

ODOLNOST NIKLOVÝCH SLITIN URČENÝCH PRO PŘESNÉ ODLÉVÁNÍ VE VYSOKOTEPLTNÍM PLYNNÉM MÉDIU

Jan Berka^{a, b}, Jana Petřů^b

^aCentrum výzkumu Řež s.r.o., Husinec – Řež, Hlavní 130, 25068 Řež

^bVysoká škola chemicko-technologická v Praze, Technická 1905, 16028 Praha 6, jan.berka@vscht.cz

Publikace obsahuje a srovnává údaje o korozní odolnosti niklových slitin Inconel 713LC a Inconel 738 v prostředí vysokoteplotního helia simulujícího chladivo vysokoteplotních jaderných reaktorů (V/HTR) a vysokoteplotního oxidu uhličitého typického pro prostředí ukládání CO₂ (CCS) vysokoteplotní cestou. Uvedené slitiny se používají k výrobě komponent pro vysokoteplotní prostředí tzv. metodou přesného odlévání. Vzorky slitin byly exponovány v prostředí helia obsahujícího příměsi 500 vppm CO, 100 vppm CH₄, 100 vppm H₂ a 10 vppm H₂O při teplotě 900 °C po dobu 1000 hod. a v atmosféře CO₂ (s minoritním obsahem H₂O a O₂) při teplotě 900 °C po dobu 200 hod. Po expozici byly zkoumány změny hmotnosti vzorků a korozní napadení pomocí optického a elektronového mikroskopu. V případě vzorků exponovaných v CO₂ byla ještě využita spektroskopie s doutnavým výbojem (GD-OES). Po expozici v prostředí helia byly na povrchu vzorků pozorovány 2 typy vrstev lišící se složením, poškození zasahovalo do hloubky až 20 μm pod povrch. V případě slitiny Inconel 713LC bylo toto poškození souvislé, v případě slitiny Inconel 738 pouze lokální. Po expozici v CO₂ byla na povrchu vzorků obou slitin pozorována kompaktní oxidická vrstva, napadení zasahovalo až 30 μm pod povrchovou korozní vrstvu. Dle výsledků testů vykazovala v prostředí vysokoteplotního helia o něco vyšší korozní odolnost slitina Inconel 738, v případě prostředí vysokoteplotního CO₂ je korozní odolnost obou slitin podobná.

Klíčová slova: Inconel 713LC, Inconel 738, vysokoteplotní koroze, helium, vysokoteplotní reaktor, HTR, CCS

Došlo 31. 05. 2021 přijato 21. 06. 2021

1. Úvod

Ve společnosti Centrum výzkumu Řež s.r.o. i na Vysoké škole chemicko-technologické v Praze dlouhodobě probíhá výzkum odolnosti materiálů pro různé speciální vysokoteplotní aplikace. Část tohoto výzkumu je věnována ověření odolnosti slitin ve vysokoteplotním plynném prostředí, mimo jiné slitin Inconel 713LC a 738. Jedná se o tzv. superslitiny na bázi niklu s nízkým obsahem uhlíku, které se vyznačují dobrými mechanickými vlastnostmi a korozní odolností za vysokých teplot [1–3].

Uvedené slitiny se využívají pro výrobu komponent dlouhodobě vystavených vysoké teplotě, např. spalovacích turbín leteckých motorů. Tyto slitiny jsou i na seznamu materiálů určených pro výrobu komponent vysokoteplotních plynem chlazených jaderných reaktorů, konkrétně lopatek a dalších částí plynových turbín [4].

Výrobky z uvedených slitin se vyrábějí zpravidla metodou přesného odlévání metodou tzv. „vytavitelného modelu“. Podrobněji je tato výrobní metoda popsána např. v citaci [5]. Zmíněnou metodou lze odlévat i výrobky složitých tvarů. Výrobní proces spočívá ve výrobě forem, pomocí kterých se vyrobí voskové modely. Namáčením voskových modelů do keramické břecčky a posypáním žáruvzdorným materiálem vznikají tzv. skořepiny. Následně se vosk vytaví a skořepiny projdou vypalováním. Vzniklé formy se pak používají k odlévání odlitek z slitin. Nakonec se odstraní keramika a oddělí se odlitky z vtokové soustavy řezáním, odlitek pak projde finálním opracováním (tryskání, broušení, leštění, atd.).

Vědeckých publikací v odborných časopisech věnovaných korozní odolnosti uvedených slitin ve specifických vysokoteplotních plynných prostředích nebylo nalezeno příliš mnoho. Např. vědecké publikace zabývající se korozní odolností slitin v prostředí plynného chladiva vysokoteplotních jaderných reaktorů popisují experimentální výsledky odolnosti jiných niklových slitin, nejčastěji slitiny Inconel 617 [4, 6, 7]. V citaci [6] je popsán i mechanismus vysokoteplotní koroze slitiny na bázi niklu v prostředí chladiva na bázi helia obsahujícího typické stopové příměsi (H₂, CO, CO₂, CH₄, H₂O). Jednou z mála publikací zabývajících se korozní odolností slitiny Inconel 713LC v prostředí vysokoteplotního helia obsahujícím výše uvedené nečistoty, je publikace L. D. Thompsona z r. 1980 [8]. V publikaci je popsáno korozní chování 5 různých slitin v prostředí vysokoteplotního helia obsahujícího výše uvedené stopové příměsi. Testy probíhaly při teplotě 900 °C po dobu až 3000 hod. Testovány byly i vzorky slitiny Inconel 713LC s různou povrchovou úpravou.

