

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vliv cyklického zatěžování při vysokých teplotách na žárovevné vlastnosti a mikrostrukturu oceli COST F

Autor: **Bc. Marek MELZER**

Vedoucí práce: **Doc. RNDr. Dagmar JANDOVÁ, Ph.D.**

Akademický rok 2018/2019

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE
(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Marek MELZER**
Osobní číslo: **S17N0048P**
Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Název tématu: **Vliv cyklického zatěžování při vysokých teplotách na
žáropevné vlastnosti a mikrostrukturu oceli COST F.**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Teoretická část:

- a) Materiály komponent parních turbín pracujících v podmínkách ultrasuperkritických parametrů páry.
- b) Únava a creep komponent turbín v tepelných elektrárnách.
- c) Vlastnosti a mikrostruktura rotorové oceli COST F.
- d) Vliv únavového zatěžování na strukturu a vlastnosti ocelí.
- e) Vliv tečení na mikrostrukturu a vlastnosti modifikovaných (9-12)%Cr ocelí.

1. Experimentální část:

- a) Únavové zkoušky oceli COST F při teplotě 600C.
- b) Zkoušky s kombinací cyklického zatěžování a creepu při 600C.
- c) Měření tvrdosti před a po zkouškách.
- d) Metalografický rozbor vybraných vzorků pomocí světelné a elektronové mikroskopie.
- e) Kvantitativní hodnocení sekundárních fází.

1. Diskuse - porovnání vlivu cyklického zatěžování a kombinovaného cyklického zatěžování s creepem na strukturu a vlastnosti studované oceli.

2. Závěr.


Rozsah grafických prací: **fotodokumentace, obrázky**
Rozsah kvalifikační práce: **50-60 stran**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**
Seznam odborné literatury:

1. **Vodárek, V.:** Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí, **Technická univerzita Ostrava, 2003.**
2. **Čadek, J.:** Creep kovových materiálů, **Academia Praha 1984.**
3. **Klesnil, M., Lukáč, P.:** Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání, **Praha, Academia, 1975.**
4. **Kern T-U., Mayer K-H.:** Status of the material development for future steam turbines-Achievements of COST 522, **International Workshop „Performance and Requirements of Structural materials for Modern High Efficient Power Plants”, TU Darmstadt/NIMS/MPA Stuttgart, 6-9th September 2005, Darmstadt, Germany.**
5. **Korcakova, L., Hald, J., Somers, M. A. J.:** Quantification of Laves phase particle size in 9CrW steel, **Materials Characterization 47 (2001) 111-117.**
6. **Jandová D.:** Mikrostrukturní změny ve svarových spojích feritických žárovevých ocelí po creepových expozicích, **habilitační práce, FST, ZČU v Plzni, 2006.**

Vedoucí diplomové práce: **Doc. RNDr. Dagmar Jandová, Ph.D.**
Nové technologie – výzkumné centrum
Konzultant diplomové práce: **Ing. Josef Strejcius**
VZÚ Plzeň, s.r.o.
Datum zadání diplomové práce: **5. října, 2018**
Termín odevzdání diplomové práce: **24. května, 2019**


Doc. Ing. Milan Edl, Ph.D.
děkan




Prof. Dr. Ing. Antonín Kříž
vedoucí katedry

V Plzni dne 30. října 2018

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat paní Doc. RNDr. Dagmar Jandové, Ph.D. za vedení a cenné rady při zpracování této diplomové práce. Dále bych rád poděkoval profesorskému kolektivu na katedře materiálů na ZČU a kolektivu pracovišti NTC za poskytnutí zázemí a informací. A v neposlední řadě bych rád poděkoval celé své rodině a přítelkyni za trpělivost a důvěru, kterou ve mne vkládali po celou dobu mého studia.

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

| | | | |
|----------------------|---|-----------------------|-------------------------|
| AUTOR | Příjmení Melzer | Jméno Marek | |
| STUDIJNÍ OBOR | N2301 Strojní inženýrství | | |
| VEDOUcí PRÁCE | Příjmení (včetně titulů) Doc. RNDr. Jandová, Ph.D. | Jméno Dagmar | |
| PRACOVISŤE | ZČU - FST - KMM | | |
| DRUH PRÁCE | DIPLOMOVÁ | BAKALÁŘSKÁ | Nehodící se škrtněte |
| NÁZEV PRÁCE | Vliv cyklického zatěžování při vysokých teplotách na žárovevné vlastnosti a mikrostrukturu oceli COST F | | |

| | | | | | |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|
| FAKULTA | strojní | KATEDRA | KMM | ROK ODEVZD. | 2019 |
|----------------|---------|----------------|-----|--------------------|------|

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

| | | | | | |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|----|
| CELKEM | 63 | TEXTOVÁ ČÁST | 41 | GRAFICKÁ ČÁST | 22 |
|---------------|----|---------------------|----|----------------------|----|

| | |
|---|--|
| <p style="text-align: center;">STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK)</p> <p>ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY</p> | <p>Tato diplomová práce se zabývá vlivem mechanického zatěžování na mikrostrukturní změny žárovevné vysokochromové oceli COST F. Byly provedeny zkoušky nízkocyklové únavy a zkoušky kombinací únavy a creepu při 600 °C. Byl sledován vývoj karbidů chromu a precipitace Lavesovy fáze. Kvantitativní hodnocení částic na snímcích SEM prokázalo jen nepatrný vliv zatěžování na velikost karbidů M₂₃C₆. Únava ani creepu v daném experimentu nevedly k precipitaci nežádoucí Lavesovy fáze, Kvantitativní hodnocení minoritních fází je doplněno o zkoušky tvrdosti.</p> |
| <p style="text-align: center;">KLÍČOVÁ SLOVA</p> <p style="text-align: center;">ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE</p> | <p style="text-align: center;">COST F, rotorová ocel, nízkocyklová únava, creep, kvantitativní hodnocení precipitátů, karbidy M₂₃C₆, SEM</p> |

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

| | | |
|--------------------------|---|---|
| AUTHOR | Surname Melzer | Name Marek |
| FIELD OF STUDY | N2301 Mechanical Engineering | |
| SUPERVISOR | Surname (Inclusive of Degrees) Doc. RNDr. Jandová, Ph.D. | Name Dagmar |
| INSTITUTION | ZČU - FST - KMM | |
| TYPE OF WORK | DIPLOMA | BACHELOR Delete when not applicable |
| TITLE OF THE WORK | Influence of cyclic loading at high temperature on heat resistant properties and microstructure of steel COST F | |

| | | | | | |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|
| FACULTY | Mechanical Engineering | DEPARTMENT | KMM | SUBMITTED IN | 2019 |
|----------------|------------------------|-------------------|-----|---------------------|------|

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

| | | | | | |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|----|
| TOTALLY | 63 | TEXT PART | 41 | GRAPHICAL PART | 22 |
|----------------|----|------------------|----|-----------------------|----|

| | |
|---|---|
| BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS | This thesis deals with influence of mechanical loading on microstructural changes of heat resistant high chrome steel COST F. Tests of LFC and LFC+creep at temperature 600 °C were performed. Development of chromium carbides and precipitation of Laves phase were investigated. Using quantitative evaluation of particles on SBM micrographs, only slight increase in size of M ₂₃ C ₆ carbides was demonstrated. Either fatigue nor creep in this experiment resulted in precipitation of Laves phase. Quantitative evaluation of minor phasis are supported by hardness measurement. |
| KEY WORDS | COST F, rotor steel, LFC, creep, quantitative evaluation of precipitates M ₂₃ C ₆ carbides, SEM |

Obsah

| | |
|--|----|
| 1 Úvod | 1 |
| 2 Materiály komponent parních turbín pracujících v podmínkách ultra-superkritických parametrů páry | 2 |
| 2.1 Vývoj tepelného hospodářství | 2 |
| 2.2 Ultra-superkritické parametry páry | 3 |
| 2.3 Stěžejní programy a nové materiály | 4 |
| 3 Únava a creep komponent turbín v tepelných elektrárnách | 6 |
| 3.1 On-line vibrace a dynamický stav rotorů | 6 |
| 3.2 Mechanismy poškozování lopatek parní turbíny | 7 |
| 3.3 Mechanismy poškozování membrán a trysek..... | 8 |
| 3.4 Mechanismy poškozování skříní a ventilů..... | 9 |
| 4 Vlastnosti a mikrostruktura rotorové oceli COST F | 10 |
| 4.1 Vlivy jednotlivých prvků na mikrostrukturu oceli | 10 |
| 5 Vliv únavového zatěžování na strukturu a vlastnosti ocelí | 13 |
| 5.1. Vliv únavového zatěžování na mikrostrukturu precipitačně vytvrzených slitin..... | 13 |
| 5.2 Vliv pracovní atmosféry na šíření únavové trhliny..... | 14 |
| 6 Vliv tečení na mikrostrukturu a vlastnosti modifikovaných (9-12)%Cr ocelí | 16 |
| 6.1 Zpevnění tuhého roztoku | 16 |
| 6.2 Precipitační zpevnění | 17 |
| 6.2.1 Částice $M_{23}C_6$, MX, M_2X , Z-fáze, Lavesova fáze | 17 |
| 6.3 Precipitační sekvence..... | 18 |
| 6.4 Rychlost tečení a mechanismy creepu..... | 18 |
| 7 Cíle a návrh experimentálního programu | 21 |
| 8 Experimentální materiál..... | 22 |
| 8.1 Výchozí vzorek..... | 22 |
| 9 Únavové zkoušky oceli COST F při teplotě 600 °C..... | 23 |
| 9.1 Průběh zkoušek a zkušební zařízení | 23 |
| 9.2 Fraktografie únavově porušených vzorků..... | 25 |
| 10 Zkoušky s kombinací cyklického zatěžování a creepu při 600 °C | 28 |
| 10.1 Průběh zkoušek a zkušební zařízení | 28 |
| 10.2 Metalografické hodnocení vzorků | 29 |
| 11 Měření tvrdosti před a po zkouškách..... | 30 |
| 11.1 Změna mechanických vlastností | 30 |

| | |
|--|----|
| 11.2 Změna tvrdosti | 31 |
| 12 Kvantitativní hodnocení sekundárních fází | 32 |
| 12.1 Analýza částic sekundárních fází | 32 |
| 12.2 Volba příznaků, jejich měření a výpočet | 33 |
| 13 Výsledky kvantitativního hodnocení částic | 37 |
| 13.1 Snímky mikrostruktury oceli COST F | 37 |
| 13.2 Kvantitativní hodnocení výchozího vzorku | 38 |
| 13.3 Kvantitativní hodnocení částic – nízkocyklová únava | 40 |
| 13.4 Kvantitativní hodnocení částic – únava + creep | 43 |
| 13.5 Porovnání dosažených výsledků | 44 |
| 13.5 Hodnocení substruktury | 46 |
| 14 Diskuse | 49 |
| 14.1 Vliv zatěžování na precipitaci | 49 |
| 14.1.2 Hodnocení částic po únavovém zatěžování | 50 |
| 14.1.3 Hodnocení částic po kombinaci únavy a creepu | 50 |
| 14.2 Měření tvrdosti | 51 |
| 15 Závěr | 52 |
| 16 Zdroje | 53 |

1 Úvod

Jednou z nejvýznamnějších oblastí energetického průmyslu jsou tepelné elektrárny. Dle [1] měly v roce 2016 jen v České republice největší podíl na výrobě elektrické energie tepelné elektrárny spalující černé a hnědé uhlí. Z celkových vyrobených 83 302 GWh vyrobily tepelné elektrárny 41 947 GWh, tedy více jak 50 % z celkové vyrobené elektrické energie. Celosvětově by měly tepelné elektrárny vyrobit až 60 % elektrické energie [2] a to i navzdory zvyšujícímu se trendu v oblasti obnovitelných zdrojů energie jako jsou vodní, větrné a sluneční elektrárny. V nejbližší budoucnosti lze očekávat udržení tepelných elektráren v čele produkce elektrické energie, což dává spoustu otázek. Jaká je účinnost tepelných elektráren? Lze tuto účinnost zvýšit? Jakými prostředky toho docílit?

Jak je popsáno v [3] už desítky let je snaha o zvýšení parametrů páry, což by zlepšilo účinnost tepelných elektráren. Při vyšších parametrech páry se zhoršují pracovní podmínky pro komponenty (kotle, parovody, rotory a lopatky turbín). Aby komponenty měly vyhovující životnost při těžkých pracovních podmínkách (teplota, tlak) je nutné vyrábět tyto komponenty z materiálů odpovídajících vlastností. Požadované vlastnosti těchto materiálů jsou odolnost proti tečení, mechanické a tepelné únavě, odolnost proti oxidaci v prostředí vodní páry a v neposlední řadě nízká cena a snadná vyrobiteľnost.

V [4] je popsána jedna z cest, kterou je evropský projekt AD700. V tomto projektu je snaha o zvýšení teploty páry až na 700°C. Tento projekt je založen na použití niklových super slitin jako 617, 625 a 263 pro parní vedení, komponenty kotlů a rotorů turbín. Další cestou je modifikace 9-12%Cr ocelí, které jsou vyvíjeny bez mála už 30 let. V minulosti se podařilo zvýšit parametry páry z předchozích 250 bar a 540-560 °C na hodnoty 300 bar a 600-620°C. Toto zvýšení parametrů páry bylo umožněno díky vývoji 9%Cr martenzitických ocelí. V přítomnosti je snaha modifikovat tyto oceli takovým způsobem, aby teplota páry mohla být zvýšena až na 650 °C. Modifikace 9-12%Cr ocelí a zvýšení teploty páry na 650°C má oproti použití niklových superslitin větší potenciál především z ekonomického, ale i technického úhlu pohledu.

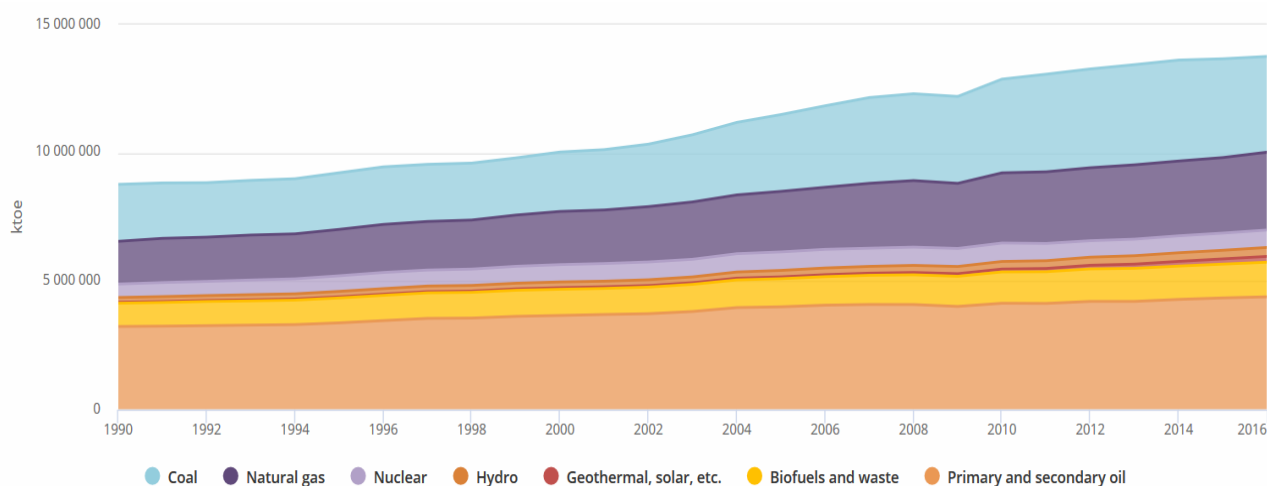
Jedním z dominantních programů pro modifikaci 9-12%Cr ocelí je program COST (Cooperation in the field of Science and Technology). V rámci tohoto programu byly vyvinuty nové oceli, na příklad oceli COST F a COST FB2. Tyto oceli jsou používány pro výrobu svařovaných rotorů turbín tepelných elektráren pracujících v podmínkách ultrasuperkritických parametrů páry. [3]

Tato diplomová práce je zaměřena na experimentální zkoušení rotorové oceli COST F. Zkušební vzorky byly podrobeny v rámci projektu COST dlouhodobým zkouškám tečení [2]. Tyto zkoušky jsou v předložené práci doplněny o únavové zkoušky při teplotě 600 °C a kombinaci únavy a creepu. Diplomová práce se zabývá zejména hodnocením vlivu únavy a creepu na precipitaci karbidů chrómu a Lavesovy fáze.

2 Materiály komponent parních turbín pracujících v podmínkách ultra-superkritických parametrů páry

2.1 Vývoj tepelného hospodářství

Jak bylo zmíněno v úvodu, tepelné elektrárny jsou hlavním producentem elektrické energie nejen v České republice, ale i ve světě. Na **obr. 1** je zobrazena vzrůstající poptávka po energiích ve světě. Podle tohoto grafu je nejvyšší poptávka po fosilních palivech a dále stoupá [5]. Nicméně ve vyspělých státech západní Evropy i v USA se postupně upouští od provozu tepelných elektráren spalujících fosilní paliva. Hlavními důvody jsou jednak ekologie a jednak docházející zásoby uhlí. Pro představu jedna uhelná elektrárna s výkonem 1000 MW vypustí do atmosféry 10^{10} Kg CO₂ za jediný rok, přičemž z jedné tuny uhlí vznikne 2,86 tun CO₂. K tomu je potřeba přičíst další plyny jako SO₂ a různé oxidy dusíku. Elektrárny na fosilní paliva jsou naopak na vzestupu v zemích jako Indie a Čína, jelikož mají značné zásoby uhlí. [6]



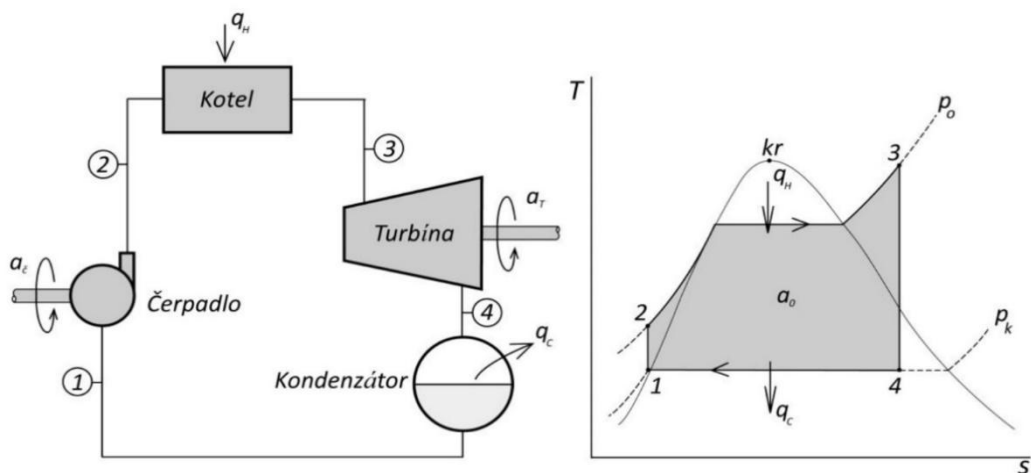
Obr. 1 – spotřeba energetických zdrojů ve světě [5]

V České republice započala přestavba některých elektrárenských bloků již v roce 2005. Naproti tomu provoz některých elektráren byl omezen nebo zrušen. Důvodem ukončení provozů elektráren jsou docházející zásoby uhlí a také náklady spojené s rekonstrukcemi, které by musely být zásadního charakteru. Nicméně úplný konec elektráren spalujících uhlí by neměl nastat dříve než v roce 2050. A i když tedy nejsou tepelné elektrárny předmětem výroby elektrické energie v daleké budoucnosti, pro dobu nejbližších 30 let je výhodné zlepšovat provozní schopnosti současných elektráren spalujících fosilní paliva. [6]

2.2 Ultra-superkritické parametry páry

Základními mechanismy zvýšení účinnosti tepelných elektráren jsou podle [7] optimalizování proudění páry v turbínách (nové tvary lopatek, zlepšení těsnění pro zamezení úniků, optimalizace geometrie, odsávací nebo výfukové trysky pro snížení tlakových ztrát), optimalizace tepelného cyklu (sekundární ohřátí, přídatné ohříváče vody) a zvýšení parametrů páry v cyklech vodní páry (USC PP – Ultra Super Critical Power Plants).

Tato kapitola pojednává především o zvyšování účinnosti tepelných elektráren zvyšováním pracovních parametrů páry. Převážná většina modernizovaných elektráren nyní pracuje s nadkritickými parametry páry. Nadkritické parametry páry jsou takové, kdy je provozní tlak páry nad kritickou hodnotou 22,1 MPa a teplotou 374,15 °C (**obr. 2**). Tehdy se sytá voda mění přímo v sytou páru bez vzniku dvoufázové směsi, tzv. mokré páry. [8] Provoz elektráren s nadkritickými parametry se dále rozděluje na nadkritické s párou o tlaku kolem 25 MPa a o teplotě 540-560 °C a superkritické/ultra-superkritické s tlakem páry až 31 MPa a teplotou 580-600 °C/ 600-650 °C. Tepelný oběh páry v uhelných elektrárnách je založen na principu Rankine-Clausiova oběhu (**obr. 2**). Výchozí bod tohoto oběhu je na obrázku v bodě 1. Na tomto místě je do systému přiváděna sytá kapalina. Mezi body 1 a 2 probíhá děj zvaný adiabatická komprese. Při tomto ději je sytá kapalina stlačena na tlak ohřevu. Takto stlačená sytá kapalina je přivedena do kotle, kde je ohřívána na sytou nebo přehřátou páru. Přehřátá pára poté putuje parovody na lopatky turbíny, kde adiabaticky expanduje a část její energie je přeměněna na práci. Pára, která projde turbínou, nakonec putuje do kondenzátoru, kde kondenzuje opět na sytou kapalinu a ta je přečerpána čerpadlem a cyklus se opakuje. [9]



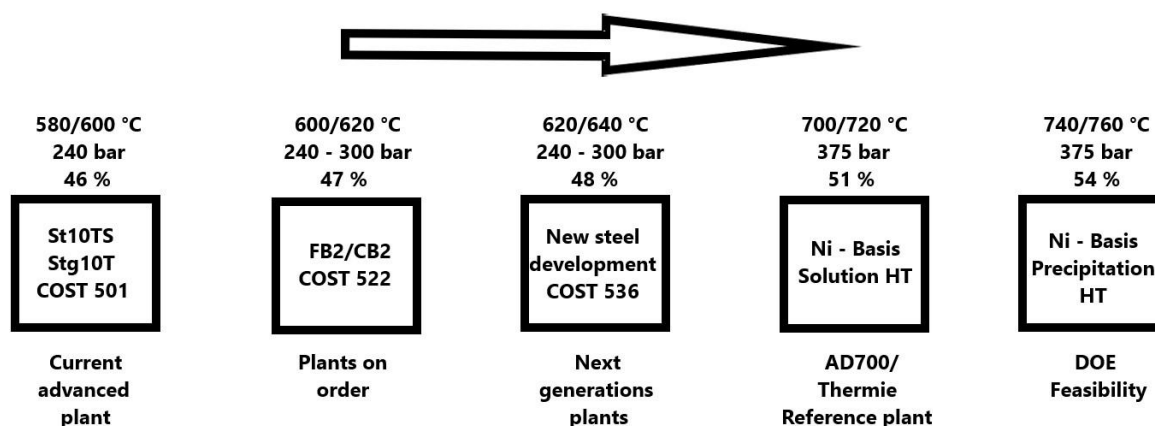
Obr. 2 – tepelný cyklus páry v uhelných elektrárnách [9]

S nadkritickými parametry páry dosahují tepelné elektrárny daleko vyšší účinnosti pracovního cyklu a také jsou zlepšovány ekologické podmínky provozu. Dřívější podkritické parametry páry, o hodnotách 180 barů a 530-540 °C, odpovídaly účinnosti tepelných elektráren kolem 30-35 %. Zvýšení hodnot parametrů páry na ultra-superkritické parametry, tedy na tlak 300 barů a teploty až 620 °C, znamenalo zvýšení účinnosti na 42-47 %. Z pohledu ekologie to znamená snížení emisí CO₂ až o 30 %. V přítomnosti je snaha o další zvyšování parametrů, a to na teplotu 650 °C. Pro dosažení takového zlepšení je zapotřebí odpovídajícího materiálového výzkumu. [4]

2.3 Stěžejní programy a nové materiály

Vývoj materiálů pro tepelné elektrárny započal už v 60. letech minulého století. Cílem je vyvinout takové materiály, které by pomohly dosáhnout vyšších pracovních parametrů a zvýšit tak účinnost tepelných elektráren. Na **obr. 3** je zobrazen průběh vývoje nových materiálů pro rotory parních turbín. [10]

Obr. 3 – vývoj nových materiálů pro tepelné elektrárny [10]



V Evropě se jedná především o programy COST, z nichž první program COST 501 započal už v roce 1986. Byl zaměřen na vývoj modifikovaných (9-12)Cr1Mo ocelí, jejichž základem se stala ocel P91 vyvinutá v USA a později ocel P92 vyvinutá v Japonsku. Jedná se o oceli legované 9 % chromu a 1 % molybdenu, respektive kombinací molybdenu a wolframu v různých poměrech o jejich celkovém obsahu 2 %, a dalšími prvky (V, Co, B, Nb). U těchto ocelí byly pozorovány zlepšené vlastnosti, jako jsou creepová pevnost, nebo odolnost proti zkrhnutí při svařovacích operacích. V dnešní době je ocel P92 využívána především pro výstavbu parovodů v tepelných elektrárnách. Pro rotory byly v tomto programu vyvinuty oceli St10TS a Stg10T. Dle [11] jsou tyto materiály používány pro výrobu IGT (Industrial gas turbine) rotorů do maximální teploty 600 °C. Dále pak byla v rámci tohoto programu vyvinuta ocel COST F. [10]

Další významnou částí byl program COST 522. V rámci tohoto programu byly vyvinuty oceli COST FB2 a CB2. Tyto oceli jsou v přítomnosti používány především pro rotory parních turbín pro ultra-superkritické parametry páry. Zatímco ocel FB2 je určená pro výrobu kovaných rotorů, ocel CB2 je určená pro odlité rotory. V dalším programu COST 536 je snaha o modifikaci stávajících předních ocelí jako P92, FB2 a CB2 pro aplikaci do teplot až 650 °C. V úvodu práce byl rovněž zmíněn projekt AD700, kde je snaha o použití niklových slitin pro komponenty, které se používají za vysokých teplot. I přes znalost vlastností daných materiálu, nebyly nikdy před tím tyto materiály použity pro výrobu parních turbín o výkonu 1000 MW. V rámci tohoto programu byl vyroben rotor svařený ze dvou částí, niklové slitiny a 10%Cr oceli. Ocelová část rotoru je umístěná v místě s nižší teplotou. Niklové slitiny byly použity pro vysokoteplotní oblast rotoru a dále pro vnitřní kryt, šrouby a lopatky [10]

Výhoda takto sestaveného rotoru spočívá v tom, že není třeba použití chlazení. Nicméně společnost ALSTOM provádí výzkum, zda by byl tento design s limitovaným chlazením ekonomicky výhodný, vzhledem k cenové dostupnosti niklových slitin. Tabulka 1 ukazuje nejlepší produkované materiály pro použití v tepelných elektrárnách. [10]

Tab. 1 – Nejlepší materiály komponent tepelných elektráren [4]

| Komponenta | Materiál | složení | Maximální teplota provozu |
|----------------|------------|----------------------------------|---------------------------|
| panely pece | T23 | 0,06C-2,25Cr-0,3Mo-1,6W-V-Nb-N-B | 525 °C |
| | T24 | 0,7C-2,4Cr-1Mo-V-Ti-N-B | 525 °C |
| Přehřívač páry | TP347HFG | 18Cr-10Ni-1Nb | 655 °C |
| | SUPER 304 | 18Cr-9Ni-0,4Nb-Cu-N | 655 °C |
| | Sanicro 25 | 23Cr-25Ni-3,5W-3Cu-1,5Co-Nb-N | 685 °C |
| Parní potrubí | P92 | 0,1C-9Cr-1,5Mo-1Co-V-Nb-N-B | 600 °C |
| Turbína | FB2/CB2 | 0,13C-9Cr-1,5Mo-1Co-V-Nb-N-B | 620 °C |

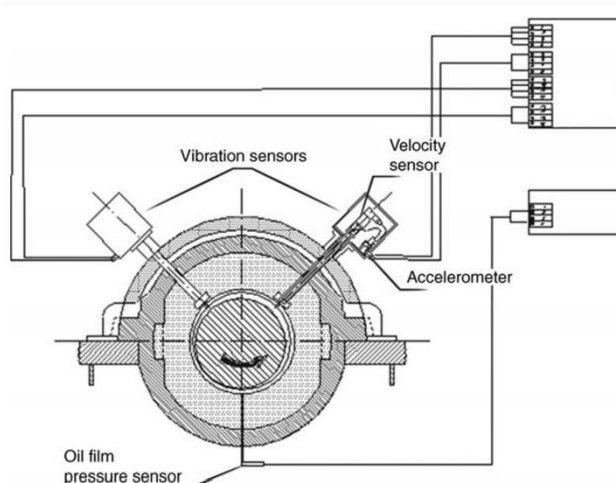
3 Únava a creep komponent turbín v tepelných elektrárnách

Rotory parní turbíny jsou mezi nejvíce kritickými a zatěžovanými komponentami tepelných elektráren. Ve většině případů, především kvůli cyklickému provozu, může být tepelně mechanické únavové poškození více důležité než tečení pro definování životnosti většiny velkých parních turbín. Pozornost tedy musí být koncentrována na přechodné podmínky. Zaznamenané teplotní/tlakové přechody mohou být použity k odvození časově závislých teplotních/tlakových rozdílů ve většině kritických poloh podél rotoru a ostatních součástí turbíny. V této kapitole jsou popsány hlavní mechanismy porušování komponent parní turbíny, které jsou popsány v [12].

