

**ČESKÉ VYSOKÉ  
UČENÍ TECHNICKÉ  
V PRAZE**

**FAKULTA  
STROJNÍ**



**DIPLOMOVÁ  
PRÁCE**

**2019**

**VOJTĚCH  
SMOLA**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

VAZBA MEZI ZKŘEHNUTÍM OCELE HR3C A MIKROSTRUKTURNÍMI  
ZMĚNAMI ZPŮSOBENÝMI TEPLOTNÍ EXPOZICÍ

RELATION BETWEEN EMBRITTLEMENT AND MICROSTRUCTURE  
CHANGES IN STEEL HR3C CAUSED BY HEAT EXPOSITION

AUTOR: BC. VOJTĚCH SMOLA

STUDIJNÍ PROGRAM: VÝROBNÍ A MATERIÁLOVÝ INŽENÝRSTVÍ

VEDOUCÍ PRÁCE: ING. JAKUB HORVÁTH, PH.D., IWE

PRAHA 2019

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:	<b>Smola</b>	Jméno: <b>Vojtěch</b>	Osobní číslo: <b>437738</b>
Fakulta/ústav:	<b>Fakulta strojní</b>		
Zadávací katedra/ústav:	<b>Ústav materiálového inženýrství</b>		
Studijní program:	<b>Strojní inženýrství</b>		
Studijní obor:	<b>Výrobní a materiálové inženýrství</b>		

## II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

**Vazba mezi zkřehnutím ocele HR3C a mikrostrukturními změnami způsobenými teplotní expozicí**

Název diplomové práce anglicky:

**Relation between embrittlement and microstructure changes in steel HR3C caused by heat exposition**

Pokyny pro vypracování:

1. Provedení literární rešerše k tématu
2. Ověření precipitace křehkých částic v degradovaném materiálu HR3C
3. Příprava a provedení mechanického zkoušení pro základní i degradovaný materiál HR3C
4. Mikrostrukturní hodnocení se zaměřením na lomové plochy vzorků z mechanického zkoušení
5. Zhodnocení výsledků a praktická doporučení

Seznam doporučené literatury:

[1] ABE, Fujito, Torsten-Ulf KERN a R VISWANATHAN. Creep-resistant steels. England: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2008. ISBN 978-1-84569-178-3.  
[2] HSIEH, Chih-Chun a Weite WU. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. ISRN Metallurgy. 2012, (vol. 2012): 16p.  
[3] Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants: Proceedings from the Eighth International Conference. ASM International, 2016. ISBN 978-1-62708-131-3.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

**Ing. Jakub Horváth, Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS**

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

\_\_\_\_\_

Datum zadání diplomové práce: **01.04.2019** Termín odevzdání diplomové práce: **31.05.2019**

Platnost zadání diplomové práce: \_\_\_\_\_

 Ing. Jakub Horváth, Ph.D. podpis vedoucí(ho) práce	 prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc. podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	 prof. Ing. Michael Valášek, DrSc. podpis děkana(ky)
--	---	---

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použitých literatur, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

17. 4. 2019 Datum převzetí zadání

Smola Podpis studenta

## Čestné prohlášení

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

V Praze dne:.....

.....

Podpis

## **Anotace:**

Tato práce se zabývá precipitací křehké sigma fáze a jejím vlivem na zkřehnutí žárovevné austenitické oceli HR3C. Použité experimentální materiály byly základní materiál (dodaný stav) a izotermicky exponované materiály při teplotě 675 °C. Expoziční doby byly 15 000 a 30 000 h. Změny mikrostruktury byly dokumentovány pomocí optické světelné mikroskopie. Bylo provedeno mechanické zkoušení. Následně byla precipitace sigma fáze potvrzena a kvantifikována pomocí skenovací elektronové mikroskopie.

## **Klíčová slova:**

Zkřehnutí ocele, HR3C, žárovevná austenitická ocel, sigma fáze

## **Annotation:**

This thesis deals with the precipitation of brittle sigma phase and its influence on embrittlement of heat resistant austenitic steel HR3C. Used experimental materials were basic material (as-received) and isothermally exposed materials at 675 °C. Exposition times were 15 000 and 30 000 h. The changes of microstructure were documented by using optical light microscopy. Mechanical testing was performed. Afterwards the sigma phase was confirmed and quantificated by using scanning electron microscopy.

## **Keywords:**

Embrittlement of steel, HR3C, heat resistant austenitic steel, sigma phase

## **Poděkování**

Rád bych chtěl poděkovat mé rodině a přátelům za podporu a trpělivost po celou dobu mého studia. Za příkladné vedení diplomové práce a cenné rady děkuji panu Ing. Jakubu Horváthovi, Ph.D., IWE.

# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod.....</b>	<b>9</b>
1.1	Motivace práce .....	10
1.2	Cíle diplomové práce .....	10
<b>2</b>	<b>Teoretická část .....</b>	<b>11</b>
2.1	Austenitická žárovevná ocel HR3C.....	11
2.1.1	Aplikace HR3C.....	11
2.1.2	Chemické složení HR3C .....	12
2.1.3	Mechanické a korozní vlastnosti HR3C.....	14
2.1.4	Vliv teplotní expozice na mechanické vlastnosti oceli HR3C.....	16
2.2	Sigma fáze.....	18
2.2.1	Vznik sigma fáze.....	21
2.2.2	Složení sigma fáze .....	25
2.2.3	Dopad precipitace sigma fáze v žárovevných ocelích .....	25
2.2.3.1.	Dopad precipitace sigma fáze na ocel HR3C.....	25
2.3	Lomový proces .....	26
2.3.1	Mechanismy lomu .....	26
2.3.2	Dopad karbidových částic na iniciaci a šíření trhlin .....	28
2.4	Aplikovaná mikroskopie .....	32
2.4.1	Optická světelná mikroskopie.....	32
2.4.2	Skenovací elektronová mikroskopie.....	33
<b>3</b>	<b>Metodická část .....</b>	<b>36</b>
3.1	Příprava experimentálních vzorků .....	36
3.1.1	Řezání.....	36
3.1.2	Lisování.....	37
3.1.3	Broušení a leštění.....	37
3.1.4	Leptání .....	37
3.2	Zkoumání strukturních změn.....	38
3.2.1	Optická světelná mikroskopie.....	38
3.2.2	Skenovací elektronová mikroskopie.....	38
3.3	Zkoušky mechanických vlastností.....	39
3.3.1	Zkouška rázem v ohybu.....	39
3.3.2	Zkouška tvrdosti dle Vickerse.....	39



3.3.3	Zkouška tahem.....	40
<b>4</b>	<b>Praktická část.....</b>	<b>41</b>
4.1	Ověření precipitace sigma fáze .....	41
4.1.1	Změna mikrostruktury oceli HR3C vlivem expozice.....	41
4.1.2	Identifikace sigma fáze .....	43
4.1.3	Kvantifikace sigma fáze.....	46
4.2	Zkoušení mechanických vlastností .....	48
4.2.1	Zkouška rázem v ohybu.....	48
4.2.2	Zkouška tahem.....	52
4.2.3	Zkouška tvrdosti podle Vickerse .....	55
<b>5</b>	<b>Diskuze.....</b>	<b>56</b>
5.1	Precipitace sigma fáze v oceli HR3C .....	56
5.2	Vliv precipitace na mechanické vlastnosti .....	57
<b>6</b>	<b>Závěr.....</b>	<b>59</b>
6.1	Dosažení cílů práce .....	59
6.2	Praktická doporučení .....	60
6.3	Doporučení pro budoucí práci.....	60
<b>7</b>	<b>Literatura .....</b>	<b>61</b>
	Seznam zkratk.....	65
	Seznam tabulek .....	67
	Seznam obrázků .....	68
	Přílohy .....	70

# 1 Úvod

Dostatek energie je jedním z hlavních zdrojů všeobecného blahobytu a životní úrovně v každé zemi. Celosvětový problém rostoucí populace a snaha o zlepšení životních podmínek jsou podmíněny industrializací, pro kterou je klíčová dostupnost elektřiny. [1]

Současná energetika řeší dva zásadní globální problémy: přístup k energetickým zdrojům a negativní vliv emisí na změny klimatu na Zemi. Perspektivní se jeví především jaderná energetika, která neprodukuje prakticky žádné skleníkové plyny a významně přispívá ke snížení globálních emisí těchto plynů do ovzduší. Výzkum na jadernou fúzi ovšem může trvat dalších dvacet let, než dosáhne průmyslového významu. Je všeobecně známo, že v nadcházejících desetiletích budou fosilní paliva, zejména uhlí, převládajícím zdrojem elektrické energie. [1; 2; 3]

Tepelné elektrárny produkují obrovské množství škodlivých emisí a současně fosilní paliva nepatří k obnovitelným zdrojům energie. Dvojím přehříváním páry, regeneračním ohřevem napájecí vody a intenzifikací parametrů páry lze zvýšit tepelnou účinnost elektráren, čímž se částečně sníží produkovaný objem emisí v atmosféře a šetří se zásoby neobnovitelných zdrojů. Nicméně za zvýšené teploty a tlaku dochází k degradačnímu procesu tečení porušující integritu materiálu dané součásti, což vede k nárůstu požadavků na materiál. [4; 5]

S cílem získat dostatečnou odolnost proti tečení a korozi, byly vyvinuty austenitické žárovečné oceli s obsahem chromu 20% a více, jako je například HR3C, NF709, 800HT nebo SAVE25. Tyto oceli jsou sice vysoce odolné proti degradačnímu procesu tečení, nicméně při dlouhodobé teplotní expozici dochází k precipitaci sekundárních fází, které způsobují zkřehnutí oceli.

## 1.1 Motivace práce

Intenzifikací provozních parametrů teploty a tlaku páry je zapříčiněn nárůst tepelných a napěťových složek působících na materiál, což může vést nejen k extrémnímu zrychlení procesu tečení, ale i k precipitaci částic degradujících materiálové vlastnosti.

Austenitické žárovečné oceli mohou být precipitačně nebo disperzně zpevněny, přičemž jemné nano precipitáty by měly vést v matici ke zvýšení pevnosti při tečení. Nicméně při teplotní expozici do 700 °C může být podporována precipitace sekundárních fází, pokud je stárnutí dlouhodobějšího charakteru, mohou vznikat tyto typy sekundárních fází: sigma fáze, Z-fáze a Lavesovy fáze. [6]

K precipitaci sigma fáze také dochází v žárovečné austenitické oceli HR3C, experimentálním materiálu této diplomové práce, která disponuje vynikající odolností proti tečení a korozi. Přítomnost sigma fáze výrazně snižuje houževnatost ocele, respektive je příčinou zkřehnutí oceli, což je vážný problém pro její bezpečné provozování na teplosměnných plochách uhelných elektráren.

## 1.2 Cíle diplomové práce

Diplomová práce se zabývá vazbou mezi zkřehnutím ocele HR3C a mikrostrukturními změnami způsobenými teplotní expozicí, k popsání této vazby byly stanoveny následující cíle:

- Popsat změny mikrostruktury oceli HR3C vlivem teplotní expozice,
- identifikovat a kvantifikovat sigma fázi,
- provést zkoušení mechanických vlastností.

## 2 Teoretická část

### 2.1 Austenitická žárovevná ocel HR3C

Vybraný materiál pro tuto diplomovou práci je 25Cr-20Ni-Nb-N, jedná se o ocel známou jako HR3C.

#### 2.1.1 Aplikace HR3C

Vysoce pevná austenitická žárovevná ocel HR3C získává uplatnění především v přehřívacích zařízeních elektráren, která jsou vystavována vysokým teplotám.

HR3C je používána například na vysoce výkonné ohřívače, výměníky tepla a potrubí nejnovějších USC kotlů po celém světě. Tyto prvky vyžadují vysokou pevnost při tečení, tepelnou únavovou pevnost, svařitelnost a odolnost proti korozi.

Doporučené typy aplikací žárovevných austenitických a niklových slitin pro vysokovýkonné USC kotle s danými teplotními rozsahy jsou znázorněny v tabulce 1. Austenitická ocel HR3C se používá pro trubky přehříváků a přihříváků v teplotním intervalu 620-680 °C. [1]

Tabulka 1 – Doporučené slitiny pro vysokovýkonné USC kotle (upraveno z [1])

Označení	Jmenovité složení	Značení ASME	Doporučená aplikace	Doporučená teplota aplikace (kov)/°C	
Austenitické oceli (18% Cr)	347HFG	18Cr-10Ni-Nb	2159	T	620-660
	Super304H	18Cr-8Ni-Cu-Nb-N	2328	T	
	XA704	18Cr-9Ni-W-V-Nb	2475	T	
	Temp. AA-1	18Cr-10Ni-Nb-Ti	2512	T	
Austenitické oceli (20-25% Cr)	HR3C	25Cr-20Ni-Nb-N	2115	T	620-680
	NF709	20Cr-25Ni-Nb-Ti-N	2581	T	
	Temp. A-3	22Cr-15Ni-N6-N	-	T	
	800HT	21Cr-32Ni-Al-Ti	1325	T	
	SAVE25	23Cr-18Ni-W-Cu-Nb-N	-	T	
	Sanicro25	23Cr-18.5Ni-W-Cu-Nb-N	-	T	
	HR120	25Cr-42Ni-N	-	T	
	HR6W	23Cr-43Ni-6W-Nb-Ti	-	P.T	
Niklové slitiny	Haynes230	22Cr-5Co-3Fe-14W-2Mo-La	2063	P.T	680-770
	Inco617	22Cr-13Co-9Mo-Al-Ti	1956	P.T	
	Inco625	22Cr-5Fe-9Mo-Nb-Al-Ti	1409	P.T	
	Inco740	25Cr-20Co-Mo-Nb-Al-Ti	-	P.T	
	45TM	27Cr-23Fe-2.75Si	2188	P.T	

T: Přehřívákové/přihřívákové trubky

P: potrubí

## 2.1.2 Chemické složení HR3C

Ocel HR3C byla vyvinuta z oceli TP310 přidáním niobu a dusíku za účelem zvýšení pevnosti při tečení za zvýšených kritických teplot. Mikrostruktura oceli je složena z austenitické matrice zpevněné karbidem  $M_{23}C_6$  převážně podél hranic zrn a jemně rozptýleného nitridu NbCrN v matici. [1]

V tabulce 2 je zobrazeno normalizované chemické složení oceli HR3C, jejíž vzorky byly dodány od výrobce *Sumitomo Metal Industries*.

Tabulka 2 – Normalizovaný rozsah chemického složení oceli HR3C [7]

[%]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Nb	N
MIN.	-	-	-	-	-	23,00	17,00	0,20	0,15
MAX.	0,10	1,50	2,00	0,03	0,03	27,00	23,00	0,60	0,35

Přesné chemické složení vzorků oceli HR3C obdržené od výrobce, které odpovídá normovanému rozsahu, je zobrazeno v tabulce 3. Jedná se o tavbu pod kódem F12A076. Tepelné zpracování bylo voleno dvojnásobným ohřevem na teplotu 1250 °C s následným ochlazením ve vodě. [7]

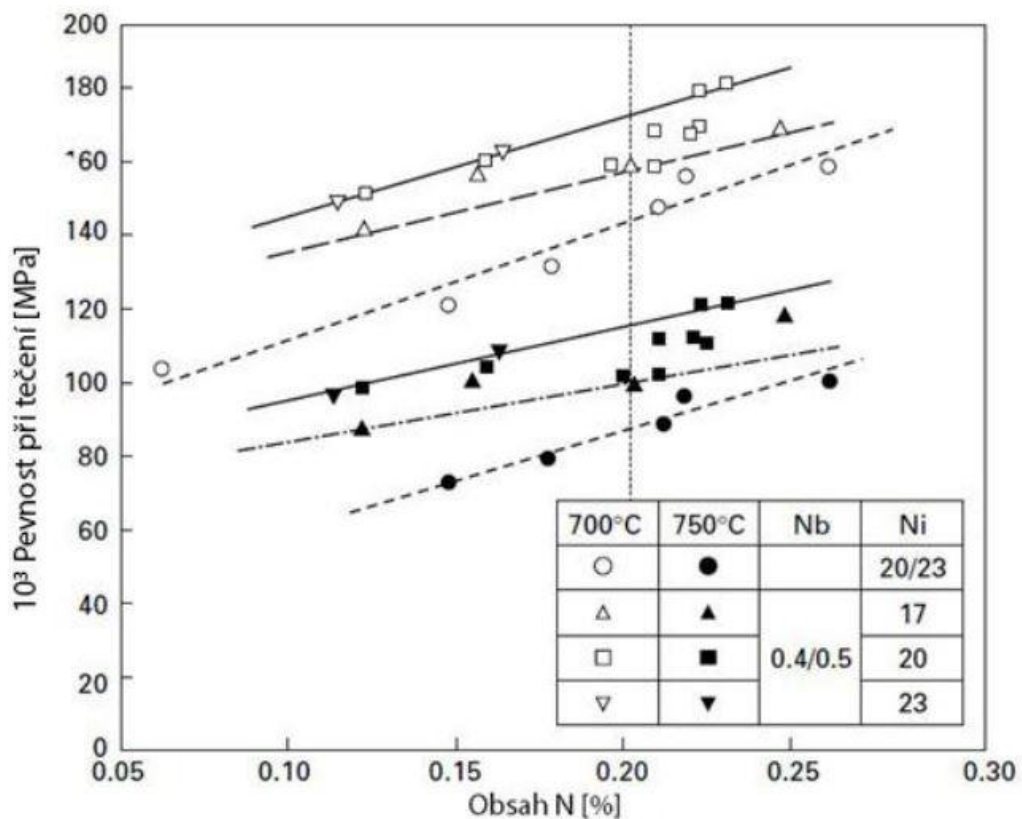
Tabulka 3 – Chemické složení oceli HR3C dodané *Sumitomo Metal Industries* [7]

[%]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Nb	N
F12A076	0,06	0,38	1,18	0,015	-	24,8	19,85	0,43	0,25

Vysoké žárovevnosti je dosaženo u austenitických ocelí přidáním legujících prvků Mo, Nb, Ti, V, W, N, B nebo Co. [8]

V austenitických ocelích chrom a niob zhoršují tvařitelnost za tepla a nad 500 °C se rozpadají na karbidy chromu  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  a křehkou fázi sigma, která je snadněji vylučována z delta feritu o výrazně vyšším obsahu chromu než z austenitu. Karbidy  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  současně obohacují austenit o chrom, čímž je také podporováno vylučování sigma fáze. Tento proces sice výrazně neovlivní odolnost proti tečení, ale při dlouhodobém působení teploty a napětí, může její nadměrné množství snížit užité vlastnosti oceli. [8]

Dalším významným legujícím prvkem austenitických ocelí je dusík, který je stabilizátorem austenitické struktury a současně pomocí precipitace nitridů zlepšuje žárovevnost blokáci pokluzu hranic zrn. Na obrázku 1 je zobrazen vliv obsahu dusíku na pevnost při tečení v oceli HR3C s měnícím se obsahem niobu a niklu. Je patrné, že dusík působí v oceli jako zpevňující prvek při tečení, jehož největší zpevnění bylo dosaženo kombinací 0,4% Nb a 20% Ni. [1]



Obrázek 1 – Závislost pevnosti při tečení na obsahu dusíku, niobu a niklu v oceli HR3C (upraveno z [1])

Zpevňujícího efektu při tečení austenitických ocelí lze také dosáhnout pomocí uhlíku, jehož příměsí můžeme získat intersticiální tuhý roztok, ve kterém se atomy uhlíku ukládají do mezer krystalografické mřížky základního kovu, nebo precipitací sekundárních fází karbidů. [8]

### 2.1.3 Mechanické a korozní vlastnosti HR3C

Jak již bylo zmíněno, tato diplomová práce je zaměřena na vzorky od výrobce slitiny HR3C *Sumimoto Metal Industries*. Ocel HR3C byla dodána v podobě bezešvých trubek o šířce 38 mm, tloušťce 6,3 mm a délce 4500 až 5500 mm.

