



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

**POKROČILÉ KOMPOZITNÍ KONSTRUKČNÍ OCELI
PRO POUŽITÍ V TAVENINÁCH TĚŽKÝCH KOVŮ**

ADVANCED COMPOSITE STRUCTURAL STEELS FOR APPLICATION IN HEAVY
LIQUID METALS

DISERTAČNÍ PRÁCE

DOCTOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. ROMAN HUSÁK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. HYNEK HADRABA, Ph.D.

BRNO 2019

Klíčová slova

Mechanické legování, ODS ocel, EUROFER'97, 14CrWTi, 434 LHC, oxidické částice, PM2000, LBE, koroze

Keywords

Mechanical alloying, ODS steel, EUROFER'97, 14CrWTi, 434 LHC, oxide particles, PM2000, LBE, corrosion

Obsah

1. Úvod	5
2. Definice cílů disertační práce	6
3. Experimentální část	7
3.1. Použité práškové materiály	7
3.2. Mechanické legování	8
3.3. Zhutňování a tepelné zpracování připravených práškových materiálů	10
3.4. Analýz provedené na materiálech připravených mechanickým legováním.	10
4. Výsledky.....	12
4.1. Výsledky měření hustoty a tvrdosti ODS ocelí s komplexními oxidy	12
4.2. Výsledky tahových zkoušek ocelí s 9 hm. % chrómu	13
4.3. Výsledky analýzy mikrostruktury ocelí s 9 hm. % chrómu.....	14
5. Diskuze	19
6. Závěr	23
7. Použitá literatura	24
8. Seznam publikací spojených s disertační prací.....	28
ABSTRAKT	30
ABSTRACT.....	30

1. Úvod

Podle výsledků IEO (International Energy Outlook) z roku 2013 se spotřeba elektrické energie každý rok celosvětově zvyšuje zhruba o 2 %. V blízké době, už v roce 2040, by celosvětová spotřeba energie mohla dosáhnout až dvojnásobku dnešní spotřeby. V současné době je více než 80 % elektrické energie vyráběno spalováním fosilních paliv. Celosvětový nárůst poptávky po elektrické energii a s tím související problémy s dopady její výroby na naše životní prostředí jsou již dnes nepřehlédnutelné [1, 2].

V poslední době bylo navrženo kolem 130 různých konceptů jaderných reaktorů, z kterých bylo společností GIF (The Generation IV. Forum) vybráno 6 typů, které jsou v současné době dále rozvíjeny. Jedním z typů reaktorů, který byl zařazen do šestice vybraných reaktorů, je reaktor chlazený taveninami těžkých kovů (olovo, slitina olovo-bismut). Tyto taveniny působí na konstrukční materiály jako velmi agresivní korozní prostředí. Dalším problémem, který se vyskytuje u materiálů, které byly v kontaktu s roztaveným kovem je jejich výrazné zkřehnutí. Pracovní teplota tohoto typu reaktoru se navíc pohybuje mezi 500 – 550 °C a takto vysoké teploty kladou vysoké nároky na creepovou odolnost ocelových součástí.

Na počátku 70. let 20. století byly vyvinuty Cr-Mo oceli jako konstrukční materiály opláštění jaderných reaktorů. Po odstavení elektrárny je však nutné zajistit likvidaci, případně recyklaci materiálu, který byl vystaven radiaci. Z tohoto důvodu započal výzkum ocelí, které by měly lepší vlastnosti v oblasti radiačního poškození, jako je například transmutace obsažených prvků nebo jejich dlouhý poločas rozpadu. Tento výzkum byl na počátku vzniku tzv. nízko-aktivačních (reduced-activation) ocelí [3, 4]. Jednou z těchto nízko-aktivačních ocelí je ocel EUROFER'97 s 9 hm. % chromu.

V 70. letech 20. století byl navržen nový způsob precipitačního zpevnění ocelí, ve snaze zlepšit jejich vysokoteplotní pevnostní vlastnosti, a to vnesení nanometrické oxidické disperze do mikrostruktury oceli (ODS – oxide dispersion strengthened). Tento koncept zpevnění byl použit i pro výše popsanou ocel EUROFER'97 a byla vytvořena ocel ODS EUROFER'97, u které je dosaženo až 50 % nárůstu pevnosti [5, 6].

V této zkrácené verzi disertační práce je popsána příprava a vyhodnocení mechanických vlastností ODS ocelí stejného chemického složení jako EUROFER'97 s novým komplexními oxidy.

2. Definice cílů disertační práce

Cílem disertační práce byla příprava nových, pokročilých typů ODS ocelí pro použití v prostředí tavenin těžkých kovů, analýza jejich mechanických vlastností, mikrostruktury a hodnocení korozní odolnosti ODS ocelí v prostředí tekutého LBE. Tyto tři hlavní cíle disertační práce byly dále rozděleny do několika návazných dílčích úkolů:

- i. **Posouzení možností přípravy ODS ocelí přímým přidáním oxidů a vnitřní oxidací prvků.**
 - Příprava ODS ocelí přímým přidáním oxidů a jejich příprava vnitřní oxidací pomocí mechanického legování a jejich slinutí metou SPS,
 - analýza mechanických vlastností připravených ODS ocelí,
 - analýza mikrostruktury připravených ODS ocelí pomocí SEM a TEM.
- ii. **Příprava nových typů ODS ocelí zpevněných komplexními oxidy.**
 - Příprava nových typů ODS ocelí zpevněných komplexními oxidy pomocí mechanického legování a jejich slinutí metodou SPS,
 - analýza mechanických vlastností ODS ocelí zpevněných komplexními oxidy,
 - analýza mikrostruktury ODS ocelí zpevněných komplexními oxidy pomocí SEM a TEM,
 - posouzení efektu zpevnění ODS ocelí teoretickým výpočtem na základě Hazzledineho modelu.
- iii. **Korozní odolnost ODS ocelí v prostředí tavenin Pb a Pb-Bi a návrh ochrany povrchu ODS ocelí.**
 - Studium korozních testů na vysoce chromových ODS ocelích v tekutém LBE,
 - analýza změn mechanických vlastností ODS ocelí po expozici v LBE,
 - studium oxidických vrstev na povrchu ocelí po expozici v LBE,
 - příprava ochranné vrstvy na povrchu ODS oceli a její analýza po korozních testech.

3. Experimentální část

Pomocí mechanického legování byly připraveny experimentální oceli obsahující 9 hm. % Cr (stejně chemické složení jako ocel EUROFER'97) a jejich varianty zpevněné oxidickými částicemi. Oceli byly připraveny z atomárních prášků. Do práškových ocelí byly přidávány práškové materiály tak, aby mikrostruktura hutných ocelí obsahovala disperzi jemných oxidů Y, Ce, Hf, La, Sc, Ti, Zr a jejich kombinací. Připravené oceli byly studovány z hlediska jejich mechanických vlastností, které byly následně porovnávány s výsledky jednoduchých teoretických výpočtů.

3.1. Použité práškové materiály

Chemické složení oceli legované 9 hm. % chrómu připravené v rámci experimentální práce bylo totožné s chemickým složením feriticko-martenzitické oceli EUROFER'97. Tento typ ocelí je v literatuře obvykle označována jako RAFM – reduced activation ferritic-martensitic steel. Chemické složení oceli a atomární prášky použité pro její přípravu jsou uvedeny v Tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení 9Cr ODS oceli a prášky použité pro její přípravu.