Výzkum korozní odolnosti uvedených slitin v rámci spolupráce společnosti Centrum výzkumu Řež s.r.o. a Vysoké školy chemicko-technologické v Praze se zaměřil na odolnost ve dvou různých plynných prostředích: simulovaném prostředí chladiva na bázi helia a prostředí vysokoteplotního oxidu uhličitého simulujícím prostředí ukládání oxidu uhličitého (Carbon Capture Storage – CCS) vysokoteplotní cestou pomocí tzv. karbonátové smyčky [9]. Tato publikace porovnává vybrané výsledky obou výzkumných programů.

2. Experimentální část

2.1. Testované materiály a výroba vzorků

Slitiny Inconel 713LC a Inconel 738 byly dodány ze slévárny ve formě odlitků ve tvaru kuželu vyrobených metodou přesného odlévání. Délka jednotlivých odlitků byla přibližně 18 cm, průměr širší strany asi 6 cm a opačného konce cca 4 cm. Odlitky prošly tepelným zpracováním: Odlitek ze slitiny Inconel 713LC byl ve vakuu žhán při teplotě 650 °C po dobu 15 min, poté byla teplota zvýšena na 950 °C po dobu 15 min. Po této době byla teplota zvýšena ještě na 1150 °C a udržována po dobu 30 min. Nakonec byl odlitek zchlazen v argonu. Odlitek ze slitiny Inconel 738 prošel tzv. rozpouštěcím žháním zahřátím na 950 °C ve vakuu (bez výdrže), poté bylo provedeno žhán v argonu při 1120 °C po dobu 120 minut, následovalo stárnutí při 843 °C ve vakuu po dobu 24 hod. Z odlitků byly vyrobeny korozní kupony řezáním ve tvaru hranolu o rozměrech 10 x 40 x 2 mm. Povrch vzorků byl strojně opracován bruskou na drsnost povrchu cca Ra 0,8 a poté byly broušeny brusným papírem o drsnosti 4000. Složení slitin dle údajů dodavatele je uvedeno v tab 1. Vzorky před expozicí byly odmaštěny v acetonu v ultrazvukové lázni.

Tab. 1 Složení testovaných slitin dle dodavatele (% hm.)

Tab. 1 The list of tested materials with chemical composition (wt %)

| Slitina | Prvek | | | | | | | | | | |
|---------------|-------|------|----|-----|-----|-----|----|-----|-----|-----|--|
| | C | Ni | Cr | Mo | Ti | W | Co | Nb | Al | Fe | |
| Inconel 713LC | 0,03 | Bal. | 11 | 3,8 | 0,5 | - | 1 | 2,5 | 5,5 | 0,5 | |
| Inconel 738 | 0,11 | Bal. | 16 | 2 | 3,7 | 2,6 | 9 | 0,9 | 3,4 | 0,3 | |

2.2. Expozice vzorků v plynné atmosféře a hodnocení korozního napadení po expozici

Pro expozici v prostředí simulovaného chladiva vysokoteplotních plynem chlazených jaderných reaktorů (V/HTR) byla využita horizontální trubková pec s kovovou retortou (HTF; detaily zařízení viz [10]). Obdobná pec s křemennou retortou byla využita i pro expozice vzorků v atmosféře CO₂. Základní parametry pro expozice vzorků jsou uvedeny v tab. 2. V případě atmosféry V/HTR chladiva byla teplota plynule zvyšována rychlostí 1 °C za minutu až na teplotu expozice 900 °C, kde byla udržována po dobu 1000 hod. Na konci experimentu byla teplota opět plynule snižována rychlostí 1 °C za minutu až na teplotu okolí. Pro experimenty byla využita předpřipravená plynná směs helia a příměsí CO, CH₄ a H₂ o složení uvedeném v tab. 2. Expozice vzorků v prostředí oxidu uhličitého byla provedena v atmosféře technického oxidu uhličitého o složení udávaném výrobcem (tab. 2). Na začátku expozice byla teplota plynule zvyšována rychlostí 5 °C za minutu až na teplotu expozice 900 °C, kde byla udržována po dobu 200 hod. za atmosférického tlaku. Po ukončení expozice byla teplota opět plynule snižována rychlostí 5 °C za minutu na laboratorní teplotu.

Tab. 2 Parametry korozních prostředí

Tab. 2 Corrosion environments parameters

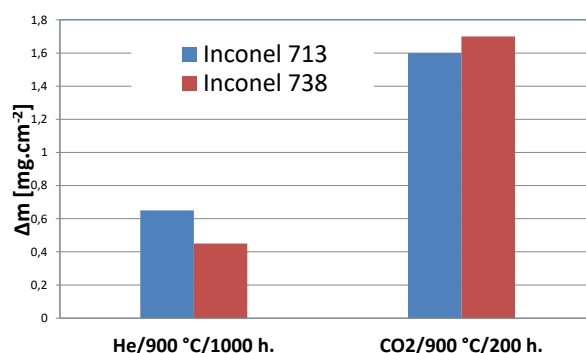
| Podmínky | | |
|--|-------------------------|--------------------------|
| Atmosféra | V/HTR | CO ₂ |
| Teplota | 900 °C | 900 °C |
| Tlak plynu | 0,5 MPa | 0,1 MPa |
| Průtok plynu | 0,1 l.min ⁻¹ | 0,03 l.min ⁻¹ |
| Doba expozice | 1000 hod. | 200 hod. |
| Složení plynné atmosféry (10 ⁻⁶ obj. %) | | |
| CO | 500 | < 100 |
| CH ₄ | 100 | - |
| CO ₂ | - | bal. |
| H ₂ | 100 | - |
| H ₂ O | 10 | < 50 |
| He | bal | - |

V obou uvedených prostředích lze při teplotě 900 °C očekávat oxidaci a tvorbu vrstev oxidů na povrchu i pod povrchem materiálů, případně nauhličení nebo oduhličení slitin [11].