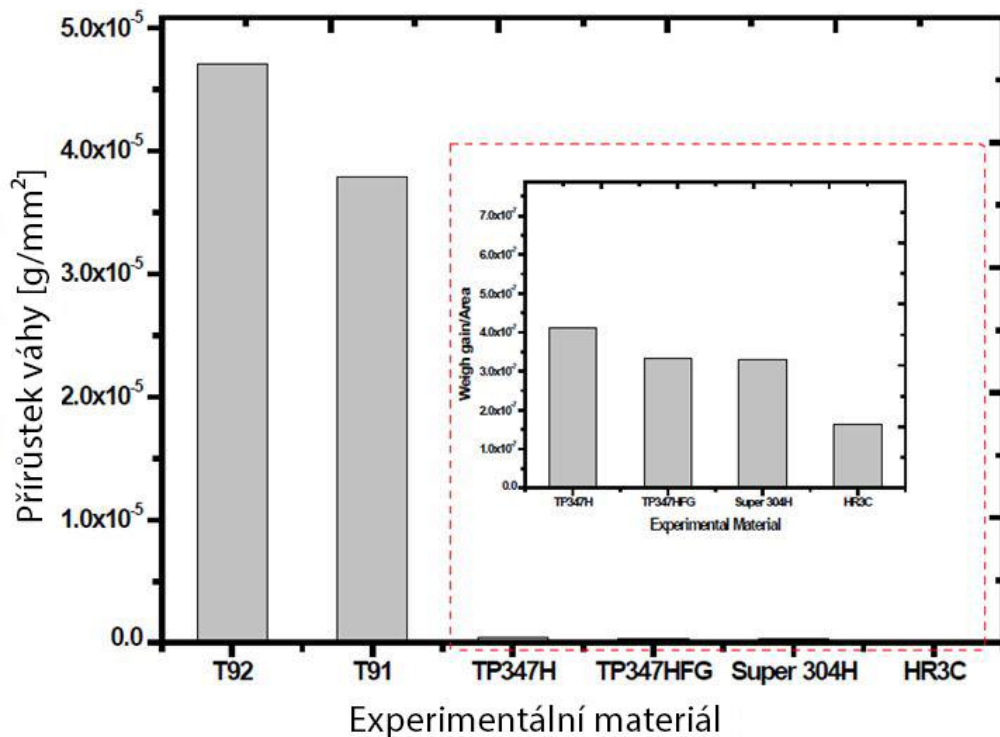
Výrobce je uvedena zkouška tahem při pokojové teplotě 20 °C a teplotě 600 °C, ze které byla stanovena mez kluzu, pevnost v tahu a tažnost. Hodnoty mechanických vlastností jsou uvedeny v tabulce 4. Současně je uvedena absorbovaná energie 35 J, která byla dosažena ze zkoušky rázem v ohybu na zkušebních tělesech s V vrubem. [7]

Tabulka 4 – Mechanické vlastnosti z tahové zkoušky při 20 °C a 600 °C [7]

Teplota měření	Mez kluzu [MPa]	Pevnost v tahu [MPa]	Tažnost [%]
20 °C	438	765	44
600 °C	245	552	46

Ocel HR3C disponuje vynikající odolností proti korozi v prostředí páry a relativně dobrou pevností při tečení, kterou má při teplotě 650 °C dokonce o 45% větší než ocel TP347H. [9]

Na obrázku 2 jsou znázorněny hmotnostní rozdíly žárovevných ocelí po 12 h v prostředí páry za teploty 650 °C způsobené nárůstem oxidických vrstev v oxidačním prostředí. U martenzitických žárovevných ocelí (T92 a T91) byl naměřen výrazně vyšší hmotnostní přírůstek než u austenitických ocelí. Nejmenší hmotnostní rozdíl byl zaznamenán u austenitické oceli HR3C, která disponuje vynikající odolností proti parní korozi. [10]



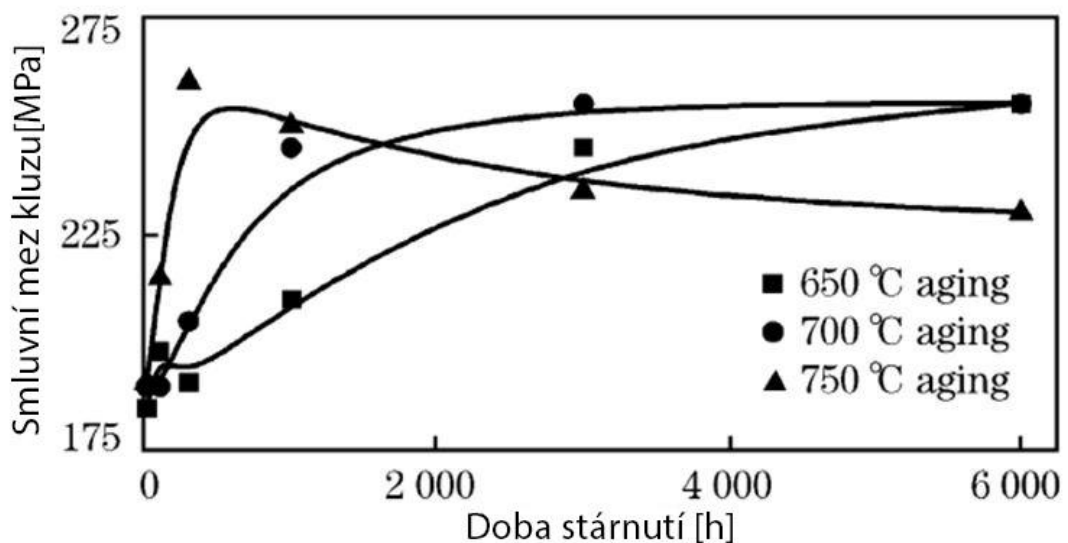
Obrázek 2 – Přírůstek váhy žárovevných ocelí v prostředí páry při 650 °C po dobu 12 h (upraveno z [10])



### 2.1.4 Vliv teplotní expozice na mechanické vlastnosti oceli HR3C

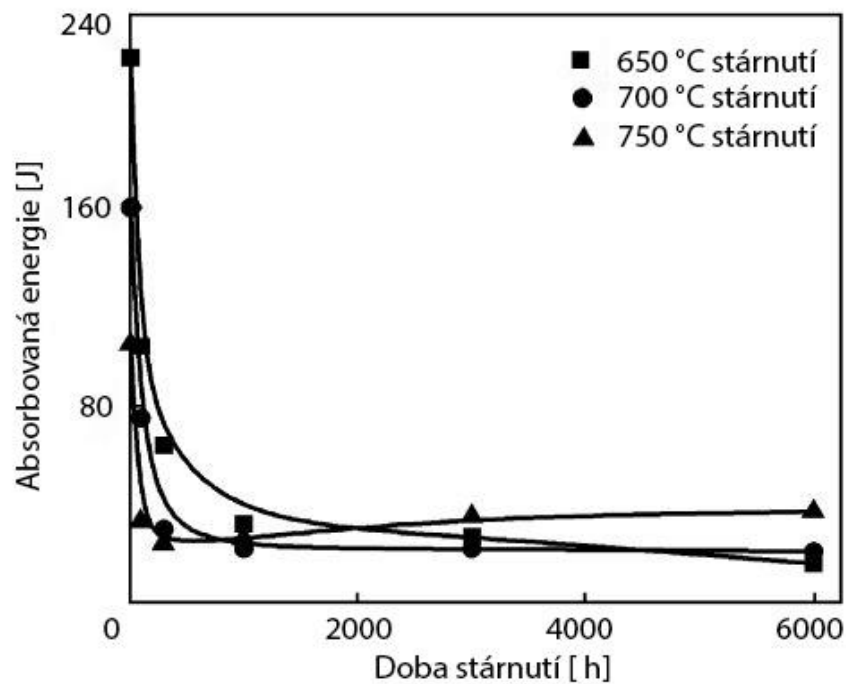
Touto tematikou se zabýval publikovaný výzkum v roce 2014 článkem *Microstructure Evolution and Mechanical Properties of HR3C Steel during Long-term Aging at High Temperature* v mezinárodním časopise *Journal of Iron and Steel Research*.

Krátkodobé zkoušky tahem byly provedeny při teplotě 700 °C, pro tři teplotní stupně stárnutí 650, 700 a 750 °C, jak je uvedeno na obrázku 3. Rozdíl mezi kluzu byl v prvních 10 h zanedbatelný. Subíhající dobou stárnutí při teplotě 750 °C se mez kluzu rapidně zvyšovala až na 260 MPa při 300 h a následně začala klesat. Pro stárnutí za teploty 700 °C se mez kluzu v časovém rozmezí od 10 do 1 000 h zvýšila ze 190 na 245 MPa, následně došlo k mírnému navýšení a ustálení meze kluzu zhruba na 255 MPa po 3 000 h. Stárnutí za teploty 650 °C vykazovalo mírnější nárůst meze kluzu od 10 h do 6 000 h, kdy se hodnota meze kluzu zastavila na 255 MPa. [11]



Obrázek 3 - Závislost meze kluzu na době stárnutí (upraveno z [11])

Během prvních 300 h stárnutí došlo k výraznému poklesu absorbované energie, jak je patrné z obrázku 4. Při stárnutí o teplotě 750 °C po 300 h došlo k mírnému nárůstu absorbované energie. Příčinou byla precipitace karbidů  $M_{23}C_6$  na hranicích zrn, což se v podstatě odehrálo i při teplotách 650 a 700 °C. [11]

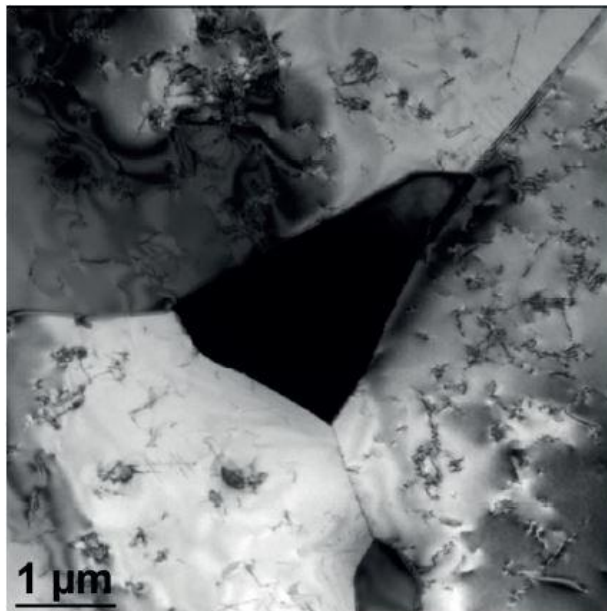


Obrázek 4 – Závislost absorbované energie na době stárnutí oceli HR3C (upraveno z [11])

## 2.2 Sigma fáze

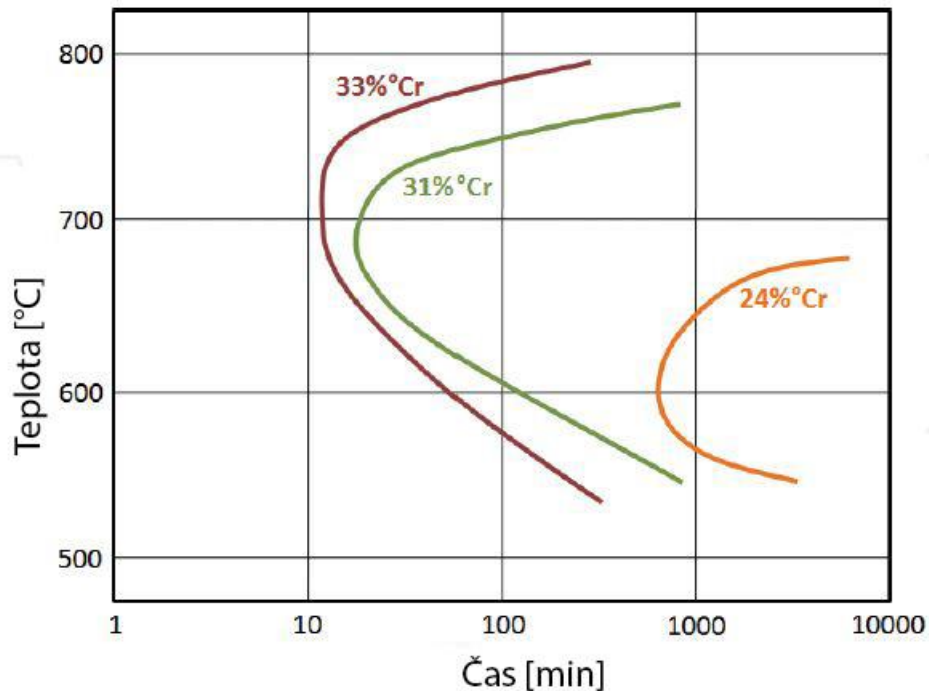
Již v roce 1907, před objevem žárovevných ocelí, se Treitschke a Tamman, kteří studovali Fe-Cr systém, domnívali, že vzniká neznámá sloučenina v ocelích s hmotnostním obsahem 30-50 % chromu. V roce 1927 Bain a Griffiths našli v systému Fe-Cr-Ni tvrdou a křehkou fázi, kterou v roce 1936 Jett a Foote pojmenovali sigma fází, jejíž krystalografická struktura byla detailně popsána Bergmannem a Shoemakerem v roce 1951. V korozi-vzdorných austenitických ocelích byla sigma fáze pozorována Hattersleyem, Hume-Rotherem a Hallem v roce 1966. Momentálně je sigma fáze jednou z nejvíce studovaných a nežádoucích intermetalických fází, které jsou nalézány v žárovevných austenitických ocelích. [12; 13]

K precipitaci sekundární sigma fáze dochází teplotní expozicí v binárních, terciárních a kvartérních systémech jako jsou Fe-Cr, Fe-Mo, Fe-V, Fe-Mn, Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Mo, Fe-Cr-Mn a Fe-Cr-Ni-Mo. Precipitace probíhá především na hranicích zrn, zejména v místě styku tří hranic zrn (obrázek 5) a na precipitátech delta feritu. [12]



Obrázek 5 – Sigma fáze v místě styku tří hranic zrn v oceli T321H [14]

Jak již bylo zmíněno, precipitace sigma fáze probíhá intenzivně v oblastech obsahující delta ferit. Proto chrom a další feritotvorné prvky, jako například niob, molybden a křemík, významně podporují tvorbu sigma fáze. Vliv obsahu chromu ve slitině na precipitaci sigma fáze je znázorněn na obrázku 6, na kterém lze vidět, že s rostoucím obsahem chromu dochází k rychlejšímu začátku precipitace s větším rozsahem teplot.



Obrázek 6 – Vliv obsahu chromu na začátek a teplotu precipitace sigma fáze (upraveno z [14])

Naopak brzdícího efektu precipitace je sledováno u uhlíku, dusíku a bóru, u kterých je sigma fáze nerozpustná, což razantně zpomaluje kinetiku tvorby vzhledem ke karbidům a nitridům. Obtížná nukleace sigma fáze přímo v austenitickém zrnu je způsobena nekoherentními mřížkami a nízkou difuzivitou uhlíku a dusíku. Dalšími prvky zpomalující precipitaci sigma fáze jsou nikl, kobalt a hliník. [10; 12]

Chemické složení materiálu bývá používáno k predikci precipitace sigma fáze. Jedním z možných predikčních vzorců je empirický vztah (1):

$$\text{Poměrový faktor} = \frac{\%Cr - 16\%C}{\%Ni} \quad (1)$$

Pokud je hodnota poměrového faktoru u korozivzdorných ocelí je větší než 1,7, dochází pravděpodobně k precipitaci křehké sigma fáze. Zde si lze všimnout, čím nižší je obsah uhlíku, tím je nižší tendence precipitace této fáze. [13]

Dalším publikovaným vztahem je vzorec (2):

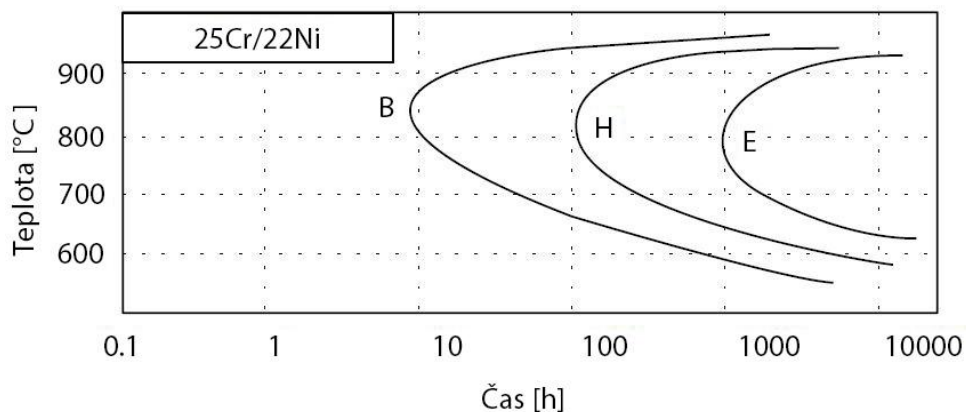
$$N_v = 0,66Ni + 1,71Co + 2,66Fe + 4,66(Cr + Mo + W) + 5,66V + 6,66Zr + 10,66Cb \quad (2)$$

Kritická hodnota je rovna 2,52. V případě, že výsledná hodnota přesáhne tuto hranici, měla by začít precipitace sigma fáze. [13]

### 2.2.1 Vznik sigma fáze

Mezi nejčastější procesy, při nichž dochází k precipitaci sigma fáze, patří odlévání, válcování, kování, svařování nebo stárnutí, především u korozivzdorných ocelí s obsahem chromu nad 20%. Precipitační teploty se nachází v rozsahu 600 °C až 1 000 °C.

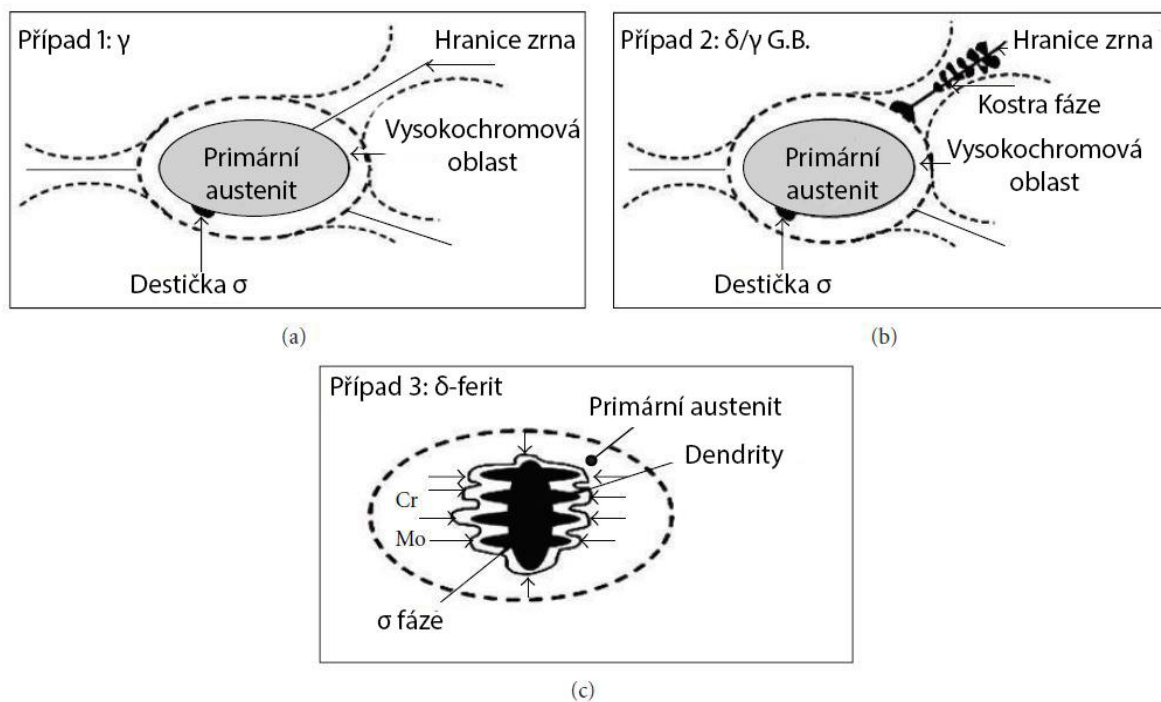
Tato diplomová práce se zabývá austenitickou žárovečnou ocelí HR3C, která byla teplotně exponovaná při 675 °C a odpovídá systému 25Cr/22Ni, jehož precipitační diagram je uveden na obrázku 7. Jednotlivé křivky ohraničují takto označené oblasti: *B* – oblast iniciace precipitace, *H* – mezistupňovou oblast a *E* – oblast konečného stupně precipitace. Z diagramu pro experimentální ocel lze určit iniciaci sigma již okolo 100 h, což je řádově nižší doba než doporučená životnost komponent. [13]



Obrázek 7 – Precipitační diagram sigma fáze pro systém 25Cr/22Ni (upraveno z [13])

Sigma fáze vzniká při fázové transformaci z delta ( $\delta$ ) feritu, což je oblast bohatá na chrom a má prostorově středěnou strukturu. Během fázové transformace dochází k precipitaci sigma fáze v silně chromem koncentrovaných oblastech a tvoří se přímo ve feritových částicích. Pokud v korozivzdorné oceli není k dispozici delta ferit, může dojít k precipitaci sigma fáze z gama ( $\gamma$ ) austenitu. [13]

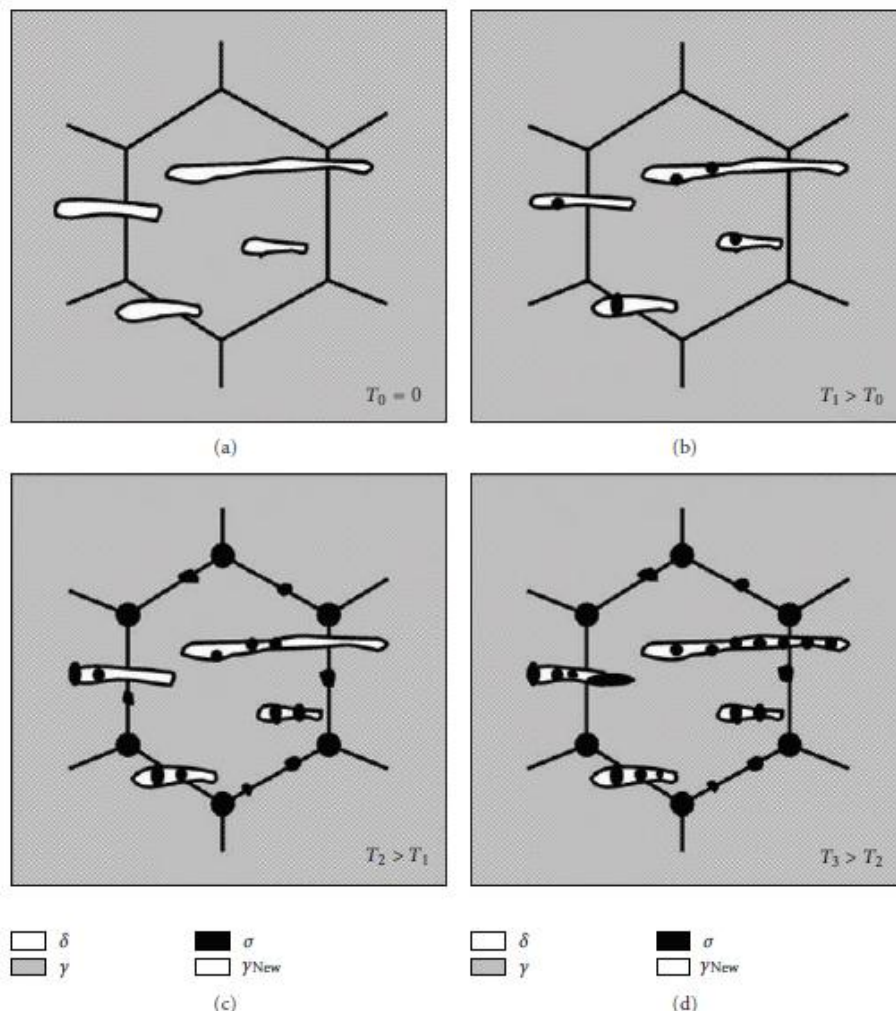
Na obrázku 8 je uveden schematický diagram precipitačního chování sigma fáze. První případ na obrázku 8a interpretuje vznik sigma fáze v gama austenitu, nutností je vysoká teplota stárnutí (nad 1 000 °C). Na obrázku 8b dochází k precipitaci sigma fáze v mezifázové hranici delta feritu a gama austenitu o vysoké hraniční energii. Precipitace v delta feritu, který obsahuje jeho stabilizátory chrom a molybden, je uvedena na obrázku 8c. [13]



Obrázek 8 – Schematický diagram precipitačního chování sigma ( $\sigma$ ) fáze (upraveno z [13])

Přímo v gama austenitu dochází k precipitaci sigma fáze velmi pomalu, precipitáty mohou vznikat stovky až tisíce hodin. Vliv na to má především nerozpustnost uhlíku a dusíku v sigma fázi, primárně dochází k precipitaci karbidů a nitridů, tím je matrice zbavena nerozpustných prvků a začíná se objevovat sigma fáze. Zpomalující efekt je také způsoben nekoherentní krystalovou strukturou mezi sigma fází a gama austenitem. Nukleaci křehké sigma fáze brání i vysoké množství substitučních prvků, jejichž difúze v gama austenitu je velmi pomalá. [13]