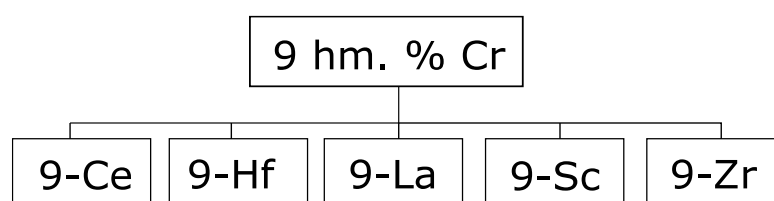
Prvek	Označení výrobce	Obsah [hm. %]	Čistota [%]	Velikost částic [μm]
Fe	Höganäs ABC 100.30	bal.	99,8	< 200
Cr	Sigma Aldrich 266299	9	99,8	45
W	Sigma Aldrich 357421	1	99,9	12
Mn	Sigma Aldrich 266132	0,5	> 99	45
V	Sigma Aldrich 262935	0,2	99,5	45
Ta	Sigma Aldrich 262846	0,1	99,9	45

Pro tvorbu oxidické disperze byly použity dvě strategie: přímé přidání oxidických částic do kompozice oceli, anebo tvorba oxidických částic vnitřní oxidací prekurzorového prvku, přidaného do kompozice oceli. Pro tvorbu oxidických částic byly použity oxidy a prvky uvedené v Tab. 2. Pro tvorbu komplexních oxidů bylo vybráno 5 různých prvků ze skupiny III. B - skandium, lanthan a IV. B – zirkonium,

hafnium, cér. Prvky byly vybrány jako náhrada za titan, aby společně s yttriem tvořily komplexní oxidy a právě proto byly vybrány prvky z těchto dvou skupin. Bylo předpokládáno podobné chování prvků ze stejné skupiny jako je titan a také prvků ze skupiny jako je yttrium. Výčet takto připravených ocelí je uveden na Obr. 1. Číslice před pomlčkou vyjadřuje kolik hmotnostních procent chromu je v základní oceli. Písmena za pomlčkou označují prvek, kterým byl nahrazen titan. Pro srovnání zpevňujícího efektu byla vytvořena ocel zpevněná komplexními oxidickými částicemi na bázi Y-Ti-O.

Tab. 2 Přehled oxidů a prvků použitých pro přípravu ODS ocelí.

Oxid/Prvek	Označení výrobce	Čistota [%]	Velikost částic [μm]
Oxidické prášky			
Y ₂ O ₃	Sigma Aldrich 205168	99,99	< 10
CeO ₂	Sigma Aldrich 202975	99,99	-
La ₂ O ₃	Sigma Aldrich 289205	99,9	-
Sc ₂ O ₃	Sigma Aldrich 307874	99,9	-
Prvkové prášky			
Y	Sigma Aldrich 261327	99,9	389
Hf	Sigma Aldrich 266752	99,5	45
Zr	Sigma Aldrich 403296	-	150



Obr. 1 Přehled ocelí připravených technikou vnitřní oxidace zpevněné novými typy komplexních oxidů z prvků III. B a IV. B skupiny periodické tabulky.

3.2. Mechanické legování

Mechanické legování bylo provedeno pomocí kulového planetového mlýnu. Byly použity dva typy kulového planetového mlýnu: jednopozicový mlýn Pulverisette 6 (Fritsch, SRN, dále jen P6, Obr. 2 vlevo) a dvoupozicový mlýn Pulverisette 4 (Fritsch,

SRN, dále jen P4, Obr. 2 vpravo). Rychlost otáček mlýnu P6 je dána rychlostí otáčení hlavního unášecího disku. Mezi hlavním unášecím diskem a planetovým diskem, nesoucím mlecí nádobu, je pevně nastaven převodový poměr. Mlýn P4 umožňuje variabilně nastavit převodový poměr mezi unášecím diskem a planetovým diskem. V našem případě byl převodový poměr mlýnu P4 nastaven na stejnou hodnotu, jakou používá mlýnu P6. Mlecí podmínky v obou mlýnech byly tedy totožné. Výhodou mlýnu P4 je to, že umožňuje přípravu dvou dávek v jednom pracovním cyklu. Mlecí nádoba, ve které probíhalo mechanické legování, byla vyrobena z nástrojové oceli 19 452 (C: 0,58-0,66, Si: 0,9-1,2, Mn: 0,9-1,2, Cr: 0,4-0,7), která byla zušlechťena na maximální tvrdost 55 HRC. Vnitřní objem mlecí nádoby byl 600 cm³. Jako mlecí tělesa byly použity koule o průměru 1'' (25,4 mm) z ložiskové oceli 14 109 (C: 0,9-1,1, Mn: 0,3-0,5, Si: 0,15-0,35, Cr: 1,3-1,65, Ni: max 0,3, Cu: max 0,25). Do mlecí nádoby bylo vloženo celkem 21 koulí. V průběhu jednoho mlecí bylo zpracováváno 100 g práškového materiálu a celková váha koulí byla 1412 g. Hmotnostní poměr mlecích koulí k prášku (BPR) byl 14,12.



Obr. 2 Mlýny použité při mechanickém legování. Pulverisette 6 – vlevo, Pulverisette 4 – vpravo.

Mechanické legování práškových směsí probíhalo po dobu 24 hodin při 350 ot/min. Konstrukce mlecích misek umožňovala používat při mletí různé typy atmosfér, ale z důvodu kontroly obsahu kyslíku v legované oceli bylo mechanické legování provedeno vakuu. Pro odsátí atmosféry z mlecí misky byla použita rotační vývěva od fy. Value model VE215N (Čína).

3.3. Zhutňování a tepelné zpracování připravených práškových materiálů

Zhutnění připraveného práškového materiálu bylo provedeno metodou SPS (HP D10-SD FCT Systeme GmbH, SRN). Zhutnění práškového materiálu proběhlo ve vakuu při teplotě 1150 °C po dobu 5 minut při tlaku 50 MPa. Byly vyrobeny kruhové výlisky o průměru 30 mm a tloušťce 6 mm. Výlisky byly poté tepelně zpracovány ve dvou stupních. V prvním kroku byly výlisky žháný při 1100 °C po dobu 30 minut s volným chlazením na vzduchu. Následně byly výlisky žháný při 750 °C po dobu dvou hodin a následně ochlazovány ve vodě.

3.4. Analýza provedené na materiálech připravených mechanickým legováním.

Oceli určené k těmto analýzám byly připraveny mechanickým legováním ve vakuu, zhutněny metodou SPS a následně tepelně zpracovány dvojstupňovým žháním. Z takto připravených těles byla metodou elektrojiskrového obrábění vyrobena plochá tahová zkušební tělesa měrné délky 14 mm s obdélníkovým průřezem 3 x 1 mm. Na těchto vzorcích byly provedeny tahové zkoušky na pokojové teploty a za teploty 600 °C. Zkoušky byly provedeny na stroji Z50 (Zwick/Roell, SRN) při rychlosti posunu příčnicku 0,1 mm/s v souladu s normou ISO 6892-1:2016. Tahové zkoušky byly provedeny třikrát, aby bylo možné stanovit odchylku měření. Z přetržených částí vzorků byly pomocí přímočaré vodou chlazené pily ISOMET 5000 (Buehler, USA) odřezány hlavy a pomocí standardních metalografických technik byly připraveny vzorky pro obrazovou analýzu a měření tvrdosti podle Vickerse. Měření tvrdosti bylo provedeno na instrumentovaném tvrdoměru Zwick Z2.5 s měřicí hlavou ZHU0.2

(Zwick/Roell, Německo). Měření bylo provedeno při zátěži 5 kg podle normy EN ISO 6507. Mikrostruktura a chemické složení oxidických částic připravených výbrusů byly pozorovány na skenovacím mikroskopu SEM (Tescan LYRA 3 XMU FEG) který byl pro chemické analýzy vybaven EDX analyzátozem (X-Max80, Oxford Instruments). Detailní analýza zejména oxidických částic byla provedena pomocí FEG STEM (Carl Zeiss LIBRA[®]200FE vybavený EDS spectrometrem Bruker XFlash[®] 6T |30 a FEI Titan Themis 60-300 vybavený Super-X EDX SSD-detektorem). Měření hustoty slinutých ocelí bylo provedeno Archimédovou metodou dvojího vážení v deionizované vodě podle normy EN 623-2.

4. Výsledky

V disertační práci byly navrženy a připraveny ODS oceli zpevněné novými typy komplexních oxidů. Jednalo se o modifikaci konvenční ODS oceli EUROFER'97 zpevněných komplexními oxidy na bázi yttria a titanu. V této části experimentu byl titan nahrazen cérem, hafniem, lanthanem, skandiem a zirkoniem. Použití prvků v čisté formě, nebo v oxidické formě se řídilo několika aspekty. V první řadě to byla zejména tvrdost prvku (oxidu). Dalším aspektem byla bezpečnost práce, kde bylo nutné z důvodu absence gloveboxu použít stabilní oxidy na místo reaktivních čistých prvků (La, Ce). Posledním rozhodovacím aspektem byla cena suroviny. V případě skandia byla tvrdost oxidu a čistého prvku téměř totožná, ale cena čistého skandia byla téměř dvacetinásobná oproti Sc_2O_3 . Efektivita zpevnění jednotlivých prvků byla analyzována pomocí mechanických zkoušek a obrazovou analýzou fotografií ze skenovacího a transmisního elektronového mikroskopu. V této části experimentálního programu byly také provedeny výpočty napomáhající k přesnějšímu popisu a pochopení vlivu vytvořené oxidické disperze na mez kluzu ocelí.