3.1 On-line vibrace a dynamický stav rotorů

V tepelných elektrárnách má digitální řídicí systém zásadní roli při zjišťování dlouhodobé funkčnosti a spolehlivosti pro parní turbínu, plynovou turbínu, generátor a hlavní pomocná zařízení. Teplotní a tlaková historie je systematicky zaznamenávána v rozhodujících místech parních turbín během spouštění, vypínání a dalších provozních přechodů, stejně jako při provozu v ustáleném stavu. Tato informace je mimořádně užitečná pro monitorování výkonu a hodnocení životnosti. [12]

Monitorování vibrací je jádrem dynamického řízení hlavního rotačního stroje. Je to primární zdroj informací o skutečném dynamickém stavu stroje v reálném čase. Tato informace je podpořena dalšími parametry, od aktuálního zatížení jednotky až po tlak filmu oleje, což napomáhá diagnostické interpretaci vibračních dat. V současné době jsou systémy pro monitorování vibrací s vysokou složitostí a výkonem schopny poskytnout vyčerpávající diagnostické informace v reálném čase zaměstnancům elektrárny o aktuálním dynamickém stavu a výkonu rotujících strojů. Standardní vysokovýkonné systémy pro monitorování vibrací se skládají z dvojic akcelerometrů namontovaných na každém ložisku hřídele turbíny na 90° od sebe (**obr. 4**). [12]



Obr. 4 – monitorovací systém vibrací rotoru parní turbíny [12]

Anomální zvýšení amplitudy vibrací během přechodů může odhalit přítomnost rostoucích defektů v rotoru. Zajímavý příklad schopnosti zjišťovat přítomnost trhlin v rotoru generátoru sledováním vibrací lze nalézt v Bicego et al., 1999. Systém sledování vibrací odhalil postupné zvyšování amplitudy vibrací rotoru generátoru 370 MVA po asi 133 000 provozních hodin a 400 startupů. Zařízení bylo vypnuto a rotor byl zlikvidován, protože další analýzy prokázaly přítomnost hluboké únavové trhliny (60 % rotorové příčné části). V tabulce 2 jsou zobrazeny hlavní příčiny a místa porušení rotorů parních turbín, včetně možných nápravných opatření. [12]

Tab. 2 – Hlavní místa, příčiny a nápravná opatření vysokotlakých (HP), středotlakých (IP) a nízkotlakých (LP) rotorů parních turbín [12]

| Komponenta | Pozice | Příčina porušení | Nápravné opatření |
|-------------|--------------------|----------------------------|-------------------|
| HP-IP rotor | Vnější drážka | Únava, creep | Broušení |
| | Středové vrtání | Únava, creep Křehký lom | Převrtání |
| | Drážka pro lopatku | Únava, creep | |
| LP rotor | Středové vrtání | Únava, creep Křehký lom | Převrtání |

3.2 Mechanismy poškozování lopatek parní turbíny

Pro úplnost jsou převažující mechanismy poškození pozorované u ostatních komponent parních turbín shrnuty v tabulkách 3, 4 a 5.

Primární síly působící na lopatky jsou odstředivé tahové síly v důsledku otáčení a ohybové síly, které jsou způsobené proudem páry. Kromě stálých sil jsou lopatky také vystaveny nerovnoměrnému proudění páry, což způsobuje únavové jevy. První etapy lopatek jsou také vystaveny působení složitých sil při částečném vstřiku páry a občasnému překročení rychlosti a únavovému namáhání v důsledku přechodů na start-stop. U kotoučů vznikají problémy zejména z únavy koroze v důsledku nečistot kondenzujících z páry a eroze vodních kapiček. Obecně jsou hlavními příčinami poškození čepelí: korozní praskání (22 %), únava při vysokých cyklech (20 %), krakovací koroze (7 %), prasknutí při tečení (6 %), únava při nízkých cyklech (5 % koroze, neznámé (26 %), jiné příčiny (10 %)). Hlavními mechanismy poškození membrán a tryskových skříní jsou tečení a tepelné zkreslení komor nástavců a praskání kořenů trysek v důsledku tečení a tepelné únavy. [12]

Tab. 3 - Hlavní místa poruch, příčiny a nápravná opatření lopatek parních turbín [12]

| Komponenta | Pozice | Příčina porušení | Nápravné opatření |
|---------------|---|----------------------------|--|
| HP-IP lopatky | Kořen a čep čepele | Creep (v prvních stádiích) | Výměna kořene čepele, obráběcí a svařovací opravy |
| | | Vysokocyklová únava | |
| | Povrch lopatek | Eroze pevnými částicemi | Obráběcí a svařovací opravy |
| | Kryty pásů a čepů | | |
| Čep lopatky | Vysoká napjatost | Výměna čepů | |
| LP lopatky | Povrch a čepy lopatek | Korozní únava | Obráběcí a svařovací opravy, výměna čepů |
| | Ostří lopatek | Eroze/koroze | Svařovací opravy, nahrazení novým designem, ochranné povlaky |
| | Spojovací vodiče, otvory pro vodiče, otvory pro čepy, ostří lopatek | Napěťová koroze | Svařovací a obráběcí opravy, výměna čepů lopatek, svařovací opravy ostří lopatek |
| | Čep lopatky | Vysoká koncentrace napětí | Výměna čepů |

3.3 Mechanismy poškozování membrán a trysek

Membrány a boxy s tryskami jsou stacionární komponenty, a tudíž tolerantní k trhlinám. Trhliny mohou být opraveny svařem nebo může být tryska vyřazena z provozu, když opravy již nejsou možné nebo když jsou narušení zásadního charakteru. Dalším problémem, který se týká prvních několika stupňů trysek a čepelí v sekcích HP a IP, je eroze pevnými částicemi, zejména pevnými částicemi magnetitu z kotlů. Hlavními příčinami poškození ventilů a parní komory jsou nízkocyklová únava při tepelných přechodech během přechodů, plíživost v rovnovážných podmínkách při plném zatížení, eroze způsobená parními částicemi a opotřebením. Jelikož jsou to klíčové komponenty tlakových nádob, které pracují při vysoké teplotě a tlaku, jejich selhání zahrnuje obavy týkající se bezpečnosti i výpadku. [12]

Tab. 4 – Hlavní místa poruch, příčiny a nápravná opatření membrán a trysek parní turbíny [12]

| Komponenta | Pozice | Příčina poruchy | Nápravné opatření |
|-------------------|------------------|-------------------------|-------------------|
| Membrány a trysky | Komory a kořeny | Únava, creep | Svařovací opravy |
| | Komory a lopatky | Tepelné zkroucení | Výměna |
| | Povrch lopatek | Eroze pevnými částicemi | Výměna |

3.4 Mechanismy poškození skříní a ventilů

Poškození skříně parní turbíny se obecně skládá z deformace a/nebo prasknutí. Prasknutí pláště může vést k netěsnosti páry, zatímco zkroucení může způsobit další poškození způsobené stykem mezi stacionárními a rotujícími částmi. Trhliny v plášti se typicky objevují u přívodů HP a IP úseků, kde jsou místní tepelná namáhání vyšší. Trhliny mohou být pozorovány, i když v menší míře, na vstupní části krytu LP. Obecně jsou příčinou praskání v krytech HP a IP nízké cykly / tepelná únava, ke kterým dochází během startupů a odstavení (65 %), křehké lomy (30 %) a tečení (5 %). Křehké trhliny se vyskytují v přechodech pouzdra. [12]

Tab. 5 – Hlavní místa poruch, příčiny a nápravné opatření ventilů a skříně parní turbíny [12]

| Komponenta | Pozice | Příčina poruchy | Nápravné opatření |
|-----------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Ventily a parní skříň | Skříň | Únava, creep | Svařovací opravy |
| | Ventily a těsnění | Eroze, opotřebení | Výměna |

4 Vlastnosti a mikrostruktura rotorové oceli COST F

Ocel COST F je výsledkem evropského programu COST 501. Tato ocel je používána pro výrobu rotorů parních turbín a je předchůdcem oceli COST FB2, která byla vyvinuta v programu COST 522. Vlastnosti a mikrostrukturu ocelí určuje především chemické složení oceli a její stav po tepelném zpracování. Tabulka 6 zobrazuje chemické složení oceli COST F. Dalším označením této oceli je dle evropské normy X14CrMoVNbN10-1 nebo dle německé normy 1.4902. V této kapitole jsou popsány vlivy legujících prvků na mikrostrukturu oceli COST F a její vlastnosti, jelikož je zkoušení této oceli předmětem praktické části této diplomové práce.

Tab. 6 – Chemické složení oceli COST F

| Prvek | Si | Mn | Cr | Ni | V | Al | P | C | S | Nb | Mo | N |
|---------|-----|---------|--------|---------|-----------|-------|-------|-----------|-------|------------|---------|-----------|
| Obsah % | 0,1 | 0,4-0,5 | 10,-11 | 0,5-0,7 | 0,15-0,25 | 0,012 | 0,015 | 0,11-0,16 | 0,007 | 0,004-0,06 | 1,4-1,6 | 0,04-0,06 |

4.1 Vlivy jednotlivých prvků na mikrostrukturu oceli

Obsah uhlíku je u 9-12% Cr ocelí sledovaným parametrem, jelikož uhlík významně ovlivňuje žárovevnost těchto ocelí. U těchto ocelí je vyžadována vysoká hodnota žárovevnosti. Obsah uhlíku dále ovlivňuje teplotu M_s a M_f . Teploty martenzit start a martenzit finish jsou důležité z pohledu tepelného zpracování ocelí. Jelikož snižování těchto teplot podporuje stabilizaci zbytkového austenitu u rozměrných výrobků, kterými rotory parních turbín jsou. Uhlík je důležitý rovněž z pohledu vytváření karbidů, které precipitačně zpevňují oceli. Obsah uhlíku se v COST F oceli pohybuje mezi 0,11 – 0,16 hm. %. [3]

Pozitivní vliv na žárovevnost má jako uhlík i dusík. Nicméně jeho doporučený obsah je mnohem nižší. U COST F oceli se pohybuje mezi 0,04-0,06 hm. %. S vyšším obsahem dusíku dochází naopak ke zhoršování žárovevnosti. V kombinaci s přísadou boru se vytvářejí relativně hrubé primární částice BN. Přísada boru se objevuje u ocelí COST FB2, jelikož má bor rozpuštěný v tuhém roztoku pozitivní vliv na žárovevnost. [3]

Důležitým prvkem je rovněž přísada molybdenu/wolframu. Tyto prvky, jež mají větší atomový poloměr nežli železo, zvyšují zpevnění tuhého roztoku. Obsah těchto prvků je diskutabilní a v zásadě se technická veřejnost přiklání ke dvěma názorům. Jedním z názorů je, že by hodnota obsahu těchto prvků neměla překročit $Mo_{ekv.} = 1$. Druhý názor říká, že obsah těchto prvků může odpovídat $Mo_{ekv.} = 1,2-1,5$. Důležitou podmínkou je, aby celkový obsah těchto prvků nepřekročil mez rozpustnosti. Překročení meze rozpustnosti znamená precipitaci fáze M_6X , ale především Lavesovy fáze (Fe_2W , Fe_2Mo). Hodnota $Mo_{ekv.}$ se vypočte dle vzorce 1. V tomto vzorci je zohledněn rozdíl hmotností obou prvků. U oceli COST F se pohybuje obsah molybdenu okolo 1,2-1,6 hm. %. [3]

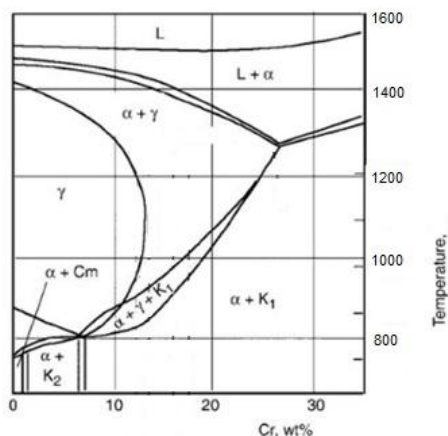
$$Mo_{ekv.} = \text{hm. \% Mo} + 0,5(\text{hm. \% W}) \quad (1)$$

Odolnost proti oxidaci u 9-12% Cr ocelí je zprostředkována především přísadou chromu. Žáropevnost ocelí může být naopak ovlivněna negativně, jelikož přísada chromu ovlivňuje stabilitu karbidů $M_{23}C_6$. Vývoj 9-12% Cr ocelí ukázal, že vyvinuté oceli s 9 % Cr jako například oceli P91 a P92 mají dobré žárovebné vlastnosti. Ovšem nízký obsah chromu byl nevyhovující pro požadované odolnosti proti oxidaci za vysokých teplot mezi 550-600 °C. Proto se u těchto ocelí zavedly dodatečné povrchové úpravy a další vývoj se přenesl k ocelím s vyšším obsahem chromu. Jednou z nich je právě ocel COST F, u níž se obsah chromu pohybuje mezi 10- 11 hm. %. [3]

Pozitivní kombinaci vlastností lze získat s přísadou křemíku. Křemík podobně jako chrom zlepšuje odolnost proti oxidaci. Stejně jako v případě molybdenu a wolframu křemík zpevňuje tuhý roztok, i přes to, že má menší atomový poloměr než železo. Ovšem při větším obsahu křemíku je negativně ovlivněna mikrostrukturní stabilita a chemická heterogenita výkovků. Chemická heterogenita výkovků je důležitou vlastností, jelikož rotory parních turbín se často dodávají jako výkovky. Obsah křemíku je proto nízký, v případě oceli COST F 0,1 hm. %. [3]

Precipitační zpevnění zajišťují vedle karbidů $M_{23}C_6$ rovněž částice MX. Částice MX vznikají legováním oceli vanadem. U těchto ocelí je pozorována vysoká stabilita. Úroveň zpevnění částicemi MX je ovlivněna jednak obsahem dusíku a také parametry tepelného zpracování. Obsah vanadu se u oceli COST F pohybuje mezi 0,15-0,25 hm. %. [3]

Doposud bylo pojednáváno především o feritotvorných prvcích jako jsou vanad, molybden či wolfram. Tyto prvky zvyšují odolnost proti tečení. Následkem je ovšem zúžena oblast stabilního austenitu a na místo austenitu se zvyšuje pravděpodobnost výskytu vysokoteplotní fáze δ -ferit. Tato fáze je v oceli nežádoucí, jelikož její přítomnost negativně ovlivňuje tvařitelnost za tepla, pevnostní a křehkolomové charakteristiky. Přítomnost fáze δ -ferit se týká především tepelného zpracování ocelí s obsahem chromu nad 10 hm. %, tedy i oceli COST F. Na **obr. 5** je řez ternárním diagramem Fe-Cr-C, s obsahem uhlíku 0,1 hm. %. Je patrné, že oblast grafu pro obsah chromu 10-12 hm. % a teplotu austenitizace oceli 1050 °C se nachází blízko rozhraní stabilního austenitu a směsi feritu a austenitu. [3]



Obr. 5 – řez ternárním diagramem Fe-Cr-C (0,1 hm. % C) [3]

Z tohoto důvodu je důležité kompenzovat obsah feritotvorných prvků přísadou prvků austenitotvorných. Mezi austenitotvorné prvky, používané pro legování diskutovaných 9-12% Cr ocelí se řadí nikl, mangan, kobalt a měď. V případě niklu je důležité hlídat maximální obsah, jelikož nikl zhoršuje žárovevné vlastnosti. Mangan snižuje transformační teploty a podobně jako křemík ovlivňuje negativně chemickou heterogenitu. Kobalt poté oproti uhlíku zvyšuje teplotu M_s , ale jeho obsah je velmi nízký jelikož je drahý. Z austenitotvorných prvků se v oceli COST F objevuje nikl, jehož zastoupení je v této oceli mezi 0,5-0,7 hm. % a mangan o obsahu 0,4-0,5 hm. %. [3]

Pro pozitivní účinky se dále používají přísady niobu, který omezuje hrubnutí zrn austenitu během tepelného zpracování a v oceli COST F se jeho obsah pohybuje mezi 0,04 - 0,06 hm. %. Na žárovevné vlastnosti a odolnost vůči zkřehnutí má příznivý vliv rovněž bor. Doporučený obsah boru je do 100 ppm, aby byla zaručena dobrá houževnatost, tvařitelnost a svařitelnost. Ocel COST F je běžně bez přísady boru, ovšem nástupce této oceli COST FB2 je modifikován především o přísadu boru. [3]

5 Vliv únavového zatěžování na strukturu a vlastnosti ocelí

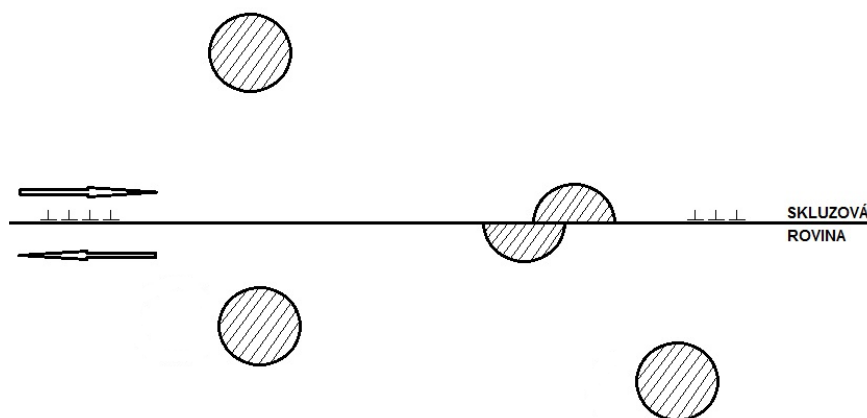
Dle [13] je únava materiálu mechanismus degradace materiálů vlivem působení časově proměnlivých vnějších účinků. Mezi působící účinky, které způsobují únavové porušování materiálů, patří vedle mechanického namáhání rovněž proměnlivá teplota (tepelná únava) a změna prostředí, v kterém probíhá oxidace materiálu. Při takovémto působení dojde k porušení materiálu, které je výsledkem mikroskopických procesů, ke kterým ve struktuře materiálů dochází. Obecně se odhaduje, že přibližně až 80 % všech lomů komponent a součástí je způsobeno únavovým namáháním.

Komponenty parní turbíny jsou, jak bylo popsáno v kapitole 3, vystaveny creepovému a únavovému zatěžování během svého provozu. Z tohoto důvodu je důležité pochopit, jaký vliv na vlastnosti a mikrostrukturu má kombinace creepu a únavy. V této kapitole jsou popsány vlivy únavového porušování na mikrostrukturu a vlastnosti ocelí.

5.1. Vliv únavového zatěžování na mikrostrukturu precipitačně vytvrzených slitin

Únavové zatěžování může mít vliv na morfologii a rozložení precipitátů. Vliv únavového zatěžování se týká především soustav s metastabilními precipitáty. V těchto soustavách může dojít k rozpouštění precipitátů během únavového zatěžování. Experimentálně byl tento jev prokázán na uhlíkové oceli s 0,25 % uhlíku, která byla zakalená ze 700 °C a stárnutá při pokojové teplotě. Při pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) po cyklické deformaci bylo pozorováno, že došlo k rozpouštění precipitátů. [13]

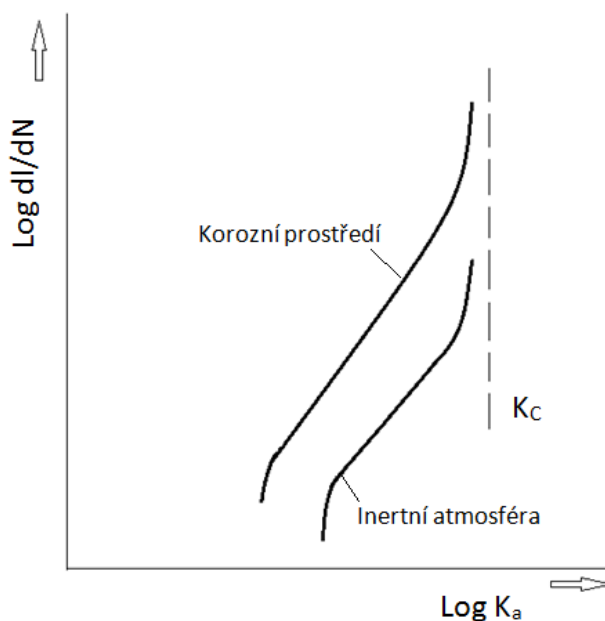
Rozpuštění precipitátů probíhá mechanismem plastického usmýknutí podle **obr. 6**. Zde je zobrazen průchod dislokací přes částečně koherentní precipitát, což způsobuje relativní posun dvou částí precipitátu vůči sobě podél skluzové roviny. Následkem toho se precipitát rozpadá na dva menší precipitáty. Opakované rozbíjení nových menších dílčích precipitátů vede k dosažení kritické velikosti precipitátů. Tyto kriticky velké precipitáty jsou termodynamicky nestabilní. Příkladové atomy, které tvořily precipitáty, se následkem své kritické velikosti rozpustí v krystalické mřížce základního kovu. Je zajímavé, že rozpouštění precipitátů neprobíhá vždy homogenně v celém cyklicky ztěžovaném objemu kovu, ale často jen v úzkých pásech. Typická šířka těchto zón je asi 2000 Å. Zóny bez precipitátů jsou pochopitelně slabšími místy, jsou to oblasti intenzivnější lokalizované plastické deformace. Existence těchto zón vede k makroskopickému cyklickému změkčení a hraje jistou roli v následujícím stadiu, ve stadiu nukleace mikrotrhlin. Laird a Thomas zjistili přítomnost zón bez precipitátů v některých materiálech již po příslušném tepelném zpracování, tedy ještě před cyklickou deformací. To znamená, že cyklická deformace není jedinou možnou příčinou těchto slabých míst. [13]



Obr. 6 – rozpouštění precipitátů mechanismem plastického usmýknutí [13]

5.2 Vliv pracovní atmosféry na šíření únavové trhliny

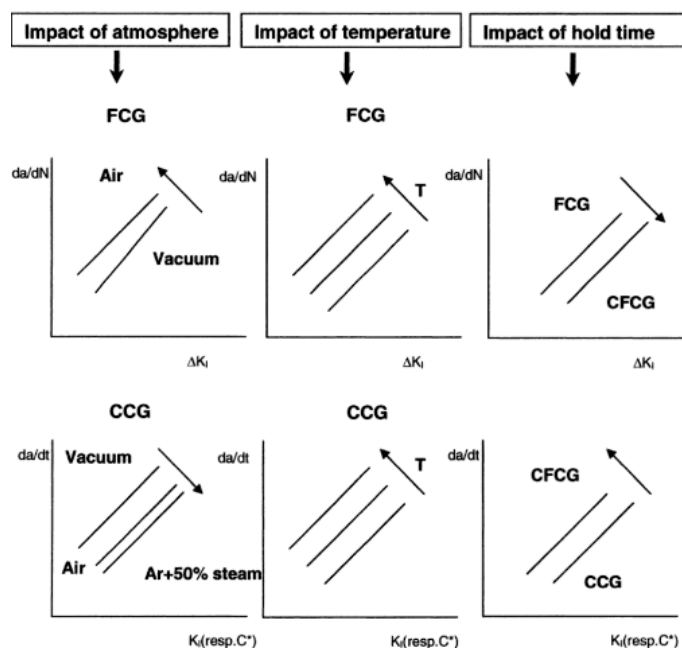
Dle [13] má pracovní atmosféra negativní vliv na šíření trhliny. Vliv prostředí na únavové ale i creepové porušování je třeba náležitě pochopit, jelikož komponenty jsou často provozovány v agresivních podmínkách. V případě provozování komponent elektráren s ultra-superkritickými parametry páry je pracovní atmosférou především vysokoteplotní pára. Oborem, který se zabývá růstem trhlin a vlivy působícími na rychlost šíření trhlin je lomová mechanika. Na **obr. 7** je graf závislosti rychlosti šíření trhliny o délce l při počtu cyklů N na faktoru intenzity napětí. Na tomto grafu je schematicky znázorněn vliv korozního prostředí na zvyšování rychlosti šíření trhliny. Zvyšování rychlosti šíření trhliny je dáno především anodickým rozpouštěním materiálu na špičce trhliny. Vznikají zde tak korozní produkty s horšími mechanickými vlastnostmi, než základní materiál.



