



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# TESTOVÁNÍ LOMOVÉ HOUŽEVNATOSTI ZA VYSOKÝCH TEPLOT S VYUŽITÍM MINIATURNÍCH CT TĚLES

FRACTURE TOUGHNESS TESTING AT HIGH TEMPERATURE RANGE USING MINIATURIZED  
CT SPECIMENS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. JIŘÍ HOLAS

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Dr. Ing. FILIP ŠIŠKA, Ph.D.

BRNO 2015

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2014/2015

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Jiří Holas

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

**Testování lomové houževnatosti za vysokých teplot s využitím miniaturních CT těles**

v anglickém jazyce:

**Fracture toughness testing at high temperature range using miniaturized CT specimens**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Testování lomové houževnatosti za kvazistatických podmínek při vysoké teplotě přináší nový problém týkající se vlivu creepu na relaxaci napětí před čelem trhliny v průběhu testu. Komplexní stav napjatosti před čelem trhliny způsobuje velmi proměnlivé podmínky pro relaxaci napětí. Tyto efekty je třeba podrobně analyzovat a určit jejich vliv, případně stanovit vhodnou rychlost zatěžování během experimentu, která by efekt relaxace minimalizovala.

Cíle diplomové práce:

Rozsah činnosti v rámci diplomové práce by v rámci teoretické části práce zahrnoval tvorbu literární rešerše týkající se problematiky. Experimentální část by byla věnována přípravě těles, měření a zpracování dat pro určení lomové houževnatosti a fraktografickou analýzu lomové plochy pomocí světelného i elektronového mikroskopu.

Seznam odborné literatury:

1. HOLZMANN, M.; KLESNIL, M.: Křehký a únavový lom materiálů a konstrukcí. 1. vyd. Praha: SNTL, 1972
2. ANDERSON, T.L.: Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, 3rd ed., 2005, CRC Press, 2005
3. ALEXANDER, D.: Fracture Toughness Measurements with Subsize Disk Compact Specimens. In Small Specimen Test Techniques Applied to Nuclear Reactor Vessel Thermal Annealing and Plant Life Extension, ASTM STP 1204, Philadelphia, PA: ASTM International, 1993, s. 130.
4. MEIMEI, L., SOKOLOV, M.A., ZINKLE, S.J.: Tensile and fracture toughness properties of neutron-irradiated CuCrZr. Journal of Nuclear Materials, 2009, roč. 393, č. 1, s. 36-46.

Vedoucí diplomové práce: Dr. Ing. Filip Šiška, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2014/2015.

V Brně, dne 10.2.2015

L.S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
Ředitel ústavu

---

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.  
Děkan fakulty

## **Abstrakt**

Tato diplomová práce se zabývá hodnocením lomového chování ODS oceli MA956 za vysokých teplot. Toto chování bylo testováno pomocí miniaturních CT těles, na kterých byly provedeny zkoušky za účelem změření křivek odolnosti proti šíření tvárné trhliny (J-R křivky), ze kterých byla určena hodnota lomové houževnatosti. Lomové vlastnosti byly dále hodnoceny pomocí faktografické analýzy lomových ploch. Strukturní vlastnosti materiálu byly určeny pomocí měření tvrdosti a analyzovány metalografickými metodami. Výsledky měření ukazují pokles lomové houževnatosti s rostoucí teplotou.

## **Klíčová slova**

lomová houževnatost, MA956, miniaturní CT těleso, J-R křivka, tvárné porušení

## **Abstract**

This master's thesis deals with the evaluation of fracture behavior of ODS steel MA956 at high temperature range. This behavior was tested by using miniaturized CT specimens, on which were performed experiments to measure of ductile crack growth resistance curves (J-R curves). The value of the fracture toughness was determined from these J-R curves. Fracture properties were consequently evaluated by using fractographic analysis of the fracture surfaces. Structural properties of material was identified by hardness measurement and analyzed by metallographic methods. Results of the measurements show drop of the fracture toughness with respect to the increasing temperature.

## **Key words**

fracture toughness, MA956, miniaturized CT specimen, J-R curve, ductile fracture

### **Bibliografická citace**

HOLAS, J. *Testování lomové houževnatosti za vysokých teplot s využitím miniaturních CT těles*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 58 s. Vedoucí diplomové práce Dr. Ing. Filip Šiška, Ph.D.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma Testování lomové houževnatosti za vysokých teplot s využitím miniaturních CT těles vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu na konci této práce. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně dne: 29.5.2015

---

Jiří Holas

## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu mé práce Dr. Ing. Filipu Šiškovi, Ph.D za pomoc, připomínky a cenné rady při zpracovávání této práce. Dále chci poděkovat Ing. Ludřkovi Stratilovi, Ph.D. za pomoc při řešení experimentů a odborné připomínky. V neposlední řadě také děkuji všem pracovníkům Ústavu fyziky materiálů Akademie věd v Brně, kteří se na této práci nějakým způsobem podíleli. Na závěr bych rád poděkoval svým rodičům za jejich psychickou i hmotnou podporu a také trpělivost v průběhu celého mého studia.

## Obsah

1	Úvod.....	1
2	Základy lomové mechaniky.....	2
2.1	Těleso s trhlinou (koncentrátorem napětí).....	2
2.2	Griffithův model.....	5
2.3	Lineární elastická lomová mechanika (LELM).....	8
2.3.1	Hnací síla trhliny.....	8
2.3.2	R-křivka.....	9
2.3.3	Součinitel intenzity napětí.....	10
2.3.4	Plastická deformace a její vliv na napjatost na čele trhliny.....	12
2.3.5	Vliv velikosti zkušebního tělesa a omezení platnosti LELM.....	14
2.4	Elasticko-plastická lomová mechanika (EPLM).....	15
2.4.1	Otevření kořene trhliny (CTOD).....	15
2.4.2	J-integrál.....	16
2.5	Mechanismy porušení.....	17
2.5.1	Štěpný lom.....	17
2.5.2	Tvárný lom.....	18
3	Zkušebnictví.....	20
3.1	Hodnocení lomové houževnatosti.....	20
3.1.1	Součinitel intenzity napětí.....	21
3.1.2	J-integrál.....	21
3.1.3	J-R křivka.....	22
3.1.4	Přemístění při otevření čela trhliny.....	23
3.2	Zkoušení miniaturních zkušebních těles.....	24
3.2.1	Vliv velikosti zkušebního tělesa na J-R křivku.....	25
4	ODS oceli.....	27
4.1	Výroba ODS ocelí.....	28
4.1.1	Mechanické legování.....	28
4.2	Vlastnosti ODS ocelí.....	30

4.2.1	Mikrostruktura.....	30
4.2.2	Mechanické vlastnosti .....	31
5	Cíle práce.....	34
6	Experimentální část.....	35
6.1	Zkušební materiál .....	35
6.2	Metodika experimentu .....	36
6.2.1	Příprava únavové trhliny .....	36
6.2.2	Stanovení J-R křivek .....	37
6.3	Výsledky experimentů.....	39
6.3.1	Mikrostruktura.....	39
6.3.2	Tvrдость .....	43
6.3.3	Tahové zkoušky.....	45
6.3.4	J-R křivky.....	45
6.3.5	Fraktografická analýza .....	47
7	Diskuze výsledků .....	50
8	Závěr.....	52
9	Seznam použité literatury .....	53
10	Seznam použitých zkratk a symbolů .....	56

# 1 Úvod

V důsledku neustále se zvyšující světové populace a rozvoje nových technologií roste také spotřeba elektrické energie. Proto je potřeba najít co nejefektivnější zdroj její výroby. Jedním ze slibných zdrojů se jeví využití jaderné fúze. Tato technologie se vyznačuje efektivitou a bezpečností spojenou s minimálním dopadem na životní prostředí. Pro výrobu fúzních reaktorů je ovšem nutné vyvíjet nové konstrukční materiály, které dokážou spolehlivě fungovat za extrémních podmínek, které s sebou tyto technologie přinášejí. Jednou z vhodných skupin materiálů, které splňují požadavky pro aplikaci ve fúzních reaktorech, jsou oxidicky-disperzně zpevněné (ODS) oceli. Tyto oceli jsou charakteristické obsahem nanočástic oxidu yttria dispergovaných v mikrostruktuře. Tyto částice zlepšují mechanické vlastnosti, jako je vysokoteplotní pevnost nebo creepová odolnost. Na druhou stranu dochází na těchto částicích k iniciaci mikroductin, což vede ke snižování lomové houževnatosti materiálu.

Lomová houževnatost vyjadřuje odpor materiálu proti šíření trhliny. V praxi patří tato veličina mezi důležité parametry určující kvalitu materiálu. Její hodnota se udává v závislosti na typu porušení, buď kritickou hodnotou faktoru intenzity napětí, nebo kritickou hodnotou J-integrálu. Faktor intenzity napětí se používá v případě křehkého porušení, zatímco J-integrál je vhodný při porušení tvárném. Kritickým faktorem určujícím způsob porušení je u feritických ocelí teplota. Za vysokých teplot (v horní prahové oblasti hodnot lomové houževnatosti) se předpokládá, že dojde k porušení tvárným mechanismem. V takovém případě se lomová houževnatost vyjadřuje pomocí J-integrálu v závislosti na přírůstku tvárné trhliny (J-R křivka).

S vývojem materiálů pro fúzní reaktory je spojen i vývoj miniaturních zkušebních těles. Ta nachází své využití tam, kde je množství zkušebního materiálu omezené. U materiálů pro reaktory je toto omezení dáno například velikostí ozařovací komory. Miniaturní zkušební tělesa se také využívají k lokální charakterizaci lomové houževnatosti. Při jejich použití se očekává, že naměřené hodnoty lomové houževnatosti budou velikostně závislé, protože tělesa ve většině případů nesplňují velikostní kritéria pro určení platných hodnot lomové houževnatosti z hlediska norem. Pro získání reprezentativních výsledků je tak třeba nalézt vhodné převodní vztahy, které eliminují vliv velikosti na výsledné hodnoty.

Spojením problematik chování ODS ocelí za vysokých teplot a testování malých zkušebních těles vzniklo téma této práce, která si klade za cíl určení hodnot lomové houževnatosti ODS oceli MA956 při teplotách 400-600°C. Tato práce je součástí výzkumného projektu zaměřeného na popis a testování chování ODS ocelí za vysokých teplot.

Rešeršní část práce se zabývá popisem lomové mechaniky, mechanismy porušení, metodikou hodnocení lomové houževnatosti a popisem vlastností ODS ocelí. Na ni navazuje část popisující experimenty a vyhodnocení naměřených dat. Poslední kapitoly jsou pak věnovány diskuzi výsledků a celkovým závěrům vyplývajícím z průběhu práce.

## 2 Základy lomové mechaniky

Lomová mechanika se zabývá mezním stavem součástí s trhlinami a jejich šířením v materiálu. Díky správnému popsání lomového procesu je možné lépe predikovat příčiny lomů a zamezit tak jejich vzniku, případně zabránit jejich šíření vedoucímu až k tvorbě katastrofálního lomu. Katastrofy, jako například havárie nádrže s melasou v americkém Bostonu v roce 1919, ukázaly, že k tomu, aby došlo k lomu, nemusí být zapotřebí zatížení přesahující hodnotu meze kluzu použitého materiálu. Bylo zjištěno, že u součástí obsahujících defekty jako dutiny, trhliny nebo vruby, může v místě těchto defektů docházet k lokálním koncentracím napětí, které mohou i několikanásobně převyšovat mez kluzu daného materiálu [1,2].

Jednou z nejstarších a nejobecnějších teorií šíření a vzniku trhlín je teorie formulovaná A. A. Griffithem v roce 1920. Griffithova teze je založená na zákonu zachování energie (první termodynamický zákon). Tato teorie byla později modifikována E. Orowanem a G. R. Irwinem pro materiály schopné plastické deformace. Práce Griffitha, Irwina a Orowana tvoří základ lineární elastické lomové mechaniky (LELM). Zákony LELM však přestávají platit u materiálů, u kterých dochází před porušením k časově nezávislé plastické deformaci. K popisu lomového chování takovýchto materiálů slouží elasticko-plastická lomová mechanika (EPLM), zavádějící dva základní parametry: J-integrál a kritické otevření trhliny (CTOD) [1,3,4].

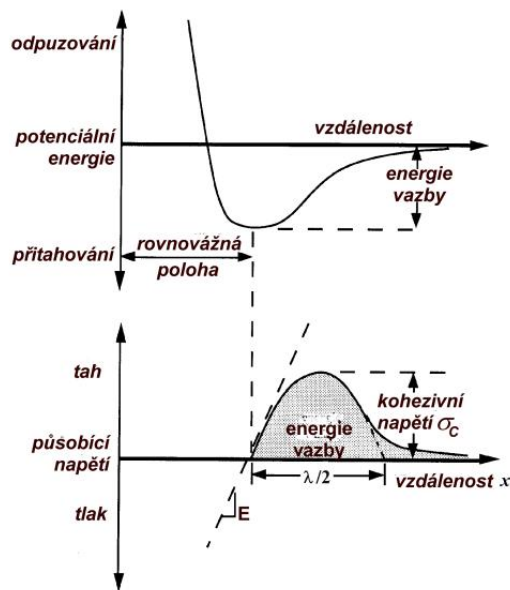
### 2.1 Těleso s trhlinou (koncentrátorem napětí)

K lomu dochází v případě, že na něj působí takové napětí, které je schopné porušit meziatomové vazby v materiálu. Pevnost těchto vazeb je dána kohezní pevností materiálu, která je vyjádřena vztahem [1,2]:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_m}{a_m}}, \quad (1)$$

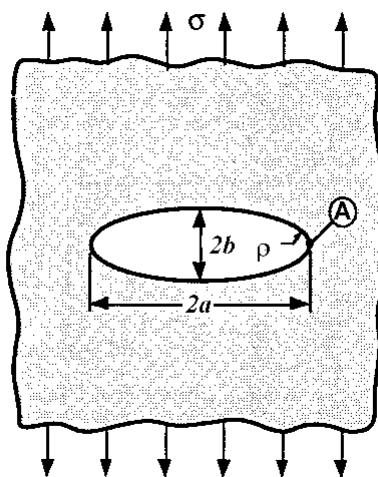
kde  $\sigma_c$  je kohezní napětí,  $E$  je modul pružnosti v tahu,  $\gamma_m$  je práce vykonaná meziatomovými silami při tvorbě jednotkového povrchu a  $a_m$  je mřížkový parametr.

Odvození kohezní pevnosti materiálu je patrné z obrázku 2.1.



Obr. 2.1 – Potenciální energie a napětí jako funkce oddělení atomů [1].

Hodnoty pevnosti, které by byly srovnatelné s hodnotami kohezní pevnosti, je však možné dosáhnout jen u materiálů, u kterých se nevyskytují pohyblivé dislokace (whiskery, vlákna...). U kovových materiálů je skutečná pevnost nižší (někdy i o několik řádů) a to z důvodu strukturní heterogenity kovů a také díky přítomnosti koncentrátorů napětí, jako jsou trhliny, dutiny atd. Tyto defekty a fázová rozhraní způsobují lokální koncentrace napětí. Intenzita koncentrace napětí je u rozhraní strukturních fází dána mírou jejich rozdílnosti, u defektů pak převážně jejich morfologií. V místech koncentrátorů napětí tedy může dojít, i při zatížení pod hodnotou meze kluzu, k překročení hodnoty mezního napětí, což vede k plastické deformaci a někdy i k iniciaci křehkého lomu součásti [3,5].



Obr. 2.2 – Eliptická trhlina v nekonečné desce [1].

K největší koncentraci napětí dochází na čele trhliny a v jejím nejbližším okolí. Pro demonstraci tohoto napětí nejvhodněji slouží Inglisův model eliptické trhliny o délce  $2a$  a šířce  $2b$  umístěné v kovové desce, na niž působí napětí ve směru kolmém na hlavní osu elipsy (obrázek 2.2). Inglis předpokládá, že je tato deska nekonečná a trhlina proto

není ovlivněna hranicemi desky ani ve směru  $a$ , ani ve směru  $b$ . Napětí  $\sigma_a$  na vrcholu elipsy (bod A) je poté dáno vztahem [1]:

$$\sigma_a = \sigma \left( 1 + \frac{2a}{b} \right), \quad (2)$$

kde  $\sigma$  je napětí působící na desku.

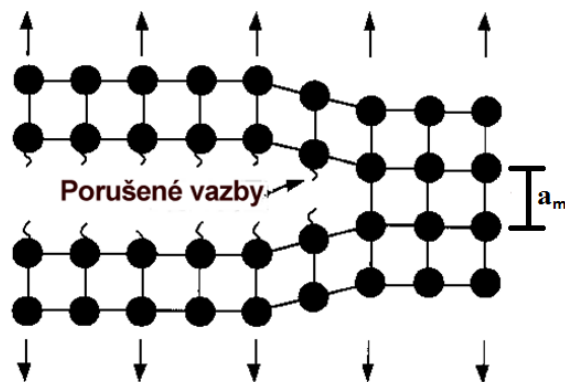
Jestliže je délka  $a$  mnohonásobně větší, než její šířka  $b$ , dostává elipsa charakter ostré trhliny a její rádius  $\rho$  je definován vztahem [1]:

$$\rho = \frac{b^2}{a}. \quad (3)$$

Dosazením vztahu (3) do vztahu (2) a uvážením, že rádius  $\rho$  ostré trhliny se blíží 0, dostaneme [1]:

$$\sigma_a = 2\sigma \cdot \sqrt{\frac{a}{\rho}}. \quad (4)$$

Z rovnice (4) plyne, že při  $\rho=0$  by bylo koncentrované napětí nekonečně velké, což by v praxi znamenalo, že k porušení součásti by stačilo aplikovat jakkoliv malé napětí. Nekonečně dlouhá trhlina je však abstraktní pojem, který se nevztahuje k reálným materiálům. Ty jsou tvořeny atomy, a proto je nejmenší možný rádius roven meziatomové vzdálenosti  $a_m$ , jak je patrné z obrázku 2.3 [1,5].



Obr. 2.3 – Model porušování meziatomových vazeb [1].

Dosazením meziatomové vzdálenosti do vztahu (4) dostaneme [1]:

$$\sigma_a = 2\sigma \cdot \sqrt{\frac{a}{a_m}}, \quad (5)$$

což vyjadřuje koncentrované napětí na špičce ostré trhliny (skládající se pouze ze dvou atomů). K rozšíření trhliny a tedy porušení meziatomových vazeb musí napětí dosáhnout kohezní pevnosti, která je definovaná vztahem (1). V tomto případě platí [5]:

$$\sigma_a = 2\sigma \cdot \sqrt{\frac{a}{a_m}} = \sigma_c = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_s}{a_m}}. \quad (6)$$

Úpravou získáme vztah pro výpočet napětí, které je potřebné k šíření trhliny v elastické oblasti zatěžování tělesa s ostrou (atomární) trhlinou [5]:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_s}{4 \cdot a}}, \quad (7)$$

kde  $\sigma_f$  je lomové napětí.

## 2.2 Griffithův model

V roce 1920 formuloval A.A. Griffith teorii na základě prvního zákona termodynamiky, který zní: „*Soustava přechází z jednoho stavu do druhého pouze tehdy, pokud klesá její celková energie.*“ Griffith říká [5]: „*Šíření trhliny účinkem vnějšího zatížení může nastat, jestliže energie potřebná k tvorbě nových povrchů šířící se trhliny bude kompenzována energií elastické deformace uvolněné v tělese v důsledku zvětšující se trhliny.*“ Což zjednodušeně řečeno znamená, že trhlina se v tělese může šířit jen tehdy, pokud je proces šíření spojen s poklesem celkové energie tělesa [3,5].

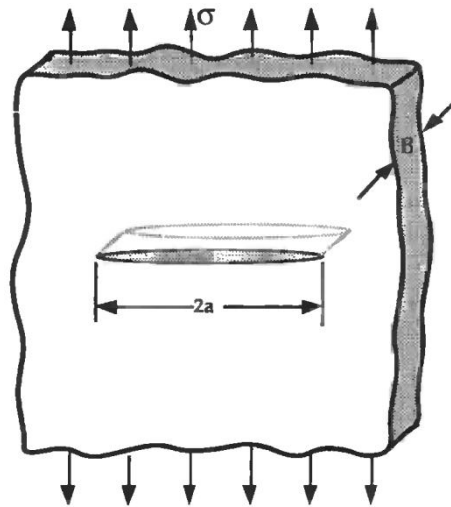
Griffith ve svém modelu uvažuje nekonečnou desku o jednotkové tloušťce s centrální trhlinou o délce  $2a$  (šířka i výška desky je mnohem větší než délka trhliny), zatíženou konstantním napětím (obrázek 2.4). V případě růstu trhliny musí být v tělese akumulována dostatečná elastická energie, aby kompenzovala rostoucí povrchovou energii tělesa. Energetická bilance tělesa je tedy dána vztahem [1]:

$$\frac{dW_t}{dA} = \frac{dW_{el}}{dA} + \frac{dW_s}{dA} = 0, \quad (8)$$

z čehož plyne, že:

$$-\frac{dW_{el}}{dA} = \frac{dW_s}{dA}, \quad (9)$$

kde  $W_t$  je celková energie systému,  $dA$  je přírůstek lomové plochy,  $W_{el}$  je elastická energie akumulovaná v systému a  $W_s$  je práce spojená s vytvořením nových povrchů.



2.4 – Nekonečně široká deska uvažovaná Griffithem [1].

Jednotlivé složky energie lze vyjádřit [3]:

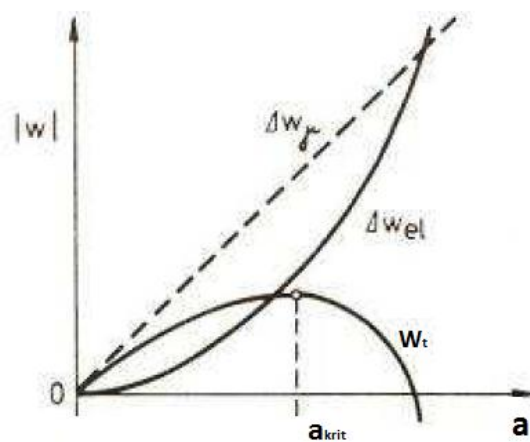
$$W_{el} = \frac{\pi \cdot a^2 \cdot \sigma^2}{E}, \quad (10)$$

$$W_s = 4 \cdot a \cdot \gamma_s, \quad (11)$$

kde  $\gamma_s$  je měrná povrchová energie materiálu.

Změna celkové energie  $W_t$  je tedy dána rozdílem těchto dvou složek [5]:

$$W_t = W_s - W_{el} = 4 \cdot a \cdot \gamma_s - \frac{\pi \cdot a^2 \cdot \sigma^2}{E}. \quad (12)$$



2.5 - Změna energií v tělese v závislosti na délce trhliny [5].