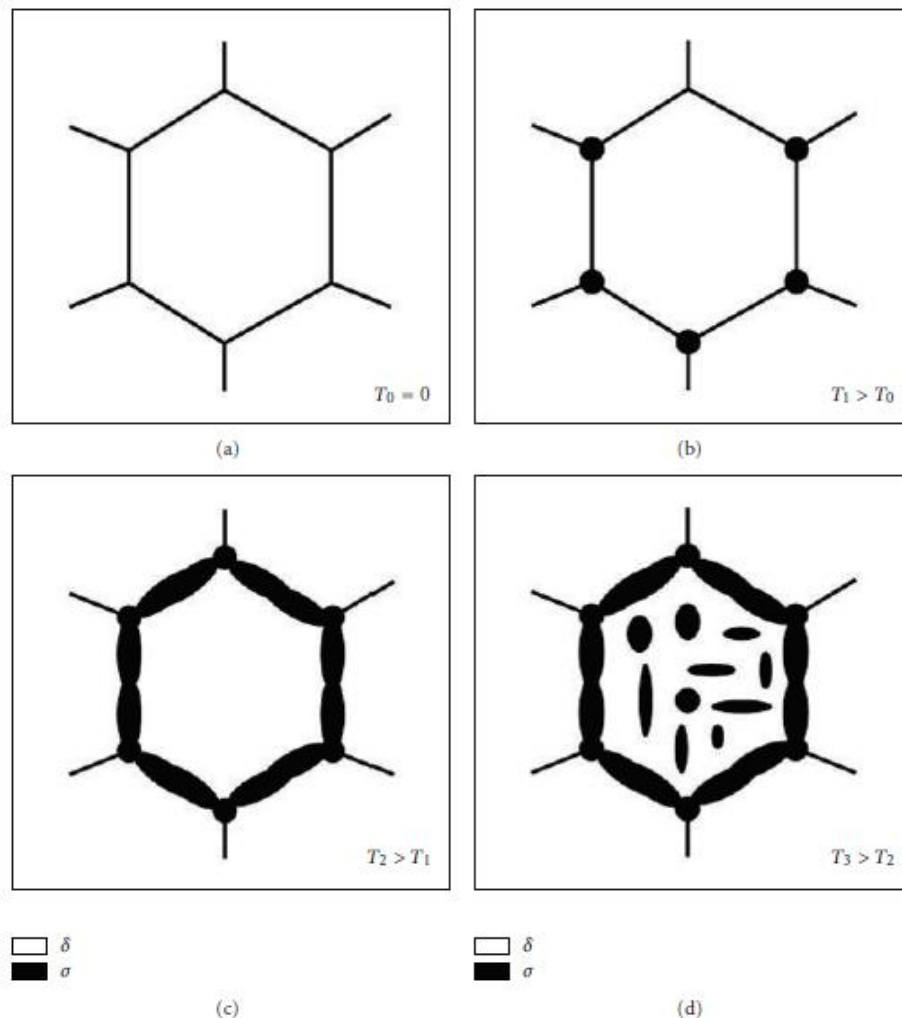
Precipitační mechanismus v austenitické oceli AISI 316L při různých teplotách stárnutí je znázorněn na obrázku 9. Bez ohřevu ( $T_0$ ) dochází k precipitaci delta feritu v rozhraní fází delta feritu a gama austenitu a v oblasti gama austenitu. Při zvýšení teploty na  $T_1$  začíná precipitace sigma a austenitické fáze na částicích delta feritu. Pokud teplota stárnutí dosáhne teploty  $T_2$ , pokračuj precipitace sigma fáze a austenitu na částicích delta feritu, současně vzniká sigma fáze v trojných bodech a mezifázových rozhraních delta feritu a gama austenitu. Při teplotě  $T_3$  je precipitace lamelární sigma fáze a austenitu zřetelnější než při nižších teplotách stárnutí. [13]



Obrázek 9 – Precipitační mechanismus sigma ( $\sigma$ ) fáze v korozivzdorné austenitické oceli AISI 316L [13]



Tato diplomová práce je zaměřena na austenitické oceli, nicméně pro porovnání je na obrázku 10 znázorněn precipitační mechanismus sigma fáze v korozivzdorné feritické oceli DIN 1.4575. Bez ohřevu ( $T_0$ ) ve feritické oceli nedochází k precipitaci sigma fáze, ta začíná vznikat až při teplotě  $T_1$  v trojných bodech na hranicích zrn. Při dosažení teploty  $T_2$  se začíná rozšiřovat sigma fáze kompletně po hranicích zrn delta feritu. V poslední fázi, při dosažení teploty  $T_3$ , se sigma fáze rozšiřuje dovnitř zrn delta feritu. [13]



Obrázek 10 – Precipitační mechanismus sigma ( $\sigma$ ) fáze ve feritické oceli DIN 1.4575 [13]

## 2.2.2 Složení sigma fáze

Sigma fáze disponuje tetragonální krystalickou mřížkou. Informace o parametrech mřížky a chemickém složení sigma fáze jsou uvedeny v tabulce 5. Pro tuto diplomovou práci je důležitý poslední řádek slitiny 25Cr-20Ni, jelikož na této bázi je založena v této diplomové práci zkoumaná ocel HR3C.

Tabulka 5 – Chemické složení a mřížkové parametry sigma fáze (upraveno z [13])

Slitina	Mřížkový parametr	Chemické složení fáze (wt%)				System
Fe-Cr	$a_0 = 8.799, c_0 = 4.544$					Fe-Cr
Fe-Mo	$a_0 = 9.188, c_0 = 4.812$					Fe-Mo
17Cr-11Ni-2Mo-0.4Ti	—	30	4.3	9	0.8	
17Cr-11Ni-0.9Mo-0.5Ti	—	33	4.5	5.4	0.7	
Type 316	$a_0 = 8.28\sim 8.38, c_0 = 4.597\sim 4.599$	55	29	5	11	—
Type 316L	$a_0 = 9.21, c_0 = 4.78$					(FeNi) <sub>x</sub> (CrMo) <sub>y</sub>
20Cr-25-34Ni-6.5-8Mo	$a_0 = 8.87, c_0 = 4.61$	35/37	17/26	15/21	21/28	—
25Cr-20Ni	—	40	46	9.4	—	3

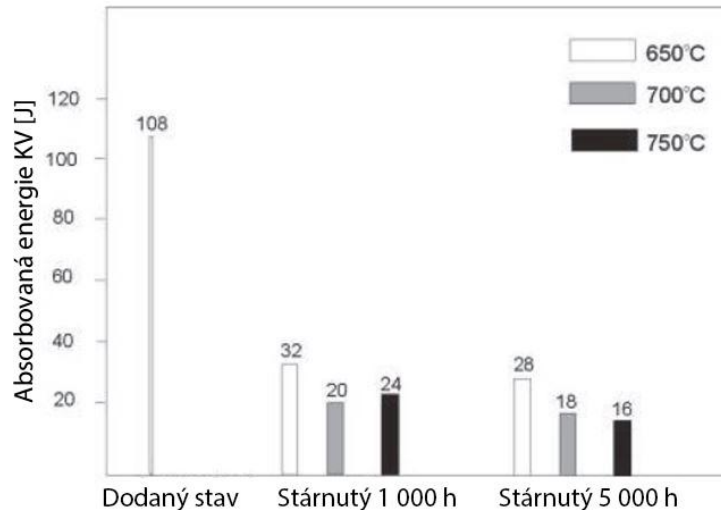
## 2.2.3 Dopad precipitace sigma fáze v žárovečných ocelích

Křehká sigma fáze může vážně zhoršit mechanické vlastnosti oceli (klesá houževnatost) z dvou hlavních důvodů. Prvním důvodem je tvrdost a křehkost sigma fáze, která působí jako bariéra pro pohybující se dislokace, které se tak hromadí na precipitačním rozhraní, což může vést k dekohezi rozhraní a iniciaci trhlin. [15]

Druhým hlavním důvodem je pohlcování zpevňujících prvků jako jsou železo, chrom, molybden nebo wolfram, které vstupují do sigma fáze při její nukleaci nebo růstu. V oblastech redukovaných o chrom dochází k poklesu korozní odolnosti. Následkem může být vznik mezikrystalové, bodové a štěrbinové koroze. [13]

### 2.2.3.1. Dopad precipitace sigma fáze na ocel HR3C

Precipitace sigma fáze má především vliv na pokles houževnatosti a tažnosti oceli. Obrázek 11 porovnává absorbovanou energii základního materiálu s teplotně exponovanými při 650, 700 a 750 °C po dobu 1 000 a 5 000 h. Lze si všimnout výrazného poklesu absorbované energie z důvodu zkřehnutí oceli. [16]



Obrázek 11 – Vliv teploty a doby stárnutí na absorbovanou energii oceli HR3C (upraveno z [16])

## 2.3 Lomový proces

Ke vzniku lomu dochází překročením mezní hodnoty napětí, která vyvolá meziatomové porušení vazeb. Rozdíl mezi lomem a trhlinou je v rozsahu porušení. Při lomu dochází k porušení soudržnosti celého průřezu, naopak při trhlinovém porušení je zasažena pouze část průřezu. [17]

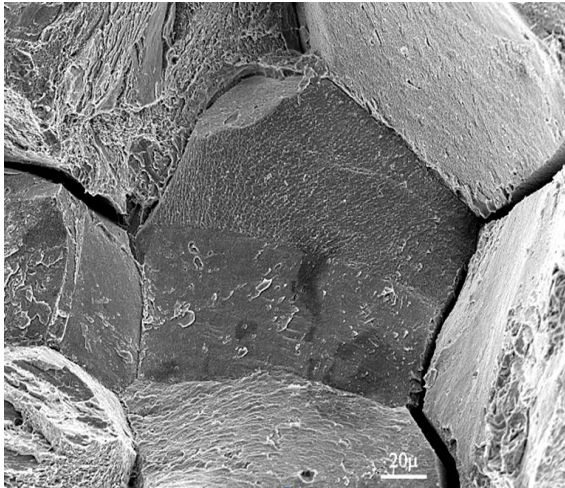
Při klasifikaci lomů jsou využívány dvě hlavní hlediska. Energetické hledisko je založeno na spotřebě energie v průběhu porušování. Druhým hlediskem je mapování strukturních míst v polykrystalickém materiálu, kterými lom prochází. [17]

### 2.3.1 Mechanismy lomu

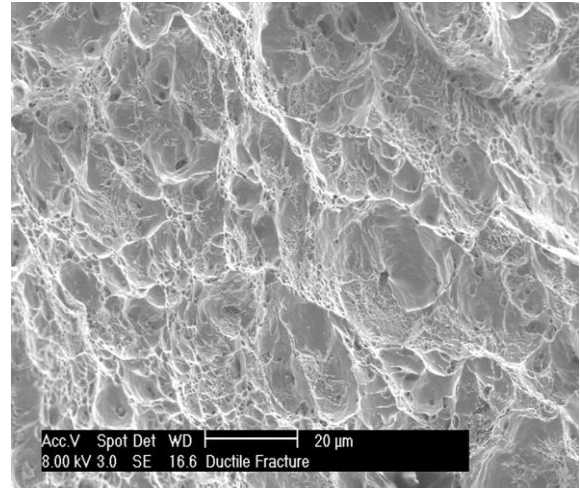
Lomy lze rozdělit na lomy křehké (štěpné), na lomy houževnaté (tvárné) nebo smíšené.

Křehký lom, který je zobrazen na obrázku 12, vzniká bez výraznější plastické deformace odtržením v určité krystalografické rovině působením normálového napětí, k lomovému procesu je využito pouze malé množství energie, jedná se o nízkoenergetický lom. [17]

Předchází-li lomu plastická deformace při současném porušování pomocí skluzového mechanismu způsobeném smykovým napětím, jedná se o houževnatý lom (obrázek 13), pro který je charakteristické vynaložení velkého množství energie. [18]

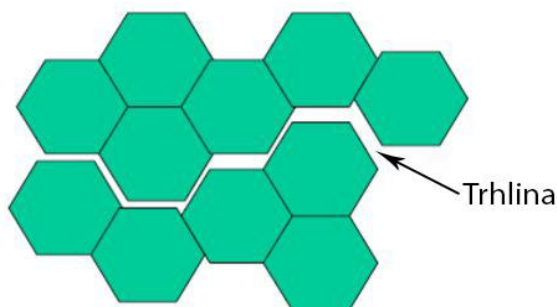


Obrázek 12 – Ukázka křehkého lomu [18]

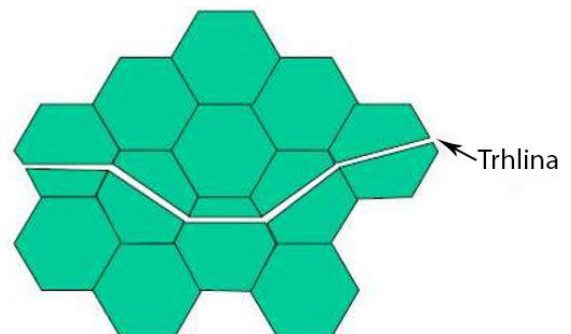


Obrázek 13 – Ukázka houževnatého lomu [18]

Z hlediska lomového šíření lze lomy rozdělit na interkrystalické a transkrystalické. Interkrystalické šíření trhlin, které je znázorněno na obrázku 14, probíhá po hranicích zrn. Typickým znakem tohoto šíření je nízká spotřeba energie. Příčinou vzniku bývá nekoherentní, křehká fáze na hranicích zrn. V případě, že trhlina prochází vnitřkem zrn, jedná se o šíření transkrystalické, které je zobrazeno na obrázku 15, vyznačující se zvýšenou spotřebou energie nutné k porušení vazeb mezi částicemi. [20]



Obrázek 14 – Schéma interkrystalické trhliny (upraveno z [19])



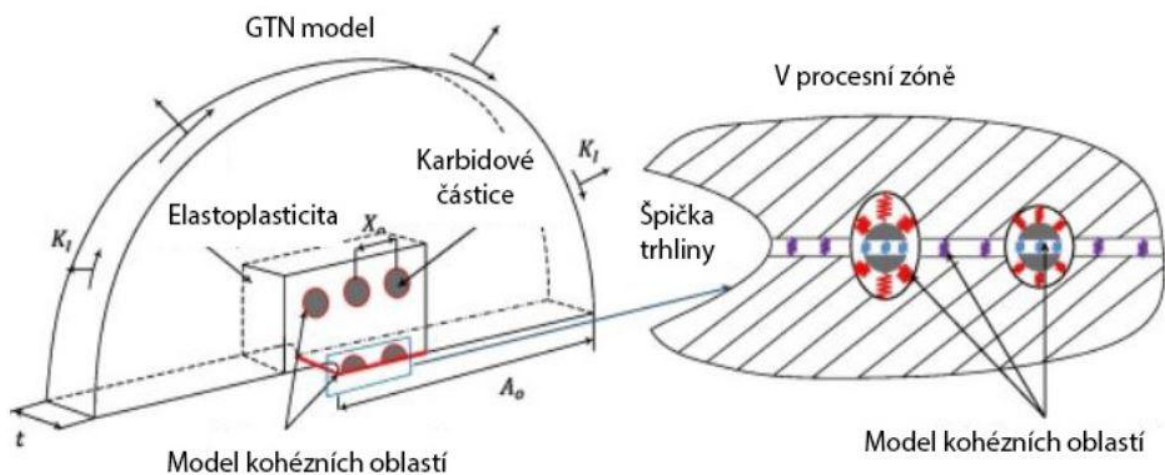
Obrázek 15 – Schéma transkrystalické trhliny (upraveno z [19])

### 2.3.2 Dopad karbidových částic na iniciaci a šíření trhlin

Částice karbidu mají významný vliv na lomové chování ocelí v oblasti houževnatého a křehkého přechodu (DBT), jelikož porušený nebo odlomený karbid bývá iniciátorem trhlin. [21]

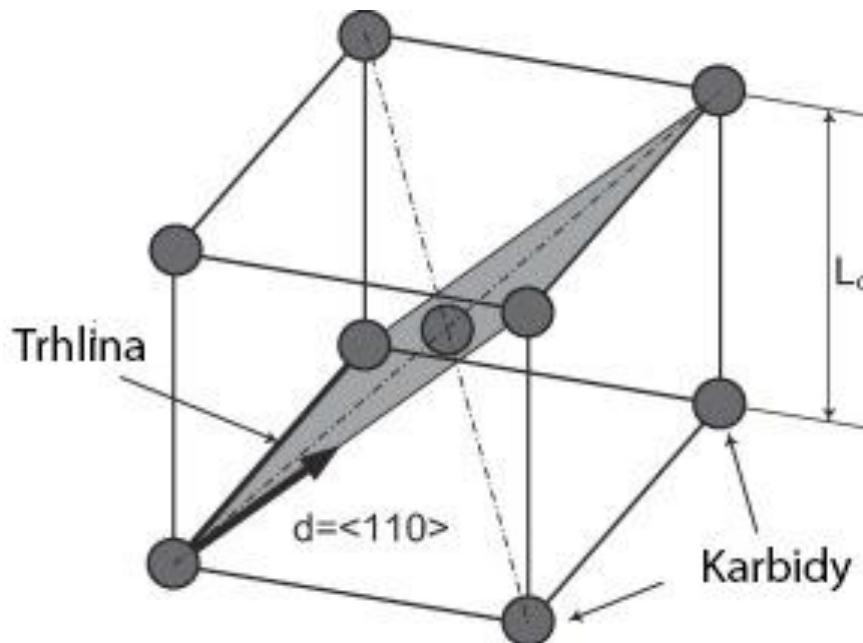
Problematika dopadu karbidových částic na iniciaci a šíření trhlin v austenitických ocelích není v dostupné odborné literatuře prozatím zdokumentována, nicméně podobné ovlivnění chování trhlin karbidy lze předpokládat i v systému s feritickou maticí (karbid-ferit), u které je tento vztah zaznamenán.

V odborném časopise *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* byl v roce 2017 publikován výzkum *Influence of carbide particles on crack initiation and propagation with competing ductile-brittle transition in ferritic steel*. V této studii byl zkoumán vliv karbidové pevnosti a interakce částic karbidu s feritem na lomovou houževnatost feritických ocelí v DBT režimu aplikovaném pomocí mikromechanického a deterministického FEM modelu, který je zobrazen na obrázku 16.



Obrázek 16 – Použitý FE model (upraveno z [21])

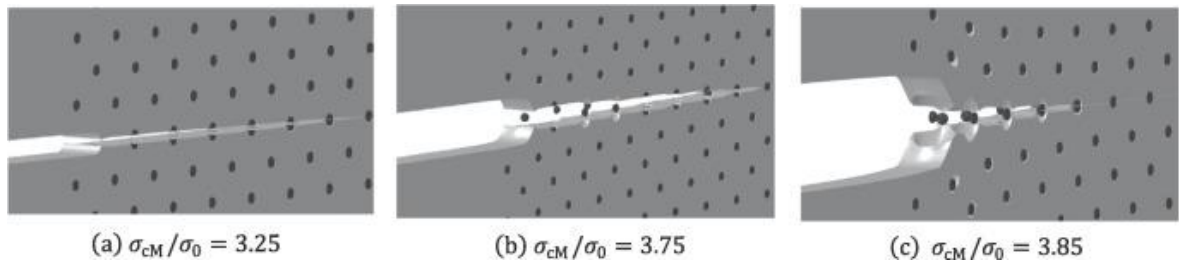
Analyzovaná mikrostruktura je charakteristická svými kulovitými karbidovými částicemi v místě iniciace počáteční makroskopické trhliny. Potenciální štěpení feritické matrice a karbidů je modelováno pomocí kohézních oblastí. Mechanické chování feritické matrice je popsáno Misesovou plasticitou, zatímco karbidové částice jsou považovány za čistě elastické. Kvůli nižším výpočetním nákladům je soustava mimo oblast lomového procesu popsána homogenizovaným způsobem Gursonova modelu s modifikací Tvergaarda a Needlemana (GTN model). Simulace probíhaly za izotermických podmínek. K šíření trhliny bylo využito kubicky prostorově středěné (BCC) uspořádání karbidů s šířením trhliny podél  $(\bar{1}10)$  roviny ve směru  $\langle 110 \rangle$ , jak je zobrazeno na obrázku 17. [21]



Obrázek 17 – Směr růstu trhliny v uspořádání částic BCC (upraveno z [21])

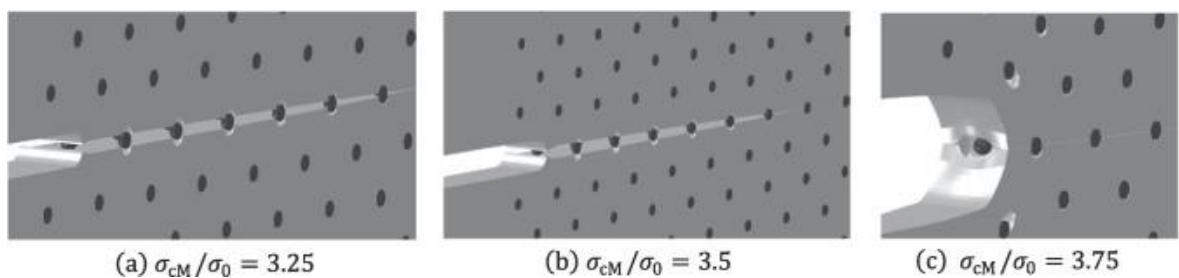
Na obrázku 18 je znázorněná vizualizace simulované deformace při iniciaci šíření trhliny pro křehké částice ( $\sigma_{\text{CPM}}/\sigma_0 = 1,0$ ) s třemi typy matrice s různým pevnostním poměrem  $\sigma_{\text{CM}}/\sigma_0$ , které odpovídají odlišným teplotám. U obrázku 18a při nízké teplotě s pevnostním poměrem matrice  $\sigma_{\text{CM}}/\sigma_0 = 3,25$  bylo dokumentováno štěpení karbidů dříve, než nastane v rovině trhliny štěpení matrice. V tomto případě nebyly pozorovány žádné plastické deformace. Obrázek 18b znázorňuje simulaci pro pevnostní poměr  $\sigma_{\text{CM}}/\sigma_0 = 3,75$ , který představuje přechodnou oblast DBT. Při tomto

procesu porušení bylo zaznamenáno tažné a štěpné selhání, u kterého bylo z počátku zaznamenáno odlupování karbidových částic z matrice, zatímco ve vzdálenějším místě trhliny bylo dokumentováno štěpení karbidů. Nejpevnější poměr  $\sigma_{cM}/\sigma_0 = 3,75$  čistě tažného šíření trhliny je zobrazen na obrázku 18c. [21]