Obr. 7 – schéma vlivu atmosféry na rychlost šíření trhliny [13]

V [14] byl zkoumán vliv chování ocelí P91 a P92 během nízkocyklové únavy při různých deformačních amplitudách. Oceli v tomto experimentu vykazovaly průběžné změkčování, které bylo výsledkem přeuspořádání dislokační struktury. U oceli P92 byla zjištěna vyšší rychlost změkčování při vyšších amplitudách deformace. Naproti tomu u oceli P91 byla rychlost změkčování konstantní. Park a kol. [15] zjistili, že vyšší obsah wolframu, jenž je obsažen v oceli P92, znamená zmenšení velikosti precipitátů. S vyšší amplitudou deformace tak mohou být precipitáty snadněji přerušeny dislokacemi, což vede k rychlejšímu změkčování.

V praxi často na komponenty působí více degradačních mechanismů najednou. U ocelí pro komponenty parních turbín tepelných elektráren tomu není jinak. Komponenty jsou zde degradovány ponejvíce kombinací únavového zatěžování a creepové expozice. Z tohoto důvodu se mohou při zkušebních experimentech materiály podrobovat kombinovanému zatěžování. V [16] byl experimentálně zjišťován vliv pracovní atmosféry, teploty a výdrže (hold time) na rychlost šíření trhliny. Schematický přehled vlivů pracovní atmosféry na rychlost šíření trhliny je zobrazen na **obr. 8**. Na obrázku 8 vlevo je zobrazen vliv atmosféry na rychlost šíření trhliny (a je délka trhliny, da/dN je rychlost šíření trhliny, K_I je faktor intenzity napětí) pro čistě únavové zatěžování (FCG) a čistě creepovou expozici (CCG). U únavového zatěžování nastal růst trhliny dříve na vzduchu, kdežto u creepové expozice bylo šíření trhliny započato dříve ve vakuu. V prostřední části obrázku 8 je zobrazen vliv teploty. Zvyšování teploty ukázalo dřívější šíření trhliny jak u únavového zatěžování, tak u creepové expozice. V pravé části je nakonec zobrazen vliv výdrže (hold time), který se týká kombinovaného zatěžování creepu s únavou (CFCG). Při CFCG bylo pozorováno, že dochází ke zpomalování šíření trhliny během období prodlevy, které charakterizuje creepovou expozici. CFCG zatěžování tak vykazovalo pozdější šíření trhliny než čistě únavové zatěžování, ale dřívější propagaci trhliny než čistě creepové expozice.



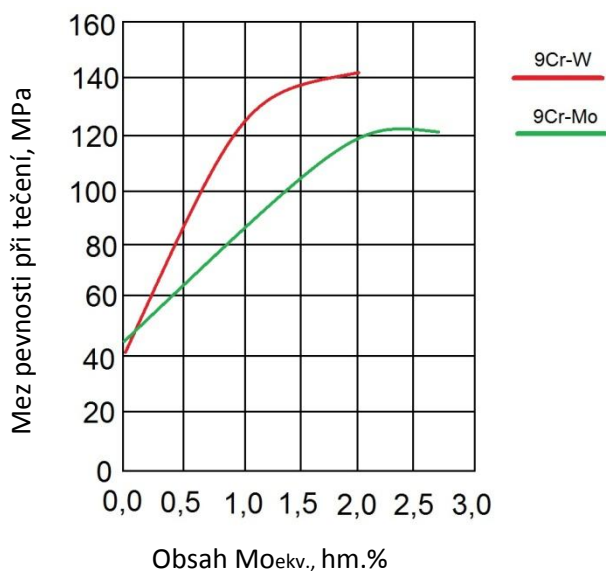
Obr. 8 - schematický přehled některých parametrů ovlivňující rychlost šíření trhliny u oceli P92 [16]

6 Vliv tečení na mikrostrukturu a vlastnosti modifikovaných (9-12)%Cr ocelí

Pozorování vývoje mikrostruktury 9-12%Cr ocelí během creepové expozice je důležitou součástí výzkumu. Analýza probíhajících mikrostrukturních změn během tečení dává přehled o dějích, které mají vliv na mikrostrukturu a vlastnosti. Na tečení probíhající v 9-12%Cr ocelích mají vliv tři zásadní mechanismy zpevnění, které se u těchto ocelí vyskytují. Jsou jimi zpevnění tuhého roztoku, precipitační zpevnění a dislokační zpevnění. [3]

6.1 Zpevnění tuhého roztoku

Jak bylo popsáno v kapitole 4, zpevnění tuhého roztoku zajišťují především přísady prvků molybdenu a wolframu. Negativně se tyto přísady mohou projevit v tom případě, že je překročena mez rozpustnosti těchto prvků v tuhém roztoku. V takovém případě může dojít k precipitaci minoritních fází, jako jsou Lavesova fáze nebo karbidy M_6X . Výsledkem této precipitace je ochuzení tuhého roztoku o atomy molybdenu a wolframu, a tedy jeho změkčení [17]. Že pokles zpevňujících prvků může být markantní, dokazuje výzkum. V tomto výzkumu byly provedeny creepové zkoušky oceli 92 s obsahem wolframu 1,8hm.% po dobu 20 000 hodin při teplotě 600 °C. Po této expozici analýza ukázala, že obsah wolframu v matici klesl na jednu třetinu původní hodnoty. Na **obr. 9** je zobrazena závislost meze pevnosti při tečení na obsahu molybdenu nebo wolframu pro 9%Cr ocel. Hodnoty meze pevnosti jsou u této závislosti definované pro teplotu 600 °C a rychlost tečení $10^{-8} s^{-1}$. Z grafu je patrné, že lineární závislost mezi obsahem Mo, respektive W platí pro oblast grafu do 1hm.%. Nad touto hodnotou strmost meze pevnosti se zvyšujícím se obsahem klesá. Navíc je při vyšším obsahu těchto prvků překročena mez rozpustnosti v matici. Pro zamezení nadměrné precipitace minoritních fází obsahující wolfram a molybden je doporučena hodnota těchto prvků $Mo_{ekv} = 1$. [3]



Obr. 9 – závislost meze pevnosti při tečení na obsahu Mo a W [3]

6.2 Precipitační zpevnění

Dalším důležitým mechanismem, který má vliv na vlastnosti a mikrostrukturu diskutovaných ocelí je precipitační zpevnění. Míra precipitačního zpevnění během creepové expozice je silně závislá na stabilitě precipitačních fází. Čím stabilnější jsou precipitační minoritní fáze, tím je pomalejší kinetika změn dislokační substruktury. [3]

6.2.1 Částice $M_{23}C_6$, MX, M_2X , Z-fáze, Lavesova fáze

Hlavním mechanismem, který zpevňuje a stabilizuje hranice subzrn je tak zvané „karbidy stabilizované substrukturní zpevnění“. Tento mechanismus zajišťují karbidy $M_{23}C_6$. Karbidy $M_{23}C_6$ zastávají v těchto ocelích majoritní podíl minoritních fází. Během creepové expozice dochází ke změně chemického složení této fáze. Rovněž bylo pozorováno, že dochází k hrubnutí částic, a tedy ke snižování jejich počtu. Také byl prokázán negativní vliv obsahu chromu a niklu na rychlost hrubnutí částic $M_{23}C_6$. Čím vyšší je obsah chromu a niklu v těchto ocelích tím je vyšší rychlost hrubnutí částic během creepové expozice. [3]

V průběhu creepové expozice dochází ve struktuře k výraznému poklesu hustoty dislokací. Pokles dislokační hustoty je spojován s odpevňovacími procesy. V případě 9-12%Cr ocelí je stabilizace dislokační struktury podpořena sekundární fází MX. Experimenty rovněž prokázaly, že na snížení hustoty dislokací má vliv přísada boru. Přesný mechanismus ovlivnění dislokační substruktury borem nebyl dosud odhalen. Nicméně, je tento proces možno pozorovat i u těchto ocelí s přísadou dusíku. Doposud není možné experimentálně určit, jakým mechanismem přispívá bór k ovlivnění dislokační substruktury. Teoretické závěry hovoří o opakované precipitaci jemných precipitátů MX. Nicméně u ocelí s přísadou dusíku je pozorován pokles podílu částic MX, tudíž je zde diskutován příspěvek segregace bóru na dislokacích. Tyto precipitáty jsou během creepové expozice rovněž vysoce stabilní a je na ně nahlíženo jako na hlavní příspěvek k vysoké odolnosti proti tečení 9-12%Cr ocelí. [3]

Další minoritní fázi, která ovlivňuje mikrostrukturu precipitačním zpevněním, jsou precipitáty M_2X . Pro stabilitu těchto fází je kritické chemické složení a teplota expozice. Experimenty ukázaly, že při teplotách mezi 600 až 650 °C je tato fáze nestabilní a přechází ve fázi MX. Další experimenty prokázaly vliv obsahu niklu na stabilitě fáze M_2X . Při teplotě 550 °C a obsahu niklu 0,5 hm.% byla fáze M_2X stabilní. Ovšem při zvýšení obsahu niklu došlo k vylučování fáze M_6X . [3]

Negativní vliv může mít i přísada niobu, který způsobuje nestabilitu fáze MX, a tedy rozpouštění této fáze za vzniku nitridu Cr (V, Nb) N, neboli modifikovanou Z-fázi. Modifikovaná Z-fáze má nízkou nukleační rychlost, avšak tenké destičky této fáze rychle rostou a jejich příspěvek k precipitačnímu zpevnění je nulový. Naopak, jelikož je vznik této fáze spojen s rozpouštěním částic MX případně M_2X , je vylučování modifikované Z-fáze považováno za degradační mechanismus precipitace. [3]

Poslední významným precipitačním mechanismem je vylučování tak zvané Lavesovy fáze. Precipitace Lavesovy fáze souvisí především s obsahem molybdenu případně wolframu v 9-12%Cr ocelích. Lavesova fáze je dvojího typu, je jí fáze Fe_2Mo , nebo fáze Fe_2W . Stabilita těchto dvou typů je rozdílná. Zatímco typ Fe_2Mo je stabilní do teploty maximálně 650 °C, tak typ Fe_2W vykazuje dobrou stabilitu až do teploty 750 °C. Částice Lavesovy fáze se vyskytují často v blízkosti minoritní fáze $M_{23}C_6$. Podobně je tomu tak u modifikované Z-fáze. S tím souvisí fakt, že s Lavesovou fází je spojená velká hustota defektů. Nukleace částic Lavesovy fáze a jejich růst probíhá především na jiných precipitátech, jako jsou $M_{23}C_6$ nebo MX. S precipitací Lavesovy fáze na karbidech $M_{23}C_6$ je spojen vliv křemíku, který se v těchto karbidech nerozpouští a je tedy přítomen na rozhraní matrice/ $M_{23}C_6$. Růst Lavesovy fáze na dalších precipitátech snižuje zpevňovací potenciál této fáze. Po dlouhé teplotní expozici rovněž Lavesova fáze tvoří nejhrubší částice ve struktuře. [3]

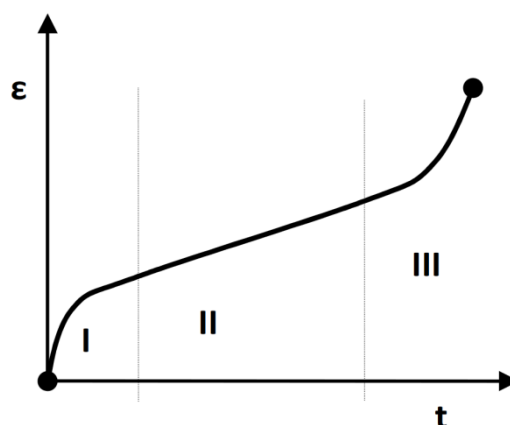
6.3 Precipitační sekvence

Základním mechanismem u creepové expozice 9-12%Cr ocelí je dislokační creep. Průběh tohoto mechanismu je silně závislý na interakcích mezi dislokacemi a precipitáty. Z tohoto důvodu je důležité plně pochopit precipitační reakce. Třemi fázemi precipitace jsou nukleace, růst a hrubnutí. [3]

V 9-12%Cr ocelích je běžná současná přítomnost několika minoritních fází najednou. Rozpustnost jednotlivých fází je odlišná stejně tak jako jejich kinetika. V jednu chvíli tak mohou být různé fáze v jiném stádiu precipitace. Rozdílná rozpustnost rovněž znamená různou stabilitu fází a přítomnost několika fází současně může tedy být dočasná záležitost.

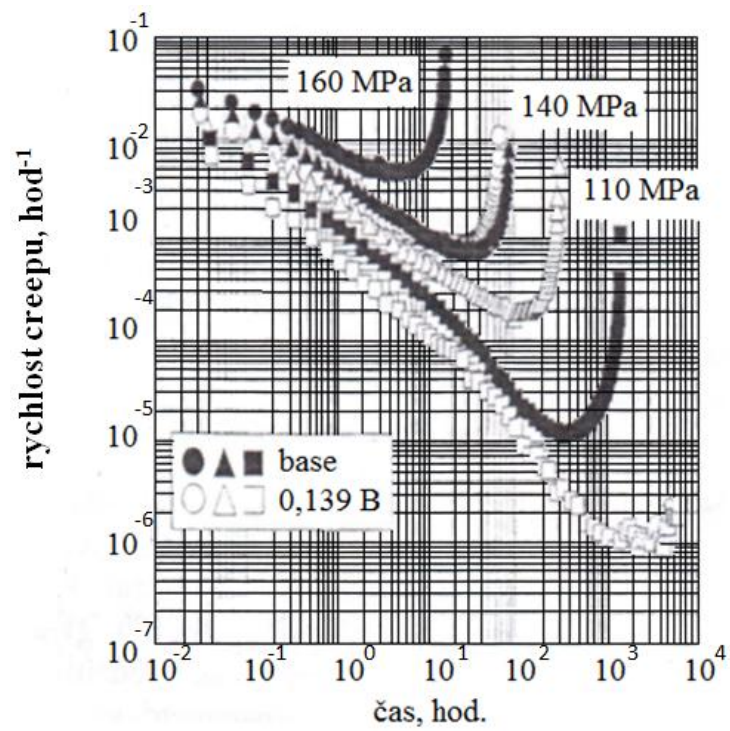
6.4 Rychlost tečení a mechanismy creepu

Základní teorie creepového zkoušení uvádí základní mechanismy creepu u kovových materiálů. Jsou jimi difúzní a dislokační creep. Na **obr. 10** je zobrazena závislost poměrné deformace v čase. Křivka rychlosti deformace může být rozdělena na tři hlavní části. Oblast primární, sekundární a terciální. U primární oblasti je nejprve prvotní zatížení tělesa, a tedy skoková změna deformace. Je zde přítomná elastická i plastická složka deformace. Rychlost deformace se postupně zpomaluje jako výsledek zpevňovacích procesů. Sekundární oblast je oblast ustáleného creepu. V této oblasti jsou v rovnováze zpevňovací a odpevňovací procesy, tedy i rychlost deformace je konstantní. Ve třetí oblasti je vyčerpány odpevňovací schopnosti. Dochází ke zrychlení deformace a porušení tělesa. [18]



Obr. 10 – průběh creepové expozice [18]

Studium časové závislosti rychlosti tečení u 9-12%Cr ocelí odhalilo, že se mezi primární a terciální oblastí nenachází oblast ustáleného tečení. Místo toho na oblast primární, kde dochází ke zpomalování rychlosti tečení, navazuje přímo terciální oblast urychlení tečení a lomu. Tento jev se nazývá sigmoidální chování. Diskutované oceli vykazují toto sigmoidální chování při teplotách nad 450 °C, kdy dochází ke strukturním změnám. Mechanismus vzniku tohoto chování je zobrazen na **obr. 11**. S přibývajícím časem klesá vliv jednotlivých typů zpevnění, až je dosaženo inherentní creepové pevnosti (nezávislá na čase a mikrostruktuře). S přiblížením k inherentní creepové pevnosti se na časové závislosti meze creepové pevnosti objevuje inflexní bod. Extrapolace zbytkové životnosti komponent je značně ztížena tímto inflexním bodem. V praxi prakticky nelze kontrolovat stav komponent jako v případě dlouhého stádia ustáleného tečení. Byly provedeny experimenty s vyhodnocením časových závislostí creepové rychlosti při teplotě 650 °C, při různých zatíženích u ocelí 9%Cr-3%W-3%Co bez bóru a s obsahem bóru 139 ppm. Při vyhodnocení se dospělo k závěru příznivého vlivu bóru na žárovečné vlastnosti, což souvisí pravděpodobně se zlepšením rozměrové stability karbidů $M_{23}C_6$ a se zpomalením procesů zotavení matrice. Rovněž byl zkoumán vliv různého obsahu wolframu. Vyšší procento wolframu sice prodlužuje oblast primárního creepu. Nicméně v oblasti terciálního creepu dochází k hrubnutí Lavesovy fáze, čímž je vliv wolframu na dobu tečení zanedbatelný. Nukleace a růst sekundárních fází má klíčový vliv na creepovou pevnost předmětné skupiny ocelí, a tedy na životnost komponent parních turbín. [3]



Obr. 11 – mechanismus vzniku inflexního bodu na časové závislosti rychlosti tečení [3]

7 Cíle a návrh experimentálního programu

Experimentální program byl navržen s ohledem na známé skutečnosti o degračních mechanizmech rotorové 9-12% Cr žáropevné oceli COST F. Rotory parních turbín jsou během svého provozu zatěžovány řadou degračních mechanismů. Těmi nejvýznamnějšími jsou únavové poškození a poškození vlivem creepové expozice. Z tohoto důvodu je důležité tyto degrační mechanismy náležitě sledovat a definovat jejich vliv na vlastnosti a mikrostrukturu diskutované oceli COST F. Diplomová práce je zaměřena na studium mikrostrukturních změn v oceli COST F při kombinovaném zatížení únavou a creepem při provozní teplotě turbíny. Jejím cílem je ověření stability precipitátů, které mají rozhodující vliv na dlouhodobou žáropevnost. Byly navrženy následující experimenty:

a) Únavové zkoušky oceli COST F při teplotě 600 °C

Byly zkoušeny čtyři vzorky při čistě únavovém zatěžování při teplotě 600 °C. Vzorek číslo 1.3.1/7 byl zatěžován do 25 % životnosti, vzorek číslo 1.3.2/8 byl zatěžován po dobu odpovídající 50% životnosti a vzorek 1.2.2/3 a vzorek 1.2.5/6 byly zatěžovány do lomu.

b) Zkoušky s kombinací cyklického zatěžování a creepu při 600 °C

Pro hodnocení mikrostruktury po cyklickém zatěžování v kombinaci s creepem byly vybrány dva vzorky. Vzorek číslo 1.3.5/11 s kombinací únavového zatěžování s creepovou expozicí v tlaku. Vzorek číslo 1.3.6/12 s kombinací únavového zatěžování s creepovou expozicí v tahu.

c) Ověření vlivu na mechanické vlastnosti měření tvrdosti před a po zkouškách Metodou Vickers. Při hodnocení tvrdostí bylo sledováno, zda dochází ke změkčování či zpevňování oceli oproti výchozímu stavu.

d) Metalografický rozbor vybraných vzorků pomocí světelné a elektronové mikroskopie

Ze vzorků z čistě únavového zatěžování, byly vyhotoveny metalografické výbrusy a následně byly elektrolyticky vyleštěny pro rozbor pomocí řádkovací elektronové mikroskopie, případně byly naleptány pro pozorování struktury pomocí světelného mikroskopu. Porovnána byla především změna ve velikosti precipitátů $Cr_{23}C_6$ a byla provedena analýza, zda došlo k precipitaci Lavesovy fáze (Fe_2Mo). Dále byla provedena fraktografie lomových ploch.

e) Kvantitativní hodnocení sekundárních fází.

Kvantitativní hodnocení precipitátů – karbidů $M_{23}C_6$ a Lavesovy fáze, pomocí programu obrazové analýzy snímků metalografických výbrusů pozorovaných v řádkovacím elektronovém mikroskopu (SEM). V programu NIS-Elements bylo provedeno prahování snímků na částice sekundárních fází, kalibrace snímků a měření rozměrů a hustoty částic.

8 Experimentální materiál

8.1 Výchozí vzorek

Vzorky materiálu COST F byly odebrány ze zkušebního svarového spoje oceli COST F (X14CrMoVNbN10-1) s ocelí COST FB2 (X13CrMoCoVNbN9-1-1). Tato diplomová práce je součástí širšího experimentálního programu, přičemž do diplomové práce je zahrnuta jeho první fáze. Zkušební svarový spoj byl vyhotoven za podmínek, při jakých jsou svařovány části rotoru pro běžnou výrobu. Svarový spoj byl vyhotoven s využitím metody TIG hot wire. Heterogenní svarový spoj byl vyhotoven ze dvou kruhových výkovků. Vnější průměr kotoučů byl 600 mm a tloušťka stěny byla 200 mm. Vytvořený svarový spoj byl poté tepelně zpracován v peci. Přesný režim tepelného zpracování základních materiálů před svařováním a tepelného zpracování po svařování je předmětem výrobního tajemství. Výsledná struktura po tomto tepelném zpracování je popuštěný martenzit. Po tepelném zpracování byl z různých částí svarového spoje odebrán materiál pro výrobu vzorků. Pro diplomovou práci byl odebrán materiál ze základního materiálu svaru COST F. Chemické složení výkovku z oceli COST F je dáno v tabulce 7.

Tab. 7 – Chemické složení oceli COST F

| Prvek | C | Mn | Si | Cr | Ni | Mo | V | Nb | N | Al |
|---------------|------|------|------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|
| Obsah [hm. %] | 0,12 | 0,56 | 0,08 | 10,68 | 0,69 | 1,52 | 0,19 | 0,055 | 0,053 | 0,007 |



Obr. 12 – zkušební vzorek oceli COST F pro únavové zatěžování

9 Únavové zkoušky oceli COST F při teplotě 600 °C

9.1 Průběh zkoušek a zkušební zařízení

Tvar vzorků pro mechanicko-tepelné zkoušení je zobrazen na **obr. 12**. Čistě únavové zatěžování za vysoké teploty bylo provedeno dle americké normy ASTM E606-92. Únavové zkoušky byly provedeny na elektromechanickém zkušebním zařízení Kappa SS-CF firmy Zwick/Roell. Toto zařízení zvládá, kromě creepové expozice, rovněž zkoušky nízkocyklové únavy a dovoluje provádět zkoušky s řízením napětí, deformace nebo zatížení. Součástí tohoto zařízení je rovněž vysokoteplotní pec. Tato pec umožňuje provádět zkoušky od teplot 100 °C až do teplot 1200 °C. Zkoušky s řízenou deformací byly provedeny při teplotě 600 °C, v tomto ohledu je tedy tato pec zcela adekvátní. Tato tří zónová pec od firmy Zwick/Roell je elektrická pec, která má v pracovním prostoru 3 termočlánky pro přesné měření teploty. Parametry zatěžování jsou rozepsány v tabulce 8. [19] [20]

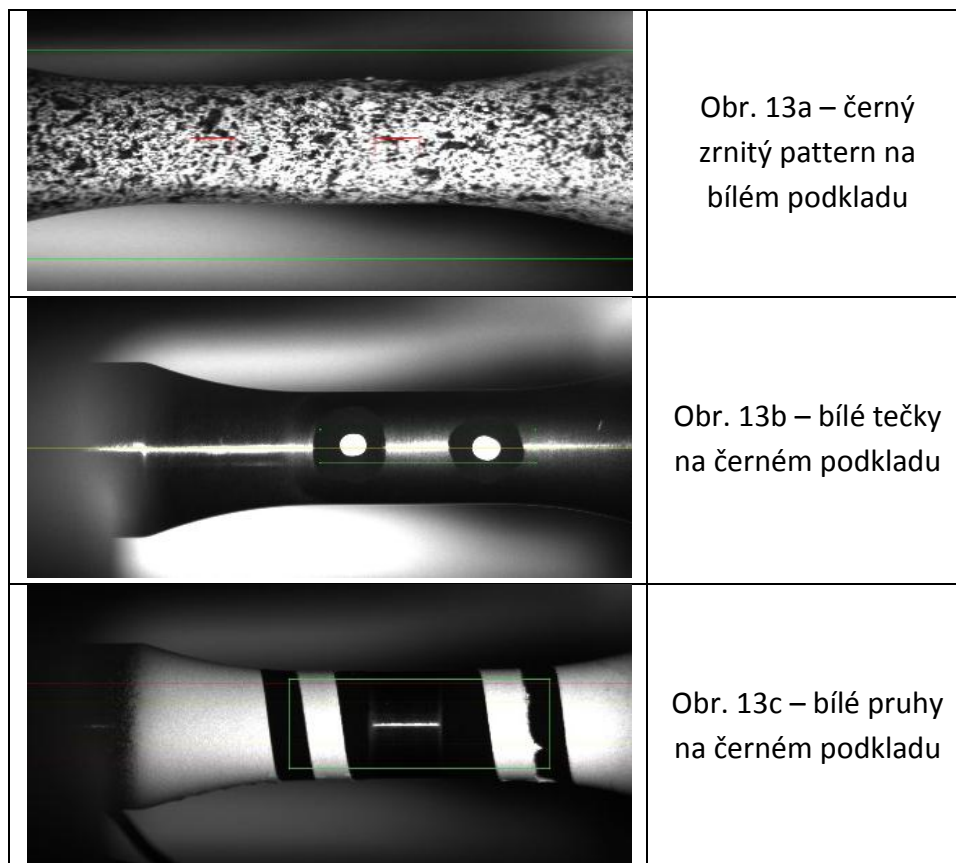
Tab. 8 – Přehled parametrů únavového ztěžování oceli COST F

| Vzorek | průměr [mm] | amplituda [%] | frekvence [Hz] | rychlost deformace [%/s] | Počet cyklů do lomu | poznámka |
|---------|-------------|---------------|----------------|--------------------------|---------------------|----------------|
| 1.2.2/3 | 6,15 | 0,3 | 0,7 | 0,84 | 3470 | Do lomu |
| 1.2.5/6 | 6,15 | 0,4 | 0,53 | 0,84 | 2309 | Do lomu |
| 1.3.1/7 | 6,14 | 0,3 | 0,7 | 0,84 | 887 | 25 % životnost |
| 1.3.2/8 | 6,16 | 0,3 | 0,7 | 0,84 | 1725 | 50 % životnost |

Deformace byla při zatěžování měřena pomocí video-extenzometru videoXtens rovněž od firmy Zwick/Roell. Video-extenzometr je v podstatě videokamera, která zaznamenává průběh deformace zkušební vzorku. Zaznamenávání probíhá v reálném čase a ve vysokém rozlišení. Pro zachycení průběhu deformace video-extenzometrem, se na vzorek umísťují speciální kontrastní značky. Značky mohou být ve formě teček či čar. Případně se vzorky označují speciálním perem nebo je na povrch vzorku nanesen prášek na bázi Al₂O₃, tj. pro případ mechanického zatěžování za vysokých teplot. [21]

Při mechanickém zatěžování bylo experimentováno se způsobem vytvoření značek na povrchu vzorku (**obr. 13**). Na obrázku 13a byl použit klasický zrnitý pattern nanášený sprejem. Na obrázku 13b jsou zobrazeny bílé pruhy na černém podkladu a na obrázku 13c jsou bílé tečky na černém podkladu.