Změny jednotlivých složek energie lze graficky vyjádřit v závislosti na délce trhliny (obrázek 2.5). Z něj je patrné, že zpočátku celková energie soustavy roste spolu se zvětšující se trhlinou, až dosáhne svého maxima, po němž následuje strmější pokles. Maximální hodnota energie obecně odpovídá stavu, kdy je soustava schopna měnit svůj stav (první termodynamický zákon. Konkrétně to znamená, že trhlina přechází ze stabilního do nestabilního stavu. Délka trhliny, odpovídající maximální hodnotě energie  $W_b$ , se nazývá kritická délka trhliny a značí se  $a_{krit}$ . První derivace celkové energie podle délky trhliny je v jejím maximu rovna nule, díky čemuž můžeme vypočítat jak  $a_{krit}$ , tak i kritické lomové napětí  $\sigma_f$  [5]:

$$a_{krit} = \frac{2E \cdot \gamma_s}{\pi \cdot \sigma^2}, \quad (13)$$

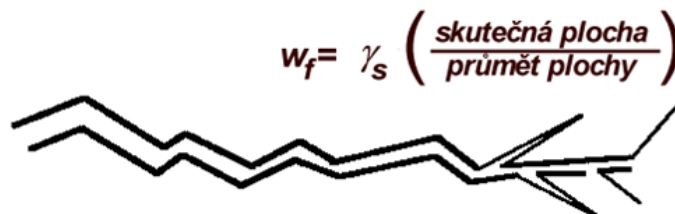
$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E \cdot \gamma_s}{\pi \cdot a}}. \quad (14)$$

Vztah (14) se nazývá Griffithova rovnice. Je však třeba dodat, že vztahy (13) a (14) nezohledňují některé faktory, uplatňující se v reálných materiálech, jako je vznik lokální plastické deformace na čele trhliny nebo práce vnějších sil při deformaci tělesa konečných rozměrů [5].

Griffithův model je aplikovatelný v případě, že se jedná o ostrou trhlinu v křehkém tělese. V případě, že poloměr trhliny je výrazně vyšší než meziatomová vzdálenost, je skutečné lomové napětí vyšší, než získané na základě Griffithovy rovnice. Proto musela být tato rovnice modifikována i pro plastické materiály, o což se nezávisle na sobě postarali Orowan a Irwin. Ti ve výpočtu začali uvažovat i složku  $\gamma_p$ , což je energie potřebná pro šíření trhliny. Ta uvažuje práci plastické deformace, která je u plastických materiálů (kovy) dána pohybem dislokací v okolí čela trhliny. Modifikovaná Griffithova rovnice má tedy tvar [3]:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E \cdot (\gamma_s + \gamma_p)}{\pi \cdot a}}, \quad (15)$$

přičemž platí, že  $\gamma_p$  je mnohonásobně vyšší, než  $\gamma_s$ .



2.6 – Větvení trhliny [1].

Lomová energie může být také ovlivněna větvením a zakřivováním trhliny (obrázek 2.6), což je doprovázeno dalším zvýšením energie. Obecně tedy platí, že lomové napětí

je ovlivněno jakýmkoliv typem disipace (pohlcování) energie, která je vyjádřena členem  $w_f$ . Vztah (15) je tedy možné v konečné podobě napsat ve tvaru [3]:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E \cdot w_f}{\pi \cdot a}}. \quad (16)$$

## 2.3 Lineární elastická lomová mechanika (LELM)

LELM je založená na předpokladu, že plastická deformace u čela trhliny je velmi malá a porušování tělesa tedy probíhá v oblasti elastické deformace.

### 2.3.1 Hnací síla trhliny

Griffithův model byl upraven Irwinem tak, aby byl vhodnější pro řešení inženýrských problémů. Irwin definoval veličinu  $G$ , která vyjadřuje energii potřebnou k inkrementálnímu přírůstku trhliny a je vyjádřena pomocí vztahu (9) takto [1,3]:

$$G = -\frac{dW_{el}}{dA}. \quad (17)$$

Veličina  $G$  se tedy získává derivací energie, nazývá se hnací síla trhliny a v základním tvaru ji můžeme zapsat vztahem [1,3]:

$$G = \frac{\pi \cdot \sigma^2 \cdot a}{E}. \quad (18)$$

Spolu s rostoucí trhlinou roste i hodnota  $G$  a v momentě, kdy trhlina dosáhne kritické velikosti  $a_{krit}$ , můžeme určit kritickou hodnotu hnací síly trhliny  $G_c$ . Tato hodnota vyjadřuje mezní stav, při kterém dochází ke změně šíření trhliny ze stabilního na nestabilní. Po překročení kritické hodnoty dojde k poklesu celkové potenciální energie tělesa s trhlinou, díky čemuž se trhlina začne šířit velice rychle a na velké vzdálenosti. To poté vede k tvorbě křehkého katastrofálního lomu [1,5].

Pravá strana vztahu (9) závisí jen na konstantních materiálových vlastnostech a vyjadřuje odpor materiálu proti nestabilnímu šíření trhliny  $R$  [1,3]:

$$R = 2 \cdot w_f. \quad (19)$$

V případě, že  $R$  dosáhne kritické hodnoty  $R_c$ , platí rovnost [1,3]:

$$R_c = 2 \cdot w_f = G_c. \quad (20)$$

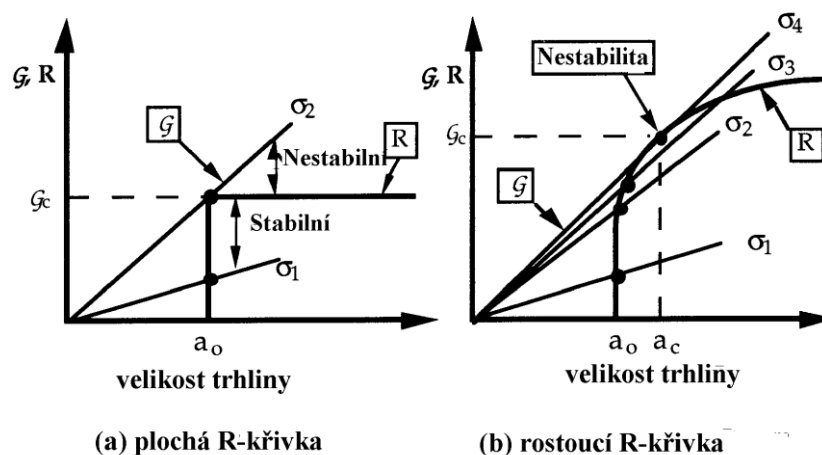
$G_c$  se v tomto případě nazývá lomová houževnatost materiálu a lze ji experimentálně zjistit. Z důkazu v literatuře [1] vyplývá, že  $G_c$  nezávisí na podmínkách zatěžování.

### 2.3.2 R-křivka

K šíření trhliny dojde vždy, když je splněna následující podmínka [1]:

$$G = 2 \cdot w_f. \quad (21)$$

Podle toho, jak se veličiny  $G$  a  $w_f$  mění v závislosti na délce trhliny  $a$ , lze určit, zda dojde ke stabilnímu nebo nestabilnímu šíření trhliny. V prvním případě se trhlina nešíří, jestliže se nezvyšuje zátěžná síla, naopak při nestabilním stavu roste trhlina samovolně bez potřeby dalšího zatěžování. Pro posouzení charakteru šíření trhliny se běžně používá veličina  $R$  definovaná vztahem (19). Uvažujeme-li zavedený model nekonečné desky s průchozí trhlinou o velikosti  $2a$  (obr. 2.4), platí vztah (18) a při konstantním nominálním napětí  $\sigma$  závisí  $G$  lineárně na délce trhliny  $a$  [1].



2.7 – R-křivka v případě křehkého a) a tvárného b) materiálu [1].

Na obrázku 2.7 je R-křivka znázorňující stabilní a nestabilní šíření trhliny v křehkém a tvárném materiálu. V případě, že odpor materiálu  $R$  nezávisí na změně délky trhliny, odpovídá průběh R-křivky případu zobrazenému na obrázku 2.7 a) a platí, že  $G = R_c$ . Dojde-li v tomto případě u tělesa s trhlinou o délce  $a_0$  k zatěžování silou vyvolávající napětí  $\sigma_1$ , platí, že  $G < R$  a tím pádem nedochází k růstu trhliny. Při nominálním napětí  $\sigma_2$  už ale dochází k rovnosti  $G = R = G_c$ . Po dosažení nebo překročení tohoto kritického stavu dojde k nestabilnímu šíření trhliny, protože materiál (jehož  $R$  je konstantní) už nedokáže odporovat rostoucí hnací síle trhliny. Tento tvar křivky je typický pro křehké materiály bez schopnosti plastické deformace (uhlíkové vlákno, sklo) [1,3].

U tvárných materiálů dochází při růstu trhliny na její špici ke zvětšování plastické zóny (viz kapitola 1.3.4), v důsledku čehož roste  $R$ . Z toho plyne, že  $R$  závisí na změně délky trhliny a R-křivka bude v tomto případě odpovídat průběhu znázorněnému na obrázku 2.7 b). Tvar křivky je do určité hodnoty  $R$  shodný s R-křivkou křehkého materiálu (při  $\sigma_1$  trhlina neroste). Při napětí  $\sigma_2$  a  $\sigma_3$  však již k šíření dochází, protože

$G = R$ . Trhlina ale bude růst jen do okamžiku, kdy hodnota  $G$  opět klesne pod hodnotu  $R$  (trhlina se zvětší o  $\Delta a$ ). V tomto případě bude tedy docházet ke stabilnímu šíření trhliny. Při zatížení silou vyvolávající napětí  $\sigma_4$  nebo jakékoliv vyšší, dojde k nestabilnímu lomu [1,3].

Z R-křivky lze odvodit podmínku stabilního, případně nestabilního šíření, porovnáním rychlostí změn  $G$  a  $R$  s přírůstkem trhliny. Jestliže je rychlost změny  $G$  ( $dG/da$ ) nižší, než rychlost změny  $R$  ( $dR/da$ ), materiál dokáže odolat lomu. Podmínku stabilního šíření trhliny tedy lze napsat ve tvaru [1]:

$$\frac{dG}{da} < \frac{dR}{da}. \quad (22)$$

V bodě nestability (při napětí  $\sigma_4$ ) jsou si hodnoty ( $dG/da$ ) a ( $dR/da$ ) rovny. Tento bod u tvárného materiálu odpovídá kritické hodnotě lomové houževnatosti  $G_c$ . Při jakémkoliv vyšším aplikovaném napětí roste  $G$  spolu s přírůstkem trhliny rychleji, než  $R$ . Bereme-li v úvahu energetickou bilanci růstu trhliny (9), je zřejmé, že při nestabilním šíření trhliny dochází k vyrovnání nebo snižování celkové potenciální energie systému. To odpovídá podmínce nestability systému dané prvním termodynamickým zákonem. Podmínku nestabilního šíření trhliny lze tedy napsat vztahem [1]:

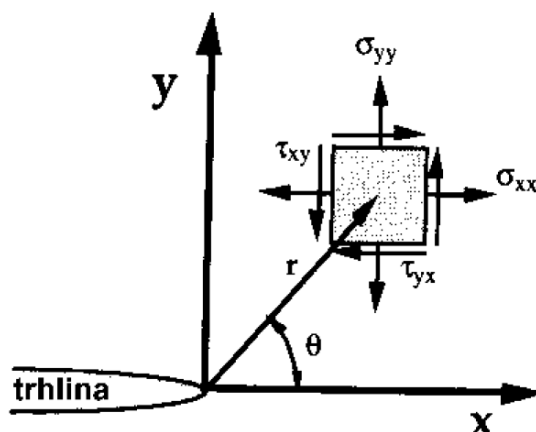
$$\frac{dG}{da} \geq \frac{dR}{da}. \quad (23)$$

### 2.3.3 Součinitel intenzity napětí

Teorie, navržená Griffithem, je obtížně aplikovatelná v konstruktérské praxi (např. kvůli obtížnosti výpočtu hnací síly  $G$  pro trhlinu v zatížené součásti libovolného tvaru). Problém vyřešil Irwin tak, že popsal napjatost na čele trhliny v tělese za předpokladu izotropního lineárně-elastického materiálu. Použijeme-li polární souřadnicový systém, jehož počátek leží v místě čela trhliny, lze napěťové pole popsat pomocí tzv. Williamsova rozvoje [1,6]:

$$\sigma_{ij} = \left(\frac{k}{\sqrt{r}}\right) \cdot f_{ij}(\theta) + \sum_{m=0}^{\infty} a_m \cdot r^{\frac{m}{2}} g_{ij}^m(\theta), \quad (24)$$

kde  $\sigma_{ij}$  jsou složky tenzoru napětí,  $k$  je konstanta,  $r$  a  $\theta$  jsou polární souřadnice a  $f_{ij}(\theta)$  a  $g_{ij}^m(\theta)$  jsou bezrozměrné veličiny, které jsou funkcemi úhlu  $\theta$ .

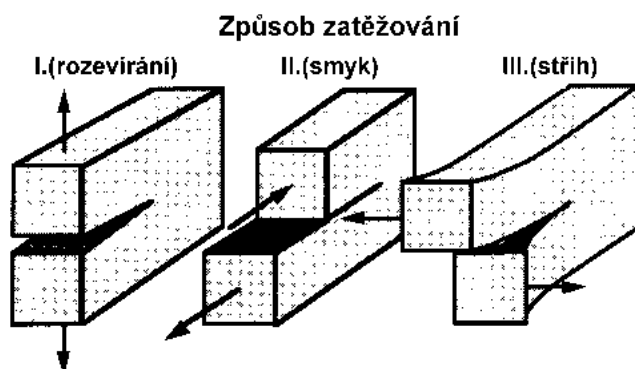


2.8 – Napjatost v okolí čela trhliny (v polárních souřadnicích) [1].

Všechna řešení rovnice (24) obsahují první člen, který je úměrný  $1/\sqrt{r}$ . Z Williamsova rozvoje je patrné, že v bezprostřední blízkosti čela trhliny, kde se  $r$  blíží nule, roste první člen nade všechny meze a vyjadřuje tedy singularitu napětí. Ostatní členy závisí na geometrii tělesa a mají konečné hodnoty. Z uvedeného vyplývá, že o velikosti napětí v blízkosti trhliny rozhoduje pouze první člen. Dle dohody se místo konstanty  $k$  používá veličina  $K$ , která je dána vztahem [3]:

$$K = k \cdot \sqrt{2\pi} \quad (25)$$

a nazývá se součinitel intenzity napětí.

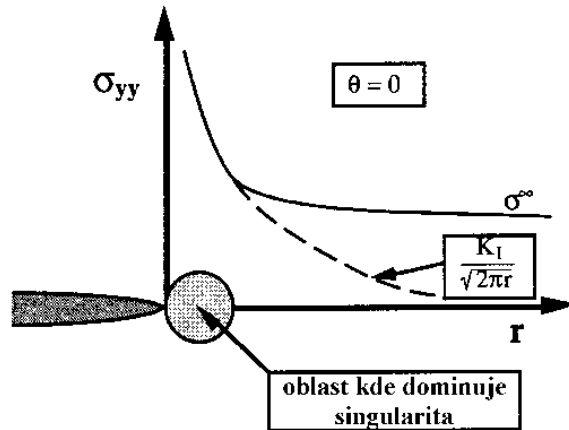


2.9 - Tři základní zatěžovací módy [1].

Při analýze napětíového pole se předpokládá, že na čele trhliny působí jeden ze tří základních typů zatížení (obrázek 2.9) nebo zatížení, které lze vyjádřit jejich superpozicí. Ke značce veličiny  $K$  se přidává jako dolní index římská číslice, vyjadřující způsob zatěžování. V praxi je nejvýznamnější zatěžování dle módu I. Při tomto typu zatěžování v rovině trhliny, kdy  $\theta = 0$ , jsou napětí ve směru osy  $x$  a  $y$  rovna [1,6]:

$$\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}}, \tau_{xy} = 0, \quad (26)$$

z čehož vyplývá, že rovina trhliny je hlavní rovina pro způsob zatěžování I.



2.10 – Napjatost tělesa s trhlinou [1].

Z grafu (obrázek 2.10) sestrojeného dle vztahu (26), vyplývá, že při  $r = 0$  dosahuje napjatost na čele trhliny nekonečně velké hodnoty a dochází k singularitě. Platnost vztahu (26) se tedy omezuje pouze na oblast singularity. Součinitel intenzity napětí určuje amplitudu průběhu napětí v okolí čela trhliny. Z toho vyplývá, že hodnota  $K$  zcela definuje podmínky na čele trhliny. Díky součiniteli intenzity napětí lze vypočítat všechny složky napětí a posunutí, jako funkci  $\theta$  a  $r$  [2,3].

Existuje přímá souvislost mezi parametry  $K$  a  $G$ . Zatímco  $K$  kvantifikuje napětí a posunutí v blízkosti čela trhliny a popisuje tedy lokální vlastnost,  $G$  kvantifikuje změnu energie napjatosti při malém přírůstku trhliny a popisuje globální vlastnost. Pomocí vztahů (18) a (26) lze vyjádřit závislost  $G$  na  $K$  ve tvaru [1]:

$$G = \frac{K^2}{E}. \quad (27)$$

V literatuře [1] je dokázáno, že mezi  $G$  a  $K$  existuje souvislost nejen v případě zatěžování nekonečné jednotkové desky s malou průchozí trhlinou, ale i pro obecnou konfiguraci tělesa s trhlinou. Tuto souvislost vyjádřil Irwin odvozením vztahu [1]:

$$G = \frac{1 - \mu}{2 \cdot G'} \cdot K_I^2 = \frac{1 - \mu^2}{E} \cdot K_I^2, \quad (28)$$

kde  $G'$  je modul pružnosti ve smyku a  $\mu$  je Poissonovo číslo. Rovnice (28) se používá při určování lomové houževnatosti  $K_{Ic}$  a  $G_{Ic}$ .

### 2.3.4 Plastická deformace a její vliv na napjatost na čele trhliny

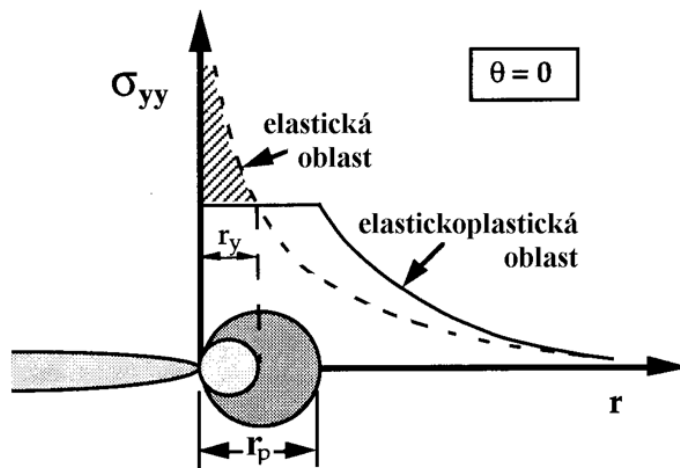
V místech, kde se  $r$  blíží nule, mohou být elastická napětí velmi vysoká. Vzhledem k tomu, že kovy nejsou schopny přenést takové napětí, dojde v okolí čela trhliny ke vzniku plastické zóny (relaxace napětí). Velikost plastické zóny lze odvodit ze vztahu (26). Uvažujeme-li, že při dosažení meze kluzu  $R_e$  dojde k plastické deformaci, můžeme napsat [1]:

$$r_y = \frac{1}{2 \cdot \pi} \cdot \left( \frac{K_I}{R_e} \right)^2, \quad (29)$$

kde  $r_y$  je poloměr plastické zóny.

Vztah (29) ale odpovídá pouze elastickému řešení. Pokud dojde k plastické deformaci, musí také dojít k přerozdělení napětí tak, aby byly splněny podmínky rovnováhy. Napětí, které musí být přerozděleno, znázorňuje vyšrafovaná oblast na obrázku 2.11. Z obrázku je patrné, že elastický materiál dosahuje vysoké kohezní pevnosti na čele trhliny, zatímco elasticko-plastický materiál může dosáhnout maximálně pevnosti odpovídající jeho mezi kluzu. Plastická zóna se tedy musí zvětšit tak, aby došlo ke splnění podmínek zachování rovnováhy. Tato rovnováha je dána obsahem ploch pod křivkami elastického a elasticko-plastického materiálu, z čehož plyne [1,3]:

$$R_e \cdot r_p = \int_0^{r_y} \left( \frac{K_I}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot r_p}} \right) dr \quad \rightarrow \quad r_p = \frac{1}{\pi} \cdot \left( \frac{K_I}{R_e} \right)^2. \quad (30)$$



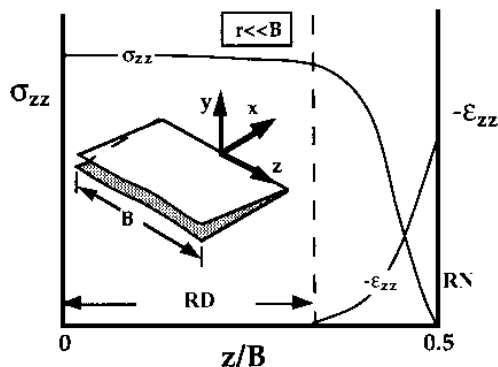
2.11 - Průběh napjatosti u elastického a elasticko-plastického materiálu [1].

Výsledná velikost plastické zóny  $r_p$  je v tomto případě dvakrát větší, než při odvození ze vztahu (26). Výše zmíněné vztahy platí jen v případě rovinné napjatosti (RN), působící v blízkosti volného povrchu tělesa. V případě rovinné deformace (RD), která působí uprostřed tělesa, je plastická deformace potlačena trojosým stavem napjatosti a velikost plastické zóny je asi třikrát menší, jak je patrné ze vztahu [1,3]:

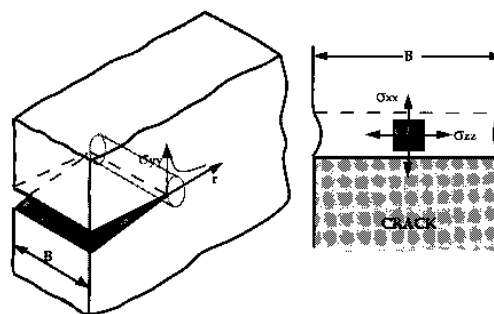
$$r_y = \frac{1}{6 \cdot \pi} \cdot \left( \frac{K_I}{R_e} \right)^2. \quad (31)$$

Obecně platí, že podmínky v okolí čela trhliny jsou trojrozměrné a neodpovídají ani RN ani RD (pro výpočty se používá dvojrozměrná představa). V okolí trhliny působí napětí větší než  $\sigma \sim \sigma_{yy}$ . Proto se materiál snaží kontrahovat ve směru  $x$  a  $z$ , jak je patrné z obrázku 2.13. V tom mu ale brání okolní materiál, v důsledku čehož dochází k trojosé napjatosti. Pokud je velikost plastické zóny  $r_y$  výrazně menší, než tloušťka desky  $B$ ,

dochází uvnitř materiálu ke stavu RD. Materiál na povrchu desky může relaxovat ve směru  $z$ . Nemůže zde tedy působit napětí kolmé k povrchu a dochází ke stavu RN (viz obrázek 2.12) [3].