4.1. Výsledky měření hustoty a tvrdosti ODS ocelí s komplexními oxidy

Výsledky měření hustoty pro ODS oceli zpevněné komplexními oxidy jsou uvedeny v Tab. 3. Průměrná hodnota hustoty ocelí obsahující 9 hm. % dosáhla průměrné hustoty 97,24 %.

Tab. 3 Tvrdost a hustota ODS ocelí zpevněných komplexními oxidy.

	Hustota [%]	Tvrdost [HV5]
Ce-Y	97,22	321 ± 2
Hf-Y	97,71	364 ± 3
La-Y	97,48	283 ± 4
Sc-Y	97,45	376 ± 3
Zr-Y	96,34	287 ± 11
Ti-Y	96,73	343 ± 3
Ox Free	97,17	201 ± 1

- teoretická hustota 9Cr oceli: $7,84 \text{ g.cm}^{-3}$

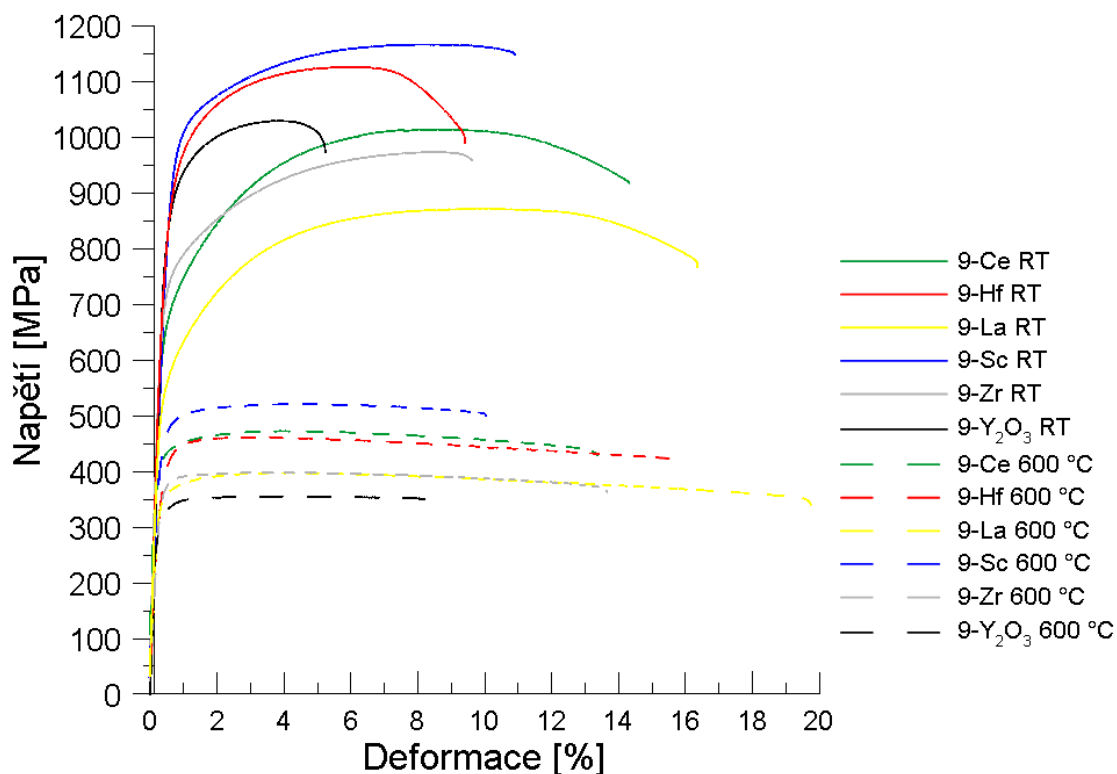
Po přidání oxidické disperze došlo u všech připravených ocelí k nárůstu jejich tvrdosti. Účinek oxidických částic na růst tvrdosti u 9Cr ocelí byl zjištěn v rozmezí 86 – 175 HV5. Největší nárůstu tvrdosti byl pozorován u oceli zpevněných oxidy Sc – 175 HV5.

4.2. Výsledky tahových zkoušek ocelí s 9 hm. % chrómu

Záznamy tahových zkoušek pro oceli obsahující 9 hm. % chrómu jsou uvedeny na Obr. 3 a určené hodnoty meze kluzu, meze pevnosti a tažnosti pro zkoušku za pokojové teploty a při 600 °C jsou uvedeny v Tab. 4. Tahové zkoušky oceli s 9 hm. % chrómu ukázaly, že u všech vzorků došlo ke zpevnění v důsledku přítomnosti oxidických částic. Nejvyšší zpevnění vykazovaly oceli dopované hafniem a skandiem. U těchto dvou materiálů se mez kluzu pohybovala na hodnotách 876 MPa pro 9-Hf a pro 9-Sc byla hodnota meze kluzu dokonce 945 MPa. Na druhou stranu je vidět, že tyto materiály s narůstající pevností ztrácí tažnost. Nejlepších hodnot tažnosti dosáhly materiály zpevněné cérem a lanthanem. 9-Ce dosáhl tažnosti 12 % a 9-La dokonce až 14 %.

Tab. 4 Výsledky tahových zkoušek na 9Cr ocelí za pokojových teplot a při 600 °C.

	Zkouška za pokojové teploty			Zkouška při 600 °C		
	Rp0.2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	Rp0.2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]
9-Ce	671 ± 6	1014 ± 1	12 ± 2	421 ± 2	472 ± 1	12 ± 1
9-Hf	876 ± 27	1136 ± 16	8 ± 2	417 ± 11	466 ± 10	16 ± 3
9-La	555 ± 8	873 ± 8	14 ± 1	362 ± 8	402 ± 3	17 ± 1
9-Sc	945 ± 3	1165 ± 2	9 ± 2	461 ± 9	523 ± 10	8 ± 1
9-Zr	724 ± 10	966 ± 9	8 ± 1	370 ± 1	399 ± 1	10 ± 2
9-Y ₂ O ₃	869	1029	4,8	294	329	8,5
9-OxFree	415	613	9,1	173	212	23



Obr. 3 Záznam vybraných tahových zkoušek na oceli s 9 hm. % chrómu za pokojových teplot a při 600 °C.

Stejně jako u tahové zkoušky za pokojové teploty, i za teploty 600 °C dosáhla ocel 9-Sc nejvyšších hodnot meze kluzu (461 MPa) a meze pevnosti (523 MPa). Ze záznamu tahových zkoušek je možné vidět, že zbývající čtyři oceli vytvořily dvojice s prakticky totožnými hodnotami pevnostních vlastností. První dvojici tvoří oceli 9-Ce a 9-Hf. Mez kluzu těchto materiálů se pohybuje kolem hodnoty 420 MPa a mez pevnosti je cca 470 MPa. Můžeme ovšem pozorovat výraznější rozdíl v tažnosti těchto dvou ocelí. Zatím co u mírně pevnější oceli 9-Ce je tažnost 12 % tak méně pevná ocel 9-Hf dosahuje tažnosti 16 %. Druhou dvojici tvoří oceli 9-La a 9-Zr. Mez kluzu těchto ocelí se pohybovala na hodnotě 370 MPa a mez pevnosti byla na hodnotě 400 MPa. Také zde se projevilo, že pevnější ocel – 9-Zr dosahoval nižší tažnosti ($A = 10\%$) oproti méně pevnému oceli 9-La, pro kterou byla zjištěna nejvyšší tažnost ze všech testovaných materiálů této skupiny - $A = 17\%$.

