

ŽILinskÁ UNIVERZITA V ŽILINE
Strojnícka
fakulta

AUTOREFERÁT DIZERTAČNEJ PRÁCE



ŽILINSKÁ UNIVERZITA V ŽILINE
Strojnícka
fakulta

Ing. Veronika Chvalníková

AUTOREFERÁT DIZERTAČNEJ PRÁCE

Vplyv podmienok deformácie na náchylnosť na scitlivenie austenitických ocelí

The effect of deformation conditions on the sensitization susceptibility of austenitic stainless steels

Na získanie akademického titulu **doktor**
(„philosophiae doctor“, v skratke „PhD.“)
v študijnom odbore Strojárstvo
v študijnom programe Technické materiály

Žilina 2026

Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia na Žilinskej univerzite v Žiline, Strojníckej fakulte, Katedre materiálového inžinierstva.

Predkladateľ: Ing. Veronika Chvalníková
Žilinská univerzita v Žiline
Strojnícka fakulta
Katedra materiálového inžinierstva

Školiteľ: doc. Ing. Milan Uhrčík, PhD.
Žilinská univerzita v Žiline
Strojnícka fakulta
Katedra materiálového inžinierstva

Oponenti: **1. prof. Ing. Mária Dománková, PhD.**
Ústav materiálov
Materiálovotechnologická fakulta STU
so sídlom v Trnave

2. prof. Ing. Otakar Bokůvka, PhD.
Katedra materiálového inžinierstva
Strojnícka fakulta
Žilinská univerzita v Žiline

3. dr hab. inž. Marek Roszak
Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
Wydział Mechaniczny Technologiczny
Politechnika Śląska

Autoreferát bol rozoslaný dňa:

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa **25.08.2026 o 9:00 hod.** v zasadacej miestnosti dekana SjF, **BA 205**, SjF, Univerzitná 8215/1, 010 26, Žilina, pred komisiou pre obhajobu dizertačnej práce schválenou odborovou komisiou v študijnom odbore Strojárstvo, v študijnom programe **Technické materiály**, vymenovanou dekanom Strojníckej fakulty, Žilinskej univerzity v Žiline.

S dizertačnou prácou je možné sa oboznámiť na referáte pre vedu a výskum dekanátu SjF, UNIZA, Univerzitná 8215/1, 010 26 Žilina.

prof. Ing. Eva Tillová, PhD.
predseda komisie pre obhajobu dizertačnej práce

Obsah

Úvod	5
1 Stručný prehľad problematiky	6
Deformačné mechanizmy v metastabilných austenitických oceliach	6
Scitlivenie a samoliečenie	6
2 Témy dizertačnej práce	7
3 Metodika experimentov	8
Experimentálny materiál	8
Plastická deformácia valcovaním	8
Scitlivenie	8
Metalografická príprava a charakterizácia mikroštruktúry	8
Kvantitatívne vyhodnotenie stupňa scitlivenia (DOS)	10
Mechanické skúšky a fraktografia	10
4 Dosiahnuté výsledky a diskusia	11
Vplyv podmienok valcovania na aktiváciu deformačných mechanizmov	11
Vplyv plastickej deformácie na kinetiku scitlivenia	13
Analýza dynamického lomového správania	16
Záver	21
Prínos pre ďalší rozvoj vedy a pre prax	22
Prínos pre ďalší rozvoj vedy	22
Prínos pre prax	22
Resumé	23
Zoznam publikačnej činnosti doktoranda	24
Zoznam použitej literatúry	26

Úvod

Austenitické nehrdzavejúce ocele tvoria jednu z najvýznamnejších a najrozšírenejších skupín konštrukčných materiálov súčasnosti. Vďaka priaznivej kombinácii vysokej koróznej odolnosti, dobrých mechanických vlastností a výbornej technologickej spracovateľnosti nachádzajú uplatnenie v chemickom, energetickom, potravinárskom a zdravotníckom priemysle, ako aj v kryogénnych a dopravných aplikáciách. Spomedzi nich patrí oceľ AISI 304L medzi najpoužívanejšie, pretože jej znížený obsah uhlíka (max. 0,03 hm. %) obmedzuje precipitáciu karbidov chrómu počas zvárania a tepelného ovplyvnenia [1,2].