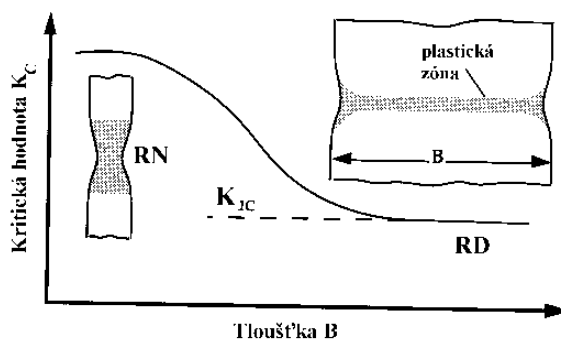
2.12 – Trojrozměrná deformace na čele trhliny [1].



2.13 – Znázornění příčného napětí v okolí čela trhliny [1].

### 2.3.5 Vliv velikosti zkušebního tělesa a omezení platnosti LELM

K lomu tělesa dojde při dosažení kritické hodnoty součinitele intenzity napětí  $K_c$ . Ke zjištění této charakteristiky je třeba zajistit její nezávislost na velikosti zkušebního tělesa a plastické zóny. Jestliže je velikost plastické zóny malá ve srovnání s tloušťkou vzorku  $B$ , podmínky na rozhraní mezi elastickou a plastickou zónou uprostřed tělesa jsou blízké RD (triaxialita napětí). Naopak je-li velikost plastické zóny srovnatelná s tloušťkou vzorku  $B$ , dochází k deformaci ve směru tloušťky a podmínky odpovídají stavu RN. Vyšší stupeň trojososti napětí vede k poklesu lomové houževnatosti, jak je patrné z obrázku 2.14. Obecně platí, že  $K_{Ic}$  je hodnota lomové houževnatosti za podmínek RD při kvazistatickém zatěžování a  $K_c$  je hodnota součinitele intenzity napětí v okamžiku lomu, přičemž není splněna podmínka RD [1,3].



2.14 – Vliv tloušťky vzorku na lomovou houževnatost [1].

Platnost LELM je omezena podmínkami, kdy plastická zóna na čele trhliny musí být zanedbatelně malá ve srovnání s charakteristickým rozměrem tělesa. Dle ASTM (American Society for Testing and Materials) je podmínka platnosti LELM definována vztahem [1]:

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 \cdot \left(\frac{K_I}{R_e}\right)^2, \quad (32)$$

kde  $W$  je šířka vzorku. V případě, že na čele trhliny dochází k rozsáhlejší plastické deformaci, přestávají podmínky LELM platit a je nutné použít přístup EPLM.

## 2.4 Elasticko-plastická lomová mechanika (EPLM)

V některých případech (např. při určování teplotní závislosti lomové houževnatosti u ocelí) je prakticky nemožné popsat lomové chování pomocí LELM. Proto musel být zaveden alternativní model, který popisuje chování tělesa s trhlinou při větším rozsahu plastické oblasti na čele trhliny a reálněji hodnotí lomové chování houževnatějších materiálů. Pro tento účel slouží dva základní parametry – otevření v kořeni trhliny CTOD (crack tip opening displacement) a J-integrál [4,6].

### 2.4.1 Otevření kořene trhliny (CTOD)

Při aplikování módu I (tahové namáhání) dochází u trhliny během otevírání k otupování jejího původně ostrého čela (obrázek 2.15). Velikost rozevření (zaoblení) čela trhliny se zvyšuje úměrně k houževnatosti materiálu. Na základě tohoto poznatku došlo k použití rozevření špičky trhliny jako veličiny charakterizující lomovou houževnatost. Uvádí se jako CTOD nebo  $\delta$ . Hodnota  $\delta$  v okamžiku lomu vyjadřuje kritické otevření trhliny a značí se  $\delta_c$ . Při představě trhliny s malou plastickou zónou (obrázek 2.16) lze odvodit přímý vztah mezi  $K_{Ic}$  a  $\delta_{Ic}$ . Kvůli plastické deformaci na jejím čele se trhlina chová, jako by byla delší o  $r_y$ . Výpočet otevření trhliny lze poté provést zavedením tzv. efektivní délky trhliny  $a_{ef}$  [1,3]:

$$a_{ef} = a + r_y \quad (33)$$

a posunutí  $U_y$  [1,3]:

$$U_y = \frac{k+1}{2 \cdot G'} \cdot K_I \cdot \sqrt{\frac{r_y}{2 \cdot \pi}}, \quad (34)$$

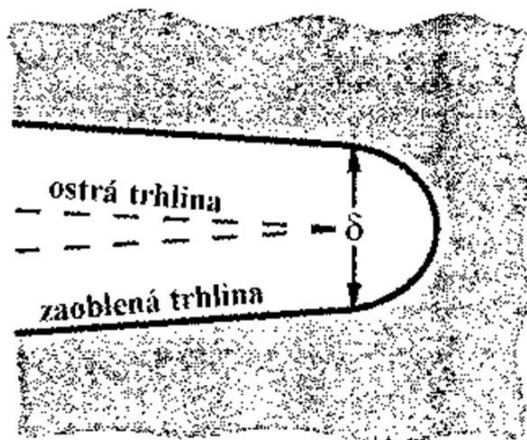
kde  $k \approx 4$ . Sloučením vztahu (30) a (34) dostaneme [1,3]:

$$\delta = 2 \cdot U_y = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{K_I^2}{R_e \cdot E}. \quad (35)$$

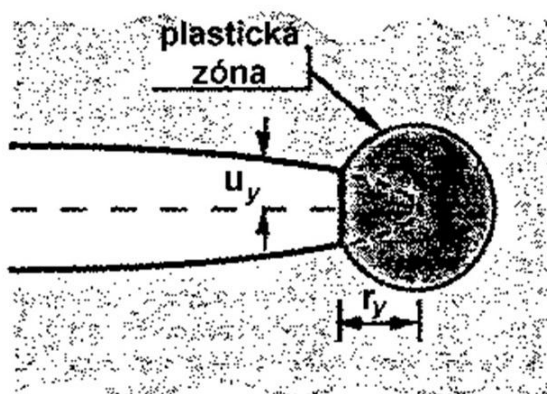
V literatuře se uvádí obecný vztah ve tvaru [1]:

$$\delta = \frac{K_I^2}{m \cdot R_e \cdot E} = \frac{G}{m \cdot R_e}, \quad (36)$$

kde  $m = 1$  za podmínek RN a  $m = 2$  za podmínek RD.



2.15 – Otlupování čela trhliny [1].



2.16 – Efektivní délka trhliny [1].

## 2.4.2 J-integrál

Křivkový J-integrál byl zaveden J. Ricem k popisu rychlosti uvolňování energie na čele šířící se trhliny. Rice popsal napěťový a deformační stav na čele trhliny použitím deformační plasticity, vyjádřené pomocí nelineární elasticity. Nejprve byla zavedena funkce hustoty deformační energie vyjádřená jako [1,5,6]:

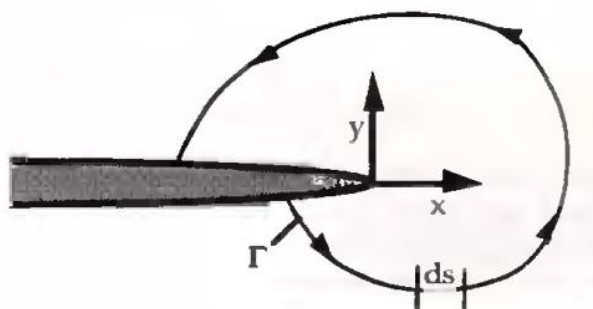
$$\omega = \int_0^{\varepsilon_{ij}} \sigma_{ij} \cdot d\varepsilon_{ij}, \quad (37)$$

kde  $\sigma_{ij}$  a  $\varepsilon_{ij}$  jsou tenzory napětí a deformace.

J-integrál vyjadřuje hustotu deformační energie po uzavřené křivce vedoucí okolo čela trhliny od jednoho volného povrchu na lici trhliny k druhému (obrázek 2.17) a je vyjádřen pomocí vztahu [1]:

$$J = \int_{\Gamma} \left( \omega dy - T_i \cdot \frac{\delta u_i}{\delta x} ds \right), \quad (38)$$

kde  $T_i = \sigma_{ij} n_j$  jsou síly působící ve směru normál křivky  $\Gamma$ ,  $u_i$  je vektor posuvu a  $ds$  je přírůstek délky křivky  $\Gamma$ .



2.17 – Grafické znázornění J-integrálu [1].

Rice dále také dokázal, že křivkový J-integrál vyjadřuje změnu potenciální energie tělesa  $dU$  se změnou délky trhliny  $da$  [1,5,6]:

$$J = - \frac{dU}{da}. \quad (39)$$

V případě LELM platí, že hodnota  $J$  odpovídá hodnotě hnací síly trhliny  $G$ , díky čemuž může být přepočítána na součinitel intenzity napětí  $K$ . Obecně je J-integrál tvořen dvěma složkami. Elastickou (dle pravidel LELM) a plastickou, vyjadřující změnu deformační energie při vzniku plastické deformace před čelem trhliny. Veličina  $J_c$  vyjadřuje intenzitu napjatosti na čele trhliny v okamžiku lomu. Hodnotu  $J_c$  určenou z J-integrálu lze přepočítat na hodnotu součinitele intenzity napětí ze vztahu [2,6]:

$$K_{Jc} = \sqrt{\frac{J \cdot E}{(1 - \mu^2)}}. \quad (40)$$

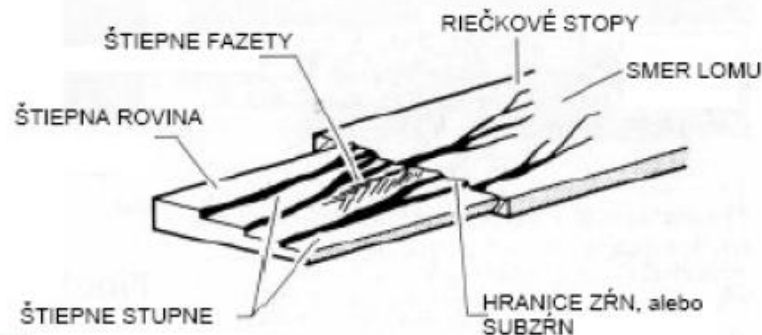
## 2.5 Mechanismy porušení

Na vznik lomu má vliv několik vnějších i vnitřních faktorů. Vnější faktory jsou dány podmínkami zatěžování, jako jsou teplota, stav napjatosti nebo rychlost zatěžování. Vnitřní faktory jsou určeny strukturou materiálu a patří k nim např. chemické složení, velikost zrna, přítomnost defektů atd. Typ lomu se rozlišuje podle mechanismu, kterým vzniká na štěpný a tvárný.

### 2.5.1 Štěpný lom

Štěpný lom je definován jako rychlé šíření trhliny podél dané krystalografické roviny a dochází k němu ve směru kolmém na maximální působící napětí. Štěpný mechanismus porušení je podporován snížením teploty, zvýšením rychlosti deformace a vzrůstem trojosého stavu napjatosti na čele trhliny. Obecně štěpný lom nastává po velmi malé makroskopické deformaci, ale může mu předcházet větší množství plastické deformace nebo i růst tvárné trhliny. Typický povrch štěpného lomu je tvořen štěpnými fazetami, které nejsou úplně hladké, ale obsahují různá zvrásnění. Tyto nerovnosti mohou být důsledkem plastické deformace, která předchází vzniku nebo růstu trhliny,

přítomnosti hranic zrn nebo přítomnosti částic druhé fáze. Zvrásnění je dáno stupni (říčkami), ve kterých se trhlina odklonila ze svého původního směru (viz obrázek 2.18). Jejich vznik je spojen s vyšší spotřebou energie, čímž se snižuje rychlost šíření trhliny. Čím větší je výška stupně, tím pomalejší je šíření. Pozorováním šířící se stupňovité morfologie štěpného lomu lze určit místo iniciace trhliny nebo lomu [26].

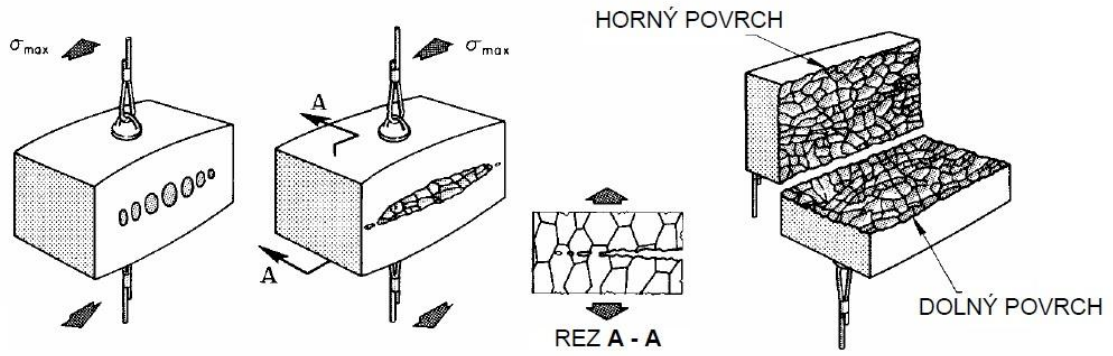


2.18 – Větvení štěpného lomu při přechodu hranice zrna [26].

Štěpný lom potřebuje k vyvolání své nukleace dosažení dostatečné míry plastické deformace na čele trhliny. Vzhledem k tomu, že štěpení vyžaduje porušení vazeb mezi atomy, musí být lokální napětí dostatečně vysoké, aby překonalo kohezní pevnost materiálu. Makroskopická trhlina však není dostatečným koncentrátorem napětí pro porušení vazeb, a proto je k nukleaci štěpení nutné, aby se před čelem trhliny nacházela lokální nespojitost (mikrotrhlina). Jako okamžik nukleace je brán vznik nespojitosti materiálu v jednom zrně nebo na jeho hranici. Protože nukleace sama o sobě nestačí k uskutečnění štěpného porušení, je zde také potřeba jeho iniciace. Za iniciaci je brán přechod mikrotrhliny z původního zrna do jiného. Je nutné, aby v okolí nespojitosti působilo dostatečně vysoké napětí, které zapříčiní její růst. Existují dva základní mechanismy iniciace štěpného porušení. Podle mechanismu kumulace poškození se v místě působícího napětí nachází více mikrotrhlin. K lomu poté dochází jejich propojením. Podle teorie nejslabšího článku dojde k lomu při nalezení jednoho zárodku trhliny o kritické velikosti v místě působícího napětí [6,26].

## 2.5.2 Tvárný lom

Tvárný mechanismus porušení se vyznačuje pomalým růstem trhliny a relativně vysokou mírou plastické deformace. Tvárný lom má obvykle jamkovou morfologii. Orientace jamek se mění spolu se směrem působícího napětí. Za podmínek jednoosého namáhání se tvoří rovnoosé jamky, smykové napětí způsobuje protáhlé parabolické jamky. Jejich počet závisí na počtu nukleačních míst. Pokud se v materiálu nachází velký počet nukleačních míst, je růst dutin omezený, protože se budou vzájemně protínat. Tím pádem bude jamek velké množství, ale budou malé a mělké. Naopak pokud je nukleačních míst v materiálu málo, bude lom tvořen menším množstvím hlubších jamek. Hlavní makro charakteristikou tvárneho lomu je jeho matný vzhled. Ten je dán velkou členitostí jamek, což způsobuje velký rozptyl světla. Tím se dá odlišit od štěpného lomu, jehož štěpné fazety světlo odráží a plocha lomu tím pádem vypadá světle [26].



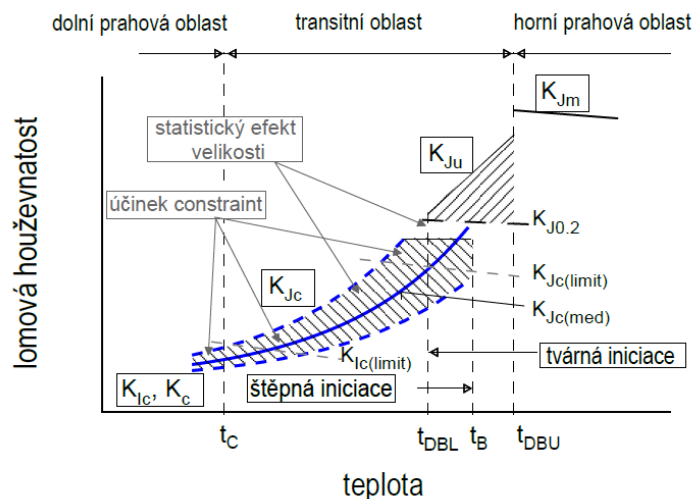
2.19 – Schéma vzniku tvárného lomu při tahovém zatěžování [26].

Dutiny nukleují na nespojitostech, jako jsou částice sekundární fáze, hranice zrn nebo vměstky, pokud je aplikováno dostatečně velké napětí k porušení vazeb mezi touto nespojitostí a okolní matricí. Nukleace probíhá snadněji na částicích o větší velikosti. Pokud dochází v okolní matrici k plastické deformaci, dutiny rostou a začne docházet k jejich koalescenci (propojování). Z počátku dutiny rostou nezávisle na sobě, ale při dalším růstu dochází k nukleaci nových dutin, zvětšení jejich podílu v matrici a poté k jejich interakci. Podél stěn dutin se koncentruje plastická deformace a vyvíjí se lokální plastická nestabilita. Na průběh lomu má vliv distribuce částic sekundární fáze [6,26].

### 3 Zkušebnictví

#### 3.1 Hodnocení lomové houževnatosti

Ke stanovení experimentálních hodnot lomové houževnatosti se standardně používají 2 druhy zkušebních těles, těleso pro zatěžování tříbodovým ohybem a těleso pro zatěžování excentrickým tahem (CT). Těleso obsahuje vrub a nacyklovanou únavovou trhlinu. Během zatěžování tělesa je zaznamenávána závislost síly na otevření vrubu nebo na přemístění síly. Ze získaných závislostí se určují charakteristiky, které slouží ke stanovení provizorní hodnoty lomové houževnatosti ( $K_Q$ ,  $J_Q$ ). Na závěr je nutné klasifikovat provizorní hodnotu lomové houževnatosti dle způsobu výpočtu a velikosti plastické deformace. Výsledkem je buď hodnota lomového parametru ( $K_{Ic}$ ,  $J_{Ic}$ ) nebo závislost lomového parametru na délce trhliny (J-R křivka). Pro hodnocení lomové houževnatosti existuje několik druhů norem (ASTM E399, ASTM E1820, ISO 12135). Vztahy uvedené dále jsou v souladu s normou ASTM E1820 [1,7].



3.1 – Lomově-mechanické parametry v závislosti na teplotě [22].

Na obrázku 3.1 je teplotní schéma lomové houževnatosti s vyznačením jednotlivých oblastí. Z důvodu rozptylu experimentálně stanovených dat lomové houževnatosti jsou v obrázku rozptylové pásy, které stanovují možný výskyt těchto hodnot. V dolní prahové oblasti dochází k iniciaci křehkého lomu za podmínek malých plastických deformací na čele trhliny. Při splnění podmínek RD je odolnost proti iniciaci křehkého lomu vyjádřena charakteristikou  $K_{Ic}$ , při nesplnění podmínek pak charakteristikou  $K_c$ . V tranzitní oblasti nastává porušení v důsledku nestabilního křehkého lomu. Pokud štěpnému porušení předchází nárůst trhliny, je lomová houževnatost vyjádřena charakteristikou  $K_{Ju}$ . Jestliže štěpné porušení vychází přímo z původní trhliny, je odolnost proti iniciaci porušení vyjádřena hodnotou  $K_{Jc}$ . V horní prahové oblasti dochází k tvárnému porušení materiálu stabilním šířením tvárného lomu. Lomová houževnatost je potom vyjádřena R-křivkou nebo samostatnou hodnotou J-integrálu [22].

### 3.1.1 Součinitel intenzity napětí

Při módu zatěžování I se obecná rovnice pro výpočet součinitele intenzity napětí uvádí ve tvaru [7]:

$$K_I = \frac{F}{B \cdot \sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right), \quad (41)$$

kde  $F$  je síla a  $f(a/W)$  je bezrozměrná tvarová funkce, pro CT těleso vyjádřena jako [7]:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left[ \left(2 + \frac{a}{W}\right) \cdot \left(0,886 \cdot \frac{a}{W}\right) - 13,32 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^4 \right]}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}}. \quad (42)$$

Podmínka platnosti  $K_I$  jako součinitele intenzity napětí určeného za stavu RD ( $K_{Ic}$ ) je ve tvaru [7]:

$$b_0 < 2,5 \cdot \left(\frac{K_Q}{\sigma_s}\right)^2, \quad (43)$$

kde  $b_0$  je délka ligamentu (nezlomeného průřezu tělesa) a  $\sigma_s$  je mez kluzu v tahu. Hodnota  $K_{Ic}$  se může měnit v normou daném rozsahu rozměrů tělesa  $W/B$  a  $a/B$  [19].

### 3.1.2 J-integrál

Obecná rovnice určení J-integrálu je dána vztahem [7]:

$$J = J_{el} + J_{pl} = \frac{1 - \mu^2}{E} \cdot K_I^2 + \frac{A_{pl} \cdot \eta}{B \cdot (W - a)}, \quad (44)$$

kde  $A_{pl}$  je práce plastické deformace a  $\eta$  je součinitel definovaný pro dané zkušební těleso (pro CT těleso =  $2 + 0,522 \cdot b_0/W$ ). Výslednou hodnotu  $J$  lze prohlásit za platnou hodnotu lomové houževnatosti při nestabilním porušení bez výrazného šíření trhliny  $J_c$  nezávislé na rozměrech tělesa, pokud splňuje podmínky [7]:

$$B, b_0 \geq 100 \cdot \frac{J_Q}{\sigma_s}, \quad (45)$$

$$\Delta a < 0,2 \text{ mm} + \frac{J_Q}{(M \cdot \sigma_y)}, \quad (46)$$

kde  $\sigma_y$  je deformační napětí určené jako průměrná hodnota meze kluzu a meze pevnosti a  $M$  je koeficient s doporučenou hodnotou  $M=2$ . I přestože jsou vztahy (45) a (46) splněny, může hodnota  $J_c$  záviset na tloušťce.

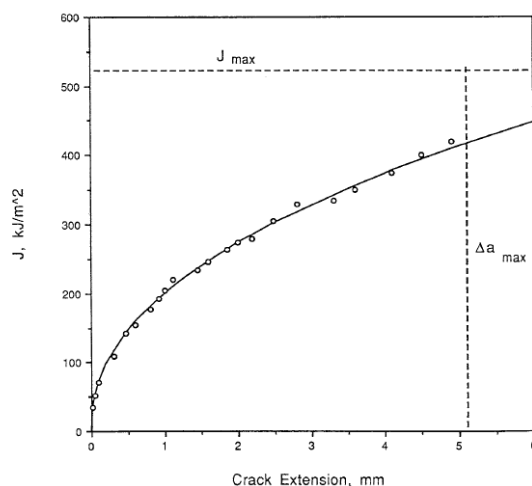
Platnost veličiny  $J_u$ , která vyjadřuje lomovou houževnatost při nestabilním porušení za výrazného šíření trhliny, je dána vztahem [7]:

$$\Delta a \geq 0,2 \text{ mm} + \frac{J_Q}{(M \cdot \sigma_s)}. \quad (47)$$

Pro platnost veličiny  $J_u$  není dáno velikostní kritérium, protože ji nelze brát za velikostně nezávislou. Jde o materiálovou charakteristiku pro určitou geometrii a velikost tělesa.