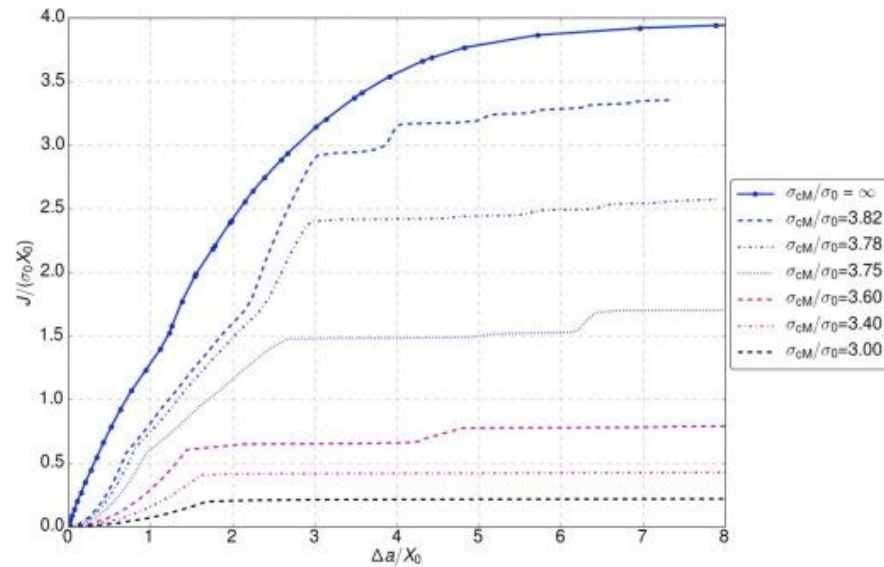
Obrázek 18 – Iniclace a růst trhliny s křehkými částicemi  $\sigma_{cPM}/\sigma_0 = 1,0$  [21]

Vizualizace simulované deformace při iniciaci a růstu trhliny u feritické matrice s částicemi s pevnostním poměrem  $\sigma_{cPM}/\sigma_0 = 3,0$  je zobrazena na obrázku 19, na němž si lze všimnout, že nedochází k rozštěpení karbidů, ale pouze k jejich odlupování. Na obrázku 19c je znázorněná silná plastická deformace kolem částice před špičkou trhliny, což je důvodem pro odlupování karbidů, které bylo zaznamenáno na obrázcích 19a, respektive 19b. [21]



Obrázek 19 – Iniclace a růst trhliny s pevnými částicemi  $\sigma_{cPM}/\sigma_0 = 3,0$  [21]

Na obrázku 20 je uvedena závislost odolnosti proti růstu trhliny s různými pevnostními poměry matrice  $\sigma_{cM}/\sigma_0$  s křehkými karbidovými částicemi. Napětím  $\sigma_0$  je značena počáteční mez kluzu a  $X_0$  vzdálenost mezi karbidovými částicemi. Z obrázku je patrné, že s rostoucí pevností matrice dochází ke zvyšování odolnosti proti šíření trhliny. [21]



Obrázek 20 - Odolnost proti růstu trhliny  $\sigma_{cPM}/\sigma_0 = 1,0$  [21]

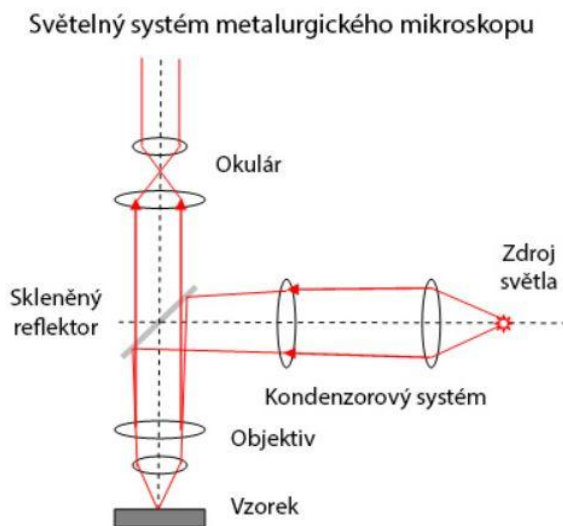


## 2.4 Aplikovaná mikroskopie

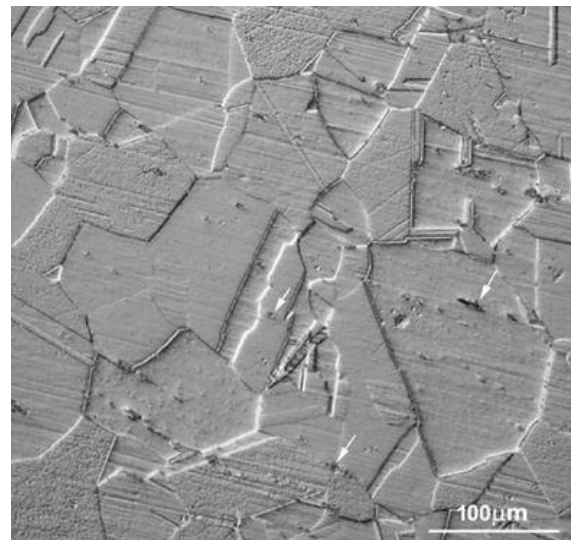
### 2.4.1 Optická světelná mikroskopie

Světelný mikroskop, jehož schéma je zobrazeno na obrázku 21, využívá jednu nebo řadu čoček ke zvětšení obrazu struktury, která není viditelná pouhým okem, k tomuto zobrazení se využívá charakteristická viditelná část spektra o vlnové délce 420 až 760 nm. Pomocí světelných mikroskopů lze zvětšit obraz vzorku až tisíckrát a rozlišit detaily na úrovni desetin mikrometru. Jedná se o limitní parametry, z důvodu vlnové povahy světla, která neumožní zlepšit rozlišovací schopnosti ani při použití kvalitnějších a větších čoček. U klasických světelných mikroskopů bývají objektivy umístěny nad vzorkem. Existují také invertované mikroskopy, jejichž systém má objektivy umístěné pod vzorkem. [22]

Pro představu, jak vypadá obraz tvořený světelnou mikroskopií, je uvedena mikrostruktura oceli HR3C na obrázku 22. Jedná se o základní neexponovaný materiál experimentální oceli HR3C.



Obrázek 21 - Schéma světelného mikroskopu (upraveno z [23])



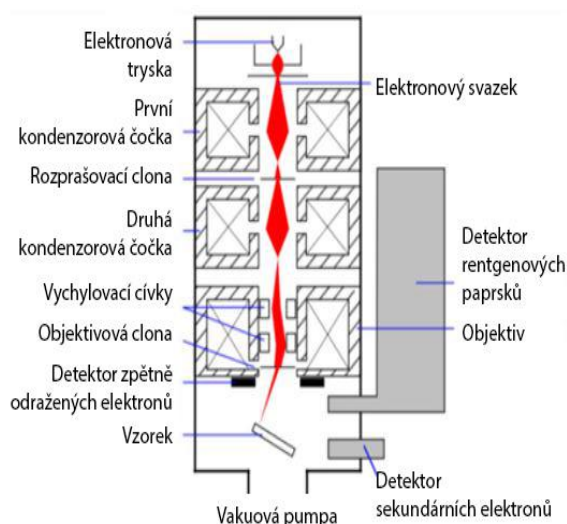
Obrázek 22 – Mikrostruktura oceli HR3C [24]

## 2.4.2 Skenovací elektronová mikroskopie

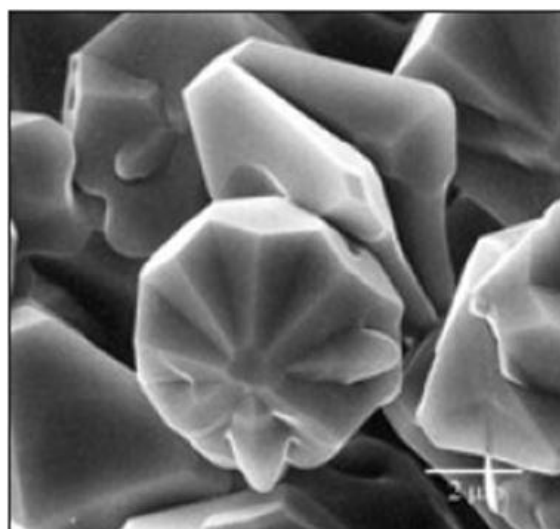
Kvůli nedostatečné rozlišovací schopnosti světelných mikroskopů, byl vyvinut skenovací elektronový mikroskop (SEM), který využívá elektrony, které mají mnohem kratší vlnové délky, než má světlo. Většina moderních SEM umí rozlišit oblasti v rozmezí 1 až 20 nm. [25]

Jak již napovídá název mikroskopu, dochází ke skenování povrchu vzorku fokusovaným elektronovým paprskem, přičemž dochází k interakci elektronů se vzorkem a následné produkci signálů, které se mohou využít pro získání informací o topografii povrchu a složení.

Na obrázku 23 je znázorněno schéma skenovacího elektronového mikroskopu. V horní části se produkují elektrony, které jsou následně zrychlovány směrem ke vzorku a procházejí kombinací čoček a clon, čímž dochází k fokusaci elektronového paprsku, jehož poloha na vzorku je řízena snímacími cívkami. V důsledku interakce elektronů se vzorkem dochází k produkci charakteristických rentgenových paprsků, sekundárních elektronů a zpětně odražených elektronů. Tyto signály jsou detekovány speciálními detektory pro vytvoření příslušných zobrazení. [25]

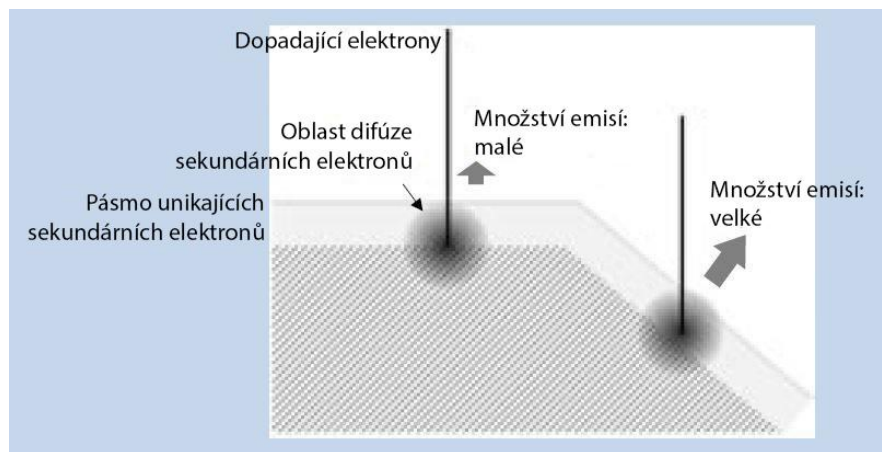


Obrázek 23 – Schéma skenovacího elektronového mikroskopu (upraveno z [25])



Obrázek 24 – Obrázek sekundárních elektronů krystalu oxidu wolframu [26]

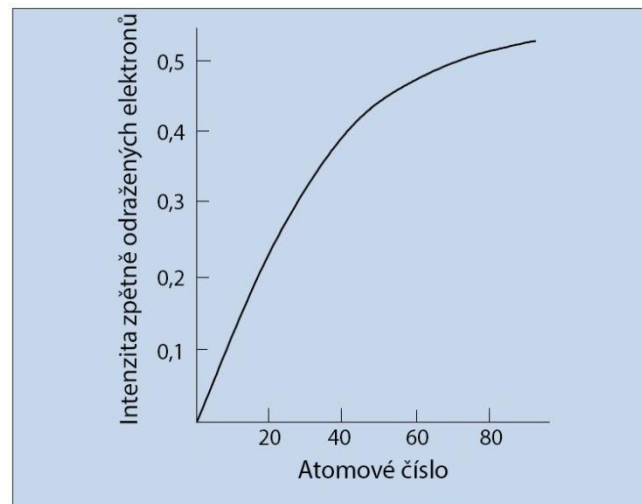
Při interakci elektronového paprsku se vzorkem jsou emitovány valenční elektrony, známé jako sekundární elektrony z obalů atomů vzorku, pomocí nichž je tvořen i snímek na obrázku 24. Z důvodu nízké energie sekundárních elektronů dochází v hlubších oblastech k jejich pohlcování vzorkem. Ve vyšších oblastech vzorku jsou elektrony emitovány mimo vzorek. Současně, jak je patrné z obrázku 25, rozhoduje o množství emise sklon povrchu vzorku. Pokud je povrch vzorku kolmý na směr dopadu svazku elektronů, je emise sekundárních elektronů menší než v případě, kdy je vzorek v šikmé poloze vůči dopadu elektronového paprsku. Souhrn zmíněných vlastností je hlavním důvodem pro využívání sekundárních elektronů k pozorování topografie a struktury povrchu vzorku. [26]



Obrázek 25 – Vliv polohy vzorku na množství emise elektronů (upraveno z [26])

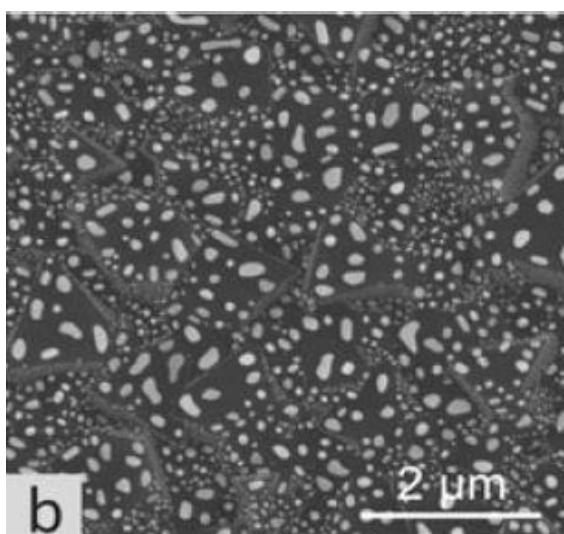
Dalšími důležitými elektrony uplatňující se při skenovací elektronové mikroskopii jsou zpětně odražené elektrony. Tyto elektrony mají v porovnání se sekundárními elektrony mnohem větší energii, čímž je umožňováno získávání informací i z hlubších oblastí. Zpětně odražené elektrony jsou citlivé na složení vzorku, řídí se atomovým číslem. Čím je atomové číslo větší, tím je intenzita těchto elektronů větší, což je patrné z obrázku 26.

Oblast z těžkého atomu bude v elektronovém obraze jasnější. Zpětně odražené elektrony nám umožňují získat informace o rozložení fází v kompozitech, příklad obrazu získaného zpětně odraženými elektrony je zobrazen na obrázku 27, na němž je znázorněn materiálový kontrast způsobený rozdílem mezi částmi vzorku s různým atomovým číslem. [26; 27]

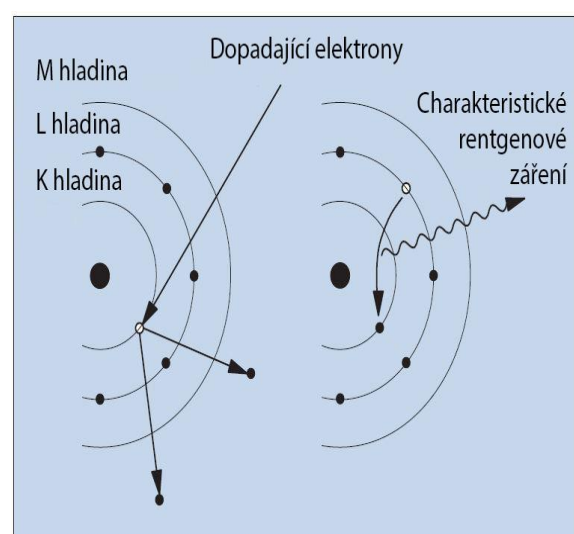


Obrázek 26 - Závislost atomového čísla na intenzitu BSE (upraveno z [26])

Při dopadu svazku elektronů na látku dochází k emisi elektronů a elektromagnetických vln. Pokud jsou při ozáření elektrony z vnitřních obalů emitovány ze složek atomů, vakantní orbitály jsou plněny elektrony z vnějších obalů, což má za následek emitování rentgenových paprsků z látky, jejichž energie odpovídá energii mezi elektrony vnějších a vnitřních obalů. Princip vzniku je zobrazen na obrázku 28. Jedná se o charakteristické rentgenové paprsky, jelikož každému prvku odpovídá jeho vlastní charakteristická vlnová délka. Uplatnění nachází především v elementárních analýzách. [26]



Obrázek 27 – Materiálový kontrast způsobený pomocí zpětně odražených elektronů [27]



Obrázek 28 – Princip vzniku charakteristického rentgenového paprsku (upraveno z [26])

## 3 Metodická část

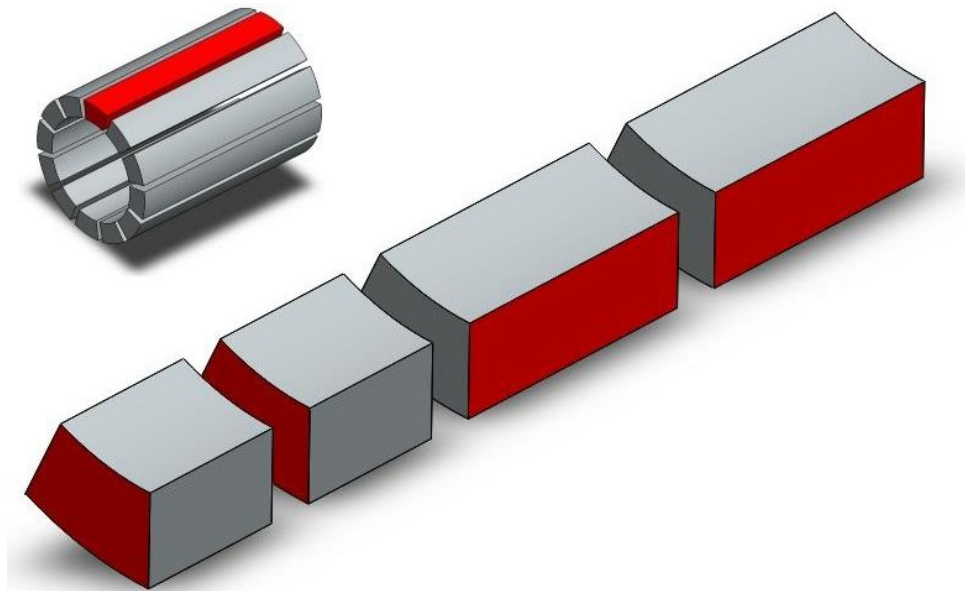
Tato část shrnuje metodické postupy, které byly aplikovány k popsání vazby mezi zkřehnutím austenitické oceli HR3C a precipitací křehké sigma fáze v experimentální části této diplomové práce. Současně metodická část slouží jako informativní zdroj pro případné opakování experimentů.

### 3.1 Příprava experimentálních vzorků

Pro experimentální část byl použit základní a dva expozičně upravené vzorky oceli HR3C. Exponované vzorky byly stárnuty při teplotě 675 °C po dobu 15 000 a 30 000 h.

#### 3.1.1 Řezání

Vzorky o rozměrech 38,0 mm x 6,3 mm x 4500-5500 mm byly nařezány z bezešvých trubek. Pro experimentální část byla obdržena již rozřezaná trubka na plátky dlouhé zhruba 60 mm, jeden takový plátek je červeně zobrazen na obrázku 29 vlevo nahoře.

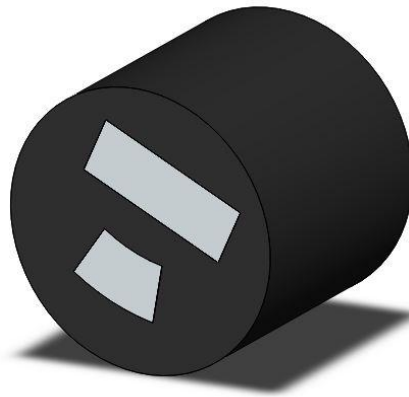


*Obrázek 29 – Rozřezaný plátek z bezešvé trubky oceli HR3C*

Vždy jeden plátek od každého vzorku byl rozřezán na čtyři části, jak je patrné na obrázku 29, pomocí rozbrušovací pily MSX255 kotoučem Stuers 40A25 za přítomnosti chladicí kapaliny.

### 3.1.2 Lisování

Červeně označené plochy rozřezaného plátku na obrázku 29 znázorňují příčné (kratší části) a podélné (delší části) řezy, které byly společně pomocí metalografického lisu PR4X zalisovány do lisovací hmoty WEM Phenol na bázi fenolové pryskyřice pro lisování za tepla s dřevěným práškem jako plnivem, jak je zobrazeno na obrázku 30.



Obrázek 30 – Metalografický výbrus

Pro SEM analýzu vzorků ze zkoušky rázem v ohybu byla použita lisovací vodivá hmota ProbeMet na bázi pryskyřice s minerálním plnivem  $\text{SiO}_2$  a Cu práškem.

### 3.1.3 Broušení a leštění

Metalografické výbrusy byly postupně broušeny korundovými brusnými papíry s evropským značením zrnitostí P80, P180, P280, P400, P800, P1200 a P2400.

Leštění probíhalo ve dvou fázích, nejdříve pomocí diamantové leštící pasty D3 ( $3\ \mu\text{m}$ ), následně byla použita suspenze  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $0,1\ \mu\text{m}$ ).

### 3.1.4 Leptání

Leptadlo použité na základní materiál bylo složené z  $\text{HCl}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  a  $\text{HNO}_3$  v poměru 3:2:1 s přidáním malého množství glycerinu.

K naleptání exponovaných vzorků bylo využito leptadlo složené z  $\text{HCl}$ , glycerinu a  $\text{HNO}_3$  v poměru 3:2:1.

## 3.2 Zkoumání strukturních změn

### 3.2.1 Optická světelná mikroskopie

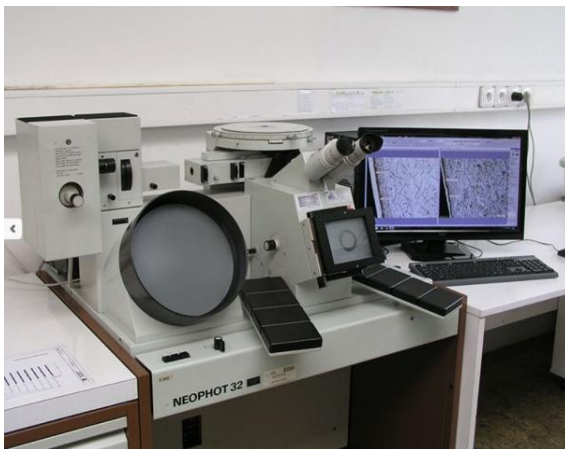
V experimentální části určené pro pozorování strukturních změn pomocí světelné mikroskopie byl použit metalografický inverzní světelný mikroskop Neophot 32, který je zobrazen na obrázku 31, s osvětlovacím systémem umístěným pod zkušebním stolem, přičemž je světlo namířeno přes objektivy na vzorek, od něhož je odraženo zpět do okuláru.