Napriek týmto prednostiam môže byť korózna odolnosť austenitických ocelí kriticky narušená degradačným procesom známym ako scitlivenie. Pri tepelnej expozícii v kritickom teplotnom intervale (približne 550 – 650 °C) dochádza k precipitácii karbidov chrómu na hraniciach zŕn a k vzniku úzkych ochudobnených zón, ktoré výrazne znižujú odolnosť voči medzikryštalickej korózii. Tento jav predstavuje vážne bezpečnostné a prevádzkové riziko, najmä u komponentov vystavených prevádzkovým teplotám alebo zváraniu [1,2].

Osobitne komplexnou sa stáva situácia, ak je materiál pred tepelnou expozíciou plasticky deformovaný. Predchádzajúca deformácia totiž zásadne mení mikroštruktúru – mení hustotu mriežkových defektov, aktivuje rozdielne deformačné mechanizmy a vytvára nové fázové rozhrania. Tieto zmeny ovplyvňujú nielen kinetiku scitlivenia, ale aj schopnosť materiálu obnoviť svoju koróznú odolnosť tzv. samoliečenie (z angl. self-healing, desenzibilizácia). Doterajšie poznatky pritom neposkytujú ucelený pohľad na to, ako presne špecifické deformačné mechanizmy riadia kinetiku degradácie a samoliečenia metastabilných austenitických ocelí [3].

Predložená dizertačná práca preto skúma vplyv podmienok plastickej deformácie – konkrétne teploty valcovania (100 °C, 200 °C a 400 °C) a stupňa pretvorenia – na náchylnosť metastabilnej austenitickej ocele AISI 304L na scitlivenie a na jej dynamické lomové správanie. Cieľom je vytvoriť prediktívny nástroj umožňujúci cielenú optimalizáciu tvárnenia komponentov určených do korózných a dynamicky namáhaných prostredí [4,5].

Pod'akovanie.

Dizertačná práca bola spracovaná aj vďaka Grantovému systému UNIZA na podporu doktorandského štúdia – grantový projekt (I-24-028-07) „Hodnotenie vplyvu tepelného spracovania vybranej konštrukčnej ocele na šírenie trhlín“ a projektom KEGA 004ŽU-4/2023, KEGA 009ŽU-4/2023, KEGA 033ŽU-4/2026, VEGA 1/0729/26, APVV SK-PL-25-0007.

1 Stručný prehľad problematiky

Austenitická nehrdzavejúca oceľ AISI 304L je nízkouhlíková modifikácia ocele typu 304 so štruktúrou tvorenou austenitom s kubickou plošne centrovanou (FCC) mriežkou. Jej chemické zloženie zvyčajne zahŕňa 18 – 20 % chrómu a 8 – 12 % niklu. Korózna odolnosť materiálu je daná tvorbou pasívnej vrstvy oxidu chrómu na povrchu; jej stabilita je preto priamo závislá od dostatočného obsahu chrómu v tuhom roztoku v blízkosti hraníc zŕn. [2]

Deformačné mechanizmy v metastabilných austenitických oceliach

Oceľ 304L patrí medzi metastabilné austenitické ocele, ktorých reakcia na plastickú deformáciu je výrazne závislá od energie chýb vrstvenia (SFE), a od teploty deformácie. V dôsledku toho sa v materiáli môžu uplatniť tri principiálne odlišné deformačné mechanizmy [6]:

- Dislokačný sklz – dominantný mechanizmus, ktorý umožňuje pohyb dislokácií pri relatívne nízkych úrovniach napätia a uplatňuje sa pri vyšších teplotách deformácie, keď je austenit termodynamicky stabilnejší [7].
- Deformačné dvojčatenie – rozdeľuje vnútro pôvodných zŕn hustou sieťou dvojčatových hraníc a významne zvyšuje plošnú hustotu vnútorných rozhraní [8].
- Deformačne indukovaná martenzitická transformácia (DIMIT) – premena metastabilného austenitu (γ) na α' -martenzit s kubickou priestorovo centrovanou (BCC) mriežkou. Prejavuje sa najmä pri nízkych teplotách deformácie a je podstatou efektu plasticity indukovanej transformáciou (TRIP), ktorý zachováva ťažnosť pri vysokej pevnosti [9].

Aktivácia konkrétneho mechanizmu, prípadne ich synergická kombinácia, priamo určuje výslednú hustotu mriežkových defektov, morfológiu zŕn a topológiu vnútorných rozhraní v materiáli.

Scitlivenie a samoliečenie

Scitlivenie je difúzne riadený proces, pri ktorom sa pri tepelnej expozícii vylučujú karbidy chrómu (typu $M_{23}C_6$) prednostne na hraniciach zŕn. V ich okolí vznikajú zóny ochudobnené o chróm, ktoré strácajú schopnosť pasivácie a stávajú sa prednostným miestom medzikryštalického napadnutia. Kinetika tohto procesu zodpovedá charakteru časovo-teplotno-scitlivovacích (TTS) diagramov, ktorých „nos“ C-krivky predstavuje teplotu s optimálnym pomerom medzi termodynamickou hnacou silou a difúznym koeficientom [10].

Vnesené mriežkové defekty pôsobia na proces dvojako. Na jednej strane znižujú aktivačnú energiu nukleácie a aktivujú mechanizmus dislokačnej difúzie, čím scitlivenie urýchľujú. Na druhej strane, ak je deformáciou vytvorená dostatočne vysoká hustota vnútorných rozhraní, dostupný uhlík sa rozloží na väčšiu plochu a zároveň sa skráti difúzne dráhy pre spätný transport chrómu do ochudobnených zón. To umožňuje proces samoliečenia, pri ktorom materiál obnoví svoju koróznou odolnosť [10,11].

Súčasný stav poznania potvrdzuje, že tvárnenie za studena posúva TTS-krivky precipitácie ku kratším časom. Otázka, ktorá zostáva otvorená a ktorú rieši predložená práca, znie: ktorý konkrétny deformačný mechanizmus a aká topológia defektov vedú k efektívnemu samoliečeniu, a ktoré naopak materiál trvalo degradujú [10,11].

2 Tézy dizertačnej práce

Austenitická nehrdzavejúca oceľ AISI 304L patrí k široko využívaným konštrukčným materiálom, no jej korózna odolnosť môže byť kriticky narušená procesom scitlivenia pri tepelnej expozícii. Vnesenie plastickej deformácie pred tepelným zaťažením tento proces zásadne ovplyvňuje, avšak doterajšie poznatky neposkytujú ucelený pohľad na to, ako presne špecifické deformačné mechanizmy riadia kinetiku degradácie a samoliečenia.

Hlavným cieľom dizertačnej práce je analyzovať vplyv podmienok plastickej deformácie (teploty valcovania a stupňa pretvorenia) na náchylnosť metastabilnej austenitickej ocele AISI 304L na scitlivenie pri izotermickej expozícii a následne posúdiť vplyv tohto štruktúrneho stavu na jej dynamické lomové správanie.