### 3.1.3 J-R křivka

J-R křivka vyjadřuje závislost J-integrálu na velikosti přírůstku tvárné trhliny  $\Delta a$ . Tuto závislost lze experimentálně určit dvěma způsoby, metodou jednoho tělesa nebo metodou více těles. První z metod (odlehčovací) vychází z jednoho zkušebního tělesa, které je střídavě odlehčováno a zatěžováno nad sílu v předchozím cyklu. Ke střídavému zatěžování a odlehčování dochází v oblastech začínající plastické deformace a tvárného šíření trhliny. Pomocí směrnic, získaných z jednotlivých odlehčení, lze stanovit změnu poddajnosti tělesa a z té potom eventuální přírůstek trhliny. Pro metodu více těles je potřeba nejméně šesti zkušebních těles. Ta jsou namáhána různě vysokými zatíženími, aby bylo dosaženo tvárných natržení o různých velikostech [1,7].



3.2 – Typická J-R křivka [7].

J-R křivka je vymezena souřadnicovým systémem a maximálními hodnotami J-integrálu (nižší hodnota ze vztahů (48) a (49)) a délky tvárného natržení (vztah (50)) [7]:

$$J_{max} = \frac{(b_0 \cdot \sigma_y)}{10}, \quad (48)$$

$$J_{max} = \frac{(B \cdot \sigma_y)}{10}, \quad (49)$$

$$a_{max} = 0,25 \cdot b_0. \quad (50)$$

V případě použití odlehčovací metody se hodnoty přírůstku trhliny posouvají o hodnotu  $J(\Delta a)/(M \cdot \sigma_y)$ . Jednotlivé body takto posunutá J-R křivky jsou proloženy mocninnou regresní funkcí, která má tvar [7]:

$$J(\Delta a) = C \cdot \Delta a^p, \quad (51)$$

kde  $C$  a  $p$  jsou její koeficienty. Pomocí průsečíku funkce a přímky rovnoběžné s čarou otupení pro délku tvárné trhliny 0,2 mm stanovíme hodnotu  $J_Q$ , která je označena jako velikostně nezávislá hodnota lomové houževnatosti  $J_{Ic}$  pokud splňuje podmínku [7]:

$$B, b_0 > \frac{(10 \cdot J_Q)}{\sigma_y}. \quad (52)$$

### 3.1.4 Přemístění při otevření čela trhliny

Přemístění při otevření čela trhliny se měří v místě, kde trhlina vyústí na povrch zkušební tělesa. Dle předpokladu, že obě části tělesa jsou tuhé a otočné v plastickém kloubu je poté hodnota přemístění dopočítána. Vzhledem k nepřesnosti předpokladu pro elastický popis rozevření se hodnota přemístění počítá samostatně pro elastickou a pro plastickou část otevření dle vztahu [7]:

$$\delta = \delta_{el} + \delta_{pl} = \frac{K_I^2}{m \cdot \sigma_s \cdot E} + \frac{r_p \cdot (W - a) \cdot V_p}{r_p \cdot (W - a) + a}, \quad (53)$$

kde  $r_p$  je rotační faktor tělesa a  $V_p$  je plastická část otevření vrubu tělesa. Výslednou hodnotu  $\delta$  lze prohlásit za platnou hodnotu lomové houževnatosti při nestabilním porušení bez výrazného šíření trhliny nezávislou na rozměrech tělesa  $\delta_c$ , pokud splňuje podmínky dané vztahy [7]:

$$B, b_0 \geq 300 \cdot \delta_{Qc}, \quad (54)$$

$$\Delta a < 0,2 \text{ mm} + \frac{\delta_{Qc}}{M_\delta}. \quad (55)$$

Pokud hodnota  $\delta$  nesplní velikostní podmínku (vztah 54), ale splní podmínku délky tvárného natržení (vztah 54), lze ji označit jako velikostně závislou hodnotu  $\delta_c$ .

Platnost veličiny  $\delta_u$ , která vyjadřuje lomovou houževnatost při nestabilním porušení za výrazného šíření trhliny, je dána vztahem [7]:

$$\Delta a \geq 0,2 \text{ mm} + \frac{\delta_{Qu}}{M_\delta}. \quad (56)$$

Pro platnost veličiny  $\delta_u$  není dáno velikostní kritérium, protože ji nelze brát za velikostně nezávislou. Jde o materiálovou charakteristiku pro určitou geometrii a velikost tělesa.

Z hodnot přemístění na čele trhliny lze sestavit křivku odolnosti proti šíření trhliny ( $\delta$ -R). Tato křivka se stanovuje analogicky se stanovením J-R křivky, které je popsán v kapitole 3.1.3 s rozdílem určení maximální hodnoty  $\delta_{max}$ , která je dána vztahem [7]:

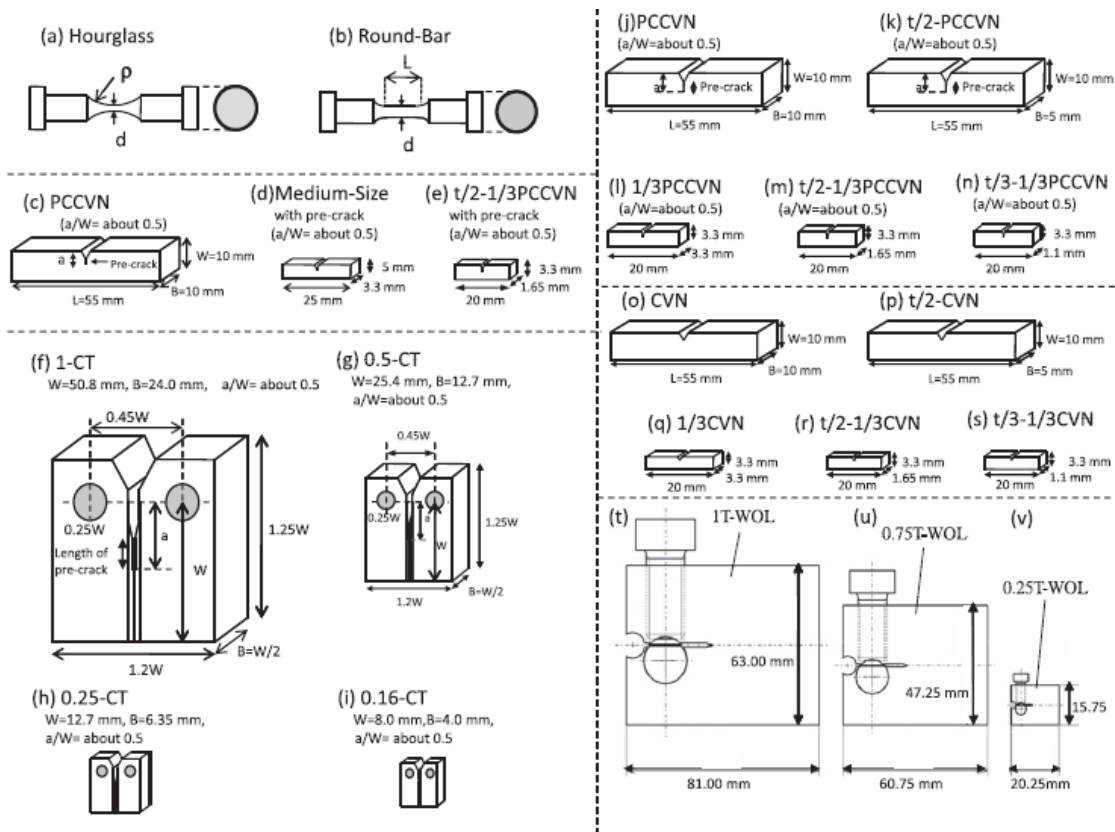
$$\delta_{max} = \frac{b_0}{(10 \cdot m)} \quad (57)$$

a podmínky platnosti hodnoty  $\delta_{Ic}$  dané vztahem [7]:

$$b_0 \geq 10 \cdot m \cdot \delta_Q. \quad (58)$$

### 3.2 Zkoušení miniaturních zkušebních těles

Vývoj a použití miniaturních zkušebních těles je spojen s vývojem materiálů pro fúzní reaktory. Hlavní motivací je malý prostor ozařovacích zařízení. Požadavkem na testování těchto vzorků je získání dat z reaktorů na bázi štěpení a jejich extrapolace na neutronové prostředí fúzního reaktoru, na základě čehož by bylo možné navrhnout vhodný design a materiál pro zkušební fúzní reaktor [20].



3.3 – Tvar a velikost zkušebních těles pro únavové zkoušky (a) a b)), testování lomové houževnatosti (ohybové c)-e), CT tělesa f)-i), typu Charpy j)-s) a pro měření rychlosti růstu trhliny t)-v)) [20].

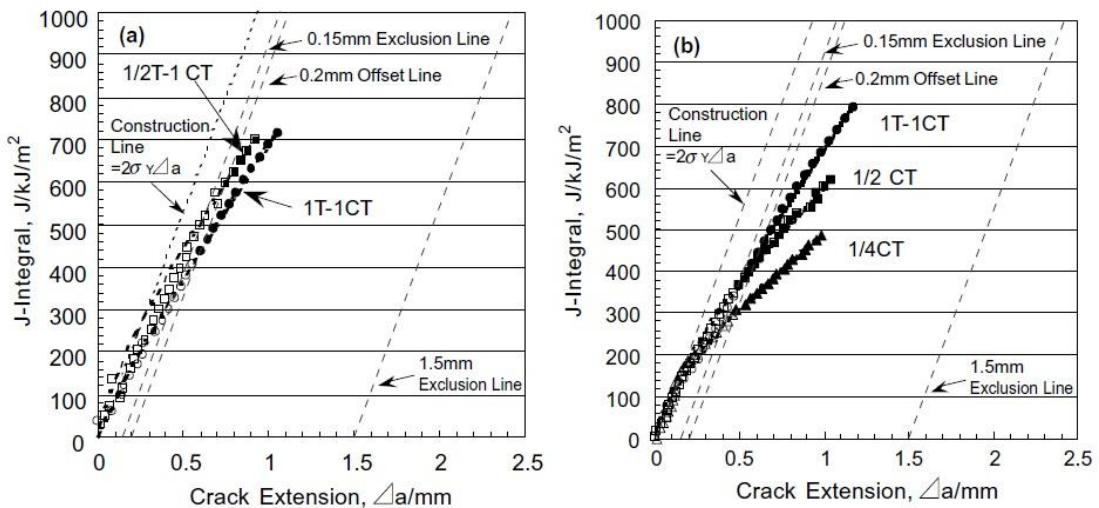
Hlavní výhodou použití miniaturních zkušebních těles je kromě úspory materiálu také možnost charakterizace lokálních mechanických vlastností (využití např. u svarových spojů). Nevýhodou je složitější interpretace naměřených dat, která se ne vždy shodují s daty naměřenými na standardních zkušebních tělesech. Zkoušení miniaturních

těles je také zatíženo větší chybou měření a tím pádem dochází i k většímu rozptylu naměřených hodnot. Vzhledem k jejich menší velikosti jsou rovněž kladeny větší nároky na jejich výrobu. Druhů miniaturních zkušebních těles je celá řada (viz obr. 3.3). Geometrie těchto těles byla odvozena od geometrie standardních těles zavedených mezinárodně platnými normami (ASTM, DIN) [20].

Při zvolení vhodné metodiky a podmínek zkoušení lze získat platné hodnoty lomové houževnatosti i z miniaturních těles. Vhodnými podmínkami je myšleno zejména zachování stavu malých plastických deformací na čele trhliny. Tento stav je výrazně ovlivněn hodnotou meze kluzu, na kterou má vliv jak teplota, tak rychlost deformace. S rostoucí rychlostí zatěžování roste i hodnota meze kluzu, stejně jako při snižující se testovací teplotě, čímž dochází k bránění rozvoji plastické deformace. Ke splnění podmínek malých plastických deformací na čele trhliny lze také přispět vhodnou geometrií zkušebních těles. V tomto ohledu jsou nejvhodnější tělesa pro zatěžování excentrickým tahem (CT). Napěťové podmínky na čele trhliny lze také modifikovat vhodně umístěnými vruby na zkušebním tělese [20].

### 3.2.1 Vliv velikosti zkušebního tělesa na J-R křivku

V práci [21] byl zkoumán vliv velikosti zkušebního tělesa na lomovou houževnatost u nízko-aktivační feritické oceli. Byla použita tělesa typu 1T-1CT, 1/2T-1CT, 1/2CT a 1/4CT. Z J-R křivek (obr. 3.4) je patrné, že se snižující se tloušťkou vzorku (1T-1CT, 1/2T-1CT) roste hodnota J-integrálu. Má se za to, že podmínky rovinné napjatosti začínají převládat se snižující se tloušťkou vzorku a velikost plastické zóny na čele trhliny roste se zkracující se vzdáleností od povrchu vzorku. Tím pádem spolu s rostoucí energií potřebnou k plastické deformaci roste i lomová houževnatost [21].



3.4 - J-R křivky nízko-aktivační feritické oceli [21].

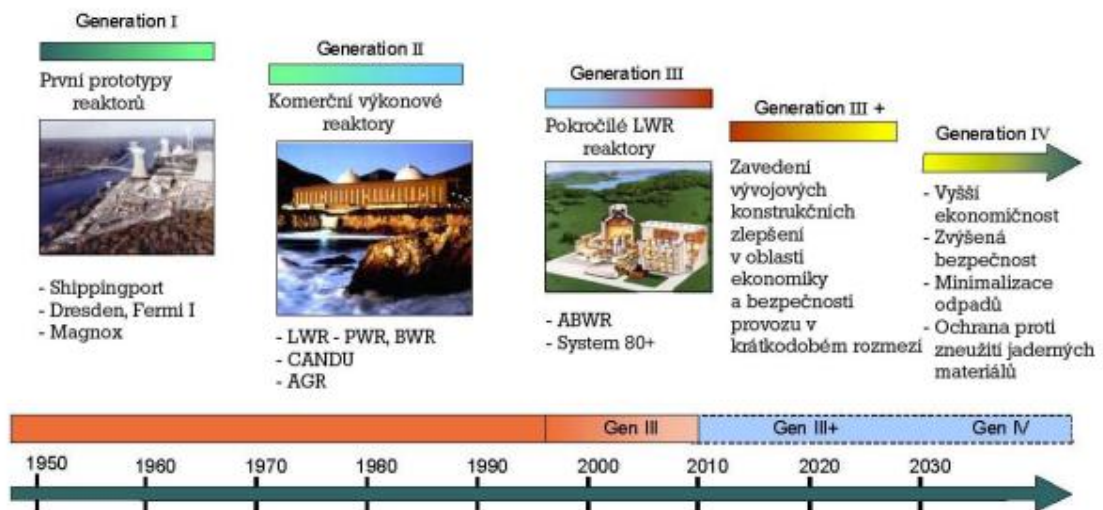
Pokud je však zkušební těleso zmenšené oproti původnímu CT tělesu se zachováním poměru výšky, šířky a tloušťky ( $1/2CT$ ,  $1/4CT$ ), hodnota J-integrálu se snižuje spolu se zmenšujícími se rozměry zkušebních těles. Jedním z možných vysvětlení je fakt, že zatímco u standardního tělesa zabírá velikost plastické zóny na čele trhliny jen přibližně 7% z délky ligamentu, u výrazně menšího zkušebního tělesa ( $1/4CT$ ) už je to více než 30%. V případě  $1/4CT$  tělesa je velikost ligamentu tak malá, že není schopna potlačit plasticitu a dochází k nestabilitě, která vede ke snížení hodnoty J-integrálu [21].

Vliv velikost zkušebního tělesa na J-R křivku byl zkoumán i v některých dalších pracích. V práci [23] byly testovány vzorky z oceli A533B Cl.1 o tloušťce 25 a 12,5 mm metodou více těles. Nebyl pozorován žádný výrazný efekt změny velikosti zkušebního tělesa na J-R křivku. Stejně jako u práce [24], která zkoumala vzorky z pěti různých ocelí o tloušťce od  $1/2T$  do  $10T$ . Ani zde nebyly naměřené J-R křivky závislé na velikosti vzorku. Naopak v práci [25], která se zabývala měřením J-R křivek vzorků o tloušťce 25 a 50 mm z oceli 20MnMoNi55 a hliníkové slitiny Al 2024-FC vykazovala J-R křivka ve všech případech nižší hodnoty u vzorků o větší tloušťce, než u vzorků o menší tloušťce. Z výše uvedeného je patrné, že přestože lze u některých prací vypořádat jistou shodu ve výsledcích, neexistuje žádný trend, podle kterého by se dal přesně popsat vliv velikosti zkušebního tělesa na J-R křivku [23,24,25].

## 4 ODS oceli

V současné době se jako nejslibnější způsob získávání elektrické energie jeví využití jaderné energie. Jak ukazuje obrázek 4.1, jaderná energetika prošla a nadále prochází vývojem. Nejprve šlo o reaktory I. generace, které jsou již dnes, až na jednu výjimku (elektrárna Wylfa ve Velké Británii), mimo provoz. V současné době jsou u nás i ve světě nejrozšířenější reaktory II. generace, jejichž osvědčené technologie využívají i reaktory III. generace. Ty ovšem přinášejí zlepšení v oblastech bezpečnosti, ekonomiky a efektivity. Nejnadějnější zdroje energie jsou však jaderné reaktory IV. generace a hlavně reaktory využívající jaderné fúze [8].

Nejsnadněji dosažitelná fúzní reakce probíhá mezi dvěma izotopy vodíku, deuteriem a tritiem. Jádro atomu deuteria se sloučí s jádrem atomu tritia a za současného uvolnění vazebné energie vzniká fúzní neutron (nese asi 80 % uvolněné energie) a jádro atomu helia. Jde o opačnou reakci, než je jaderné štěpení. Jako palivo fúzních reaktorů se tedy používá deuterium, které se získává např. z mořské vody. Tritium lze vyrábět přímo v reaktoru přeměnou lithia. Jádra atomů musí mít dostatečně velkou kinetickou energii (dodanou tepelným ohřevem), aby mohla překonat tzv. Coulombovskou bariéru a přiblížit se vzájemně natolik, aby došlo k nastartování reakce. Palivo musí být zahřáto přibližně na 200 milionů °K. Při dosažení této teploty se již nachází ve formě plazmatu. Pro spuštění samotné reakce je ještě nutné stlačit jádra co nejvíce k sobě a v tomto stavu je určitou dobu podržet, aby došlo k jejich srážkám a následně k fúzi. Po jejím startu se již plazma ohřívá samotnou reakcí a není proto nutné dodávat další teplo z vnějšího zdroje. Jakékoliv porušení stability plazmatu vede k okamžitému ukončení probíhající reakce, což je důležité hlavně z bezpečnostního hlediska. To, spolu s minimálním dopadem na životní prostředí, patří k největším výhodám fúzních reaktorů [9,10].



4.1 – Vývoj jaderných reaktorů [8].

Materiály uvažované pro konstrukci fúzních reaktorů musí splňovat požadavky jako je vysokoteplotní pevnost, odolnost proti radiačnímu poškození nebo creepová odolnost. Jako nejvhodnější pro tyto účely se jeví nízkoaktivační feriticko-martenzitické oceli (Eurofer), ODS (oxide dispersion strengthened) oceli, slitiny wolframu a kompozity na

bázi SiC. ODS ocel je u fúzních reaktorů uvažována jako materiál na opláštění a na komponenty divertoru [9,11].

ODS ocel obsahuje malé množství oxidu yttria ( $Y_2O_3$ ), který je homogenně dispergován v materiálu ve formě nanočástic. Přítomnost  $Y_2O_3$  ve struktuře zlepšuje mechanické vlastnosti materiálu. V současné době je vyvinuto několik typů ODS ocelí. Lze je rozdělit například do dvou kategorií podle množství obsaženého chromu. Mezi nízko chromové oceli můžeme zařadit například feriticko-martenzitickou ocel 9Cr-2Mo(1W)-0,5Ti-0,25 $Y_2O_3$  nebo čistě feritická s nominálním složením 14Cr-0,5Mo(1W)-0,5Ti-0,25 $Y_2O_3$ . Významným představitelem je ocel ODS Eurofer, která je vznikla z referenční slitiny Eurofer 97 plánované pro fúzní aplikace [9, 11]. Do skupiny vysoko chromových ocelí lze zařadit oceli PM2000 a MA956, které obsahují okolo 20% chromu a používají se pro vysokoteplotní aplikace.

## 4.1 Výroba ODS ocelí

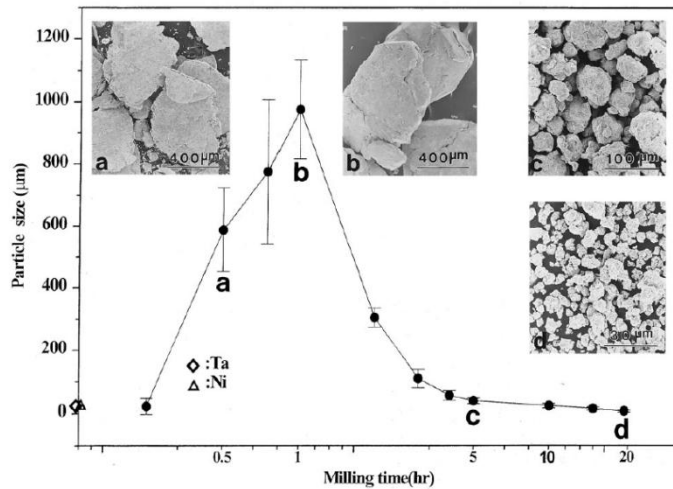
Při výrobě ODS ocelí se využívá metody tzv. práškové metalurgie. Její princip spočívá ve spojování práškových materiálů za působení tlaku a teploty, která je nižší, než teplota tavení alespoň jedné spojované složky. Práškovou metalurgií lze zpracovat téměř všechny kovy a jejich slitiny, i ty, které lze běžnými hutnickými metodami připravit velice obtížně. Umožňuje zpracovávat kovy a nekovy i materiály s rozdílnou teplotou tavení. Touto technologií lze vyrábět vysoce čisté materiály o přesně daném chemickém složení a struktuře. Díky velmi dobré rozměrové přesnosti umožňuje výrobu tvarově složitých dílů. Další výhodou je téměř úplná absence materiálových ztrát, což spolu s nižší energetickou náročností oproti lití nebo obrábění umožňuje optimalizaci výrobních nákladů. Z důvodu vysoké pořizovací ceny technologického zařízení je však prášková metalurgie ekonomicky výhodná jen v případě sériové výroby. Nevýhodou je i menší hutnost výrobku a s ním spojená nižší pevnost a houževnatost [12,13].