Zmíněný světelný mikroskop je schopen strukturní analýzy vzorků s pozorováním ve světlém a tmavém poli či polarizovaném světle. Světelný mikroskop Neophot 32 disponuje také digitální kamerou pro snímání obrazu a software NIS Elements pro počítačovou analýzu a měření strukturních charakteristik pozorovaných vzorků. [28; 29]

### 3.2.2 Skenovací elektronová mikroskopie

Pro identifikaci sigma fáze byl použit SEM mikroskop JEOL JSM-7600F, který je uveden na obrázku 32. Mikroskop má k dispozici vysoký stabilní proud sondy, energiově disperzní rentgenovou spektrometrii, detektory horních a dolních sekundárních elektronů a detektory zpětně odražených elektronů. [30]

K pozorování lomových ploch vzniklých z mechanického zkoušení byl použit skenovací elektronový mikroskop JSM-5410.



Obrázek 31 – Světelný mikroskop  
NEOPHOT 32 [31]



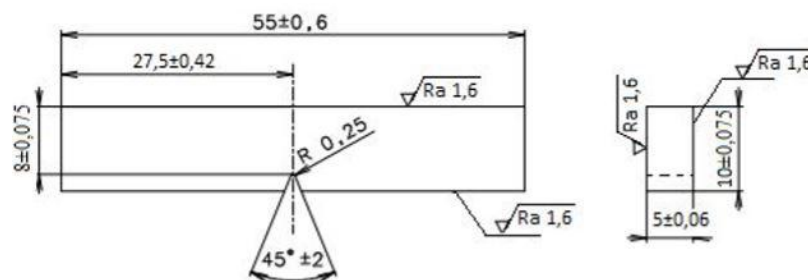
Obrázek 32 – Skenovací elektronový  
mikroskop JEOL JSM-7600F [32]

### 3.3 Zkoušky mechanických vlastností

Ke zjištění vlivu precipitace sigma fáze na mechanické vlastnosti základního a teplotně exponovaných stavů (675 °C/15 000 h; 675°C/30 000 h) oceli HR3C byly provedeny následující zkoušky: zkouška rázem v ohybu pro určení absorbované energie KV300/5, zkouška tvrdosti pro určení tvrdosti HV10 a zkouška tahem pro zjištění tažnosti A, meze pevnosti  $R_m$  a smluvní meze kluzu  $R_{p0,2}$ .

#### 3.3.1 Zkouška rázem v ohybu

Zkouška rázem v ohybu probíhala dle normy ČSN EN ISO 148-1, tato norma odkazuje na zkušební metodu zkoušky rázem v ohybu metodou Charpy pro kovové materiály. Měření probíhalo na kyvadlovém rázovém testeru PH300-S s energií kyvadla 300 J. Výkres zkušebních vzorků o rozměrech 55 mm x 10 mm x 5 mm (s V vrubem) je uveden na obrázku 33.



Obrázek 33 – Výkres zkušebního vzorku pro zkoušku rázem v ohybu

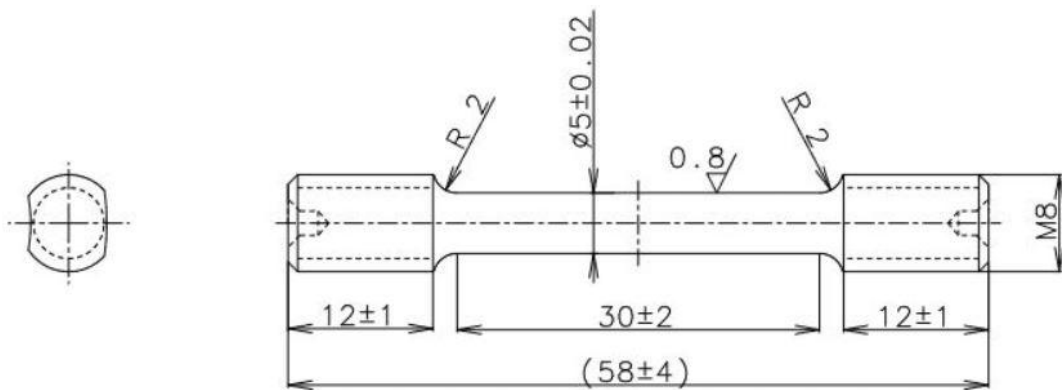
#### 3.3.2 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Zkouška tvrdosti podle Vickerse byla provedena podle normy ČSN EN ISO 6507-1. V normě je obsažena zkušební metoda zkoušky tvrdosti podle Vickerse pro kovové materiály. Zkouška byla provedena na tvrdoměru LECO V-100-C se zatěžující hmotností 10 kg. Pro každý stav vzorku bylo provedeno 20 měření.



### 3.3.3 Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena dle normy ČSN EN ISO 6892-1. Norma obsahuje zkušební metodu za pokojové teploty pro zkoušení tahem kovových materiálů. Ke zkoušce tahem byl použit trhací stroj Instron 5800R model 1185 s operačním systémem Bluehill 2. Konstantní rychlost příčnicku byla 0,5 mm/min. Počáteční průměr vzorků byl 5,0 mm. Zkoušená délka  $L_c$  jednotlivých vzorků, jejichž výkres je zobrazen na obrázku 34, je uvedena v tabulce 6.



Obrázek 34 – Výkres zkušebního vzorku pro zkoušku tahem

Tabulka 6 – Zkoušené délky  $L_c$  vzorků oceli HR3C při zkoušce tahem

HR3C	Bez expozice			Teplotní expozice 675 °C/15 000 h			Teplotní expozice 675 °C/30 000 h		
	Vzorek	1	2	3	4	5	6	7	8
$L_c$ [mm]	25,5	24,5	25,5	24,9	24,5	24,3	24,1	24,0	24,3

## 4 Praktická část

Praktická část zahrnuje zpracování a výsledky experimentálního měření, člení se do dvou hlavních částí. Obsahem první části je změna mikrostruktury oceli HR3C vlivem teplotní expozice pomocí světelné mikroskopie, následně s využitím skenovací elektronové mikroskopie identifikací a kvantifikací sigma fáze. Druhá část zpracovává výsledky ze zkoušení mechanických vlastností.

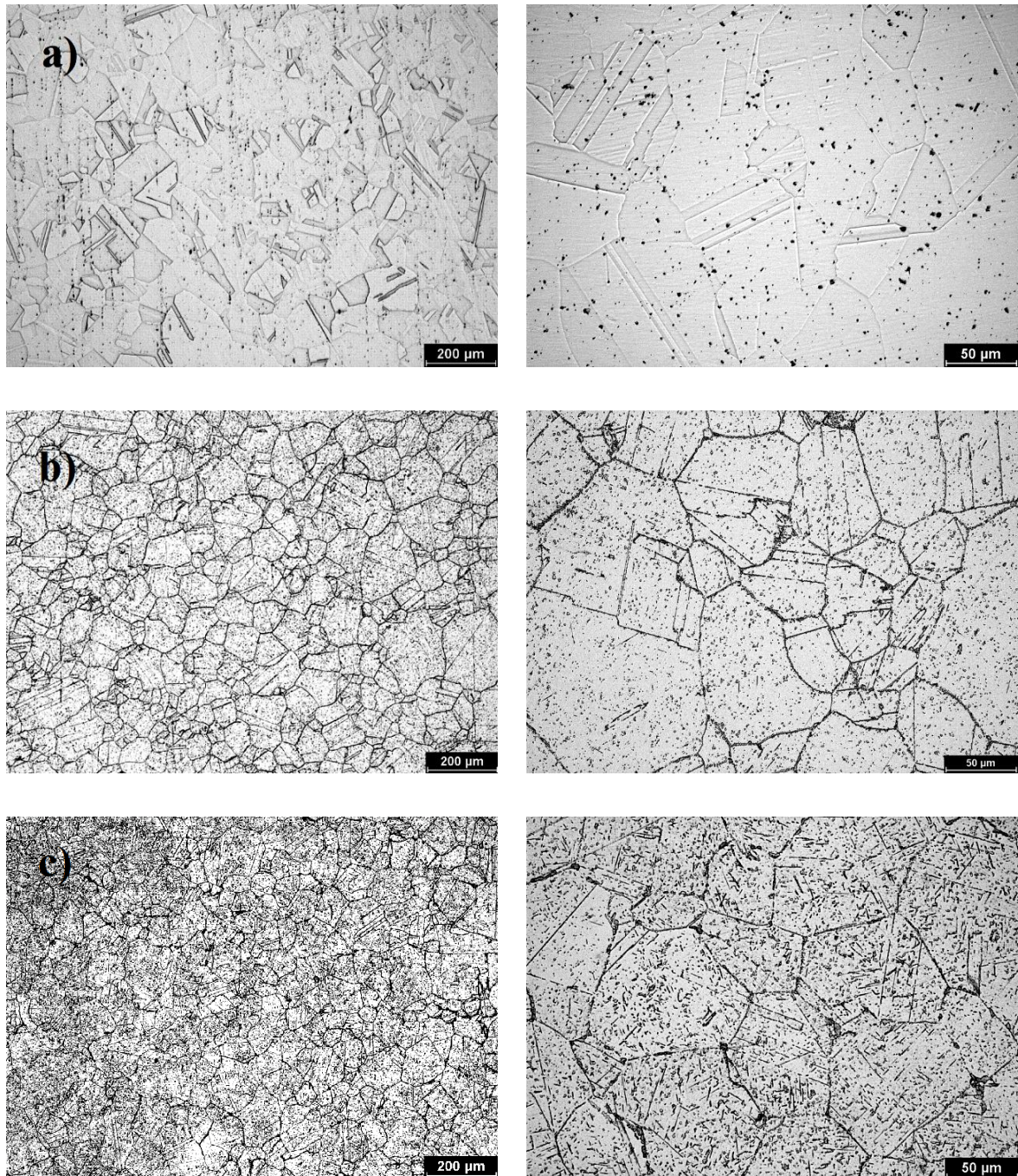
### 4.1 Ověření precipitace sigma fáze

V teoretické části, oddílu 2.2 o sigma fázi, jsou uvedeny empirické vzorce (1) a (2). Vzorce určují pravděpodobnost precipitace sigma fáze v závislosti na chemickém složení oceli. Kritické hodnoty precipitace jsou 1,7 (1) a 2,52 (2).

Do zmíněných vzorců bylo pro teoretické určení pravděpodobnosti precipitace sigma fáze dosazeno chemické složení zkušebních vzorků oceli HR3C (tavba F23A076) dodané výrobcem Sumitomo Metal Industries. Vypočtená hodnota dle vzorce (1) je 1,2, figuruje v něm však nízký počet prvků, proto se významnějšího odhadu získá použitím uvedeného vzorce (2), jehož hodnota vychází 2,69 a nachází se nad kritickou hodnotou, nad níž dochází k precipitaci sigma fáze.

#### 4.1.1 Změna mikrostruktury oceli HR3C vlivem expozice

Vývoj mikrostruktury oceli s rostoucí dobou expozice je zobrazen na obrázku 35, kde je porovnána mikrostruktura základního materiálu s materiály teplotně exponovanými při 675 °C po 15 000 a 30 000 h. Během expozice lze sledovat dvě charakteristické změny mikrostruktury. První změnou je precipitace fází na hranicích zrn, což může vést ke zvýšení pevnosti při tečení, kdy jemné nesouvislé precipitáty blokují pohyb hranic zrn, nicméně následné hrubnutí těchto precipitátů může vést k nukleaci mikrotrhlin. Druhou charakteristickou změnou je formování a růst precipitátů uvnitř zrn, kde precipitáty mohou vést ke zhoršení pohybu dislokací.

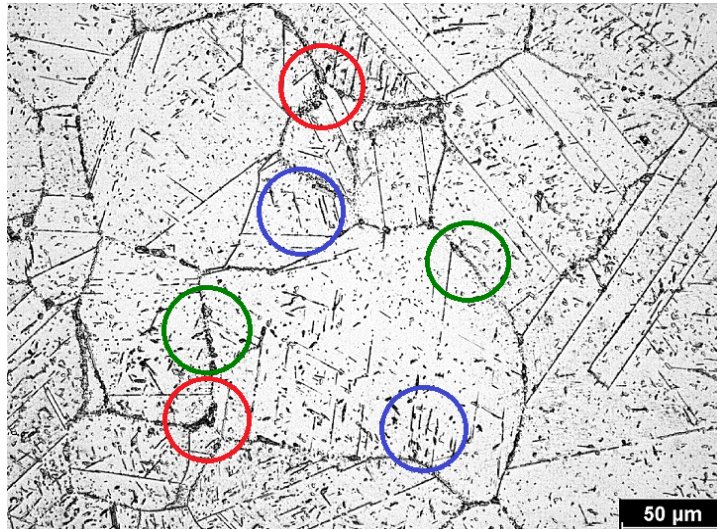


Obrázek 35 – Porovnání mikrostruktur pomocí světelné mikroskopie:

a) základní materiál; b) exponovaný materiál 675 °C/15 000 h;

c) exponovaný materiál 675 °C/30 000 h

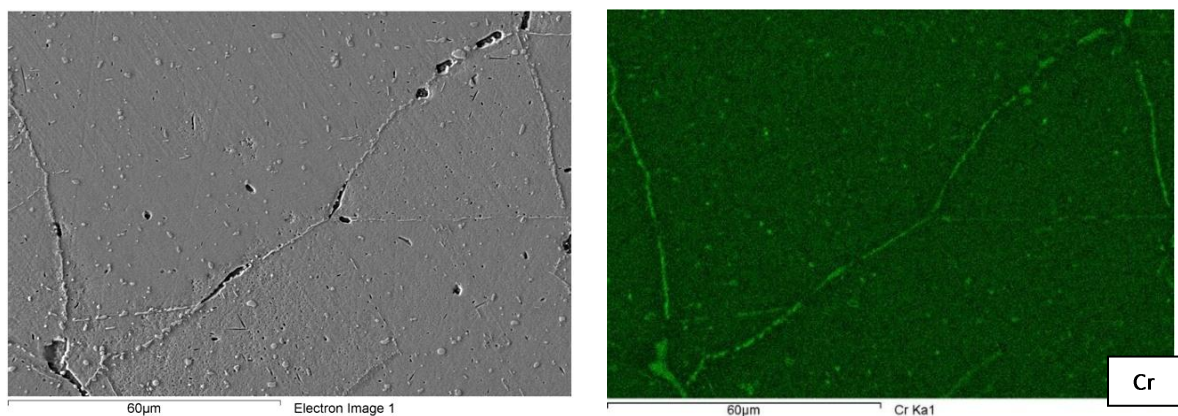
Na obrázku 36 jsou barevně znázorněny různé typy precipitačního chování. Červeně označené oblasti znázorňují trojné styky hranic zrn, ve kterých lze vidět masivní sekundární fázi. Zelená oblast značí precipitáty kompletně rozšířené po hranicích zrn. V modré oblasti, uvnitř zrn, jsou viditelné lamelární sekundární fáze.



Obrázek 36 – Popis mikrostruktury oceli HR3C stárnuté 30 000 h

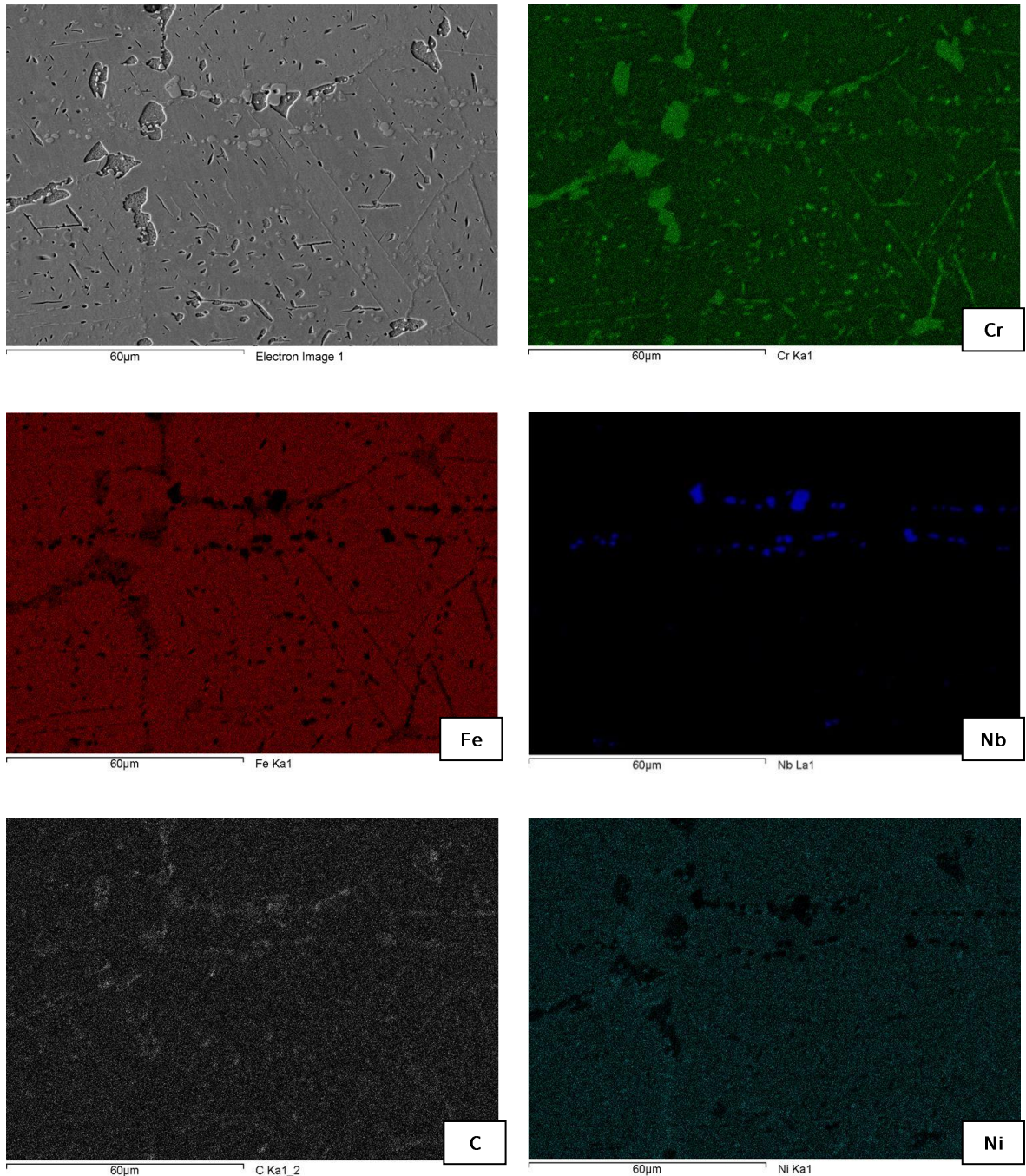
#### 4.1.2 Identifikace sigma fáze

Předchozí pododdííl sumarizoval precipitační oblasti trojného bodu a hranic zrn, které jsou zobrazeny na obrázku 37, na němž je ocel HR3C exponovaná 15 000 h. Lze si všimnout, že tyto oblasti jsou vysoce obohaceny o chrom, který patří mezi nejvýznamnější stabilizátory sigma fáze. Z porovnání s obrázkem 36 je patrné, že precipitace lamelární fáze nastává až při dlouhodobější teplotní expozici.



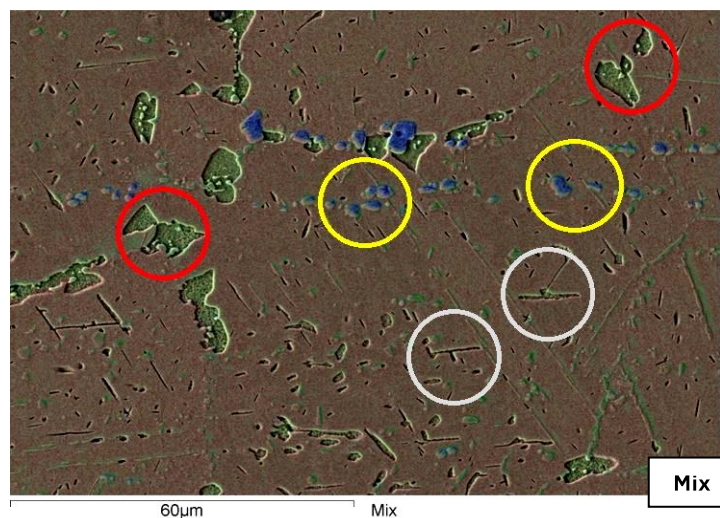
Obrázek 37 – Mapa chromu oceli HR3C exponované 15 000 h

Na skenovacím elektronovém mikroskopu, pomocí EDS detektoru, bylo provedeno mapování chemického složení oceli HR3C stárnuté 30 000 h, jak je uvedeno na obrázku 38. Z chromové a uhlíkové mapy je patrné, že dochází ke koncentraci těchto dvou prvků (Cr, C) převážně na hranicích zrn v podobě karbidů chromu  $M_{23}C_6$ .



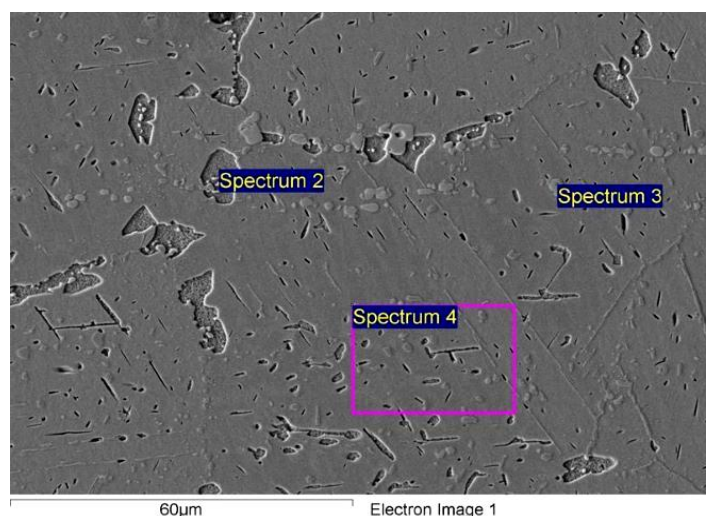
Obrázek 38 – Mapa chemického složení ze SEM/EDS  
oceli HR3C stárnuté 675 °C/30 000 h

Mix map chemického složení je zobrazen na obrázku 39. Kromě karbidů chromu  $M_{23}C_6$  lze pozorovat v barevně označených oblastech i jiné precipitáty, které vznikly během teplotní expozice. Červené oblasti morfologicky odpovídají masivní sekundární fázi, která byla pozorována na obrázku 36, přičemž její lamelární podoba je znázorněna v šedé oblasti. Barva chemického složení a morfologie této fáze odpovídají sigma fázi. Ve žlutých oblastech jsou nalezeny niobové precipitáty.