4.3. Výsledky analýzy mikrostruktury ocelí s 9 hm. % chrómu

Jak bylo uvedeno výše, byla provedena důkladná mikrostrukturní analýza všech 9Cr ocelí. Z výsledků tahových zkoušek bylo zjištěno, že 9Cr oceli vykazovaly

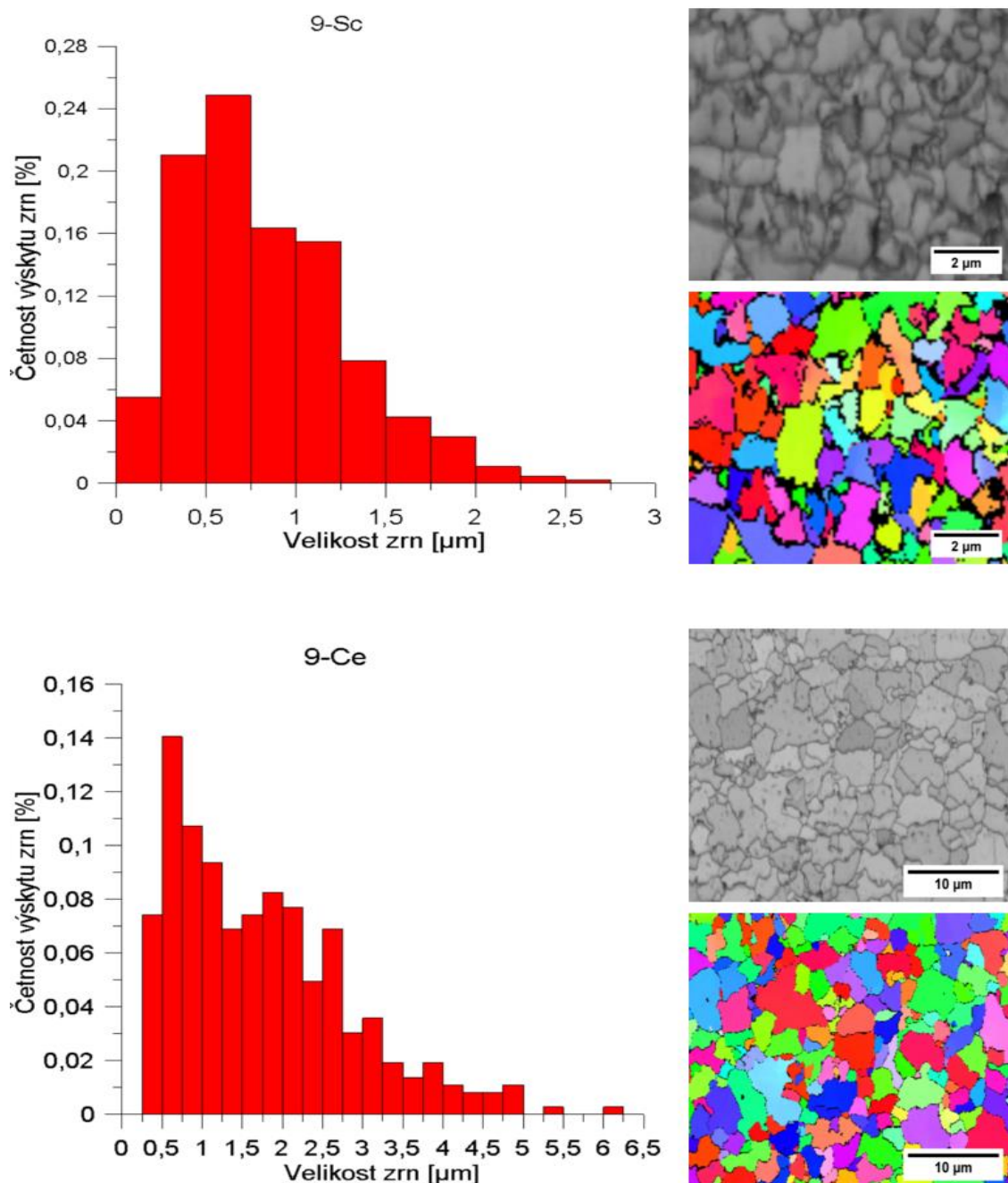
nejefektivnější působení většiny prvků na zpevnění ve srovnání s ODS ocelí zpevněnou oxidem yttritým.

Tab. 5 Přehled výsledků vyhodnocení mikrostruktury ocelí obsahujících 9 hm. % chrómu.

	Průměrná velikost zrna [nm]	Velikost zrn podle Zener-Smithovi rovnice / největší zrna [nm]	Průměrná velikost částice [nm]	Počet částic na m ³ / objemový podíl částic	Střední vzdálenost částic [nm]
9-Ce	1742	4639 / 6200 *	12,5	$4 \times 10^{21} / 0,0021$	74,9
9-Hf	671	2900 / 2820 *	8,3	$7,1 \times 10^{21} / 0,0019$	60,1
9-La	1525	4438 / 4350 *	12,7	$3,9 \times 10^{21} / 0,0019$	77,2
9-Sc	834	2826 / 2520 *	4,5	$2,2 \times 10^{22} / 0,0011$	64,2
9-Zr	1657	4487 / 6130 *	5,1	$1,1 \times 10^{22} / 0,0007$	81,3

* tlustým textem je označena hodnota největšího pozorovaného zrna metodou EBSD.

Přehled výsledků analýz TEM mikrofotografií je uveden v Tab. 5. Zrnová struktura ocelí byla pozorována pomocí metody EBSD. Výsledky tohoto měření ukázaly rozdílný vliv oxidické disperze na velikost zrna oceli. Oceli lze rozdělit do dvou skupin; jemnozrnné (9-Hf a 9-Sc) a hrubozrnné (9-Ce, 9-La a 9-Zr). Distribuce velikostí zrn a mikrostruktura reprezentantů těchto dvou skupin (9-Sc a 9-Ce) je uvedena na Obr. 4. Ocel 9-Sc měla průměrnou velikost zrna kolem 834 nm. Téměř 60 % zrn oceli 9-Sc mělo velikost nižší než je průměrná velikost zrna. Pro porovnání je na Obr. 4 vlevo dole uveden i histogram pro materiál 9-Ce, který byl vybrán jako zástupce hrubozrnných materiálů. Průměrná velikost zrna se zde pohybovala na hodnotě 1742 nm. V materiálu 9-Ce se vyskytují zrna mnoha velikostí od 500 nm až po 6200 nm, kdežto u materiálu 9-Sc byly pozorovány zrna v rozmezí 100 – 2500 nm. Přehled průměrných velikostí zrn zjištěných u studovaných ocelí je uveden v Tab. 5.



Obr. 4 Histogramy rozložení velikosti zrn (vlevo nahoře – 9-Sc, vlevo dole 9-Ce) a fotografie mikrostruktury společně s EBSD analýzou pro oceli 9-Sc a 9-Ce.

Z pozorování TEM fotografií a EBSD analýzou bylo zjištěno dostatečné množství informací, které mohly být dále využity pro teoretické výpočty. Byly vypočteny hodnoty maximální velikosti zrna a jednotlivé příspěvky zpevnění, ze kterých byla následně určena teoretická mez kluzu. Hodnoty maximální velikosti zrn, které jsou vypočteny podle Zener-Smithovy rovnice jsou uvedeny v Tab. 5. Získané výsledky jsou v dobrém souladu s pozorováním: v oceli 9-Sc bylo pozorováno zrna s maximální velikostí 2520 nm a podle výpočtu by maximální velikost zrna měla

být 2826 nm. Velmi podobný výsledek byl získán i u oceli 9-Hf, kde byla vypočtena maximální velikost zrna 2900 nm, a největší pozorované zrno mělo velikost 2820 nm.