Černý zrnitý pattern se neukázal jako ideální podklad pro řízení deformace, nicméně všechny vzorky analyzované v této práci měly na povrchu nanesen zrnitý pattern. Nad rámec této diplomové práce bude použito značení pomocí prášku na bázi Al_2O_3 (obr. 13c). Tento oxid má bod tání při teplotě 2072 °C a je tak vhodný pro měření deformace za vysokých teplot. [22]



Obr. 13 – typy označení povrchu vzorku pro mechanické zatěžování

Pro hodnocení mikrostruktury po nízkocyklové únavě za vysoké teploty byly ze sady vybrány čtyři vzorky. V **tab. 3** je zobrazeno označení vzorků a příslušné parametry zatěžování. Dva vzorky byly mechanicky zatěžovány do lomu. Jeden vzorek byl zatěžován po dobu 25 % životnosti a jeden vzorek po dobu 50 % životnosti. Ze všech vzorků byly vyhotoveny metalografické výbrusy pro hodnocení minoritních fází s použitím SEM. U vzorků 1.2.2/3 a 1.2.5/6 byla provedena fraktografie.

Po mechanickém leštění byly všechny vzorky vyleštěny rovněž elektrolyticky pro potřeby pozorování minoritních fází a substruktury. Parametry elektrolytického leštění jsou v tabulce 9. Jako elektrolyt zde byl použit roztok HNO_3 7 ml, 60% HClO_4 25 ml, etanol 500 ml. Elektrolytické leštění bylo provedeno na přístroji Lectropol-5 od firmy Struers. Při elektrolytickém leštění dochází k chemickému rozpouštění matrice bez narušení precipitátů, které pak lze měřit na snímcích SEM.

Tab. 9 – Parametry elektrolytického leštění výchozího vzorku

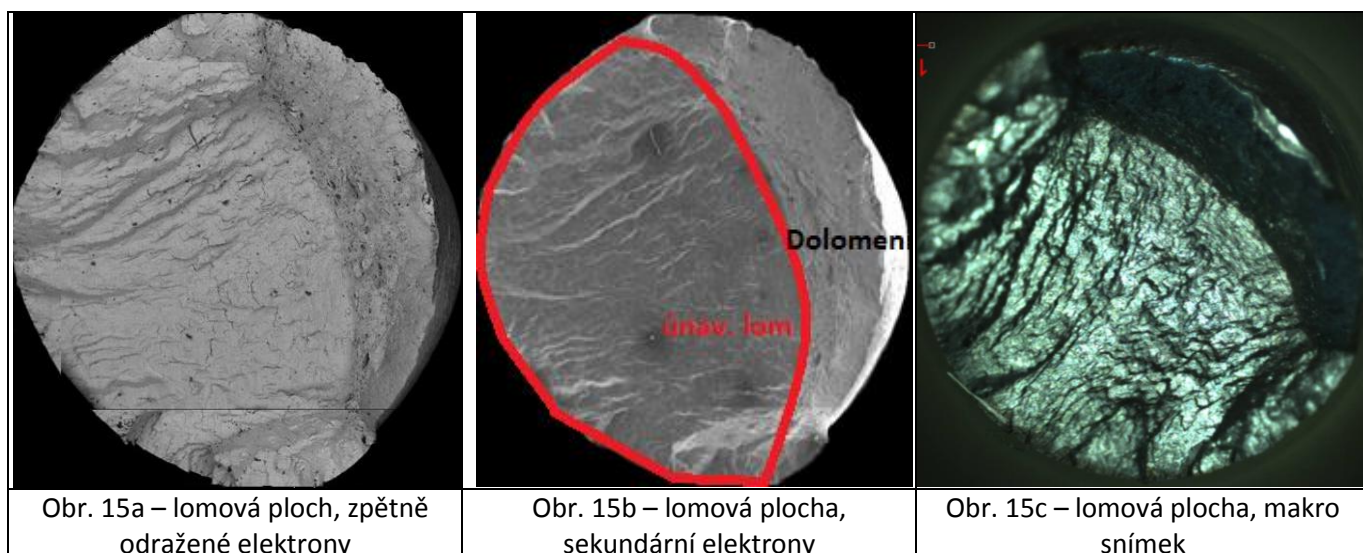
| Maska [cm ²] | čas [s] | Teplota [°C] | Proud [A] | Napětí [V] | Elektrolyt |
|--------------------------|---------|--------------|-----------|------------|---|
| 1 | 15 | 24 | 0,72 | 33 | HNO ₃ 7 ml, 60% HClO ₄ 25 ml, etanol 500 ml |

9.2 Fraktografie únavově porušených vzorků

Vzorky 1.2.2/3 a 1.2.5/6 byly zatěžovány s amplitudou deformace 0,3 %, respektive 0,4 % při teplotě 600 °C až do lomu. Na **obr. 14** je zachycen vzorek již po ukončení zkoušky. Na **obr. 15** jsou snímky lomové plochy nafocené pomocí SEM. Na obrázku 15b jsou vyznačené části lomové plochy. Větší oblast stabilního šíření únavové trhliny a menší oblast dolomení. Na **obr. 16** jsou zobrazeny detailní pohledy na morfologii lomové plochy. Únavová trhlina se šířila kolmo k ose vzorku, lomová plocha je v této části relativně hladká s patrnými stupni (obr. 15b). V detailu je patrné typické únavové porušení – zaoblené prohlubně a výstupky tvořící řady více méně kolmé na směr šíření trhliny rozvrstvené do různých úrovní oddělených stupni (obr. 16b). Naproti tomu oblast dolomení je skloněná k ose vzorku a má jamkovou morfologii, kterou se vyznačuje tvárný transkrystalický lom (obr. 16a).



Obr. 14 – vzorek 1.2.2/3 po přetržení

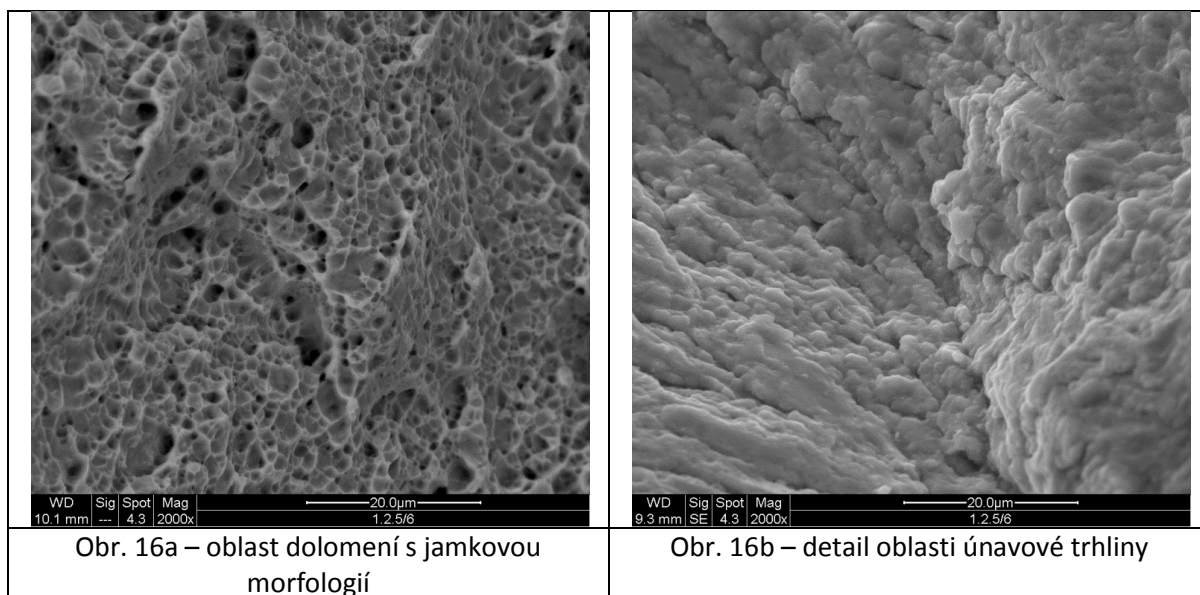


Obr. 15a – lomová plocha, zpětně odražené elektrony

Obr. 15b – lomová plocha, sekundární elektrony

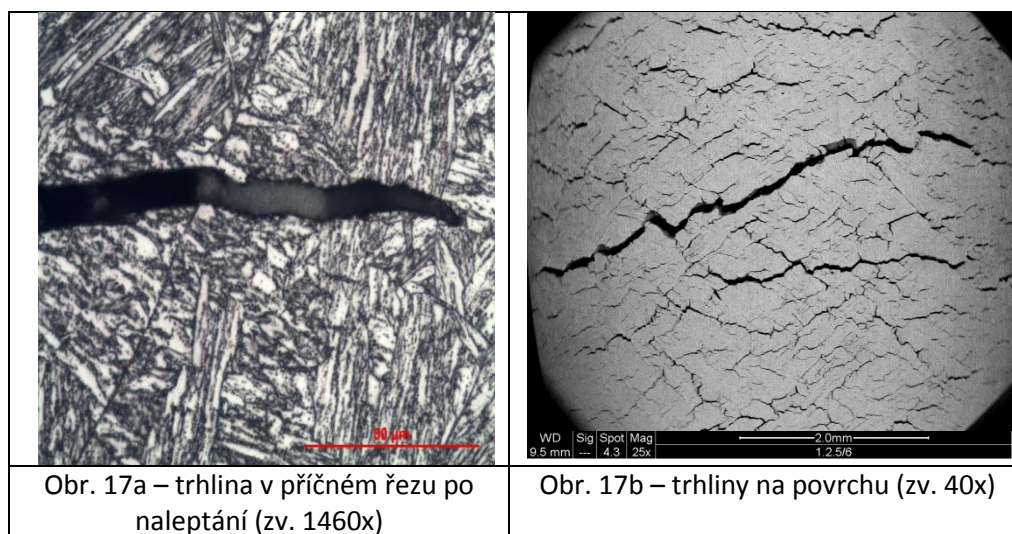
Obr. 15c – lomová plocha, makro snímek

Obr. 15 – lomová plocha vzorku 1.2.5/6 (zv. 100x)



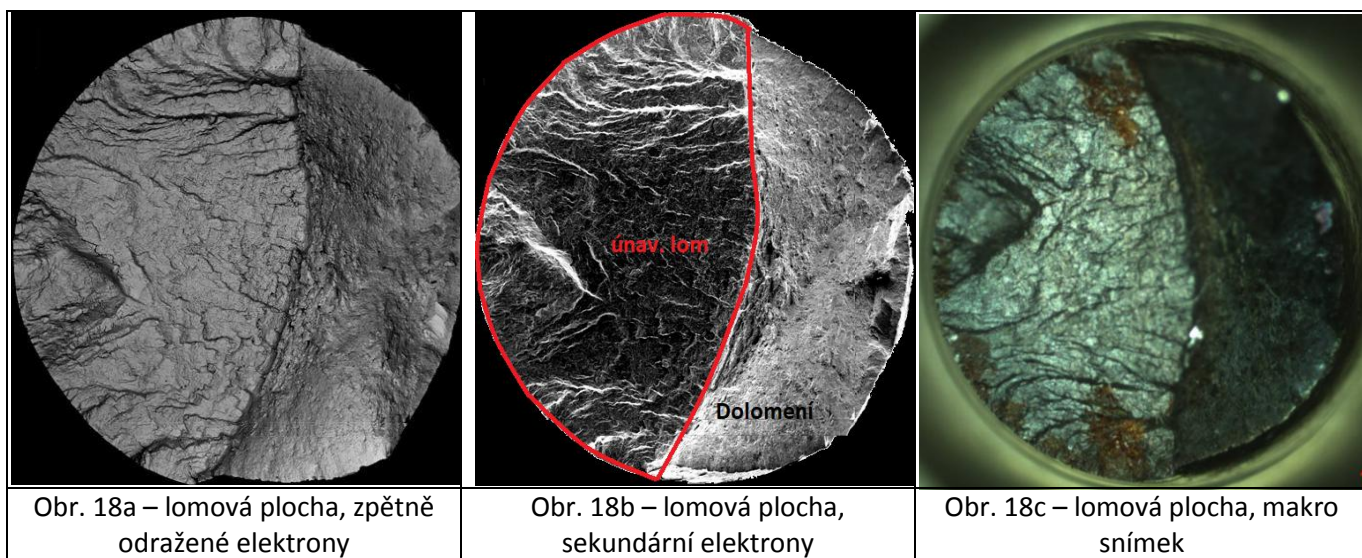
Obr. 16 – morfologie hlavních oblastí únavové lomové plochy vzorku 1.2.5/6

Na **obr. 17** lze pozorovat, že na vzorku pod únavovým lomem vznikla další trhlina. Při bližším ohledání těla vzorku byla pozorována pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu na povrchu vzorku řada trhlinek (obr. 17b). Charakteristické pro tyto trhlinky je, že jejich směr je kolmý ke směru zatěžování. To vychází z teorie únavového poškození, podle níž se únavová trhlinka šíří ve směru kolmém na vnější sílu. Dále dle této teorie dochází k iniciaci trhlin nejčastěji na povrchu tělesa, kde se tvoří intruze a extruze. A právě nejčastěji intruze jsou místem iniciace únavové trhliny. Pro vysledování místa iniciace trhlin, byly vyhotoveny metalografické výbrusy v podélném směru vzorku. Broušení a leštění probíhalo totožně jako u příčných výbrusů. Rozdíl byl ve finální úpravě povrchu, kdy na místo elektrolytického leštění byl vyleštěný povrch naleptán činidlem Vilella-Bain. Mikrostruktura oceli po naleptání je zobrazena na obrázku 17a společně s trhlinou, jejíž směr vede od povrchu vzorku, ve směru kolmém na směr zatěžování vzorku, ke středu, tedy k ose válcovitého vzorku. Zmíněné trhlinky byly pozorovány u všech šesti zatěžovaných vzorků. [13]

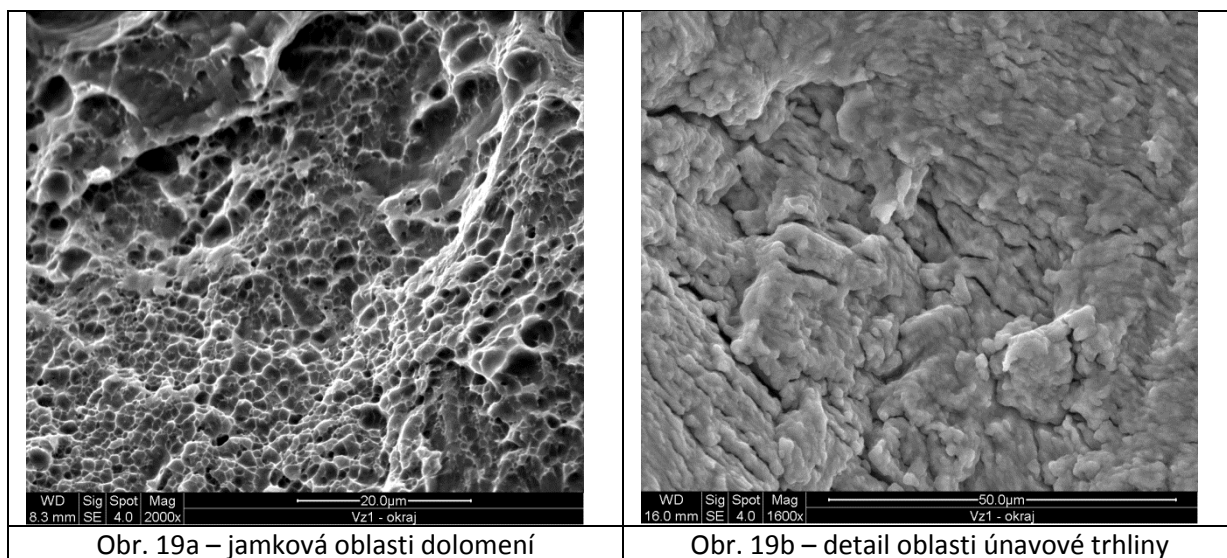


Obr. 17 – naleptaný vzorek 1.2.2/3 a trhlina vycházející z povrchu vzorku

Na **obr. 18** je zobrazena lomová plocha vzorku 1.2.2/3. Obdobně jako u vzorku 1.2.5/6 jsou na obrázku 18a,b vyznačeny oblasti stabilního šíření únavové trhliny a dolomení. Rovněž jako u vzorku 1.2.5/6 byla v oblasti dolomení jamková morfologie lomové plochy, kdežto u oblasti únavového porušení by pozorovány při velkém zvětšení prohlubně a výstupky a při relativně malém zvětšení stupně přibližně ve směru šíření trhliny. Na **obr. 19a,b** jsou následně k vidění detaily oblasti únavového šíření trhliny a oblast dolomení.



Obr. 18 – lomová plocha vzorku 1.2.2/3 (zv. 100x)



Obr. 19 – morfologie hlavních oblastí únavové lomové plochy vzorku 1.2.2/3

10 Zkoušky s kombinací cyklického zatěžování a creepu při 600 °C

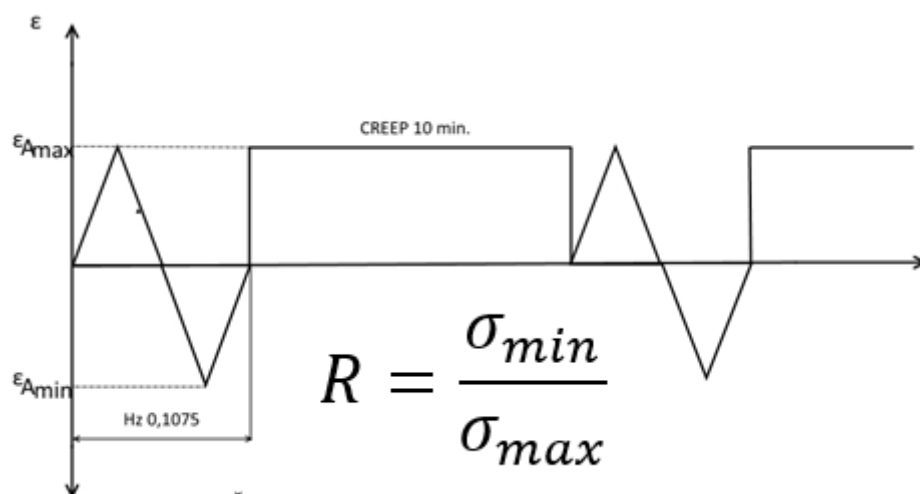
10.1 Průběh zkoušek a zkušební zařízení

Zkoušky s kombinací únavového zatěžování s creepovou expozicí při teplotě 600 °C byly provedeny na dvou vzorcích. Přičemž v prvním případě byla provedena kombinace únavového zatěžování a creepové expozice v tlaku a v druhém případě kombinace únavového zatěžování s creepovou expozicí v tahu. Zatěžování bylo stejně jako u únavového zatěžování řízené amplitudou deformace, která byla nastavena na hodnotu 0,4 %. Ostatní parametry jsou rovněž zobrazeny v tabulce 10. Obě tato zatěžování byla přerušena před dolomením vzorků, ovšem již po iniciaci a šíření magistrální trhliny.

Tab. 10 – Přehled parametrů únavového zatěžování s creepem

| Vzorek | Průměr [mm] | Amplituda [%] | frekvence [Hz] | Rychlost deformace [%/s] | Počet cyklů do Lomu | poznámka |
|----------|-------------|---------------|----------------|--------------------------|---------------------|------------|
| 1.3.5/11 | 6,15 | 0,40 | 0,1075 | 0,172 | 965 | Creep-tlak |
| 1.3.6/12 | 6,15 | 0,40 | 0,1075 | 0,172 | 1705 | Creep-tah |

Schéma zatěžování je zobrazeno na **obr. 20**. Podle schématu je patrné, že únavové zatěžování probíhalo s asymetrií cyklu $R = -1$ (symetrický střídavý), a že po každém jednom cyklu došlo ke creepovému zatížení po dobu 10 minut. Z frekvence zatěžování, počtu cyklů a doby creepové expozice je možné vypočítat dobu zatěžování obou vzorků. Vzorek 1.3.5/11 byl zatěžován po dobu 6,8 dní a vzorek 1.3.6/12 po dobu 12 dní. Zkoušky s kombinací únavy a creepové expozice probíhaly na stejném zkušebním zařízení jako únavové zkoušky, včetně zařízení pro měření a řízení deformace a vysokoteplotní pece.



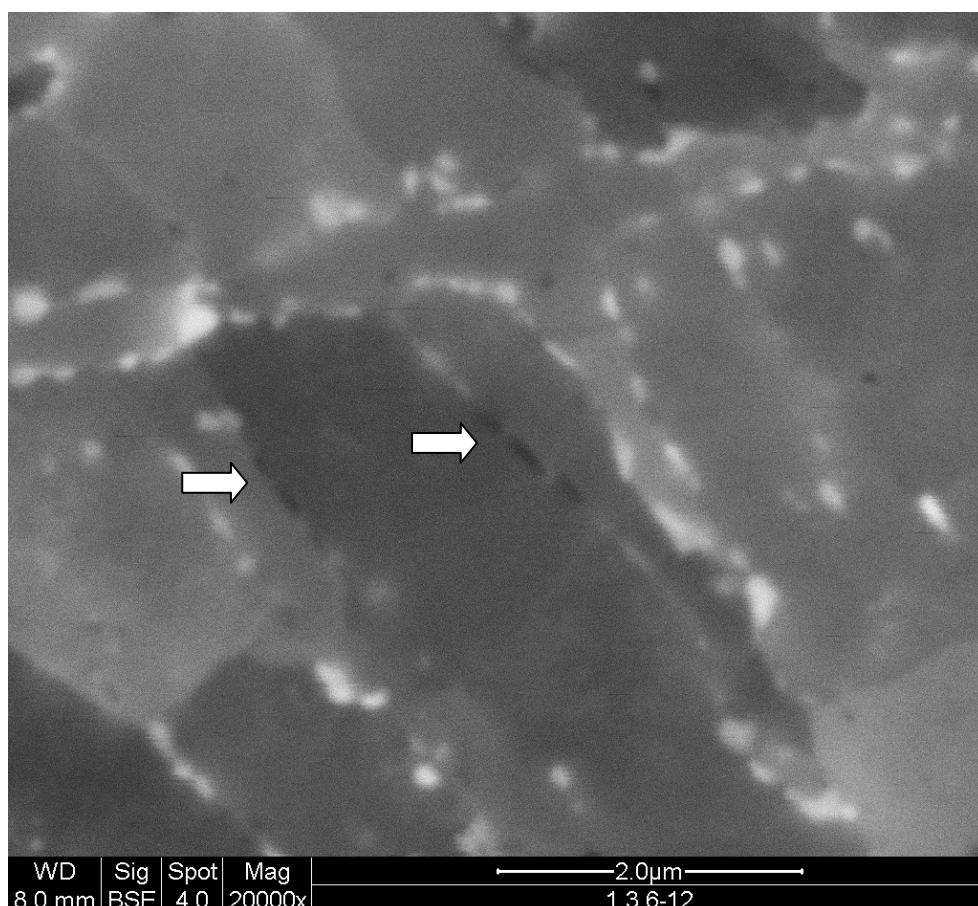
Obr. 20 – schéma zatěžovacího módu kombinace únavy + creepu

10.2 Metalografické hodnocení vzorků

Z teorie creepového zatěžování je známo, že existují dva mechanismy creepového porušování materiálů. Je jím buďto trhlinové porušování, nebo kavitační porušování. U trhlinového porušování vznikají kavity typu W a vytvářejí se na základě vzájemného posunu hranic zrn.

Tímto posunem vzniká v daném místě napětí, vlivem kterého dojde k nukleaci a růstu klínových trhlin. U kavitačního poškození vznikají kavity rovněž na hranicích zrn, která jsou zhruba kolmá na směr aplikovaného napětí. [18]

U obou zkušebních vzorků (únava + creep) byly pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu při zvětšení 20 000x pozorovány kavity ve struktuře (**obr. 21**). Na obrázku jsou patrné kavity vzniklé na hranicích zrn a subzrn. Jsou patrné jak samostatné kavity, tak řada více kavit umístěných vedle sebe. Při dalším zatěžování by došlo k nukleaci nových kavit a růstu již přítomných kavit, které by se následně spojily a vytvořily tak trhliny, což vede k vytvoření magistrální trhliny a konečnému lomu.



