu, ze které pochází 95% (někdy též 63,2 %) intenzity difraktovaného záření [8]. Pro slitiny železa je hloubka vnikání rovna jednotkám až desítkám μm [14].

2.1.4 Debyeova-Scherrerova metoda v uspořádání na zpětný odraz

Tato metoda pro studium polykrystalických³ vzorků se, na základě nejčastějšího způsobu záznamu difraktogramu, obvykle řadí mezi tzv. fotografické metody.

Pro vystvětlení principu této metody využijme Ewaldovu konstrukci. Mějme reflexní kouli S (viz obrázek 2.5 vpravo), jejíž poloměr je roven převrácené hodnotě vlnové délky λ dopadajícího záření a zároveň se dotýká počátku O , reciprokého prostoru⁴. Uprostřed této koule je umístěn vzorek, na který dopadá primární svazek rentgenového záření, který je difraktován na každém systému rovin (hkl), jemuž přísluší bod v recipročném prostoru ležící na povrchu této reflexní koule. Pro tyto systémy rovin je splněna Braggova podmínka a směr difraktovaného svazku je dán spojnicí středu reflexní koule a protnutého bodu hkl reciprokého prostoru [1].

Pro polykrystalický vzorek je reciproká mříž tvořena soustřednými kulovými plochami o poloměru d_{hkl}^{-1} . Povrch reflexní koule bude protínat povrchy polohových koulí v kružnicích. Difraktované paprsky ze středu S reflexní koule tak tvoří povrchy difrakčních kuželů, viz obrázek 2.5.

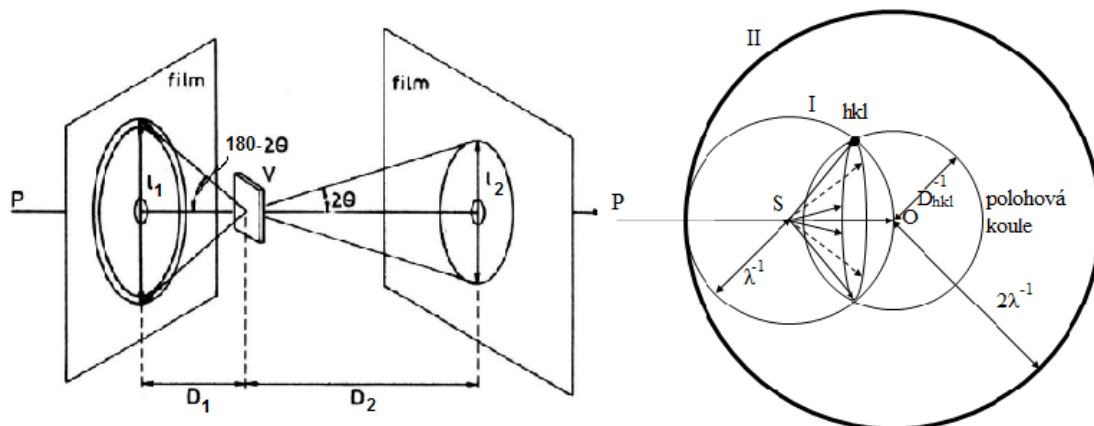
Pro detekci difraktovaného záření je používána zobrazovací fólie, pracující na principu fotostimulované luminiscence, případně fotografický film. Difrakční kužele protínají tuto fólii, na níž vznikají tzv. difrakční kroužky. Každá z těchto difrakčních kružnic tedy odpovídá reflexi systému rovin (hkl).

Rozlišení této metody v uspořádání na průchod je tím lepší, čím je vzorek

³Skládajících se z velkého počtu malých krystalitů, jejichž orientace je náhodná.

⁴Recipročný prostor, je prostor bodů (uzlů), kde každý z nich odpovídá systému krystalografických rovin (hkl).

tenčí a rovnoběžnost svazku dokonalejší. Na druhou stranu, při ztenčování vzorku dochází ke zmenšování počtu reflektujících krystalitů, což má za následek úbytek intenzity, a tudíž je nutné zvýšit expoziční dobu. V případě uspořádání na zpětný odraz, tloušťka vzorku nehraje roli, kromě již zmíněného vlivu na intenzitu difraktovaného svazku.



Obrázek 2.5: Uspořádání Debyeovy-Scherrerovy metody na průchod a zpětný odraz (vlevo) a Ewaldova konstrukce pro polykrystalický materiál a monochromatické záření o vlnové délce λ [1].

Z polohy difrakčních kroužků poté můžeme dle rovnice (2.6) vypočítat úhel 2θ a dále pak z Braggovy rovnice mezirovinnou vzdálenost.

$$\tan \alpha = \frac{l_i}{2D_i}, \quad (2.6)$$

kde α je buď roven 2θ pro uspořádání na průchod ($i = 2$), nebo $180^\circ - 2\theta$ pro uspořádání na odraz ($i = 1$), l_i je průměr difrakčního kroužku a D_i vzdálenost vzorku a zobrazovací folie. Tato vzdálenost typicky bývá několik centimetrů.

Výhoda této metody spočívá ve snadné justaci a rychlosti. Díky registraci celého difrakčního kroužku obdržíme prakticky okamžitě představu o velikosti krystalitů a textuře vzorku [1].

2.2 Neutronová difrakce

Existenci neutrální částice postuloval již v roce 1920 E. Rutheford. Tato částice nazývána neutron byla objevena až o dvanáct let později J. Chadwickem [15]. Neutronová difrakce byla poprvé experimentálně pozorována již v roce 1936 dvojicemi von Halban, Preiswerk a Mitchell, Powers. Tyto experimenty měly za úkol především demonstrovat částicově vlnový dualismus neutronů [16].

Neutron je tedy neutrální částice o hmotnosti $m_n = 939,5654133 \frac{\text{MeV}}{c^2}$ [17], spinem $\frac{1}{2}$ a nenulovým magnetickým momentem⁵ $\frac{\mu_n}{\mu_N} = -1,91604273$ [17].

Díky částicově vlnovému dualismu lze pro popis difrakce neutronů použít stejné principy popsané výše pro rentgenové záření. Rozdíl je díky jejich vlastnostem

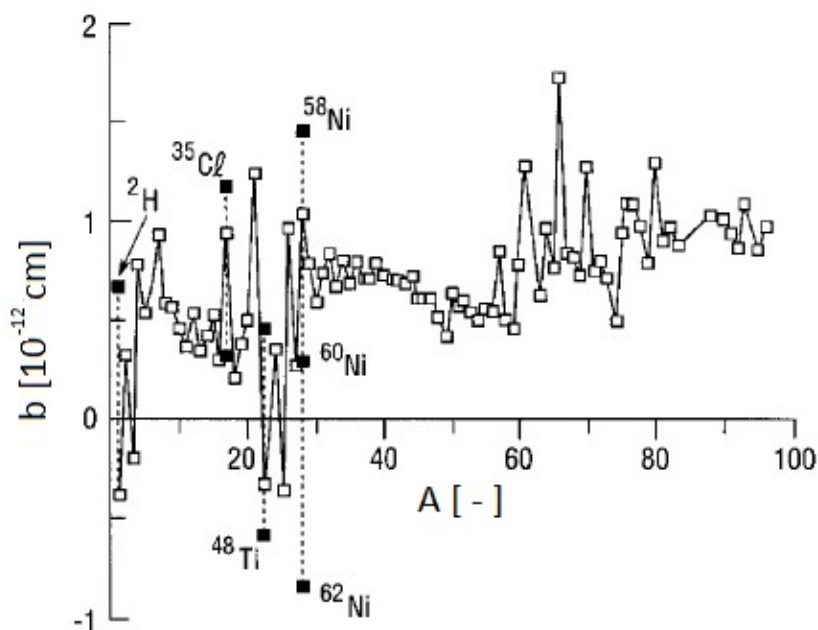
⁵ μ_N je hodnota jaderného magnetonu $\mu_N = \frac{e\hbar}{2m_p}$.

v charakteru obdržené informace.

Jako zdroje neutronového záření slouží tzv. radioizotopové zdroje založené na radioaktivním rozpadu jader, zdroje využívající urychlovače částic, ale především jaderné reaktory. Tok neutronů z jaderného reaktoru může být konstantní, nebo mohou neutrony reaktor opouštět ve formě pulzů. Příkladem pulsního reaktoru může být reaktor IBR-2 SÚJV v Dubně, který při středním výkonu 4 MW dosahuje toku neutronů v pulsu až 10^{16} neutronů·cm⁻²s⁻¹ [7]. Příkladem reaktoru s konstantním tokem neutronů je experimentální reaktor LVR-15 v Ústavu jaderného výzkumu Řež, a. s. jehož dosahovaný neutronový tok je až 10^{14} neutronů·cm⁻²s⁻¹ [18].

Neutrony vzniklé při štěpení v reaktorech mají obvykle energie mezi 1 MeV až 2 MeV. Vlnová délka těchto neutronů je ovšem příliš krátká, a tudíž je nutné je moderovat např. pomocí vody na energie (20–80) meV (tzv. tepelné neutrony) [7].

Pro detekci je nutné neutrony převést na jiné částice, které jsou dále schopné ionizovat materiál detektoru. Nejvíce rozšířené jsou proporcionální detektory plněné BF₃ obohaceným ¹⁰B, v nichž po dopadu dochází k zachycení neutronu a rozpadu ¹⁰B na částici α a ⁷Li. Částice α poté mohou dále ionizovat plyn detektoru. Pravděpodobnost reakce neutronu s BF₃ činí 62 % a k následné detekci produktů štěpné reakce dochází s pravděpodobností $\eta = 98\%$ [7].



Obrázek 2.6: Závislost amplitudy rozptylu b na nukleonovém čísle A . Amplituda rozptylu neutronů vykazuje silnou závislost na nukleonovém čísle A , tedy počtu neutronů a protonů v jádře [19].

Neutrony mohou s atomy interagovat dvěma způsoby. Prvním způsobem je interakce krátkodosahovou ($\approx 10^{-6}$ nm) silnou interakcí s částicemi v atomovém jádru, čímž se neutrony naprosto odlišují od elektronů a rentgenového záření. Druhou možností je rozptyl na elektronových slupkách atomu, které mají nenu-

lový magnetický moment [7]. Díky typu interakce, jejich poměrně velké hmotnosti a nulovému elektrickému náboji jsou neutrony mnohem pronikavější než elektrony a rentgenové záření a je tak možné získat informaci o vzorku z mnohem větší oblasti (hloubky). Amplituda rozptylu neutronů b je silně závislá na nukleonovém čísle A , viz obrázek 2.6, čehož je možné využít při identifikaci složení materiálu, a to nejen jednotlivých prvků, ale i jejich izotopů. Další aplikací neutronové difrakce je např. lokalizace poloh lehkých atomů, zejména vodíku, pro které mají neutrony větší účinný průřez.

2.3 Lasery a laserové svařování

Slovo LASER je zkratka anglických slov Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation, neboli zesilování světla stimulovanou emisí záření, odkazující na způsob generace světelného svazku. První laser byl sestaven v roce 1960 Theodorem Maimanem [20]. Tento zdroj monochromatického elektromagnetického záření o vysoké intenzitě, úzkosti svazku a koherenci nám dává do rukou mocný nástroj používaný jak ve vědě, průmyslu, ale i lékařství a dalších jiných odvětvích.

Technologie laserového svařování patří k nejmodernějším metodám spojování různých materiálů. V dnešní době nachází postupně uplatnění v mnoha průmyslových odvětvích a stále jsou zkoumány další možnosti jejího využití. Výhody laserového svařování jsou především menší tepelně ovlivněná oblast svařovaných částí, vysoká přesnost, kvalita a reprodukovatelnost svaru nebo taktéž odpadající nutnost dalšího opracování místa svaru, vyšší produktivita a z toho plynoucí nižší náklady [21, 22].

2.3.1 Typy laserů a lasery používané pro svařování

V dnešní době používané lasery pro svařování, jež mohou být také využity např. pro kalení, či řezání, využívají plynné, pevnolátkové a polovodičové aktivní prostředí⁶ [23].

Mezi nejpoužívanější lasery s pevnolátkovým aktivním médiem používané pro svařování patří: Nd:YAG a diodový laser InGaAsP. Zástupcem laserů s plynným aktivním médiem je CO₂ laser. Tyto lasery se od sebe liší, mimo konstrukce, výkonem a vlnovou délkou záření [23, 24].

- **Pevnolátkové lasery:**

Pevnolátkové lasery fungují na principu dopování transparentní látky (krytalické, nebo skla) aktivními ionty. Jako aktivní ionty jsou obvykle využívány vzácné zeminy, nebo přechodové kovy. Prvním pevnolátkovým laserem byl rubínový laser (Al₂O₃ s příměsí chromu) vyvinutý v 1960 Theodorem Maimanem. Dalšími pevnolátkovými lasery jsou neodymové lasery jako jsou Nd:YAG a Nd:sklo.

Nd:YAG laser je v dnešní době nejpoužívanějším pevnolátkovým laserem. Jako aktivní médium je používán izotropní krystal Yttrium Aluminium Granátu (Y₃Al₅O₁₂) dopovaný ionty neodymu (Nd³⁺), odtud plyne zkratka Nd:YAG. Dopování je obvykle přibližně 1 atomové %. Vyšší dopování

⁶Aktivním prostředím nazýváme materiál, ve kterém dochází ke stimulované emisi elektromagnetického záření.

má již za následek zhášení fluorescence (emise fotonů) a také napjatost v krystalu [25].

Svazek Nd:YAG laseru má vlnovou délku $\lambda = 1,064 \mu\text{m}$. Dosahovaný maximální výkon laseru se pohybuje, v závislosti na konstrukci a módu svazku, mezi 100 W–15 kW [23, 24, 25, 26].

- **Polovodičové lasery:**

Polovodičové, nebo též diodové lasery nachází uplatnění nejen přímo jako finální zdroj záření, ale též jako zdroj energie pro pevnolátkové lasery. S jejich vývojem započala revoluce v aplikaci fotonických součástek. Výhodami oproti ostatním typům laserů jsou kompaktní velikost a vysoká účinnost konverze dodané energie na výsledné záření [26].

Polovodičové lasery vyžadují jako aktivní médium polovodiče s přímým zakázaným pásem, z tohoto důvodu nemohou být použity elementární polovodiče jako Si nebo Ge. Obvykle jsou polovodičové lasery tvořeny materiálem kombinujícím prvky III. a V. skupiny periodické tabulky prvků jako jsou např. sloučeniny GaAs, AlGaAs, InGaAs nebo InGaAsP. Vlnové délky těchto laserů operujících v kontinuálním módu jsou v rozsahu od 630–1600 nm, ovšem stále se vyvíjejí materiály posouvající vlnové délky laserového záření mimo tento rozsah [25].

Laserové diody jsou konstruovány třemi základními způsoby: oba polovodiče PN přechodu (typ p i n) jsou vyrobeny ze stejného materiálu (tzv. homojunction), typ p a n jsou každý z jiného materiálu (heterojunction), nebo tzv. dvojitá heterostruktura, u které je mezi polovodiče typu p a n vyrobených ze stejného materiálu vložen nedopovaný polovodič z odlišného materiálu. První jmenovaný není využíván, neboť díky vysokému prahovému proudu není možné operovat za pokojové teploty v kontinuálním módu, aniž by došlo k poškození laserové diody. Jediným dnes obvykle využívaným typem je poslední jmenovaná dvojitá heterostruktura, u které byl odstraněn problém s využitím kontinuálního módu laseru za pokojové teploty [25].

- **Plynové lasery:**

U plynových laserů je využíváno buzení aktivního prostředí mechanismem elektrického výboje, neboť vlivem slabé interakce mezi atomy plynu, nejsou energetické hladiny příliš rozštěpeny, a tudíž je excitace optickými zdroji neefektivní.

Typickými zástupci plynových laserů jsou lasery s neutrálními atomy, např. He-Ne laser, iontové lasery, např. Ar, He-Cd lasery, nebo molekulové lasery, např. CO₂, CO, nebo N₂ [25].

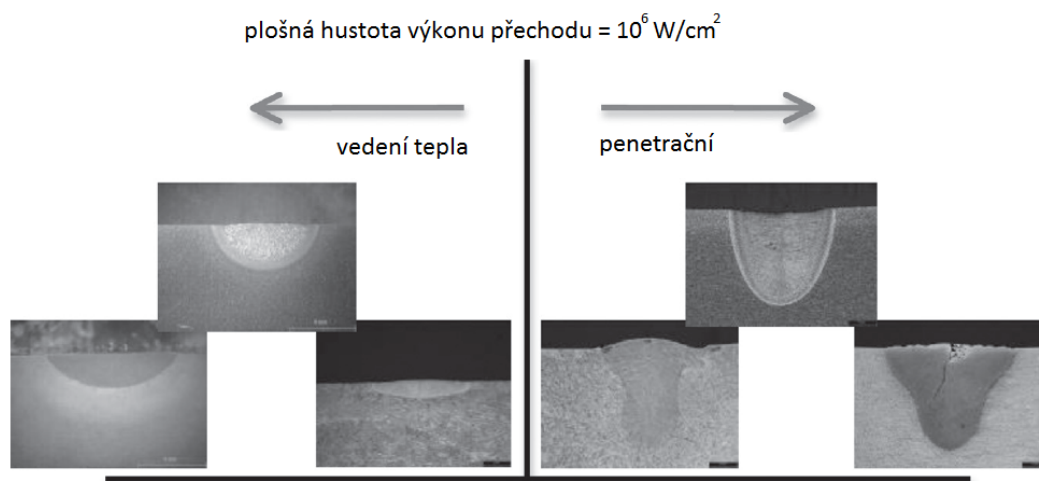
CO₂ laser aktuálně patří mezi nejvýkonnější a nejefektivnější dostupné lasery. Nejvyšší dosažené výkony laserového svazku již přesáhly 100 kW [25], přičemž obvyklý maximální udávaný výkon se pohybuje mezi 25 kW–50 kW [23, 24].

Světlo je generováno přechodem mezi vibračními stavy molekuly CO₂ a má vlnovou délku $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$. Efektivita tohoto laseru dosahuje až 30 % [26].

2.3.2 Režimy laserového svařování

Při laserovém svařování rozlišujeme dva operační módy: vedení tepla a penetrační (keyhole)⁷. Hlavním rozdílem mezi těmito módy je plošná hustota výkonu aplikovaná na svařovanou oblast. V případě penetračního módu je plošná hustota výkonu laserového svazku dostatečná na vypaření materiálu a vzniku plasmy. Rozdíl mezi tvarem výsledného svaru je možné vidět na obrázku 2.7 [24].

Pro formování laserového svaru je nutné, aby byl laserový svazek fokusován na, nebo velmi blízko povrchu součástí, které mají být spojeny. Na samotném počátku je velké množství výkonu odraženo od povrchu, neboť kovy mají obecně dobrou odrazivost. Přesto je malé množství energie absorbováno, dochází k ohřátí svařovaného materiálu a ke snížení odrazivosti. Následkem toho je svařovaným částem předáváno mnohem větší množství energie a dochází k natavení svařovaného materiálu.



Obrázek 2.7: Porovnání tvaru svaru. V módu svařování vedením tepla (vlevo) je svar poměrně mělký a široký. V případě svařování v penetračním módu (vpravo) je svar užší, ale proniká hlouběji do svařovaného materiálu. Přechod mezi těmito módy není ostře definován a hodnota $10^6 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ je pouze orientační [24].

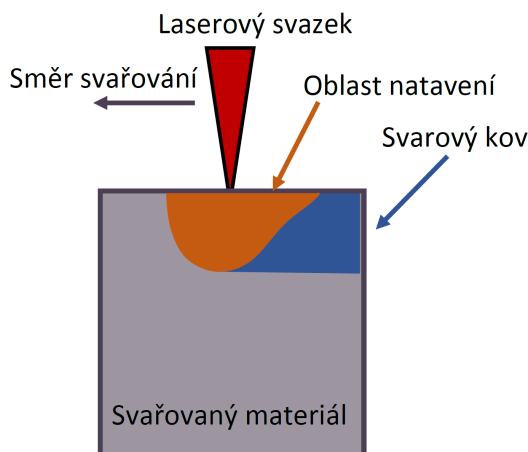
Pro většinu kovů nehraje odrazivost příliš velkou roli a je možné je svařovat za použití laserů s vlnovou délkou záření okolo $1 \mu\text{m}$. Výjimkou je např. měď, jejíž odrazivost vlnových délek v okolí $1 \mu\text{m}$ je vysoká a činí tak svařování obtížným. Použití extrémní plošné hustoty výkonu k překonání odrazivosti mědi při použití vlnové délky $\approx 1 \mu\text{m}$ není vhodným řešením problému, neboť se odrazivost se stoupající teplotou materiálu snižuje a může tak dojít až k propálení materiálu, a nikoliv k jeho svaření. Vhodným řešením je použití vlnové délky $0,532 \mu\text{m}$ pro překonání prvotní odrazivosti a svar poté vytvořit pomocí laseru s vlnovou délkou $\approx 1 \mu\text{m}$ [27].

Svařování vedením tepla

V tomto módu je energie svazku absorbovaná na povrchu vzorku přenášena do materiálu pouze vedením tepla. Při svařování vedením tepla nedochází k odpařování

⁷V některé literatuře je též uváděn přechodový mód [27].

materiálu, viz obrázek 2.8, což má několik výhod. Hlavní výhodou je, že při použití tohoto módu nedochází ke vzniku pórů uvnitř svaru. Tímto způsobem lze tedy dosáhnout poměrně vysoké kvality svaru. Další výhodou jsou menší náklady na vybavení, neboť není nutné používat velmi výkonné lasery, a také vyžadovaná kvalita svazku není tak vysoká jako u penetračního módu.

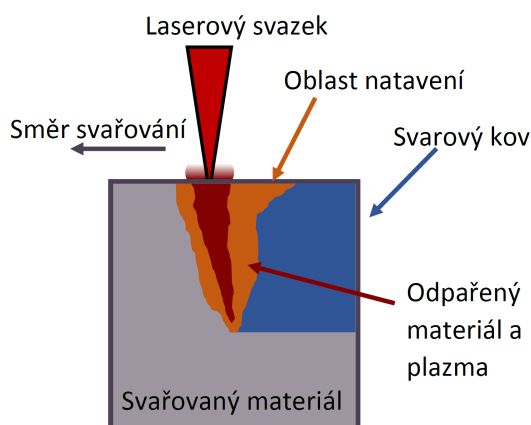


Obrázek 2.8: Svařování vedením tepla. Schéma průběhu svařování materiálu v operačním módu vedení tepla [28].

Naproti tomu nevýhodou tohoto módu je poměrně značná neefektivita. Při svařování nerezové oceli v tomto módu je absorbováno přibližně 15 % energie svazku. Od toho se také odvíjí nižší hloubka penetrace. Při svařování dvou kusů materiálu o větší tloušťce je tedy nutné pro dostatečné provaření, mezi nimi ponechat tzv. svarovou mezeru [24].

Penetrační svařování

Jak již bylo řečeno pro svařování v penetračním módu je zapotřebí velké hustoty výkonu laserového svazku dodávané svařovanému materiálu. Obrázek 2.9 ilustru-



Obrázek 2.9: Penetrační svařování. Schéma průběhu svařování materiálu při penetračním svařování, kdy vzniká plazma umožňující formování hlubšího svaru [28].

je průběh svařování v penetračním režimu. Díky velké hustotě výkonu dodávané materiálu dochází nejen k natavení, ale taktéž k odpařování a vzniku plasmy, jež umožňuje svazku pronikat hlouběji do materiálu. Nevýhoda tohoto módu je způsobena právě odpařováním materiálu a vznikem plasmy. Vlivem odpařování ztrácíme materiál a taktéž turbulencemi páry a plasmy vznikají v tavenině bubliny, které kvůli rychlosti svařování nestíhají unikát a zůstávají tak uvnitř svaru. To zhoršuje kvalitu svaru a způsobuje vznik prasklin a křehkost svaru. Další

nevýhoda plyne z potřeby vysoce výkonného laseru, což má za následek vyšší pořizovací náklady než u svařování vedením tepla.

Výhodami jsou naopak penetrace do větší hloubky, menší teplem ovlivněná oblast⁸ a efektivita, která u penetračního svařování nerezové oceli může činit až 65 % [24].

2.3.3 Fázové transformace ocelí

Jak již bylo řečeno, při svařování dochází k roztavení svařovaného materiálu v oblasti vzniklého svaru a značnému zahřátí přilehlých oblastí. To způsobuje výraznou změnu struktury a mechanických vlastností materiálu.

Železo, stejně jako většina kovů má vlastnost tzv. polymorfie, tj. schopnost krystalizovat v různých krystalových soustavách. Tyto polymorfnní fáze se obvykle označují řeckými písmeny a pro železo jsou známy fáze α -Fe, γ -Fe a δ -Fe [29].