Po expozici bylo provedeno hodnocení korozního napadení vzorků – byly zjištěny změny hmotností po expozici, dále bylo provedeno zkoumání povrchů a příčných řezů vzorky pomocí optického a elektronového skenovacího mikroskopu (SEM) s EDS (Energy-dispersive X-ray spectroscopy). V případě vzorků exponovaných v CO₂ byla pro hodnocení složení a struktury povrchových vrstev využita navíc i metoda GD-OES (Glow Discharge Optical Emission Spectrometry).

3. Výsledky a diskuse

Nejprve byly zjištěny změny (respektive přírůstky) hmotností vzorků po expozici a přepočteny na jednotku plochy vzorku. Změny hmotnosti vzorků bývají úměrné koroznímu napadení vzorků po expozici. Výsledky jsou shrnuty v grafu na obr. 1.



Obr. 1 Změny hmotnosti vzorků testovaných materiálů po expozici přepočtené na plochu vzorků

Fig. 1 Average weight changes of samples of tested alloys after exposure

Po expozici v prostředí helia byl zaznamenán menší přírůstek hmotnosti u vzorků slitiny Inconel 738 oproti

vzorkům slitiny Inconel 713LC, zatímco změna hmotnosti vzorků obou slitin po expozici v CO₂ je srovnatelná. Změna hmotnosti vzorků po expozici v CO₂ byla více než dvojnásobná oproti změně hmotnosti po expozici ve vysokoteplotním heliu, přestože expozice trvala pouze 200 hod. Z toho lze usuzovat na vyšší agresivitu prostředí CO₂ při teplotě 900 °C oproti agresivitě prostředí helia se stopovým obsahem příměsí při stejné teplotě.

Průměrné zastoupení prvků v povrchové korozní vrstvě exponovaných vzorků dle EDS analýzy je uvedeno v tab. 3. Povrchové korozní vrstvy vzorků exponovaných v prostředí vysokoteplotního V/HTR helia obsa-

hují zejména chróm, kyslík, hliník, ale také nikl a pravděpodobně i několik procent uhlíku (to nelze tvrdit s jistotou, výsledný obsah uhlíku je získán dopočtem do 100 %). Zejména zastoupení hliníku a niklu v povrchové korozní vrstvě je poměrně vysoké. Z tohoto složení lze usuzovat na přítomnost oxidů hliníku a chrómu, případně i dalších sloučenin (kyslík se zpravidla váže přednostně na chróm nebo hliník). Přítomnost konkrétních sloučenin v povrchové vrstvě by mohl upřesnit jiný typ analýzy (např. rentgenová XRD analýza), ta ale při tomto výzkumu využita nebyla.

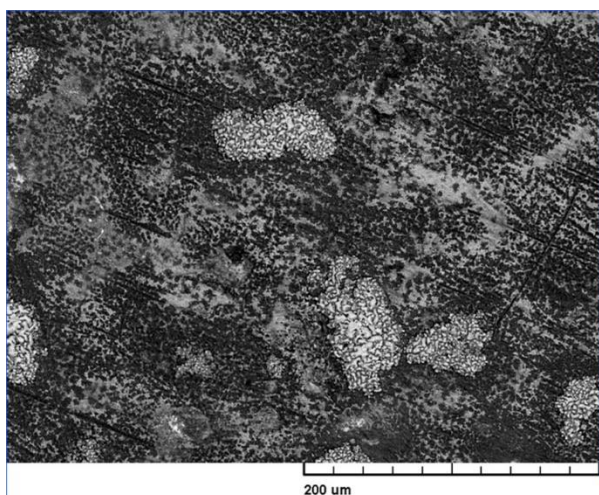
Tab. 3 Průměrné složení povrchové korozní vrstvy vzorků slitin po expozici (% hm.)

Tab. 3 Average composition of surface layers of samples after exposure (wt %)

| Slitina | Expozice | C | O | Al | Ti | Cr | Co | Ni | Mo | Ostatní |
|---------------|--------------------------------|-----|------|------|------|------|-----|------|-----|---------|
| Inconel 738 | V/HTR /900 °C/1000 h. | 2,3 | 25,4 | 24,6 | 1,6 | 13,2 | 5,0 | 25,3 | 1,2 | Bal. |
| | CO ₂ /900 °C/200 h. | - | 32,7 | - | 35,7 | 31,7 | - | - | - | Bal. |
| Inconel 713LC | V/HTR /900 °C/1000 h. | 3,6 | 30,7 | 30,1 | 2,1 | 11,2 | - | 21,2 | 1,2 | Bal. |
| | CO ₂ /900 °C/200 h. | - | 30,6 | - | 1,8 | 66,5 | - | 1,1 | - | Bal. |

V případě vzorků exponovaných v atmosféře CO₂ byl na povrchu slitiny Inconel 738 detekován kyslík, titan a chróm, na povrchu slitiny Inconel 713LC především kyslík a chróm. Lze předpokládat, že korozní vrstvy jsou tvořeny především oxidy chrómu, hliníku, popř. titanu.