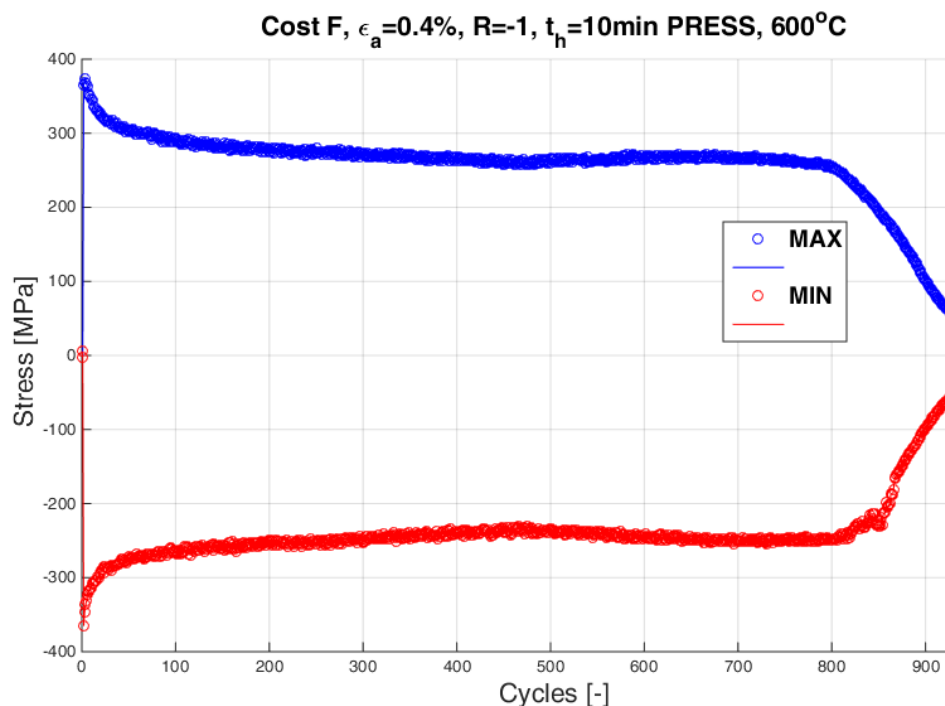
Obr. 21 – kavitační poškození po creepové expozici

11 Měření tvrdosti před a po zkouškách

Změna mechanických vlastností je děj, který doprovází jak únavové zatěžování, tak creepovou expozici. V případě únavového i creepového zatěžování bývá změna mechanických vlastností první odezvou materiálu na aplikované zatěžování. Změna mechanických vlastností je dána pohybem dislokací a bodových poruch během mechanického zatěžování. Dislokace se mohou zastavovat o překážky, jimiž jsou precipitáty, jiné dislokace či hranice zrn a subzrn. Při zastavování a hromadění dislokací se materiál zpevňuje, zvyšuje se jeho tvrdost, ale naopak křehne. Nebo může naopak docházet k částečné anihilaci dislokací a bodových poruch způsobující změkčení. K tomu může pomoci zvýšená teplota, při které zatěžování probíhá. [13] [18]

11.1 Změna mechanických vlastností

Na **obr. 22** je zobrazena křivka životnosti pro cyklicky dosahovanou elasto-plastickou deformaci. Křivka ukazuje závislost minimálního a maximálního dosahovaného napětí při cyklickém zatěžování vzorku 1.3.5/11. U ostatních vzorků je průběh obdobný. Průběh vykazuje v prvních desítkách cyklů výraznější pokles v dosahovaném napětí. V dalších cyklech je vidět už jen pouze mírné klesání napětí. Výrazný pokles za hranicí 800 cyklů je místo kdy došlo k lomu. Pokles napětí během zatěžování vzorku ukazuje na odpevňování a měknutí oceli.



Obr. 22 - křivka životnosti pro cyklicky dosahovanou elasto-plastickou deformaci

11.2 Změna tvrdosti

Měření tvrdosti bylo provedeno na zařízení Wilson W Wolpert Vickers 432. Byla použita metoda Vickers HV 10. U každého vzorku byly provedeny tři vtisky. Byly změřeny úhlopříčky vtisku a byla vypočítána tvrdost vycházející z každého vtisku a následně výsledná tvrdost, která je průměrnou hodnotou tvrdosti ze všech tří vtisků. Hodnoty tvrdostí jsou zobrazeny v tabulce 11. Nejvyšší hodnota tvrdosti vyšla podle očekávání u výchozího vzorku. Tato skutečnost koresponduje s obrázkem 22, tedy s tvrzením, že během zatěžování došlo k odpevňování. Další shodu s obrázkem 22 lze vidět u rozdílů mezi tvrdostmi exponovaných vzorků, které nejsou nijak výrazné. To koresponduje s velmi mírným poklesem napětí během stabilního šíření únavového lomu.

Tab. 11 – Naměřené tvrdosti jednotlivých vzorků

| | Vtisk 1 HV10 | Vtisk 2 HV10 | Vtisk 3 HV10 | Tvrdost průměr | Poznámka |
|-----------------|--------------|--------------|--------------|----------------|-----------------|
| Vzorek výchozí | 244 | 240 | 239 | 241 HV10 | - |
| Vzorek 1.3.1/7 | 212 | 211 | 213 | 212 HV10 | 25 % životnosti |
| Vzorek 1.3.2/8 | 212 | 210 | 209 | 210 HV10 | 75 % životnosti |
| Vzorek 1.2.2/3 | 206 | 205 | 206 | 206 HV10 | Do lomu |
| Vzorek 1.2.5/6 | 206 | 207 | 205 | 206 HV10 | Do lomu |
| Vzorek 1.3.5/11 | 205 | 205 | 206 | 205 HV10 | Do lomu |
| Vzorek 1.3.6/12 | 195 | 198 | 202 | 198 HV10 | Do lomu |

12 Kvantitativní hodnocení sekundárních fází

12.1 Analýza částic sekundárních fází

Ze všech únavově zatěžovaných vzorků a vzorků zatěžovaných kombinací únavy a creepové expozice byly vyhotoveny metalografické výbrusy. Metalografické výbrusy byly připravené v laboratořích KMM ručním mechanickým broušením a leštěním. Z teorie broušení je známo, že leštěný povrch je plasticky zdeformovaný. Tato povrchová zdeformovaná vrstva byla odstraněna elektrolytickým leštěním v zařízení Lectropol 5. Postup výroby metalografických vzorků probíhal u všech vzorků stejným způsobem od mechanického broušení až po elektrolytické leštění se stejnými parametry. Broušený povrch byl pokaždé před elektrolytickým leštěním zkontrolován na světelném mikroskopu. Elektrolytickým leštěním se nejen odstranil zdeformovaný povrch, ale zároveň se odhalily částice precipitátů.

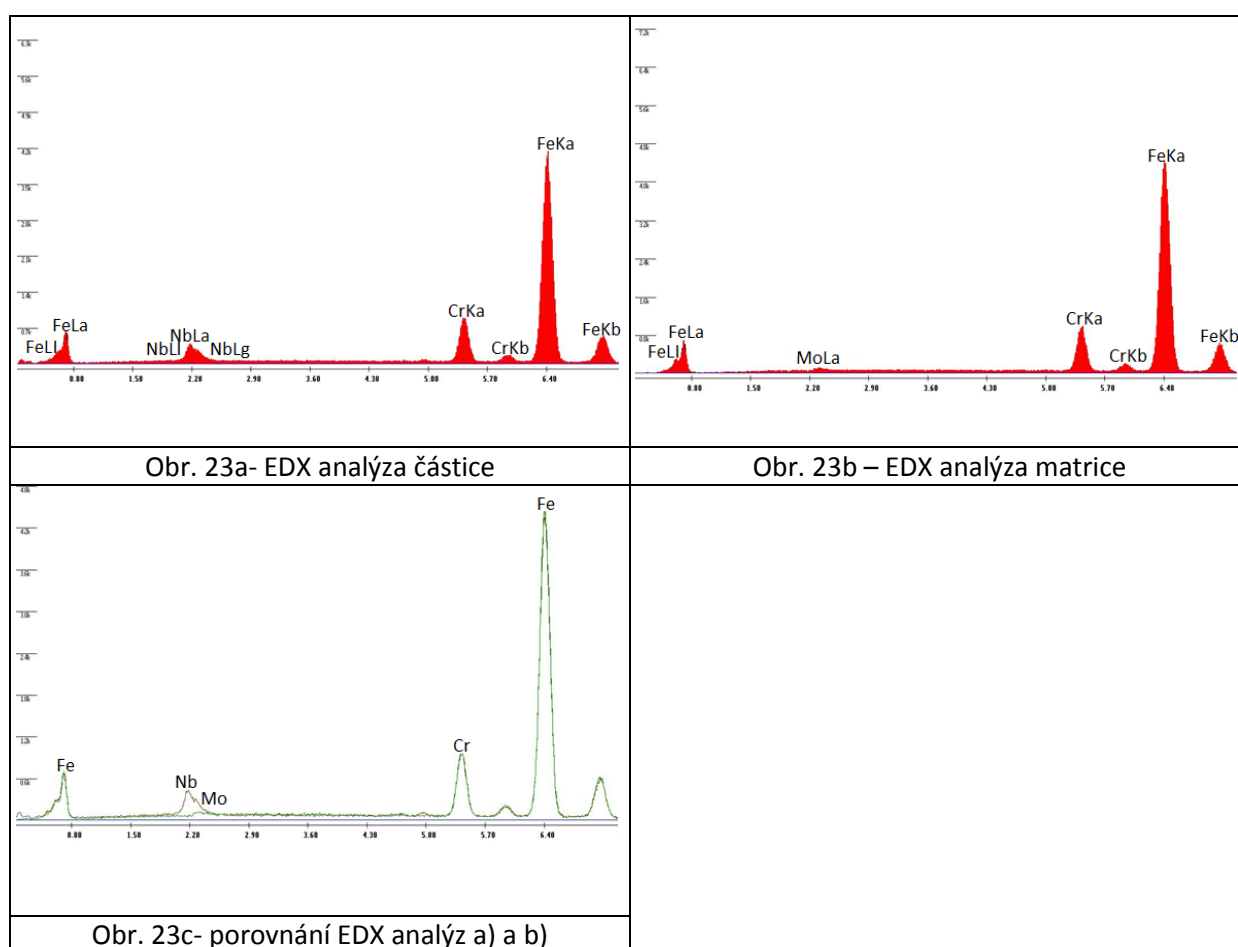
Při elektrolytickém leštění je matrice zarovnáována a v těsné blízkosti částic vznikají prohlubně, čímž se precipitáty odhalují více než v případě čistě rovinného řezu vzorkem (**obr. 25**). Červeně zvýrazněné částice jsou ty, které jsou na mikroskopu viditelné. Šedě jsou znázorněny částice, které nelze pozorovat a částice odplavené z matrice při elektrolytickém leštění, jsou schematicky znázorněny nevybarvenými útvary. Značně problematické je určení objemové hustoty precipitátů. Z obrázku 25 je patrné, že se částice uvolní z matrice, pokud je hloubka leštění větší než rozměr částice. To nemusí představovat problém v případech, kdy je velikost částic jednotná, nebo v případě je-li sledována objemová hustota jedné konkrétní velikosti částic. V případě různorodé velikosti částic je nepřesnost určování objemové hustoty částic zvýšená. [23]

Mikrostruktura vzorků byla pozorována pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu FEI Quanta s wolframovou katodou. Pro pozorování byly použity režimy sekundárních a zpětně odražených elektronů. Urychlovací napětí mezi katodou a anodou bylo nastaveno na 30 KV. Zkušenost je taková, že na snímcích sekundárních elektronů (SE) jsou zřetelně jasné částice karbidů Cr_{23}C_6 a rovněž částice Lavesovy fáze. Spolehlivé rozlišení obou fází od sebe je možné v obrazu zpětně odražených elektronů. U snímků zpětně odražených elektronů (BSE) se s vyšší intenzitou zobrazují ta místa, kde jsou prvky s vyšším atomovým číslem. Dále intenzita částic závisí také na její velikosti. Precipitáty Cr_{23}C_6 se tak v tomto modu zobrazení vyznačují viditelností s malou intenzitou oproti částicím Lavesovy fáze Fe_2Mo , či precipitátům obsahující niob. [23]

Na snímcích mikrostruktury byly pozorovány již zmíněné rozdíly v intenzitě u SE a BSE snímků u karbidů Cr_{23}C_6 . Na snímcích ze zpětně odražených elektronů byly pozorovány částice s vyšší intenzitou než karbidy Cr_{23}C_6 . Nicméně intenzivněji se tyto částice jevíly rovněž na SE snímcích. Byla provedena EDX mikroanalýza na zmíněných částicích s výsledkem zobrazeným na **obr. 23**. Při EDX mikroanalýze je vzorek ve vakuové komoře elektronového mikroskopu ve vzdálenosti 10 mm od objektivové čočky.

Na obr. 23a je zobrazena EDX mikroanalýza částice, která byla původně považována za možnou částici Lavesovy fáze Fe_2Mo . EDX mikroanalýza této a dalších podobných částic neukázala přítomnost Lavesovy fáze ve struktuře žádného ze sedmi experimentálních vzorků.

Z píků EDX spektra je vidět, že se jedná o precipitáty obsahující niob. Na obr. 23 je zobrazen výsledek EDX mikroanalýzy matrice oceli COST F. V tomto případě je v grafu viditelný malý pík molybdenu. Avšak zde se jedná o molybden rozpuštěný v matrici, kde substitučně zpevňuje matrici. Obr. 23c poté znázorňuje porovnání obou EDX mikroanalýz. U spektra částice se vyskytují píky od obou prvků Nb i Mo, které se částečně překrývají. To je patrně z toho důvodu, že stopa dopadajícího elektronového paprsku měla, při provádění EDX mikroanalýzy větší plochu, než byla velikost částice, a tak tedy byl detekován signál nejen z částice ale i okolní matrice.



Obr. 23 – výsledky EDX analýzy

12.2 Volba příznaků, jejich měření a výpočet

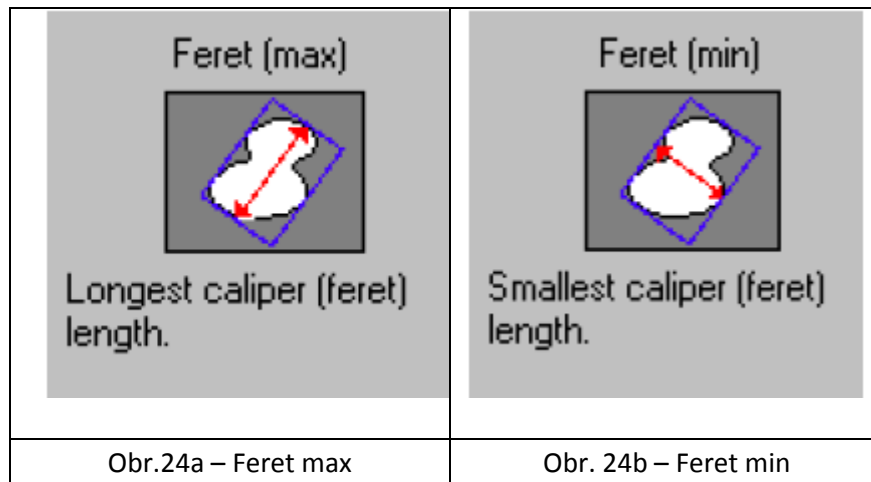
Z každého vzorku byly pořízeny tedy snímky v režimu SE a BSE se zvětšením 10 000x. Výběr focených míst na vzorku probíhal zcela náhodně. Pro potřeby obrazové analýzy, byly snímky upraveny v programu Nis-Elements. Při upravování obrazu byl u každého snímku proveden následující postup:

1. Kalibrace zvětšení, pro potřeby měření příznaků
2. Prahování snímku dle intenzity pro vyznačení částic, které mají být měřeny
3. Lokální transformace a následné ruční úpravy
4. Vymezení oblasti zájmu hodnocení částic
5. Volba příznaků měření:

Ekvivalentní průměr – průměr fiktivní kulové plochy, jež má stejný obsah jako daná částice

Maximální Feretův průmět – největší průměr částice v interval 0 až 180 ° (**obr. 24a**)

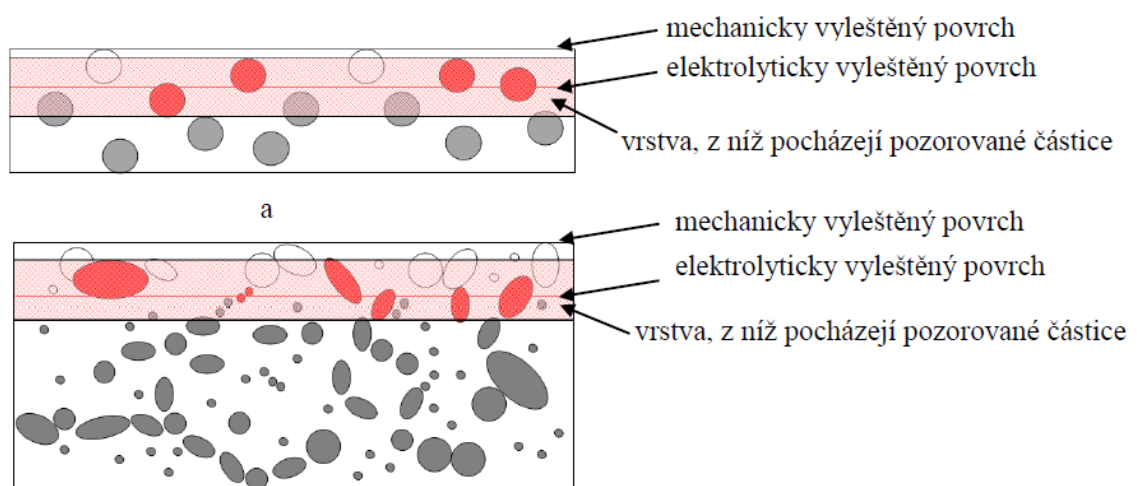
Minimální Feretův průmět – nejmenší průměr částice v interval 0 až 180 ° (**obr. 24b**)



Obr. 24 – Schémata k definici maximálního a minimálního Feretova průmětu [23]

6. Volba hodnot příznaků. Minimální velikost částic – posuzovaná dle ekvivalentního průměru, byla zvolena na 40 nm. Hodnota 40 nm byla zvolena s ohledem na skutečnost, že částice menší než 40 nm jsou zpravidla částice MX. Pro porovnání byly zvoleny dva rozsahy velikostních tříd 60 nm a 20 nm.

7. Měření a transport dat (tabulky a histogramy) do Excelu.



Obr. 25 – model rozložení částic povrchu v příčném řezu vzorkem po elektrolytickém leštění: a) monodisperzní a b) polydisperzní soustava částic precipitátů [23]

Naměřené hodnoty velikosti částic byly následně přepočteny na objemové hodnoty, tj. pro každou velikostní třídu částic se bral v úvahu jejich počet a celková plocha, na které se částice nacházejí. Na **obr. 25** je model, který vychází z modelů používaných v TEM pro hodnocení částic na extrakčních uhlíkových replikách a je aplikován na obrazy částic v elektrolyticky leštěném metalografickém výbrusu pozorovaném v SEM. Jak již bylo psáno, při elektrolytickém leštění se předpokládá pouze rozpouštění matrice a hranic zrn. Částice tedy s elektrolytem nereagují. Na obrázku je schéma příčného řezu vzorkem s vyznačenými významnými oblastmi. Nahoře je mechanicky vyleštěný povrch, který je odstraněn při elektrolytickém leštění. Následuje oblast elektrolyticky vyleštěného povrchu a pod touto oblastí je vrstva, v níž jsou pozorované částice. V režimu zpětně odražených elektronů je možné pozorovat i částice, které jsou hlouběji v matrici, jelikož signál zpětně odražených elektronů vychází z větší hloubky vzorku než u sekundárních elektronů, v daném případě až 800 nm. Vzorec pro výpočet hloubky, z které signál vychází je uveden v [24]. U sekundárních elektronů je tato hloubka přibližně 1 % z hloubky u BSE, tedy 8 nm. Nicméně při porovnání částic na snímcích SE a BSE nejsou patrné větší rozdíly, co se velikosti částic týče a není třeba provádět korekci na řezy částicemi v různých úrovních. [23]

Pro výpočet plošné hustoty je třeba znát pouze počet částic dané velikostní třídy a celkovou plochu, na které se nacházejí. Pro výpočet objemové hustoty je potřeba určit třetí rozměr, tedy tloušťku vzorku, v které se částice dané velikostní třídy nacházejí. Pro kulové a rovnoosé částice bývá tato tloušťka definována jako průměr největší částice případně částice střední velikosti. U monodisperzní soustavy je určení této velikosti snadné. U zkoumané struktury, kde se vyskytují částice značně rozdílné velikosti, je třeba stanovit objemovou hustotu zvlášť pro každou velikostní třídu částic. [23]

Pro měřené a vypočtené příznaky byly částice rozděleny podle ekvivalentního průměru do n ekvidistantních tříd. Tyto velikostní třídy mají šířku 20 nm. Pro výpočet objemové hustoty se postupovalo následovně. Nejprve byly sečteny celkové počty částic pro všechny velikostní třídy pro každý vzorek, dle vzorce (1). [23]

$$N = \sum_i^n N_i \quad (1)$$

Pro každou velikostní třídu byly následně vypočítány plošné hustoty částic dle vzorce (2), kde P je plocha jednoho snímku při 10 000 násobném zvětšení.

$$N_{Ai} = \frac{N_i}{10 \cdot P} \quad (2)$$

Jak bylo již zmíněno, pro objemovou hustotu je třeba definovat třetí rozměr, tedy tloušťku vrstvy, v které se částice nacházejí. Tato tloušťka byla definována jako medián ekvivalentního průměru každé třídy (vzorec (3)), kde Δ je šířka velikostní třídy, D_1 je medián ekvivalentního průměru první třídy.

$$D_i = D_1 + (i - 1) \cdot \Delta \quad (3)$$

Vzorec (4) poté dává objemovou hustotu i -té třídy a vzorec (5) celkovou objemovou hustotu částic pro daný vzorek.

$$N_{vi} = \frac{N_{Ai}}{D_i} \quad (4)$$

$$N_v = \sum_i^n N_{vi} \quad (5)$$

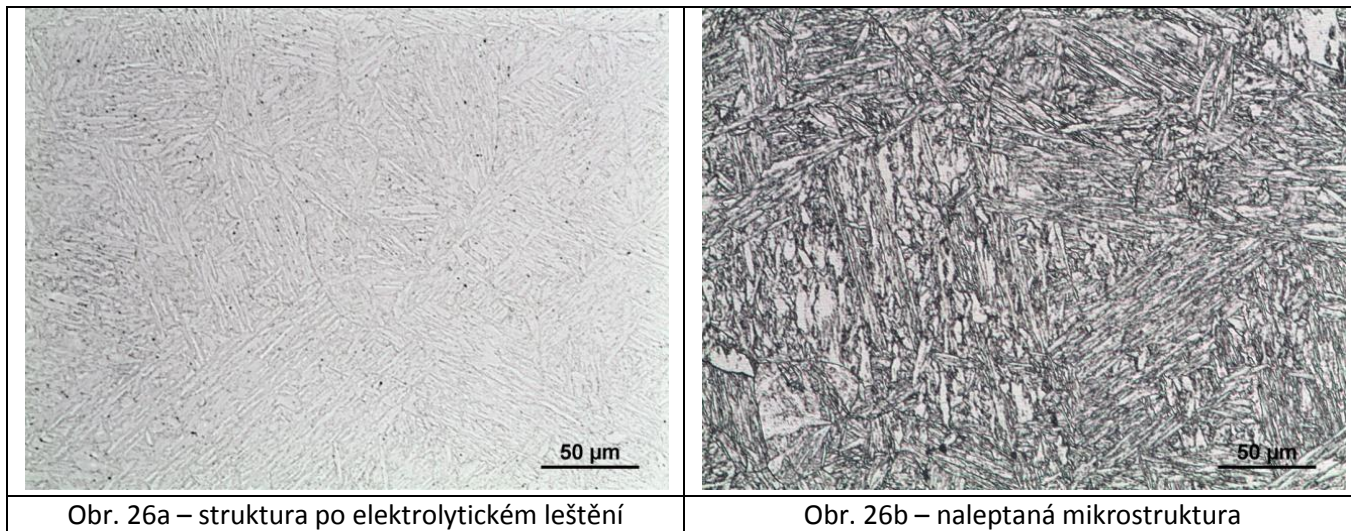
Na závěr byla vypočtena průměrná hodnota ekvivalentního průměru dle vzorce (6). Tato hodnota se liší od ekvivalentního průměru, který byl získán pouze na základě měření částic v ploše snímku. Tento rozdíl je důsledkem přepočtu plošné hustoty na objemovou u každé velikostní třídy. Použitím tohoto výpočtu se zvětšuje podíl menších částic ve vzorku. [23]

$$\overline{D}_e = \frac{\sum_i^n N_{vi} \cdot D_i}{\sum_i^n N_{vi}} = \frac{\sum_i^n N_{Ai}}{\sum_i^n N_{vi}} \quad (6)$$