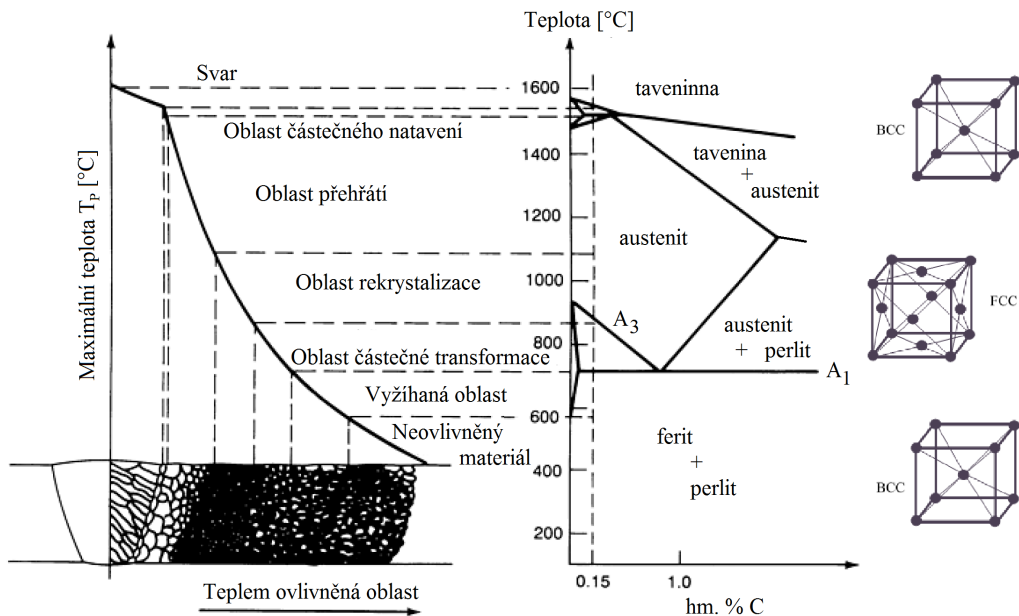
V případě zahřívání čistého železa probíhá transformace z kubické prostorově centrované (bcc) mřížky α -Fe do kubické plošně centrované (fcc) mřížky γ -Fe za teploty 910 °C označované jako A_3 . Za teploty 1390 °C označované též A_4 probíhá opětovná transformace z fcc mřížky zpět do bcc. Tuto vysokoteplotní feritickou fázi označujeme δ -Fe, pozorování této fáze je možné pouze do obsahu uhlíku do 0,5 hm.%. Zpětná transformace z γ -Fe do α -Fe je doprovázena změnou objemu, jež je přibližně rovna 1% [30], viz obrázek 2.10 (vpravo).

V případě ocelí obsahuje matrice železa další příměsové prvky. Tuto výslednou fázi nazýváme tuhým roztokem. Tuhý roztok je fáze látky, jež obsahuje minimálně dvě složky a její prostorová mřížka je shodná s mřížkou jedné ze složek a mřížkové parametry jsou spojitou funkcí chemického složení. U tuhých roztoků rozlišujeme tři druhy. Substituční tuhý roztok, kde atomy původní látky jsou nahrazeny jinými atomy s podobnými rozměry a chemickými vlastnostmi. Dalším druhem je intersticiální tuhý roztok, kdy se atomy rozpuštěné látky dostávají do meziuzlových poloh. Posledním druhem je tzv. subtrakční tuhý roztok. V tomto případě existuje v základní mřížce jistý počet neobsazených uzlových bodů, což způsobuje nestechiometrii tuhého roztoku [31].

Ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v α -Fe s kubickou prostorově centrovanou mřížkou. Austenitem je nazývám intersticiální tuhý roztok γ -Fe a uhlíku s kubickou plošně centrovanou mřížkou. Cementit, neboli karbid železa je sloučenina s chemickým vzorcem Fe_3C . Je velmi tvrdý, ale křehký. Perlit je směs feritu a cementitu formovaná při pomalém ochlazování za teploty 723 °C. Nad touto teplotou též označovanou jako A_1 vzniká eutektoidní fáze austenitu a feritu [32].

Všechny uvedené teploty A_1 , A_3 a A_4 se mění s koncentrací uhlíku v oceli. Teplota A_1 je konstantní, až pro velmi malé koncentrace uhlíku roste. Teplota A_3 s rostoucí koncentrací uhlíku klesá. V případě teploty A_4 lze pozorovat růst s klesající koncentrací uhlíku, viz obrázek 2.10.

⁸Tento pojem je vysvětlen v následující sekci.



Obrázek 2.10: Binární rovnovážný fázový diagram železa a uhlíku. Vpravo jsou zakresleny mřížky δ -Fe, γ -Fe a α -Fe. Uprostřed, část binárního fázového diagramu železa a uhlíku. Vlevo, členění teplem ovlivněné oblasti [33].

Binární fázový diagram názorně popisuje fázové a strukturní přeměny ocelí s ohledem na teplotu a množství uhlíku. Část tohoto diagramu, jenž zobrazuje procesy probíhající v naší studované oceli P355NL1 je na obrázku 2.10. Právě fázové transformace z feritu přes austenit do δ -feritu a zpět probíhající během roztavení materiálu během svařování a následného tuhnutí jsou důležité pro vysvětlení charakteru zbytkových napětí vzniklých při svařování. Při změně fáze totiž dochází i ke, jak již bylo řečeno, změně krystalové mřížky a velikosti mřížkového parametru, což přispívá ke generaci zbytkových napětí⁹.

Teplem ovlivněná oblast

Jak již bylo řečeno na začátku předešlé sekce, při svařování není ovlivněn pouze svarový kov, nýbrž i přilehlé oblasti. Tuto zahrátou, ale neroztavenou část svařovaného materiálu označujeme pojmem teplem ovlivněná oblast (zkr. HAZ z angl. Heat-Affected Zone)[30].

Teplem dodané do materiálu při svařování je využito nejen pro roztavení materiálu, ale také se šíří mimo oblast natavení do přilehlých oblastí. S rostoucí vzdáleností od oblasti natavení je dopad na mechanické vlastnosti a strukturu materiálu menší. Maximální teplota T_P dosažená v oblastech blízkých oblasti natavení je úměrná množství dodaného tepla a nepřímo úměrná vzdálenosti, viz obrázek 2.10 [30].

Na základě dosažené maximální teploty T_P lze HAZ rozdělit na několik podoblastí (obrázek 2.10). Mezi těmito podoblastmi ovšem neexistuje ostrá hranice, naopak se jedná o spojitý přechod mezi natavenou oblastí a neovlivněným materiálem [34]. Každá s těchto podoblastí se vyznačuje odlišnou mikrostrukturou a vlastnostmi:

⁹S dalšími prvky dochází k modifikaci fázových diagramů.

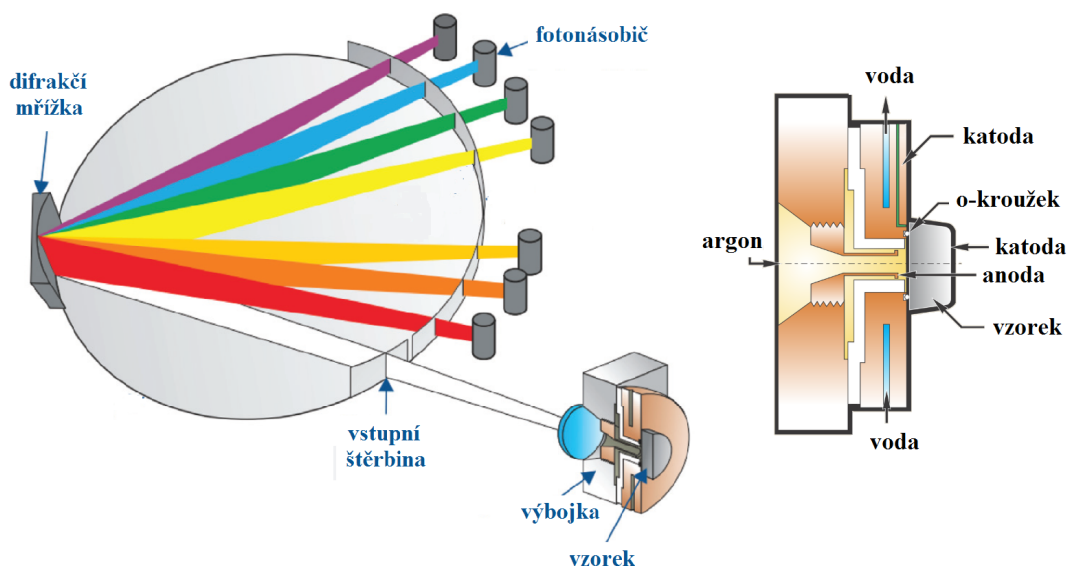
- Oblastí částečného natavení označujeme oblast těsně přiléhající k oblasti natavení. Tato oblast tvoří přechod HAZ do svarového kovu.
- Oblast přehřátí je oblast, v níž teplota přesáhla teplotu A_3 . Zde je formovaný austenit žíhán a vzniká tak hrubozrnná oblast.
- Oblast, ve které teplota jen mírně přesáhla teplotu A_3 označujeme jako oblast rekrytalizace, v některých pramenech též označována jako oblast normalizace. Dochází zde k úplné transformaci $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ jejíž výsledkem je jemnozrnná struktura.
- V oblasti částečné transformace teplota nedosahuje dostatečných hodnot pro dokončení kompletní transformace $\alpha \rightarrow \gamma$. Částečná transformace má tak na svědomí vznik dvojité mikrostruktury skládající se z malých zrn transformovaného a velkých zrn vyžíhaného netransformovaného materiálu.
- Vyžíhaná oblast se obvykle vyznačuje hrubšími zrny než neovlivněný materiál. Teplota zde nedosahuje ani teploty A_1 . [30, 34, 35]

S pojmem teplem ovlivněné oblasti úzce souvisí obdobný pojem napětově ovlivněná oblast (zkr. SAZ z angl. Stress-Affected Zone). Obě tyto zóny úzce souvisí s tepelnými efekty způsobenými svařováním. V případě SAZ, jenž je zpravidla většího rozsahu než HAZ, diskutujeme namísto změn mikrostruktury, změny napětového stavu, oproti neovlivněnému materiálu.

2.4 Optická spektroskopie s doutnavým výbojem

Optická atomová emisní spektroskopie (GD-OES z angl. Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) je metoda umožňující určení hloubkového profilu prvkového složení.

K buzení emisních spekter je možné využít různé typy výbojů, jako je např. obloukový, jiskrový, nebo jako v případě této metody doutnavý výboj. Jako zdroj tohoto výboje je použita tzv. Grimmova lampa, viz obrázek 2.11 (vpravo). Nejprve je výbojka vyčerpána a naplněna pracovním plynem, obvykle argonem, na pracovní tlak přibližně 100 Pa. Po přiložení napětí okolo 1 kV dojde mezi anodou a katodou, jejíž úlohu plní analyzovaný vzorek, k ionizaci pracovního plynu a formování plasmy. Kladné ionty argonu jsou poté urychleny směrem ke vzorku, z jehož povrchu vyrážejí atomy (proces je též nazýván katodové rozprašování neboli sputtering), které se tak dostávají do oblasti plasmy. Zde jsou srážkami s ionty a elektrony excitovány a při následném přechodu zpět do základního stavu vyzařují charakteristické záření, které dále putuje skrze štěrbinu do spektrometru. Ve spektrometru je poté monochromatizováno za pomoci konkávní difrakční mřížky. Záření o příslušných vlnových délkách je následně detekováno CCD detektorem, nebo jako v případě na obrázku 2.11 (vlevo) fotonásobiči. Detekovaná intenzita je přímo úměrná koncentraci daného prvku ve vzorku, což umožňuje rychlou kvantitativní analýzu jeho prvkového složení [36].



Obrázek 2.11: Schéma jedné z možností uspořádání měřicí aparatury (vlevo) [36] a popis Grimmovy lampy (vpravo) [37].

2.5 Elektrolytické leštění

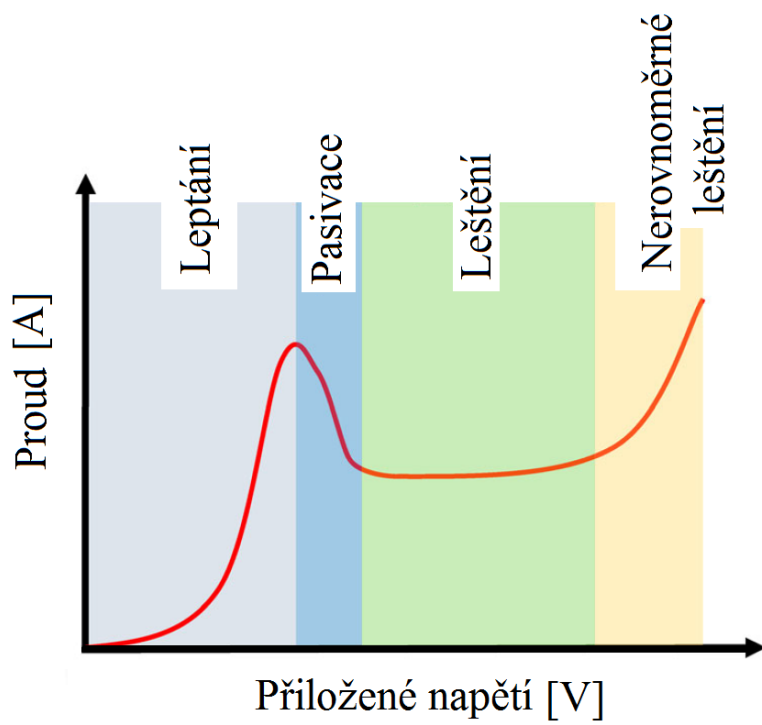
Elektrolytické leštění je metoda chemické úpravy povrchů, při které je z povrchu anody reprezentované leštěným kovovým vzorkem odebírán materiál, který přechází do elektrolytu definovaného složení ve formě rozpustné soli. Tento proces je inverzním procesem ke galvanickému pokovování a řídí se prvním a druhým Faradayovým zákonem pro elektrolýzu ze kterých plyne vztah (2.7) pro hmotnost rozpuštěného kovu [38, 39].

$$W = \frac{MI t}{nF}, \quad (2.7)$$

kde M je molární hmotnost odlešťované látky, I procházející proud, $F = 9,6481 \cdot 10^4 \text{ C} \cdot \text{mol}^{-1}$ Faradayova konstanta, t čas, po který procházel proud I a n počet elektronů, které jsou zapotřebí pro vyloučení jedné molekuly [40].

Výhodou elektrolytického leštění je, že při správně nastavených parametrech a vhodném elektrolytu nedochází k mechanickému, tepelnému ani chemickému ovlivnění leštěného materiálu. Tímto způsobem je obnažen nenarušený, čistý povrch se sníženou drsností [38].

Na obrázku 2.12 je zobrazena ideální voltampérová charakteristika popisující průběh elektrochemické reakce. Při malých napětí je průběh závislosti proudu na přiloženém napětí téměř lineární a dochází k leptání povrchu anody. Při pokračujícím zvyšování napětí dochází k poklesu v protékajícím proudu, to naznačuje vytvoření pasivační vrstvy na povrchu anody. Pasivační vrstva se skládá z oxidů a hydroxidů. Po poklesu následuje oblast konstantního proudu. Napětí je již dostatečně velké na to, aby se ionty anody uvolňovaly i přes pasivační vrstvu a dochází tak k elektrolytickému leštění. Při dalším zvyšování napětí dochází k nerovnoměrnému leštění přes porušenou pasivační vrstvu, což má za následek vznik kráterů a zhoršení kvality povrchu. Je tedy důležité před započítím leštění vzorku proměřit tuto charakteristiku a vybrat tak optimální napětí [40, 41].



Obrázek 2.12: Ideální voltampérová charakteristika elektrochemické reakce při leštění kovového vzorku [41].

3. Výpočet zbytkových napětí a určení fázového složení

V této kapitole jsou představeny základní rovnice umožňující výpočet zbytkových napětí z dat získaných z difrakčních měření. Dále je též stručně popsána Rietveldova metoda používaná pro určení fázového složení analyzovaného vzorku.

3.1 Tenzor napětí a deformace

Složka napětí σ v daném bodě zkoumaného tělesa je definována jako podíl velikosti elementární síly a elementární plošky, na níž síla působí (3.1)¹

$$|\sigma| = \frac{|\mathbf{F}|}{S}, \quad (3.1)$$

kde $|\mathbf{F}|$ je velikost působící síly na elementární plošku S .

Napětí působí ve směru síly a rozlišují se složky normálové (působící síla je kolmá na elementární plošku S) a složky tečné (působící síla je rovnoběžná s elementární ploškou S). V případě kartézských souřadnic \mathbf{x} , \mathbf{y} , \mathbf{z} v trojrozměrném prostoru lze napětí rozložit na tři normálové složky (σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz}) a šest složek tečných (σ_{xy} , σ_{yx} , σ_{xz} , σ_{zx} , σ_{yz} , σ_{zy}) [1].

Indexy u složek tenzoru mají následující význam: první index označuje plochu na kterou působí síla způsobující napětí a druhý index označuje směr působení na plochu. Např. v případě složky σ_{xy} působí síla na plochu kolmou na kartézskou osu x , a to ve směru osy y [42].

Stav napjatosti je tedy v daném bodě jednoznačně popsán šesti nezávislými složkami symetrického tenzoru druhého řádu [1]

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix}. \quad (3.2)$$

Analogicky lze zavést tenzor relativní deformace tělesa ε pro jehož složky při malých deformacích platí vztah:

$$\varepsilon_{ij} = 1/2 \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right), \quad (3.3)$$

kde x_i je i -tá složka vektoru popisující polohu popisovaného bodu tělesa a u_i i -tá složka vektoru vyjadřující posunutí vůči původní poloze. Diagonální složky tohoto tenzoru pro malé deformace lze interpretovat jako relativní změnu polohy (rozměru) v daném směru $\varepsilon_{ii} = \frac{x_i - u_i}{x_i}$ [43].

Pro homogenní a elasticky izotropní těleso poté z obecného Hookova zákona

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl}, \quad (3.4)$$

¹Tučným písmem označujeme vektorovou veličinu, tj. $\vec{a} \equiv \mathbf{a}$.

kde C_{ijkl} jsou složky tenzoru elastických koeficientů, lze odvodit vztah (3.5) mezi složkami tenzoru napětí σ_{ij} a tenzoru deformace ε_{ij} ,

$$\varepsilon_{ij} = \frac{\nu + 1}{E} \sigma_{ij} - \delta_{ij} \frac{\nu}{E} (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}) = 1/2s_2 \sigma_{ij} + \delta_{ij} s_1 (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}), \quad (3.5)$$

kde E je Youngův modul pružnosti, ν Poissonovo číslo, δ_{ij} je Kroneckerovův symbol² a $1/2s_2 = \frac{\nu+1}{E}$, $s_1 = -\frac{\nu}{E}$ jsou tzv. Voigtovy elastické konstanty. U těchto konstant je nutné rozlišovat pojmy izotropní a rentgenografické elastické konstanty. Izotropní nebo též makroskopické Voigtovy elastické konstanty jsou definovány výše zmíněnými vztahy a jsou tedy izotropní pro všechny krystalografické roviny a ve všech směrech. Naopak rentgenografické elastické konstanty jsou obecně různé pro různé systémy krystalografických rovin, ale nezávisí na směru ve vzorku [1].

Ztotožníme-li měřenou a mřížkovou deformaci lze poté deformaci $\varepsilon_{\varphi,\psi}$ v laboratorní soustavě popsanou úhly φ a ψ , viz obrázek 3.1, vyjádřit pomocí složek tenzoru deformace ε_{ij} ($i, j = x, y, z$) rovnicí [1]:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi,\psi} = \frac{d - d_0}{d_0} = & (\varepsilon_{xx} \cos^2 \varphi + \varepsilon_{xy} \sin 2\varphi + \varepsilon_{yy} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi + \\ & + \varepsilon_{zz} \cos^2 \psi + (\varepsilon_{xz} \cos \varphi + \varepsilon_{yz} \sin \varphi) \sin 2\psi, \end{aligned} \quad (3.6)$$

kde d_0 je mezirovinná vzdálenost v nenapjatém materiálu a d mezirovinná vzdálenost ve zkoumaném vzorku.

Do této rovnice můžeme následně dosadit za složky tenzoru deformace ε_{ij} ze vztahu (3.5). Po úpravě poté obdržíme rovnici [1]:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi,\psi} = & 1/2s_2 (\sigma_{xx} \cos^2 \varphi + \sigma_{xy} \sin 2\varphi + \sigma_{yy} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi + \\ & + 1/2s_2 \sigma_{zz} \cos^2 \psi + 1/2s_2 (\sigma_{xz} \cos \varphi + \sigma_{yz} \sin \varphi) \sin 2\psi + \\ & + s_1 (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}). \end{aligned} \quad (3.7)$$

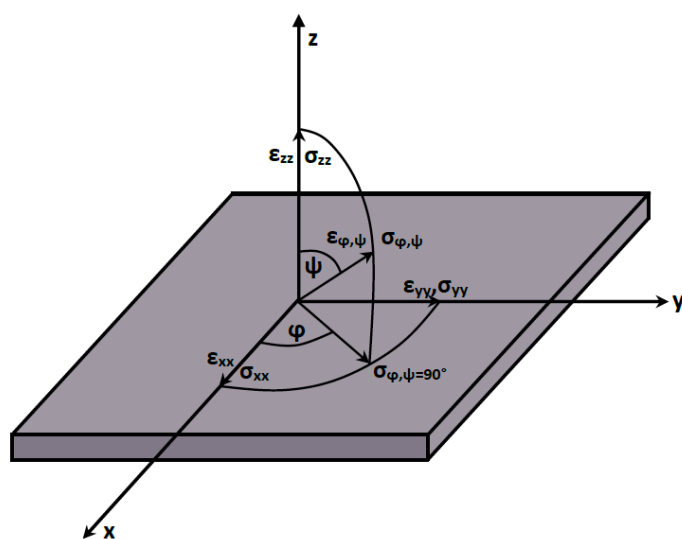
Rovnice (3.6) a (3.7) jsou základními rovnicemi popisující vztah mezi měřenými daty pomocí rentgenové difrakce a složkami tenzoru deformace ε_{ij} , resp. složkami tenzoru napětí σ_{ij} [14].

Budeme-li předpokládat, že některé složky σ_{ij} ($i, j = x, y, z$) tenzoru napětí jsou nulové, pak rozlišujeme tzv. jednoosý, dvouosý a trojosý stav napjatosti. Označení jednotlivých stavů napjatosti je shrnuto v tabulce 3.1.

²Kroneckerovův symbol je matematická funkce dvou proměnných, která je definována následovně: $\delta_{ij} = 1$ pro $i = j$ a 0 pro $i \neq j$.

Tabulka 3.1: Označení stavů napjatosti a k nim příslušící tenzory [44].

Stav napjatosti	Tenzor napětí
Jednoosý	$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
Dvouosý	$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
Dvouosý se smykovými komponentami	$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & 0 \end{bmatrix}$
Trojosý	$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix}$



Obrázek 3.1: Složky deformace $\varepsilon_{\varphi,\psi}$. Promítnutí složek deformace popsané v laboratorní soustavě úhly φ a ψ do sférického souřadného systému vzorku $(\vec{x}, \vec{y}, \vec{z})$ [1].

3.1.1 Metoda $\sin^2 \psi$

Na rozdíl od neutronů, u kterých je nutné vycházet přímo z rovnice (3.7) můžeme u rentgenového záření díky jeho poměrně malé hloubce vnikání tuto rovnici zjednodušit. Aby zjednodušení bylo oprávněné je nutné předpokládat, že se ve vzorku, v rámci hloubky vnikání použitého rtg záření, nevyskytují velké gradienty napětí, a tudíž můžeme říci, že je ve zkoumané oblasti homogenní stav napjatosti. Po splnění těchto podmínek se můžeme omezit pouze na dvouosý stav zbytkové napjatosti, tj. rovnice (3.7) se tak zjednoduší na tvar:

$$\varepsilon_{\varphi,\psi} = \frac{d - d_0}{d_0} = 1/2s_2\sigma_{\varphi,\psi=90^\circ} \sin^2 \psi + s_1(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}), \quad (3.8)$$

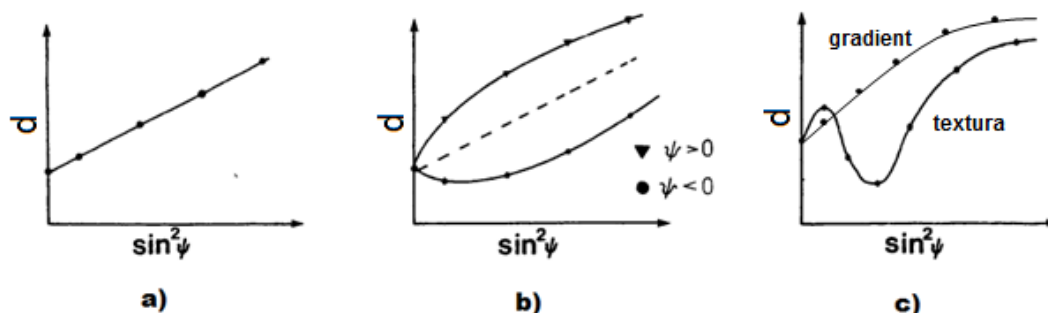
kde $\sigma_{\varphi,\psi=90^\circ}$ je komponenta tenzoru napětí v laboratorní soustavě (viz obrázek 3.1) pro níž platí:

$$\sigma_{\varphi,\psi=90^\circ} = \sigma_{xx} \cos^2 \varphi + \sigma_{xy} \sin 2\varphi + \sigma_{yy} \sin^2 \varphi \quad (3.9)$$

kde rovnice popisuje stav a) na obrázku 3.2 [14].

Ze vztahu (3.8) je patrné, že závislost $\varepsilon_{\varphi,\psi}(\sin^2 \psi)$ (a tudíž i $d_{hkl}(\sin^2 \psi)$) je lineární. Pro určení této lineární závislosti je nutné znát polohu difrakčního maxima systému rovin $\{hkl\}$ za konstantního úhlu φ a různé hodnoty ψ (je nutné znát hodnoty pro alespoň dva úhly ψ) [1].

Na obrázku 3.2 jsou zobrazeny nejčastější typy závislostí d_{hkl} na $\sin^2 \psi$. V případě a) se jedná o dvouosý stav napjatosti. V případě b) v tenzoru přibudou nenulové složky σ_{xz} a σ_{yz} odpovídající smykovým napětím [14]. Případy na obrázku c) odpovídají texturovanému materiálu a gradientu napětí.



Obrázek 3.2: Základní typy závislosti d_{hkl} na $\sin^2 \psi$ [14].

3.2 Určování polohy difrakčních maxim

Mezirovinná vzdálenost d materiálu je určována z měření intenzity difraktovaného svazku rentgenového záření v závislosti na úhlu $\theta_{\varphi,\psi}$ pomocí Braggova zákona (2.3). Za úhel $\theta_{\varphi,\psi}$ který je dosazen do Braggovy rovnice je brán úhel odpovídající poloze maxima intenzity difrakčních linií získaného difrakčním měřením. Toto maximum lze určit pomocí jedné z metod, či funkcí pro aproximaci difrakčního profilu. Mezi nepoužívanější patří např. funkce Pearson VII, parabolická metoda, metoda maximální intenzity, nebo metoda těžiště [45]. Poslední jmenovaná

metoda byla použita i pro vyhodnocování difrakčních dat v této práci.