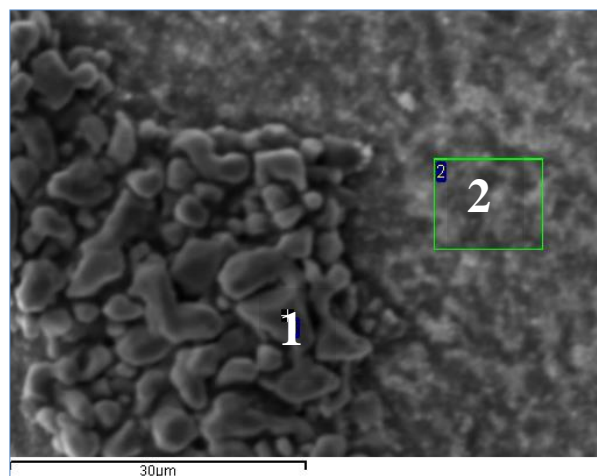
Na SEM snímku povrchu vzorku slitiny Inconel 713LC exponovaného v prostředí V/HTR helia (obr. 2) lze pozorovat, že povrchová vrstva není zcela homogenní. Vyskytují se zde 2 typy vrstev (2 fáze) lišící se prvkovým složením.



Obr. 2 SEM snímek povrchu slitiny Inconel 713LC po 1000 hod. expozici v prostředí V/HTR helia při 900 °C
Fig. 2 SEM picture of Inconel 713LC sample exposed in V/HTR helium at 900 °C/1000 hours

V jedné z vrstev převažuje chróm, dále je zde obsažen v malém množství kyslík a pravděpodobně i uhlík.

Druhý typ vrstvy je bohatý na kyslík, který pravděpodobně tvoří oxid s hliníkem, tato vrstva obsahuje i vysoké procento niklu (viz tabulka SEM-EDS analýzy pod obr. 3).



| Spektrum | C | O | Al | Ti | Cr | Ni | Ostatní |
|----------|-----|------|------|-----|------|------|---------|
| 1 | 9,9 | 1,0 | 0,2 | 1,0 | 83,0 | 4,1 | Bal. |
| 2 | 3,3 | 32,9 | 33,4 | 1,0 | 6,5 | 22,0 | Bal. |

Obr. 3 Složení korozních vrstev na povrchu slitiny Inconel 713 po 1000 hod. expozici v prostředí helia při 900 °C (údaje v hm. %)

Fig. 3 Corrosion scales composition on the surface of the alloy Inconel 713 after exposure in simulated helium coolant at 900 °C (wt. %)

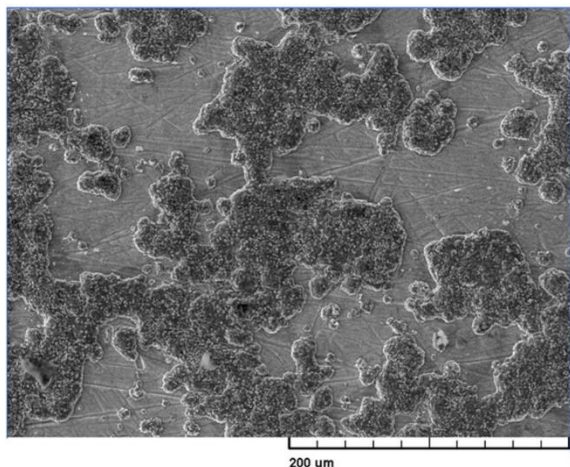
V tomto případě je obsah kyslíku vysoký v obou typech vrstev, lze předpokládat, že jsou tvořeny převážně oxidy. V jedné fázi převažuje hliník a nikl, v druhé chróm a titan. Ve vrstvě č. 1 (dle číslování na obr. 5)

půjde zřejmě o oxidy hliníku, chrómu a pravděpodobně i niklu (i když tento prvek může být vázán i jiným způsobem), ve vrstvě č. 2 pak půjde o oxidy chrómu a titanu. Dále lze předpokládat i nauhličení povrchových vrstev.

Vysvětlení vzniku takto nehomogenní vrstvy na povrchu slitiny není úplně jednoduché, zřejmě bude třeba dalšího výzkumu a případně i využití dalšího typu analýz (např. rentgenů – XRD). Jednou z příčin vzniku nehomogenních korozních vrstev mohou být nehomogenity ve složení slitiny, které byly zjištěny pomocí SEM-EDS analýzy na neexponovaných vzorcích.

V případě vzorků exponovaných v atmosféře vysokoteplotního CO₂ byl pomocí SEM-EDS analýzy na povrchu slitiny Inconel 738 detekován titan a chróm, na povrchu slitiny Inconel 713LC především chróm. Lze předpokládat, že korozní vrstvy jsou tvořeny především oxidy chrómu, hliníku, popř. titanu (viz tab. 3).