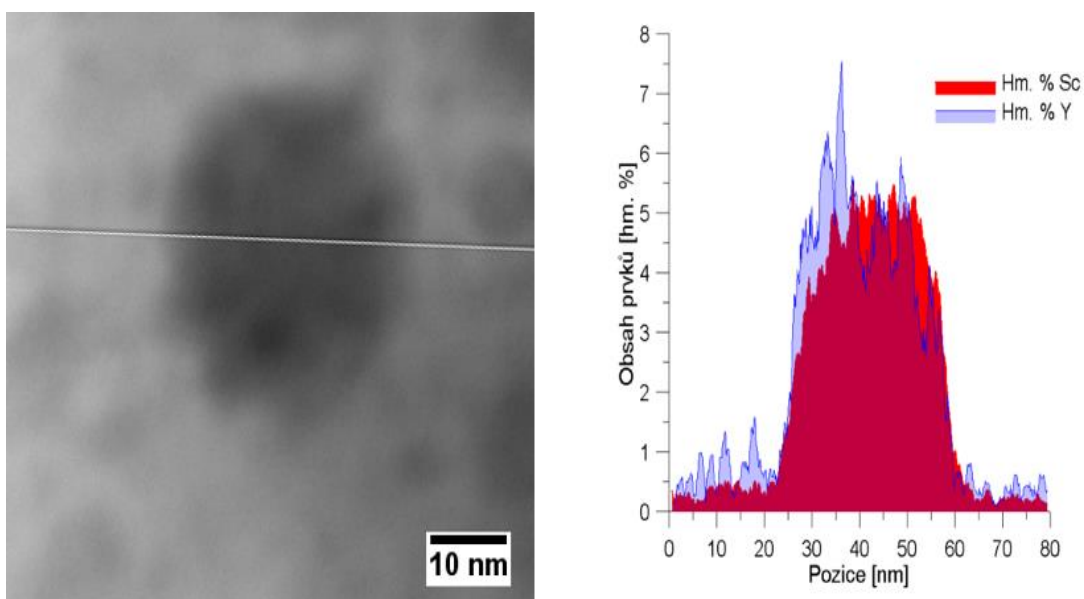
Pro výpočet teoretické meze kluzu byl použitý Hazzledineho model přímého a nepřímého zpevnění. Hodnota meze kluzu matrice (255 MPa) oceli obsahující 9 hm. % chrómu byla převzata z práce [7]. Hodnota příspěvku Hallova - Petchova zpevnění byla vypočtena z průměrné velikosti zrna zjištěného metodou EBSD pomocí Hazzledineho modelu nepřímého zpevnění, hodnota parametru $k_{HP} = 210 \text{ MPa} \times \mu\text{m}^{1/2}$ a byla převzata z práce [7]. Čím jemnozrnnější struktura materiálu byla zjištěna, tím větší zpevnění bylo vypočteno. Nejmenší velikost zrna byla zjištěna u ocelí 9-Hf a 9-Sc, jejichž průměrná velikost zrna byla 671 nm a 834 nm. Zpevnění těchto dvou materiálů tak dosáhlo hodnot 256 MPa a 230 MPa. Hodnota Hallova – Petchova zpevnění se tedy u těchto dvou ocelí prakticky rovnala hodnotě meze kluzu matrice (zpevnění substitučními atomy). U zbylých tří ocelí bylo zpevnění méně výrazné z důvodu hrubší mikrostruktury. Jednotlivé příspěvky zpevnění a celková teoretická mez kluzu je uvedena v Tab. 6.

Tab. 6 Výsledky výpočtů použitých ke stanovení teoretické meze kluzu ocelí obsahujících 9 hm. % chrómu.

	σ_m [MPa]	σ_i [MPa]	σ_d [MPa]	$\sigma_y / R_{p0.2}$ [MPa]
9-Ce		159	307	721 / 671 ± 6
9-Hf		256	465	976 / 876 ± 27
9-La	255	170	297	722 / 555 ± 8
9-Sc		230	606	1091 / 945 ± 3
9-Zr		163	457	874 / 724 ± 10

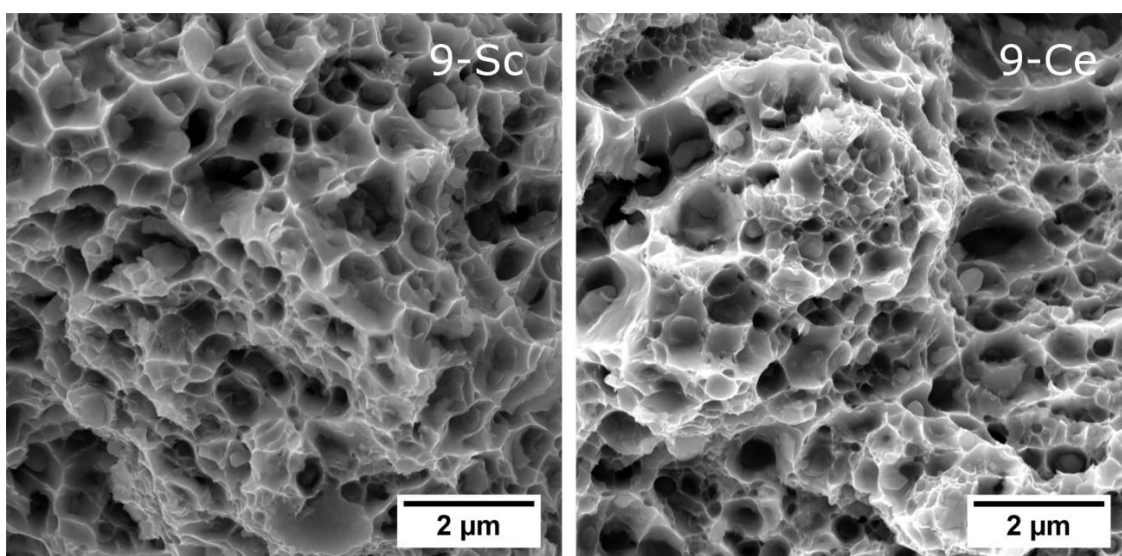
Hodnota disperzního zpevnění byla vypočtena z průměrné velikosti oxidických částic a jejich objemového podílu. Hodnoty jsou uvedeny v Tab. 5 Nejvyšší hodnoty disperzního zpevnění dosáhla ocel 9-Sc. V této oceli byly také zjištěny nejjemnější oxidické částice. Průměrná velikost částic se zde pohybovala na hodnotě 4,5 nm. Objemový podíl částic v této oceli byl pouze 0,0011, ale i přes takto nízkou hodnotu byl příspěvek disperzního zpevnění určen na 606 MPa. Bylo vypočteno, že na objemu 1 m^3 se v tomto materiálu vyskytuje $2,2 \times 10^{22}$ částic a průměrná vzdálenost mezi částicemi je 64,2 nm. Na Obr. 5 je uvedena fotografie jedné oxidické částice v oceli 9-Sc pořízené

pomocí TEM. Velikost fotografie je zhruba 35 nm a z přiloženého chemického složení na přímce je možné určit, že se tato částice skládá zejména ze skandia a yttria.



Obr. 5 Detail částice v oceli 9-Sc (vlevo) a průběh chemického složení částice na přímce (vpravo).

Analýza lomových ploch na tahových tělesech neukázala žádné výraznější změny při použití různých komplexních oxidů. Jediný rozdíl, který byl pozorován, byl ve velikosti důlků, které svojí velikostí odpovídají průměrné velikosti zrna. Pro srovnání jsou na Obr. 6 ukázány fotografie lomových ploch ocelí 9-Sc (Obr. 6 vlevo) 9-Ce (Obr. 6 vpravo).



Obr. 6 Lomová plocha oceli 9-Sc (vlevo) a 9-Ce (vpravo) pořízená na tahových tělesech testovaných za pokojové teploty.

5. Diskuze

S jistotou bylo prokázáno, že v ODS ocelích dochází k tvorbě komplexních oxidů na bázi Y-Ti-O [8]. Komplexní oxidy vykazují, na rozdíl od oxidů jednoduchých, mnohem vyšší tepelnou stabilitu, mají menší velikost a jsou v matici vyloučeny v rovnoměrnější a hustší disperzi. Nedávno byly publikovány práce, které se zabývají tvorbou komplexních oxidů na bázi hafnia, či zirkonia v ODS ocelích [9, 10]. Velké množství publikací se zabývá vznikem komplexních oxidů v ocelích s vysokým obsahem hliníku (4-5 hm. %) [11-13]. Hliník v těchto materiálech potlačuje tvorbu komplexních částic Y-Ti-O a vznikají hrubé částice Y-Al-O, které mají za následek degradaci mechanických vlastností ODS ocelí. Do kompozice těchto ocelí je proto přidáváno hafnium, nebo zirkonium se záměrem potlačit vznik Y-Al-O oxidů [11-13]. Experimenty v této části byly zaměřeny na vytvoření sad ODS ocelí, které by porovnály vznik komplexních oxidů yttria a prvků ze skupin III.B a IV. B (kromě titanu). Cílem práce bylo popsat efekt působení těchto komplexních oxidů na mechanické vlastnosti ocelí a ucelit tak náhled na prvky z těchto skupin, jako na kandidátní prvky pro tvorbu komplexních oxidických částic v ODS ocelích.