Metoda těžiště (zkr. CoG z angl. Center of gravity) je ve své podstatě pouze výpočet váženého aritmetického průměru z naměřených a patřičně upravených (např. korekce na pozadí, Lorentzův faktor a absorpční faktor) dat dle vzorce:

$$2\theta = \frac{\sum_{i=1}^f 2\theta_i I(2\theta_i)}{\sum_{i=1}^f I(2\theta_i)}, \quad (3.10)$$

kde $2\theta_i$ součet úhlu mezi dopadajícím svazkem rentgenového záření a difraktující rovinou a úhlu mezi difraktovaným svazkem a difraktující rovinou a $I(2\theta_i)$ je intenzita detekovaná při tomto úhlu [45].

3.3 Rietveldova metoda

Rietveldova metoda pro numerické zpracování difrakčních diagramů byla na jejím prvopočátku používána pouze pro analýzu dat z neutronové difrakce. Tato metoda je založena na minimalizaci rozdílu difrakčních dat Y_{obs} a vypočteného difrakčního profilu Y_{calc} v jednotlivých měřených bodech 2θ . Nevyužívá tedy integrálních intenzit jako jiné metody, nýbrž absolutních hodnot měřených intenzit v jednotlivých bodech. Celý difrakční záznam lze pak rozepsat na jednotlivé komponenty Y_{calc} zahrnující příspěvek Braggových reflexí Y_{hkl} a pozadí Y_b , viz rovnice (3.11). Každá z těchto komponent je parametrizována pomocí sady parametrů odpovídajících krystalové struktuře a difrakčnímu experimentu [12, 46].

$$Y_{calc,i} = Y_{b,i} + Y_{hkl,i} = Y_{b,i} + K \sum_{hkl} LP_{hkl} |F_{hkl}|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_{hkl}) T_{hkl} A, \quad (3.11)$$

kde

- K je škálovací faktor, který v sobě nese informaci o efektivitě detektoru a zastoupení jednotlivých fází.
- LP_{hkl} vyjadřuje Lorentzův a polarizační faktor. Tento faktor koriguje směrovou závislost intenzity rozptýleného záření a konečnou šířku intervalu $(\lambda \pm \Delta\lambda)$ vlnových délek obsažených v dopadajícím svazku.
- $\phi(2\theta_i - 2\theta_{hkl})$ je profilová funkce. Tato funkce zahrnuje instrumentální vliv, ale též špatnou pozici vzorku, rozšíření píků způsobené velikostí krystalitů a mikronapětími. Nejpoužívanější funkce pro tento účel jsou Gaussova a Lorentzova funkce, nebo funkce jako např. pseudo-Voigt a Pearson VII.
- T_{hkl} je faktor určující preferovanou orientaci, neboli texturní faktor.
- A je absorpční faktor, který zahrnuje změny intenzity způsobené absorpcí vzorku. Obvykle závisí na tvaru, absorpčním koeficientu a difrakčním úhlu.
- F_{hkl} je strukturní faktor, který lze vyjádřit jako $F_{hkl} = \sum_j^n f_j^0 \exp\{-M_j\} \exp\{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)\}$, f_j^0 je atomová amplituda rozptýlu při teplotě 0 K, $\exp\{-M_j\}$ je teplotní faktor popisující tepelné kmity atomů v rovnovážných polohách a (x_j, y_j, z_j) souřadnice j-tého atomu.

- $Y_{b,i}$ je intenzita pozadí v daném bodě i [47, 1].

$$\Delta Y = \sum_i \frac{1}{Y_{obs,i}} (Y_{obs,i} - Y_{calc,i})^2 \quad (3.12)$$

K minimalizaci rozdílu ΔY difrakčních dat a vypočteného profilu, viz rovnice (3.12), je využívána metoda nejmenších čtverců. Kvůli nelinearitě vztahů mezi upřesňovanými parametry a vypočteným profilem je nutné stanovit počáteční hodnoty upřesňovaných parametrů blízko očekávaným hodnotám. Pokud se tak neučiní, výpočet může divergovat, nebo konvergovat k lokálnímu minimu, které nepopisuje skutečné vlastnosti zkoumaného vzorku. Kromě počátečního odhadu parametrů je konvergence též ovlivňována kvalitou dat a pořadím, ve kterém upřesňujeme jednotlivé parametry [12, 46].

Ke kvantifikaci shody vypočteného a naměřeného difrakčního profilu se používají různé parametry jako např. R-faktor, vážený R-faktor, očekávaný R-faktor, -kvadrát, nebo tzv. Goodness of fit. Hodnoty těchto faktorů by se ideálně měli blížit k jedné, nikoliv však příliš blízko. Nicméně ani malé hodnoty těchto faktorů nemusí nutně znamenat, že obdržené výsledky jsou správné. Pokud je totiž shoda naměřeného a vypočteného difrakčního profilu příliš velká obvykle to znamená, že při aproximaci používáme příliš velké množství parametrů. Z tohoto důvodu je k výsledkům Rietveldovy metody nutné vždy přistupovat s jistou opatrností

a nehledět pouze na faktory shody, ale též na fyzikální a chemický smysl daných výsledků [48].

4. Popis vzorků a experiment

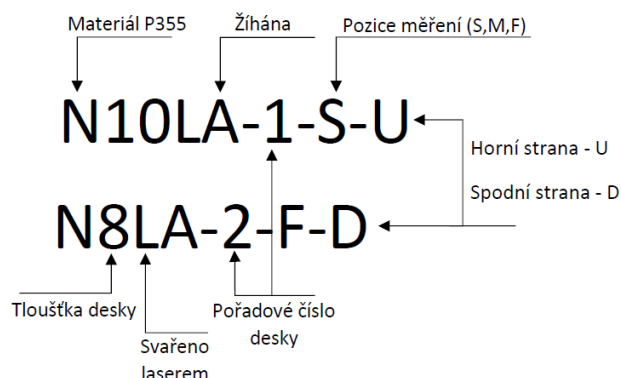
Předmětem zkoumání byly ocelové desky z oceli s označením P355NL1¹(11503 dle ČSN 42 0074) určené pro výrobu tlakových nádob, složení této oceli je uvedeno v tabulce 4.1.

Tyto desky o rozměrech² (300 × 150 × 8) mm, resp. (300 × 150 × 10) mm byly válcovány za tepla ve směru kolmém na pozdější svar a po nařezání na požadované rozměry byly některé z nich žihány pro odstranění zbytkových napětí po dobu 1 hodiny při teplotě 560 °C v ochranné atmosféře. V ochranné atmosféře poté i chladly do teploty 350 °C a následně byly z pece a ochranné atmosféry vyjmuty a chladnutí na pokojovou teplotu bylo dokončeno na vzduchu.

Na obrázku 4.2 je zobrazeno značení jednotlivých linií ve kterých byla měření prováděna (S označuje začátek svaru, M prostředek a F konec) a také směry označované jako L (směr podél svaru) a T (příčný směr kolmý na svar). Na obrázku 4.1 je popsáno značení desek. Objasnění pojmů horní a spodní strana desky je v následující sekci.

Tabulka 4.1: Tabulka chemického složení oceli P355NL1 dle normy ČSN EN 10028-3. Hodnoty jsou vyjádřeny v hm.% [49].

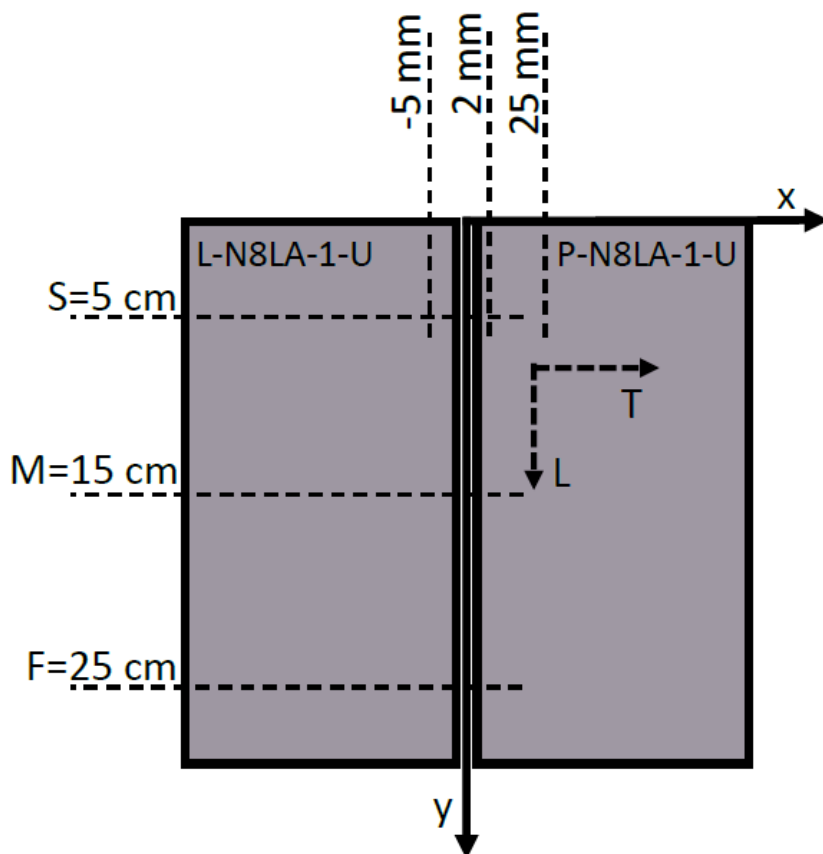
C	Si	Mn	P	S	Nb + Ti + V
≤ 0,18	≤ 0,50	1,10–1,70	≤ 0,025	≤ 0,015	≤ 0,05
N	Cu	Mo	Cr	Ni	V
≤ 0,020	≤ 0,30	≤ 0,08	≤ 0,30	≤ 0,50	≤ 0,10



Obrázek 4.1: Vysvětlení značení vzorků.

¹Značení dle normy EN 10027-1.

²Rozměry jsou uvedeny v pořadí délka × šířka × tloušťka.



Obrázek 4.2: Schéma značení poloh/linií na deskách. Symbolem S, resp. M, F je myšlena poloha dána souřadnicemi $(x, y) = (\text{konkrétní hodnota}, 5)$ cm, resp. $(x, y) = (\text{konkrétní hodnota}, 15)$ cm, $(x, y) = (\text{konkrétní hodnota}, 25)$ cm. Linií S, resp. M, F je myšlena množina poloh $(x, 5)$ cm, resp. $(x, 15)$ cm, $(x, 25)$ cm. Směr L označuje směr podél osy svaru (osa y). Směr T označuje směr kolmý na osu svaru (rovnoběžný s osou x).

4.1 Laserové svařování

Laserové svařování desek bylo provedeno firmou RAPTECH, s.r.o.³ pomocí diodového laseru značky Laserline typ LDM 3000-60, viz obrázek 4.3. Pro svařování byl použit maximální výkon $P = 3000$ W tohoto laseru, fokusační vzdálenost 158 mm a průřezu laserového svazku 1 mm².

Před svařením byly hrany desek obroušeny kvůli oxidické vrstvě, následně byly odmaštěny lihem a naheftovány⁴ metodou TIG⁵ na obou koncích svarového spoje. Mezi deskami byla ponechána svarová mezera 0,3 mm pro lepší provaření. Jako ochranný plyn při laserovém svařování byl použit argon. Samotný svar byl proveden pro dostatečné provaření z obou stran a pro obě strany laserový sva-

³Firma RAPTECH je česká firma, jejíž provozovna se nachází v Kyšicích (okres Plzeň-město).

⁴Heftováním je označováno provedení pouze bodového svaru pro udržení obou částí svařovaného materiálu před provedením finálního svaru.

⁵Svařování wolframovou elektrodou v ochranné atmosféře inertního plynu (argon) se označuje zkratkou TIG (Tungsten Inert Gas).

zek postupoval ve stejném směru od polohy označované S (Začátek) do polohy F (Konec). Strana desky, na které byl uskutečněn první průběh laserového svazku je označována jako horní (U) a strana na které byl uskutečněn druhý průběh laserového svazku je označována jako spodní (D). Parametry použité při svařování jsou uvedeny v tabulce 4.2.



Obrázek 4.3: Fotografie aparatury firmy RAPTECH, s.r.o. pro laserové svařování [50].

Tabulka 4.2: Parametry použité při svařování, kde P je výkon laseru, v rychlost posuvu laserového svazku, v_{Ar} rychlost proudění ochranného plynu a λ vlnová délka laserového záření.

P [W]	v [mm·s ⁻¹]	v_{Ar} [l·min ⁻¹]	mód	λ [nm]
3000	5,5	12	kontinuální	900–1080

4.2 Stanovení zbytkových napětí

Měření pro určení distribuce zbytkových napětí pomocí rentgenové difrakce probíhala v Laboratoři strukturní rentgenografie Katedry inženýrství pevných látek FJFI ČVUT v Praze a z důvodu větších rozměrů svařených desek také na přístroji Laboratoře aplikované strukturní rentgenografie TU v Liberci. Výsledky získané z těchto dvou přístrojů jsou na základě dlouholetých zkušeností ekvivalentní a rozdíly mezi nimi jsou v rámci experimentální chyby minimální. Z tohoto důvodu je zde nebudeme diskutovat. Měření využívající neutronové difrakce byla provedena v ÚJV Řež, a. s.

4.2.1 Laboratoř strukturní rentgenografie KIPL

Pro difrakční měření provedená v Laboratoři strukturní rentgenografie KIPL byl použit přístroj X'Pert PRO MPD značky PANalytical, viz obrázek 4.4.

Pro určení zbytkových napětí na tomto přístroji bylo použito semifokusační Braggovo-Bretanovo uspořádání. Jako zdroj rentgenového záření byla použita rentgenka s chromovou anodou vhodná pro analýzu difrakčních linií $\{211\}$ α -Fe

majících difrakční maximum na úhlu $2\theta = 156^\circ$. Primární svazek byl vymezen křížovými clonami ($0,5 \times 4$) mm, kde první jmenovaná byla orientována horizontálně. Důležité parametry měření jsou shrnuty v tabulce 4.3.

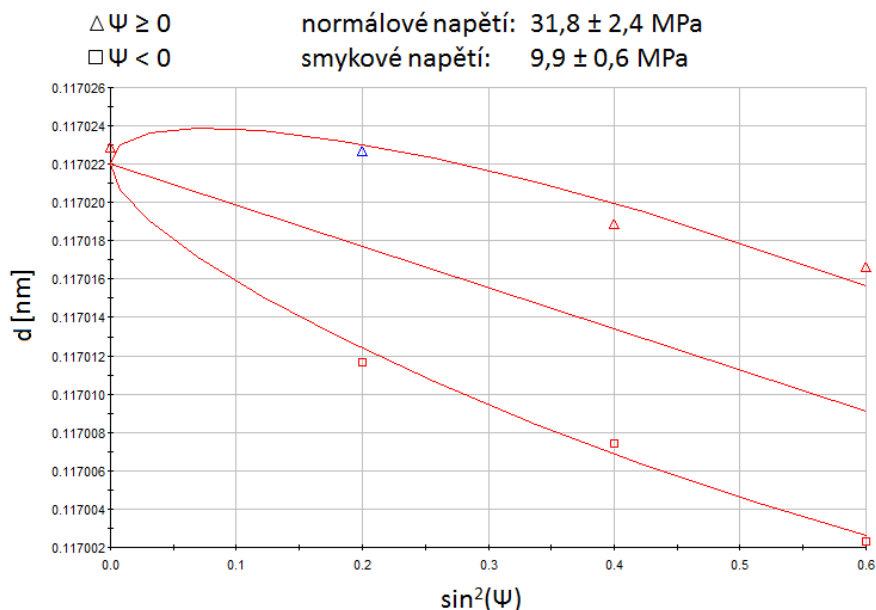
Tabulka 4.3: Použité nastavení přístroje.

Primární svazek	
Křížové clony	($0,5 \times 4$) mm
Materiál anody	Chrom
Typ ohniska	Bodové
Sekundární svazek	
Beta filter	Vanad
Programovatelné clony	Různé pro různá měření (2 nebo 3 mm) ⁶
Sollerovy clony	0,04 rad
Detektor	Proporcionální bodový



Obrázek 4.4: Difraktometr X'Pert PRO MPD značky PANalytical [51].

Naměřená data byla poté vyhodnocována v programu X'Pert Stress od firmy PANalytical. Pro určení polohy difrakčních maxim byla použita metoda těžiště. Použité rentgenografické elastické konstanty pro výpočet napětí jsou rovny $s_1^{211} = -1,25 \text{ TPa}^{-1}$ a $1/2s_2^{211} = 5,76 \text{ TPa}^{-1}$ [52]. Příklad závislosti mezirovinné vzdálenosti na $\sin^2 \psi$ vyhodnocený pomocí programu X'pert Stress je na obrázku 4.5. Pozorované rozštěpení pro kladné a záporné hodnoty ψ odpovídá příkladu b) na obrázku 3.2 a 4.5. Chyby měření uvedené u hodnot jsou chyby dané výpočtem metodou nejmenších čtverců.



Obrázek 4.5: Příklad závislosti mezirovinné vzdálenosti na hodnotě $\sin^2(\psi)$ vyhodnocený v programu X'Pert Stress.

4.2.2 Laboratoř aplikované strukturní rentgenografie TU v Liberci

Měření provedena v laboratoři spadající pod Technickou univerzitu v Liberci byla uskutečněna na přístroji PROTO iXRD COMBO, viz obrázek 4.6.

Pro měření byla, stejně jako v případě Laboratoře strukturní rentgenografie KIPL, použita rentgenová trubice s chromovou anodou pro měření na rovinách $\{211\}$ α -Fe. Přístroj PROTO iXRD COMBO využívá dva pozičně citlivé scintilační detektory umístěné na kružnici difraktometru (Braggovo-Bretanovo uspořádání) [53]. Pro analýzu naměřených dat byl použit software XRD Win2000 za použití rentgenografických elastických konstant $s_1 = -1,25 \text{ TPa}^{-1}$ a $1/2s_2 = 5,76 \text{ TPa}^{-1}$ [52]. Další parametry měření jsou shrnuty v tabulce 4.4.

Tabulka 4.4: Použité nastavení přístroje.

Translace vzorku ve směru L	± 5 mm
Oscilace zdroje	$\pm 3^\circ$
Dopadající svazek	
Kolimátor	Kruhový o průměru 1 mm
Materiál anody	Chrom
Difraktovaný svazek	
Beta filter	Vanad
Detektor	Dvojice scintilačních pozičně citlivých

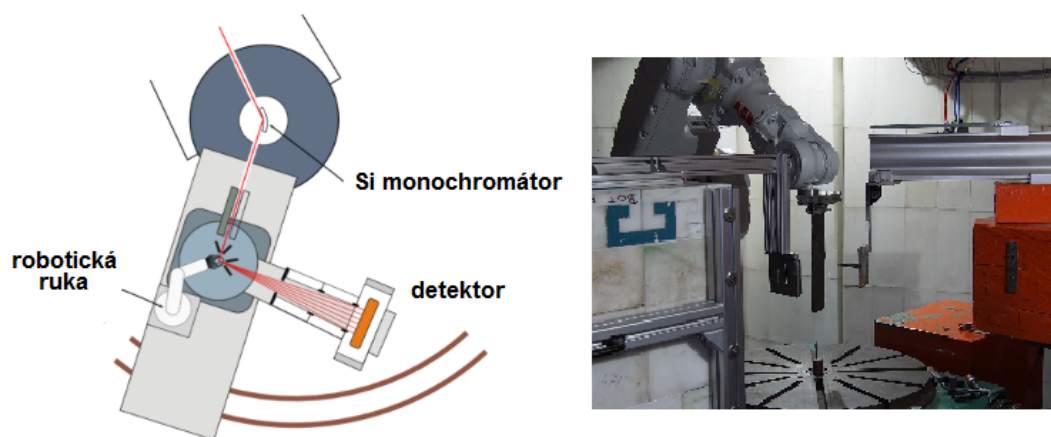


Obrázek 4.6: Fotografie přístroje PROTO iXRD COMBO používaného v Laboratoři aplikované strukturní rentgenografie TU v Liberci. [53]

4.2.3 Neutronová difrakce ÚJV Řež, a.s.

Měření využívající neutronové záření bylo provedeno na difraktometru HK4 pro určování zbytkových napětí v ÚJV Řež, a.s. Tento difraktometr využívá k monochromatizaci svazku zahnutého křemíkového krystalu a dosahuje toku dopadajících neutronů na vzorek $2 \cdot 10^5 \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. K detekci je využíván 2D pozičně citlivý detektor o aktivní ploše $(230 \times 230) \text{ mm}$ a rozlišení $(2 \times 2) \text{ mm}$. Uspořádání je schematicky ukázáno na obrázku 4.7.

Jako hodnota mezirovinné vzdálenosti nenapjatého vzorku $d_{0,hkl}$ byla použita naměřená hodnota na speciálně připraveném hřebínku z části zkoumané desky, poté co na ní byla provedena měření.



Obrázek 4.7: Schéma a fotografie difraktometru HK4 [18].

4.3 Debyeova-Scherrerova metoda v uspořádání na zpětný odraz

Měření bylo provedeno v Laboratoři strukturní rentgenografie KIPL na přístroji SEIFERT ID 3003 za použití záření $\text{CrK}\alpha$ difraktované na rovinách $\{211\}$ α -Fe. Vzorek byl umístěn ve vzdálenosti přibližně 50 mm od detektoru a vystaven rentgenovému záření po dobu 2 minut. Jako detektor byla využita zobrazovací folie (imaging plate), jež byla následně vyvolána na zařízení pro analýzu stomatologických rentgenů se softwarem DBSWIN.

4.4 Fázová analýza

Měření difrakčních profilů nezbytné pro kvantitativní fázovou analýzu byla provedena na přístroji X'Pert PRO MPD značky PANalytical Laboratoře strukturní rentgenografie KIPL.

Pro záznam difraktogramu byl použit symetrický sken v rozsahu hodnot $2\theta = 30\text{--}105^\circ$. Jako zdroj rentgenového záření byla použita rentgenka s kobaltovou anodou. Ostatní důležité parametry jsou uvedeny v tabulce 4.5.

Tabulka 4.5: Použité nastavení přístroje pro fázovou analýzu.

Primární svazek	
Křížové clony	(2 × 4) mm
Materiál anody	Kobalt
Typ ohniska	Bodové
Sekundární svazek	
Beta filter	Železo
Programovatelné clony	3 mm
Sollerovy clony	0,04 rad
Detektor	X'Celerator - poziční detektor

Naměřená data byla poté zpracována programem HighScore od firmy PANalytical, kterým bylo určeno fázové složení a pomocí programu TOPAS od firmy Bruker, pro analýzu velikosti krystalitů. Důvodem pro použití dvou programů byla divergence parametrů vyjadřující velikost krystalitů při použití programu HighScore. Jako standard sloužící pro určení instrumentálního rozšíření difrakčních maxim byl použit LaB_6 .

4.5 Optická spektroskopie s doutnavým výbojem

Měření byla provedena na přístroji Spectruma GDA750 v Laboratoři optické emisní spektroskopie s doutnavým výbojem Fyzikálního ústavu Akademie věd České republiky. V průběhu měření bylo udržováno konstantní napětí a proud (700 V, 15 mA), průměr použité anody byl 2,5 mm a jako pracovní plyn sloužil argon.

5. Výsledky a diskuse

V této kapitole budou prezentovány a diskutovány výsledky jednotlivých měření. První část je věnována charakterizaci vzorků s důrazem na rozdíly mezi žíhanými a nežíhanými vzorky. Druhá část je věnována dalšímu zkoumání vzorků svařených laserem.