### 4.1.1 Mechanické legování

ODS oceli se vyrábí pomocí práškové metalurgie procesem mechanického legování. Ten je definován jako výroba kovových a nekovových prášků s kontrolovanou mikrostrukturou a morfologií ve vysokoenergetických kulových mlýnech. Po mletí dochází ke konsolidaci prášku pomocí vysokoteplotního lisování, protlačování za tepla nebo izostatického lisování za tepla [12].

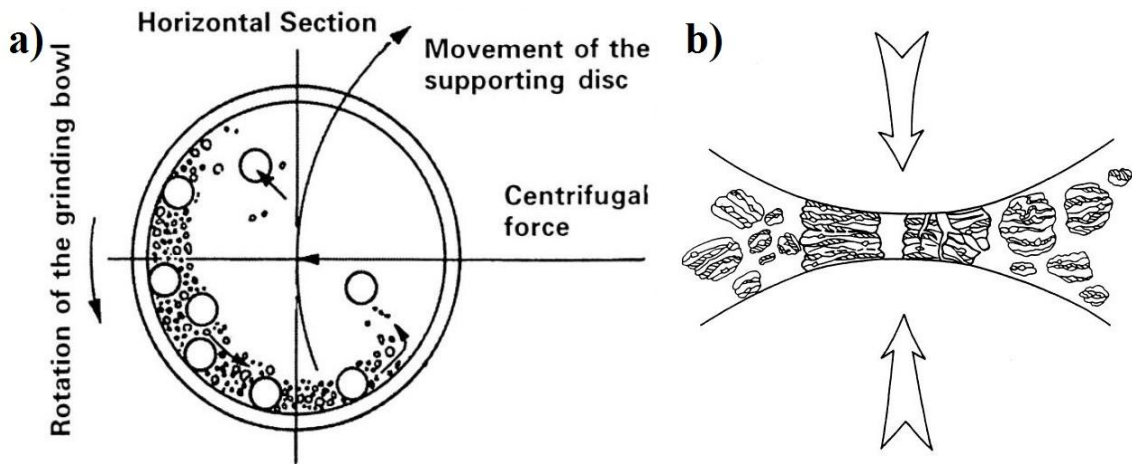
Cílem mletí je zmenšení velikosti částic, jejich směšování a promíchávání. Samotný proces je potom ovlivněn množstvím faktorů, jako jsou mlecí teplota, doba a prostředí, materiál a typ mlýnu, nebo poměr hmotnosti mlecího média k hmotnosti mletého prášku. Tyto faktory mají velký vliv na morfologii a stechiometrii částic a především na distribuci velikosti částic. Aby byl efekt zpevnění oxidickými částicemi  $Y_2O_3$  maximální, je nutné, aby jejich velikost nepřesahovala 50 nm. Částice o větších rozměrech nemají efektivní vliv na zpevnění za vyšších teplot. Během mletí dochází nejprve k nárůstu velikosti částic (viz obrázek 4.2), což je způsobeno spojováním částic.

Po určité době se však začnou rozpadat, díky čemuž lze získat částice o požadované velikosti [12,13].



4.2 – Vliv doby mletí na velikost částic [12].

Nejvíce používané mlýny jsou tzv. planetové mlýny. Princip planetového mletí je zobrazen na obrázku 4.3 a). Mlecí nádoby rotují kolem společné osy ale v navzájem opačném směru. Mlecí médium se v důsledku odstředivé síly tlačí na stěnu nádoby a tím dochází k mletí prášku. Druhým používaným mlecím médiem je attritor, což je vysokoenergetický kulový mlýn. Princip mletí v attritoru je znázorněn na obrázku 4.3 b). Samotný proces potom probíhá v nepohyblivé válcové komoře, ve které rotuje míchadlo (hřídel s rameny) rychlostí 250 otáček za minutu. Vše probíhá v inertní atmosféře, aby nedošlo ke kontaminaci prášku. Tento způsob mletí umožňuje získat velice jemné směsi prášků a proces trvá přibližně desetkrát méně času než u běžných planetových mlýnů [12,13].



4.3 – Princip mletí v a) planetovém mlýnu a b) attritoru [12].

K dosažení výsledného tvaru a vlastností výrobku slouží konsolidace prášku. Hlavní snahou přitom je dosáhnout co největší homogenity a minimální pórovitosti výsledného materiálu. Jednou ze základních technik konsolidace prášku je lisování za tepla. Tato metoda je kombinací lisování a slinování v jednom kroku. Lze jí dosáhnout téměř teoretické hustoty výrobku, ale není tolik citlivá na tvar, velikost a distribuci částic. Výsledné vlastnosti výrobku jsou určeny teplotou, tlakem, dobou lisování a pracovní

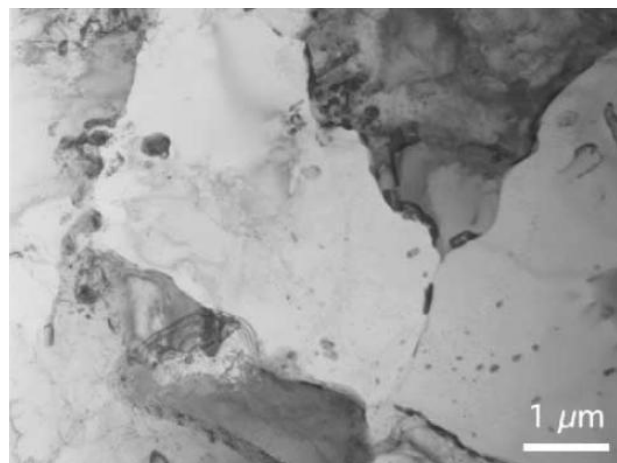
atmosférou. Variací lisování za tepla je hydrostatické lisování za tepla (HIP). Jako tlakové médium se používá inertní plyn, pracovní teplota se pohybuje mezi 1000 – 1750°C a tlak od 100 do 320 MPa. Výrobky takto připravené jsou velice kvalitní a dosahují vysoké hustoty a homogenity. Další metodou konsolidace prášku za tepla, která je široce využívána u kovových prášků, je extruze. V případě pokročilých ODS ocelí je nejvíce rozšířena varianta, kdy je prášek umístěn do kovové kapsle a poté dochází k extruzi. Pro usnadnění spékání prášku je nutné jej po umístění do kapsle důkladně odplynit. Celý proces probíhá v kontrolované atmosféře [12,13].

## 4.2 Vlastnosti ODS ocelí

Jak bylo zmíněno výše, ve struktuře ODS ocelí se nachází malé množství oxidu yttria ( $Y_2O_3$ ). Ten je dispergován v materiálu ve formě nanočástic, které zlepšují mechanické vlastnosti ocelí. U ODS ocelí pro jaderné reaktory je podstatné, aby splňovaly požadavky zejména na pevnost za vysokých teplot, creepovou odolnost a odolnost proti radiačnímu poškození. V současné době se používají dva typy ODS ocelí. Feriticko-martenzitické, jejímž typickým představitelem je ocel ODS Eurofer a čistě feritické, kam patří komerčně vyráběné oceli MA956 nebo PM 2000 a také experimentální oceli jako například 12Y1.

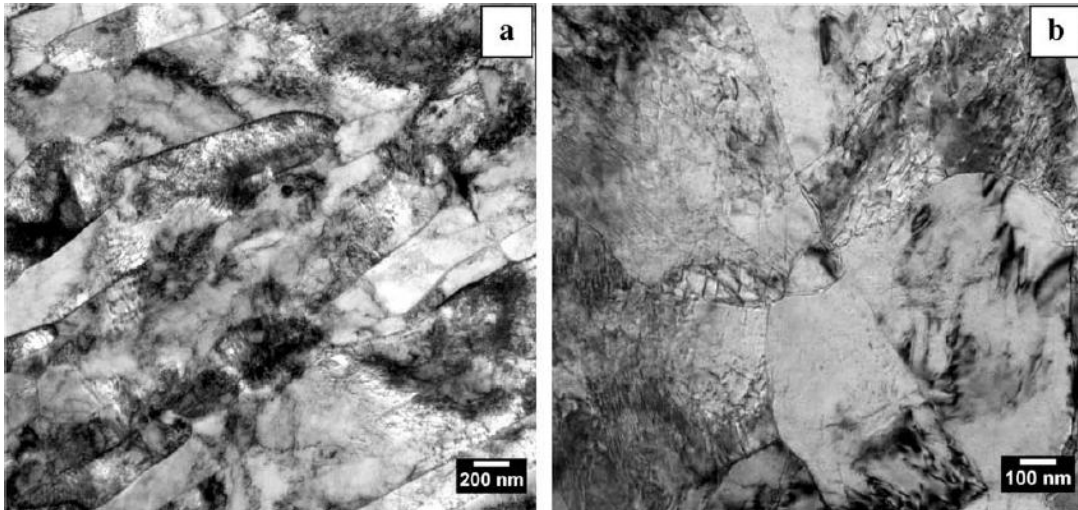
### 4.2.1 Mikrostruktura

Mikrostruktura ODS Eurofer oceli byla zkoumána v práci [14]. Jak lze vidět na obrázku 4.4, na okrajích zrn feritu jsou přítomny karbidy chromu, konkrétně typu  $Cr_{23}C_6$ . Velikost zrna je zhruba 5  $\mu m$ . Oxidické částice  $Y_2O_3$  jsou heterogenně rozmístěny ve struktuře. Je možné nalézt místa s vysokým výskytem těchto částic, stejně jako místa kde se nevyskytují vůbec. Oxidické částice se vyskytují ve struktuře ve dvou skupinách, první o velikosti 20–40 nm a druhá o velikosti 1-5 nm. Střední velikost těchto částic je 3,8 nm [14].



4.4 – Mikrostruktura oceli ODS Eurofer [14].

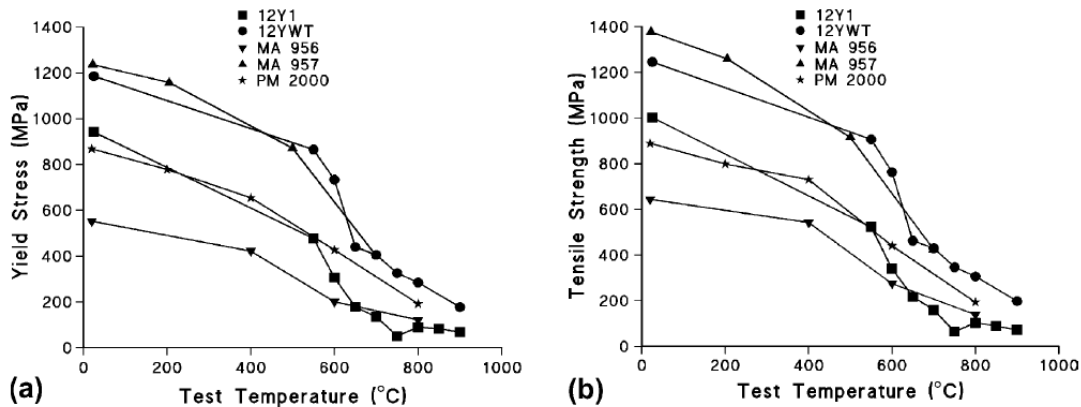
Na obrázku 4.5 je mikrostruktura oceli Fe-14Cr-2W-0,3Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Tento materiál byl vyroben protlačováním za tepla a z obrázku je zřejmé, že mikrostruktura vykazuje značné rozdíly v příčném a podélném směru. Ve směru válcování (podélném), lze vidět vysokou hustotu dislokací a protažená zrna. Naopak v příčném směru jsou zrna rovnoosá. Průměrná velikost částic Y-Ti-O byla stanovena pomocí TEM jako přibližně 5 nm [15].



4.5 – Mikrostruktura feritické ODS oceli v a) podélném směru b) příčném směru [15].

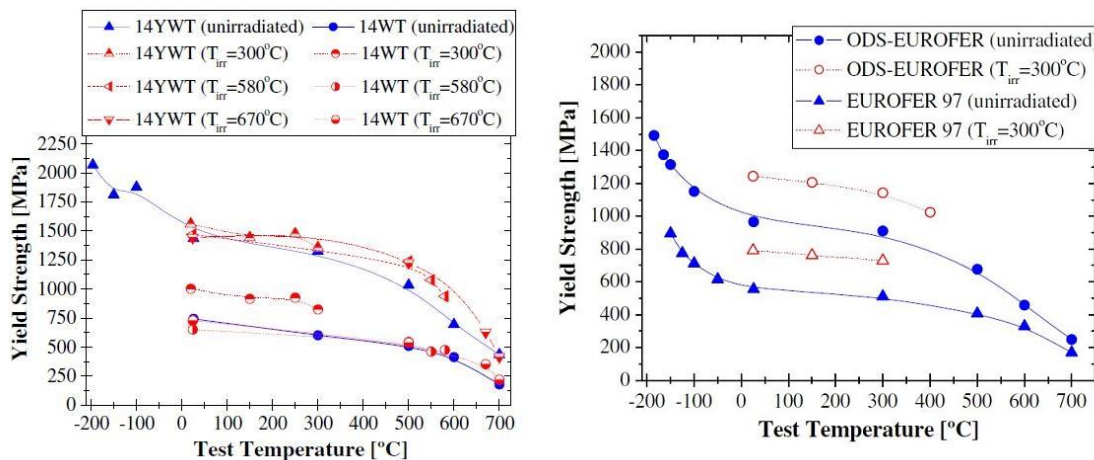
#### 4.2.2 Mechanické vlastnosti

Dle výsledků mechanických testů v [14] vykazuje ocel ODS Eurofer s 0,3% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mez pevnosti přes 900 MPa, což je o více než 250 MPa vyšší hodnota, než u základního materiálu bez oxidických nanočástic. Tažnost ODS oceli je zhruba dvakrát vyšší, než u základního materiálu. Při teplotě 700°C je mez pevnosti stále vyšší než 200 MPa, přičemž tažnost zůstává dvojnásobná oproti základnímu materiálu. Čistě feritické ODS oceli zkoumané v [16] dosahují meze pevnosti za pokojové teploty v rozmezí od 600 do téměř 1400 MPa. Nejvyšší pevnost za pokojové teploty vykazuje komerčně vyráběná ocel MA957. Se stoupající teplotou se však její pevnosti přibližuje experimentální ocel 12YWT. Naopak nejnižší pevnost, až do teploty 600°C, má ocel MA956. Po dosažení teploty 900°C již vykazují všechny zkoumané ODS oceli mez pevnosti okolo 200 MPa [14,16].



4.6 – Závislost a) meze kluzu b) meze pevnosti na teplotě u některých komerčních a experimentálních ODS ocelí [16].

Vliv ozařování na vlastnosti ODS ocelí byl zkoumán v práci [17]. Vzorky byly ozařovány za teplot 300, 580 a 670°C zářením odpovídajícím 1,5 dpa. U ODS ocelí s 14% Cr bylo za teploty 300°C zaznamenáno zvýšení meze kluzu po ozáření o 9%. U dalších vzorků se navýšení meze kluzu pohybovalo mezi 10-20%, v závislosti na teplotě experimentu. Nárůst pevnosti je doprovázen snížením tažnosti. Na ozářených vzorcích byl zaznamenán pokles tažnosti zhruba o 6% oproti neozářeným vzorkům. Také ocel ODS Eurofer vykazuje radiační zpevnění a pokles tažnosti. Při teplotě experimentu 300°C vzrostla mez kluzu ozářeného vzorku zhruba o 20%, přičemž tažnost se snížila o 5% [17].



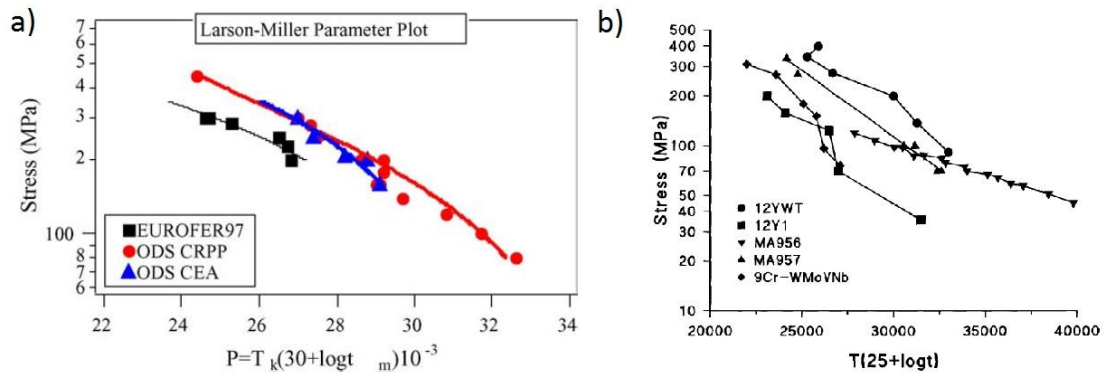
4.7 – Vliv radiačního ozáření na hodnoty meze kluzu ODS ocelí 14%Cr a Eurofer [17].

Creepové vlastnosti dvou ODS Eurofer ocelí byly zkoumány v práci [18]. Pro porovnání byl použit Larson-Millerův parametr, který je definován:

$$P = T_k(c + \log t_m), \quad (59)$$

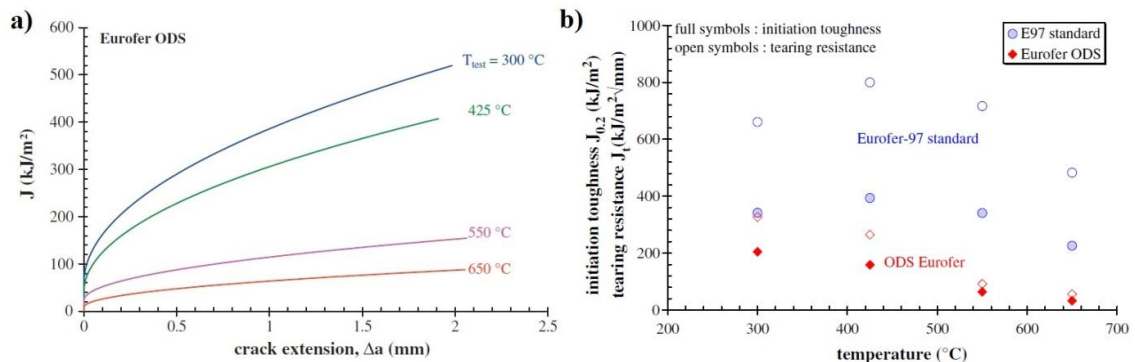
kde  $T_k$  je teplota testování,  $c$  je konstanta a  $t_m$  je čas do lomu. Jak je patrné z obrázku 2.8 a), obě ODS Eurofer oceli vykazují podobné hodnoty, avšak oproti základnímu materiálu bez částic  $Y_2O_3$  je jejich LMP zhruba o třetinu vyšší. To znamená, že ODS ocel může být použita za teploty o přibližně 65°K vyšší než základní Eurofer ocel. Z

porovnání creepového chování (obrázek 4.8 b)) experimentálních ODS ocelí (12YWT a 12Y1) s komerčními (nejpevnější MA957 a nejméně pevné MA956) je patrné, že MA956 a 12YWT vykazují při vyšší hodnotě LMP srovnatelné vlastnosti. Při nižší hodnotě LMP již mají MA956 i MA957 horší creepovou odolnost než 12YWT, která tak vychází z tohoto srovnání nejlépe [16,18].



4.8 – Creepové chování vyjádřené pomocí LMP a) Eurofer ocelí [18] b) feritických ODS ocelí [16].

Lomové chování ODS Eurofer oceli bylo zkoumáno v práci [19]. Na obrázku 4.9 a) jsou J-R křivky získané normalizační metodou za různých teplot. Z nich vyplývá, že mezi 425°C a 550°C dochází k výraznému poklesu houževnatosti. Při teplotě 650°C je hodnota J-integrálu již velmi nízká. Jak je patrné z obrázku 4.9 b), základní Eurofer ocel vykazuje lepší hodnoty houževnatosti, než její ODS verze. Přítomnost částic  $Y_2O_3$  podporuje vznik dutin a jejich následný růst a spojování, což usnadňuje šíření trhlin. Tato dekoheze částice a matrice pramení z napětově-deformační nekompatibility mezi tvrdými částicemi a relativně měkkou maticí. Z obrázku je také zřetelné, že vyšší teplota automaticky neznamená vyšší houževnatost [19].



4.9 – a) Vliv teploty na J-R křivku ODS Eurofer oceli, b) Srovnání iniciační hodnoty J-integrálu a odporu proti šíření trhliny v závislosti na teplotě ODS Eurofer oceli se základním materiálem [19].

## 5 Cíle práce

Hlavním cílem této práce je hodnocení lomového chování ODS oceli MA956 za vysokých teplot. K tomuto účelu byly stanoveny následující dílčí cíle:

- Příprava miniaturních zkušebních těles pro excentrické zatěžování pro potřeby měření J-R křivky.
- Zpracování a vyhodnocení naměřených dat.
- Analýza mikrostruktury a měření tvrdosti pro hodnocení heterogenity materiálu.
- Fraktografická analýza lomových ploch pomocí světelného a rastrovacího elektronového mikroskopu.
- Diskuze získaných výsledků.

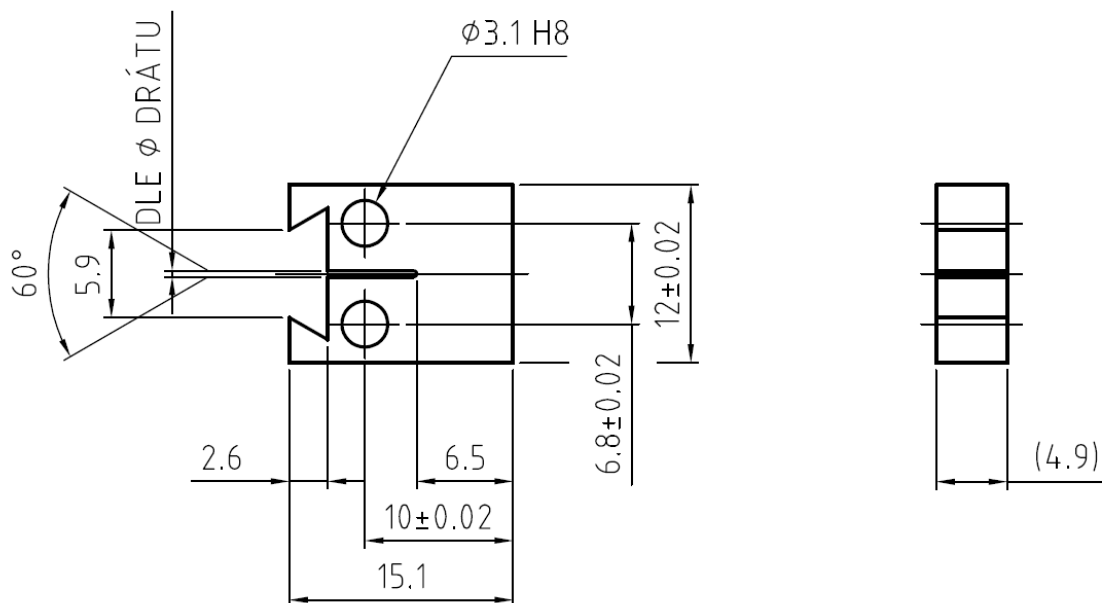
## 6 Experimentální část

### 6.1 Zkušební materiál

ODS ocel MA956 je mechanicky legovaná feritická ocel, která obsahuje 20 hm.% chromu a 5 hm.% hliníku pro zlepšení oxidační a korozní odolnosti. Tato ocel je disperzně zpevněná částicemi oxidu yttria. Materiál byl dodán ve formě plechu, který byl vyroben firmou Special Metals. Polotovár byl vyroben pomocí mechanického legování v kulovém mlýně a následného lisování prášku v ocelové kapsli. Po extruzi do tvaru tyče obdélníkového průřezu a válcování za tepla bylo provedeno tepelné zpracování (1 hod/ 1320°C/ chlazení na vzduchu). Na závěr byl povrch očištěn kvůli odstranění oxidického filmu.