13 Výsledky kvantitativního hodnocení částic

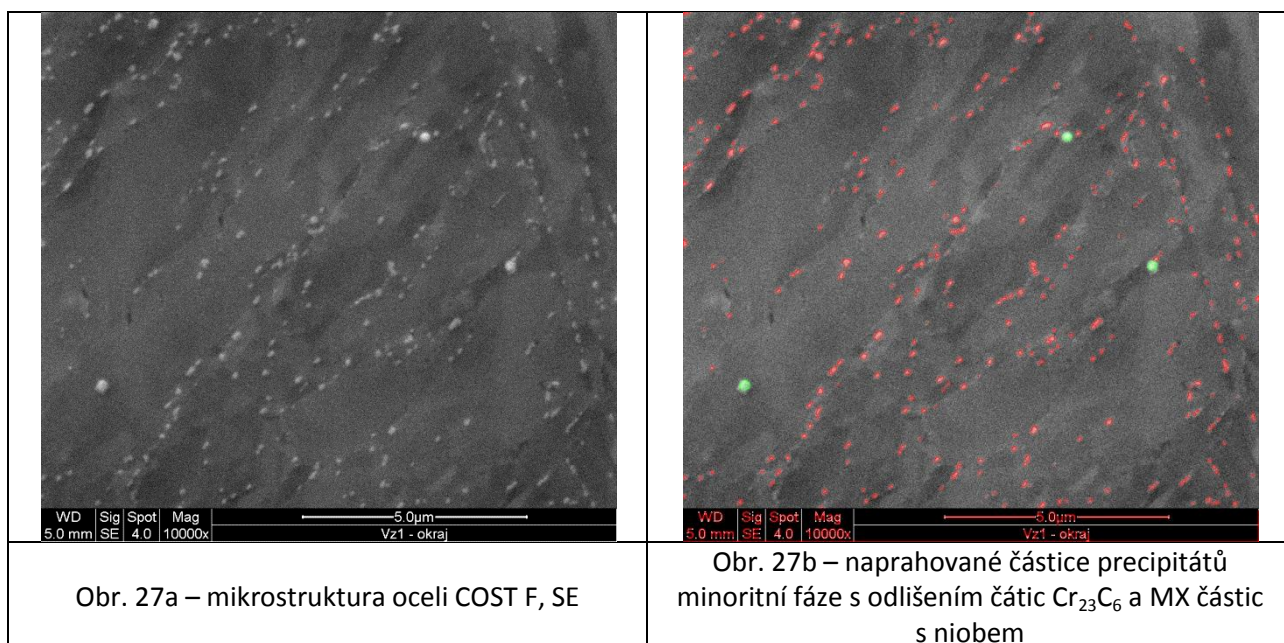
13.1 Snímky mikrostruktury oceli COST F

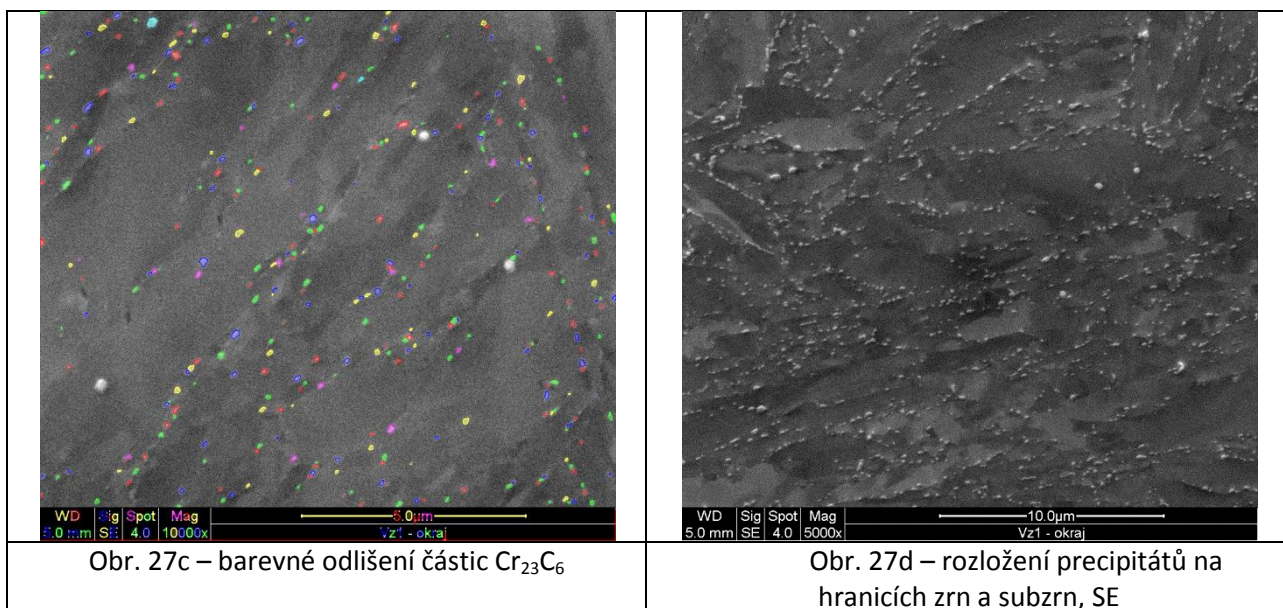
V první řadě byla pozorována mikrostruktura vyleštěných vzorků po naleptání činidlem Vilella-Bain. Na obr. 26 je snímek pozorované mikrostruktury. Jsou zde patrné hranice původních austenitických zrn, pakety feritických latěk a jednotlivé latky nebo desky feritu.



Obr. 26 pozorovaná mikrostruktura oceli COST F 200x

Na **obr. 27** jsou zobrazeny snímky mikrostruktury oceli COST F pořízené pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Na snímku jsou patrné precipitáty Cr_{23}C_6 , které jsou rozmístěny na hranicích zrn a subzrn oceli. Dále jsou zde vidět částice bohaté niobem (zřejmě primární karbidy nebo karbonitridy), které mají zřetelně vyšší intenzitu zobrazení než částice karbidů chromu. Jemnější částice nitridů vanadu nejsou při použité metodě rozlišitelné.





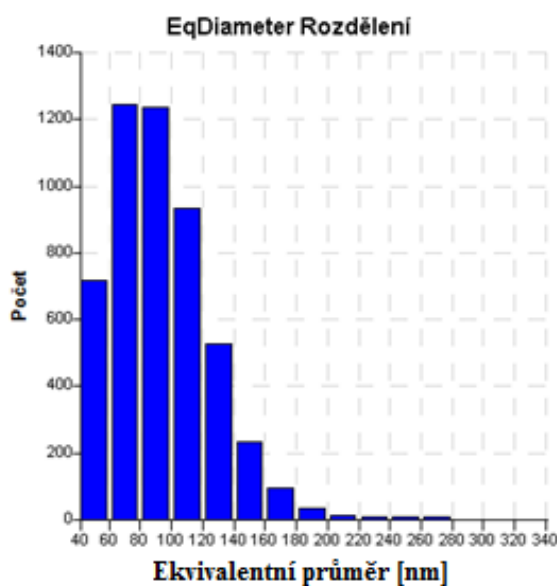
Obr. 27c – barevné odlišení částic Cr_{23}C_6

Obr. 27d – rozložení precipitátů na hranicích zrn a subzrn, SE

Obr. 27 – snímky mikrostruktury oceli COST F pořízené pomoc SEM

13.2 Kvantitativní hodnocení výchozího vzorku

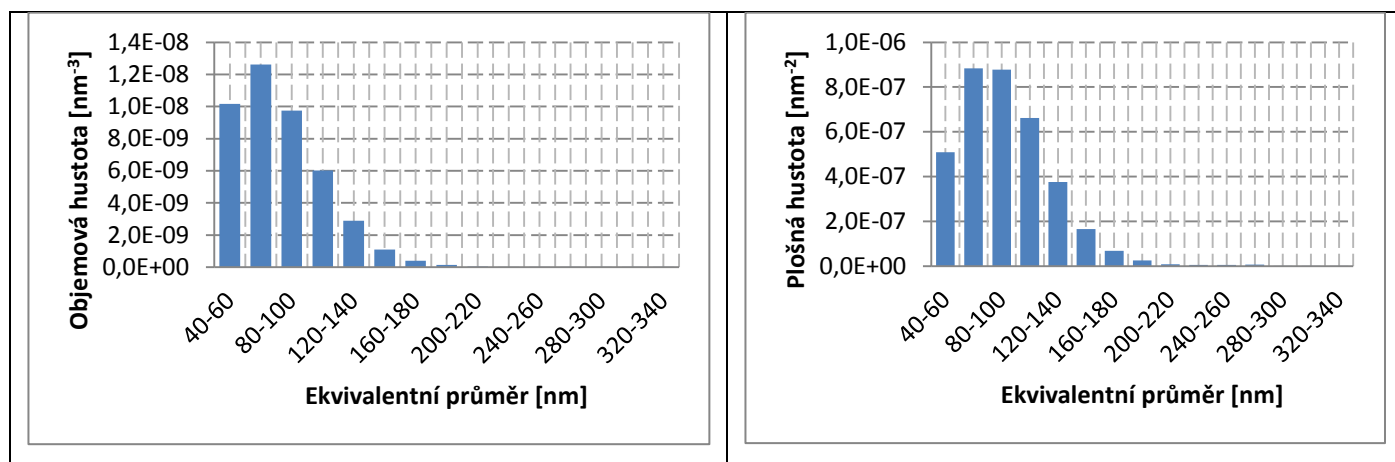
Na **obr. 28** je zobrazen histogram rozložení velikosti částic Cr_{23}C_6 výchozího vzorku. Ekvivalentní průměr částic výchozího vzorku vyšel s hodnotou 92 ± 34 nm. V tabulce 12 jsou poté vypočteny hodnoty příznaků podle rovnic (1) – (6). Pro výchozí vzorek vyšla objemová hustota částic $4,32 \times 10^{-7} \text{ nm}^{-3}$. Průměrná hodnota ekvivalentního průměru \overline{D}_e vyšla 83 nm. Na **obr. 29** je zobrazen histogram závislosti objemové hustoty a plošné hustoty na počtu částic v každé velikostní třídě. Je patrné, že nejvyšší objemová hustota bude spadat pod nejpočetněji obsazené velikostní třídy a také velikost vypočteného ekvivalentního průměru se bude blížit této třídě. Dále si lze všimnout, že se maximum na histogramu závislosti na plošné hustotě posouvá k větším hodnotám ekvivalentního průměru.



Obr. 28 – histogram kvantitativního rozložení částic Cr_{23}C_6 oceli COST F ve výchozím stav

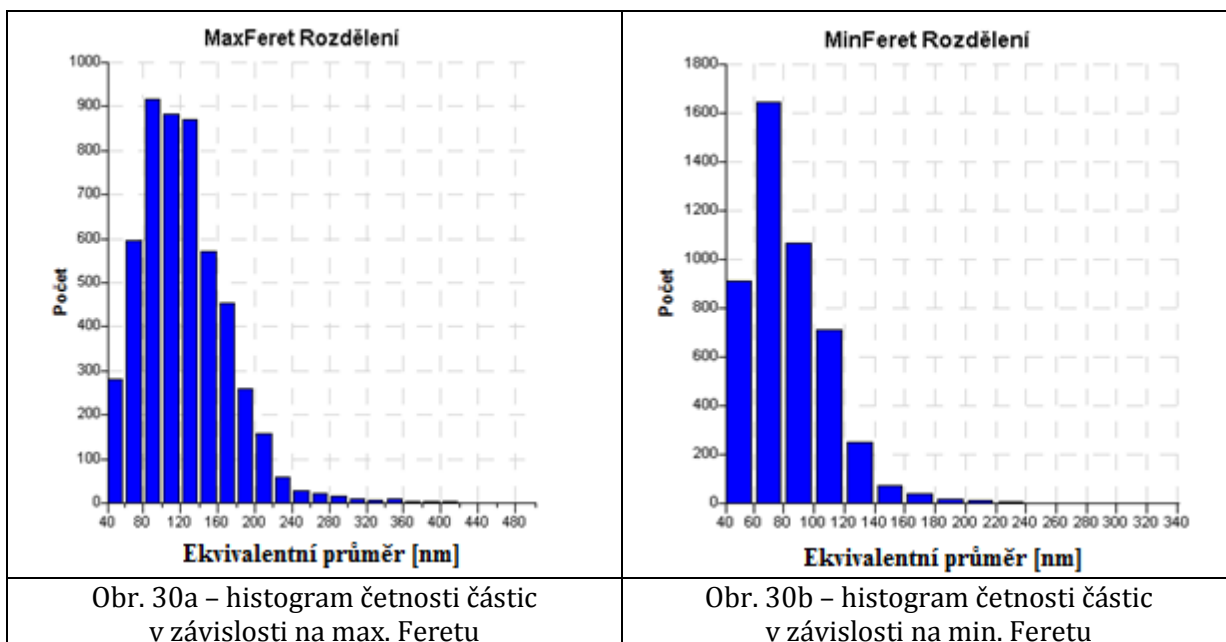
Tab. 12 – Příznaky vypočítané podle rovnic (1) - (6) pro výchozí vzorek

| Třída i | Ekv. průměr D_i [nm] | Počet N_i | Plošná hustota N_{Ai} [μm^{-2}] | Tloušťka vrstvy D_i [nm] | Objem. hustota N_{Vi} [μm^{-3}] | $N_{Vi}D_i$ |
|---------|------------------------|-------------|--|----------------------------|--|-------------|
| 1 | 40-60 | 717 | 0,508 | 50 | 10,2 | 5,09E-07 |
| 2 | 60-80 | 1246 | 0,884 | 70 | 12,6 | 8,84E-07 |
| 3 | 80-100 | 1237 | 0,877 | 90 | 9,75 | 8,77E-07 |
| 4 | 100-120 | 934 | 0,662 | 110 | 6,02 | 6,62E-07 |
| 5 | 120-140 | 529 | 0,375 | 130 | 2,89 | 3,75E-07 |
| 6 | 140-160 | 234 | 0,166 | 150 | 1,11 | 1,66E-07 |
| 7 | 160-180 | 97 | 0,069 | 170 | 0,405 | 6,88E-08 |
| 8 | 180-200 | 36 | 0,026 | 190 | 0,134 | 2,55E-08 |
| 9 | 200-220 | 11 | 0,008 | 210 | 0,037 | 7,8E-09 |
| 10 | 220-240 | 7 | 0,005 | 230 | 0,022 | 4,96E-09 |
| 11 | 240-260 | 7 | 0,005 | 250 | 0,020 | 4,96E-09 |
| 12 | 260-280 | 9 | 0,006 | 270 | 0,024 | 6,38E-09 |
| 13 | 280-300 | 2 | 0,001 | 290 | 0,005 | 1,42E-09 |
| 14 | 300-320 | 1 | 0,001 | 310 | 0,002 | 7,09E-10 |
| 15 | 320-340 | 2 | 0,001 | 330 | 0,004 | 1,42E-09 |
| | Suma | 5069 | 3,595 | | 43,209 | 3,6E-06 |
| | Str. průměr [nm] | 83 | | | | |



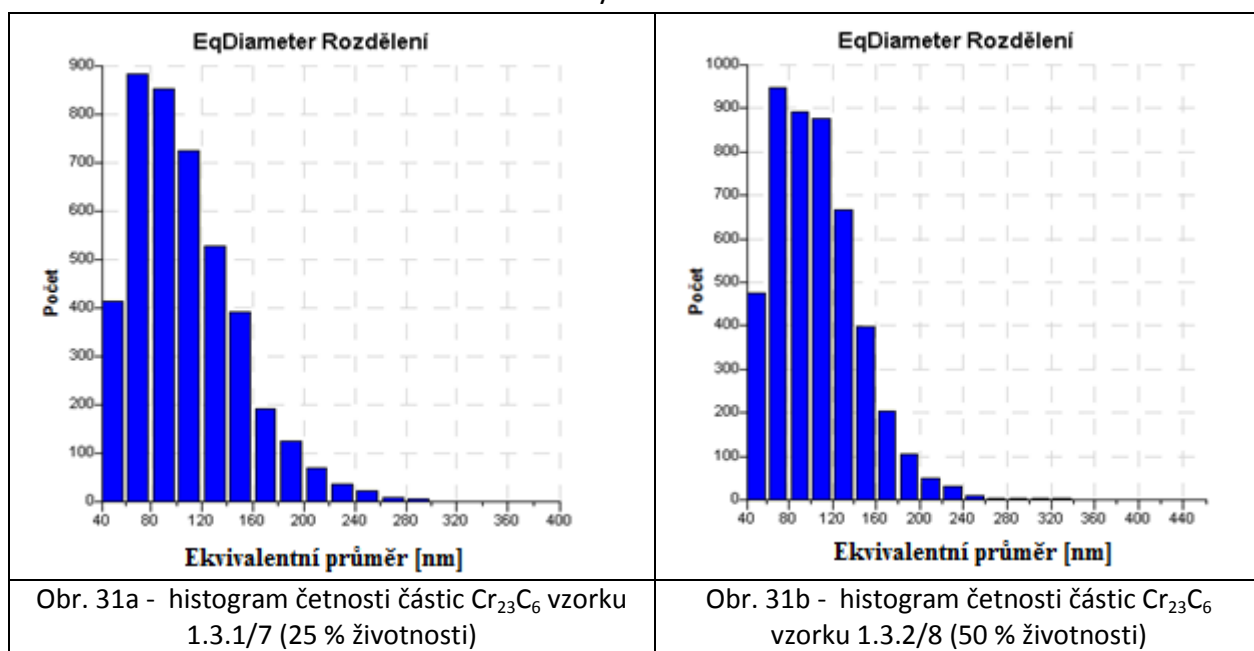
Obr. 29 – histogram objemové a plošné hustoty v závislosti na ekvivalentním průměru karbidů oceli COST F ve výchozím stavu

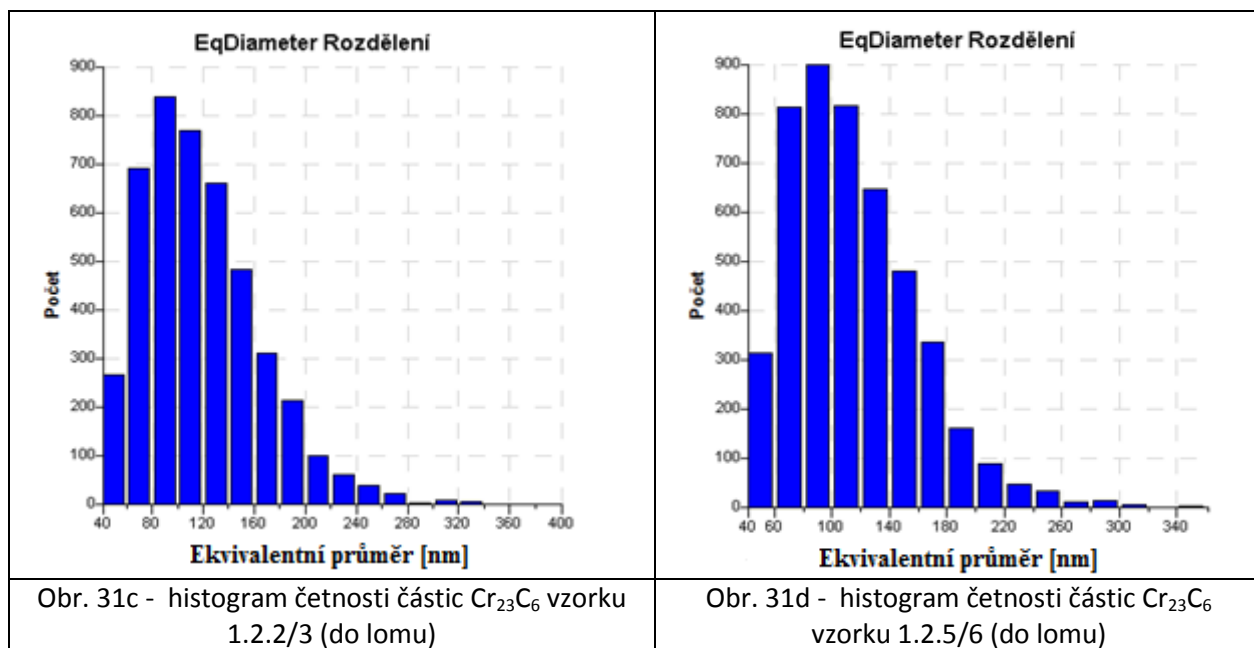
Pro každý vzorek byly vykresleny rovněž histogramy maximálního a minimálního Feretova průmětu. Na **obr. 30** je zobrazeno toto rozdělení pro výchozí vzorek. Dle obou histogramů je patrné, že částice Cr_{23}C_6 jsou z větší části kulového a rovnoosého tvaru.



Obr. 30 – Kvantitativní rozložení min. a max. Feretova průmětu oceli COST F ve výchozím stavu

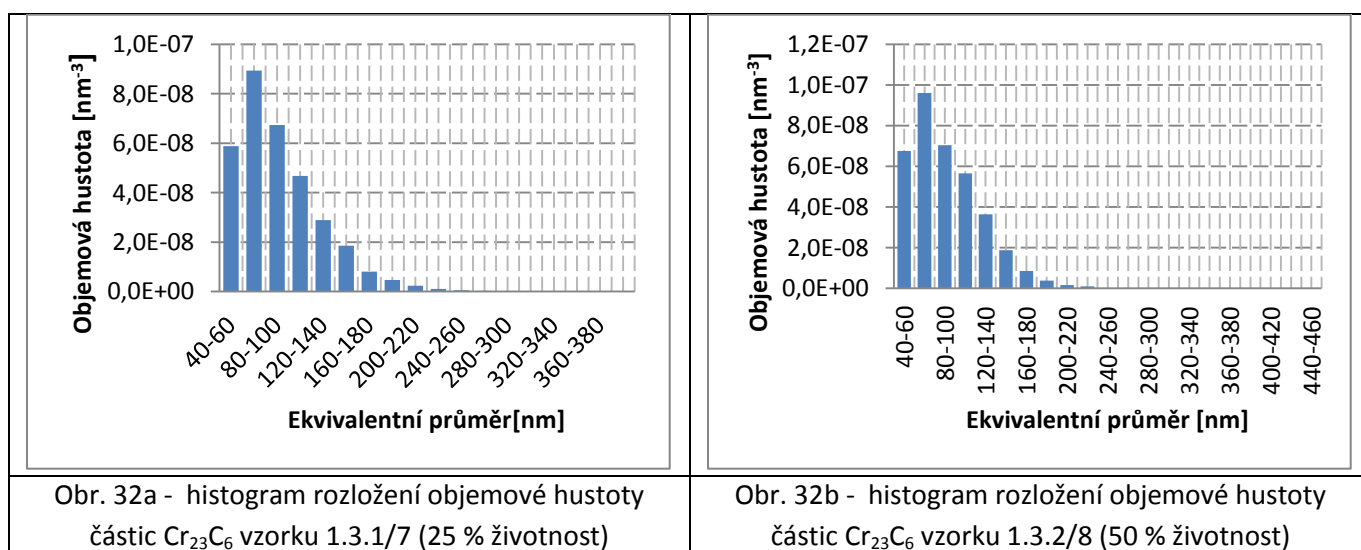
13.3 Kvantitativní hodnocení částic – nízkocyklová únava

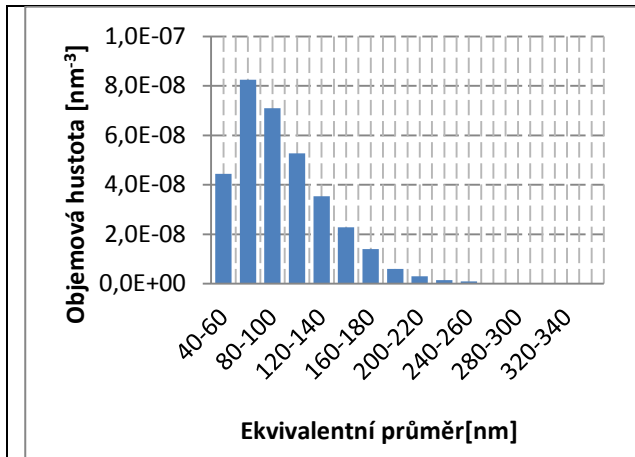




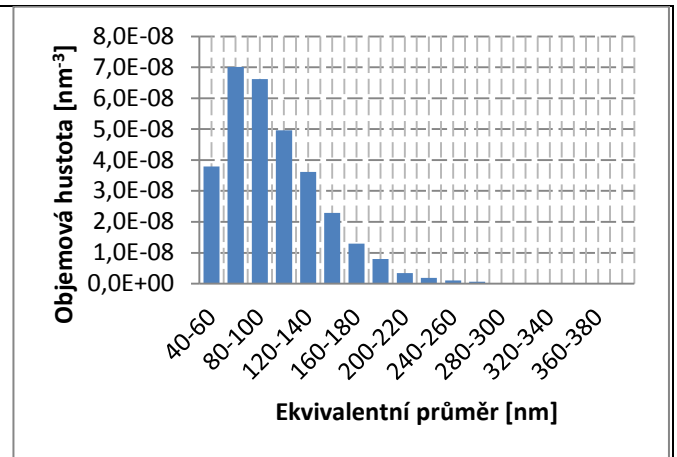
Obr. 31 – Histogramy kvantitativního rozložení precipitátů Cr₂₃C₆ pro skupinu vzorků zatěžované čistě únavovým mechanismem

Při nízkocyklovém zatěžování při teplotě 600 °C tak nebyl prokázán významný vliv tohoto zatěžování na velikost, počet, tvar a rozložení precipitátů Cr₂₃C₆. Na **obr. 31** jsou zobrazeny histogramy rozdělení ekvivalentního průměru částic Cr₂₃C₆ pro vzorky 1.3.1/7, 1.3.2/8, 1.2.2/3, 1.2.5/6. Tedy vzorky, které byly vystaveny únavovému zatěžování při 600 °C. Z histogramů je patrné, že částice Cr₂₃C₆ si více méně drží svoji velikost při různých dobách expozice. Přesto je zde vidět mírný posun k vyšším velikostem částic s přibývajícím dobou expozice, tedy mírné hrubnutí částic. Při pohledu na **obr. 32** lze vidět, že rovněž objemové hustoty zůstávají více méně neměnné a u všech vzorků má nejvyšší objemovou hustotu velikostní třída od 60 do 80 nm. Při porovnání mezi rozložením objemové a plošné hustoty (**obr. 32 a 33**) si lze všimnout stejného trendu jako u výchozího vzorku. Tedy, že při sledování rozložení částic pomocí objemové hustoty vzrůstá celkový podíl menších částic a střední hodnota velikosti částic je tak menší než u plošné hustoty.