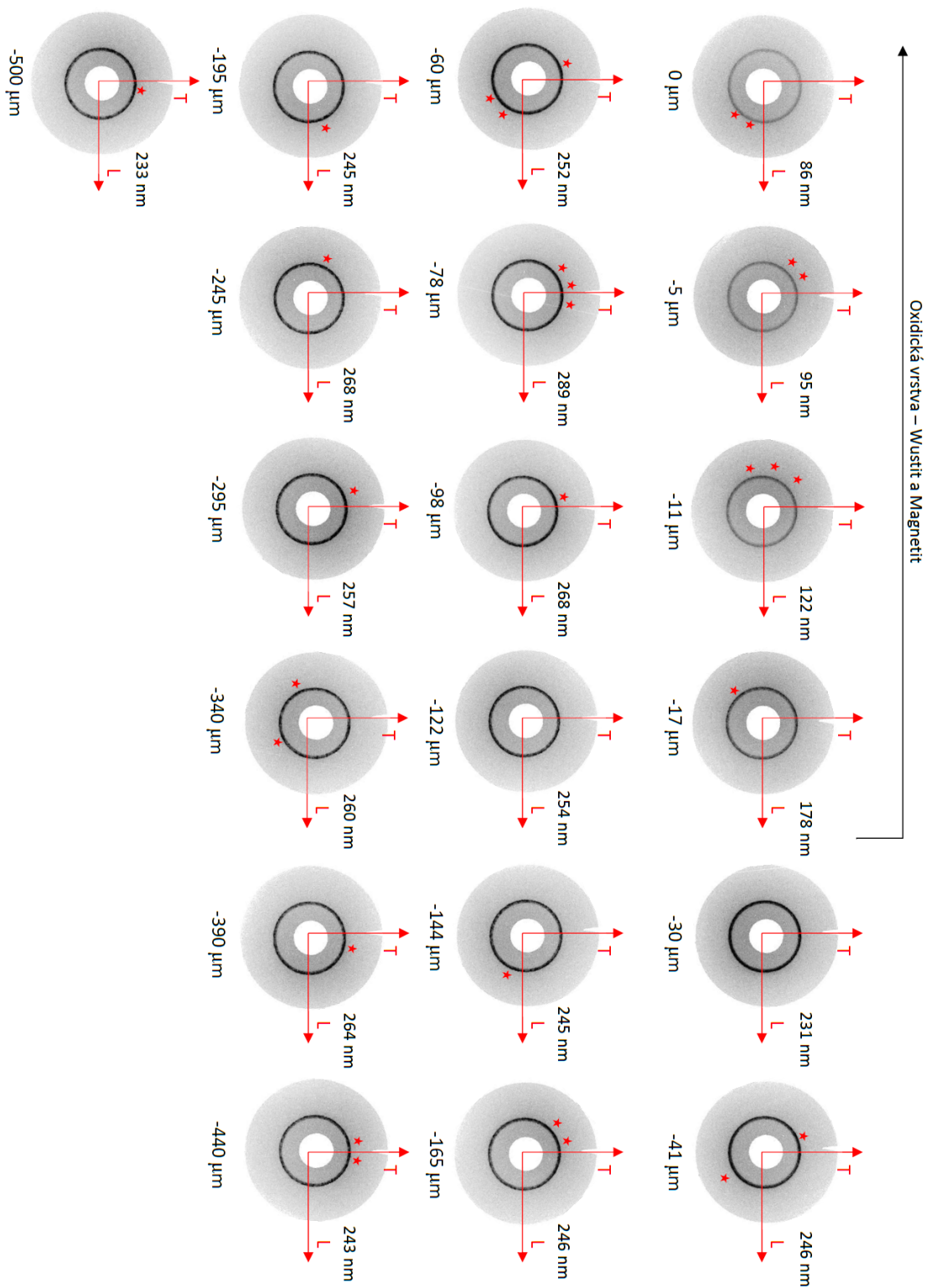
5.1 Charakterizace vzorků

Pomocí Debyeovy-Sherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz byly pro nežíhanou desku o tloušťce 10 mm pořízeny difrakční snímky pro hloubky 0–500 μm pod povrchem. Z těchto snímků, viz obrázek 5.1, je patrná změna přednostní orientace, způsobena patrně vlivem válcování desek. Pro žíhanou desku byly difrakční snímky pořízeny pouze pro hloubky 0 a 30 μm pod povrchem. Porovnání snímků pro žíhanou a nežíhanou desku je možné vidět na obrázku 5.2. Na tomto obrázku je patrné, že v případě žíhané desky je textura výraznější než v případě desky nežíhané. Tento rozdíl by mohl být dán změnou velikosti krystalitů způsobenou zahřátím na teplotu 560 $^{\circ}\text{C}$ při provedeném žíhání, neboť při zahřátí může docházet k tepelně aktivovanému pohybu dislokací. Toto tvrzení je v souladu s určenými hodnotami velikosti krystalitů. Pro žíhanou desku, se velikost krystalitů určené z difrakčních dat na povrchu a 30 μm pod povrchem neliší a dosahuje hodnot větších než 250 nm^1 . Naopak u nežíhané desky byl pozorován růst velikosti krystalitů do hloubky přibližně 60 μm , kde dochází k saturaci na hodnotě přibližně 250 nm , viz obrázek 5.3. Další příčinou odlišností těchto dvou desek, může být právě to, že se jedná o dvě různé desky. Z difrakčních záznamů pořízených pomocí Debyeovy-Scherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz je též patrná přibližná tloušťka oxidické vrstvy, které je možno přičíst nižší difraktovanou intenzitu na snímcích 0–17 μm , viz obrázek 5.1.

Pro zjištění fázového složení v blízkosti povrchu žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 10 mm byla provedena měření do hloubky přibližně 30 μm , kdy byla kompletně odleštěna oxidická vrstva. Z tohoto porovnání, viz obrázek 5.4, je patrné, že při žíhání dochází k transformaci wustitu (FeO) na magnetit (Fe_3O_4) [54]. Dále lze odhadnout přibližnou tloušťku oxidické vrstvy na hodnoty 17–30 μm . Chyba určení hloubky po odleštění byla odhadnuta na $\pm 3 \mu\text{m}$ a je způsobena nerovností povrchu a občasným nerovnoměrným odleštěním oxidické vrstvy.

Na obrázku 5.4 je možné si povšimnout 20 %, resp. 10 % obsahu $\alpha\text{-Fe}$ již v oxidické vrstvě. Tento údaj je zakreslený větší hloubkou vnikání záření $\text{CoK}\alpha$, než je tloušťka samotné oxidické vrstvy. Toto tvrzení lze doložit jednoduchým výpočtem. Vyjdeme-li ze vztahu (5.1) [7] a dosadíme za dopadající intenzitu na vzorek I_0 intenzitu I'_0 sniženou průchodem oxidickou vrstvou na povrchu vzorku, pro kterou platí vztah (5.2), tak za předpokladu symetrického uspořádání, tj. rovnosti úhlů $\gamma = \beta = \Theta = \Theta'$ z obrázku 2.4, obdržíme vztah (5.3) pro výpočet intenzity získané z hloubky T .

¹Pro hodnoty větší než 250 nm je chyba určení již příliš velká, a tudíž je již neuvádíme přesně.



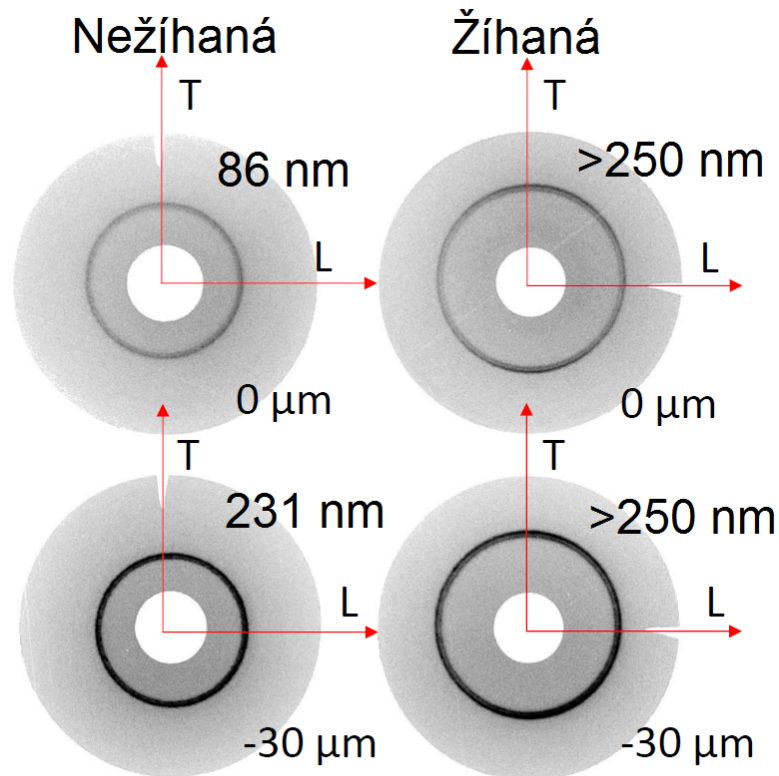
Obrázek 5.1: Snímky získané pomocí Debyeova-Scherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz. Hvězdičky označují směr vyznačující se větším zčernáním zobrazovací fólie. Jedním z možných vysvětlení je, že se jedná o preferovaný směr přednostní orientace krystalitů. Číselné hodnoty v nm uvádí velikost krystalitů fáze α -Fe určené analýzou difrakčních dat měřených pro fázovou analýzu v podélném směru L.

$$1 - G_T = I'_0 \exp\left(-\mu T \frac{2 \sin \Theta}{\sin^2 \Theta}\right) \quad (5.1)$$

$$I'_0 = I_0 \exp\left(-\mu_1 T_1 \frac{1}{\sin \Theta}\right) \quad (5.2)$$

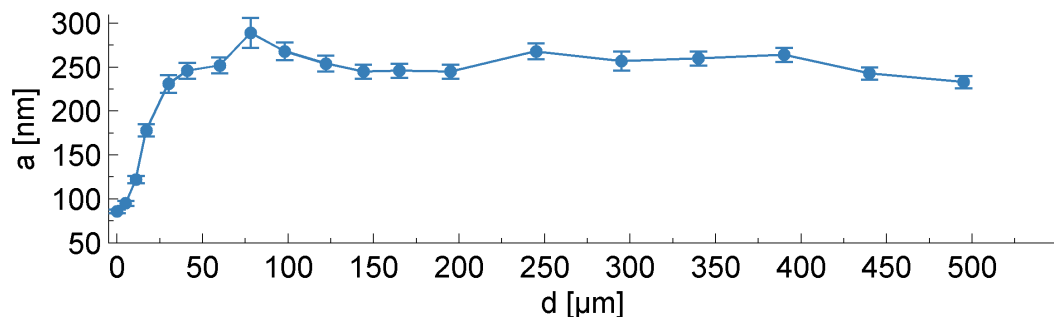
$$T_2 = \frac{1}{\mu_2} \ln\left(\frac{I_0}{1 - G_T}\right) \frac{2 \sin \Theta}{\sin^2 \Theta} - T_1 \frac{\mu_1}{\mu_2}, \quad (5.3)$$

kde T_1 je tloušťka oxidické vrstvy, μ_1 lineární absorpční koeficient oxidické vrstvy, T_2 hloubka vnikání rentgenového svazku do ocele, μ_2 lineární absorpční koeficient α -Fe² a Θ úhel dopadu a úhel pod kterým dochází k detekci. Dosadíme-li hodnoty $\mu_1 = 228 \text{ cm}^{-1}$, $\mu_2 = 442 \text{ cm}^{-1}$, tloušťku oxidické vrstvy, s přihlédnutím k výsledkům z optické spektroskopie doutnavého výboje, $T_1 = 20 \text{ }\mu\text{m}$ a $G_T = 95\%$, obdržíme závislost hloubky vnikání do oceli na úhlu 2Θ , viz obrázek 5.5, z níž je patrné, že i přes oxidickou vrstvu vniká záření přibližně do hloubky až $25 \text{ }\mu\text{m}$ do objemového materiálu při úhlu $2\Theta = 156^\circ$.

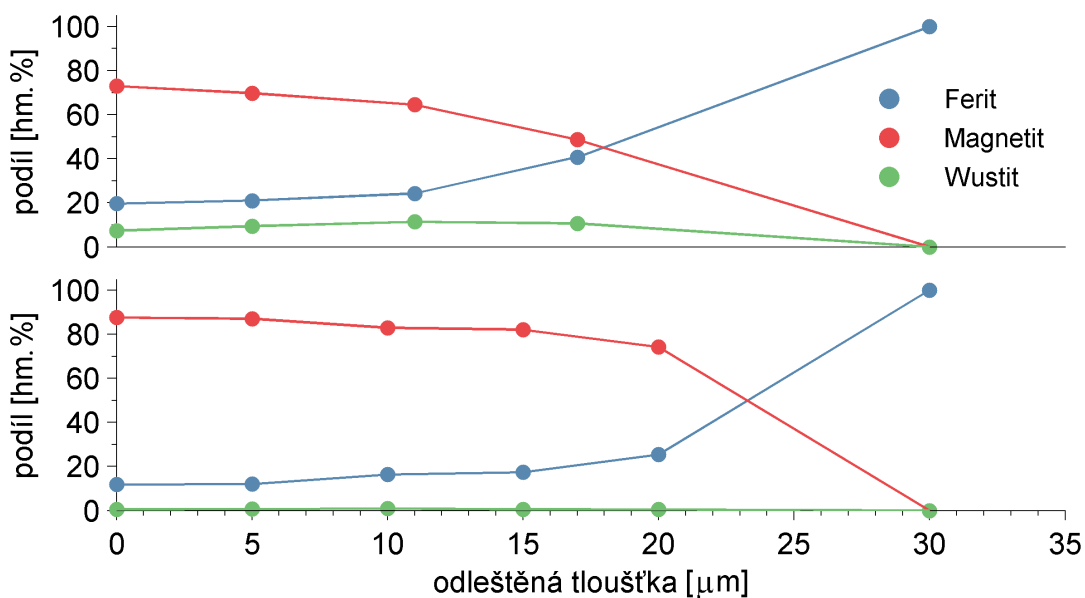


Obrázek 5.2: Snímky získané pomocí Debyeova-Scherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz. Difraktogramy byly vyhotoveny na povrchu a v hloubce $30 \text{ }\mu\text{m}$ pod povrchem, ve které byla oxidická vrstva kompletně odleštěna. Uvedené hodnoty v nm jsou určené velikosti krystalitů.

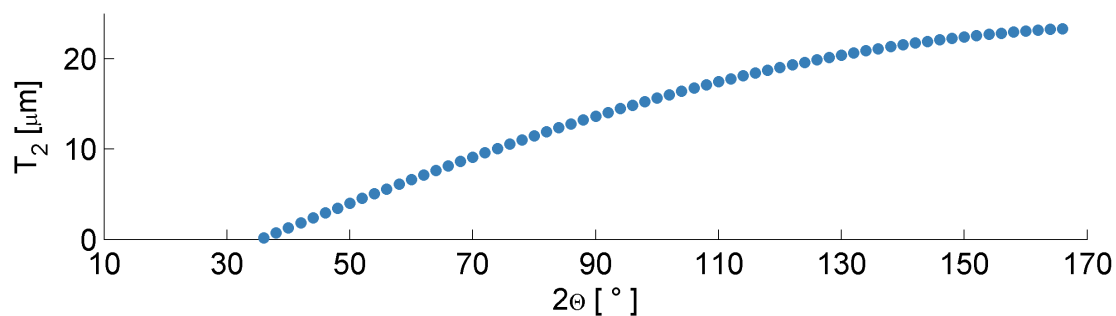
²Lineární absorpční koeficienty jsou uvedeny pro vlnovou délku $\text{CoK}\alpha = 1,79026 \text{ nm}$.



Obrázek 5.3: Hloubkový průběh velikosti krystalitů a ve směru L určené z fázové analýzy.



Obrázek 5.4: Hloubkový průběh podílu jednotlivých fází pro nežíhanou (nahore) a žíhanou (dole) desku o tloušťce 10 mm. Chyba určení zastoupení dané fáze je řádově rovna jednotkám %.

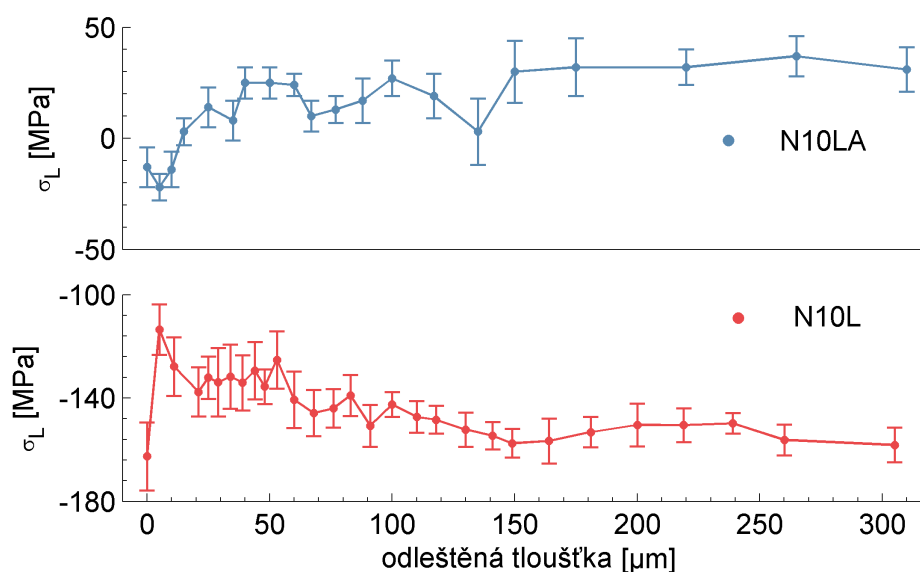


Obrázek 5.5: Závislost vypočtené hloubky vnikání do ocele na úhlu 2θ .

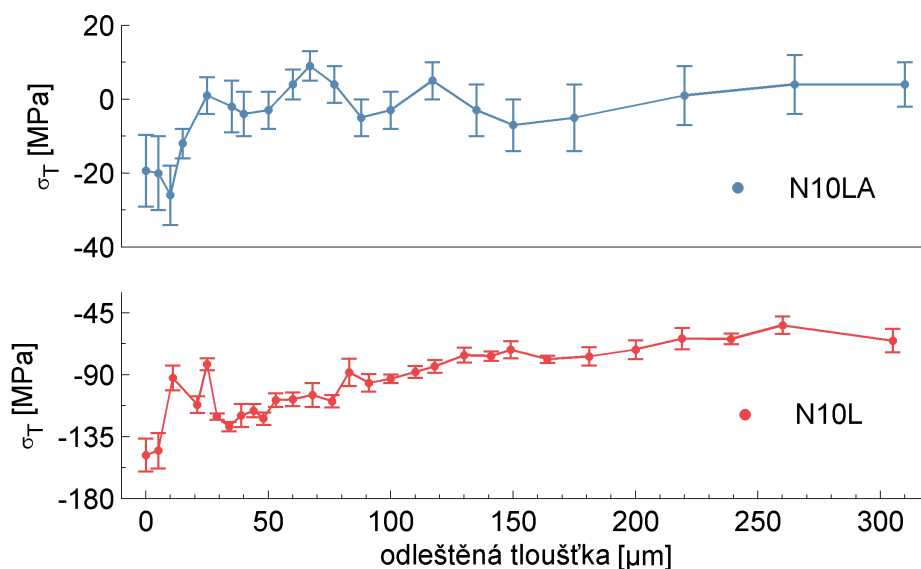
5.1.1 Povrchová zbytková napětí a analýza chemického složení

Pro ověření vlivu žíhání na hodnoty povrchových zbytkových napětí a napětí v blízkosti povrchu byla provedena difrakční měření do hloubky 300 μm pod povrchem. Opět pro měření v různých hloubkách bylo využito elektrolytického leštění, které je bezsilové a prováděno ve středu malé plošky zaujímající pouze 2–3 % (ca 150 mm^2) z celkové plochy vzorku (ca 6400 mm^2), a tudíž lze předpokládat, že nezpůsobuje relaxaci, redistribuci či zanesení nových zbytkových napětí ve vzorku. Jak bude ukázáno v této sekci, tento předpoklad má svá omezení.

Z porovnání výsledných průběhů, viz obrázky 5.6 a 5.7 je patrný významný vliv provedeného žíhání. Napětí pro žíhané desky mají podobný průběh jako v případě desek nežíhaných, ovšem hodnoty kterých dosahují jsou výrazně menší. V případě směru L mají také opačný (tahový) charakter. V obou případech pro podélná i příčná zbytková napětí je možné vidět gradient $\Delta\sigma$ hodnot zbytkových napětí na prvních odebraných 10–20 μm . Tento nárůst hodnot zbytkových napětí je roven přibližně $\Delta\sigma_L \approx 20 \text{ MPa}$ a $\Delta\sigma_T \approx 25 \text{ MPa}$ pro žíhanou a $\Delta\sigma_L \approx 50 \text{ MPa}$ a $\Delta\sigma_T \approx 60 \text{ MPa}$ pro nežíhanou desku. Za příčinu vzniku tohoto gradientu byly považovány dva mechanismy. Prvním byl vznik gradientu v důsledku válcování desek, druhou možností byla generace napětí roztažením mřížky vlivem difuze legujících a doprovodných prvků k povrchu. Druhá možnost byla zkoumána pomocí optické spektroskopie s doutnavým výbojem (GD-OES), pomocí níž byla určena hloubková závislost chemického složení, viz obrázky 5.8, 5.9, A.1 a A.2. Na základě těchto průběhů můžeme poměrně s jistotou vyloučit vznik gradientu napětí vlivem difuze atomů legujících a doprovodných prvků, neboť rozdíly v chemickém složení žíhané a nežíhané desky jsou v hloubce výskytu gradientu minimální. Také rozdíly mezi žíhanou a nežíhanou deskou nejsou tak velké, aby způsobily snížení gradientu napětí na polovinu hodnoty před žíháním.



Obrázek 5.6: Hloubkový průběh podélných zbytkových napětí pro nežíhanou (nahore) a žíhanou (dole) desku tloušťky 10 mm.



Obrázek 5.7: Hloubkový průběh příčných zbytkových napětí pro nežíhanou (nahore) a žíhanou (dole) desku tloušťky 10 mm.

Z měření provedených pomocí GD-OES bylo též určeno chemické složení objemového materiálu. Toto složení je uvedeno v tabulce 5.1. Uvedené hodnoty odpovídají naměřeným koncentracím v největší dosažené hloubce, viz obrázky 5.8, 5.9, A.1 a A.2. V rámci relativní chyby měření se žíhané a nežíhané desky nelišily, proto jsou zde uváděny výsledky označené pouze N10L a N8L odpovídající jak žíhaným, tak nežíhaným deskám. Relativní chyba měření je pro prvky

o malých koncentracích rovna přibližně 10 %. Desky různých tloušťek se v rámci 10 % chyby měření od sebe liší pouze v obsahu křemíku, a to i v tomto případě je rozdíl pouze nepatrný. Naměřené hodnoty jsou, až na mangan, v rozsahu určeném normou ČSN EN 10028-3 [49], viz tabulka 4.1. Důvodem odlišnosti koncentrací manganu může být způsoben použitím odlišné metody, než používá firma, která desky vyrobila, nebo též tím, že měřené hodnoty byly určeny v podpovrchové vrstvě přibližně 25–30 μm.

Tloušťka oxidické vrstvy byla stanovena jako hodnota, ve které dosáhne koncentrace kyslíku poloviční hodnoty oproti hodnotě koncentrace, které nabývá předtím, než začne prudce klesat. Stejný postup byl zvolen například v práci K. Shimizu a spol. [55]. Takto určené tloušťky oxidické vrstvy pro jednotlivé desky jsou uvedeny v tabulce 5.2. Určené hodnoty jsou podstatně menší než spodní hranice odhadnutá z difrakčních měření. Tento rozdíl je pravděpodobně způsoben nepřesnostmi doprovázející určení hloubky po odleštění, difrakčních měření, ale i komplikovaností přepočtu času odprašování na hloubku u profilů obdržných z GD-OES.

Z porovnání hloubkových profilů žíhaných (obrázky 5.9 a A.2) a nežíhaných (obrázky 5.8 a A.1) desek je patrný přírůstek druhé oxidické vrstvy bohatší na kyslík. Tato vrstva má v případě 8 i 10 mm tlustých desek tloušťku přibližně 3 μm. Na hranicích mezi první oxidickou vrstvou a ocelí a taktéž první a druhou oxidickou vrstvou bylo pozorováno zvýšení koncentrace atomů chromu. Dále vlivem žíhání dochází k segregaci uhlíku na hranici mezi oxidickou vrstvou a ocelí.

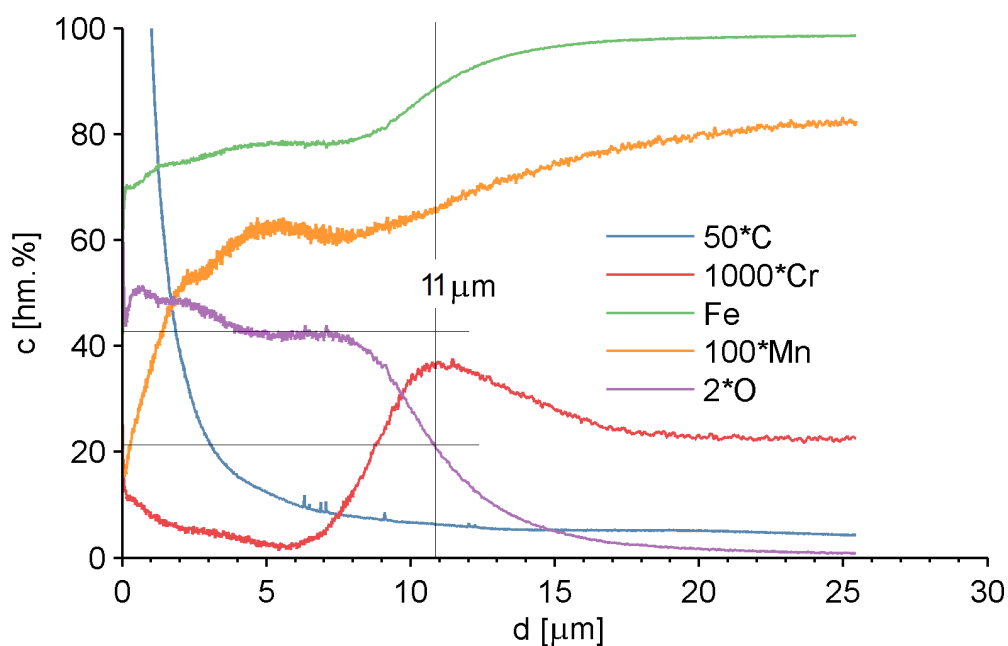
Žíhání také způsobilo redistribuci manganu v původní oxidické vrstvě, která klesá na hranici oxidické vrstvy s ocelí, poté je téměř konstantní a opět klesá na hranici původní a nově narostlé oxidické vrstvy. Popsané rozdíly jsou dobře patrné z porovnání na obrázku 5.10.

Tabulka 5.1: Tabulka chemického složení oceli určena pomocí GD-OES. Hodnoty jsou vyjádřeny v hm.%. Relativní chyba pro malé koncentrace je přibližně 10 %.