Prvek	Fe	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
Obsah [hm.%]	zbytek	0,15	0,11	0,009	0,004	0,07	0,04	19,97	<0,05
Prvek	Ti	Co	Al	N	O	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Obsah [hm.%]	0,40	0,03	4,44	0,022	0,21	0,53			

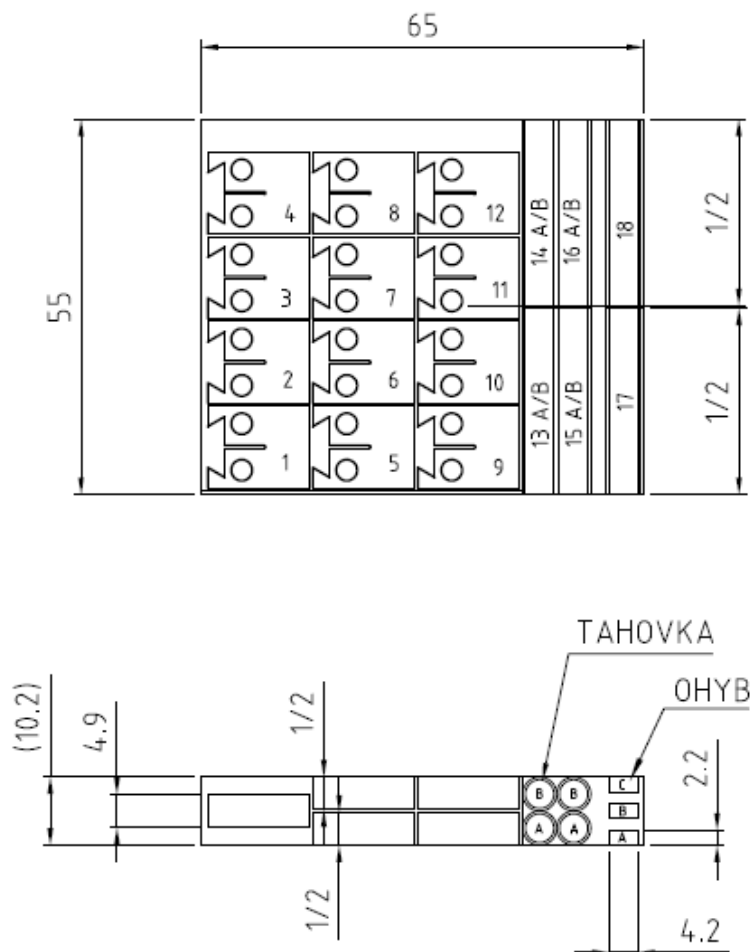
Tab. 1 – Chemické složení materiálu [27].



6.1 - Výkres miniaturního CT tělesa.

Řezný plán polotovaru ve formě plechu je na obrázku 6.2. Celkem z něj bylo vyrobeno 24 CT těles umístěných ve dvou řadách nad sebou s označením A a B. Geometrie CT těles (obrázek 6.1) byla z prostorových důvodů upravena (viz kapitola 6.3.3). Tahová a ohybová tělesa, zobrazená v řezném plánu, nebyla předmětem této

práce. Pro experimentální část byla připravena 3 CT tělesa s označením A5, B5 a B12. Zbývající tělesa budou využita v rámci pokračování výzkumného projektu na Ústavu fyziky materiálů Akademie věd ČR.



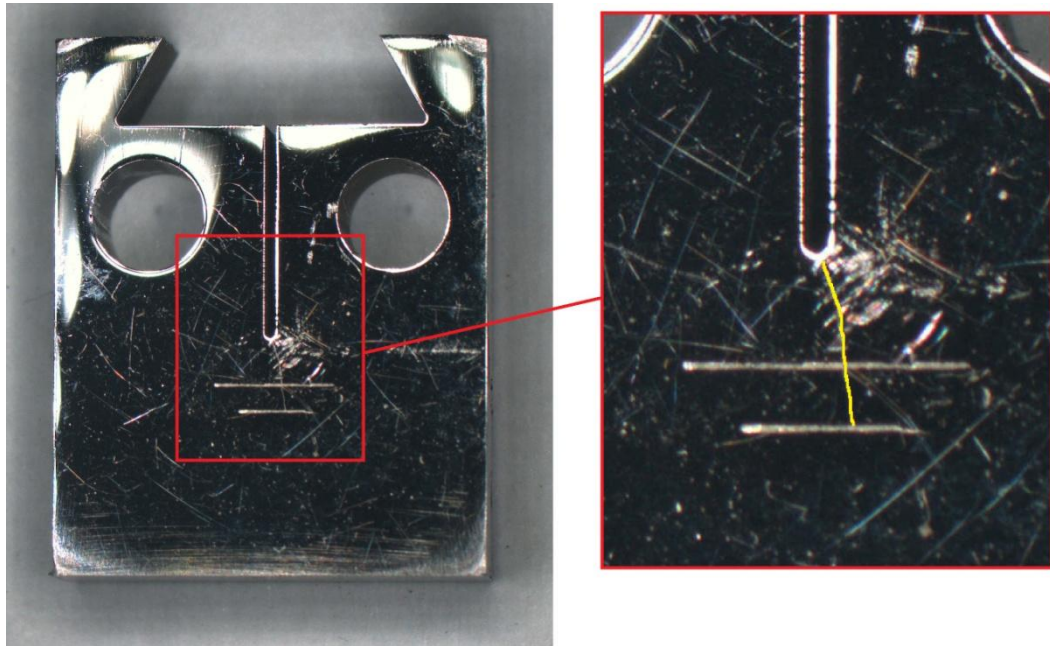
6.2 – Řezný plán polotovaru materiálu.

## 6.2 Metodika experimentu

### 6.2.1 Příprava únavové trhliny

Za pokojové teploty vykazuje ocel MA956 křehké chování. Její tranzitní teplota přechodu štěpného a tvárného lomu se pohybuje kolem teploty 120°C. Pro zlepšení tvárnosti materiálu bylo z tohoto důvodu použito cyklování za teploty 200°C. Povrch zkušebních těles byl nejprve vybroušen a poté vyleštěn, aby bylo možné snáze sledovat šíření trhliny. Dále byla tělesa opatřena ryskami (obrázek 6.3) vyznačujícími vzdálenost 5,2 mm (delší ryska) a 4,5 mm (kratší ryska) od dolní hrany tělesa. Cyklování únavové trhliny v CT tělesech bylo prováděno na elektrohydraulickém zkušebním stroji MTS 810 s maximální silou 100 kN vybaveném enviromentální komorou Instron pro

provádění zkoušek za teplot  $-70$  až  $320^{\circ}\text{C}$ . Zkušební stroj nebyl opatřen snímačem a růst trhliny byl kontrolován opticky.



6.3 – CT těleso s nacyklovanou únavovou trhlinou, zvýrazněnou ve výřezu.

Počátečních cca. 50 tisíc cyklů probíhalo v režimu zátěžné síly  $800 \pm 500$  N. Po vyběhnutí trhliny po obou stranách vzorku byla zátěžná síla změněna na  $500 \pm 300$  N. V okamžiku, kdy trhlina dosáhla vzdálenosti 5,2 mm od dolní hrany vzorku (cca 200 tisíc cyklů), byla zátěžná síla změněna na  $400 \pm 200$  N a tyto podmínky byly zachovány až do chvíle, kdy trhlina dosáhla vzdálenosti 4,5 mm od dolní hrany tělesa. Poté byl proces ukončen. Cyklování probíhalo při frekvenci 25 Hz a celkový počet cyklů byl cca 260 tisíc.

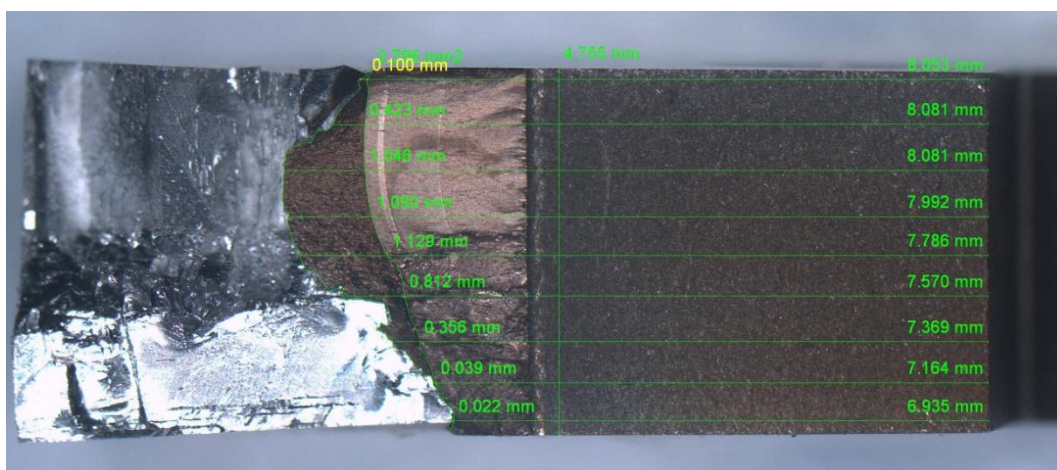
### 6.2.2 Stanovení J-R křivek

Měření J-R křivek probíhalo za teplot  $400$ ,  $500$  a  $600^{\circ}\text{C}$  s využitím odlehčovací metody v režimu řízení deformace. Byla měřena 3 MCT tělesa metodou jednoho zkušebního tělesa. Pro měření byl použit elektromechanický počítačem řízený zkušební stroj ZWICK Z50 (obrázek 6.4) se snímačem síly  $\pm 50$  kN vybavený pecí od firmy Maytec s výhřevností do  $1200^{\circ}\text{C}$ . Deformace těles v průběhu testu byla měřena ramínkovým snímačem otevření s měrnou délkou 5 mm a rozsahem do 12 mm. Zkouška byla řízena posuvem příčnicku. Během zatěžovacích částí cyklů byla rychlost posunutí  $0,12$  mm/min, při odlehčovacích částech byla rychlost  $0,2$  kN/min a cyklus se zastavil v okamžiku, kdy síla poklesla o 20% hodnoty maximální síly v daném zátěžném cyklu. Před započítáním odlehčovacího cyklu byla držena dosažená hodnota posuvu příčnicku po dobu 10 s. Hodnota posuvu příčnicku mezi jednotlivými zátěžnými cykly byla  $0,06$  mm.



6.4 – Zkušební stroj ZWICK Z50 [28].

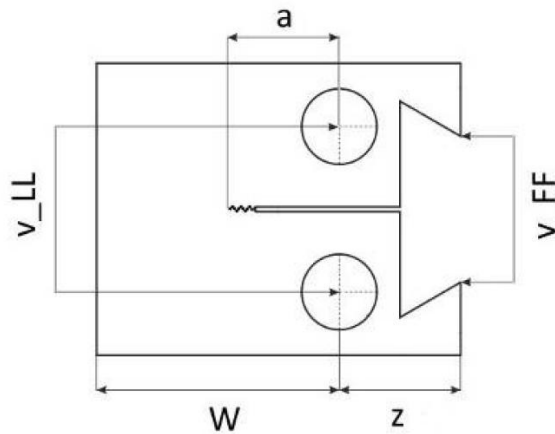
Pro určení počáteční délky nacyklované trhliny a konečné délky trhliny, která vznikla během testu, byla tělesa odbarvena ohřevem na teplotu cca. 300°C. Při této teplotě povrch tělesa oxiduje, díky čemuž lze zjistit přesné délky trhliny. Poté byla tělesa křehce dolomena za teplot kapalného dusíku. Lomové plochy byly zobrazeny pomocí stereomikroskopu vybaveného kamerou a samotné měření délek trhlin bylo provedeno pomocí programu Analysis. Vyhodnocení délek trhlin proběhlo dle normy ASTM E1820. Výsledná hodnota délky trhliny byla vypočítána jako vážený průměr z měření na devíti místech podél tloušťky tělesa (viz obrázek 6.5).



6.5 – Lomová plocha tělesa A5 s naměřenými délkami trhlin.

Pro výpočet J-integrálu se používá přemístění na linii zatěžování ( $V_{LL}$ ). Z důvodu malých rozměrů CT těles byla upravena jejich geometrie tak, že břitzy pro upevnění snímače byly umístěny nad horní hranou tělesa. Přemístění se měřilo v místě břitů ( $V_{FF}$ ) a poté byl proveden přepočít na linii zatěžování dle vztahu Rao a Acharya [29]:

$$V_i = V_{LLi} = \frac{\sqrt{\left\{\frac{(a^2 + W^2)}{2}\right\}}}{z + \sqrt{\left\{\frac{(a^2 + W^2)}{2}\right\}}} \cdot V_{FFi}. \quad (60)$$

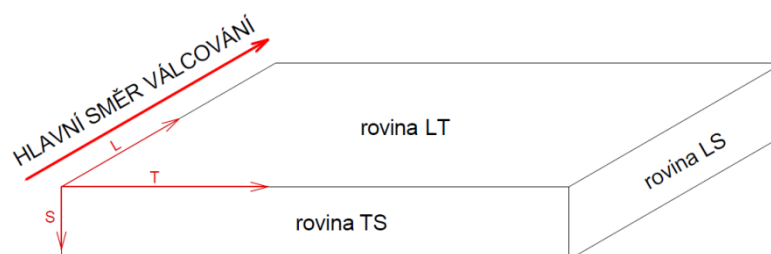


6.6 – Význam symbolů ze vztahu (60) [6].

## 6.3 Výsledky experimentů

### 6.3.1 Mikrostruktura

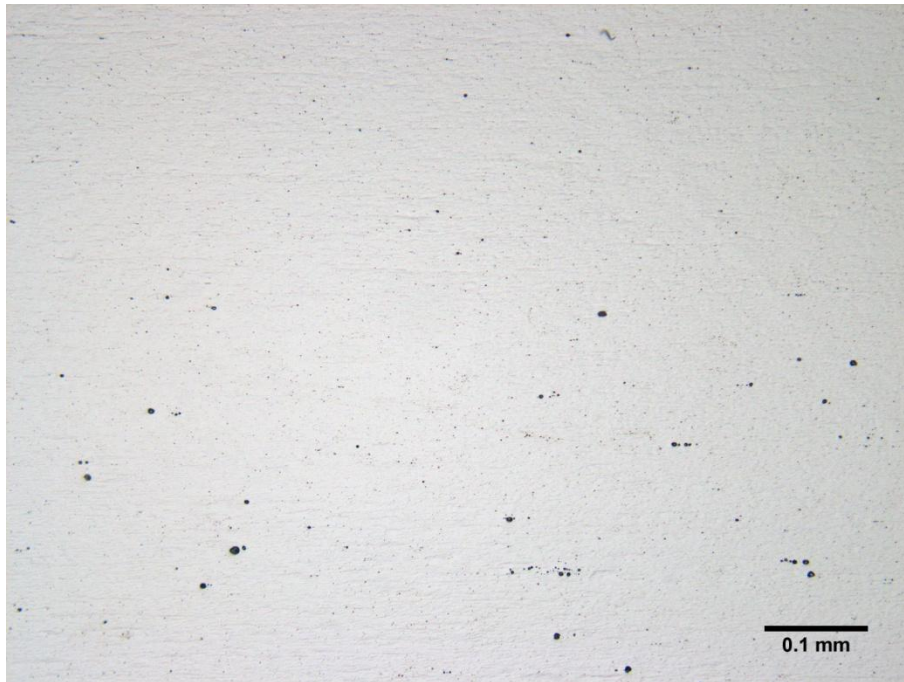
Pro účely sledování mikrostruktury byly vytvořeny metalografické výbrusy ve všech směrech naznačených na obrázku 6.7. Povrch vzorků byl nejprve broušen brusnými papíry o drsnostech 400  $\mu\text{m}$  až 4000  $\mu\text{m}$  a poté leštěn diamantovou pastou (1  $\mu\text{m}$ ). Na závěr byl vzorek oxidicky leštěn pomocí koloidního roztoku  $\text{SiO}_2$ . K vyvolání mikrostruktury bylo použito chemické leptání po dobu 14 sekund pomocí leptadla o složení 2 g  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 40 ml  $\text{HCl}$  a 50 ml etanolu. K pozorování mikrostruktury byl použit světelný mikroskop Olympus GX53 vybavený kamerou.



6.7 – Polotovar plechu s naznačením orientace.

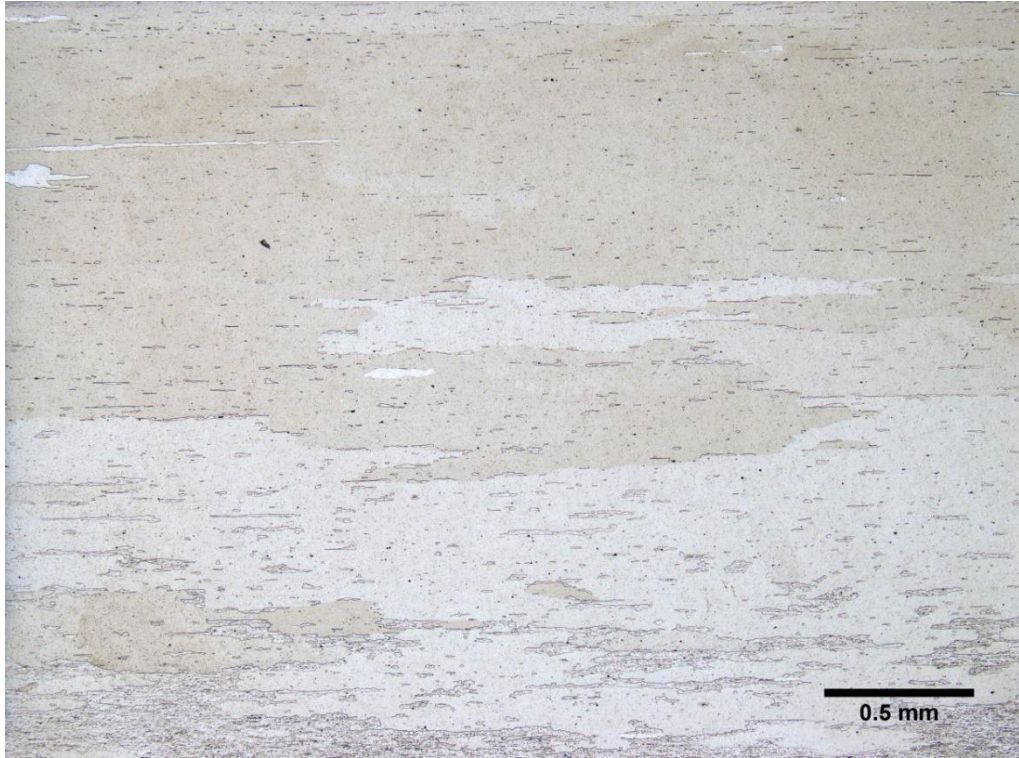
Při pozorování výbrusu v nenaleptaném stavu (obrázek 6.8) bylo patrné, že struktura obsahuje dutiny. Jejich distribuce je relativně rovnoměrná ve všech směrech orientace plechu. Původ těchto dutin je spojen s technologií výroby práškovou metalurgií, při

keré je větší riziko vzniku pórovité struktury. Vznik dutin může být také ovlivněn rekrytalizací, při níž se mění velikost zrn, a na jejich hranicích se poté mohou tvořit dutiny.



**6.8 – Dutiny ve struktuře v nenaleptaném stavu, směr orientace TS, zvětšeno 200x.**

Struktura ve směru orientace TS a LS nevykazuje výrazné rozdíly. Je tvořena podpovrchovými vrstvami, s relativně velkými rekrytalizovanými zrny (obrázek 6.9). Mezi těmito vrstvami, ve střední části tloušťky plechu (obrázek 6.10), je struktura výrazně jemnější, odpovídající feritické matici. Struktura ve směru orientace LT (obrázek 6.12) je, na rozdíl od předešlých dvou, homogenní po celé své šířce. Svým vzhledem odpovídá vzhledu podpovrchových vrstev u předchozích dvou orientací. Ve všech třech směrech orientace plechu je také patrné velké množství jemně dispergovaných částic oxidu yttria. Tyto částice jsou homogenně rozptýlené v celém objemu materiálu. Z podobnosti struktury ve směru orientace TS a LS lze odvodit, že plech byl vyroben pomocí křížového válcování.