Pre splnenie hlavného cieľa boli stanovené nasledujúce čiastkové úlohy:

- pripraviť jednotlivé série vzoriek s využitím valcovania pri rôznych teplotách (100 °C, 200 °C a 400 °C) s cieľom vytvoriť odlišné deformačné mikroštruktúry riadené rozličnými mechanizmami plastickej deformácie (dislokačný sklz, dvojčatenie a deformačne indukovaná martenzitická transformácia),
- charakterizovať proces scitlivenia v nedeformovanom základnom materiáli, ktorý slúži ako referencia pre porovnanie,
- štruktúrne analyzovať a popísať mikroštruktúru pred-deformovaných a scitlivených sérií vzoriek s využitím metód svetelnej a skenovacej elektrónovej mikroskopie (SEM),
- kvantifikovať vplyv vnesenej deformácie a hustoty hraníc zŕn na stupeň scitlivenia (DOS) a identifikovať optimálne podmienky pre proces difúzneho samoliečenia,
- stanoviť rázovú húževnatosť pri dynamickom namáhaní scitlivených aj nescitlivených vzoriek pri rôznych skúšobných teplotách (kladnej 26 °C a zápornej –75 °C),
- zistiť dominantné mikromechanizmy porušovania pomocou fraktografickej analýzy lomových plôch,
- analyzovať celkovú koreláciu medzi preddeformáciou, kinetikou scitlivenia a výslednou degradáciou mechanických vlastností skúmaného materiálu.

3 Metodika experimentov

Experimentálny materiál

Predmetom experimentálneho výskumu bola metastabilná austenitická nehrdzavejúca oceľ AISI 304L. Vo východiskovom stave po rozpúšťacom žíhaní bola jej mikroštruktúra tvorená rovnoosými polyedrickými austenitickými zrnami s vysokým výskytom žihacích dvojčiat, charakteristickým pre FCC kovy s nízkou energiou chýb vrstvenia. V štruktúre bolo prítomné len obmedzené množstvo zvyškového δ -feritu, ktorý je prirodzeným pozostatkom primárnej kryštalizácie z taveniny.

Plošná hustota hraníc zŕn základného materiálu dosiahla hodnotu $134,89 \mu\text{m}^{-1}$ a priemerná hustota dislokácií (GND) hodnotu $1,39 \pm 1,06 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$. Tieto parametre potvrdzujú, že referenčný materiál nebol deformačne spevnený, a poskytujú východiskový rámec pre kvantifikáciu zmien po valcovaní.

Plastická deformácia valcovaním

Experimentálne série vzoriek boli pripravené valcovaním pri troch riadených teplotách: 100 °C, 200 °C a 400 °C a pri dvoch stupňoch redukcie hrúbky (20 % a 35 %). Cieľom zvolených podmienok bolo vytvoriť odlišné deformačné mikroštruktúry riadené rozdielnymi mechanizmami plastickej deformácie. Prehľad označenia a stavu jednotlivých vzoriek je uvedený v Tab. 1.