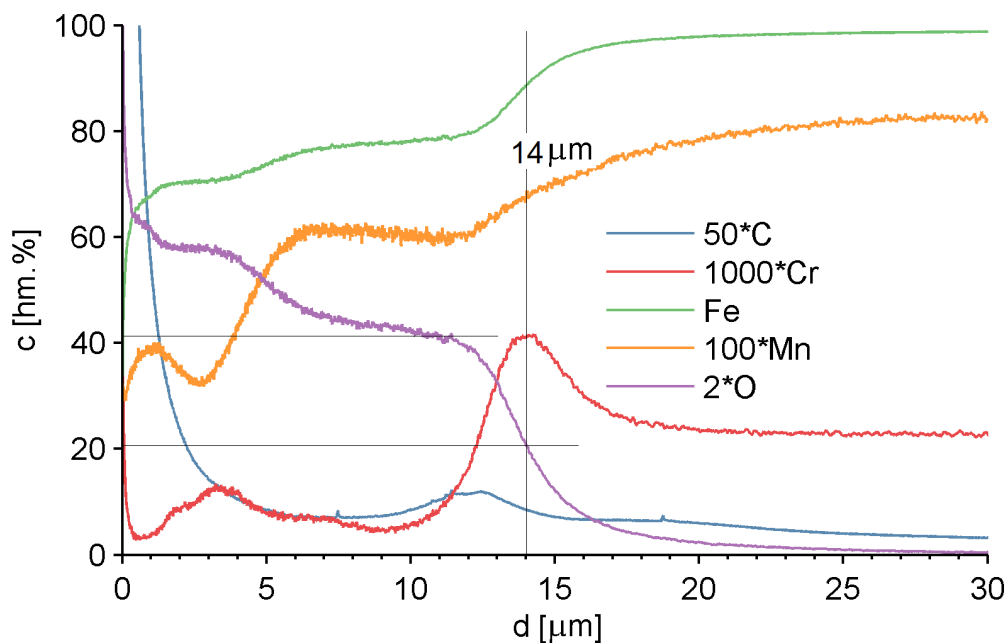
Deska	Fe	C	Mn	Si	Ni	Cr	Cu	V	Al
N10L	98,9	0,07	0,8	0,004	0,005	0,02	0,02	0,002	0,04
N8L	99,1	0,07	0,7	0,002	0,004	0,02	0,02	0,000	0,04

Tabulka 5.2: Tloušťky oxidické vrstvy b určené pomocí metody GD-OES.

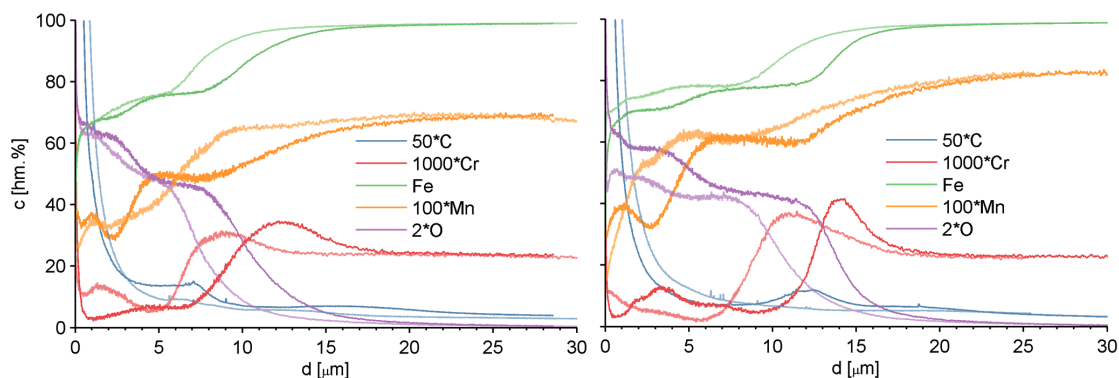
Deska	N8L	N8LA	N10L	N10LA
b [μm]	8	11	11	14



Obrázek 5.8: Hloubkový průběh chemického složení nežíhané desky o tloušťce 10 mm.



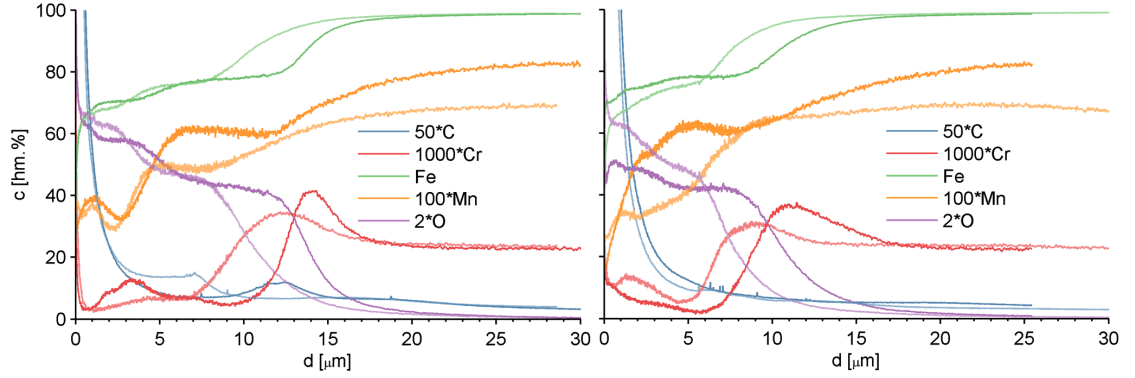
Obrázek 5.9: Hloubkový průběh chemického složení žíhané desky o tloušťce 10 mm.



Obrázek 5.10: Porovnání hloubkového průběhu chemického složení žíhané a nežíhané desky o tloušťce 8 mm (vlevo) a 10 mm (vpravo). Slaběji vykreslené křivky jsou pro nežíhané desky.

Rozdíl mezi 8 mm a 10 mm tlustými deskami není pouze v tloušťce oxidické vrstvy, která je u 8 mm tlustých desek menší, ale též v distribuci jednotlivých prvků. V případě 10mm desek je patrná vyšší koncentrace manganu v oxidické vrstvě

a ostřejší difrakční maximum v průběhu koncentrace chromu na hranici oxidické vrstvy a ocele. Dále je možné vidět, že koncentrace kyslíku v oxidické vrstvě jsou pro 8 a 10 mm tlusté žíhané desky téměř totožné. Porovnání desek obou tloušťek je vidět na obrázku 5.11.



Obrázek 5.11: Porovnání hloubkových průběhů chemického složení žíhaných (vlevo) a nežíhaných (vpravo) desek o tloušťce 8 a 10 mm. Slaběji vykreslené křivky jsou pro 8 mm tlusté desky.

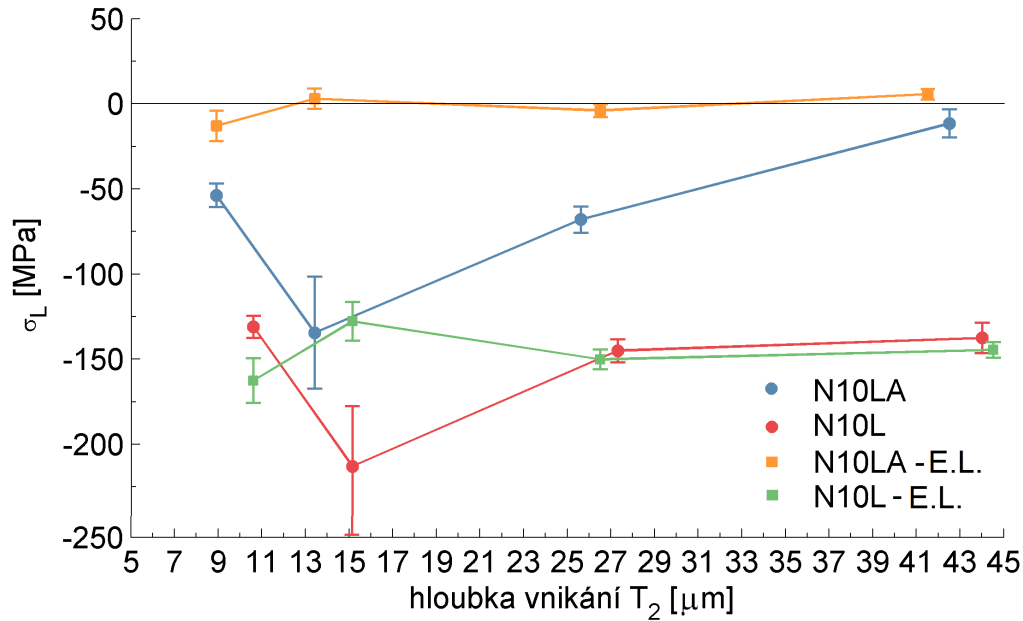
Přestože oxidická vrstva jako taková není pravděpodobně příčinou vzniku gradientu zbytkových napětí, neznamená to, že stav napjatosti není touto vrstvou ovlivněn. Naopak, jak plyne z následujícího měření, stav zbytkové napjatosti v blízkosti oxidické vrstvy je touto vrstvou ovlivněn. Na obrázcích 5.12 a 5.13 jsou porovnány průběhy podélných a příčných zbytkových napětí určených dvěma přístupy.

Prvním přístupem bylo provedení měření za použití rentgenového záření různých vlnových délek čili i hloubky vnikání do vzorku. Výhodou tohoto přístupu je absence kroku odlešťování oxidické vrstvy. Tímto přístupem byly získány závislosti zbytkových napětí na velikosti integrované oblasti směrem do hloubky od povrchu. Vyobrazené body odpovídají průměru \bar{x} dvou hodnoty, určených na dvou místech desky. Výsledná chyba měření byla jako chyba nepřímého měření, viz (5.4).

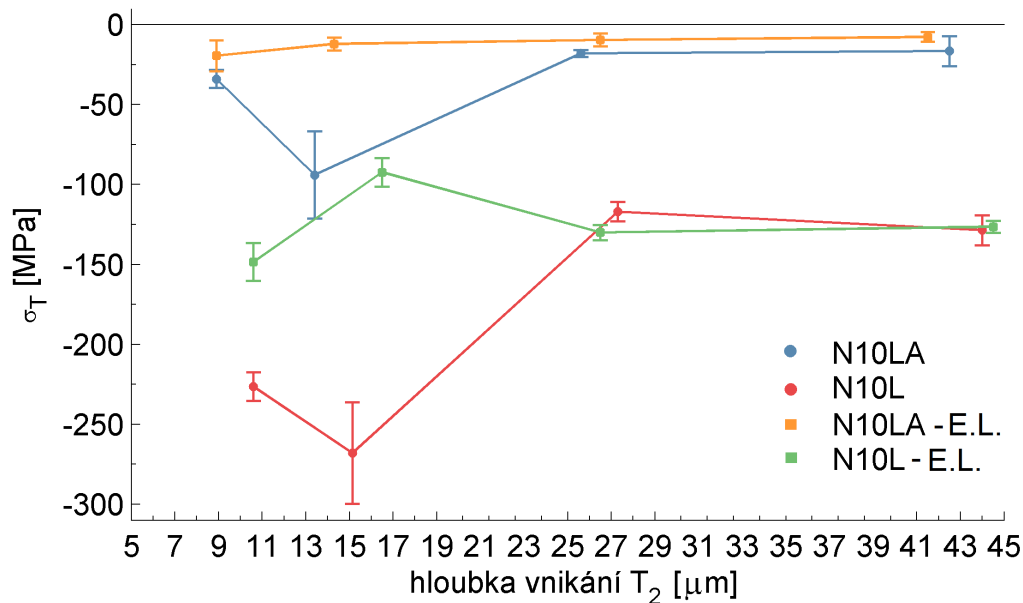
$$\sigma = \sqrt{\sum_i^n \left(\frac{\partial \bar{x}}{\partial x_i}\right)^2 \sigma_{x_i}^2} = \sqrt{\sum_i^n \left(\frac{1}{n}\right)^2 \sigma_{x_i}^2}, \quad (5.4)$$

kde n je počet průměrovaných hodnot, $\bar{x} = \frac{\sum_i^n x_i}{n}$ aritmetický průměr a σ_i chyba měření i -té hodnoty.

Výpočet hloubky vnikání pro různé vlnové délky byl proveden pomocí rovnice (5.3) pro hloubku vnikání při $\psi = 0^\circ$ pro nežíhanou a žíhanou desku o tloušťce 10 mm. Za úhel 2θ byla dosazena hodnota 156° , za tloušťky oxidické vrstvy byly brány hodnoty určené metodou GD-OES, $G_T = 95\%$ a lineární absorpční koeficienty α -Fe $\mu_{\alpha\text{-Fe}}$, wustitu μ_{wustit} a magnetitu $\mu_{magnetit}$ byly vypočteny pomocí programu, který byl napsán Ing. J. Čapkem, Ph.D. [56]. Hodnota lineárního absorpčního koeficientu oxidické vrstvy byla následně vypočtena jako vážený průměr $\mu_{oxid} = 0,9\mu_{magnetit} + 0,1\mu_{wustit}$. Použité hodnoty lineárních absorpčních koeficientů a takto odhadnuté hloubky vnikání jsou na obrázku 5.14.



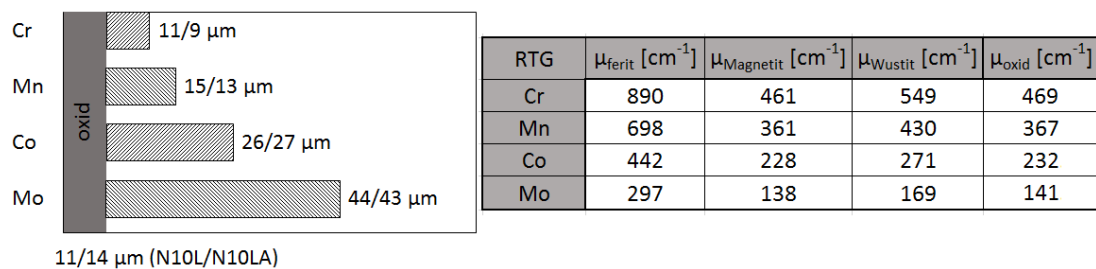
Obrázek 5.12: Porovnání průběhů podélných zbytkových napětí určených použitím záření různých vlnových délek (označena N10L a N10LA) a pomocí elektrolytického leštění (označena N10L-E.L. a N10LA-E.L.).



Obrázek 5.13: Porovnání průběhů příčných zbytkových napětí určených použitím záření různých vlnových délek (označena N10L a N10LA) a pomocí elektrolytického leštění (označena N10L-E.L. a N10LA-E.L.).

Druhým přístupem byl přepočet zbytkových napětí určených použitím rentgenového záření $\text{CrK}\alpha$ společně s elektrolytickým leštěním. Z těchto dat byl

vypočten aritmetický průměr, z vybraných hodnot pokrývajících oblast danou hloubkou vnikání určenou vlnovou délkou použitého rentgenového záření. Chyba byla opět určena jako chyba nepřímého měření z rovnice (5.4). Ilustrujme to na jednoduchém případě nežíhané 10 mm tlusté desky. V případě použití charakteristického záření $CoK\alpha$, které vniká do ocele do hloubky přibližně 26 μm (tj. 26 μm pod oxidickou vrstvou, nebo 37 μm měřeno od povrchu). Tomu přibližně odpovídá hodnota zbytkového napětí určená za použití $CrK\alpha$ po odleštění 21 μm , tj. 11 μm oxidické vrstvy a 10 μm objemového materiálu. Informaci z odleštěných 10 μm ocele neobsaženou v této hodnotě je třeba vhodně doplnit, viz obrázek A.4. To v tomto případě lze kombinováním s měřením za použití $CrK\alpha$ provedeným v hloubce 0 μm pod povrchem. Jaké kombinace byly zvoleny je popsáno na obrázku A.3³



Obrázek 5.14: Hloubky vnikání rentgenového záření o různých vlnových délkách do oceli (vlevo). Lineární absorpční koeficienty pro α -Fe a oxidickou vrstvu (vpravo).

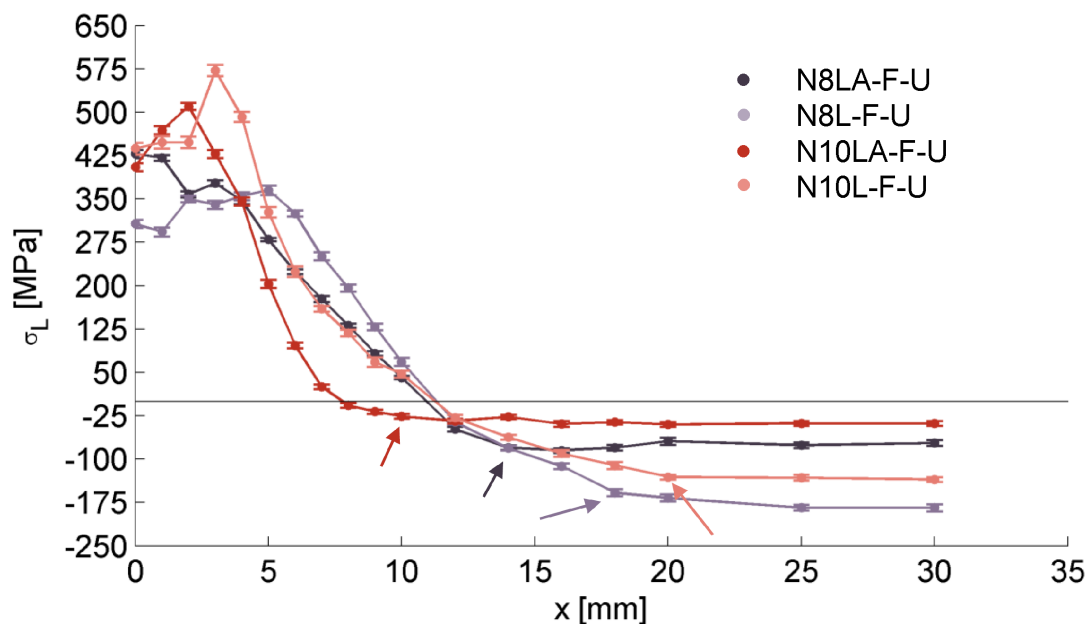
První sada bodů odpovídající záření $CrK\alpha$ byla v obou přístupech určována za přítomnosti neporušené oxidické vrstvy. Rozdíly v určených hodnotách jsou tak dány pouze jiným místem na vzorku, ve kterém bylo měření provedeno. Druhá sada bodů byla v postupu využívajícím různých vlnových délek určena za použití záření $MnK\alpha$. V přístupu využívajícím záření $CrK\alpha$ s elektrolytickým leštěním bylo měření provedeno po kompletním odleštění oxidické vrstvy. Mezi hodnotami určenými těmito přístupy jsou patrné velké rozdíly. Hodnoty určené po odleštění oxidické vrstvy jsou v absolutní hodnotě výrazně nižší. Tento rozdíl značí relaxaci, či redistribuci zbytkových napětí spojenou s odleštěním oxidické vrstvy. Naopak body určené v dalších hloubkách se velmi dobře shodují, což značí, že odlešťování samotné oceli již relaxaci zbytkových napětí nezpůsobuje a naše předpoklady o neovlivnění zbytkového stavu napjatosti elektrolytickým leštěním jsou po úplném odleštění oxidické vrstvy správné.

5.2 Porovnání povrchové distribuce zbytkových napětí svařených žíhaných a nežíhaných desek

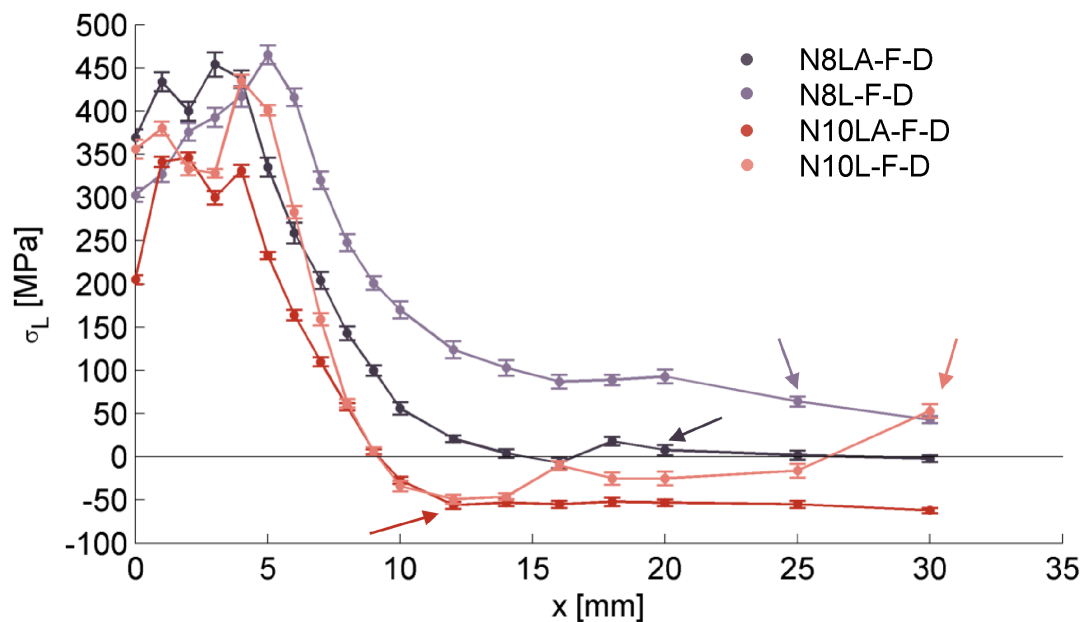
Na první pohled je patrné, že základní tvar závislosti zbytkových napětí na vzdálenosti od osy svaru je totožný pro žíhané i nežíhané desky, viz obrázky

³Veškeré hloubky vnikání byly vypočteny stejným postupem popsaným v odstavci výše.

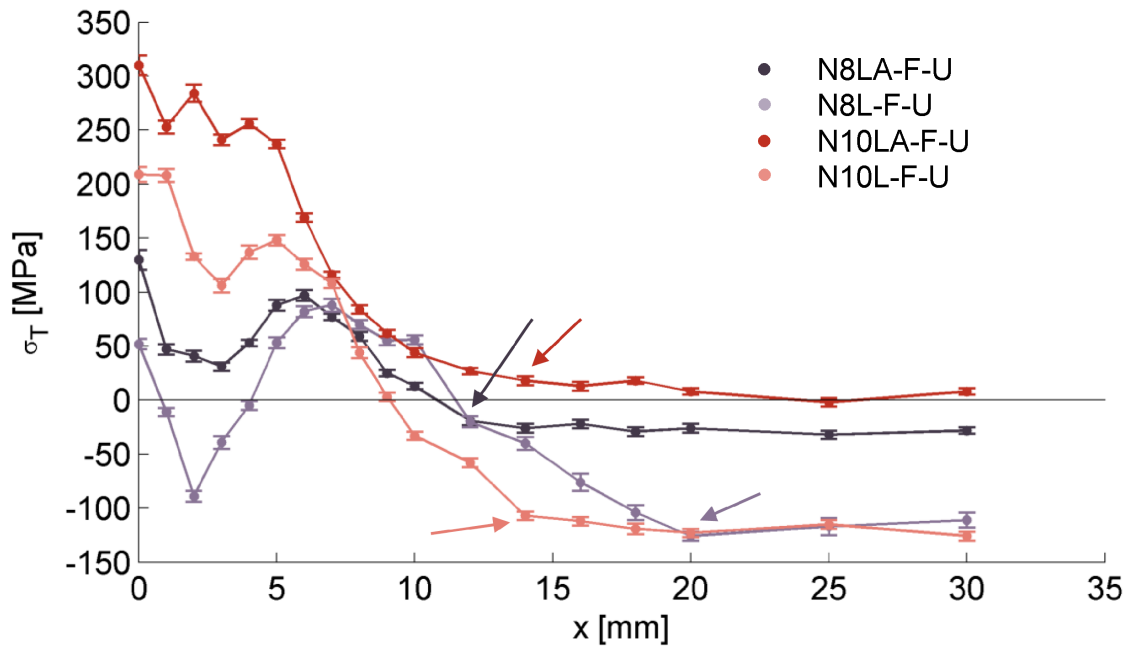
5.15–5.18 a obrázky B.5–B.8.



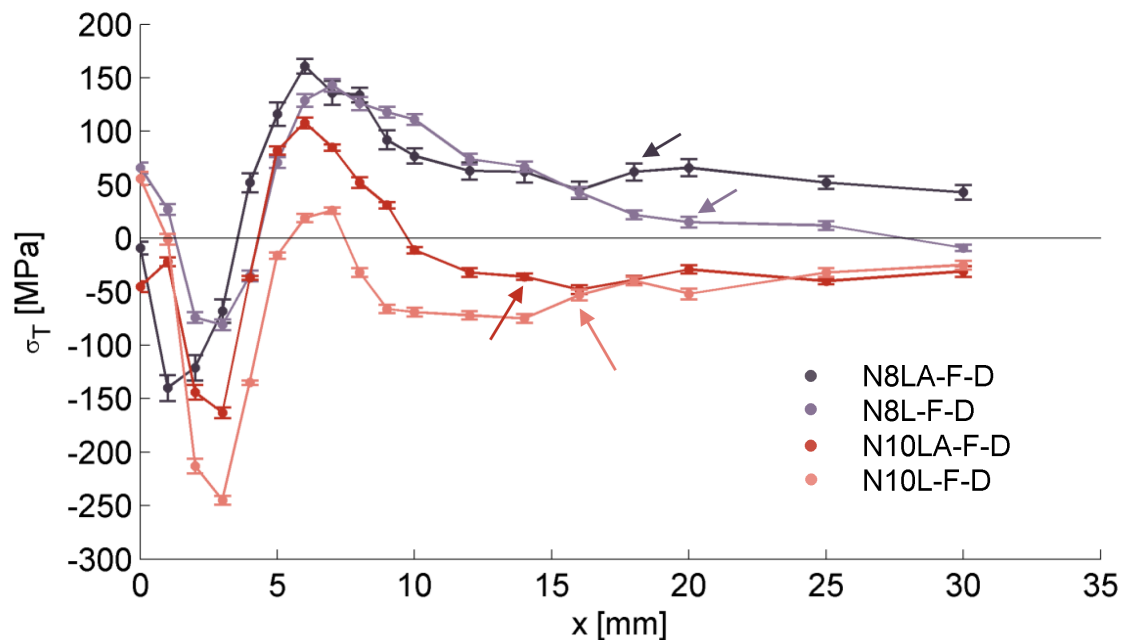
Obrázek 5.15: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru L žíhaných a nežíhaných desek o tloušťkách 8 a 10 mm pro linii F na horní straně desek. Šipky označují konec napětově ovlivněné zóny.



Obrázek 5.16: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru L žíhaných a nežíhaných desek o tloušťkách 8 a 10 mm pro linii F na dolní straně desek. Šipky označují konec napětově ovlivněné zóny.