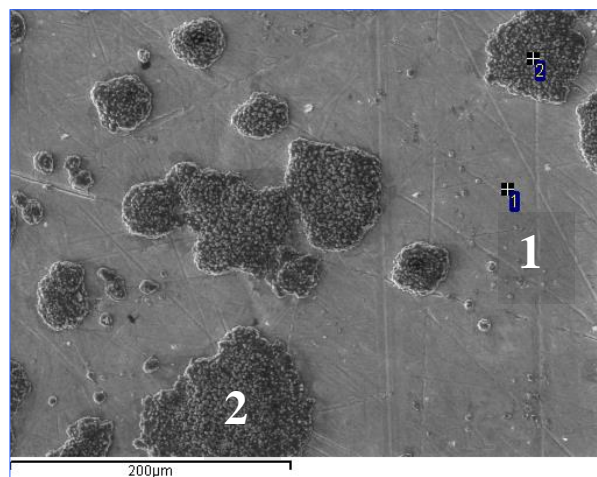
Přinejmenším dva typy korozních vrstev lišících se prvkovým složením byly detekovány rovněž na povrchu vzorků slitiny Inconel 738 exponovaných v prostředí vysokoteplotního helia (obr. 4 a 5).



Obr. 4 Povrch slitiny Inconel 738 po 1000 hod. expozici v prostředí V/HTR helia při 900 °C

Fig. 4 The surface of the Inconel 738 alloy after exposure in simulated V/HTR helium coolant at 900 °C

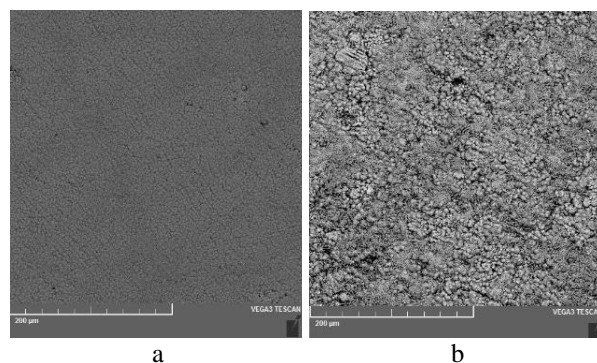
Vrstva na povrchu vzorků slitin exponovaných v prostředí vysokoteplotního CO₂ byla poměrně kompaktní a homogenní (obr. 6). Na příčných řezech exponovaných vzorků bylo pozorováno korozní napadení do hloubky materiálu. U vzorků slitiny Inconel 713LC exponovaných v prostředí V/HTR helia bylo pozorováno napadení do hloubky 10, místy 20 μm (snímek z optického mikroskopu na obr. 7). Na povrchu vzorků nebyla na příčných řezech viditelná kompaktní korozní vrstva. Dle údajů zjištěných pomocí SEM-EDS se v místech korozního napadení vyskytují především oxidy hliníku. Na příčných řezech vzorků slitiny Inconel 738 bylo pozorováno po expozici ve vysokoteplotním heliu napadení do hloubky vesměs lokálního charakteru (obr. 8) sahající do hloubky až 20 μm.



| Spektrum | C | O | Al | Ti | Cr | Co | Ni | Ostatní |
|----------|-----|------|------|------|------|-----|------|---------|
| 1 | 2,6 | 26,4 | 25,9 | 1,5 | 12,3 | 4,7 | 24,5 | Bal. |
| 2 | 5,2 | 17,7 | 0,5 | 25,3 | 48,5 | 1,3 | 1,6 | Bal. |

Obr. 5 Složení vrstev na povrchu slitiny Inconel 738 po 1000 hod. expozici v prostředí V/HTR helia při 900 °C (údaje v hm. %)

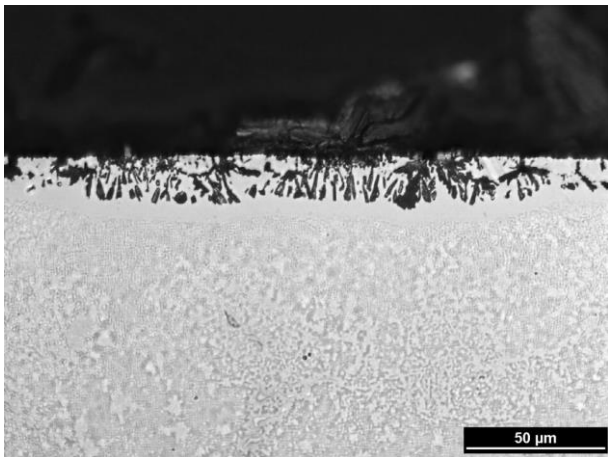
Fig. 5 Scales composition on the surface of the alloy Inconel 738 after exposure in simulated V/HTR helium coolant at 900 °C (wt. %)



Obr. 6 Povrch vzorků po expozici v atmosféře CO₂ při 900 °C po dobu 200 hod. a – Inconel 713m b – Inconel 738

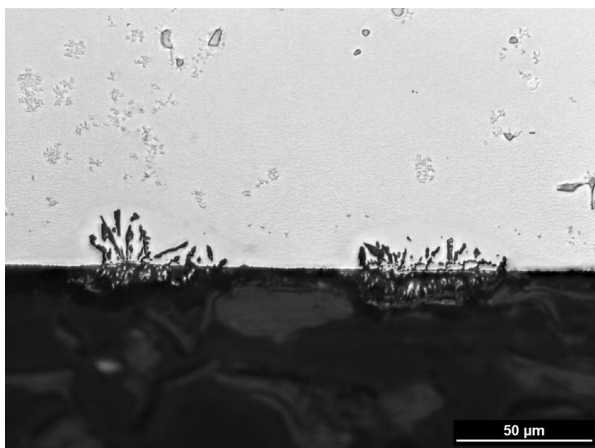
Fig. 6 Sample surface after 200 hours exposure in CO₂ at 900 °C a – Inconel 713m b – Inconel 738