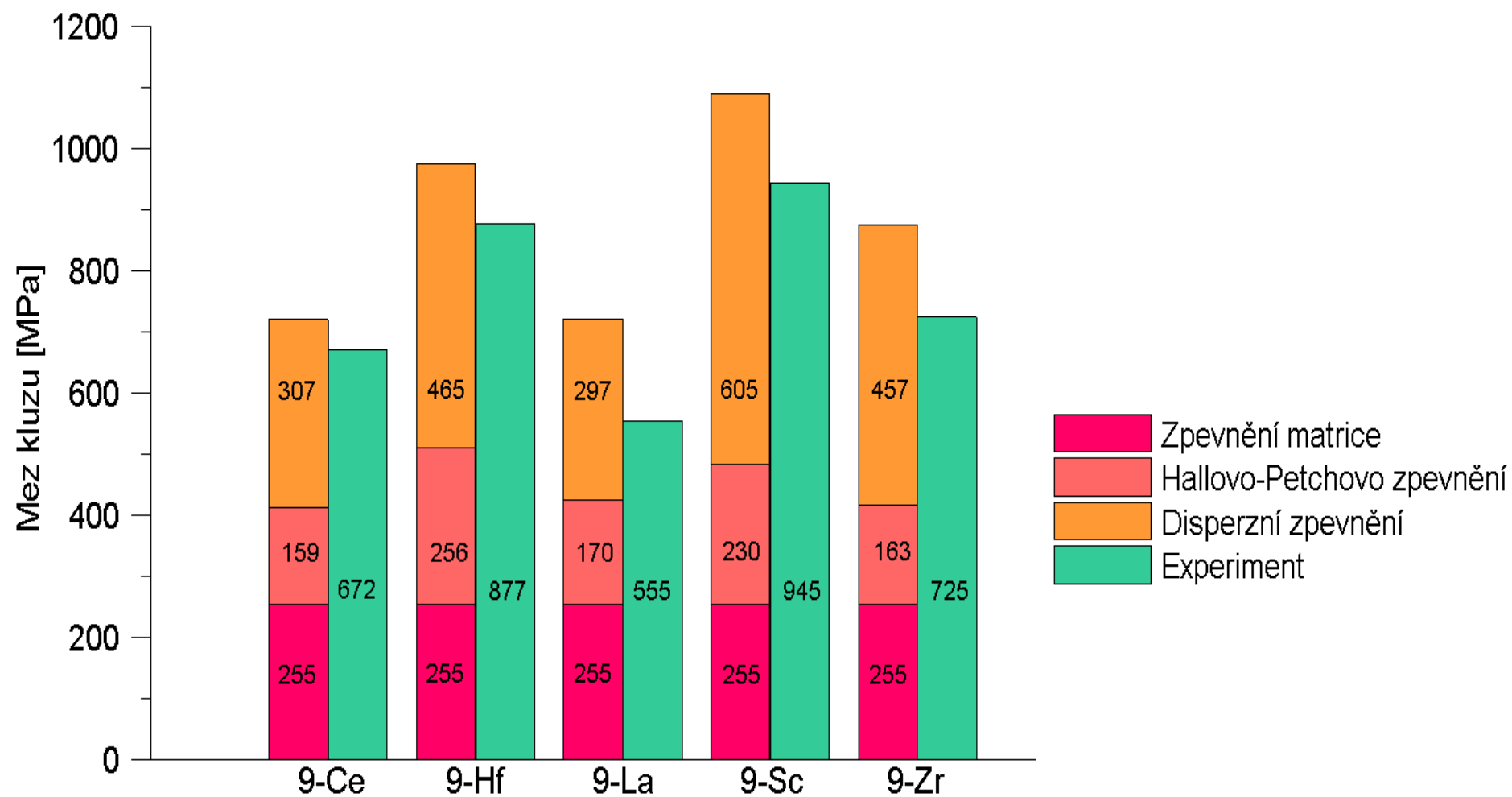
Na základě těchto úvah byly připraveny oceli stejného složení jako EUROFER'97 obsahující 9 hm. % chromu, které byly zpevněné pěti novým druhy komplexních oxidů. Pro tvorbu komplexních oxidů byla využita jak metoda přímého přidání oxidů, tak i metoda vnitřní oxidace.

Experimentálně zjištěné hodnoty meze kluzu všech připravených ocelí byly nižší než hodnoty určené výpočtem provedeným na základě součtu příspěvků jednotlivých mechanismů zpevnění (viz Obr. 7). Tento rozdíl byl způsoben spolupůsobením několika příčin. Především měla na konečné vlastnosti ocelí připravených pomocí práškové metalurgie vliv míra zhutnění prášku. Ani jedna z připravených ocelí nedosáhla zhutnění 100 % teoretické hustoty prášku. V ocelích se tak vyskytovalo určité množství pórů a nehomogenit, které ovlivnily jeho konečné vlastnosti (viz. Li et al. [14]). Dalším důvodem byla nedokonalá homogenita rozložení zpevňujících oxidických částic v mikrostruktuře ocelí. Teoretický výpočet meze kluzu ocelí uvažuje ideální hustotu a rozložení oxidických částic. Z fotografií mikrostruktury je zřejmé, že mikrostruktura ocelí obsahovala oblasti s různou hustotou částic. Posledním faktorem ovlivňujícím

přesnost výpočtu meze kluzu je potom přesnost určení střední velikosti zpevňujících částic a jejich objemový podíl v oceli.

Teoretické výpočty potvrdily, že každý prvek působí jinak na celkovou mez kluzu oceli obsahující 9 hm. % chrómu. V první řadě je zde rozdíl u složky nepřímého zpevnění, které je způsobeno Hallovým-Petchovým efektem. Ukázalo se, že skandium a hafnium dokáží velmi efektivně zamezit růstu zrn. Důkazem jsou nejen vytvořené EBSD mapy, ale také vypočtená maximální velikost zrna, která by se v materiálu měla vyskytovat pomocí Zener-Smithovi rovnice. Pro tyto dvě oceli se velikost největšího naměřeného zrna a maximální velikost zrna lišila pouze minimálně (rozdíl do 250 nm). Přidání různých prvků do tuhého roztoku oceli má pozitivní vliv na velikost zrn. Tuto skutečnost je možné dohledat i v několika odborných článcích. Ve článku Li et. al [15] je prokázán pozitivní efekt skandia na omezení růstu zrn od pokojových až po 900 °C. Po překročení této teploty dochází již k určitému zhrubnutí, které ale není nikterak zásadní. Velmi podobných výsledků bylo dosaženo i v práci Li et. al [16], která byla zaměřena na působení hafnia. Podle práce [16] došlo ke stabilizaci struktury do teploty 800 °C, ale po překročení došlo k výraznému nárůstu velikosti zrn. V práci Saber et. al [17] byl popsán efekt zirkonia. I zde byl prokázán určitý pozitivní vliv přidaného prvku na průměrnou velikost zrn, avšak pouze do teploty 600 °C.

Přímé zpevnění pomocí disperzních částic bylo pro jednotlivé prvky rozdílné. Prvky působily rozdílně z důvodu průměrné velikosti vzniklých komplexních oxidů a z důvodu objemového podílu částic. Z grafu na Obr. 7 je vidět, že nejlepší hodnoty přímého zpevnění bylo dosaženo u materiálu 9-Sc, ve kterém byla průměrná velikost částic nejmenší (4,5 nm), ale objemový podíl byl druhý nejmenší (0,0011). Materiály zpevněné hafniem a zirkoniem dosahují téměř totožných hodnot zpevnění, když hodnoty průměrné velikosti částic a objemového podílu jsou rozdílné. V materiálu 9-Zr jsou sice pozorovány menší částice (5,2 nm oproti 8,3 nm v 9-Hf), avšak objemový podíl částic je v 9-Zr téměř třetinový (0,0007 pro 9-Zr vs. 0,0019 pro 9-Hf). Pro dosažení vysokého efektu zpevňujících částic je tedy třeba zajistit vyvážený poměr velikosti disperzních částic a jejich objemového podílu. V případě 9Cr ocelí byla vhodná kombinace těchto dvou efektů pozorována u oceli 9-Sc



Obr. 7 Srovnání vypočtených a experimentálních hodnot meze kluzu pro oceli s 9 hm. % chrómu s různými komplexními oxidy.