Obrázek 5.17: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru T žíhaných a nežíhaných desek o tloušťkách 8 a 10 mm pro linii F na horní straně desek. Šipky označují konec napěťově ovlivněné zóny.



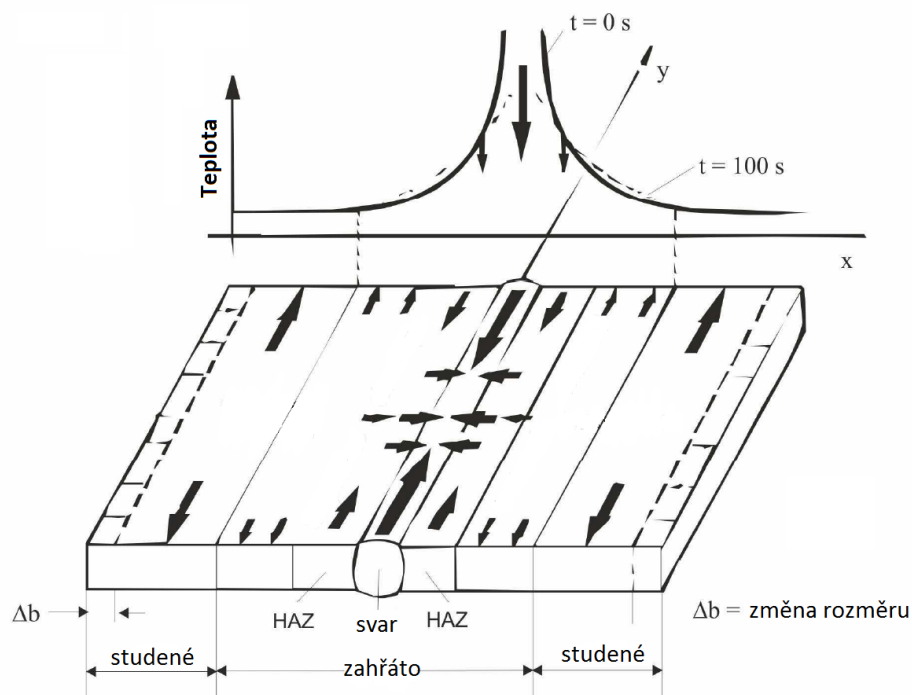
Obrázek 5.18: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru T žíhaných a nežíhaných desek o tloušťkách 8 a 10 mm pro linii F na dolní straně desek. Šipky označují konec napěťově ovlivněné zóny.

V podélném směru nabývají zbytková napětí kladných tahových hodnot, a to

jak na horní, tak spodní straně desky, viz obrázky 5.15 a 5.16. Naopak v příčném směru jsou na spodní straně desky do vzdálenosti přibližně 5 mm patrná spíše tlaková zbytková napětí, která následně přecházejí do napětí tahových, viz obrázky 5.17 a 5.18. Tvary naměřených závislostí lze vysvětlit následovně:

Tahová zbytková napětí vznikají vlivem smrštění materiálu formujícího svar při tuhnutí a současném bránění tomuto smrštění okolním nepřetaveným materiálem desky, viz obrázek 5.19. Naopak tlaková zbytková napětí jsou důsledkem fázové transformace z γ -Fe na α -Fe a s tím spojeným zvětšením objemu materiálu. Jelikož ve směru podél svaru dochází k větší změně rozměru desky vlivem teplotní roztažnosti, převládají zde tahová zbytková napětí.

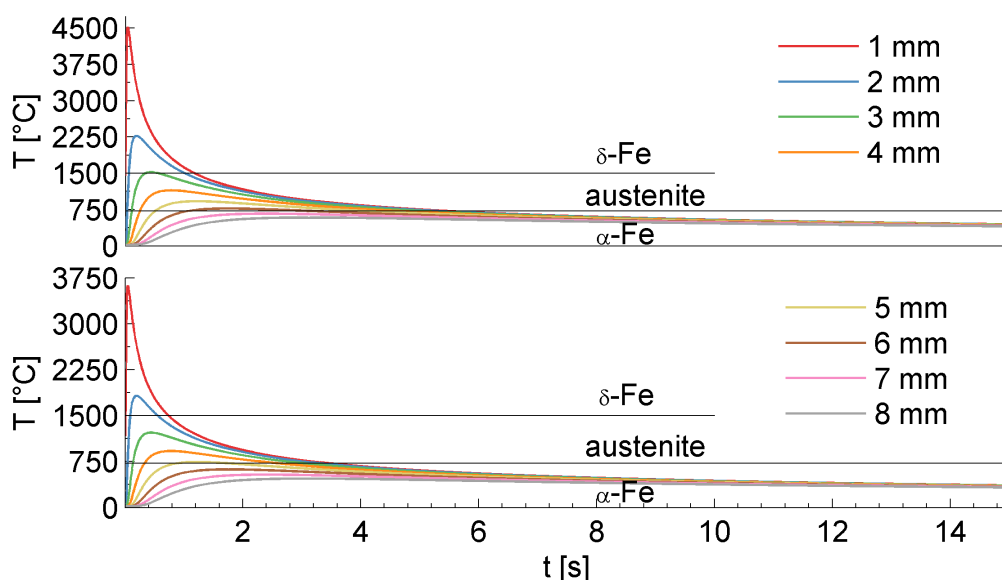
V příčném směru je změna rozměru přetaveného materiálu vlivem teplotní roztažnosti menší, a tak zde dochází k výraznějšímu uplatnění tlakových napětí vzniklých vlivem fázové transformace. Výsledný stav zbytkové napjatosti daný superpozicí teplotních a transformačních zbytkových napětí je tak složitější než v podélném směru. V případě horní strany desky obvykle převládají tahová zbytková napětí a objevují se zde dvě maxima, jedno v těsné blízkosti osy svaru a druhé ve vzdálenosti přibližně 5–10 mm, viz obrázek 5.17. Případ spodní strany je o něco komplikovanější. Zde, jak již bylo řečeno, převládají do vzdálenosti přibližně 5 mm spíše tlaková zbytková napětí. Tento stav je pravděpodobně kombinací vlivů vzniku transformačních napětí, tepelných napětí, torze desek po provedení prvního svaru a také ovlivnění teplotní roztažnosti vytvořením prvního svaru. Ve vzdálenosti větší než 5 mm poté opět převládají napětí tahová, neboť dle provedeného odhadu zde materiál nedosahuje dostatečné teploty pro průběh transformace α -Fe \rightarrow γ -Fe \rightarrow α -Fe.



Obrázek 5.19: Tepelné ovlivnění po svaření. Tento obrázek schematicky zobrazuje reakci materiálu na ochlazení po zahřátí vlivem svařování. HAZ označuje tepelně ovlivněnou oblast, z angl. Heat-Affected Zone [57].

Hlavními rozdíly mezi průběhy zbytkových napětí u žíhaných a nežíhaných desek jsou vyšší hodnoty zbytkových napětí u nežíhaných desek pro vzdálenosti přibližně od 12 mm. Dalším zajímavým výsledkem je širší napětově ovlivněná oblast u nežíhaných desek, v podélném směru L je tento rozdíl výraznější než ve směru T a činí přibližně⁴ 3–15 mm.

Oblast svaru a jeho okolí přibližně do 5–7 mm není stavem materiálu před svařením výrazně ovlivněna. To plyne z odhadu teplot, kterých materiál v této vzdálenosti dosahuje. Na obrázku 5.20 je vyobrazena závislost teploty na čase po průchodu laseru pro různé vzdálenosti od osy formovaného svaru. Tyto závislosti byly vypočteny pro povrch vzorku za použití 2D modelu v modulu HAZTEMP obsaženého ve volně šiřitelném programu SmartWeld [58]. Výpočet byl proveden pro parametry odpovídající oceli P355NL1 a parametrům svařování uvedeným v tabulce 4.2. Je patrné, že do zmiňovaných vzdáleností 5–7 mm dosahují teploty povrchu 700 °C a více, a tudíž dochází v materiálu k částečné transformaci, či rekrytalizaci, viz obrázek 2.10.



Obrázek 5.20: Závislost teploty na povrchu vzorku na čase pro vzdálenosti 1–8 mm od osy svaru. Závislosti byly vypočteny pro desky o tloušťce 8 mm (nahore) a 10 mm (dole) pomocí modulu HAZTEMP zahrnutého do volně šiřitelného programu SmartWeld [58].

5.3 Hloubková distribuce zbytkových napětí svařených desek

Ačkoliv je povrch velmi důležitý z hlediska šíření případných trhlin, které se většinou šíří od povrchu, kde dochází k poškození materiálu působením vnějších vlivů, je taktéž nutné podrobit zkoumání stav zbytkové napjatosti v objemovém

⁴Porovnání všech linií S, M, F na horní a spodní straně desek je k nahlédnutí na obrázcích B.1–B.8 v Příloze B.

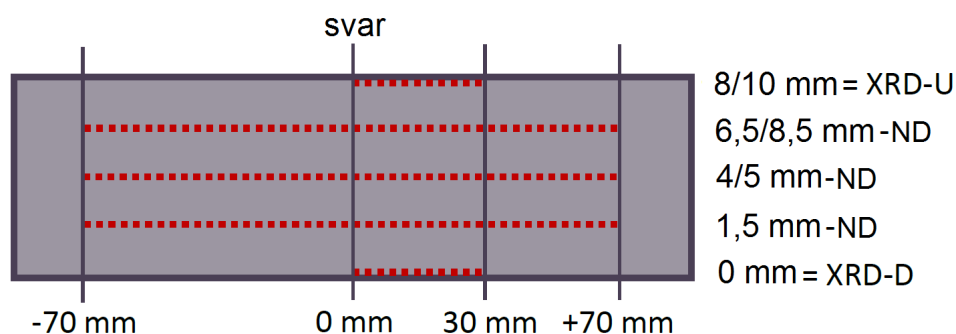
materiálu. V našem případě jsme pro tento účel využili neutronovou difrakci jejíž výhoda spočívá v jejím nedestruktivním charakteru. Měření byla realizována na experimentálním reaktoru LVR-15 v ÚJV Řež, a.s.

Na obrázku 5.21 jsou znázorněny vzdálenosti a hloubky, ve kterých byla napětí pomocí neutronové, případně rentgenové difrakce, určována.

Na obrázcích 5.22–5.24 a C.1–C.3, jsou vykresleny průběhy zbytkových napětí v podélném (L), příčném (T) a normálovém⁵ (N) směru⁶. Z těchto průběhů je patrná odlišnost zbytkového stavu napjatosti v hloubce 1,5 mm. Tento odlišný průběh je způsoben, stejně jako v případě povrchových zbytkových napětí na spodní straně, kombinací vlivů superpozice tepelných a fázových zbytkových napětí, torze desek po provedení prvního svaru a taktéž ovlivněním teplotní roztažnosti materiálu po provedení prvního svaru. V případě 10 mm tlusté desky jsou průběhy vzhledem k ose svaru symetrické, naopak u 8 mm tlusté desky je symetrie v hloubce 1,5 mm narušena. To může být způsobeno vícero důvody jako jsou např. nepřesné upevnění desek během svařování, deformace desky způsobená formováním prvního svaru, mírným propadnutím svaru, nepřesnostmi při měření.

Porovnáme-li zbylé dvojice průběhů zbytkových napětí v 8 a 10 mm tlustých deskách, je možné vidět, že v případě normálových a příčných napětí jsou průběhy v obou deskách velmi podobné včetně dosahovaných hodnot napětí. V případě podélných napětí jsou pozorované osově symetrické píky. U 8mm desky jsou širší a též jejich maximum dosahuje větších (přibližně o 50 MPa) hodnot než je tomu u 10mm desky.

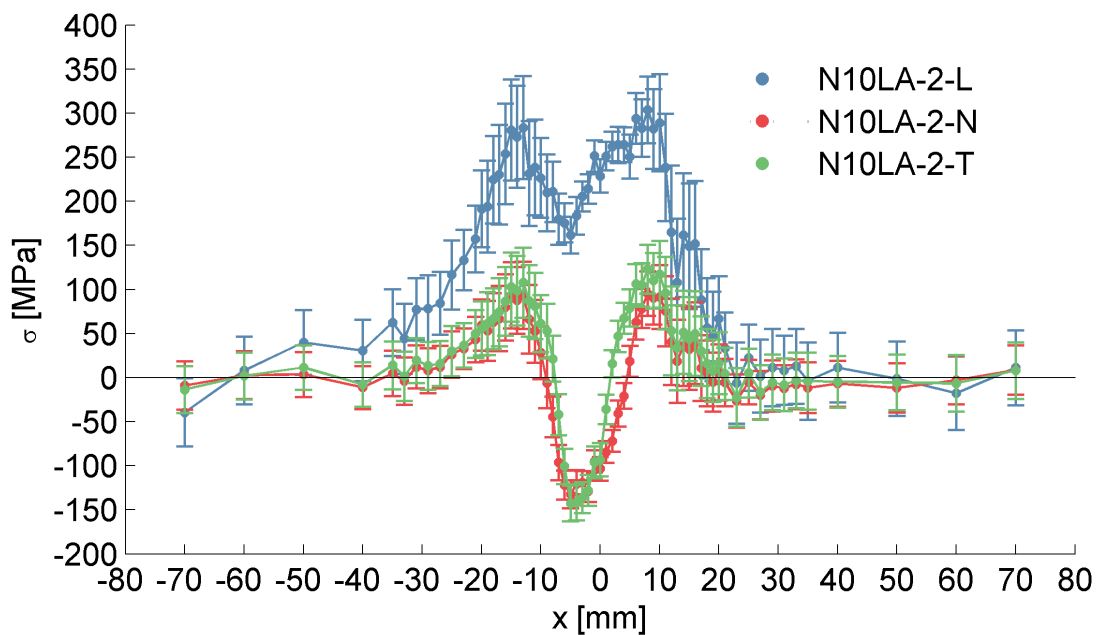
Porovnání výsledků neutronové a rentgenové difrakce, viz obrázky 5.25, 5.26, C.4 a C.5, ukazuje, že podélná zbytková napětí σ_L určená pomocí rentgenové difrakce jsou srovnatelná s podélnými napětími určenými neutronovou difrakcí v různých hloubkách pod povrchem. Charakter podélných napětí napříč vzorkem je tahový a dosahované hodnoty jsou, až na výjimky v hloubce 1,5 mm u 10 mm tlusté desky a 6,5 mm u 8 mm desky, v rámci chyb měření shodné. Naopak v případě příčných zbytkových napětí σ_T se průběhy zbytkových napětí s hloubkou významně mění. Tyto rozdíly jsou dány kombinací způsobu jejich vzniku popsaným v předešlé sekci a oboustranným svařením.



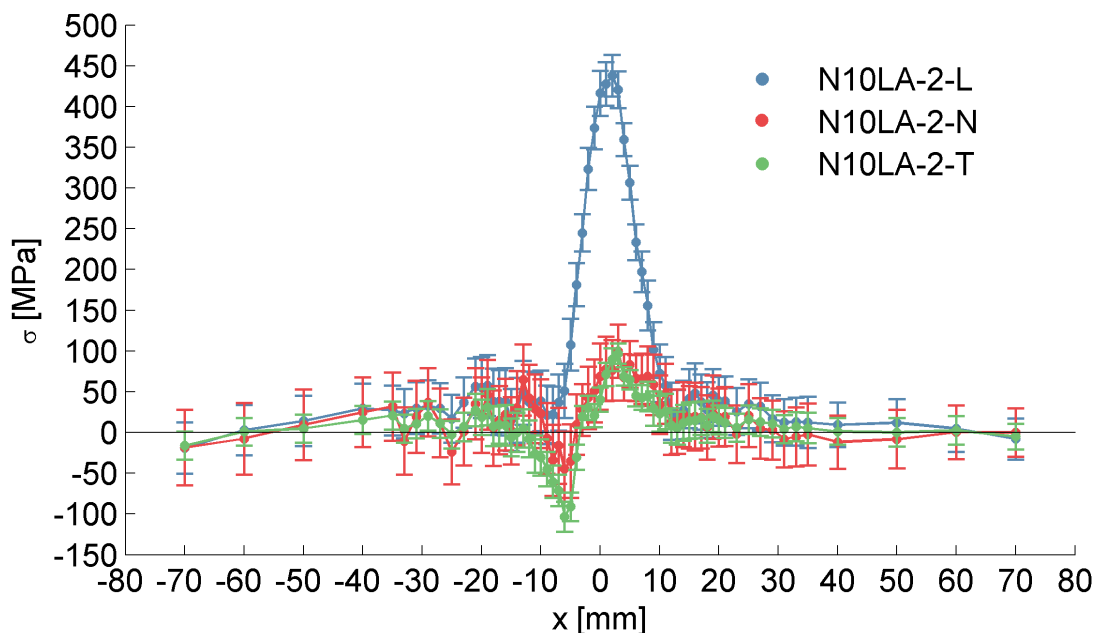
Obrázek 5.21: Schema značení hloubek, ve kterých byla určována zbytková napětí pomocí rentgenové (XRD) a neutronové (ND) difrakce pro desky o tloušťce 8 mm/10 mm.

⁵Normálovým směrem je označován směr kolmý k povrchu vzorku.

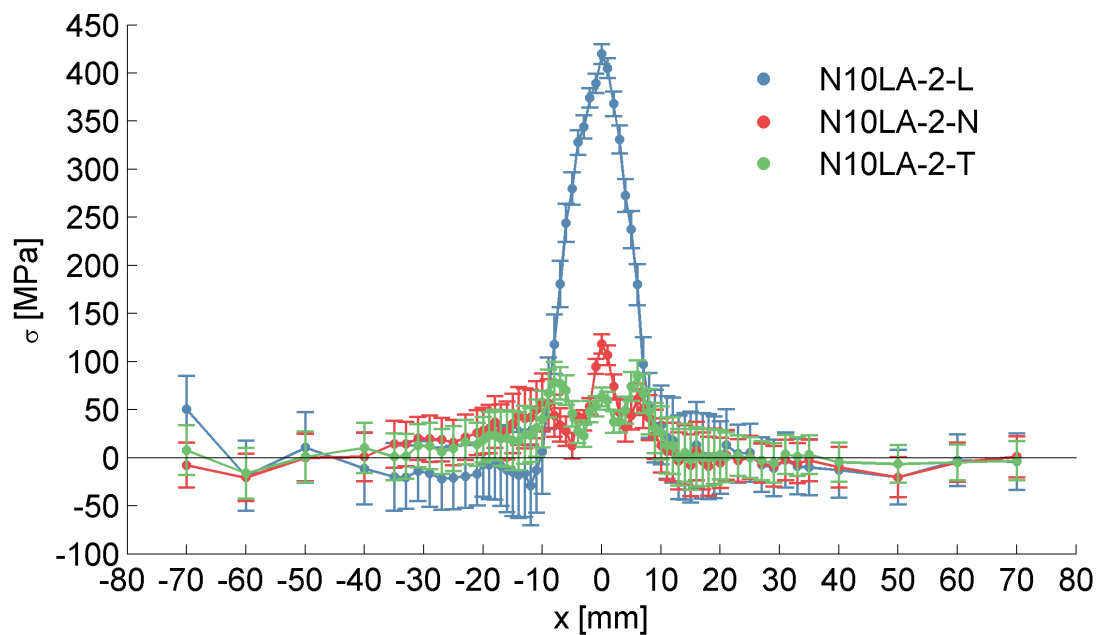
⁶Výsledky pro 8 mm tlustou desku jsou uvedeny na obrázcích C.1–C.3 v Příloze C.



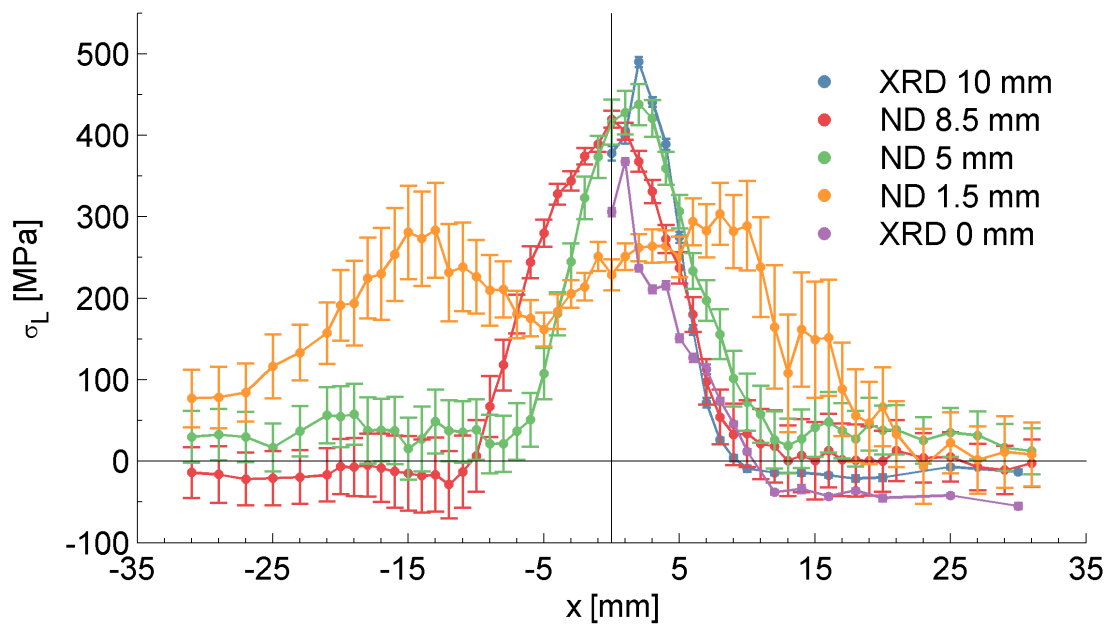
Obrázek 5.22: Průběhy podélných (L), normálových (N) a příčných (T) zbytkových napětí určené pomocí neutronové difrakce pro desku o tloušťce 10 mm v hloubce 1,5 mm.



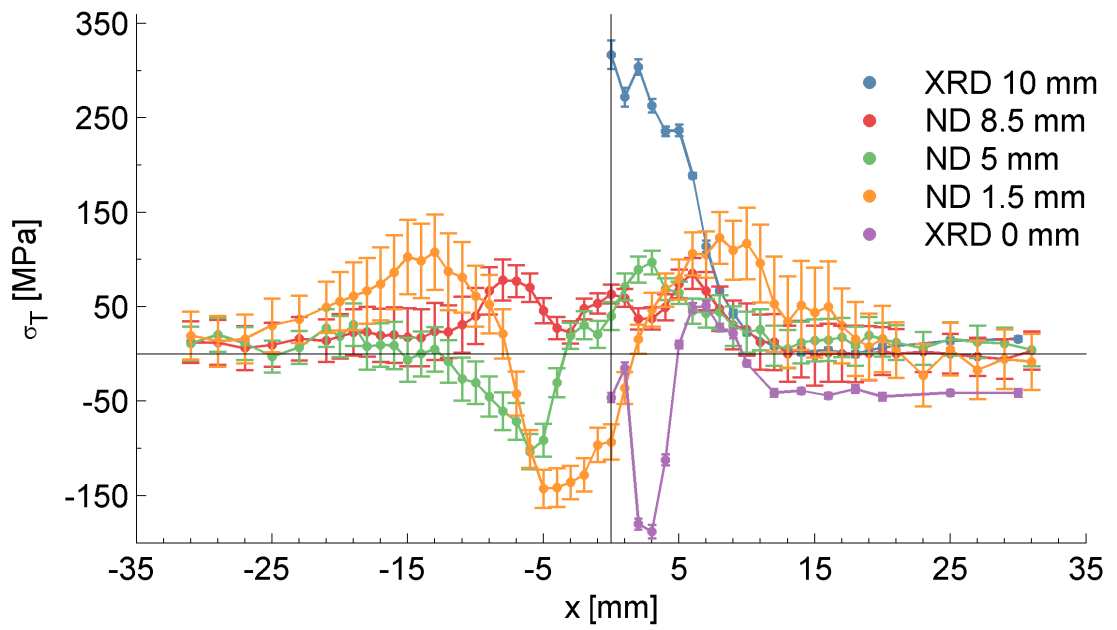
Obrázek 5.23: Průběhy podélných (L), normálových (N) a příčných (T) zbytkových napětí určené pomocí neutronové difrakce pro desku o tloušťce 10 mm v hloubce 5 mm.



Obrázek 5.24: Průběhy podélných (L), normálových (N) a příčných (T) zbytkových napětí určené pomocí neutronové difrakce pro desku o tloušťce 10 mm v hloubce 8,5 mm.



Obrázek 5.25: Závislost podélných zbytkových napětí σ_L na vzdálenosti x od osy svaru pro různé hloubky měření, viz obrázek 5.21.



Obrázek 5.26: Závislost příčných zbytkových napětí σ_T na vzdálenosti x od osy svaru pro různé hloubky měření, viz obrázek 5.21.

Závěr

Práce je věnována studiu strukturních vlastností ocele P355NL1, jež je používána převážně pro výrobu vysokotlakých nádob a potrubí. Tato ocel byla zkoumána ve formě za tepla válcovaných desek o tloušťkách 8 a 10 mm. Desky byly následně rozděleny na dvě skupiny. První z nich byla ponechána v původním stavu, druhá skupina byla po dobu jedné hodiny při teplotě 560 °C žhánána pro relaxaci zbytkových napětí. Obě skupiny desek byly poté oboustranně svařeny laserovým páprskem. Žhánání desek pro relaxaci zbytkových napětí před jejich svařením bylo provedeno z důvodu minimalizace vlivu zbytkového stavu napjatosti desek vzniklého vlivem jejich výroby na napěťový stav vzniklý v důsledku svařování.