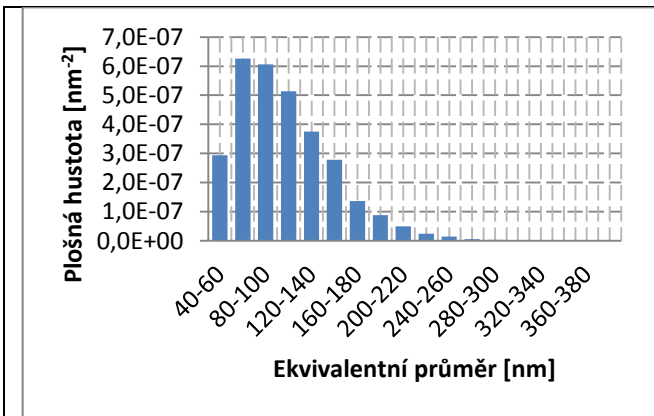


Obr. 32c - histogram rozložení objemové hustoty částic Cr₂₃C₆ vzorku 1.2.2/3 (do lomu)

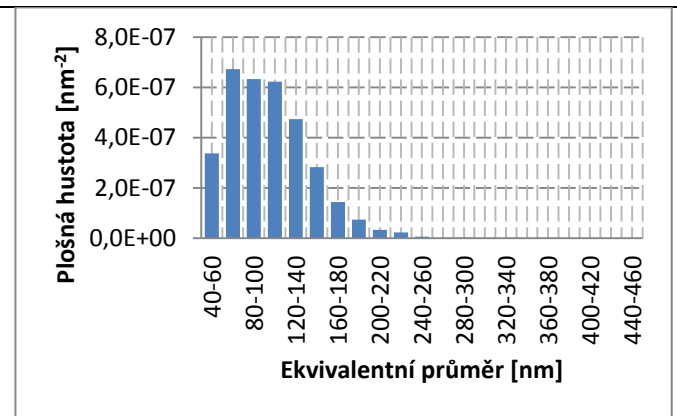


Obr. 32d - histogram rozložení objemové hustoty částic Cr₂₃C₆ vzorku 1.2.5/6 (do lomu)

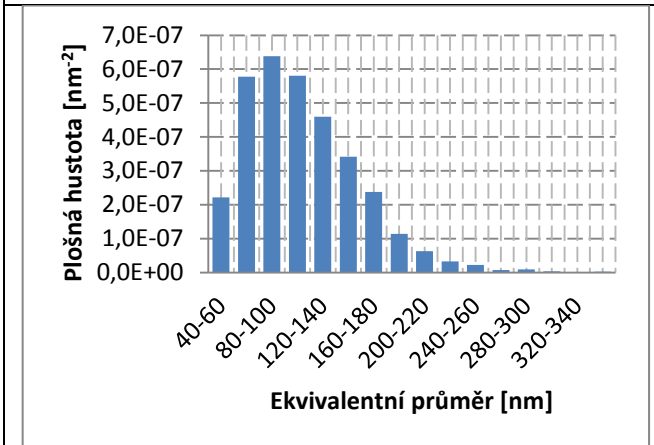
Obr. 32 – Histogramy objemové hustoty v závislosti na ekvivalentním průměru karbidů oceli COST F po různou dobu expozice únavového zatěžování



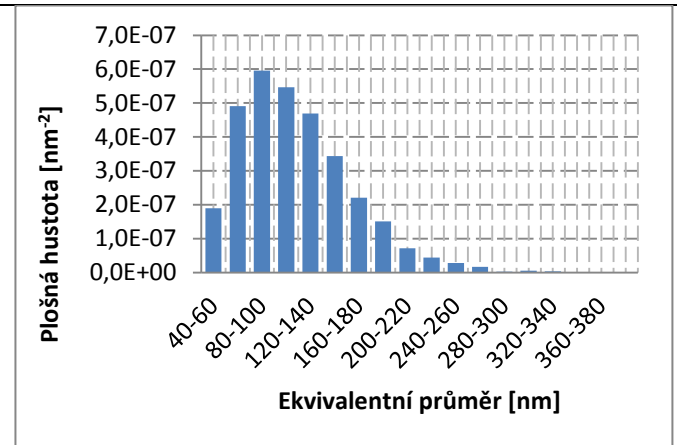
Obr. 33a - histogram rozložení plošné hustoty částic Cr₂₃C₆ vzorku 1.3.1/7 (25 % životnost)



Obr. 33b - histogram rozložení plošné hustoty částic Cr₂₃C₆ vzorku 1.3.2/8 (50 % životnost)



Obr. 33c - histogram rozložení plošné hustoty částic Cr₂₃C₆ vzorku 1.2.2/3 (do lomu)

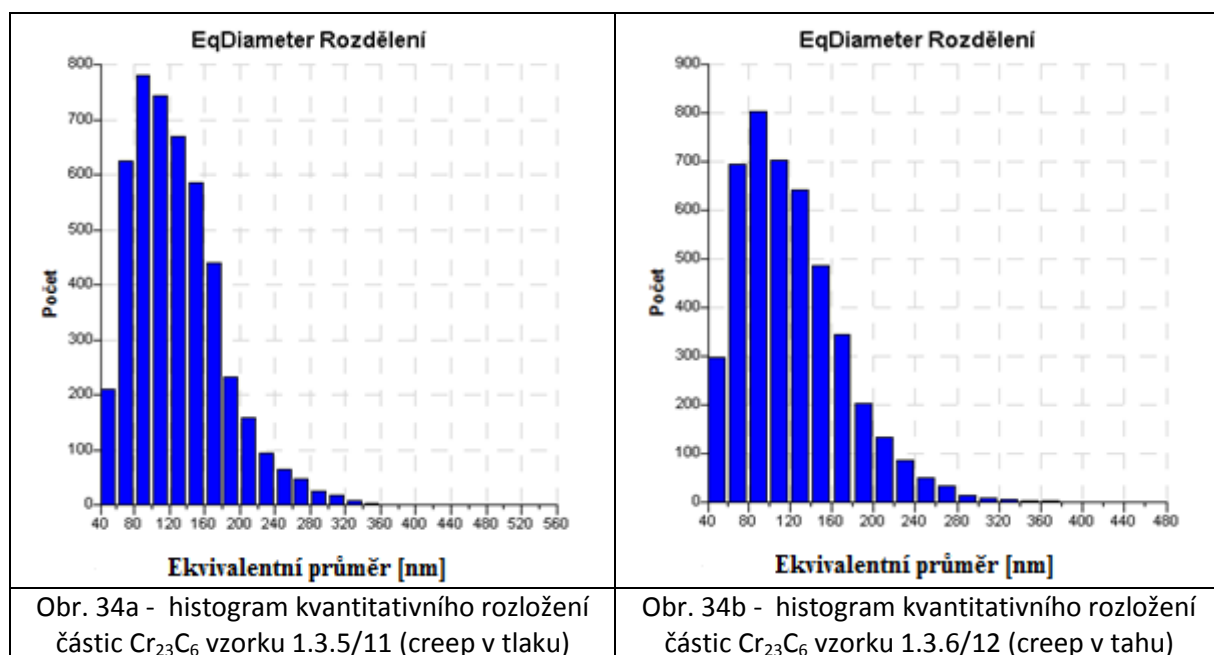


Obr. 33d - histogram rozložení plošné hustoty částic Cr₂₃C₆ vzorku 1.2.5/6 (do lomu)

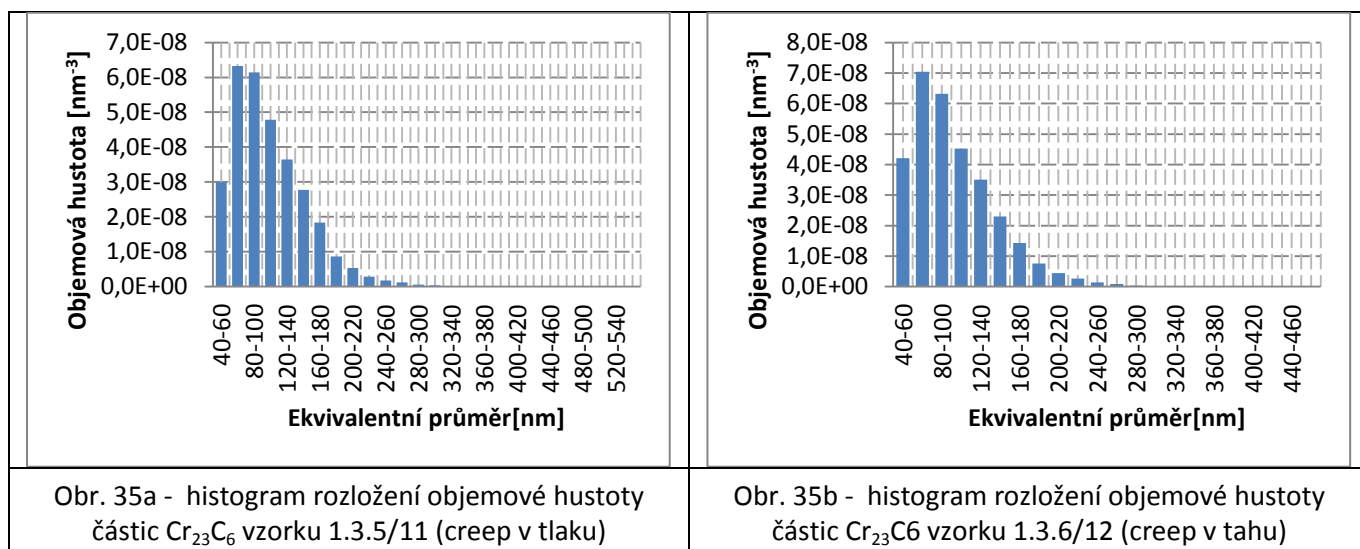
Obr. 33 - Histogramy plošné hustoty v závislosti na ekvivalentním průměru částic oceli COST F po různou dobu expozice únavového zatěžování

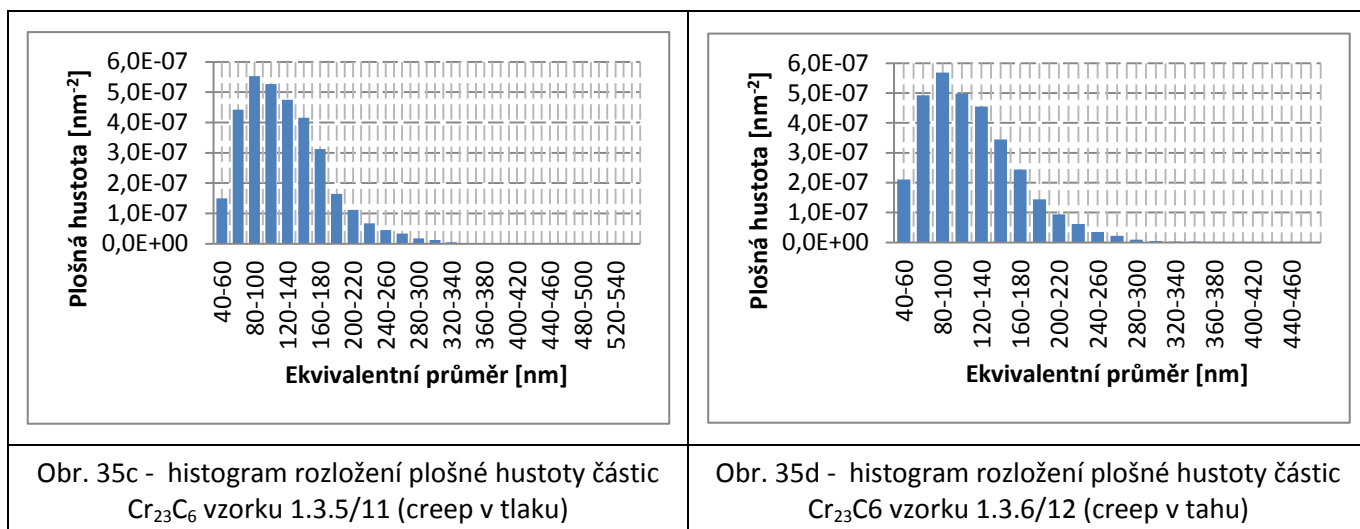
13.4 Kvantitativní hodnocení částic – únava + creep

U vzorků, které byly zatěžovány kombinací únavového zatěžování a creepové expozice při teplotě 600 °C byly rovněž sestrojeny histogramy velikosti částic Cr_{23}C_6 a rozložení objemové hustoty v závislosti na velikostní třídě. Na **obr. 34** jsou histogramy rozdělení ekvivalentního průměru částic. U vzorku 1.3.5/11, který byl zatěžován únavovým zatížením v kombinaci s creepovou expozicí v tlaku byla průměrná hodnota naměřeného ekvivalentního průměru 130 ± 50 . U vzorku 1.3.6/12, jenž byl zatěžován kombinací únavy s creepovou expozicí v tahu byla průměrná naměřená hodnota ekvivalentního průměru 120 ± 50 . U těchto vzorků je již vidět patrnější hrubnutí částic Cr_{23}C_6 . Především je patrný výraznější pokles počtu částic v nejmenší třídě od 40 do 60 nm.



Obr. 34 - Histogramy kvantitativního rozložení precipitátů Cr_{23}C_6 obou vzorků zatěžovaných kombinací únavového zatěžování a creepové expozice





Obr. 35 - Histogramy rozložení objemové a plošné hustoty po velikostních třídách oceli COST F po kombinaci únavového zatěžování a creepové expozice v tlaku, respektive v tlaku

Co se týká histogramů pro objemovou a plošnou hustotu, tak ani zde se neukázala žádná větší změna a opět byl pozorován posun ve střední velikosti částic. Při hodnocení objemové hustoty byla u obou vzorků třída 60 - 80 nm nejhustěji obsazená částicemi Cr₂₃C₆ (**obr. 35a, b**). Při hodnocení plošné hustoty byla nejhustěji obsazená velikostní třída 80 - 100 nm (**obr. 35c, d**).

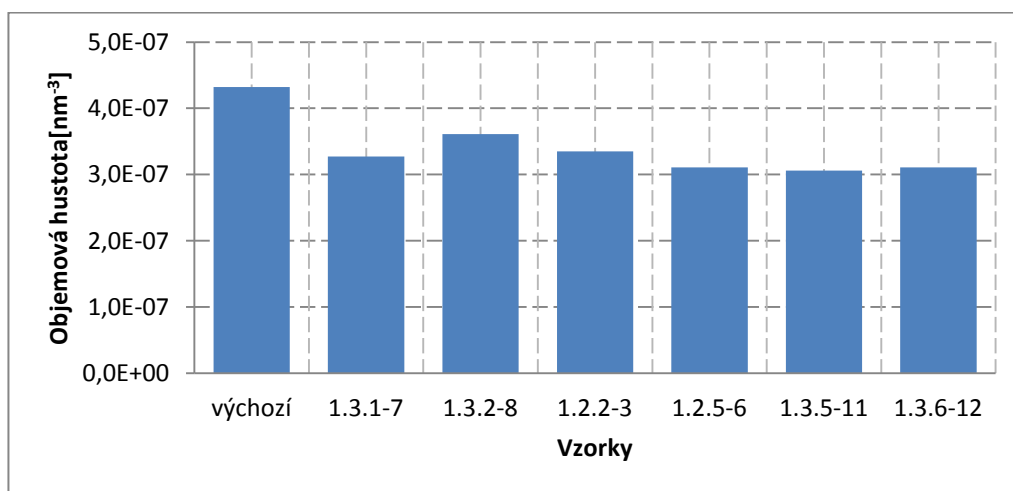
13.5 Porovnání dosažených výsledků

Pro porovnání výsledků byla vyhotovena tabulce 13. V této tabulce jsou zapsány všechny důležité příznaky, které byly naměřeny či vypočítány. Počet částic, který byl naměřen, byl nejvyšší u výchozího vzorku. U ostatních vzorků počet částic kolísal bez nějaké zřetelné závislosti doby expozice únavového zatěžování či kombinace únavy a creepové expozice.

Dále byla naměřena a vypočtena hodnota průměrného ekvivalentního průměru pro každý vzorek. Vypočítaná hodnota \overline{D}_e , jejíž hodnota závisí na vypočítané objemové hustotě, vyšla v porovnání se změřenou průměrnou hodnotou ekvivalentního průměru vždy menší. Nicméně trend zůstal zachován. Tedy nejmenší hodnota patří výchozímu vzorku a s přibývajícím časem únavového zatěžování částice drobně narůstají. Přidání creepové expozice rovněž dále zvětšuje hodnotu ekvivalentního průměru. Hodnoty objemové hustoty jsou graficky porovnány na **obr. 36**. Je zde patrné, že nejvyšší objemová hustota byla vypočítána pro výchozí vzorek. U ostatních vzorků je vidět pokles oproti výchozímu stavu, ale v zásadě se hodnoty příliš nemění se změnou doby zatěžování.

Tab. 13 – Porovnání měřených a vypočítaných příznaků

| Vzorek | Počet částic N | Ekv. průměr změřený D_e [nm] | Ekv. průměr vypočítaný \overline{D}_e [nm] | Feret max [nm] | Feret min [nm] | Objemová hustota N_{Vi} [μm^{-3}] | Plošná hustota N_{Ai} [μm^{-2}] |
|----------|----------------|--------------------------------|--|----------------|----------------|--|--|
| Výchozí | 5069 | 90 ±30 | 83 | 120 ±50 | 80 ±30 | 43,2 | 3,6 |
| 1.3.1/7 | 4257 | 110 ±40 | 92 | 140 ±70 | 90 ±40 | 32,7 | 3,02 |
| 1.3.2/8 | 4672 | 100 ±40 | 92 | 140 ±60 | 90 ±30 | 36,1 | 3,3 |
| 1.2.2/3 | 4669 | 110 ±50 | 99 | 150 ±70 | 100 ±40 | 33,5 | 3,3 |
| 1.2.5/6 | 4481 | 120 ±50 | 102 | 150 ±70 | 100 ±40 | 31,1 | 3,2 |
| 1.3.5/11 | 4699 | 130 ±50 | 109 | 170 ±70 | 110 ±50 | 30,6 | 3,3 |
| 1.3.6/12 | 4507 | 120 ±50 | 103 | 160 ±80 | 100 ±40 | 31,1 | 3,2 |



Obr. 36 – Porovnání objemových hustot jednotlivých vzorků

V posledním kroku byl zkoumán vliv volby šířky velikostní třídy na vypočtené hodnoty objemové hustoty a průměrné hodnoty ekvivalentního průměru. V tabulce 14 jsou porovnávány tyto hodnoty s použitím intervalu $\Delta = 60 \text{ nm}$ a $\Delta = 20 \text{ nm}$. Z tabulky 8 je patrné, že volba šířky intervalu velikostních tříd nemá na výpočet průměrné hodnoty ekvivalentního průměru a objemovou hustotu téměř žádný vliv.

Tab. 14 – Tabulka vlivu volby šířky velikostní třídy na velikost zkoumaných příznaků

| Vzorek | Ekv. průměr vypočítaný $\overline{D}_e(\Delta = 20 \text{ nm})$ [nm] | Ekv. průměr vypočítaný $\overline{D}_e(\Delta = 60 \text{ nm})$ [nm] | Celk. objem. hustota $N_{Vi}(\Delta = 20 \text{ nm})$ [μm^{-3}] | Celk. objem. hustota $N_{Vi}(\Delta = 60 \text{ nm})$ [μm^{-3}] |
|----------|--|--|--|--|
| Výchozí | 83 | 85 | 43 | 42 |
| 1.3.1/7 | 92 | 93 | 33 | 32 |
| 1.3.2/8 | 92 | 93 | 36 | 36 |
| 1.2.2/3 | 99 | 98 | 34 | 34 |
| 1.2.5/6 | 102 | 101 | 31 | 31 |
| 1.3.5/11 | 109 | 107 | 31 | 31 |
| 1.3.6/12 | 103 | 102 | 31 | 31 |

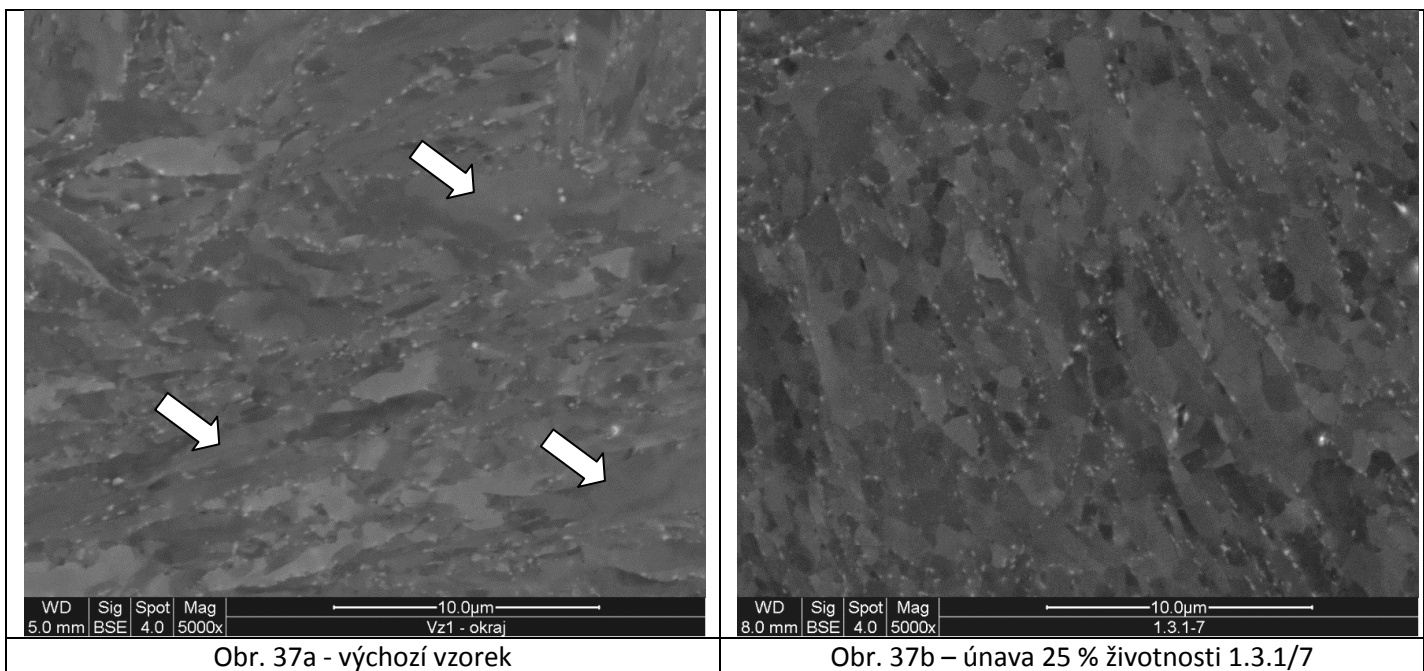
13.5 Hodnocení substruktury

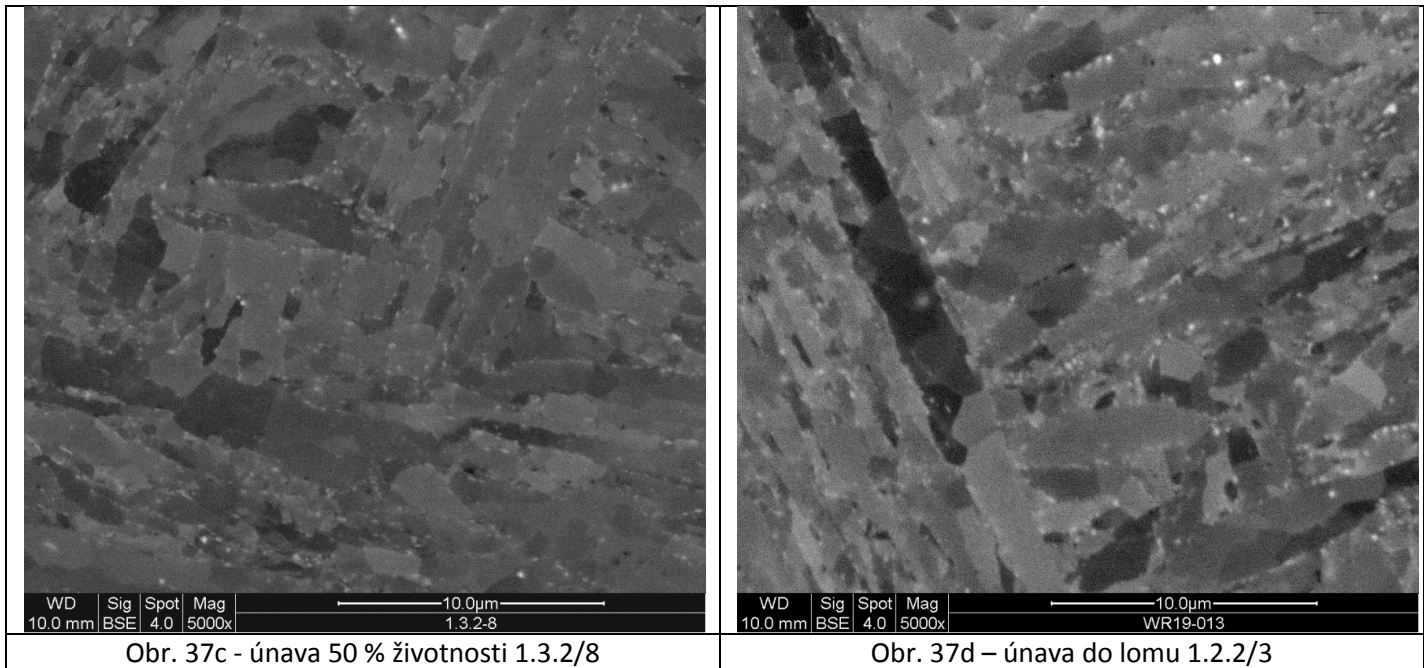
Na metalografických výbrusech připravených výše uvedenou metodou lze při pozorování v odražených elektronech v důsledku kanálování elektronů rozeznat v jednotlivých lačkách subzrna, tj. oblasti s nízkou hustotou dislokací oddělené nízkouhlovými hranicemi. Podle výskytu subzrn lze usuzovat na stupeň zotavení substruktury při žhání a při zatěžování za vysokých teplot.

Na **obr. 37 a 38** je zobrazena substruktura výchozího vzorku a vzorků s amplitudou zatěžování 0,3 %, respektive 0,4 %. U výchozího vzorku si lze všimnout, že většina laček je rozdělena na subzrna, ale lze najít i lačky bez zřetelných subzrn. To jsou lačky (označené šipkami), kde dosud nedošlo k uspořádání dislokací do stěn a relativně hustá dislokační síť tvoří neuspořádanou spleť [2]. Při zobrazení v odražených elektronech mají tyto lačky nerovnoměrnou intenzitu na rozdíl od subzrn, která se jeví jako světlá nebo tmavší "zrna" s výraznou změnou intenzity na hranici.