I v případě této slitiny bylo pomocí SEM-EDS zjištěno, že v místech korozního napadení pod povrchem vzorku se vyskytují především oxidy hliníku, na povrchu v místech napadení pak oxidy titanu. Korozní napadení do hloubky pozorované na vzorcích testovaných slitin exponovaných v prostředí vysokoteplotního CO₂ lze pozorovat na SEM snímcích na obr. 9 (pro slitinu Inconel 713LC) a 10 (pro slitinu Inconel 738). V obou případech lze pozorovat na povrchu kompaktní korozní vrstvu (silnější v případě slitiny Inconel 738) a napadení do hloubky materiálu. Tloušťka povrchové vrstvy se v případě slitiny Inconel 713LC pohybuje kolem 5 μm, v případě slitiny Inconel 738 je její tloušťka zhruba dvojnásobná.



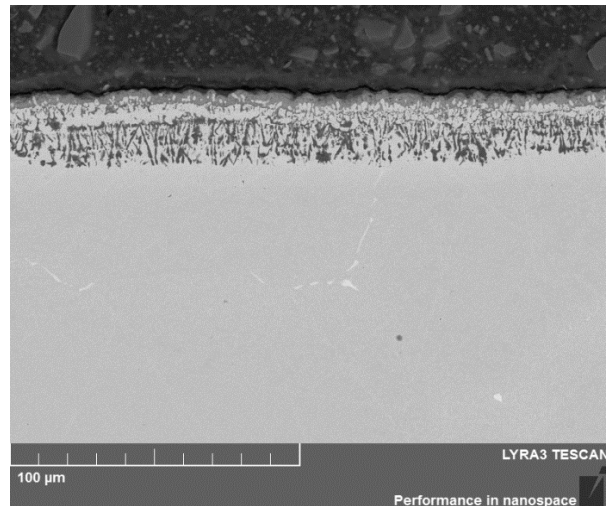
Obr. 7 Korozní napadení do hloubky slitiny Inconel 713LC po 1000 hod. expozici v prostředí vysokoteplotního V/HTR helia při 900 °C

Fig. 7 The cross section of the Inconel 713LC alloy specimen after 1000 h. exposure in simulated V/HTR helium coolant at 900 °C



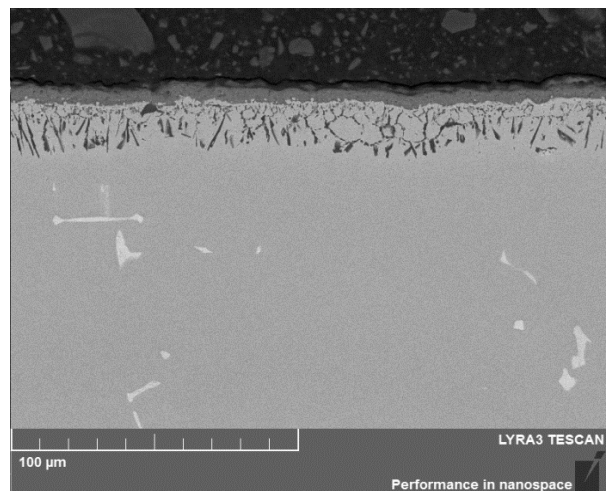
Obr. 8 Snímky korozního napadení do hloubky slitiny Inconel 738 po 1000 hod. expozici v prostředí vysokoteplotního V/HTR helia při 900 °C

Fig. 8 The cross section of the Inconel 738 alloy specimen after 1000 h. exposure in simulated helium coolant at 900 °C



Obr. 9 Metalografický výbrus vzorku Inconel 713LC po 200 hod. expozici v prostředí CO₂ při 900 °C