Velikost měřených částic v této práci jsme se snažili porovnat s údaji dostupnými v odborných publikacích. Velikost komplexních oxidů zirkonia byla pozorována v pracích [11, 18, 19]. Velikost zirkoniových oxidů se pohybovala v rozmezí 5 – 25 nm. Do tohoto rozmezí zapadá i velikost částic naměřených v této práci – 5,1 nm. Hafniové oxidy byly studovány v pracích [10, 12]. Velikost oxidických částic zde byla shodně určena na hodnotě 6,8 nm. V této práci byla pozorována velikost komplexních oxidů na bázi hafnia 8,3 nm. V práci Li et. al [14] byly analyzovány oceli s oxidy céru a lanthanu. I když se jedná o komplexní oxidy s odlišným chemickým složením, tak je velikost těchto částic velmi podobná velikosti částic v této práci. Velikost oxidických částic lanthanu v práci [14] byla určena na 7,8 nm oproti komplexním částicím lanthanu v této práci o velikosti 12,7 nm. Velikost oxidů céru ve stejné práci [14] byla 11,4 nm což je hodnota které se velmi blíží velikosti komplexních oxidů v této práci – 12,5 nm.

Fraktografická analýza ukázala, že přítomnost různých jemných oxidických částic nemá žádný vliv na lomový mechanismus porušení materiálu. Stejný závěr byl vyvozen i v práci Stratil et. al. [20]. Jemné oxidické částice ovlivňují zejména hodnotu meze kluzu.

6. Závěr

Pomocí mechanického legování Bylo připraveno celkem 5 nových druhů ODS ocelí obsahem 9 hm. % chrómu zpevněných komplexními oxidy na bázi Y, La, Sc, Ce, Hf a Zr). Do těchto ocelí bylo přidáno yttrium a prvky ze skupiny III. B (La, Sc) a IV. B (Ce, Hf, Zr). U všech ocelí bylo potvrzeno, že došlo k vytvoření komplexních oxidů, které zlepšují mechanické vlastnosti. Z mechanických zkoušek, analýz mikrostruktury a teoretických výpočtů byly stanoveny následující závěry:

- Nejlepšího efektu zpevnění bylo dosaženo u ocelí s 9 hm. % chrómu. Přírůstek zpevnění způsobené přítomností jemných precipitátů se pohyboval v rozmezí 40 – 55 % z celkové hodnoty meze kluzu. Nejvyšší hodnoty přímého zpevnění bylo dosaženo u oceli 9-Sc (605 MPa).
- Nejvyšší efekt disperzního zpevnění dojde v případě, že:
 - ❖ velikost vzniklých precipitátů je velmi malá (průměrná velikost částic se u oceli obsahující 9 hm. % chrómu pohybovala v rozmezí 4,5 – 12,7 nm),
 - ❖ precipitáty jsou vyloučeny rovnoměrně v celém objemu materiálu (počet částic se u oceli obsahující 9 hm. % chrómu pohybovala v rozmezí $3,9 \times 10^{21} - 2,2 \times 10^{22}$ částic na m^3).

7. Použitá literatura

- [1] International energy outlook 2013. U.S. Department of energy, Washington. DC, 20585: Office of integrated analysis and forecasting; 2013.
- [2] GIF R&D Outlook for Generation IV Nuclear Energy Systems. OECD Nuclear Agency for the Generation IV International Forum; 2009.
- [3] van der Schaaf B, Tavassoli F, Fazio C, Rigal E, Diegele E, Lindau R, et al. The development of EUROFER reduced activation steel. *Fusion Engineering and Design*. 2003;69:197-203.
- [4] Fernandez P, Lancha AM, Lapena J, Serrano M, Hernandez-Mayoral M. Reduced Activation Ferritic/Martensitic Steel Eurofer 97 as Possible Structural Material for Fusion Devices Metallurgical Characterization on As-received Condition and after Simulated Services Conditions. Spain2004. p. 73.
- [5] Lindau R, Moslang A, Schirra M, Schlossmacher P, Klimenkov M. Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2002;307:769-72.
- [6] de Castro V, Leguey T, Monge MA, Muñoz A, Pareja R, Amador DR, et al. Mechanical dispersion of Y₂O₃ nanoparticles in steel EUROFER 97: process and optimisation. *Journal of Nuclear Materials*. 2003;322:228-34.
- [7] Xie R, Lu Z, Lu C, Li Z, Ding X, Liu C. Microstructures and mechanical properties of 9Cr oxide dispersion strengthened steel produced by spark plasma sintering. *Fusion Engineering and Design*. 2017;115:67-73.
- [8] Sakasegawa H, Chaffron L, Legendre F, Boulanger L, Cozzika T, Brocq M, et al. Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy. *Journal of Nuclear Materials*. 2009;384:115-8.
- [9] Li WX, Hao T, Gao R, Wang XP, Zhang T, Fang QF, et al. The effect of Zr, Ti addition on the particle size and microstructure evolution of yttria nanoparticle in ODS steel. *Powder Technology*. 2017;319:172-82.
- [10] Yan P, Yu L, Liu Y, Liu C, Li H, Wu J. Effects of Hf addition on the thermal stability of 16Cr-ODS steels at elevated aging temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018;739:368-79.

- [11] Dong H, Yu L, Liu Y, Liu C, Li H, Wu J. Enhancement of tensile properties due to microstructure optimization in ODS steels by zirconium addition. *Fusion Engineering and Design*. 2017.
- [12] Dong H, Yu L, Liu Y, Liu C, Li H, Wu J. Effect of hafnium addition on the microstructure and tensile properties of aluminum added high-Cr ODS steels. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;702:538-45.
- [13] Dou P, Kimura A, Kasada R, Okuda T, Inoue M, Ukai S, et al. TEM and HRTEM study of oxide particles in an Al-alloyed high-Cr oxide dispersion strengthened ferritic steel with Hf addition. *Journal of Nuclear Materials*. 2017;485:189-201.
- [14] Li Z, Lu Z, Xie R, Lu C, Shi Y, Liu C. Effects of Y_2O_3 , La_2O_3 and CeO_2 additions on microstructure and mechanical properties of 14Cr-ODS ferrite alloys produced by spark plasma sintering. *Fusion Engineering and Design*. 2017;121:159-66.
- [15] Li L, Xu W, Saber M, Zhu Y, Koch CC, Scattergood RO. Influence of scandium addition on the high-temperature grain size stabilization of oxide-dispersion-strengthened (ODS) ferritic alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2015;636:565-71.
- [16] Li L, Saber M, Xu W, Zhu Y, Koch CC, Scattergood RO. High-temperature grain size stabilization of nanocrystalline Fe–Cr alloys with Hf additions. *Materials Science and Engineering: A*. 2014;613:289-95.
- [17] Saber M, Kotan H, Koch CC, Scattergood RO. Thermal stability of nanocrystalline Fe–Cr alloys with Zr additions. *Materials Science and Engineering: A*. 2012;556:664-70.
- [18] Gao R, Zhang T, Wang XP, Fang QF, Liu CS. Effect of zirconium addition on the microstructure and mechanical properties of ODS ferritic steels containing aluminum. *Journal of Nuclear Materials*. 2014;444:462-8.
- [19] Xu H, Lu Z, Wang D, Liu C. Effect of zirconium addition on the microstructure and mechanical properties of 15Cr-ODS ferritic Steels consolidated by hot isostatic pressing. *Fusion Engineering and Design*. 2017;114:33-9.
- [20] Stratil L, Siska F, Hadraba H, Bartkova D, Fintova S, Puchy V. Fracture behavior of the ODS steels prepared by internal oxidation. *Fusion Engineering and Design*. 2017;124:1108-11.

CURRICULUM VITAE

Jméno: Roman Husák

e-mail: husak@ipm.cz

Vzdělání:

Od 2014 *„Pokročilé kompozitní konstrukční oceli pro použití v taveninách těžkých kovů“*
Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství, Ústav
materiálových věd a inženýrství a Ústav fyziky materiálů, Akademie věd
České Republiky.