Pro charakterizaci žhánaných a nežhánaných desek byla provedena měření pomocí Debyeovy-Scherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz, měření určující hloubkovou závislost fázového složení a zbytkových napětí v blízkosti povrchu a chemického složení. Z difrakčních snímků pořízených pomocí Debyeovy-Scherrerovy metody v uspořádání na zpětný odraz je patrné zvýraznění textury u žhánané desky pravděpodobně způsobené právě provedeným žhánáním, při kterém patrně dochází k tepelně aktivovanému pohybu dislokací způsobujícího zvětšení krystalitů. Ukazuje se, že u žhánané desky je velikost krystalitů určená na povrchu a 30 μm pod povrchem větší než 250 nm, naopak v případě nežhánané desky je velikost krystalitů na povrchu rovna 86 nm a roste přibližně do hloubky 60 μm , kde dochází k saturaci na hodnotě ≈ 250 nm. Fázové složení žhánaných a nežhánaných desek se neliší, pouze zastoupení wustitu v oxidické vrstvě je v případě žhánané desky nižší než u desky nežhánané. To je způsobeno transformací wustitu na magnetit během procesu žhánání [54].

Pro ověření efektu žhánání na povrchový stav zbytkové napjatosti bylo provedeno difrakční měření do hloubky 300 μm pod povrchem. Pro odstranění požadované tloušťky materiálu bylo využito elektrolytické leštění. Toto měření ukázalo nenulový gradient napětí vyskytující se na prvních 20 odleštěných mikrometrech. Tento gradient byl žhánáním zmenšen přibližně na polovinu původní hodnoty, ale nikoliv zcela eliminován. S přihlédnutím k hloubkovým průběhům chemického složení obdržených metodou optické spektroskopie s doutnavým výbojem nebyl potvrzen vliv oxidické vrstvy na vznik gradientu. Na druhou stranu bylo ukázáno, že oxidická vrstva výrazně ovlivňuje zbytkový stav napjatosti v blízkosti rozhraní ocele a oxidické vrstvy. Odleštěním této vrstvy došlo k redistribuci zbytkových napětí, a tudíž předpoklad o neovlivnění zbytkového stavu napjatosti elektrolytickým leštěním není pro odlešťování oxidické vrstvy platný. V objemovém materiálu ocele se ovšem tento předpoklad ukázal být platný.

Po svaření desek za pomoci laseru byla provedena analýza napěťového stavu napříč svarem. Pomocí rentgenové difrakce bylo učiněno porovnání povrchového stavu napjatosti žhánaných a nežhánaných desek. Z těchto měření plyne, že při vzniku podélných zbytkových napětí, která mají tahový charakter, se uplatňují především tepelná napětí vzniklá nerovnoměrným ochlazováním desek po svaření. Průběhy příčných zbytkových napětí jsou komplikovanější, neboť zde více přispívají napětí generovaná fázovou transformací. Příčná napětí se výrazně liší na horní a spodní straně desek. Na horní straně desek stále převládají tlaková napětí, ovšem dosahují menších hodnot než v podélném směru. Příčná napětí na

spodní straně desek mají tlakový charakter přibližně do vzdálenosti 5 mm od osy svaru. To je dáno výrazným vlivem transformačních napětí. Ve vzdálenosti větší než 5 mm již, dle odhadu, teplota nedosahuje hodnot nutných pro průběh transformace $\alpha\text{-Fe} \rightarrow \gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$.

Další zajímavý výsledek plyne z porovnání těchto průběhů pro žíhané a nežíhané desky. Z určených průběhů je patrné, že napětově ovlivněná oblast na povrchu žíhaných desek je přibližně o 3–15 mm menší než u desek nežíhaných. Dále z dat získaných pomocí neutronové difrakce v různých hloubkách v objemovém materiálu je patrné, že efekty doprovázející vznik podélných zbytkových napětí jsou v různých hloubkách podobné a výsledný průběh zbytkových napětí v závislosti na vzdálenosti od osy svaru se příliš neliší. V případě podélných zbytkových napětí je tedy možné kvalitativně popsat zbytkový stav napjatosti v objemovém materiálu pomocí dat z rentgenové difrakce, získaných z měření provedených na povrchu desek. Naopak v případě příčných zbytkových napětí se průběhy v různých hloubkách výrazně liší, což je dáno charakterem jejich vzniku, a tudíž není možné soudit o distribuci zbytkových napětí pod povrchem z výsledků rentgenové difrakce.

Seznam použité literatury

- [1] Kraus I., Ganev N. *Difrakční analýza mechanických napětí*. Praha: ČVUT, 1995.
- [2] CTI Reviews. *Mechanics of Materials: Chemistry, Materials science*. Cram101, 2016.
- [3] Elhouar S., Muvdi B. B. *Mechanics of materials: with applications in Excel*. Crc Press, 2016.
- [4] Schajer G. S., Whitehead P. S., Zimmerman K. B. *Hole-Drilling Method for Measuring Residual Stresses*. Synthesis SEM Lectures on Experimental Mechanics. Morgan & Claypool Publishers, 2018.
- [5] Panchbhai A. S. and others. Wilhelm Conrad Röntgen and the discovery of X-rays: Revisited after centennial. *Journal of Indian Academy of Oral Medicine and Radiology*, 27(1):90, 2015.
- [6] Waseda Y., Matsubara E., Shinoda K. *X-ray diffraction crystallography: introduction, examples and solved problems*. Springer Science & Business Media, 2011.
- [7] Kraus I. *Úvod do strukturní rentgenografie*. Praha: Academia, 1. vyd., 1985.
- [8] Cullity B. D. *Elements of xrd*. USA Edison-Wesley P Inc, 1978.
- [9] The European Synchrotron Radiation Facility. What is synchrotron light? <https://www.esrf.eu/about/synchrotron-science/synchrotron-light>. Online; cit. 1.3.2019.
- [10] Anderoglu O. *Residual stress measurement using X-ray diffraction*. Disertační práce, Texas A&M University, 2005.
- [11] Aslanov L. A., Fetisov G. V., Howard J. A. K. *Crystallographic instrumentation*. Oxford University Press, 7. vyd., 1998.
- [12] Dinnebier R. E., Billinge S. J. L. *Powder diffraction: theory and practice*. Royal Society of Chemistry, 2008.
- [13] Melenhorst R. W. J. *Design of an X-ray diffractometer (XRD) for a Mars-rover*. Diplomová práce, Technische Universiteit Eindhoven, 2006.
- [14] Noyan I. C., Cohen J. B. Determination of strain and stress fields by diffraction methods. In *Residual Stress*, 117–163. Springer, 1987.
- [15] Chadwick J. The existence of a neutron. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 136(830):692–708, 1932.
- [16] Mason T. E., Gawne T. J., Nagler S. E., Nestor M. B., Carpenter J. M. The early development of neutron diffraction: science in the wings of the manhattan project. *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*, 69(1):37–44, 2013.

- [17] Taylor B. N. Mohr P. J., Newell D. B. CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 2014. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 45(4):043102, 2016.
- [18] Ústav jaderné fyziky AV ČR, v. v. i. NPL instruments at the research reactor LVR-15. <http://www.ujf.cas.cz/cs/oddeleni/oddeleni-neutronove-fyziky/instruments/lvr15/index.html>. Online; cit. 5.3.2019.
- [19] Shirane G., Shapiro S. M., Tranquada J. M. *Neutron scattering with a triple-axis spectrometer: basic techniques*. Cambridge University Press, 2002.
- [20] Hecht J. Obituary: Theodore Maiman (1927–2007). *Nature Photonics*, 1(7):372, 2007.
- [21] LASCAM systems s.r.o. Lasery pro svařování. <http://www.lascam.cz/lasery-pro-svarovani/>, 2017. Online; cit. 28. 4. 2018.
- [22] Laserové Systémy LaserTherm. Lasery pro průmyslové technologie. <http://www.lasertherm.cz/sluzby/laserove-svarovani/>, 2018. Online; cit. 28. 4. 2018.
- [23] Dawes Ch. *Laser welding: a practical guide*. Woodhead Publishing, 1992.
- [24] Katayama S. Introduction: fundamentals of laser welding. In *Handbook of Laser Welding Technologies*, 3–16. Elsevier, 2013.
- [25] Svelto O. *Principles of Lasers*. Springer US, 2010.
- [26] Thyagarajan K., Ghatak A. *Lasers: fundamentals and applications*. Springer Science & Business Media, 2010.
- [27] Amada Miyachi America, Inc. *Laser Welding Fundamentals*. 2016. Online; cit. 28. 5. 2018.
- [28] Hui-Ch Ch., Guijun B. and Chen-Nan S. *High Energy Beam Welding Processes in Manufacturing*, 617–639. Springer London, London, 2015.
- [29] Jeníček L., Ryš P., Čeněk M. *Nauka o materiálu I*. Praha: Academia, 2. rozš. a zcela přeprac. vyd., 1966.
- [30] Bhadeshia H., Honeycombe R. *Steels: microstructure and properties 3rd Edition*. Butterworth-Heinemann, 2006.
- [31] Kraus I., Ganev N. *Technické aplikace difrakční analýzy*. Praha: ČVUT, 1. vyd., 2004.
- [32] Avner S. H. *Introduction to physical metallurgy*. McGraw-Hill New York, 2. vyd., 1974.
- [33] Aucott L. A. *Mechanism of solidification cracking during welding of high strength steels for subsea linepipe*. Disertační práce, Department of Engineering University of Leicester, 2015.

- [34] Abe F., Kern T. U., Viswanathan R. Creep-resistant steels 1st edition, 2008.
- [35] Havlík P. *Mikrostruktura a tvrdost návarů bainitické oceli na kolejnici*. Diplomová práce, 2010.
- [36] Lötter S. J., Purcell W., Nel J. T. Glow discharge optical emission spectroscopy: A general overview with regard to nuclear materials. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, 115(10):966–971, 2015.
- [37] Armstrong E. The past and future of glow discharge- 50 years of the grimm lamp. <https://info.leco.com/blog/the-past-and-future-of-glow-discharge-50-years-of-the-grimm-lamp>. Online; cit. 15.4.2019.
- [38] Kosmač A. Electropolishing stainless steels. *Materials and applications series*, 11, 2010.
- [39] Lee S., Lee Y., Chung M. Metal removal rate of the electrochemical mechanical polishing technology for stainless steel-the electrochemical characteristics. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 220(4):525–530, 2006.
- [40] Lee, S., Lee Y., Du M. The polishing mechanism of electrochemical mechanical polishing technology. *Journal of Materials Processing Technology*, 140(1-3):280–286, 2003.
- [41] Yang G. and others. Electropolishing of surfaces: theory and applications. *Surface Engineering*, 33(2):149–166, 2017.
- [42] Hauk V. *Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: Evaluation-Application-Assessment*. Elsevier, 1997.
- [43] Han-Chin Wu. *Continuum mechanics and plasticity*. CRC Press, 2004.
- [44] Pala Z. *Analysis of multiaxial stress states by diffracton methods*. Disertační práce, České vysoké učení technické v Praze, 2013.
- [45] Sedighi M., Nazemnezhad R. Effect of Peak Positioning Method on Accuracy of X-Ray Diffraction Residual Stress Measurement. *Experimental Techniques*, 2013.
- [46] Will G. The rietveld method and the two stage method to determine and refine crystal structures from powder diffraction data, 2006.
- [47] Young R. A. *The rietveld method*. Oxford University Press, 5 vyd., 1995.
- [48] Toby B. H. R factors in rietveld analysis: how good is good enough? *Powder diffraction*, 21(1):67–70, 2006.
- [49] Český normalizační institut. *ČSN EN 10028-3 Ploché výrobky z ocelí pro tlakové nádoby a zařízení: část 3: Svařitelné jemnozrnné oceli, normalizačně žíhané = Flat products made of steels for pressure purposes. Part 3: Weldable fine grain steels, normalized*.

- [50] RAPTECH, s.r.o. Laserové technologie. www.raptech.cz/laserove-technologie/, 2016. Online; cit. 6. 5. 2018.
- [51] Katedra inženýrství pevných látek. Fotogalerie - laboratoř strukturní rentgenografie. <https://kiplwww.fjfi.cvut.cz/drupal7/?q=fotogalerie-laborator-strukturni-rentgenografie>. Online; cit. 19.4.2019.
- [52] Hauk V. M., Macherauch E. A useful guide for X-ray stress evaluation (xse). *Advances in X-ray Analysis*, 27:81–99, 1983.
- [53] PROTO Manufacturing Inc. iXRD. <http://www.protoxrd.com/assets/ixrd.pdf>, 2014. Online; cit. 10. 6. 2018.
- [54] Gleeson B., Hadavi S. M. M., Young D. J. Isothermal transformation behavior of thermally-grown wüstite. *Materials at High Temperatures*, 17(2):311–318, 2000.
- [55] Shimizu K., Habazaki H., Skeldon P., Thompson G. E., Wood G. C. Gdoes depth profiling analysis of the air-formed oxide film on a sputter-deposited type 304 stainless steel. *Surface and Interface Analysis: An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films*, 29(11):743–746, 2000.
- [56] Čapek J. Absorption_coefficient.m. <https://kiplwww.fjfi.cvut.cz/drupal7/?q=software-laborator-strukturni-rentgenografie>. Online; cit. 20.4.2019.
- [57] Nitschke-Pagel T., Dilger K. Sources and consequences of residual stresses due to welding. *Materials Science Forum*, 783:2777–2785, 2014.
- [58] Sandia Corporation. Smartweld. http://smartweld.sourceforge.net/Apps/haztemp_app.htm. Online; cit. 15. 4. 2018.

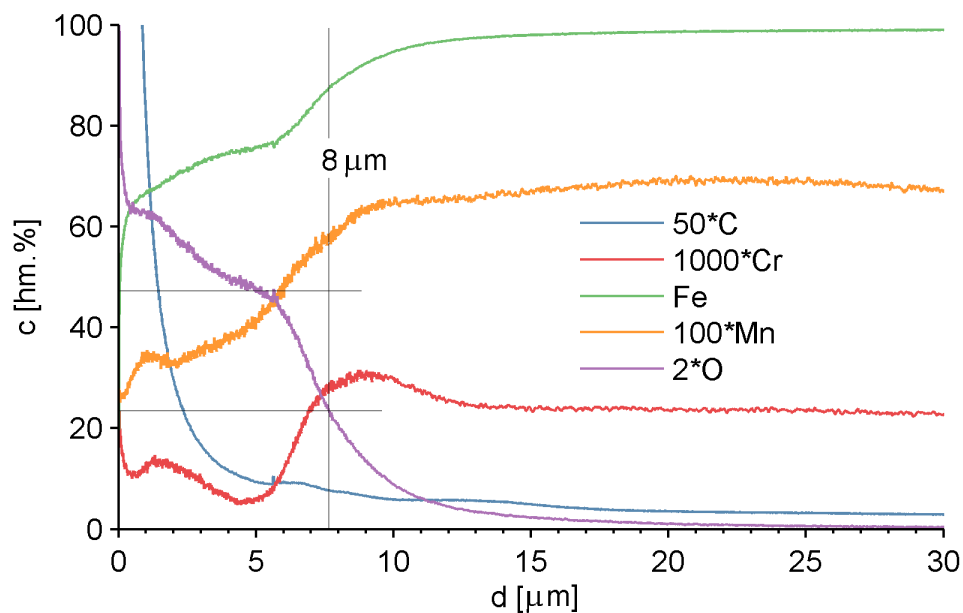
Symbols a zkratky

Důležité veličiny, konstanty a zkratky použité v textu. Některé z nich mohou mít více významů, proto je daný význam upřesněn na daném místě v textu.

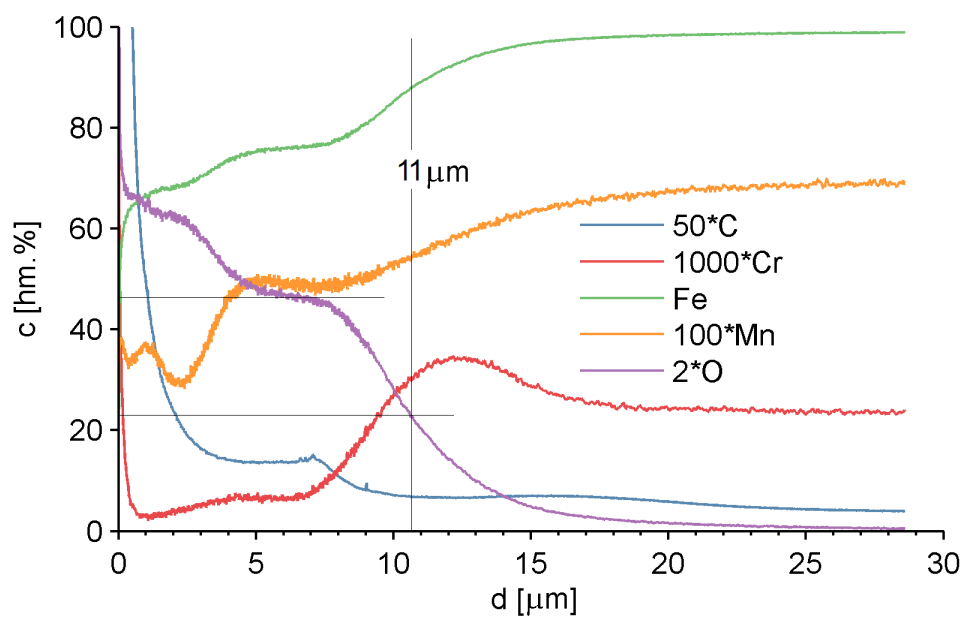
σ_i	[Pa]	Složka tenzoru zbytkového napětí
ϵ	[-]	Relativní deformace
E	[Pa]	Youngův modul pružnosti
ν	[-]	Poissonovo číslo
$s_1; 1/2s_2$	[Pa ⁻¹]	Voigtovy elastické konstanty
eV		Jednotka elektronvolt, $1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$
h		Planckova konstanta, $h = 6,626 \ 070 \ 040 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$
μ	[cm ⁻¹]	Lineární absorpční koeficient
d		Mezirovinná vzdálenost
T_e	[μm]	Efektivní hloubka vnikání
RSs		Zbytková napětí (z angl. Residual stresses)
CoG		Metoda těžiště (z angl. Center of gravity)
HAZ		Tepelně ovlivněná oblast (z angl. Heat-affected zone)
SAZ		Napětově ovlivněná oblast (z angl. Stress-affected zone)
GD-OES		Optická spektroskopie s doutnavým výbojem
P355NL1		Ocel určena pro výrobu vysokotlakých nádob

Přílohy

Příloha A



Obrázek A.1: Hloubkový průběh chemického složení nežíhané desky o tloušťce 8 mm.

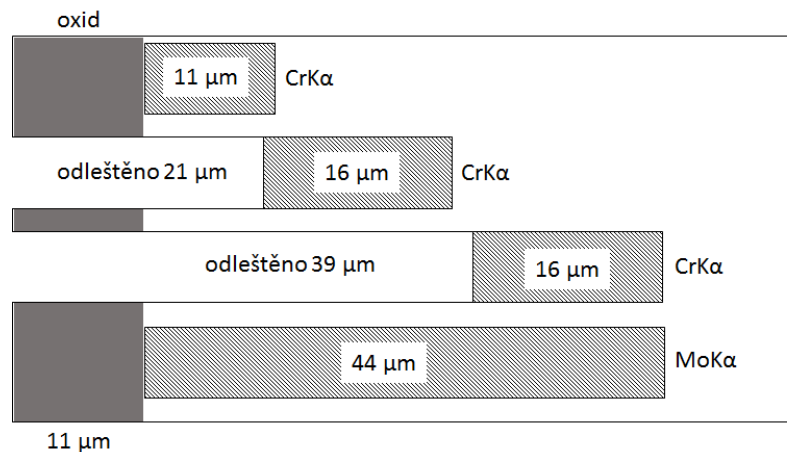


Obrázek A.2: Hloubkový průběh chemického složení žíhané desky o tloušťce 8 mm.

N10L (Tloušťka oxidické vrstvy 11 μm)				
Hloubka měřená od povrchu	T_2	Tloušťka odleštěné vrstvy z ocele	RTG	T_2
0	11 ■ ■ ■	0	Cr ■	11
5	13 ■	0	Mn ■	15
11	17	0	Co ■	27
21	27 ■ ■	10	Mo ■	44
25	31	14		
29	35	18		
34	40	23		
39	45 ■	28		

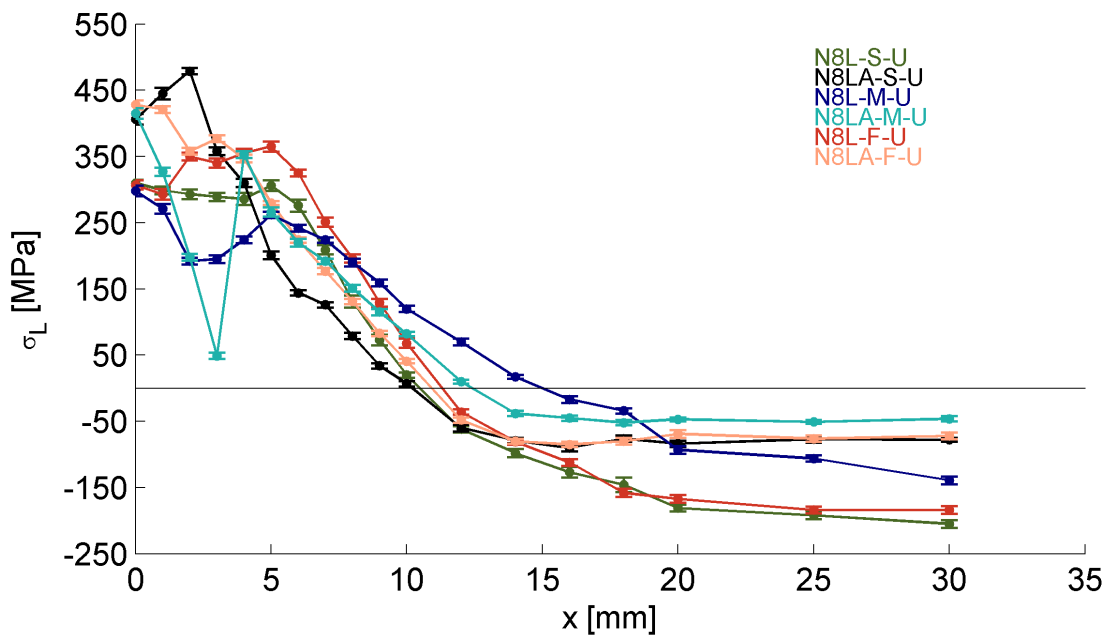
N10LA (Tloušťka oxidické vrstvy 14 μm)				
Hloubka měřená od povrchu	T_2	Tloušťka odleštěné vrstvy z ocele	RTG	T_2
0	9 ■	0	Cr ■	9
5	12 ■ ■ ■	0	Mn ■	13
10	14 ■	0	Co ■	26
15	17	1	Mo ■	43
25	27 ■ ■	11		
35	37	21		
40	42 ■	26		
50	52	36		

Obrázek A.3: První tři sloupce se vztahují k měření hloubkového průběhu zbytkových napětí, viz obrázek 5.6. Barevné čtverce ve druhém sloupci označují ze kterých hloubek byl vypočten průměr pro porovnání dat naměřených rentgenkou odpovídající barvy. První sloupec odpovídá hloubce naměřené při elektrolytickém odlešťování. Druhý sloupec $T_2^{E.L.}$ obsahuje vypočtené hloubky vnikání záření $CrK\alpha$ vztažené v původnímu povrchu. Třetí sloupec obsahuje hodnoty tloušťky odleštěné vrstvy ocele. Pátý sloupec obsahuje hloubku vnikání T_2 příslušného záření přes oxidickou vrstvu.

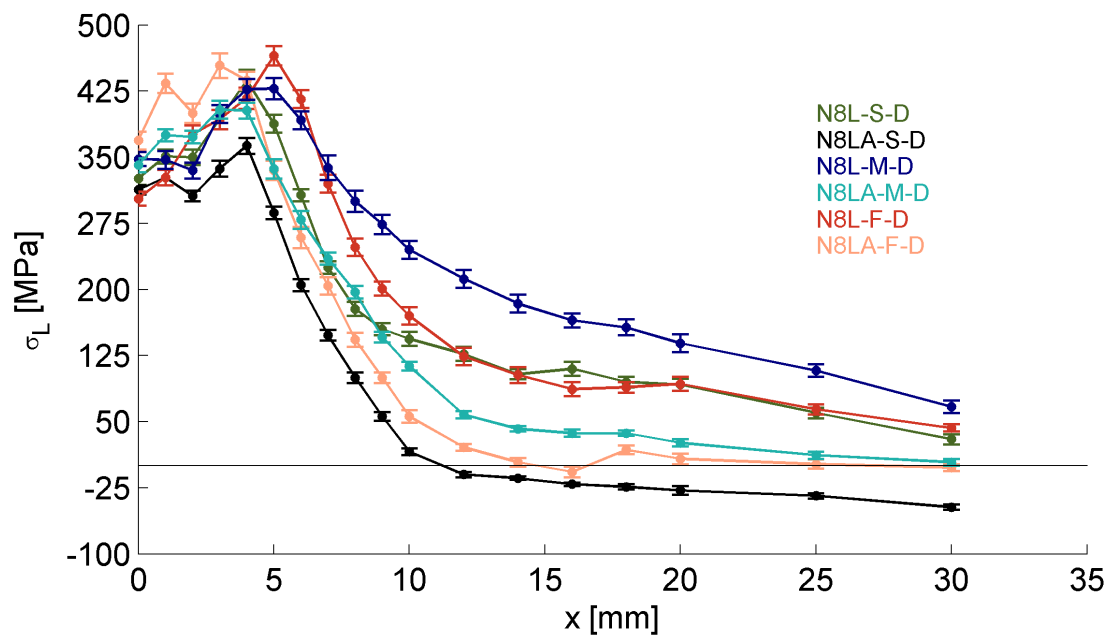


Obrázek A.4: Doplňující ilustrace k tabulce na obrázku A.3. Schématické zobrazení kombinace tří měření pomocí $\text{CrK}\alpha$ pro obdržení hodnoty napětí přibližně odpovídající hodnotě získané z měření pomocí $\text{MnK}\alpha$.