Fig. 9 Cross-section of Inconel 713LC after 200 hours exposure at 900°C in CO₂

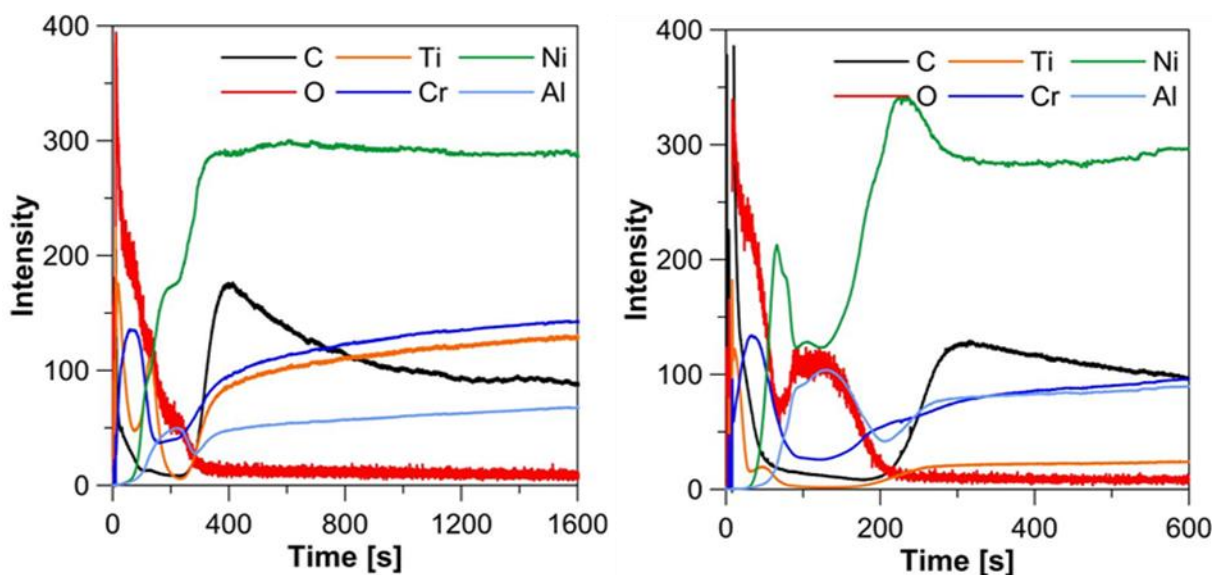


Obr. 10. Metalografický výbrus vzorku Inconel 738 po 200 hod. expozici v prostředí CO₂ při 900 °C

Fig. 10. Cross-section of Inconel 738 after 200 hours exposure at 900°C in CO₂

Napadení do hloubky sahá u vzorků slitiny Inconel 713LC až cca 30 µm, u vzorků slitiny Inconel 738 cca 20 µm pod povrchovou korozní vrstvou.

Dle profilů GD-OES analýzy vzorků exponovaných ve vysokoteplotním CO₂ (obr. 11) v povrchové korozní vrstvě převládají oxidy chrómu a titanu (zejména v případě slitiny Inconel 738), korozní napadení pod touto povrchovou vrstvou je pak tvořeno především oxidy hliníku. Výraznější podpovrchová oxidace hliníku je patrná v případě slitiny Inconel 738. Lze říci, že korozní napadení slitiny Inconel 738 po expozici ve vysokoteplotním CO₂ má podobný charakter jako korozní napadení po expozici v atmosféře V/HTR chladiwa. Dále je z GD-OES profilů patrné nauhličení povrchu a naopak oduhličení podpovrchové vrstvy (v případě slitiny Inconel 738 výraznější).



Obr. 11 GD-OES profily příčných řezů vzorků slitin a) Inconel 738, b) Inconel 713LC po 200 hod. expozici v CO₂ při 900 °C

Fig. 11 GD-OES cross-section profiles of samples a) Inconel 738, b) Inconel 713LC after 200 hours exposure in CO₂ at 900 °C

Při srovnání získaných výsledků s výsledky publikovanými v odborné literatuře lze zjistit následující:

Při porovnání charakteru koroze slitin Inconel 713LC a 738 ve vysokoteplotním V/HTR heliu s údaji o korozi jiných slitin na bázi niklu - Inconel 617 a slitiny Alloy 230 v obdobném prostředí [7] se charakter koroze do jisté míry liší. V případě slitin Inconel 617 a Alloy 230 je po expozici za srovnatelných podmínek povrchová korozní vrstva více kompaktní, u slitiny Alloy 230 nezasahuje koroze tak hluboko pod povrch vzorku. Jednou z nich může být fakt, že odlitky ze slitin Inconel 713LC a 738, ze kterých byly vyrobeny vzorky, neprošly žádným mechanickým zpracováním (kováním, válcováním, atd.). Jak bylo uvedeno, výchozí slitina obsahovala nehomogenity ve složení. Naproti tomu polotovary ze slitin Inconel 617 a Alloy 230 se běžně mechanicky zpracovávají. Např. v literatuře [8] je uvedeno, že mechanické zpracování slitin může mít na korozní chování ve vysokoteplotním V/HTR heliu vliv. SEM snímky korozního napadení slitiny Inconel 713LC po 3000 hod. expozici ve V/HTR heliu při 900 °C lze nalézt v citaci [8]. Kvalita SEM snímků v této publikaci není příliš vysoká, nicméně lze pozorovat napadení do hloubky několik desítek μm pod povrch. Na některých snímcích má korozní napadení podobný charakter jako v případě vzorku na obr. 7.

Dle zjištěných výsledků lze říci, že výraznější koroze vzorků obou testovaných slitin byla dle očekávání pozorována po expozici ve vysokoteplotním CO₂, byť tato expozice trvala pouze 200 hod. oproti 1000 hod. expozici ve vysokoteplotním heliu. Korozní napadení slitiny Inconel 738 po expozici v prostředí helia bylo pouze lokální, v případě slitiny Inconel 713LC souvislé.

Po expozici v CO₂ se na povrchu slitiny Inconel 738 vytvořila silnější kompaktní korozní vrstva, ale korozní napadení pod touto vrstvou sahalo do cca o 10 μm menší hloubky než v případě slitiny Inconel 713LC.

4. Závěr

V rámci experimentálních programů zaměřených na odolnost slitin ve vysokoteplotním plynném prostředí byly provedeny expoziční testy slitin Inconel 713LC a 738 v atmosféře vysokoteplotního helia obsahujícího stopové množství příměsí (H₂, CO, CH₄, H₂O) a v atmosféře oxidu uhličitého. Expozice proběhly při teplotě 900 °C, v atmosféře helia trvala expozice 1000 hod. a v atmosféře oxidu uhličitého pouze 200 hod.