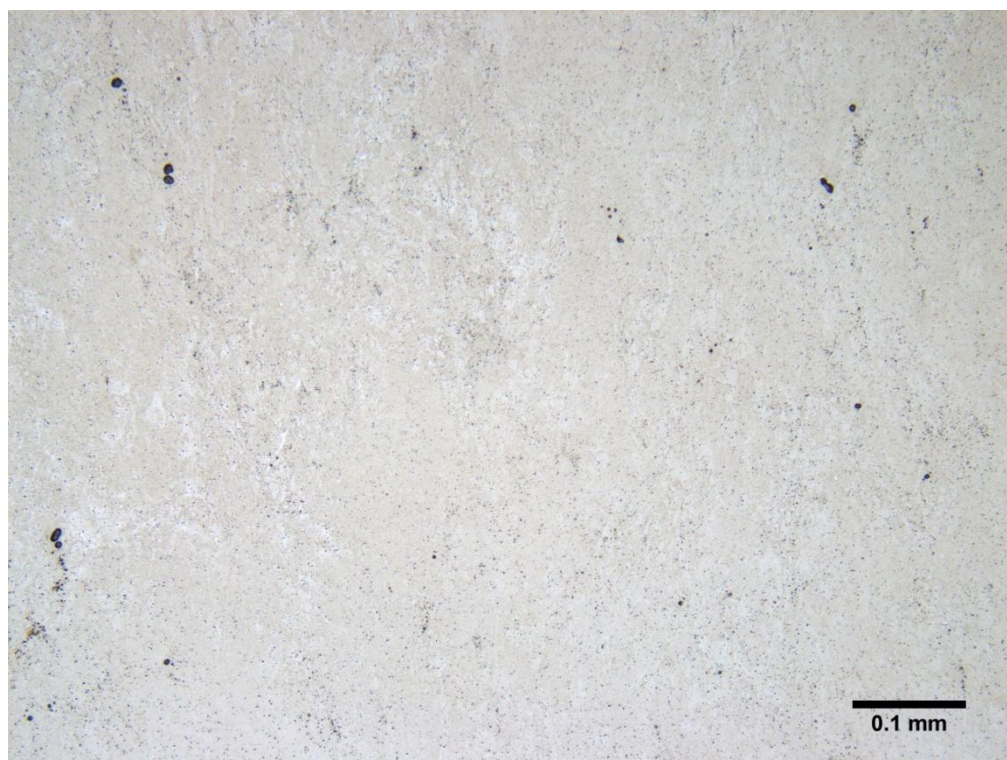
**6.9 – Mikrostruktura podpovrchové vrstvy, směr orientace TS, zvětšeno 50x.**



**6.10 – Mikrostruktura střední části plechu, směr orientace TS, zvětšeno 200x.**



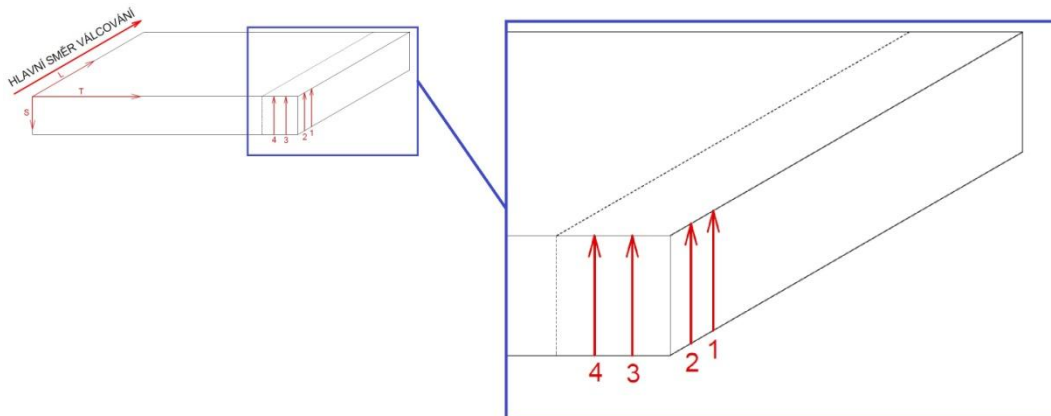
**6.11 – Přejchod mezi podpovrchovou a středovou vrstvou, směr orientace LS, zvětšeno 50x.**



**6.12 – Mikrostruktura, orientace LT, zvětšeno 200x.**

### 6.3.2 Tvrdość

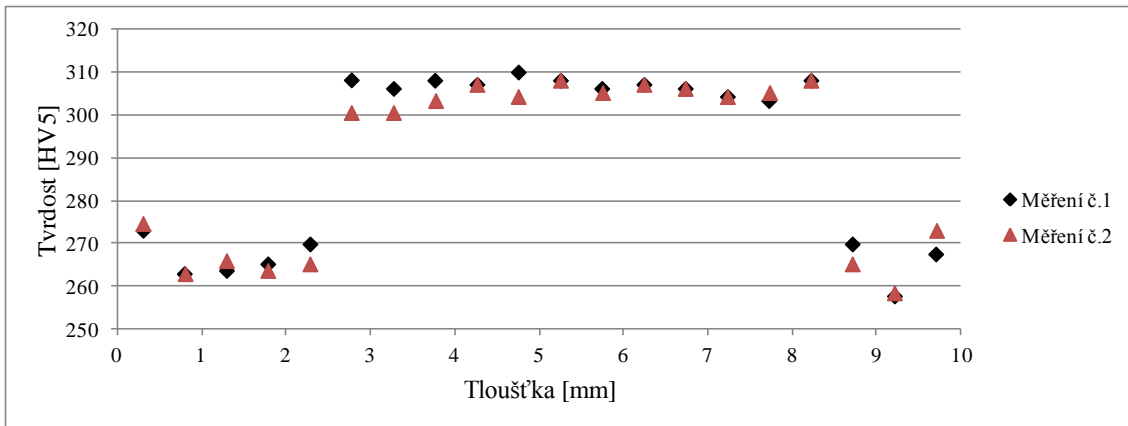
Pro hodnocení heterogenity materiálu bylo provedeno měření tvrdosti podél tloušťky plechu (orientace TS a LS). Měření tvrdosti bylo provedeno pomocí instrumentovaného tvrdoměru ZWICK Z2,5 s měřicí hlavou ZHU0,2 umožňujícím zkoušky dle Vickerse, Knoop a univerzální mikrotvrdosti s maximálním zatížením 200 N. Na obou stranách plechu (TS a LS) byly provedeny 2 série měření (viz obrázek 6.13), každá měla 20 vpichů napříč celou tloušťkou (10 mm).



6.13 – Směr měření tvrdosti.

Z výsledků měření tvrdosti (obrázky 6.14 a 6.16) je patrné, že se tvrdost mění podél tloušťky plechu a to ve směru orientace TS i LS. V podpovrchových oblastech je tvrdost znatelně nižší než ve střední části. Z profilů tvrdosti napříč tloušťkou lze usoudit, že uvnitř plechu se nachází vrstva o tloušťce cca 5 mm. Tato vrstva je zhruba o 50 HV5 tvrdší, než podpovrchová vrstva. Tato změna tvrdosti je pravděpodobně dána velikostí zrna. V podpovrchové vrstvě se nachází zrna o výrazně větší velikosti, než zrna nacházející se ve střední vrstvě plechu.

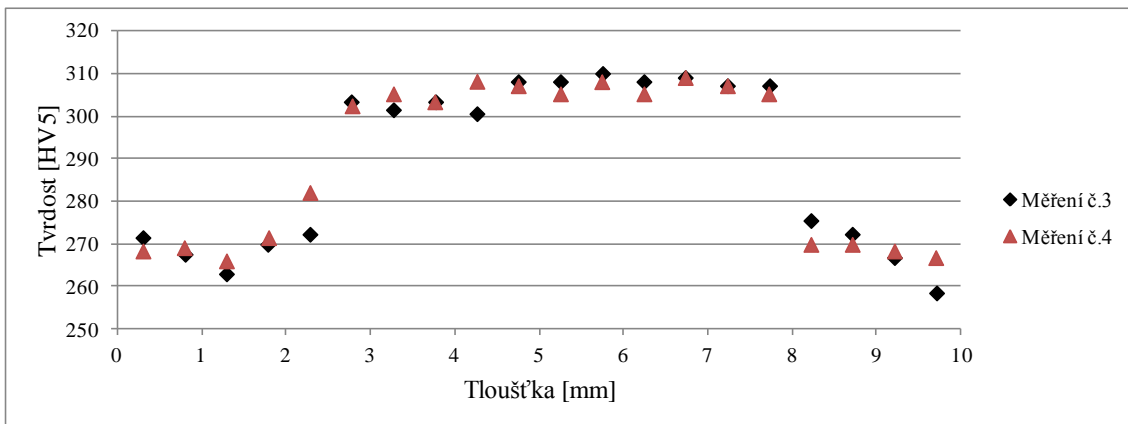
Výsledky měření tvrdosti jsou v souladu s pozorováním na světelném mikroskopu. Hodnoty tvrdosti, naměřené na podpovrchových vrstvách jsou relativně rovnoměrné. Směrem do středu tloušťky plechu roste i tvrdost, spolu s jemnější strukturou středové vrstvy. Rozložení hodnot naměřené tvrdosti podél tloušťky plechu odpovídá vzhledu makrostruktury (obrázky 6.15 a 6.17) v obou měřených směrech. Z výsledků je zřejmé, že plech není homogenní, což může způsobovat anizotropii ostatních mechanických vlastností napříč tloušťkou plechu.



6.14 – Hodnoty tvrdosti ve směru orientace LS.



6.15 – Makrostruktura v rovině plochy LS, zvětšeno 50x.



6.16 - Hodnoty tvrdosti ve směru orientace TS.



6.17 – Makrostruktura v rovině plochy TS, zvětšeno 50x.

### 6.3.3 Tahové zkoušky

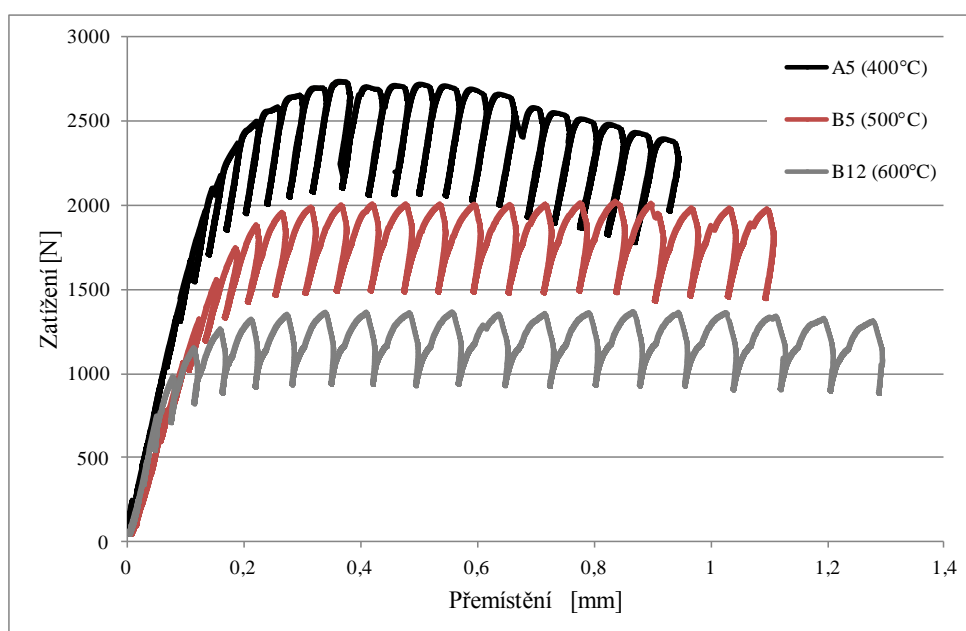
Tahové zkoušky nebyly prováděny v rámci této práce. Hodnoty tahových charakteristik, potřebné ke stanovení J-R křivek byly získány pomocí interpolace dat naměřených v práci [6]. Jejich hodnoty se nachází v tabulce 2.

Teplota [°C]	$E$ [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]
400	155800	486	576
500	103600	379	430
600	123332	272	284

Tab. 2 – Výsledky interpolace dat z tahové zkoušky.

### 6.3.4 J-R křivky

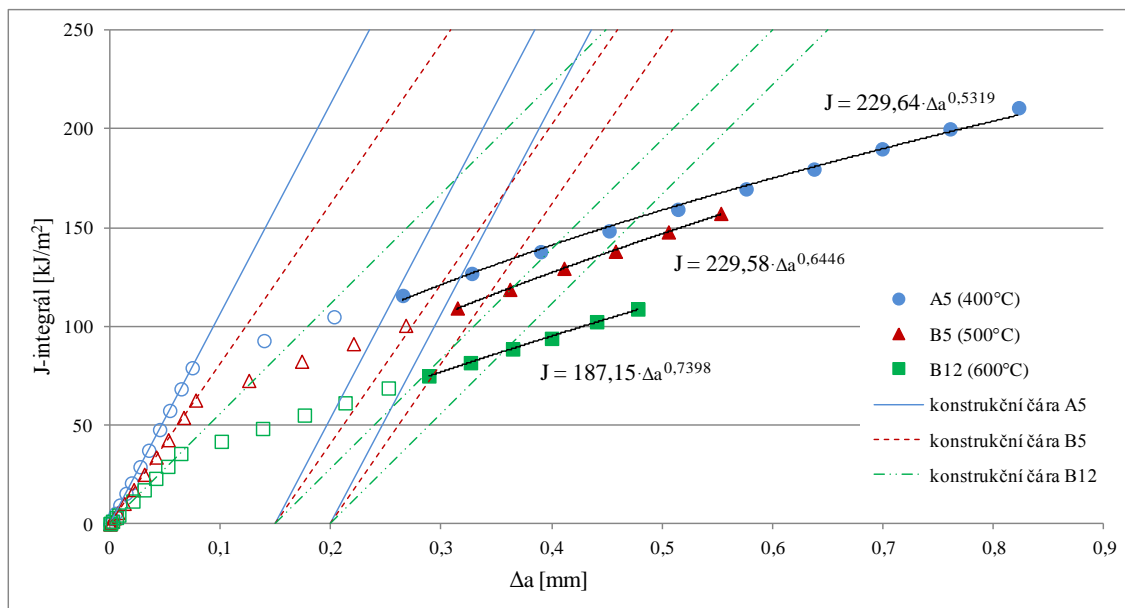
Pro potřeby vyhodnocování J-R křivek byly hodnoty otevření ze snímače přepočteny dle vztahu (60). Na obrázku 6.18 je srovnání zátěžných křivek, získaných přepočtem, pro všechna provedená měření. Křivky vykazují očekávaný trend poklesu zátěžné síly se zvyšující se teplotou. U těles B5 a B12 je patrná relaxace síly a deformace tělesa během výdrže na konci zátěžného cyklu, což se v grafu projevuje růstem hodnoty přemístění po dosažení maxima síly v každém cyklu.



6.18 – Zátěžné křivky.

Výsledky stanovených J-R křivek jsou na obrázku 6.19 a v tabulce 3. Všechna naměřená data se bezpečně vešla do oblasti vymezené maximální hodnotou J-integrálu i maximální hodnotou délky tvárného natržení dle vztahů (48), (49) a (50), a proto není v grafu uvedena hranice této oblasti. Platné hodnoty J-integrálu pro konstrukci J-R křivky leží vpravo od rovnoběžky s konstrukční čarou pro délku tvárné trhliny 0,15 mm. Z J-R křivek je patrné, že odolnost proti šíření trhliny ODS oceli MA956 klesá spolu se vzrůstající teplotou. Zatímco u teplot testů 400 a 500°C není tento trend nijak výrazný

(rozdíl cca. 10 kJ/m<sup>2</sup>), při nárůstu teploty o dalších 100°C je systematický rozdíl již zhruba 30 kJ/m<sup>2</sup>.



6.19 – Výsledné J-R křivky.

Zk. těleso	$a$	$\Delta a$	$B$	$b_0$	$C$	$p$	$J_{max}$	$a_{max}$	$J_Q$
	[mm]	[mm]	[mm]	[mm]	[-]	[-]	[kJ/m <sup>2</sup> ]	[mm]	[kJ/m <sup>2</sup> ]
A5	5,204	0,624	4,75	4,80	229,64	0,532	336,26	1,199	124,71
B5	5,394	0,359	4,73	4,61	229,58	0,645	254,97	1,152	114,79
B12	4,955	0,282	4,75	5,04	187,15	0,740	176,16	1,261	87,46

Tab. 3 – Výsledky měření J-R křivek.

Hodnota J-integrálu  $J_Q$  byla určena jako průsečík výsledné J-R křivky s přímkou rovnoběžnou s konstrukční čarou pro délku tvárné trhliny 0,2 mm. Výsledné hodnoty  $J_Q$  potvrzují trend vyzorovaný z J-R křivek, tedy že lomová houževnatost ODS oceli MA956 klesá spolu se vzrůstající teplotou.

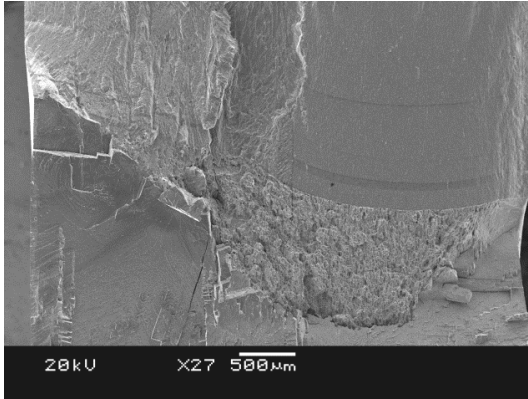
V tabulce 4 jsou vyhodnoceny podmínky platnosti výsledné hodnoty J-integrálu. Velikostní kritérium je splněno pro všechna zkušební tělesa.

Zkušební těleso	$B, b_0 > (10 \cdot J_Q) / \sigma_y$
	[mm]
A5	2,349 √
B5	2,838 √
B12	3,146 √

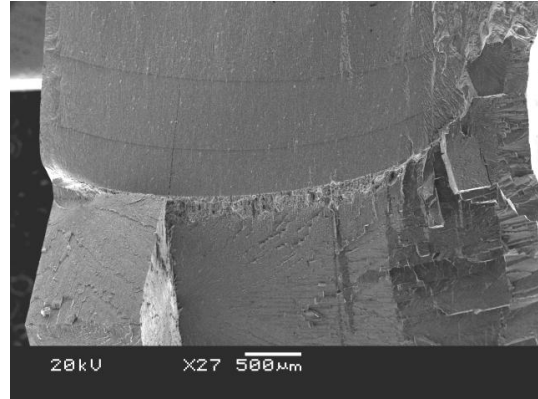
Tab. 4 – Podmínky platnosti.

### 6.3.5 Fraktografická analýza

Fraktografická analýza byla provedena pomocí stereomikroskopu a rastrovacího elektronového mikroskopu JEOL JSL-6460.



6.20 – Lomová plocha tělesa A5 (400°C).



6.21 – Lomová plocha tělesa B5 (500°C).



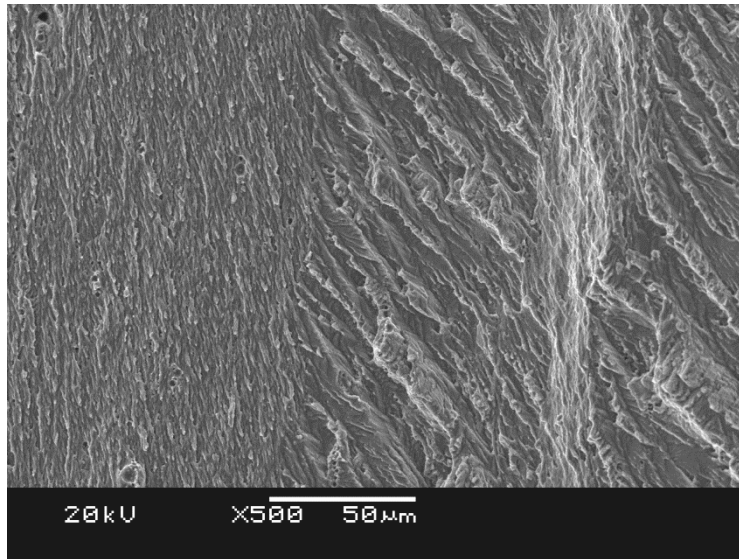
6.22 – Lomová plocha tělesa B12 (600°C).

Na lomových plochách CT těles (obrázky 6.20-6.22) je jasně patrný vliv podpovrchových oblastí, které mají členitější vzhled, než lomové plochy střední vrstvy plechu. Tento rozdíl je patrný již na povrchu vzniklém během cyklování trhliny (obrázek 6.23). Zatímco v oblasti odpovídající střední vrstvě se nachází fazety orientované ve směru orientace roviny TS, v podpovrchové vrstvě jsou fazety orientované pod úhlem přibližně 35° vzhledem ke směru orientace roviny TS a jejich velikost je výrazně větší. Z přehledu lomových ploch je také patrné, že ve středních vrstvách se trhlina během cyklování šířila rychleji a relativně rovnoměrně, v porovnání s podpovrchovými vrstvami.

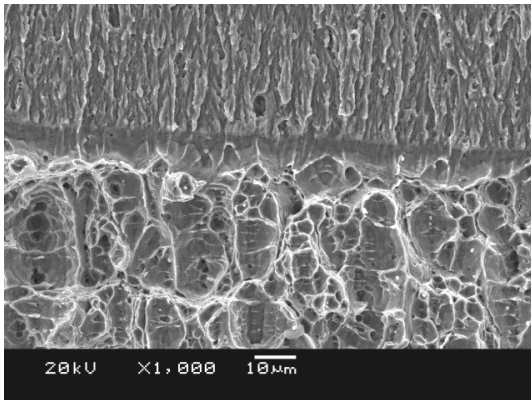
Z pozorování rozhraní mezi povrchem vzniklým cyklováním a povrchem vzniklým během testu je patrné relativně malé otupení čela trhliny (obrázky 6.24 a 6.25). Jeho velikost se snižuje spolu s rostoucí teplotou testu.

Lomové plochy vzniklé během testu odpovídají svým vzhledem tvárnému mechanismu porušení. Jsou tvořeny jamkami, které jsou orientovány převážně ve směru orientace zrn. Zatímco při teplotě testu 400°C (obrázek 6.26) je možné sledovat větší množství jamek o menší velikosti a hloubce, při teplotě 500°C (obrázek 6.27) je lomová plocha tvořena většími a hlubšími jamkami. To koresponduje s faktem, že při vyšší

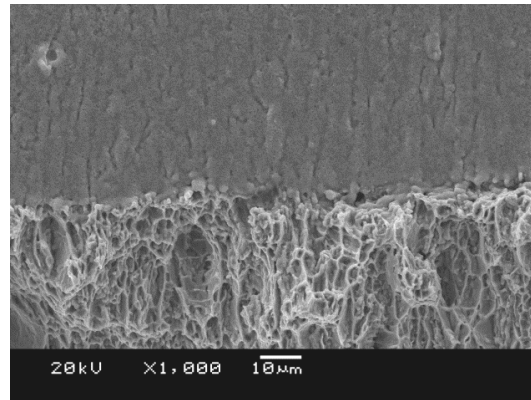
teplotě rostou jamky rychleji a snadněji dochází k jejich propojování. Při teplotě testu 600°C je lomová plocha členitější a jsou zde viditelné oblasti se smykovým porušením, ke kterému došlo mezi jednotlivými jamkami (obrázek 6.28). Při vyšším zvětšení si lze ve středu jamek všimnout ve větší míře částic a v menší míře mikrodutin. Tyto částice a mikrodutiny se dají považovat za nukleační místa dutin, jejichž prostřednictvím se realizuje tvárné porušení. Jamky větší velikosti mají členitější reliéf a nachází se v nich zpravidla větší počet částic. Z toho lze usoudit, že tyto jamky vznikly růstem a následným propojením jamek o menší velikosti.



6.23 – Povrch vzniklý cyklováním únavové trhliny, rozhraní mezi středovou a podpovrchovou vrstvou, těleso B5.

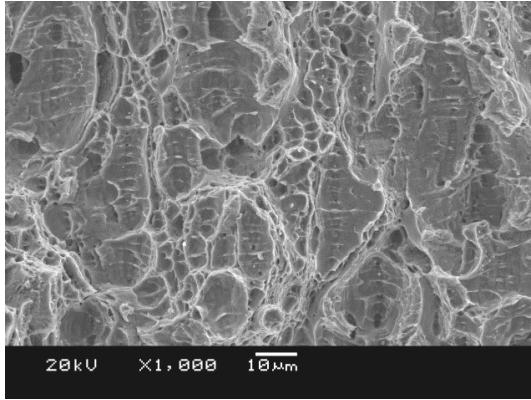


6.24 – Otupení čela trhliny při teplotě 400°C, těleso A5.