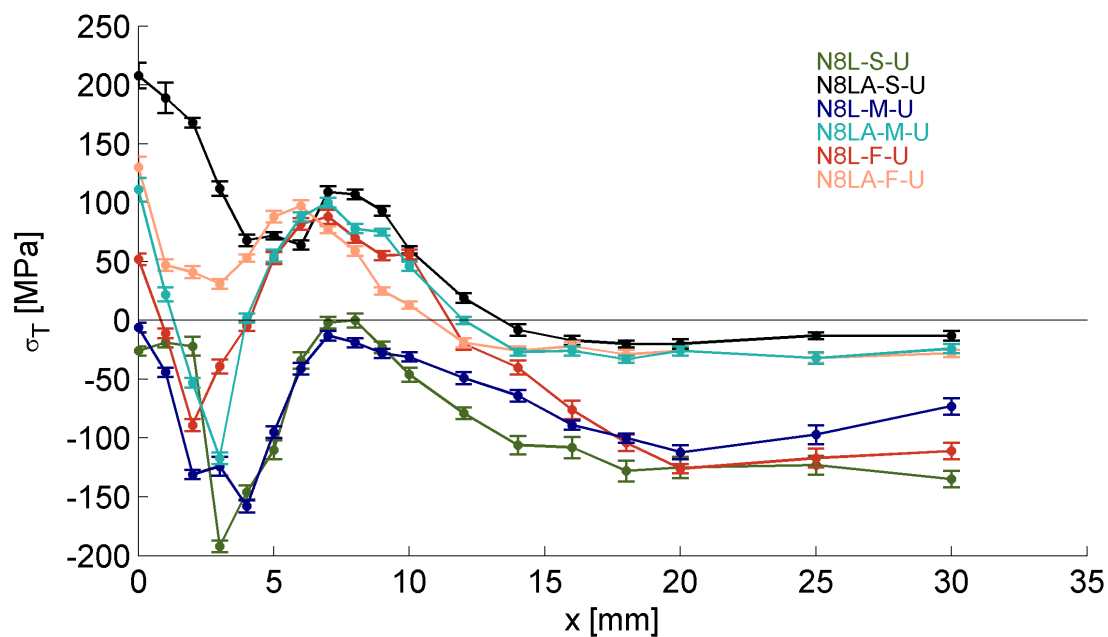
Příloha B



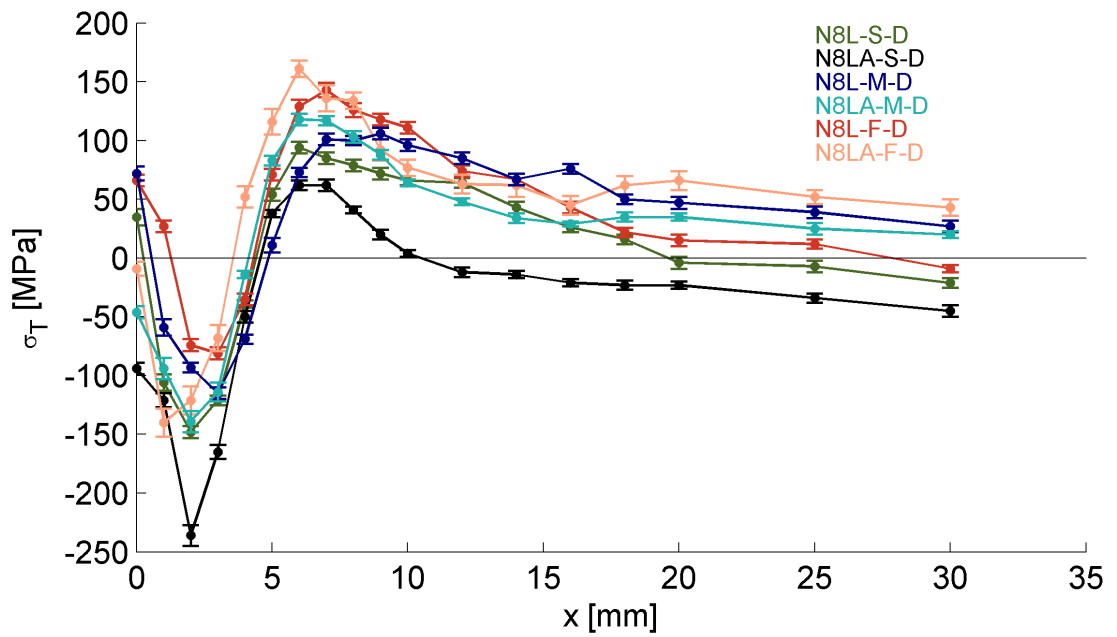
Obrázek B.1: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru L žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 8 mm pro linie S, M, F na horní straně desek.



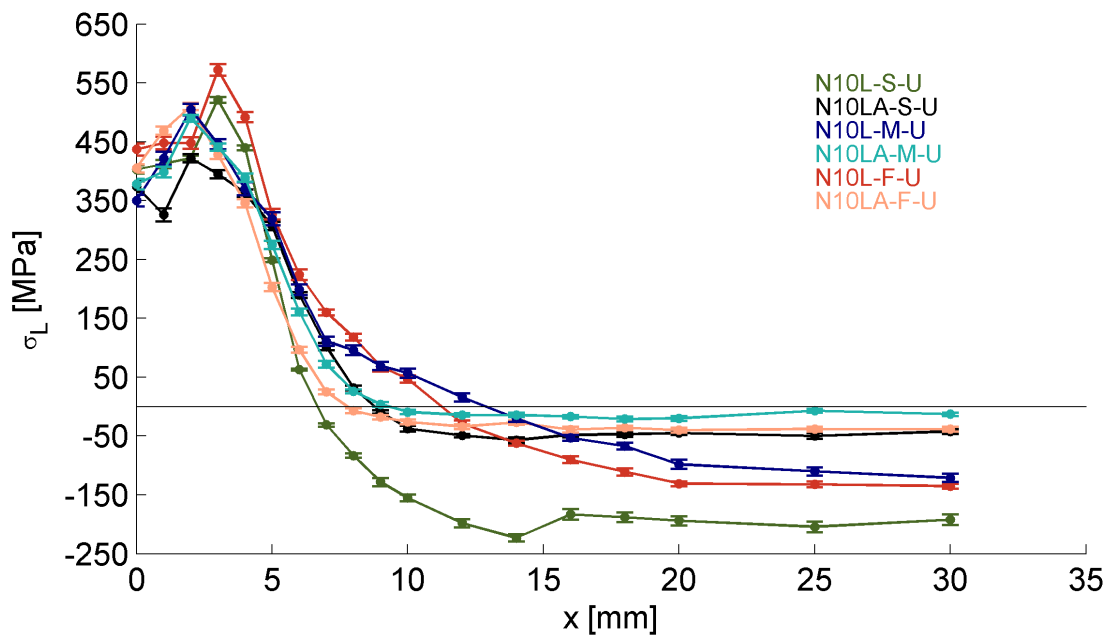
Obrázek B.2: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru L žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 8 mm pro linie S, M, F na dolní straně desek.



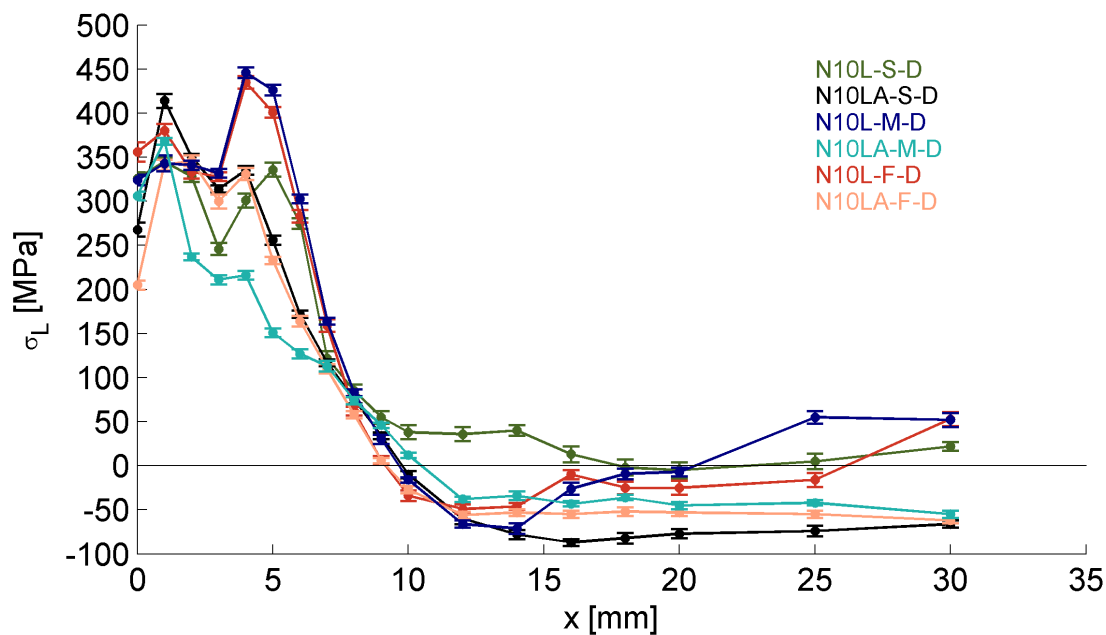
Obrázek B.3: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru T žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 8 mm pro linie S, M, F na horní straně desek.



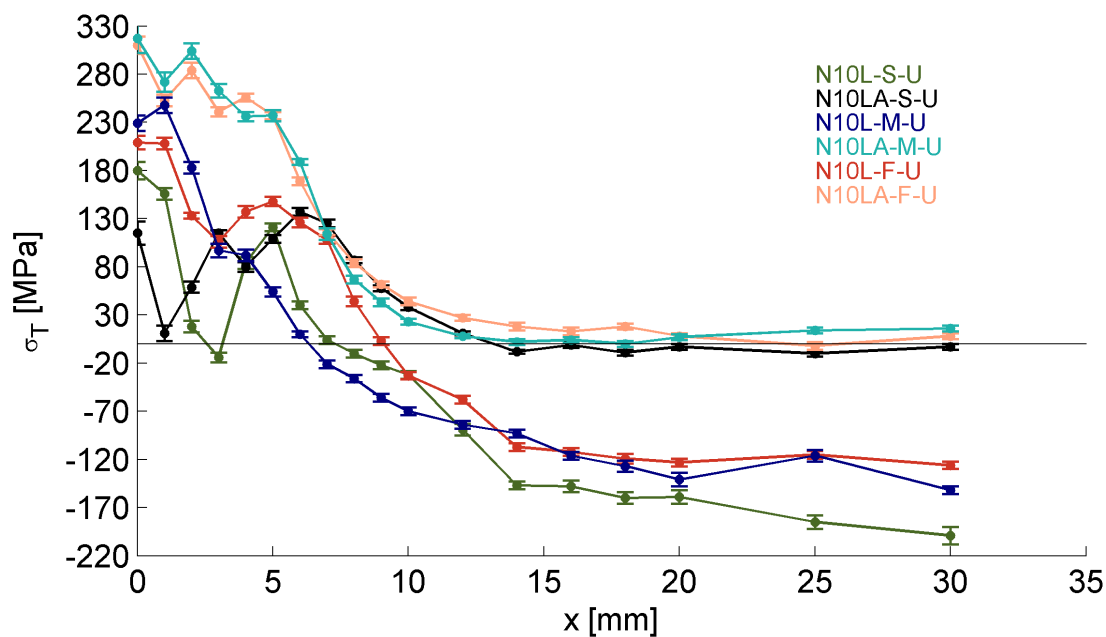
Obrázek B.4: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru T žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 8 mm pro linie S, M, F na dolní straně desek.



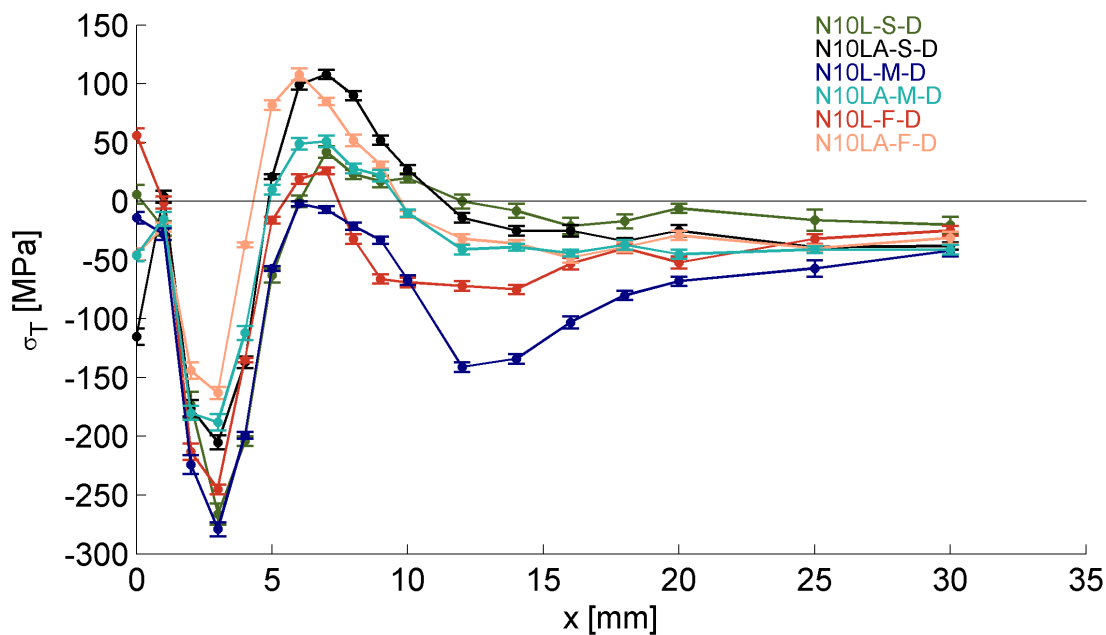
Obrázek B.5: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru L žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 10 mm pro linie S, M, F na horní straně desek.



Obrázek B.6: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru L žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 10 mm pro linie S, M, F na dolní straně desek.

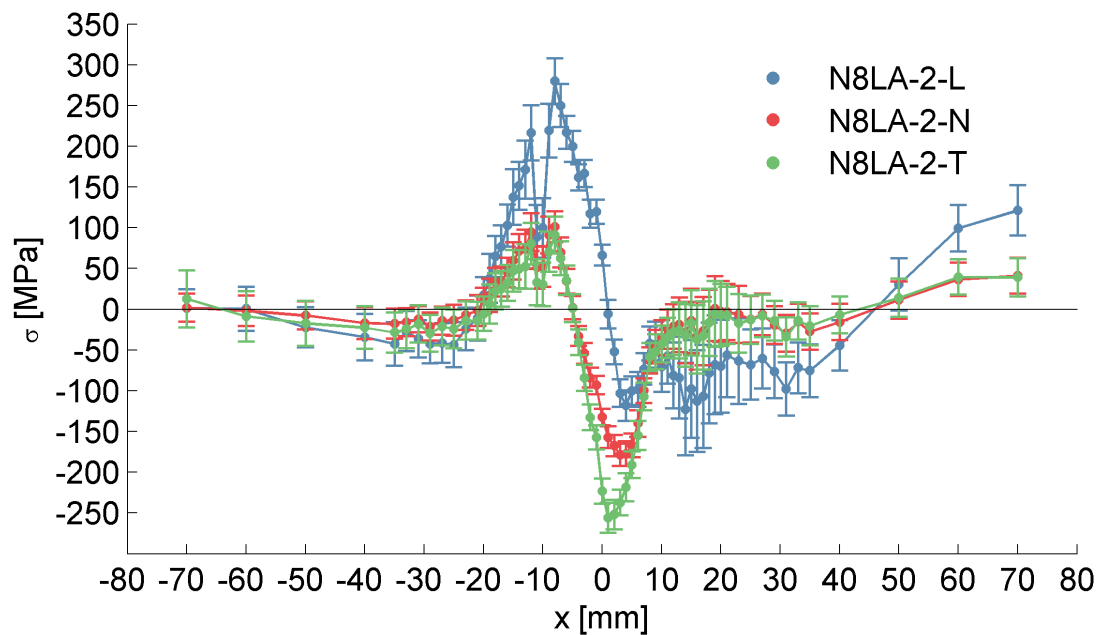


Obrázek B.7: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru T žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 10 mm pro linie S, M, F na horní straně desek.

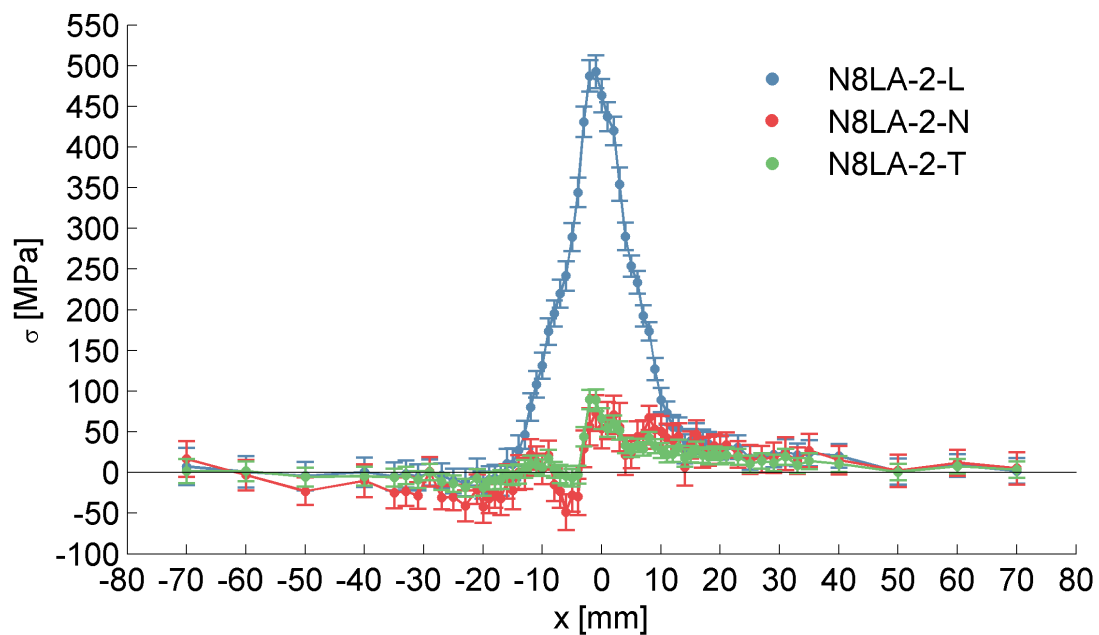


Obrázek B.8: Porovnání zbytkových napětí σ ve směru T žíhaných a nežíhaných desek o tloušťce 10 mm pro linie S, M, F na dolní straně desek.

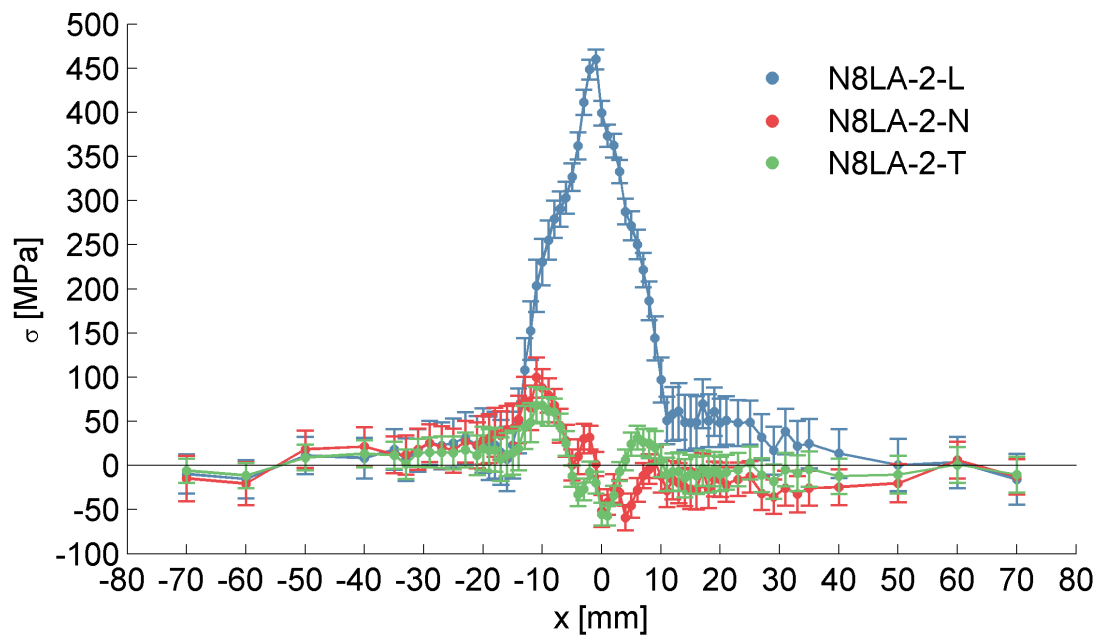
Příloha C



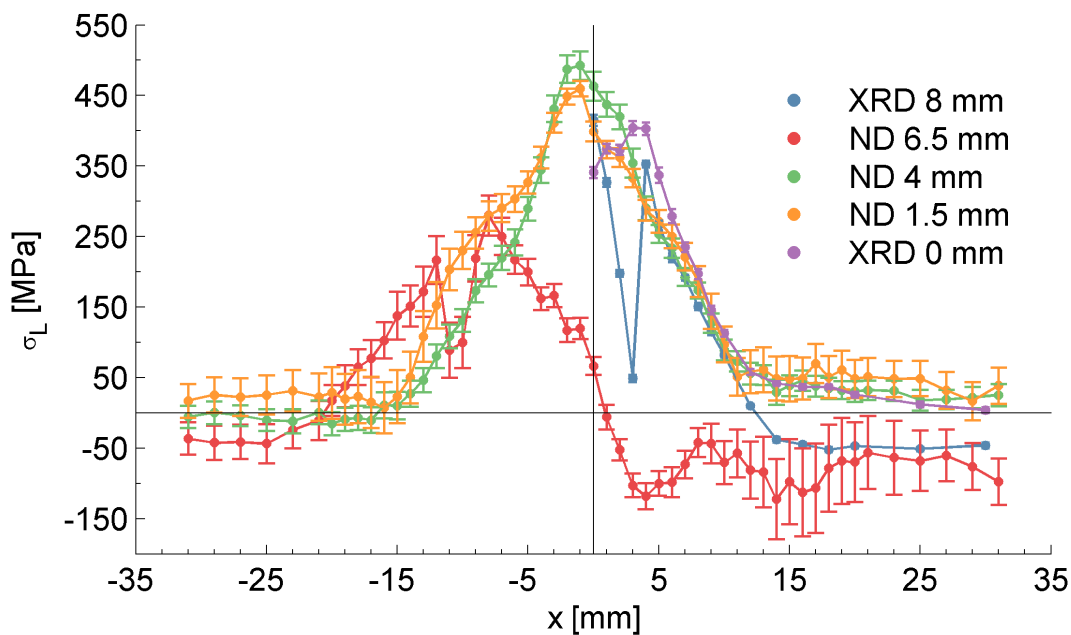
Obrázek C.1: Průběhy zbytkových napětí určené pomocí neutronové difrakce pro desku o tloušťce 8 mm v hloubce 1,5 mm.



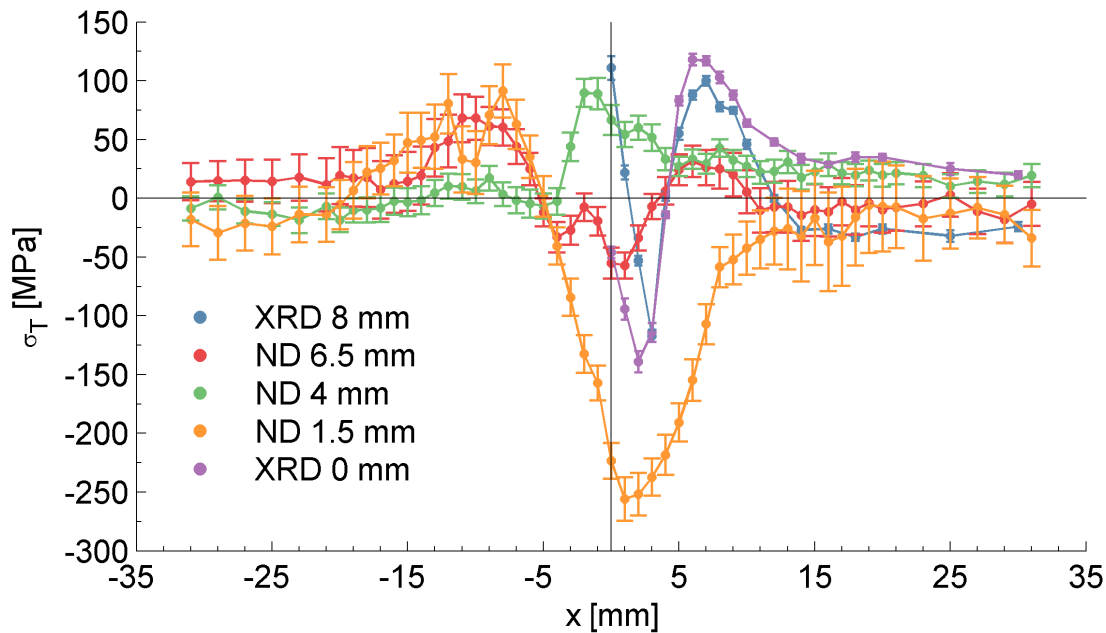
Obrázek C.2: Průběhy zbytkových napětí určené pomocí neutronové difrakce pro desku o tloušťce 8 mm v hloubce 4 mm.



Obrázek C.3: Průběhy zbytkových napětí určené pomocí neutronové difrakce pro desku o tloušťce 8 mm v hloubce 6,5 mm.



Obrázek C.4: Závislost podélných zbytkových napětí σ_L na vzdálenosti x od osy svaru pro různé hloubky měření, viz Obrázek 5.21.



Obrázek C.5: Závislost příčných zbytkových napětí σ_T na vzdálenosti x od osy svaru pro různé hloubky měření, viz Obrázek 5.21.