Hmotnostní přírůstky vzorků po expozici v CO₂ byly více než dvojnásobně vyšší než po expozici v prostředí helia, přestože expozice v CO₂ trvala jen pětinu času expozice v heliu. Na povrchu vzorků exponovaných v prostředí helia byly detekovány dvě různé vrstvy lišící se prvkovým složením, na povrchu vzorků exponovaných ve vysokoteplotním CO₂ byla pozorována více méně kompaktní korozní vrstva. Napadení do hloubky materiálu zasahovalo po expozici v prostředí helia 10–20 μm pod povrch vzorků testovaných slitin, v případě slitiny Inconel 713LC bylo souvislé, v případě slitiny Inconel 738 pak spíše lokálního charakteru. Po expozici ve vysokoteplotním CO₂ pak bylo u obou slitin rovnoměrné a zasahovalo 20–30 μm pod povrchovou korozní vrstvou. Tyto výsledky naznačují, že slitina Inconel 738 vykazovala o něco vyšší korozní odolnost v prostředí vysokoteplotního helia, v prostředí vysokoteplotního CO₂ je korozní odolnost obou slitin srovnatelná.

Odborných publikací věnujících se korozní odolnosti uvedených slitin ve specifickém vysokoteplotním

plynném prostředí existuje jen omezené množství (zvláště publikací z posledních 10 let). Získané výsledky tak rozšiřují znalosti o korozní odolnosti těchto slitin v prostředí vysokoteplotního V/HTR helia i oxidu uhličitého. V rámci dalšího výzkumu je plánováno pokračování v testech vysokoteplotní koroze zejména slitiny Inconel 738. Soubor výsledků bude rozšířen o výsledky testů vysokoteplotní koroze po delší expozici (tj. déle než 1000 hod.), dále je plánováno využití i dalších typů analýz (např. XRD) pro získání detailnějších údajů o složení korozních vrstev.

Poděkování

Předložená práce vznikla díky projektům TA ČR TK01030089 a TK02030024.

Autoři děkují kolegovi z Ústavu kovových materiálů a korozního inženýrství VŠCHT Praha Ing. J. Kubáskovi, Ph.D. a kolegům z ÚJV Řež a.s. Ing. Z. Vávřovcové a Ing. D. Tonarové za vyhotovení snímků z optického a SEM mikroskopu a GD-OES spekter.

Literatura

1. El-Awadi G.A., Abdel-Samad S., Elshazly E. S., *Applied Surface Science*, 378, 2016 224
2. Shakerin S., Omidvar H., Mirsalehi S. E., *Materials and Design* 89, 2016 611
3. dostupné z <https://www.steelforge.com/inconel-713c/> 28.5.2021
4. Natesan K., Purohit A., Tam S. W., report NUREG/CR-6824: Materials Behaviour in HTGR Environments, Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, 2003.
5. dostupné z: <http://u12133.fs.cvut.cz/assets/subject/files/32/presne-liti-na-vytavitelny-model.pdf> 14.10.2019 28.5.2021
6. Cabet C., Terlain A., Girardin G., Kaczorowski D., Blat M., Séran J. L., Dubiez Le Golf S., Benchmark CEA – AREVA NP – EDF of the Corrosion Facilities for VHTR Proceedings of ICAPP 2007 Nice, France, May 13-18, 2007, Paper 7192
7. Cabet C., Rouillard F., *Journal of Nuclear Materials* 392, 2009, 235
8. Thompson, L.D.: Effects of surface condition on the simulated reactor helium corrosion behavior of several candidate metallic structural materials, Anon. Mater-environ interact in struct and pressure containment serv. New York, NY. ASME. 1980., 107
9. Poláčková J., Petrů J., Janák M., Berka J., Krausová A., *Koroze a ochrana materiálu* 61(4), 2017 143
10. Berka J., Víden I., *Paliva* ,6(1), 2014, 7
11. Lai G. Y., *High-Temperature Corrosion and Material Applications 2007*, ASM International, Ohio

Summary

Degradation of nickel-based alloys for precise casting in high-temperature gas environment

Jan Berka, Jana Petrů

The corrosion resistance of the alloys designed for precise casting Inconel 713LC and Inconel 738 in high temperature gas environment were tested. The environments during tests simulated helium coolant of advanced gas cooled reactors and high temperature carbon capture storage environment (CO₂). The specimens were exposed in helium containing 500 vppm CO, 100 vppm CH₄, 100 vppm H₂ a 10 vppm H₂O at 900 °C for 1000 hours and in CO₂ at 900 °C during 200 hours. After exposure weight changes were investigated, the corrosion damage was observed by optical and electron microscope, the samples exposed in CO₂ were investigated by XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy), GD-OES (Glow Discharge Optical Emission Spectrometry). After exposure in helium, 2 types of scales with different composition were observed on the sample surface. The depth corrosion damage was up to 20 μm, on the alloy Inconel 738 was deep corrosion damage only local, on the alloy Inconel 713LC continuous. After exposure in CO₂ the surface corrosion layer was compact and almost uniform, corrosion interfered up to 30 μm under the surface layer. In high temperature helium, the alloy Inconel 738 could be said to be more corrosion resistant than Inconel 713LC. In high temperature CO₂ both tested alloys performed almost the same corrosion resistance.