Tab. 1 Prehľad experimentálnych vzoriek a aktivovaných deformačných mechanizmov

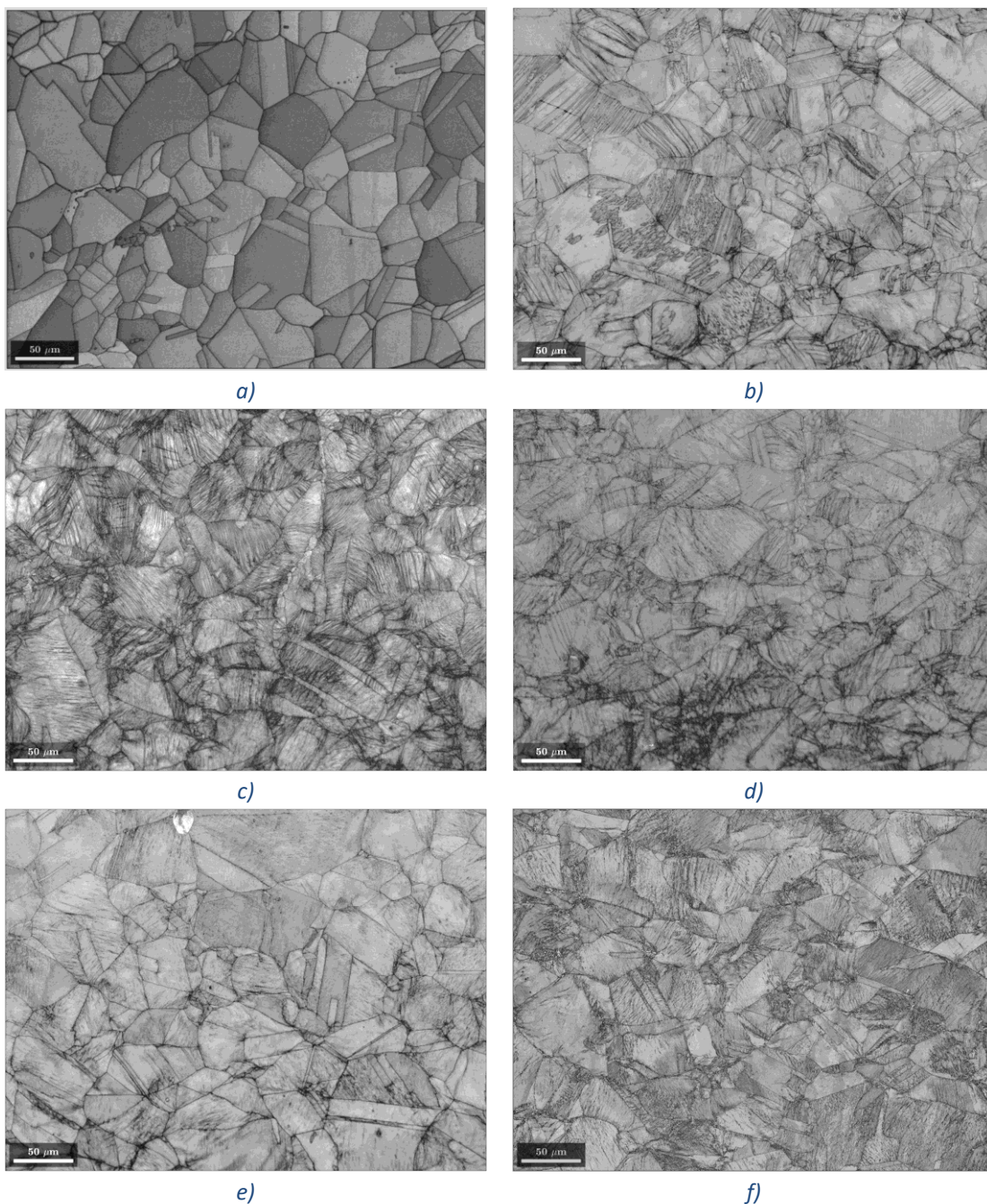
Vzorka	Teplota [°C]	Redukcia [%]	Dominantné deformačné mechanizmy
REF	—	—	nedeformovaný referenčný stav
1	100	20	sklz + dvojčatenie + α' -martenzit
2	100	35	sklz + dvojčatenie + α' -martenzit
3	200	20	dvojčatenie + sklz
4	400	20	dislokačný sklz
5	400	35	dislokačný sklz

Scitlivenie

Pripravené série vzoriek boli podrobené izotermickej tepelnej expozícii (scitlivovaniu) pri troch teplotách 550 °C, 600 °C a 650 °C s časmi výdrže 1, 10 a 100 hodín. Týmto experimentálnym návrhom bolo možné komplexne zmapovať kinetiku precipitácie karbidov chrómu a identifikovať jednak najkritickejšiu teplotu degradácie, jednak časový nástup samoliečenia v závislosti od termomechanickej histórie materiálu.