2012-2014

Ing. *„Mechanické legování a zhutňování kovových kompozitních prášků“*
Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství, Ústav
materiálových věd a inženýrství.

2008-2012

Bc. *„Vliv parametrů elektroforetické depozice na konečné vlastnosti keramiky“*
Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství, Ústav
materiálových věd a inženýrství.

Vzdělávací kurzy a stáže:

- Akademie věd ČR v Brně, v. v. i. – Kurz základů vědecké práce
Jednotýdenní odborně vzdělávací kurz konaný ve dnech 21.9-25.9. 2015 pořádaný AV ČR a podporovaný Evropskou unií. Absolvování kurzu je potvrzeno certifikátem.
- Zahraniční stáž 6 týdnů, 2015. SAS Ústav materiálového výskumu, Košice, Slovensko. Zahraniční školitel Ing. Radovan Bureš, CSc.
- ÚPT AVČR, v.v.i. - Podzimní škola elektronové mikroskopie
Pětidenní teoretický kurz konaný ve dnech 19.-23.10. 2015 s praktickými demonstracemi pro postgraduální studenty a začínající pracovníky v oblasti elektronové mikroskopie. Absolvování kurzu je potvrzeno osvědčením.

Presentace na konferencích:

2015

Ph.D. conference Multi-level Design of Advanced Materials (Velké Bílovice, CZ) *Fabrication of ODS steels from pre-alloyed powder steel and atomic powders* (ústní presentace)

ICFRM-17, 17th International Conference of Fusion Reactor Material (Aachen, Německo) *Embrittlement of 14Cr ferritic ODS steels in liquid lead* (prezentace posteru)

ICFRM-17, 17th International Conference of Fusion Reactor Material (Aachen, Německo) *Long-time exposition of ferritic 14Cr ODS and EUROFER'97 steels to flowing helium at 720 °C* (prezentace posteru)

2016

Junior Euromat (Lausanne, Švýcarsko) *Comparison of 9Cr and 14Cr ODS steels with different oxide particles* (krátká ústní prezentace a prezentace posteru)

2017

Metal 2017, (Brno, CZ) *Mechanical behaviour of 19%Cr ferritic alumina-forming ODS steel exposed to lead-bismuth corrosive environment* (15-ti minutová ústní prezentace)

Publikační aktivita:

Spoluautor v 9 odborných článcích (z toho 7 impaktovaných)

Články spojené s disertační prací: 2

h-index: 2 @ WoS

Schopnosti:

- Mikrostrukturní analýza pomocí optického a rastrovacího elektronového mikroskopu
- Příprava metalografických vzorků pro SEM a TEM
- Příprava práškových materiálů pomocí mechanického legování
- Práce s programy MS Office, GIMP, ImageJ, Grapher, Inkscape
- Analýzy mechanických vlastností

8. Seznam publikací spojených s disertační prací

Odborné články:

H. Hadraba, R. Husák, I. Kuběna, R. Bureš, M. Fáberová, M. Strečková: Preparation of ferritic 17%Cr ODS steel by mechanical alloying from prealloyed steel powder. Powder Metallurgy Progress 14 (2014) 222-227, ISSN 1335-8987.

H. Hadraba, R. Husák, L. Stratil, F. Šiška, V. Puchý: Survey of oxide candidate for advanced 9%, 14% and 17%Cr ODS steels for fusion applications. Fusion Engineering and Design <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2017.04.048>.

Konferenční příspěvky:

H. Hadraba, R. Husák, I. Kuběna, R. Bureš, M. Fáberová, I. Strečková: Preparation of ferritic 17%Cr ODS steel by mechanical alloying from prealloyed steel powder. Book of abstracts of Deformation and Fracture in PM Materials DFPM 2014 International conference, October 26-29 2014 Stará Lesná, Slovak Republic, p. 51. Institute of Materials Research of the Slovak Academy of Sciences in Košice, Slovak Republic. ISBN 978-80-970964-8-9.

R. Husák, H. Hadraba: Fabrication of ODS steels from pre-alloyed powder steel and atomic powders. Conference book of Multi-level Design of Advanced Materials, 2015, Velké Bílovice, CZ. ISBN 978-80-214-5146-9

H. Hadraba, R. Husák, A. Hojná, F. Di Gabrielle F.: Embrittlement of ferritic Cr-ODS steels in lead/lead-bismuth environments. Book of abstracts of 17th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA17), 9.8.–14.8. 2015, Brno, Czech Republic.

H. Hadraba, R. Husák, A. Hojná, F. Di Gabriele: Embrittlement of 14Cr ferritic ODS steels in liquid lead. Book of abstracts of 17th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM17), 11. 10 – 16. 10 2015, Aachen, Germany.

R. Husák, H. Hadraba, L. Stratil, V. Puchý: Comparison of 9Cr and 14Cr ODS steels with different oxide. Book of abstracts of 13th Junior EUROMAT, Lausanne, Switzerland, 10-14 July 2016, Abstract number: 2709. ISBN 978-2-8399-1926-5

H. Hadraba, R. Husák, L. Stratil, F. Šiška, V. Puchý: Survey of oxide candidate for advanced 9%, 14% and 17%Cr ODS steels for fusion applications. Book of abstracts of SOFT2016 – 29th Symposium on Fusion Technology, 5.9.-9.9. 2016, Praha, Czech Republic.

H. Hadraba, R. Husák, L. Stratil, V. Puchý: Influence of yttria and alumina nano-particles to mechanical properties of 9-17Cr ODS steels. Book of abstracts of MSMF-8, 2016, Brno.

R. Husák, H. Hadraba, A. Hojná, F. Di Gabriele, F. Šiška, L. Stratil: Mechanical behaviour of 19%Cr ferritic alumina-forming ODS steel exposed to lead-bismuth corrosive environment, Konference METAL 2017, 26. květen, Brno, Česká Republika

ABSTRAKT

Cílem disertační práce byla příprava nových, pokročilých typů ODS ocelí s předpokládaným použitím v prostředí tavenin těžkých kovů. Byla ověřena možnost nového směru tvorby oxidické disperze v mikrostruktuře ODS ocelí metodou vnitřní oxidace prvků. Metodou vnitřní oxidace prvků byly připraveny nové typy ODS ocelí zpevněných komplexními oxidy na bázi prvků z III. B a IV. B skupiny. Na základě analýzy poškození ODS ocelí v prostředí LBE byla navržena ochrana povrchu ODS oceli pomocí oxidické ochranné vrstvy. ODS ocel chráněná oxidickou vrstvou byla následně podrobena koroznímu testu v LBE.

Byly připraveny stejné typy ocelí zpevněných novými typy komplexních oxidů na bázi Y, Ce, Hf, La, Sc a Zr. Chemické analýzy prokázaly, že všechny přidané prvky mohou vytvořit komplexní oxidy yttria a přidaného prvku. Byly provedeny výpočtové analýzy vlivu matrice a oxidické fáze na zpevnění oceli na základě důkladné analýzy mikrostruktury připravených ODS ocelí. Bylo zjištěno, komplexní oxidy dokáží velmi efektivně zvýšit pevnost ocelí za pokojových a zejména za zvýšených teplot.

ABSTRACT

Doctoral thesis was focused on preparing of new advanced ODS steels for use in heavy metal liquids environments. Possibility of new course for creating oxide dispersion in microstructure was verified by the course of internal oxidation of elements. By the internal oxidation method were prepared new ODS steels strengthened by complex oxides which were created by elements of IIIB and IVB group of elements. Based on analysis of damage ODS steels in LBE were designed surface protection of ODS steel by the oxide layer. The ODS steel protected by oxide layer was subjected to a corrosion test in LBE

Same kind of steels strenghtened by new kind of complex oxides based on Y, Ce, Hf, La, Sc and Zr were prepared. The chemical analyses have proven that all added elements could created complex oxide by the reaction with yttrium. The computational analyses for observing of matrix influence and oxide phase influence on strenghtening of steels were performed. These computational analyses were based on microstructural analyses of ODS steels. There was found that the oxide particles could very effectively improve strenght of steels at room temperature and especialy at high temperature.