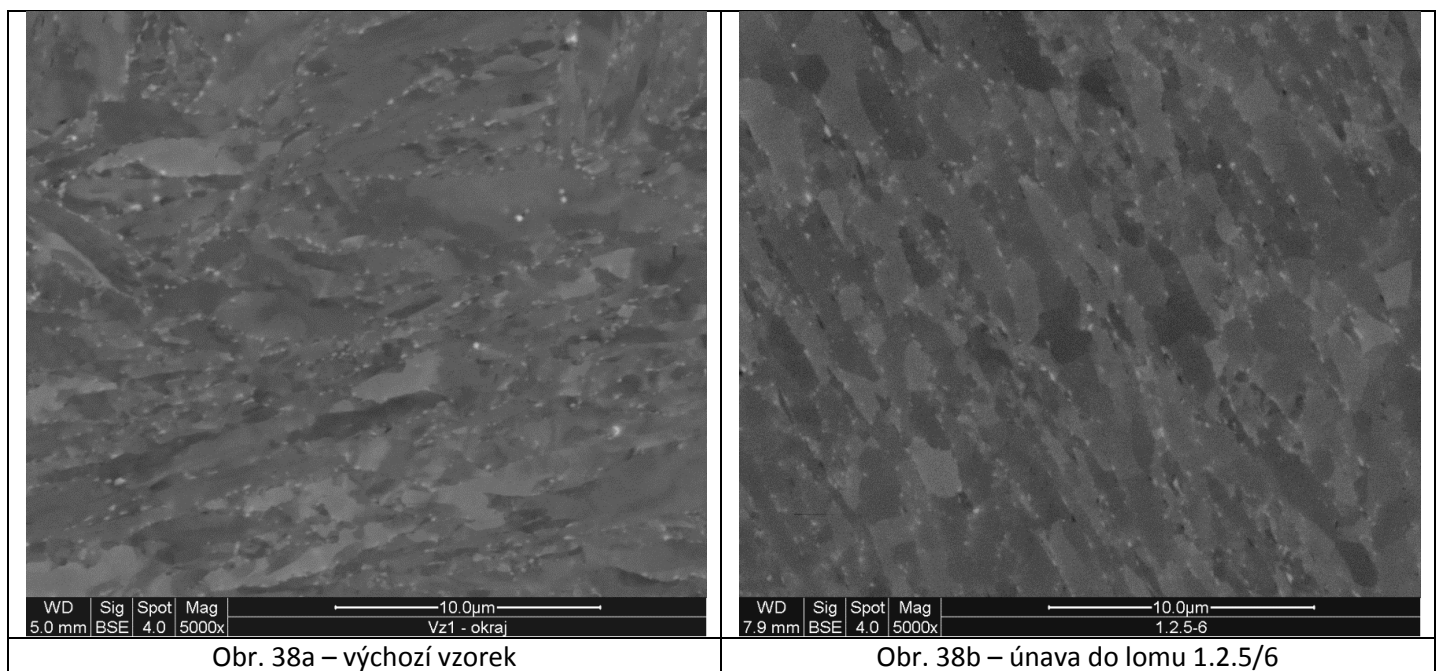
U vzorku na obrázku 37b je vyšší procento laček rozdělených na subzrna, nicméně jsou zde stále patrné lačky bez subzrn. Vzorky na obrázcích 37c,d představují zřejmě již plně zotavenou strukturu. Subzrna vzorku na obr. 37c, d se přitom zdají hrubší než na obr. 37 a, b. Vzorky únavově zatěžované do lomu s různou amplitudou deformace vypadají prakticky stejně (obr. 37b a 38b).

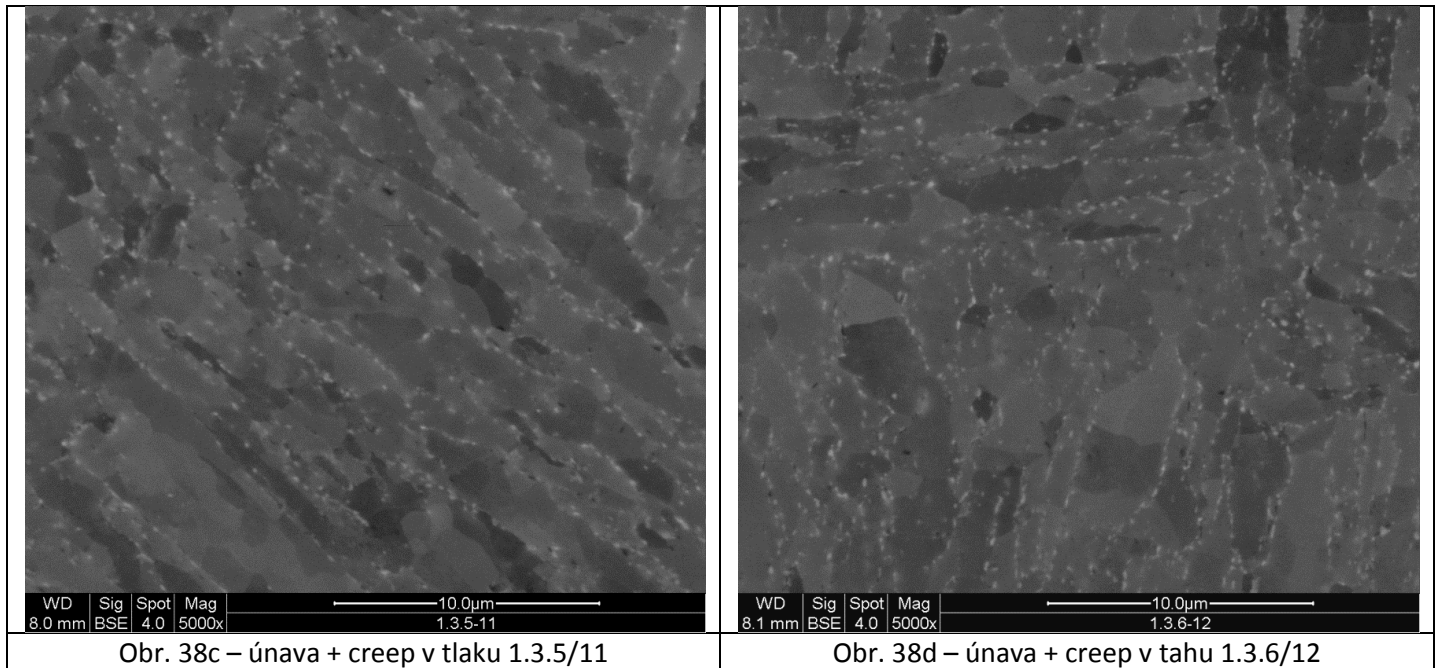
Jak vzorek zatěžovaný únavově s amplitudou 0,4 %, tak oba kombinovaně exponované vzorky mají plně zotavenou strukturu. Během creepu došlo k mírnému růstu subzrn, výraznějšímu při zatěžování v tahu (obr. 38c, d).





Obr. 37 – Porovnání substrukтуры výchozího vzorku a vzorků s amplitudou zatěžování 0,3 %





Obr. 38 – porovnání substrukтуры výchozího vzorku a vzorků s amplitudou zatěžování 0,4 %

14 Diskuse

Cílem této práce bylo pozorování změn v mikrostruktuře oceli COST F. Konkrétně se cílilo na kvantitativní hodnocení minoritních fází oceli. Ocel COST F je ve stavu po zušlechtnění používána pro výrobu svařovaných rotorů parních turbín v tepelných elektrárnách. Vysoká creepová pevnost je zde zajištěna hustě osídlenými hranicemi zrn a subzrn rovnoosými nebo mírně protáhlými precipitáty $M_{23}C_6$. Dále jemnými precipitáty vanadu a niobu MX, které se nacházejí uvnitř zrn a poslední řadě molybdenem, který substitučně zpevňuje feritickou matici.

Způsob zatěžování má vliv na dobu do lomu. Samotné nízkocyklové zatěžování trvalo přirozeně dobu nejkratší. Chování oceli při únavové zkoušce demonstruje křivka životnosti pro cyklicky dosahovanou elasto-plastickou deformaci na obrázku 22. Zde je vidět pokles maximálního dosahovaného napětí v průběhu zatěžování, což je dáno právě cyklickým změkčováním oceli. Velikost amplitudy má rovněž vliv na dobu do lomu. Při vyšší amplitudě dochází ke zkrácení doby do lomu. Kombinace únavy a creepu vedla ke snížení počtu cyklů do lomu, ale naopak k prodloužení doby zatěžování. Výraznější pokles cyklů do lomu byl pozorován při prodlevě během zatížení v tlaku než při prodlevách při tahu.

14.1 Vliv zatěžování na precipitaci

Způsob zatěžování může ovlivňovat precipitaci sekundárních fází. Z [2] [25] [26] je známý vliv creepové expozice na vlastnosti a mikrostrukturu 9-12% Cr ocelí, konkrétně oceli P92, COST F a FB2 a CB2. Všechny tyto oceli se využívají pro své dobré creepové a únavové vlastnosti. Creepová expozice má na karbidy $Cr_{23}C_6$ malý vliv. Během creepu dochází s přibývajícím časem k mírnému hrubnutí těchto částic a klesání jejich počtu, což má nepříznivý vliv na creepové vlastnosti těchto ocelí. Pozorována bývá dále precipitace nepříznivé Z-fáze nebo Lavesovy fáze $Fe_2Mo(W)$. Precipitací Lavesovy fáze dochází k ochuzení matrice o prvky Mo a W, čímž dochází k dalšímu nepříznivému ovlivnění mechanických vlastností těchto ocelí. Lavesova fáze má rovněž sklony ke tvoření shluků a precipituje přednostně na přítomných částicích $Cr_{23}C_6$, což omezuje možnosti zpevnění hranic zrn a subzrn precipitací této fáze. V [10] byly zkoumány změny mechanických vlastností a mikrostruktury po dlouhodobém creepu oceli CB2 při teplotě 650 °C. Měřením elektrochemického potenciálu po různých dobách creepové expozice byly zjišťovány přítomné fáze v oceli. Už po 100 hodinách creepové expozice při 650 °C byla detekována Lavesova fáze, přičemž ocel CB2 patří do stejné skupiny ocelí jako ocel COST F a lze očekávat podobnou kinetiku precipitace Lavesovy fáze.

V daném experimentu se zdá účinek různého vlivu zatěžování na precipitaci srovnatelný. Jak v případě creepu, únavy a jejich kombinace dochází k poklesu počtu částic $Cr_{23}C_6$ a zároveň k jejich hrubnutí. Vlivem únavového zatěžování dochází ke střídavému pohybu dislokací, které mohou rozdělit přítomný precipitát na částice o menší velikosti. Při dosažení kritické velikosti se poté precipitát rozpouští.

Na zjištěné výsledky má rovněž vliv způsob jejich získání. Přesnost výsledků ovlivňuje mnoho proměnných od rozlišení použitého řádkovacího elektronového mikroskopu, přes způsob přípravy vzorků až po použitý výpočtový model příznaků částic. V literatuře se při kvantitativním hodnocení částic zpravidla hodnotí velikost, počet a plošná hustota částic. Stanovení objemové hustoty je zrádné z důvodu komplikovanosti při určování tloušťky vrstvy. Z výsledků jsou patrné rozdíly mezi výsledky plošné a objemové hustoty. Kdy histogramy ukázaly, že kvantitativní hodnocení pomocí plošné hustoty posouvá střední velikost částic směrem k vyšším hodnotám, čili částice se mohou zdát celkově hrubší. Naproti tomu výpočet objemové hustoty posouvá střední velikost částic k menším velikostem. Zkoumán byl i vliv volby šířky velikostních tříd na celkovou objemovou hustotu a ekvivalentní celkový průměr částic. I když s volbou širšího pásma jsou obdrženy histogramy s méně vypovídajícími hodnotami, tak tabulkové hodnoty jsou téměř totožné a volba šířky pásma tak nemá na hodnoty příznaků významnější vliv.

Rovněž byl pozorován vývoj substruktury na snímcích ze SEM. Zkoumané vzorky byly odebrány z tepelně zpracovaného výkovku. Výchozí vzorek má strukturu popuštěného martenzitu s částečně zotavenou strukturou. Ve většině latěk došlo k zotavení dislokační substruktury a tvorbě subzrn. V některých latkách dosud přetrvává vysoká hustota neuspořádaných dislokací. Substruktura zatěžovaných vzorků vykazovala vyšší stupeň zotavení. Vzorky po zkouškách do lomu obsahovaly jen latky se subzrny. U čistě únavové zkoušky byla v polovině životnosti struktura již plně zotavená. Rovněž bylo pozorováno hrubnutí subzrn s přibývajícím časem expozice. Pro detailnější a přesnější hodnocení substruktury je zapotřebí jiné přípravy vzorků a použití SEM s vyšší intenzitou svazku, či TEM fólií.

14.1.2 Hodnocení částic po únavovém zatěžování

U vzorků po nízkocyklovém únavovém zatěžování při teplotě 600 °C bylo pozorováno postupné mírné hrubnutí precipitátů Cr_{23}C_6 od velikosti středního průměru částic výchozího vzorku 83 nm až po velikost částic po lomu 99 respektive 102 nm. Rovněž byl pozorován pokles počtu částic oproti výchozímu vzorku oceli a s tím související pokles objemové hustoty částic. Větší rozdíly mezi jednotlivými exponovanými vzorky nebyly pozorovány. Ohledání mikrostruktury vzorků a provedené EDX analýzy částic neodhalily přítomnost Lavesovy fáze jak ve výchozím vzorku, tak ani v žádném z exponovaných vzorků. Důvodem může být příliš krátká doba expozice vzorků. Avšak byla zjištěna přítomnost částic niobu MX, jejichž počet byl však příliš malý pro statistické hodnocení.

14.1.3 Hodnocení částic po kombinaci únavy a creepu

U vzorků exponovaných kombinací únavového zatěžování a creepové expozice bylo provedeno stejné hodnocení částic. Kombinovaným zatěžováním se dosáhlo několikanásobně delšího času expozice než v případě čistě nízkocyklovém únavy. Vzorek 1.3.5-11 byl zatěžován po dobu 6,8 dní a vzorek 1.3.6-12 po dobu 12 dní. Ani u těchto vzorků nebyla pozorována, i přes delší čas expozice, precipitace Lavesovy fáze. Bližší pozorování struktury a analýzy EDX odhalily opět pouze částice Cr_{23}C_6 a částice MX obsahující niob.

Velikost precipitátů Cr_{23}C_6 mírně stoupla oproti čistě únavovým zkouškám a ze všech vzorků byly tyto karbidy největší. Objemová hustota částic byla stále srovnatelná s únavově exponovanými vzorky.

14.2 Měření tvrdosti

Měření tvrdosti bylo provedeno pro sledování míry změkčení oceli po únavovém zatěžování a kombinaci únavy a creepu. Tvrdost byla měřena metodou Vickers HV10. Největší tvrdost byla naměřena u výchozího vzorku 241 HV10. U ostatních vzorků byl pozorován postupný pokles tvrdosti s přibývajícím časem zatěžování. Přičemž největší pokles tvrdosti byl pozorován u vzorků zatížených kombinací únavy a creepu. Změkčení exponovaných vzorků proběhlo v důsledku uzdravovacích procesů, přeuspořádání dislokací do dislokačních stěn (tvorba subzrn), což je typické pro creep. Únavové zatěžování mohlo přispět ke tvorbě dislokačních pásů (persistent slip bands), které jsou typické pro únavové zatěžování. Tvorba dislokačních pásů však bude zřejmě narušena relativně rychlou difúzí při zkušební teplotě 600 °C a šplháním dislokací. Dislokační substruktura bude v další fázi projektu pozorována na tenkých fóliích v TEM.

Obdobně jako v [2] budou naměřené hodnoty porovnány s měřením tvrdosti u vzorků odebraných ze svarového spoje oceli COST F a FB2 a bude vykreslen průběh změny tvrdosti od základního svarového materiálu, přes TOO svarového spoje, samotný svarový spoj až ke druhému základnímu materiálu. Dlouhodobé zkoušky tečení ukázaly, že kritickým místem z hlediska creepového porušení svarového spoje je TOO základního materiálu; tvrdost materiálu zde vychází jednoznačně nejmenší a zároveň zde dochází k lomu a dá se očekávat, že TOO oceli COST F bude kritickou oblastí i při kombinaci únavy a creepu.

15 Závěr

Energetické hospodářství se stále více přibližuje ke konci provozování uhelných elektráren. V posledních letech byly vyvíjeny materiály, které by pomohly zefektivnit provoz těchto elektráren a oddálily tak jejich konec. Jedním z těchto materiálů je ocel COST F. Jedná se o žárovečnou chromovou ocel, která se používá k výrobě rotoru parní turbíny. Rotory parní turbíny jsou často velké svařované komponenty, v jejichž jednotlivých částech působí při provozu různé podmínky. Náležitě sledování degradačních mechanismů a provozního prostředí je důležité pro správné dimenzování a výpočet životnosti komponent. Ocel COST F byla vyvinuta tak, aby její vlastnosti umožňovaly použití v podmínkách ultra-super kritických parametrů páry. Jednotlivé přísady zaručují vysokou míru žárovečnosti a creepové odolnosti. Precipitáty Cr_{23}C_6 , které jsou rovnoměrně hustě rozmístěné na hranicích zrn a subzrn zpevňují tyto hranice a zabraňují „tečení“. Dále zde precipitují jemné částice niobu a vanadu MX, které jsou uvnitř zrn. Přísada molybdeny zpevňuje substitučně tuhý roztok. Právě během provozu mají degradační procesy vliv na mikrostrukturu oceli a tím je ovlivňována dlouhodobá žárovečnost.

Byly navrženy a provedeny zkoušky mechanického zatěžování oceli COST F. Bylo provedeno nízkocyklové únavové zatěžování při teplotě 600 °C a dále kombinace únavového zatěžování a creepové expozice rovněž při teplotě 600 °C.

Pro únavové zatěžování byly provedeny zkoušky s různou dobou zatěžování 25 % životnosti, 50 % životnosti a do lomu. U vzorků zatěžovaných do lomu byla provedena fraktografie lomových. Dále byly připraveny metalografické výbrusy vzorků pro pozorování mikrostruktury oceli pomocí světelné a řádkovací elektronové mikroskopie. U vzorků zatěžovaných kombinací únavy a creepu byly provedeny zkoušky s creepovým zatěžováním v tahu a tlaku. Následně byly vyhotoveny metalografické výbrusy stejným způsobem jako u předchozích vzorků pro pozorování mikrostruktury vzorků.

Bylo provedeno kvantitativní hodnocení karbidů Cr_{23}C_6 a byl sledován výskyt Lavesovy fáze. Byla sledována především změna velikosti, hustoty a počtu částic. Sledované příznaky minoritních fází mají vliv na žárovečné a creepové vlastnosti diskutované oceli. Exponované vzorky byly porovnávány s výchozím vzorkem oceli COST F. U exponovaných vzorků byl pozorován očekávaný mírný růst precipitátů Cr_{23}C_6 . S přibývajícím časem expozice byly částice jen nepatrně větší. Jejich počet se nic méně zmenšil oproti výchozímu vzorku. U žádného z exponovaných vzorků nebyla pozorována precipitace Lavesovy fáze. Cyklické zatěžování tak nevedlo k urychlení precipitace této nežádoucí fáze. Částice Cr_{23}C_6 , byly při všech provedených prakticky stabilní. Byl zaznamenán jen mírný růst až o 20 nm v případě únavového zatěžování a až o 30 nm při kombinovaných zkouškách.

Dále bylo provedeno měření tvrdosti exponovaných a výchozího vzorku. Bylo pozorováno, že výraznější pokles tvrdosti proběhne v prvních desítkách cyklů a dále s přibývajícím časem tvrdost klesá velmi mírně. Dosažené výsledky budou začleněny do studia zkušebního svarového spoje kombinovaného rotoru vyrobeného z ocelí COST F a COST FB2.

16 Zdroje

- [1] ERU. *Roční zpráva o provozu ES ČR*. Praha. 2017 *Www.eru.cz* [online]. 2017 [cit. 2018-11-15]. Dostupné z: https://www.eru.cz/documents/10540/462820/Rocni_zprava_provoz_ES_2016.pdf/800e5a09-a58a-4a73-913f-abc30cda42a5.
- [2] D. JANDOVÁ, J. KASL: *Microstructural changes in weld joint of COST F and FB2 steels after long term creep tests*. *Materials at High Temperatures* [online]. 2017, **34**(5-6), 482-491 [cit. 2018-12-02]. DOI: 10.1080/09603409.2017.1380909. ISSN 0960-3409. Dostupné z: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/09603409.2017.1380909>.
- [3] V. VODÁREK: *Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, 2003. ISBN 80-248-0329-1.
- [4] J. HALD: *Development status and future possibilities for martensitic creep resistant steels*. In: *Proceedings of the 9th Liege Conference: Materials for Advanced Power Engineering 2010*, Lecomte-Beckers, Q. Contrepois, T. Beck, B. Kuhn Eds., Forschungszentrum Jülich GmbH, Liege, 2010, pp 55-66. ISBN 9978-3-89336-685-9.
- [5] International energy agency, *World Energy Balances*, Organization for Economic Co-operation and Development (OECD), 2018, Paris, ISBN 978-92-64-30155-9.
- [6] K. BAIG, Shahzad a Yousof M.: *Coal Fired Power Plants: Emission Problems and Controlling Techniques*. *Journal of Earth Science & Climatic Change* [online]. 2017, **08**(07) [cit. 2018-12-02]. DOI: 10.4172/2157-7617.1000404. ISSN 21577617. Dostupné z: <https://www.omicsonline.org/open-access/coal-fired-power-plants-emission-problems-and-controlling-techniques-2157-7617-1000404.php?aid=92025>.
- [7] T.- U. Kern, H. ALMSTEDT: *Material development and advanced design for turbosets in usc steam power plant*. In: *Proceedings of the 7th International Charles Parsons Turbine Conference*, Univ. of Strathclyde, Glasgow, UK, 2007, pp. 375-385
- [8] M. PAVELEK: *Termomechanika*, vydání 3, Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 2003, ISBN 80-214-2409-5.
- [9] T. KOZÁK: *Termodynamika parního cyklu jaderných elektráren*, Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, Brno, 2013.
- [10] P. PEEL, B. SCARLIN, R. VASTONE: *From materials development to advanced steam turbines: Parsons 2007: 7th international Charles Parsons turbine conference*, *Power Generation in an Era of Climate Change*, eds A Strang, W M Banks, G M McColvin, J E Oakey and R W Vanstone, IoM Communications, Univ. of Strathclyde, Glasgow, UK, 2007, ISBN 1-86125-168-8

- [11] P. JANSOHN: *Modern gas turbine systems: high efficiency, low emission, fuel flexible power generation*. Philadelphia: WP, Woodhead Publishing, 2013. Woodhead Publishing in energy, no. 20. ISBN 978-0-85709-606-7.
- [12] DE MICHELIS, C., C. RINALDI, C. SAMPIETRI a R. VARIO: Condition monitoring and assessment of power plant components. *Power Plant Life Management and Performance Improvement* [online]. Elsevier, 2011, 2011, s. 38-109 [cit. 2018-12-02]. DOI: 10.1533/9780857093806.1.38. ISBN 9781845697266. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978184569726650002X>.
- [13] M. KLESNIL, P. LUKÁŠ: *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*, Academia, Praha, 1975.
- [14] R. KANNAN, Vani SANKAR, R. SANDHYA a M.D. MATHEW: *Comparative Evaluation of the Low Cycle Fatigue Behaviours of P91 and P92 Steels*. *Procedia Engineering* [online]. 2013, **55**, 149-153 [cit. 2018-12-02]. DOI: 10.1016/j.proeng.2013.03.234. ISSN 18777058. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1877705813005882>
- [15] J.S.PARK, S.J.KIM and C.S.LEE: *Mater. Sci. Engg. A*, 298(2001)127-136.
- [16] L. Mikulova, F. Schubert: *Investigation of Creep and Creep Fatigue Crack Growth Behaviour of P92 in Different Atmospheres at Temperatures Above 500°C*. In: *Proc. of Creep conference; Creep & fracture in high temperature components: design & life assessment issues: ECCC*; eds L. A. SHIBLI, S. R. HOLDSWORTH, G. MERCLING, 2005, Lancaster PA, DESTech Publications, London, 2005, pp. 675-684, ISBN 1932078495
- [17] J. HALD: *Metallurgy and creep properties of 9-12%Cr steels*, *Steel Research*, 67, 1996, 369.
- [18] J. ČADEK: *Creep kovových materiálů*, Academia, Praha, 1984.
- [19] Product information: Electromechanical creep testing machine Kappa SS-CF. In: *Www.zwickroell.com* [online]. 2017 [cit. 2019-04-11]. Dostupné z: <https://www.zwickroell.com/en/creep-testing-machines/electromechanical-creep-testing-machines>
- [20] Product information: high temperature furnace. In: *Www.zwickroell.com* [online]. [cit. 2019-04-14]. Dostupné z: <https://www.zwickroell.com/en/systems-for-climate-and-temperature-testing/high-temperature-oven>.
- [21] Product information: videoXtens Extensometer. In: *Www.zwickroell.com* [online]. [cit. 2019-04-13]. Dostupné z: <https://www.zwickroell.com/en/extensometers/videoxtens>.
- [22] Product information: Marking methods for videoXtens. In: *Www.zwickroell.com* [online]. [cit. 2019 04 11]. Dostupné z: <https://www.zwickroell.com/en/extensometers/videoxtens>

- [23] D. JANDOVÁ: Kvantitativní analýza precipitátů v oceli P92 po krátkodobém žhání, technická zpráva, J2/2018, NTC, ZČU v Plzni, Plzeň, 2018.
- [24] L. KORCAKOVA, J. HALD, M. SOMERS: Quantification of Laves Phase Particle Size in 9CrW steel, *Materials Characterization*, 47, 2001, pp. 11-117.
- [25] D. JANDOVÁ, J. KASL: Studium mikrostruktury svarových spojů žárovevých ocelí pro výrobu svařovaných rotorů, interní výzkumná zpráva VYZ 1464/2012, Výzkumný a zkušební ústav Plzeň s.r.o., Plzeň, 2012.
- [26] D. JANDOVÁ, J. STREJCIUS, J. KASL: Correlation of CB2 steel microstructure before and after long-term creep tests with electromechanical characteristics. In: *Proc. of the 12th International Conference on Creep and Fracture of Engineering materials and Structures (CREEP 2012/JIMIS 11)*. K. Maruyama, F. Abe, M. Igarashi, K. Kishida, M. Suzuki, K. Yushimi Eds. The Japan Institute of Metals, Kyoto, Japan [CD – paper C 10].
- [27] M. HAYAKAWA, K. YAMAGUCHI, M. KIMURA, K. KOBAYASHI: Visualization of subgrain structure for ferritic 12Cr-2W steel using backscattered scanning electron microscopy, *Materials Letters* 58 (2004) 2565-2568.