Obrázek 39 – Mix map chemického složení ze SEM/EDS

Na obrázku 40 jsou zobrazena spektra pro EDS analýzu chemického složení exponované oceli HR3C. K identifikaci částic bylo provedeno bodové měření ve spektru 2 a 3. Plošné měření spektra 4 bylo využito k zjištění chemického složení oceli.



Obrázek 40 – Bodové a plošné EDS měření chemického složení

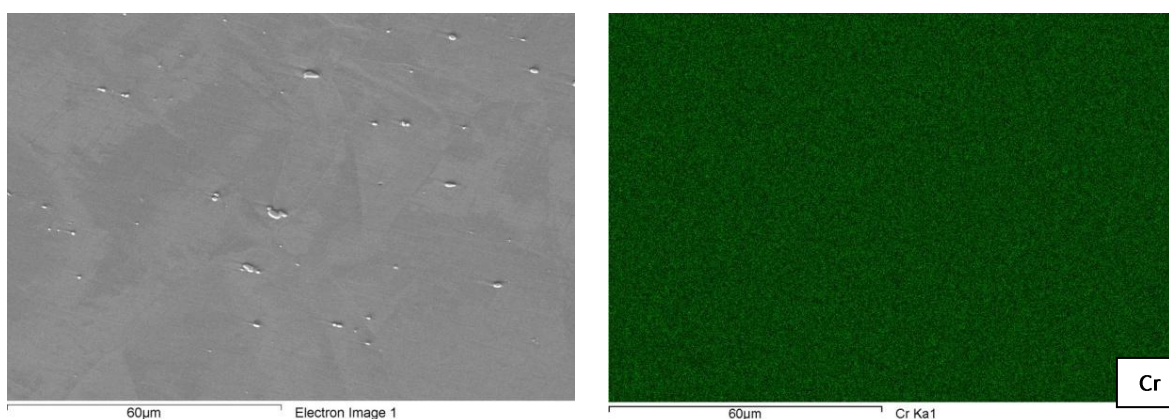
Změřená chemická složení všech spekter uvádí tabulka 7. Bodovým měřením chemického složení ve spektru 2 byla potvrzena precipitace sigma fáze. Ve spektru 3 byly zjištěny karbonitridy niobu.

Tabulka 7 – Bodové měření EDS chemického složení (v %hm.)

[%]	Fe	Cr	Ni	Nb	C	N	Si	S	W
Spektrum 2	44,62	46,33	7,63	-	-	-	1,09	0,32	-
Spektrum 3	8,52	29,20	1,79	43,82	7,28	8,57	-	-	0,83
Spektrum 4	52,13	26,24	20,54	-	-	-	0,82	-	0,27

### 4.1.3 Kvantifikace sigma fáze

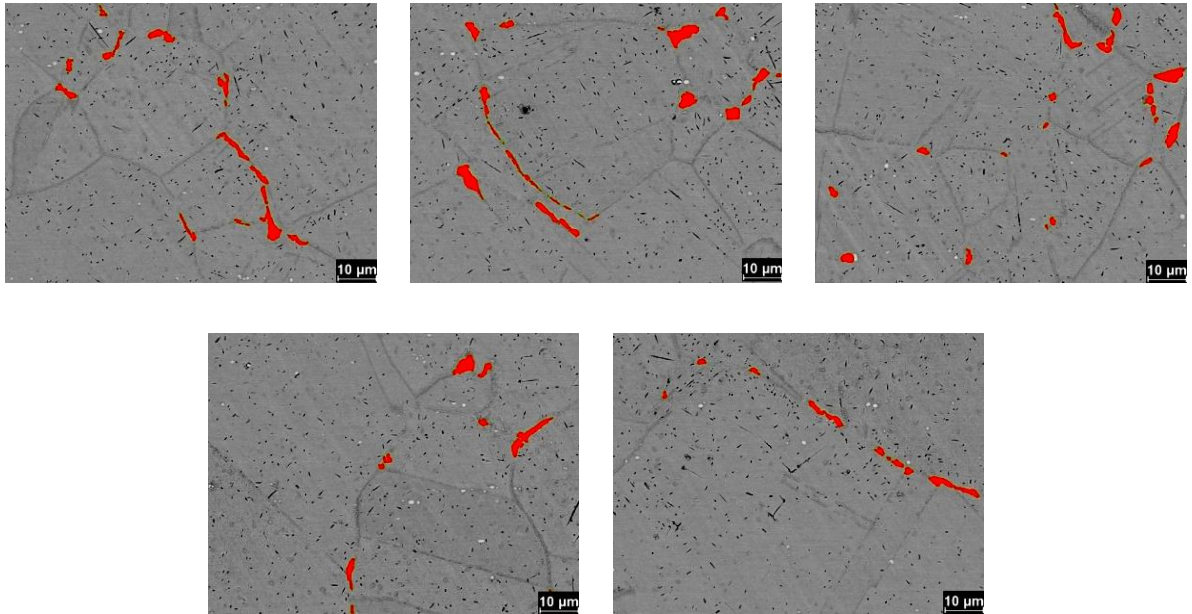
K precipitaci sekundární fáze sigma dochází při teplotní expozici. Proto dle předpokladů, jak je patrné z obrázku 41, v základním neexponovaném stavu oceli HR3C je plošný podíl sigma fáze 0%.



Obrázek 41 – Mikrostruktura neexponovaného stavu oceli HR3C

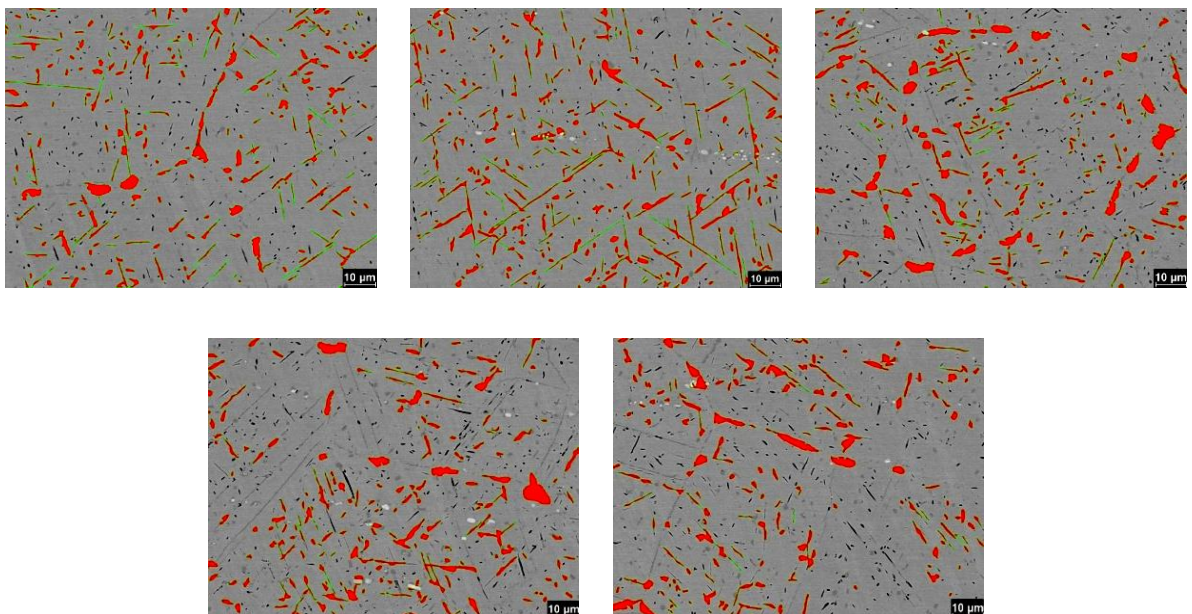
Ke kvantifikaci sekundární sigma fáze, pro exponované stavy oceli HR3C, byla použita metoda prahování v programu NIS-Elements na snímcích ze skenovací elektronové mikroskopie pomocí zpětně odražených elektronů, které reflektují chemické složení oceli.

Na obrázku 42 je znázorněna metoda prahování pro určení plošného podílu sigma fáze (červeně) v oceli HR3C izotermicky exponované při 675 °C po dobu 15 000 h. K precipitaci sigma fáze dochází pouze na hranicích zrn.



Obrázek 42 – Metoda prahování stárnuté oceli HR3C (675 °C/15 000 h)

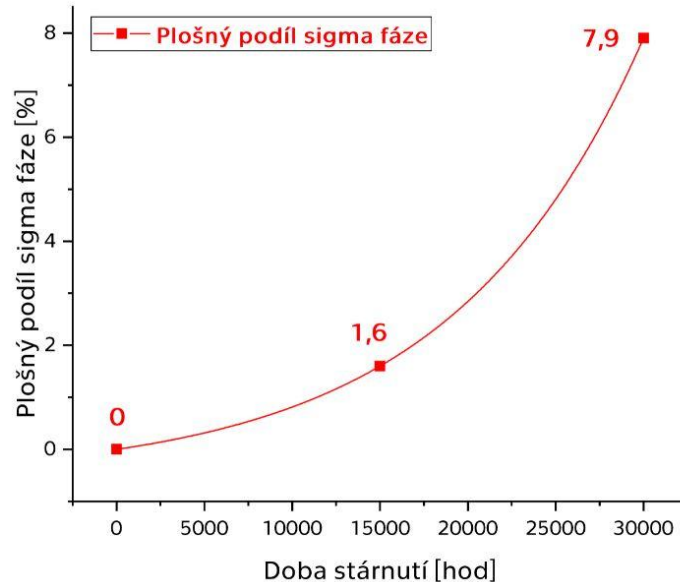
Po teplotní expozici 30 000 h byla dokumentována precipitace sigma fáze i uvnitř zrn, jak je znázorněno na obrázku 43, na kterém lze vidět metodu prahování.



Obrázek 43 – Metoda prahování stárnuté oceli HR3C (675 °C/30 000 h)



Z programu NIS-Elements byly určeny plošné podíly sigma fáze. U teplotně exponovaných stavů oceli byly zaznamenány plošné podíly 1,6 % (15 000 h) a 7,9 % (30 000 h). Závislost sigma fáze na době stárnutí je zobrazena na obrázku 44.



Obrázek 44 – Závislost sigma fáze na době stárnutí

## 4.2 Zkoušení mechanických vlastností

V tomto oddílu je zhodnocena zkouška rázem v ohybu, zkouška tahem a zkouška tvrdosti podle Vickerse. Jedná se především o určení vlivu vysokoteplotního stárnutí na mechanické vlastnosti a pohled na lomové plochy oceli HR3C.

### 4.2.1 Zkouška rázem v ohybu

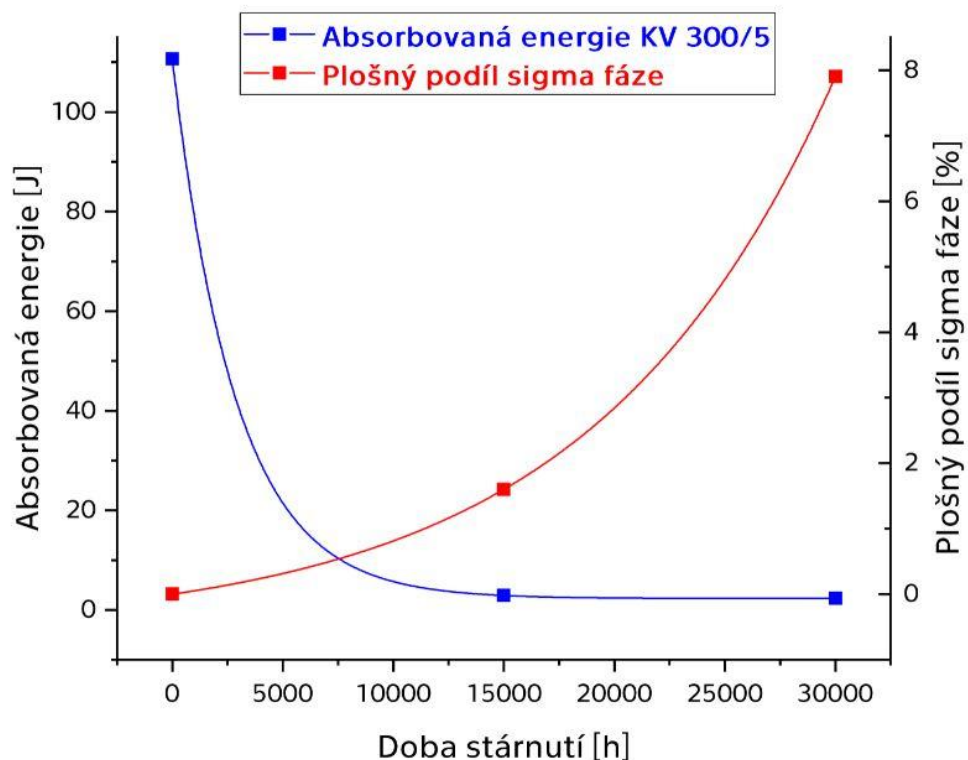
Ke zkoumání houževnatosti materiálu byla zvolena zkouška rázem v ohybu metodou Charpy na zkušebních vzorcích s V vrubem. Podmínky měření jsou zaznamenány v metodické části oddílu 3.3.

V tabulce 8 jsou zobrazeny naměřené hodnoty absorbované energie KV 300/5. Největší hodnota absorbované energie 110,7 J byla pozorována u základního materiálu, v porovnání s exponovanými materiály, u kterých se absorbovaná energie pohybuje v rozmezí 2-3 J, jde o extrémní skok. Nízké hodnoty vypovídají o výrazně nižších plastických deformacích, které se při lomu odehrály.

Tabulka 8 – Absorbovaná energie HR3C ze zkoušky rázem v ohybu

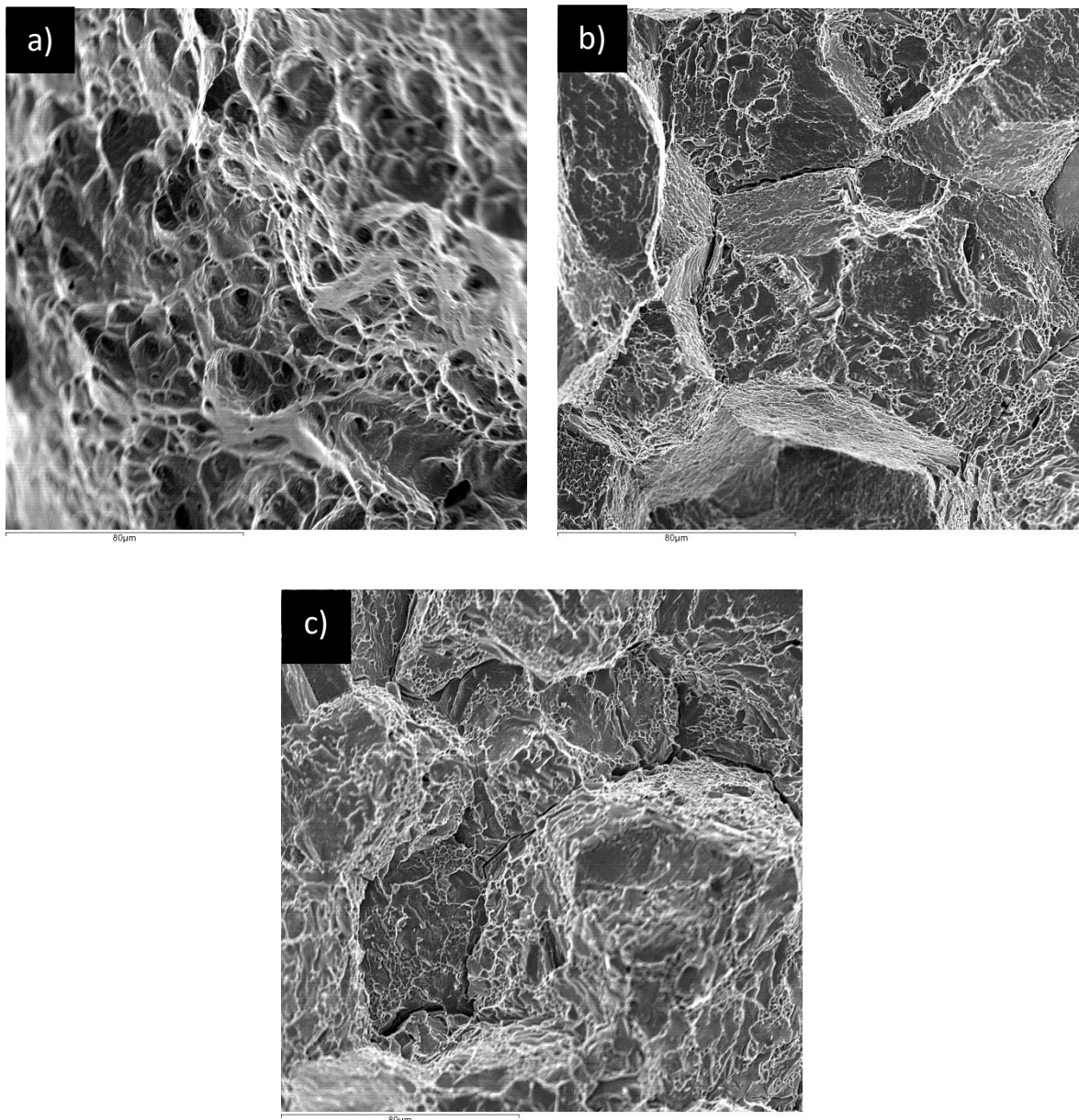
HR3C	Bez expozice			Teplotní expozice 675 °C/15 000h			Teplotní expozice 675 °C/30 000 h		
Veličina	Absorbovaná energie KV 300/5 [J]								
Vzorky	108,1	113,0	111,0	2,9	2,9	3,0	2,5	2,1	2,3
Průměr	110,7			2,9			2,3		

Obrázek 45 interpretuje závislost zjištěné absorbované energie a sigma fáze na době stárnutí. Z obrázku je patrné, že s rostoucím precipitací sigma fáze výrazně klesá absorbovaná energie, tudíž dochází ke zkřehnutí oceli. Extrémní nárůst precipitace křehké sigma fáze uvnitř zrn ovšem nemá výrazný vliv na snížení absorbované energie.



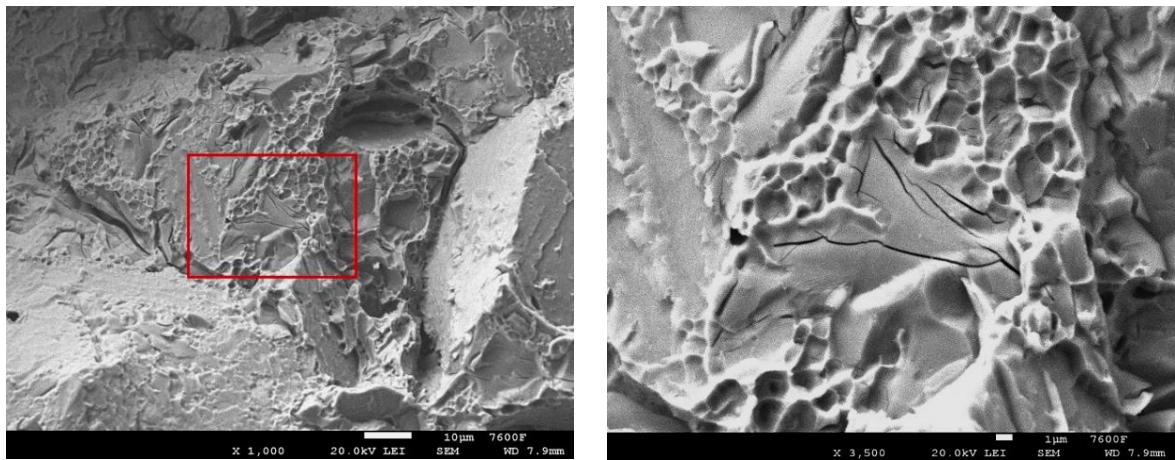
Obrázek 45 – Závislost absorbované energie a sigma fáze na době stárnutí

Pomocí skenovací elektronové mikroskopie byly pozorovány vzniklé lomové plochy, jejichž vývoj v závislosti na době stárnutí je zobrazen na obrázku 46. Fraktografie základního materiálu HR3C vykazuje houževnatý lom s velkými plasticky deformovanými důlky. Naopak u exponovaných vzorků lze vidět křehký lom s viditelně tvarovanými zrny, z důvodu štěpení po hranicích zrn, následkem precipitace křehké sigma fáze na hranicích zrn. Precipitace sigma fáze byla potvrzena v oddílu 4.1.