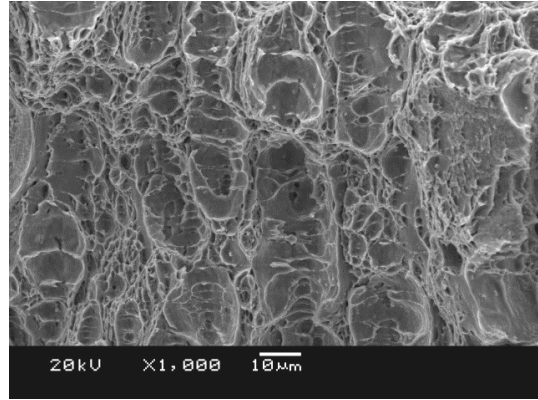


6.25 – Otupení čela trhliny při teplotě 600°C, těleso B1.

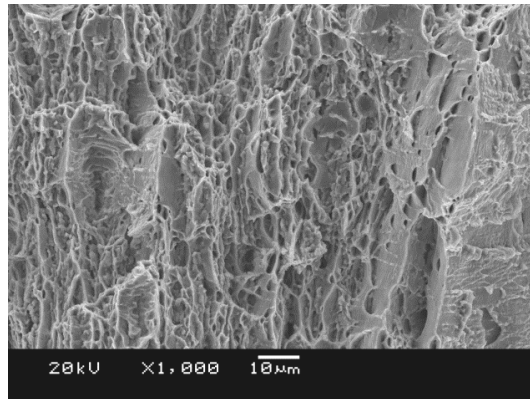
Lomové plochy v podpovrchové oblasti jsou, v porovnání se střední vrstvou, mírně členitější. Jsou v nich také patrnější známky smykového porušení (obrázek 6.29). Tvárné porušení ve středních vrstvách dosahuje větší délky, než v podpovrchových vrstvách. Dle orientace fazet lze usoudit, že je to zapříčiněno změnou roviny šíření trhliny. Vzhledem k tomu, jak se mění délka tvárného natržení podél tloušťky těles lze říci, že podpovrchové oblasti dosahují větší odolnosti proti šíření tvárné trhliny, než středové oblasti. Toto koresponduje se stejným jevem pozorovaným na povrchu vzniklém cyklováním únavové trhliny.



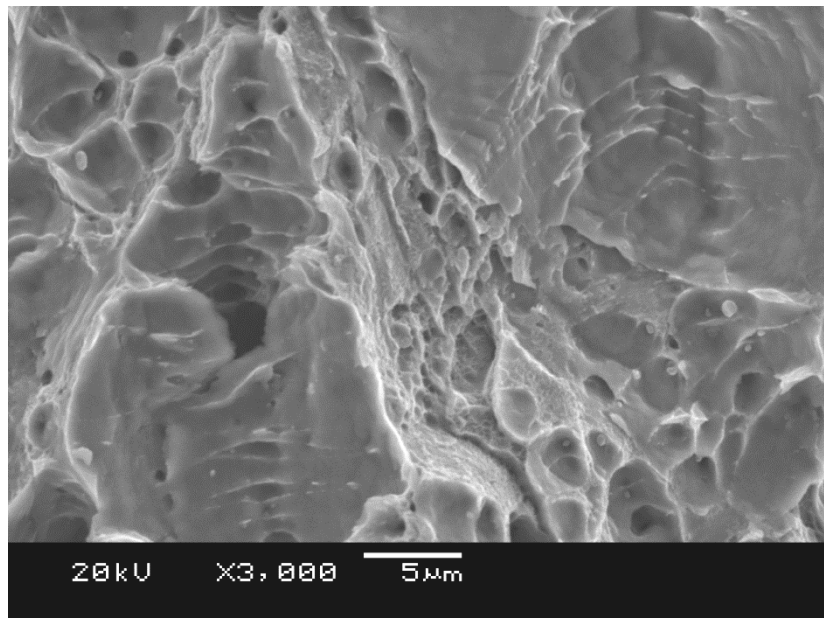
6.26 – Detail lomové plochy při teplotě 400°C, těleso A5.



6.27 – Detail lomové plochy při teplotě 500°C, těleso B5.



6.28 – Detail lomové plochy při teplotě 600°C, těleso B12.



6.29 – Detail lomové plochy povrchové vrstvy s patrným smykovým porušením, těleso A5.

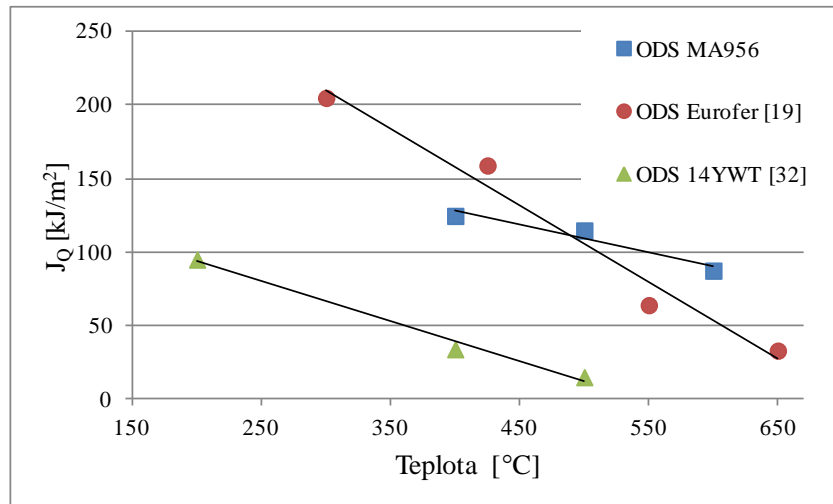
## 7 Diskuze výsledků

Mikrostruktura ODS oceli MA956 obsahuje kromě homogenně dispergovaných částic oxidu yttria i dutiny, které jsou taktéž rovnoměrně distribuované ve všech směrech. Tyto dutiny vznikly během výrobního procesu, částečně při mechanickém legování a částečně při následném žíhání a s ním spojené rekrystalizaci zrn. Rekrystalizace má vliv i na vzhled makrostruktury. V podpovrchových vrstvách plechu se nachází zrna o výrazně větších velikostech, než ve středových vrstvách. Tento poznatek odpovídá závěrům uvedeným v pracích [6] a [30]. Během normalizačního žíhání došlo k rekrystalizaci zrn. Vzhledem k rozdílné úrovni deformace podpovrchové a střední části polotovaru, dané válcováním plechu, byla i intenzita rekrystalizace v těchto vrstvách rozdílná. V podpovrchové vrstvě byla rekrystalizace účinnější a zrna tak rekrystalizovala do větší velikosti, než tomu bylo u středové vrstvy. Vzhled struktury podpovrchových vrstev odpovídá struktuře rekrystalizované ODS oceli PM2000, která má podobné chemické složení a výrobní postup, jako ocel MA956 [31].

Anizotropii vlastností podél tloušťky ukazují i výsledky měření tvrdosti. V podpovrchových vrstvách jsou hodnoty tvrdosti zhruba o 50 HV5 nižší, než ve středové vrstvě. Tyto výsledky jsou v souladu s pozorováním makrostruktury, z něž je patrné, že spolu se zmenšující se velikostí zrna roste tvrdost materiálu. Naměřené hodnoty tvrdosti odpovídají hodnotám uvedeným v pracích [6] a [30].

Zkušební tělesa byla orientována ve směru kolmém na válcování polotovaru. Geometrie miniaturních CT těles byla upravena, aby bylo možné měřit deformaci v peci za vysokých teplot. Břity byly na čelní straně tělesa umístěny tak, aby umožňovaly upnutí snímače otevření. J-integrál, potřebný pro konstrukci J-R křivek, se u CT těles počítá z hodnot přemístění na linii zatěžování. Z toho důvodu bylo nutné provést přepočty hodnoty přemístění z čelní strany na linii zatěžování dle vztahu Rao a Acharya.

Z výsledných J-R křivek je zřejmé, že odolnost proti šíření trhliny oceli MA956 klesá spolu s rostoucí teplotou. Při teplotách 400 a 500°C ještě není tento rozdíl tolik zřetelný. Při teplotě 600°C však dochází k výraznému poklesu a systematický rozdíl oproti teplotě 400°C je zhruba 40 kJ/m<sup>2</sup>. Tento trend je v souladu s J-R křivkami ODS oceli Eurofer, uvedenými v práci [19], u nichž dochází k největšímu poklesu právě mezi teplotami 425 a 550°C. Z J-R křivek byly určeny hodnoty lomové houževnatosti  $J_Q$ . Přestože byly splněny velikostní podmínky, nemohou být hodnoty  $J_Q$  prohlášeny za platné hodnoty lomové houževnatosti  $J_{Ic}$ . Důvodem je fakt, že tvar čela únavové trhliny, ani samotné tvárné porušení, které je velice nerovnoměrné, nesplňovali požadavky dané normou. Z hlediska tvaru čela trhliny by bylo vhodnější použití šípového vrubu (typu chevron), který by měl zajistit rovnější čelo trhliny. Výsledné hodnoty  $J_Q$  potvrzují trend patrný z J-R křivek. Zatímco při teplotě 400 respektive 500°C je hodnota  $J_Q$  124,71 a 114,79 kJ/m<sup>2</sup>, při teplotě 600°C klesá hodnota lomové houževnatosti na 87,46 kJ/m<sup>2</sup>. Podobný pokles hodnoty  $J_Q$  spolu s rostoucí teplotou je zaznamenán u ODS oceli 14YWT v práci [32]. U ODS oceli Eurofer je tento pokles nejvýraznější ze všech tří ODS ocelí uvedených na obrázku 7.1. Při teplotách vyšších než 500°C se ocel MA956 vyznačuje nejvyšší mírou lomové houževnatosti ze tří srovnávaných ODS ocelí. Naopak u oceli 14YWT jsou hodnoty lomové houževnatosti velmi nízké, a to již za teplot kolem 300°C.



7.1 – Závislost lomové houževnatosti na teplotě

Z pozorování lomových ploch CT těles je jasně patrný vliv anizotropie struktury na šíření trhliny. Zatímco ve středových vrstvách se trhlina šířila relativně rovnoměrně, v podpovrchových vrstvách docházelo k jejímu odklonu, vlivem rozdílné velikosti a orientace zrn. Lomová plocha v podpovrchových oblastech je kvůli tomu výrazně členitější, se známkami smykového porušení. S tím souvisí i větší odolnost proti šíření trhliny, ve srovnání se středovou vrstvou. Velikost otupení čela trhliny je relativně malá a dále se snižuje spolu s rostoucí teplotou. Povrch lomových ploch vzniklých během testu je tvořen tvárnými jamkami, orientovanými ve směru orientace zrn. Jamky nukleují na částicích  $Y_2O_3$  a také na mikro dutinách, přítomných ve struktuře. S rostoucí teplotou se počet jamek snižuje, roste však jejich velikost a členitost. To odpovídá faktu, že s rostoucí teplotou se zvyšuje i rychlost růstu jamek a snadněji dochází k jejich propojování. Při teplotě  $600^\circ C$  jsou na lomových plochách viditelné oblasti se smykovým porušením.

## 8 Závěr

- Celkem byla úspěšně připravena tři miniaturní zkušební CT tělesa pro měření J-R křivek.
- Lomové chování bylo hodnoceno pomocí J-R křivek. Z výsledků je patrný pokles lomové houževnatosti s rostoucí teplotou. Výrazný pokles byl sledován zejména mezi teplotami 500 a 600°C.
- Metalografická analýza potvrdila přítomnost dvou typů mikrostruktury plechu: hrubozrnnou podpovrchovou vrstvu a jemnozrnnou střední vrstvu. Střední vrstva má tvrdost zhruba o 50 HV5 vyšší.
- Fraktografická analýza ukázala rozdílné lomové chování v obou vrstvách. Podpovrchová vrstva se vyznačovala členitější lomovou plochou s pomalejším růstem trhliny. Hlavním znakem lomových ploch jsou tvárné jamky, které nukleovaly na částicích a mikro dutinách přítomných ve struktuře. Velikost jamek rostla se zvyšující se teplotou.
- Získané výsledky odpovídají závěrům publikovaným v literatuře.

## 9 Seznam použité literatury

- [1] ANDERSON, T.L. *Fracture mechanics: Fundamentals and Applications*, 2<sup>nd</sup> ed., 1995, Florida : CRC Press. 640 s. ISBN 0-8493-4260-0.
- [2] HERZBERG, R.W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, 4<sup>th</sup> ed., 1996, New Jersey : John Wiley & Sons, Inc. 786 s. ISBN 0-471-01214-9.
- [3] VLACH, B. *Základy lomové mechaniky*. [online]. [cit. 2014-12-9]. Dostupné z: [www.zam.fme.vutbr.cz/~vlach/6ms/prednasky/Hou3.doc](http://www.zam.fme.vutbr.cz/~vlach/6ms/prednasky/Hou3.doc)
- [4] VLACH, B. *Elasticko plastická lomová mechanika a měření lomové houževnatosti*. [online]. [cit. 2014-12-9]. Dostupné z: [www.zam.fme.vutbr.cz/~vlach/6ms/prednasky/Hou4.doc](http://www.zam.fme.vutbr.cz/~vlach/6ms/prednasky/Hou4.doc)
- [5] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*, 1. vyd., 1985, Bratislava : Alfa. 401 s. ISBN 63-559-85.
- [6] STRATIL, L. *Určování lomově-mechanických charakteristik z podrozměrných zkušebních těles*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 145 s.
- [7] E1820-08. *Standard Test Method of Measurement of Fracture Toughness*. West Conshohocken : ASTM Interational, 2008.
- [8] *Dostavba elektrárny Temelín: Bezpečnost*. [online]. [cit. 2015-3-9]. Dostupné z: <http://www.cez.cz/cs/vyroba-elektriny/zvazovana-dostavba-elektrarny-temelin/bezpecnost.html>
- [9] DOHNALOVÁ, E. *Vysokoteplotní zkřehnutí feritické 14% Cr ODS oceli v taveninách olova*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 84 s.
- [10] ENTLER, S. *Elektrina z fúze (II) – fyzikální základy*. [online]. [cit. 2015-3-9]. Dostupné z: <http://energetika.tzb-info.cz/10045-elektrina-z-fuze-ii-fyzikalni-zaklady>
- [11] EL-GENK, M. S., TOURNIER, J. M. A review of refractory metal alloys and mechanically alloyed-oxide dispersion strengthened steels for space nuclear power systems. *Journal of Nuclear Materials*. 2005, roč. 340, s. 93-112.
- [12] SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials science*. 2001, roč. 46, s. 1-184.
- [13] EL-ESKANDARANY, M. *Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials*. New York: Noyes Publications, 2001, 242 s. ISBN 0-8155-1462-X.
- [14] SCHAEUBLIN, R. Microstructure and mechanical properties of two ODS ferritic/martensitic steels. *Journal of Nuclear Materials*. 2002, roč. 307-311, s. 778-782.

- [15] OKSIUTA, Z. Development and characteriaztion of a new ODS ferritic steel for fusion reactor application. *Journal of Nuclear Materials*. 2009, roč. 393, s. 114-119.
- [16] KLUEH, R. L. Oxide dispersion-strengthened steels: A comparsion of some commercial and experimental alloys. *Journal of Nuclear Materials*. 2005, roč. 341, s. 103-114.
- [17] McCLINTOCK, D. A. Mechanical properties of irradiated ODS-Eurofer and nanocluster strengtened 14YWT. *Journal of Nuclear Materials*. 2009, roč. 392, s. 353-359.
- [18] YU, G. Thermal creep behaviour of the EUROFER 97 RAFM steel and two European ODS EUROFER 97 steels. *Fusion Engineering and Design*. 2005, roč. 75-79, s. 1037-1041.
- [19] CHAOUADI, R. Crack resistance behavior of ODS and standard 9%Cr-containing steels at high temperature. *Journal of Nuclear Materials*. 2010, roč. 403, s. 15-18.
- [20] WAKAI, E. Small specimen test technology and metodology of IFMIF/EVEDA and the further subjects. *Journal of Nuclear Materials*. 2011, roč. 417, s. 1325-1330.
- [21] ONO, H. Specimen size effect on fracture toughness of JLF-1 reduced-activation ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2004, roč. 329-333, s. 1117-1121.
- [22] DLOUHÝ, I. Současné koncepce hodnocení křehkolomových charakteristik ocelí. In *Zvariteľnosť a degradačné mechanizmy vlastností zvarových spojov, Sborník prednášiek ze seminára 18. června 2008*, Bratislava: VEDA, 2008, s. 48-73.
- [23] INGHAM, T., MORLAND, E. Measurement of ductile crack initiation: a comparsion of data from multiple and single methods and some considerations of size effect. In *Committee on the safety of nuclear installations specialist meeting on plastic tearing instability, 25-27. September 1979*, Washington: Nuclear Regulatory Commission, 1980, s. 330-358.
- [24] LINK, R. E., LANDES, J. D., HERRERA, R., ZHOU, Z. Something new on size and constraint effect for J-R curves. In *Deffect Assesment in Components – Fundamentals and Applications*, London: Mechanical Engineering Publications, 1991, s. 707-721.
- [25] HEERENS, J., SCHWALBE, K. H., NIX, C. *Influence of specimen size on J-,  $J_m$  and  $\delta_5$ -R curves for side-grooved Compaq-tension specimens*, 1<sup>th</sup> ed., 1993, Geesthacht : GKSS. 44 s.
- [26] HRIVŇÁK, I. *Fraktografia*, 2009, Bratislava : Slovenská Technická Univerzita, Materiálovotechnologická fakulta so sídlom v Trnave. 94 s.
- [27] Special Metals, Výrobní údaje: MA 956 HR Plate 9/9,5 Thk x 890 Wide x 652mm Cut, No. 26361.

- [28] *Institute of Physics of Materials*. [online]. 2012, poslední revize 6.12.2012 [cit. 2015-5-14]. Dostupné z: [http://www.umth.fme.vutbr.cz/vystupy\\_opvk24/prezentace/Chlupova\\_ProjektyUF\\_M.pdf](http://www.umth.fme.vutbr.cz/vystupy_opvk24/prezentace/Chlupova_ProjektyUF_M.pdf)
- [29] RAO, B., ACHARYA, A. R., Evaluation of  $J_c$  from the recorded front face displacement on CT specimen. *Engineering Fracture Mechanics*. 1986, roč. 24, s. 625-628.
- [30] CHOU, T. S. Recrystallisation behaviour and grain structure in mechanically alloyed oxide dispersion strengthened MA956 steel. *Materials Science and Engineering*. 1997, roč. 223, s. 178-90.
- [31] CAPDEVILA, C. Oxide coarsening and it's influence on recrystallisation in a mechanically alloyed Fe-based oxide-dispersion-strengthened alloy. *Metallurgical and Materials transactions*. 2005, roč. 6, s. 1547-1555.
- [32] KIM, H. J., YOON, J. H., HOELZER, D. T. High temperature fracture characteristics of a nanostructured ferritic alloy (NFA). *Journal of Nuclear Materials*. 2010, roč. 407, s. 78-82.

## 10 Seznam použitých zkratek a symbolů

$a$	délka trhliny	[mm]
$a_{ef}$	efektivní délka trhliny	[mm]
$a_{krit}$	kritická délka trhliny	[mm]
$a_m$	mřížkový parametr	[mm]
$a_{max}$	maximální hodnota délky tvárné trhliny	[mm]
$A_{pl}$	práce plastické deformace	[J]
$B$	tloušťka vzorku	[mm]
CT	zkušební těleso pro zatěžování excentrickým tahem (compact tension)	
CTOD	kritické otevření trhliny (crack tip opening displacement)	[mm]
$dA$	přírůstek lomové plochy	[mm <sup>2</sup> ]
$dG$	změna hnací síly trhliny	[N/m]
$dR$	změna odporu materiálu proti nestabilnímu šíření trhliny	[J/m <sup>2</sup> ]
$E$	modul pružnosti v tahu	[MPa]
EPLM	elasticko-plastická lomová mechanika	
$F$	síla	[N]
$G$	hnací síla trhliny	[N/m]
$G'$	modul pružnosti ve smyku	[MPa]
$G_c$	kritická hodnota hnací síly trhliny	[N/m]
HIP	hydrostatické lisování za tepla (hot isostatic dressing)	
$J$	J-integrál	[KJ/m <sup>2</sup> ]
$J_c$	kritická hodnota J-integrálu	[KJ/m <sup>2</sup> ]
$J_{max}$	maximální hodnota J-integrálu	[KJ/m <sup>2</sup> ]
$J_Q$	provizorní hodnota J-integrálu	[KJ/m <sup>2</sup> ]
$J_u$	lomová houževnatost při nestabilním porušení za výrazného šíření trhliny	[KJ/m <sup>2</sup> ]

$K$	součinitel intenzity napětí	[MPa·m <sup>0,5</sup> ]
$K_c$	kritická hodnota součinitele intenzity napětí	[MPa·m <sup>0,5</sup> ]
$K_Q$	provizorní hodnota součinitele intenzity napětí	[MPa·m <sup>0,5</sup> ]
LELM	lineární elastická lomová mechanika	
MCT	miniaturní zkušební těleso pro zatěžování excentrickým tahem	
ODS	oxidicky-disperzně zpevněné (oxide-dispersion strengthened)	
$P$	Larson-Millerův parametr	
$R$	odpor materiálu proti nestabilnímu šíření trhliny	[J/m <sup>2</sup> ]
$R_c$	kritická hodnota odporu proti nestabilnímu šíření trhliny	[J/m <sup>2</sup> ]
RD	rovinná deformace	
$R_e$	mez kluzu	[MPa]
RN	rovinná napjatost	
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu	[MPa]
$r_y$	poloměr plastické zóny	[mm]
TEM	transmisní elektronová mikroskopie	
$T_k$	teplota testování	[°K]
$t_m$	čas do lomu	[hod]
$U$	potenciální energie tělesa	[J]
$U_y$	posunutí trhliny	[mm]
$V_{LL}$	přemístění na linii zatížení	[mm]
$V_{FF}$	přemístění na čelní straně tělesa	[mm]
$W$	šířka vzorku	[mm]
$W_{el}$	elastická energie akumulovaná v systému	[J]
$w_f$	disipace energie	[J]
$W_s$	práce spojená s vytvořením nových povrchů	[J]
$W_t$	celková energie systému	[J]
$\gamma_m$	práce vykonaná meziatomovými silami při tvorbě jednotkového povrchu	[J]

$\gamma_p$	energie potřebná pro šíření trhliny	[J]
$\gamma_s$	měrná povrchová energie	[J]
$\delta$	velikost otevření čela trhliny	[mm]
$\Delta a$	přírůstek délky trhliny	[mm]
$\varepsilon$	deformace	[-]
$\mu$	Poissonovo číslo	[-]
$\rho$	rádus	[rad]
$\sigma$	napětí	[MPa]
$\sigma_c$	kohezivní napětí	[MPa]
$\sigma_f$	lomové napětí	[MPa]
$\sigma_s$	mez kluzu v tahu	[MPa]
$\sigma_y$	deformační napětí	[MPa]
$\omega$	hustota deformační energie	[KJ/m <sup>2</sup> ]