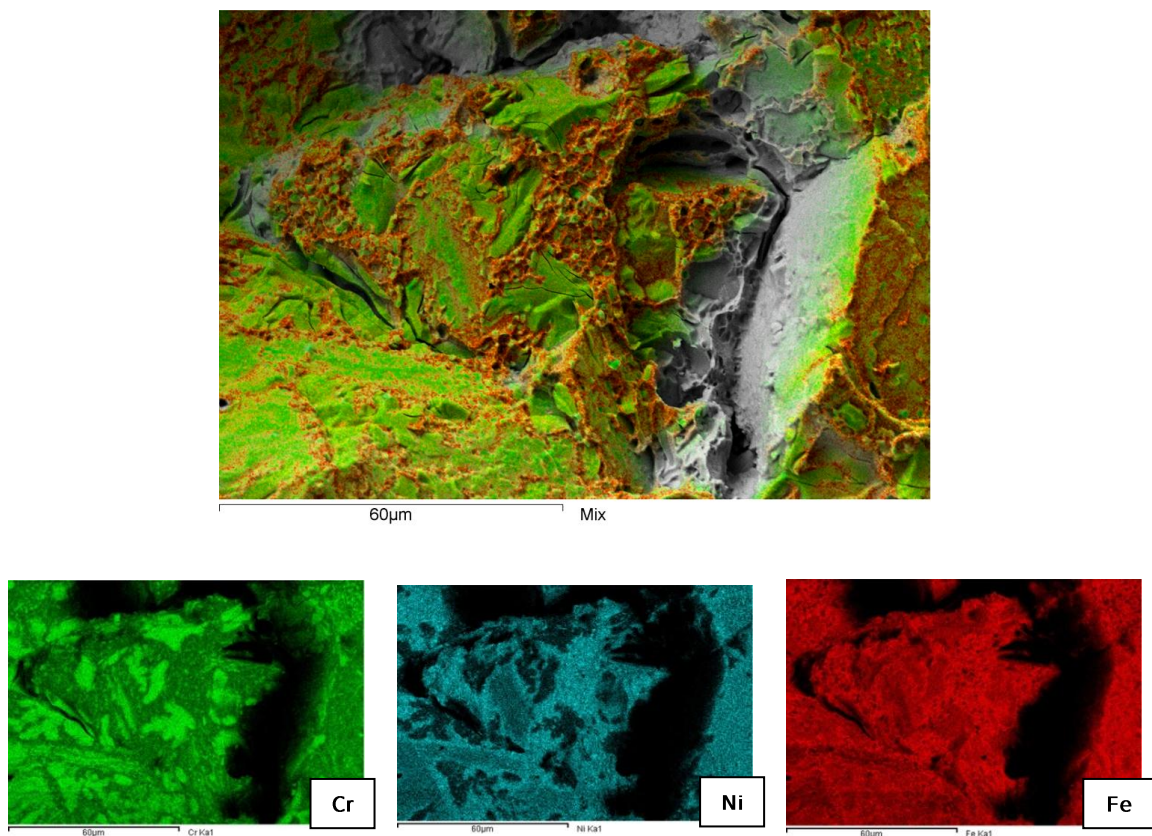
Obrázek 46 – Vývoj lomových ploch v závislosti na době stárnutí: a) bez expozice; b) teplotní expozice 675 °C/15 000 h; c) teplotní expozice 675 °C/30 000 h

Na obrázku 47 je znázorněná rozštěpená křehká sigma fáze, snímky byly získány pomocí sekundárních elektronů (SEM).



Obrázek 47 – Sigma fáze na lomové ploše ze zkoušky rázem v ohybu

Zmapování chemického složení lomové plochy ze zkoušky rázem v ohybu pro ocel HR3C stárnutou 30 000 h je zobrazeno na obrázku 48, z něhož je patrná interkrytalická a transkrytalická precipitace křehké sigma fáze, která se štěpí primárně na hranicích zrn.



Obrázek 48 – Mapy chemického složení ze SEM/EDS

#### 4.2.2 Zkouška tahem

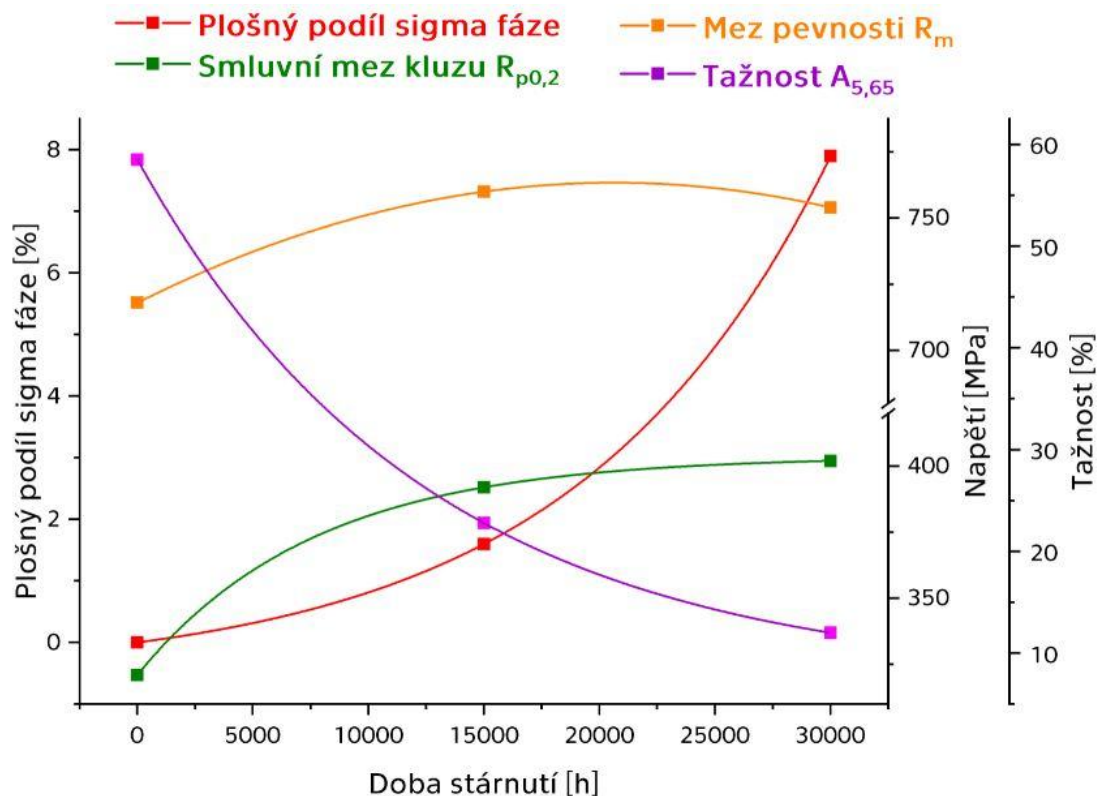
Ke zkoumání tahových vlastností materiálu byla zvolena zkouška tahem při pokojové teplotě. Podmínky měření jsou zaznamenány v metodické části oddílu 3.3.

Tahové diagramy ze zkoušky tahem jsou umístěny v příloze 1, ze kterých byla odečtena smluvní mez kluzu  $R_{p0,2}$ , mez pevnosti  $R_m$  a tažnost  $A_{5,65}$ . Hodnoty mechanických vlastností jsou zobrazeny v tabulce 9. Základní materiál vykazoval smluvní mez kluzu 321 MPa, mez pevnosti 718 MPa a tažnost 58,5 %. U exponovaných stavů oceli HR3C došlo ke zvýšení smluvní meze kluzu na 392 MPa, respektive na 402 MPa a meze pevnosti na 760 MPa, respektive na 754 MPa. Naopak výrazného poklesu bylo zaznamenáno u tažnosti na 22,8 % a 12,0 %, současně se jedná o jedinou hodnotu, která neodpovídá normovanému rozsahu oceli. Pokles tažnosti je zapříčiněn zkřehnutím oceli HR3C, kvůli precipitaci křehké sigma fáze.

Závislost tahových vlastností na době stárnutí a rostoucímu obsahu sigma fáze je znázorněna na obrázku 49, na kterém lze vidět rostoucí smluvní mez kluzu a mez pevnosti. Naopak dochází k výraznému poklesu houževnatosti.

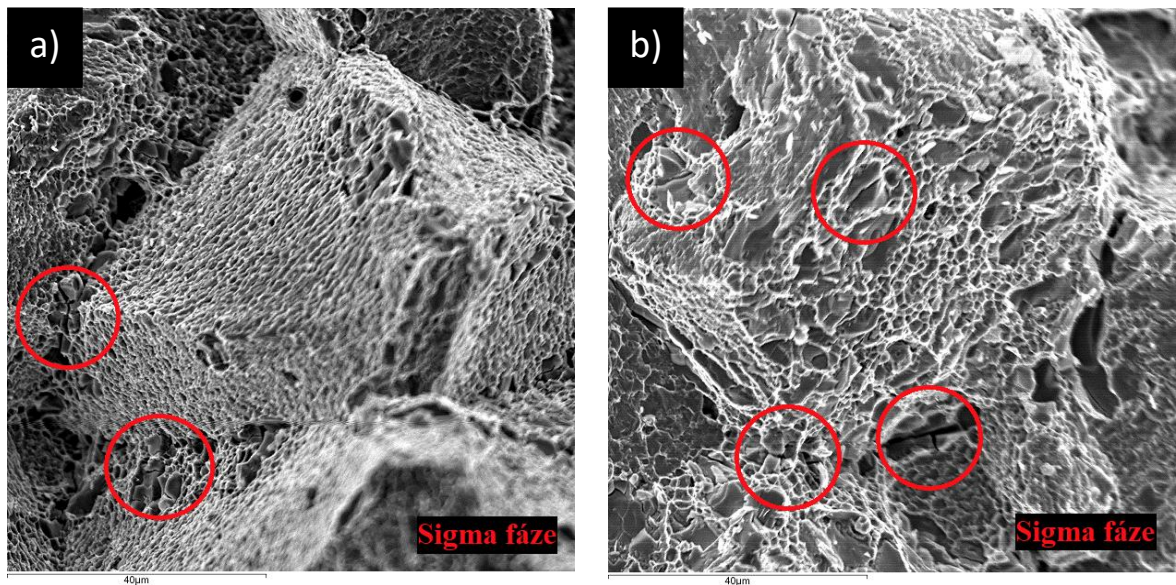
Tabulka 9 – Mechanické vlastnosti oceli HR3C ze zkoušky tahem

HR3C	Bez expozice			Teplotní expozice 675 °C/15 000h			Teplotní expozice 675 °C/30 000 h		
	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_{5,65}$ [%]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_{5,65}$ [%]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_{5,65}$ [%]
Vzorek 1	340	734	58,0	347	718	22,7	369	734	12,8
Vzorek 2	323	719	58,6	435	788	22,2	400	755	12,2
Vzorek 3	300	701	58,9	394	773	23,4	438	773	11,0
Průměr	321	718	58,5	392	760	22,8	402	754	12,0
Norma	$R_{p0,2} = \text{min. } 235 \text{ MPa}$			$R_m = 655\text{-}900 \text{ MPa}$			$A_{5,65} = \text{min. } 30,0 \text{ \%}$		



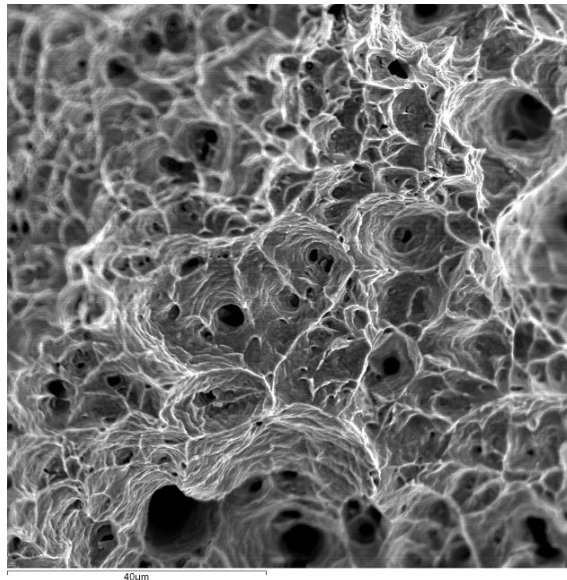
Obrázek 49 – Závislost tahových vlastností oceli HR3C na době stárnutí

Na obrázku 50 jsou znázorněny lomové plochy křehkého charakteru exponovaných vzorků z tahového zkoušení s vyznačenou sigma fází.



Obrázek 50 – Křehké lomy exponovaných materiálů z tahové zkoušky:  
a) teplotní expozice 675 °C/15 000 h; b) teplotní expozice 675 °C/30 000 h

Naopak obrázek 51 interpretuje lomovou plochu ze zkoušky tahem neexponované oceli HR3C, která neobsahuje křehkou sigma fázi. Z obrázku je patrný houževnatý lom s plasticky deformovanými důlky.



Obrázek 51 – Houževnatý lom základního materiálu ze zkoušky tahem

### 4.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse

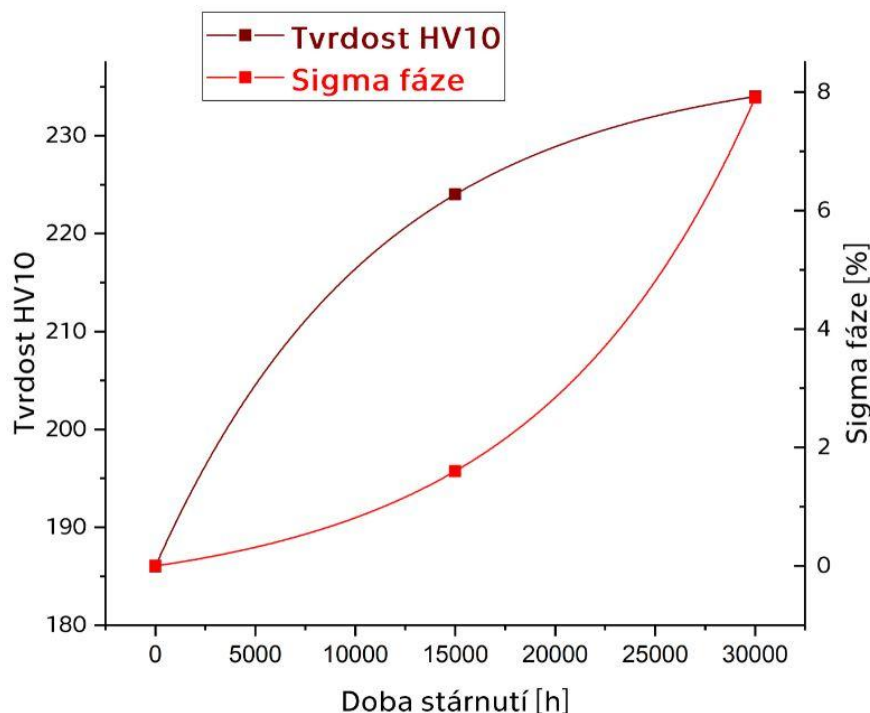
Zkouška tvrdosti byla provedena na metalografických výbrusech základní a teplotně exponované oceli HR3C. Pro každý expozičně ovlivněný stav vzorku bylo provedeno 20 měření, z čehož 10 bylo do příčného řezu a dalších 10 do podélného řezu. Podmínky měření jsou zaznamenány v metodické části oddílu 3.3.

Naměřená data jsou zaznamenána v protokolech přílohy 2. V tabulce 10 jsou uvedeny zjištěné průměrné hodnoty tvrdostí HV10.

Tabulka 10 – Získané průměrné tvrdosti HV10 oceli HR3C

HR3C	Bez expozice	Teplotní expozice 675 °C/15 000 h	Teplotní expozice 675 °C/30 000 h
Veličina	Tvrdost HV10		
Průměr	186	224	234

Z obrázku 52 je patrné, že s rostoucí dobou stárnutí a precipitací sigma fáze roste i tvrdost oceli, což může být způsobeno křehnutím oceli HR3C.



Obrázek 52 – Závislost tvrdosti HV10 na době stárnutí



## 5 Diskuze

V této kapitole jsou diskutovány dosažené výsledky z praktické části.

### 5.1 Precipitace sigma fáze v oceli HR3C

Žáropevná austenitická ocel HR3C byla vyvinuta za účelem zvýšení odolnosti proti tečení a korozi. Nicméně dlouhodobější teplotní expozicí dochází k mikrostrukturním změnám degradující mechanické vlastnosti této oceli. Změny mikrostruktury vlivem teplotní expozice byly popsány pomocí světelné mikroskopie v pododdílu 4.1.1.

Porovnání mikrostruktur s odlišnou teplotní expozicí je zobrazeno na obrázku 35, ze kterého je patrné, že nejdříve dochází k precipitaci sekundární fáze na hranicích zrn, nejvýrazněji v místech trojného styku hranic zrn. S rostoucí dobou expozice dochází k výrazné precipitaci i uvnitř austenitických zrn.

Identifikace sekundární fáze byla provedena pomocí EDS analýzy chemického složení exponované oceli HR3C, bodové měření sekundární fáze je zobrazeno na obrázku 40. Výsledné chemické složení, které je uvedeno v tabulce 7, se shoduje s předepsaným chemickým složením sigma fáze pro systém 25Cr-20Ni, které je uvedeno v tabulce 5.

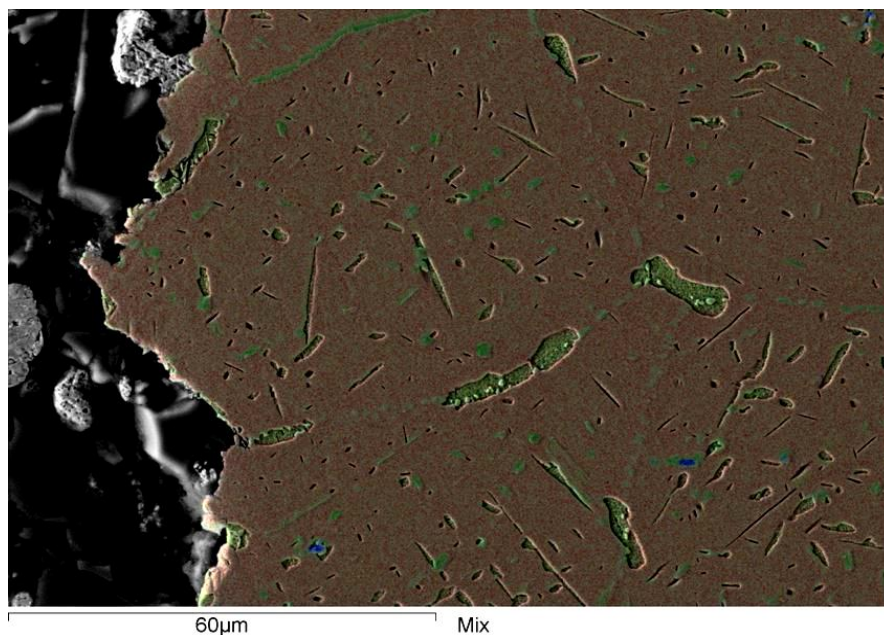
Aplikačním mechanismem precipitace sigma fáze je dlouhodobá teplotní expozice, což je dokázáno na obrázku 41, na kterém je zobrazena mikrostruktura základního stavu oceli HR3C bez sigma fáze.

Kvantifikace sigma fáze s rostoucí dobou teplotní expozice byla provedena metodou prahování na snímcích ze skenovací elektronové mikroskopie pomocí zpětně odražených elektronů, jak je uvedeno na obrázcích 42 a 43. Pro exponovaný stav 15 000 h byl změřen plošný podíl sigma fáze 1,6 %. Pro druhý expoziční řez 30 000 h byl dokumentován masivní nárůst sigma fáze na 7,9%. Závislost precipitace sigma fáze na době stárnutí je uvedena na obrázku 44.

## 5.2 Vliv precipitace na mechanické vlastnosti

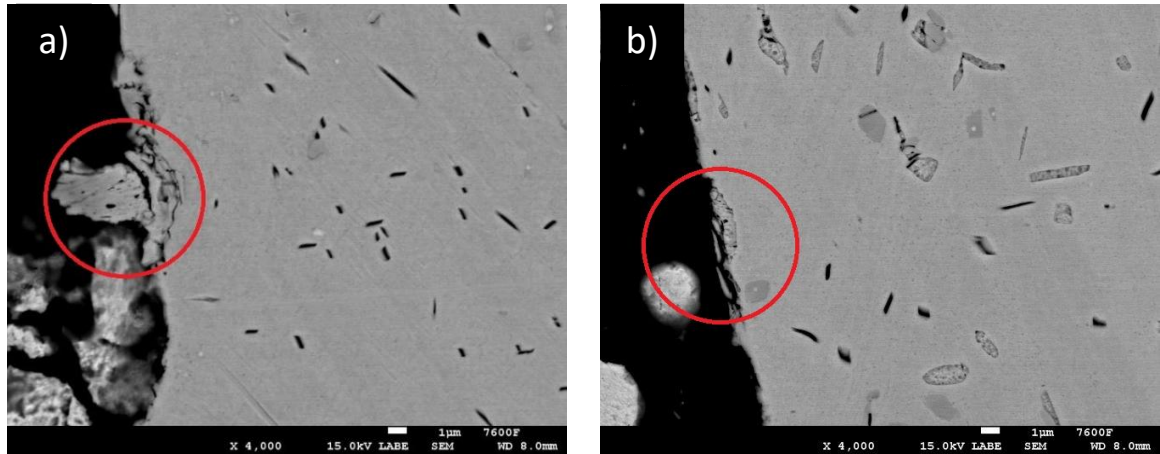
Během teplotní expozice dochází k precipitaci křehké sigma fáze, která má degradující účinek na mechanické vlastnosti.

Pomocí sekundárních elektronů skenovací elektronové mikroskopie byl zdokumentován vývoj lomových ploch v závislosti na době stárnutí, jak je zobrazeno na obrázku 46. U neexponované oceli HR3C byl zaznamenán houževnatý lom s plasticky deformovanými důlky, který nevykazoval žádnou sigma fázi, pro tento stav byla ze zkoušky rázem v ohybu metodou Charpy stanovena absorbovaná energie 110,7 J. U izotermicky exponovaných stavů oceli byl zjištěn křehký interkrystalický lom, přičemž po teplotní expozici 675 °C/15 000 h, u níž byla dokumentována precipitace sigma fáze pouze na hranicích zrn, byl zaznamenán výrazný pokles ze 110,7 na 2,9 J. Nepatrné snížení absorbované energie na 2,3 J bylo naměřeno u oceli po expozici 675 °C/30 000 h, u které byla pozorována výrazná precipitace sigma fáze uvnitř zrn. Tímto bylo potvrzeno, že precipitace sigma fáze na hranicích zrn má výrazně podstatnější vliv na zkřehnutí oceli než precipitace uvnitř zrn, jak je patrné z obrázku 53, na kterém dochází k viditelnému štěpení sigma fází na hranicích zrn.



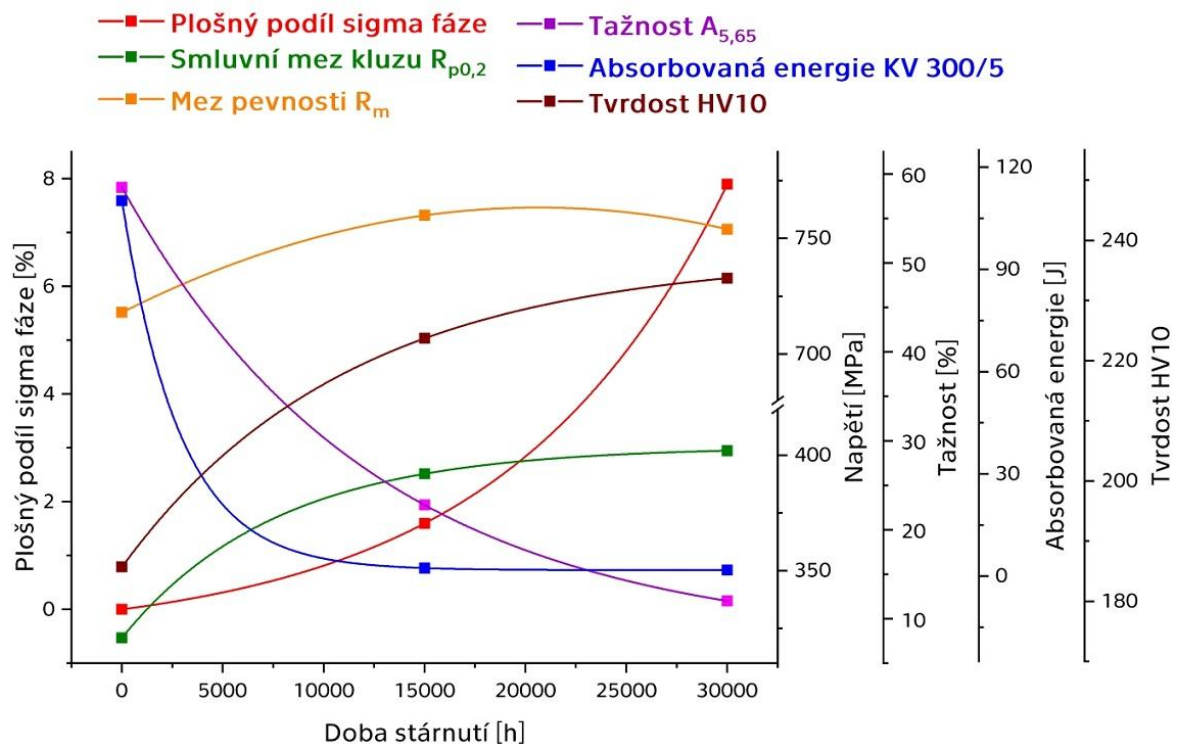
Obrázek 53 – Oblast lomu oceli HR3C po teplotní expozici 675 °C/30 000 h ze zkoušky rázem v ohybu metodou Charpy

Detailnější pohledy, které byly pořízeny pro lepší viditelnost pomocí zpětně odražených elektronů na rozštěpené křehké sigma fáze ze zkoušky rázem v ohybu, jsou zobrazeny na obrázku 54.



Obrázek 54 – Oblast lomu exponované oceli HR3C:  
a) teplotní expozice 675 °C/15 000 h; b) teplotní expozice 675 °C/30 000 h

Dokumentace všech změřených závislostí mechanických vlastností a plošného podílu sigma fáze oceli HR3C na době stárnutí je uvedena na obrázku 55. Vlivem rostoucího plošného podílu sigma fáze dochází k výraznému poklesu absorbované energie a tím ke zkřehnutí oceli.



Obrázek 55 – Závislost sigma fáze a mechanických vlastností na době stárnutí

## 6 Závěr

Cílem diplomové práce byl popis vazby mezi zkřehnutím oceli HR3C a mikrostrukturními změnami způsobenými teplotní expozicí. K získání popisu byly vytyčeny postupné cíle v oddíle 1.2. Výsledky stanovených cílů jsou interpretovány v oddíle 6.1.

### 6.1 Dosažení cílů práce

- Popis změn mikrostruktury HR3C vlivem teplotní expozice

V diplomové práci byly popsány změny mikrostruktury oceli HR3C se zaměřením na precipitaci křehkých částic vlivem teplotní expozice. Bylo zjištěno, že při teplotě 675 °C po dobu 15 000 h dochází k precipitaci sekundárních fází na hranicích zrn, převážně v trojných stycích hranic zrn. S rostoucí dobou izotermického stárnutí na 30 000 h byla zdokumentována intenzivní precipitace sigma fáze především uvnitř austenitických zrn, zatímco na hranicích zrn bylo pozorováno spíše hrubnutí sekundárních fází. S velkou pravděpodobností bude s rostoucí dobou teplotní expozice pokračovat precipitace fáze.

- Identifikace a kvantifikace sigma fáze

Sekundární fáze vyskytující se pouze po teplotní expozici v oceli HR3C byla identifikována pomocí morfologie a získaného chemického složení jako sigma fáze. Po izotermickém stárnutí 675 °C/15 000 h byl pomocí metody prahování kvantifikován plošný podíl sigma fáze 1,6 %. S rostoucí dobou teplotní expozice na 30 000 h byl zvýšen plošný podíl sigma fáze na 7,9 %.

- Zkoušení mechanických vlastností HR3C

Pomocí zkoušení mechanických vlastností v kombinaci s dokumentací lomových ploch na elektronovém mikroskopu byl potvrzen degradační účinek precipitace sigma fáze. Především při precipitaci křehké sigma fáze na hranicích zrn byl zaznamenán enormní pokles absorbované energie, čímž bylo potvrzeno zkřehnutí ocele, které se projevilo také snížením tažnosti a růstem tvrdosti.

## 6.2 Praktická doporučení

Mikrostrukturním hodnocením a mechanickým zkoušením bylo v této diplomové práci prokázáno zkřehnutí austenitické žárovevné oceli HR3C již po 15 000 h teplotní expozice při 675 °C.

Doporučený rozsah teplot aplikace oceli HR3C pro vysokovýkonné USC kotle je 620-680 °C, jak je uvedeno v tabulce 1. Tyto komponenty by měly mít několikanásobně vyšší životnost než je zjištěná doba zkřehnutí 15 000 h, proto by při intenzifikaci teploty na horní hranici mělo dojít ke sledování oceli HR3C. Výsledky diplomové práce by mohly být zařazeny do diagnostického plánu oceli HR3C a pomoci průběžné kontrole daných komponent, například změřením tvrdostí a následným porovnáním s výsledky této práce.

## 6.3 Doporučení pro budoucí práci

Z důvodu dlouhodobé izotermické expozice komponent v oblasti tečení by bylo vhodné provést přepočet kombinace doby a teploty expozice na Larson-Millerův parametr tak, aby bylo možné vztáhnout výsledky práce do reálného provozu a poskytnout tím diagnostické vyjádření pro provozovatele těchto žárovevných materiálů na USC blocích.

Budoucí výzkum by se také měl zaměřit na dopad precipitace na šíření trhliny a stanovení kritérií přípustných velikostí defektů skrze lomovou mechaniku v závislosti na precipitaci sigma fáze.

## 7 Literatura

- [1] ABE, Fujito, Torsten-Ulf KERN a R VISWANATHAN. *Creep-resistant steels*. England: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2008. ISBN 978-1-84569-178-3.
- [2] Výroba elektřiny. ČEZ [online]. [cit. 2019-02-11]. Dostupné z: <https://www.cez.cz/cs/vyroba-elektriny>.
- [3] ZIELIŃSKI, A., SROKA, M., HERNAS, A., KREMER, M. The Effect of Long-Term Impact of Elevated Temperature on Changes in Microstructure and Mechanical Properties of HR3C Steel. *Archives of Metallurgy and Materials*. 2016, (61), 761-766. ISSN 1733-3490.
- [4] Současné elektrárny.KKE [online]. Plzeň [cit. 2019-02-13]. Dostupné z: [https://kke.zcu.cz/export/sites/kke/about/projekty/enazp/projekty/24\\_\\_Zemepis\\_78-79/79\\_\\_MMP/174\\_\\_Souasn-elektrny\\_Prezentace\\_\\_Slva.pdf](https://kke.zcu.cz/export/sites/kke/about/projekty/enazp/projekty/24__Zemepis_78-79/79__MMP/174__Souasn-elektrny_Prezentace__Slva.pdf).
- [5] Žárupevnost a její vliv na životnost energetických zařízení. In: *Konference Tanger* [online]. Hradec nad Moravicí, 2008 [cit. 2019-02-13]. Dostupné z: <http://konference.tanger.cz/data/metal2008/sbornik/Lists/Papers/184.pdf>
- [6] ZHOU, Yinghui, Yongchang LIU, Xiaosheng ZHOU, Chenxi LIU, Jianxin YU, Yuan HUANG, Huijun LI a Wenya LI. Precipitation and hot deformation behavior of austenitic heat-resistant steels: A review. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, 33(12), 1448-1456.
- [7] *Radiation dosage measurement report*. OYYE6138F. Amagasaki, Japonsko: Sumitomo Metal Industries, 2012.
- [8] JONŠTA, Zdeněk. *Žárupevné oceli a slitiny*. V Žilině: ZUSI, 2002. ISBN 80-968-6056-9.

- [9] ZHANG, Zhen, Zhengfei HU, Haoyun TU, Siegfried SCHMAUDER, Gaoxiang WU, Yuan HUANG, Huijun LI a Wenya LI. Microstructure evolution in HR3C austenitic steel during long-term creep at 650°C: A review. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, 681(12), 74-84.
- [10] SHINGLEDECKER, J. a D. GANDY. *Advances in materials technology for fossil power plants: proceedings from the eighth International Conference, October 11-14, 2016 Albufeira, Algarve, Portugal*. Materials Park, Ohio: ASM International, [2016]. ISBN: 978-1-62708-131-3.
- [11] WANG, Bin, Zheng-dong LIU, Shi-chang CHENG, Chun-ming LIU a Jing-zhong WANG. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of HR3C Steel during Long-term Aging at High Temperature. *Journal of Iron and Steel Research International*. 2014, 21(8), 765-773.
- [12] Padilha, A. F., and P. R. Rios. "Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels". *ISIJ International* 42.4 (2002): 325-327.
- [13] HSIEH, Chih-Chun, Weite WU, Shi-chang CHENG, Chun-ming LIU a Jing-zhong WANG. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy*. 2012, 2012(8), 1-16.
- [14] GOLĄŃSKI, Grzegorz, Adam ZIELIŃSKI a Hanna PURZYŃSKA. Precipitation Processes in Creep-Resistant Austenitic Steels. *Austenitic Stainless Steels- New Aspects*. InTech, 2017, ISBN 978-953-51-3701-6.
- [15] WANG, Changshuai, Yunsheng WU, YongAn GUO, Jianting GUO a Lanzhang ZHOU. Precipitation behavior of sigma phase and its influence on mechanical properties of a Ni-Fe based alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019, 784(8), 266-275.

- [16] ZIELIŃSKI, A., M. SROKA, A. HERNAS, M. KREMZER a Lanzhang ZHOU. The Effect of Long-Term Impact of Elevated Temperature on Changes in Microstructure and Mechanical Properties of HR3C Steel. *Archives of Metallurgy and Materials*. 2016, 61(2), 761-766.
- [17] MACEK, Karel a Petr ZUNA. *Nauka o materiálu*. Praha: České vysoké učení technické, 1996. ISBN 80-010-1507-6.
- [18] Fraktografie. *WebMendelu* [online]. Brno [cit. 2019-04-09]. Dostupné z: [http://web2.mendelu.cz/af\\_291\\_projekty2/vseo/print.php?page=3605&typ=html](http://web2.mendelu.cz/af_291_projekty2/vseo/print.php?page=3605&typ=html).
- [19] Mechanismy lomu. *Ústav fyziky materiálů* [online]. Brno: Akademie věd České republiky [cit. 2019-04-07]. Dostupné z: <https://www.ipm.cz/group/fracture/vyuka/doc/P06.pdf>.
- [20] FraktografiaZlin. In: *Inovace Utb* [online]. [cit. 2019-04-09]. Dostupné z: <http://www.inovace.utb.cz/files/FraktografiaZlin.pdf>.
- [21] Giang, N.A., M. Kuna, and G. Hütter. "Influence of carbide particles on crack initiation and propagation with competing ductile-brittle transition in ferritic steel". *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 92 (2017): 89-98. ISSN 0167-8442.
- [22] Optická mikroskopie. In: *VSCHT* [online]. [cit. 2019-04-16]. Dostupné z: [https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/8\\_cFAA.pdf?redirected](https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/8_cFAA.pdf?redirected).
- [23] Microscope. In: *Substech* [online]. [cit. 2019-04-16]. Dostupné z: [http://www.substech.com/dokuwiki/lib/exe/detail.php?id=metallurgical\\_microscope&cache=cache&media=optical\\_microscope.png](http://www.substech.com/dokuwiki/lib/exe/detail.php?id=metallurgical_microscope&cache=cache&media=optical_microscope.png).



- [24] HU, Zheng-Fei a Zhen ZHANG. Investigation the effect of precipitating characteristics on the creep behavior of HR3C austenitic steel at 650 °C. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, 742, 451-463.
- [25] Scanning Electron Microscopy In: *Nanoscience Instruments* [online]. Phoenix. [cit. 2019-04-21]. Dostupné z: <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/>.
- [26] SEM A to Z In: Jeol [online]. Japonsko [cit. 2019-05-01]. Dostupné z: [https://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem\\_atoz\\_all.pdf](https://www.jeol.co.jp/en/applications/pdf/sm/sem_atoz_all.pdf).
- [27] Elektronový mikroskop klíč k odhalení tajemství mikro a nanosvětla In: Chemické listy [online]. Praha, 2018 [cit. 2019-05-02]. Dostupné z: <http://www.chemicke-listy.cz/ojs3/index.php/chemicke-listy/issue/view/259>.
- [28] Metallurgical Microscopes. In: *Kemet* [online]. [cit. 2019-04-17]. Dostupné z: <https://www.kemet.co.uk/products/metallography/microscopes/metallurgical-microscopes>.
- [29] Metalografický mikroskop In: *IPM* [online]. [cit. 2019-04-17]. Dostupné z: <https://www.ipm.cz/vybaveni/metalograficky-mikroskop-zeiss-neophot-32/>.
- [30] Electron Microscopy Center In: North Dakota State University [online]. [cit. 2019-04-23]. Dostupné z: [https://www.ndsu.edu/em\\_lab/instrumentation/jeol\\_jsm\\_7600f/](https://www.ndsu.edu/em_lab/instrumentation/jeol_jsm_7600f/).
- [31] Metalografie In: *Kalírna* [online]. [cit. 2019-04-23]. Dostupné z: <http://www.kalirna.cz/cz/sluzby/item/37-metalografie.html>.
- [32] Documentation of Floral Secretory Glands in Pleurothallidinae (Orchidaceae) Using Scanning Electron Microscopy (SEM) In: *Bio-protocol* [online] [cit. 2019-04-24]. Dostupné z: <https://bio-protocol.org/e2021>.

## Seznam zkratek

$A_{5,65}$	Tažnost; 5,65 – poměr počáteční měřené délky a druhé odmocniny počátečního průřezuvzorku
$\Delta a$	Parametr růstu trhliny
$Al_2O_3$	Oxid hlinitý
BBC	Kubicky prostorově středěné uspořádání
BSE	Zpětně odražené elektrony
DBT	Oblast houževnatého a křehkého přechodu
EDS	Energiově disperzní spektroskopie
FEM	Metoda konečných prvků
GTN	Gursonův model s modifikací Tvergaarda Needlemana
HCl	Kyselina chlorovodíková
$HNO_3$	Kyselina dusičná
HT	Tepelné zpracování
HV10	Tvrдость podle Vickerse se zatížením 10 kp
KV300/5	V vrub, energie kladiva 300J, šířka 5 mm
$L_c$	Zkoušená délka
$M_{23}C_6$	Karbid chromu
$R_m$	Mez pevnosti
$R_{p0,2}$	Smluvní mez kluzu
$\sigma_{CM}$	Pevnost karbidových částic
$\sigma_{cPM}$	Pevnost feritické matrice

$\sigma_0$	Počáteční mez kluzu
SiO <sub>2</sub>	Oxid křemičitý
USC	Ultra super kritický
V-vrub	Vrub ve tvaru V
X <sub>0</sub>	Vzdálenost mezi karbidovými částicemi

## Seznam tabulek

Tabulka 1 – Doporučené slitiny pro vysokovýkonné USC kotle (upraveno z [1]) .....	11
Tabulka 2 – Normalizovaný rozsah chemického složení oceli HR3C [7].....	12
Tabulka 3 – Chemické složení oceli HR3C dodané Sumitomo Metal Industries [7].....	12
Tabulka 4 – Mechanické vlastnosti z tahové zkoušky při 20 °C a 600 °C [7].....	14
Tabulka 5 – Chemické složení a mřížkové parametry sigma fáze (upraveno z [13]) .....	25
Tabulka 6 – Zkoušené délky $L_c$ vzorků oceli HR3C při zkoušce tahem .....	40
Tabulka 7 – Bodové měření EDS chemického složení (v %hm.) .....	46
Tabulka 8 – Absorbovaná energie HR3C ze zkoušky rázem v ohybu .....	49
Tabulka 9 – Mechanické vlastnosti oceli HR3C ze zkoušky tahem .....	53
Tabulka 10 – Získané průměrné tvrdosti HV10 oceli HR3C .....	55

## Seznam obrázků

Obrázek 1 – Závislost pevnosti při tečení na obsahu dusíku, niobu a niklu v oceli HR3C [1].....	13
Obrázek 2 – Přírůstek váhy žárovevných ocelí v prostředí páry při 650 °C po dobu 12 h (upraveno z [10]).....	15
Obrázek 3 - Závislost meze kluzu na době stárnutí (upraveno z [11]).....	16
Obrázek 4 – Závislost absorbované energie na době stárnutí oceli HR3C (upraveno z [11]).....	17
Obrázek 5 – Sigma fáze v místě styku tří hranic zrn v oceli T321H [14].....	18
Obrázek 6 – Vliv obsahu chromu na začátek a teplotu precipitace sigma fáze (upraveno z [14]).....	19
Obrázek 7 – Precipitační diagram sigma fáze pro systém 25Cr/22Ni (upraveno z [13]).....	21
Obrázek 8 – Schematický diagram precipitačního chování sigma ( $\sigma$ ) fáze (upraveno z [13]).....	22
Obrázek 9 – Precipitační mechanismus sigma ( $\sigma$ ) fáze v korozi-vzdorné austenitické oceli AISI 316L [13].....	23
Obrázek 10 – Precipitační mechanismus sigma ( $\sigma$ ) fáze ve feritické oceli DIN 1.4575 [13].....	24
Obrázek 11 – Vliv teploty a doby stárnutí na absorbovanou energii oceli HR3C [16].....	26
Obrázek 12 – Ukázka křehkého lomu [18].....	27
Obrázek 13 – Ukázka houževnatého lomu [18].....	27
Obrázek 14 – Schéma interkrystalické trhliny (upraveno z [19]).....	27
Obrázek 15 – Schéma transkrystalické trhliny (upraveno z [19]).....	27
Obrázek 16 – Použitý FE model (upraveno z [21]).....	28
Obrázek 17 – Směr růstu trhliny v uspořádání částic BCC (upraveno z [21]).....	29
Obrázek 18 – Iniclace a růst trhliny s křehkými částicemi $\sigma_{CPM}/\sigma_0 = 1,0$ [21].....	30
Obrázek 19 – Iniclace a růst trhliny s pevnými částicemi $\sigma_{CPM}/\sigma_0 = 3,0$ [21].....	30
Obrázek 20 - Odolnost proti růstu trhlín $\sigma_{CPM}/\sigma_0 = 1,0$ [21].....	31
Obrázek 21 - Schéma světelného mikroskopu [23].....	32
Obrázek 22 – Mikrostruktura oceli HR3C [24].....	32
Obrázek 23 – Schéma skenovacího elektronového mikroskopu [25].....	33
Obrázek 24 – Obraz sekundárních elektronů krystalu oxidu wolframu [26].....	33
Obrázek 25 – Vliv polohy vzorku na množství emise elektronů [26].....	34
Obrázek 26 - Závislost atomového čísla na intenzitu BSE (upraveno z [26]).....	35
Obrázek 27 – Materiálový kontrast způsobený pomocí zpětně odražených elektronů [27].....	35
Obrázek 28 – Princip vzniku charakteristického rentgenového paprsku (upraveno z [26]).....	35
Obrázek 29 – Rozřezaný plátek z bezešvé trubky oceli HR3C.....	36
Obrázek 30 – Metalografický výbrus.....	37
Obrázek 31 – Světelný mikroskop NEOPHOT 32 [31].....	38
Obrázek 32 – Skenovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F [32].....	38
Obrázek 33 – Výkres zkušební vzorku pro zkoušku rázem v ohybu.....	39
Obrázek 34 – Výkres zkušební vzorku pro zkoušku tahem.....	40

Obrázek 35 – Porovnání mikrostruktur pomocí světelné mikroskopie: a) základní materiál; b) exponovaný materiál 675 °C/15 000 h; c) exponovaný materiál 675 °C/30 000 h	42
Obrázek 36 – Popis mikrostruktury oceli HR3C stárnuté 30 000 h	43
Obrázek 37 – Mapa chromu oceli HR3C exponované 15 000 h	43
Obrázek 38 – Mapa chemického složení ze SEM/EDS oceli HR3C stárnuté 675 °C/30 000 h	44
Obrázek 39 – Mix map chemického složení ze SEM/EDS	45
Obrázek 40 – Bodové a plošné EDS měření chemického složení	45
Obrázek 41 – Mikrostruktura neexponovaného stavu oceli HR3C	46
Obrázek 42 – Metoda prahování stárnuté oceli HR3C (675 °C/15 000 h)	47
Obrázek 43 – Metoda prahování stárnuté oceli HR3C (675 °C/30 000 h)	47
Obrázek 44 – Závislost sigma fáze na době stárnutí	48
Obrázek 45 – Závislost absorbované energie a sigma fáze na době stárnutí	49
Obrázek 46 – Vývoj lomových ploch v závislosti na době stárnutí: a) bez expozice; b) teplotní expozice 675 °C/15 000 h; c) teplotní expozice 675 °C/30 000 h	50
Obrázek 47 – Sigma fáze na lomové ploše ze zkoušky rázem v ohybu	51
Obrázek 48 – Mapy chemického složení ze SEM/EDS	51
Obrázek 49 – Závislost tahových vlastností oceli HR3C na době stárnutí	53
Obrázek 50 – Křehké lomy exponovaných materiálů z tahové zkoušky: a) teplotní expozice 675 °C/15 000 h; b) teplotní expozice 675 °C/30 000 h	54
Obrázek 51 – Houževnatý lom základního materiálu ze zkoušky tahem	54
Obrázek 52 – Závislost tvrdosti HV10 na době stárnutí	55
Obrázek 53 – Oblast lomu oceli HR3C po teplotní expozici 675 °C/30 000 h ze zkoušky rázem v ohybu metodou Charpy	57
Obrázek 54 – Oblast lomu exponované oceli HR3C: a) teplotní expozice 675 °C/15 000 h; b) teplotní expozice 675 °C/30 000 h	58
Obrázek 55 – Závislost sigma fáze a mechanických vlastností na době stárnutí	58

## Přílohy

Příloha 1: Tahové diagramy

Příloha 2: Protokoly ze zkoušky tvrdosti podle Vickerse