Metalografická príprava a charakterizácia mikroštruktúry

Mikroštruktúra po valcovaní bola charakterizovaná pomocou difrakcie spätne odrazených elektrónov (EBSD) s vyhodnotením v prostredí **MATLAB-MTEX**. Z nameraných dát boli generované mapy intenzity kontrastu (BC – band contrast), orientačné mapy (IPF), fázové mapy a mapy uhlov misorientácie s príslušným histogramom. Tieto nástroje umožnili s vysokým priestorovým rozlíšením identifikovať morfológiu zŕn, lokalizáciu plastického toku, podiel deformačne indukovaného α' -martenzitu (BCC), plošnú hustotu hraníc zŕn a hustotu geometricky nutných dislokácií (GND).



Obr. 1 BC mapy mikroštruktúry, a) referenčná vzorka, b) vzorka 1, c) vzorka 2, d) vzorka 3, e) vzorka 4, f) vzorka 5

Na výsledných BC mapách sa oblasti s vysokou hustotou deformačnej energie zobrazujú ako tmavé línie, pásma alebo siete pixelov s nízkou kvalitou indexovania (Obr. 1). BC mapy umožňujú s vysokým priestorovým rozlíšením identifikovať morfológiu zŕn, lokalizáciu plastického toku, hustotu a orientáciu sklzových pásov a prítomnosť subštruktúr. Vývoj mikroštruktúry ocele AISI 304L výrazne závisí od zvolených podmienok tvárnenia. Kombinácia teploty valcovania a veľkosti redukcie určuje spôsob, akým materiál akumuluje a uvoľňuje deformačnú energiu.

Kvantitatívne vyhodnotenie stupňa scitlivenia (DOS)

Náchylnosť na scitlivenie bola kvantifikovaná kombináciou skenovacej elektrónovej mikroskopie, pokročilej obrazovej analýzy a matematickej analýzy. SEM snímky napadnutej mikroštruktúry (detektor sekundárnych elektrónov, analyzovaná plocha $A_{tot} = 1\,102\,500\ \mu\text{m}^2$) boli spracované v softvéri ImageJ. Aplikovaný postup zahŕňal potlačenie šumu, detekciu hrán, binarizáciu a následnú skeletizáciu siete napadnutých hraníc, čím sa eliminovala subjektívna chyba hodnotiteľa.

Stupeň scitlivenia (DOS) bol vypočítaný ako podiel skutočnej dĺžky napadnutých hraníc voči celkovej dĺžke hraníc v mikroštruktúre podľa vzťahu:

$$DOS = \left(\frac{\left(\frac{L_{at}}{A_{tot}} \right)}{L_v} \right) \cdot 100 [\%]$$

kde L_{at} je priemerná celková dĺžka napadnutých hraníc zŕn [μm^1], A_{tot} je celková analyzovaná plocha [μm^2] a L_v je plošná hustota všetkých hraníc zŕn [μm^{-1}] vypočítaná v prostredí MATLAB-MTEX. Tento prístup umožňuje objektívne porovnanie podielu skutočne napadnutých hraníc nezávisle od počiatkovej veľkosti zrna jednotlivých vzoriek. Každé meranie bolo opakované nezávisle trikrát a výsledná hodnota predstavuje aritmetický priemer.

Mechanické skúšky a fraktografia

Mechanická odozva pri dynamickom rázovom namáhaní bola hodnotená skúškou rázom v ohybe na Charpyho kladivo s nominálnou energiou 300 J, v súlade s normou STN EN ISO 148-1. Použité boli štandardné skúšobné telesá s V-vrubom ($10 \times 10 \times 55\ \text{mm}$, hĺbka vrubu 2 mm, uhol 45°), pričom vrub bol orientovaný kolmo na smer valcovania kvôli zachyteniu anizotropie tvárnenia.

Pre oddelenie vplyvu mikroštruktúry a precipitácie karbidov boli testované dva stavy: nescitlivený stav (AR) a stav po scitlivení pri $650\ ^\circ\text{C}$ počas 10 hodín (SC). Obe série boli skúšané pri dvoch teplotách: referenčnej $+26\ ^\circ\text{C}$ (stabilná austenitická matrica riadená plastickou deformáciou) a zápornej $-75\ ^\circ\text{C}$ (obmedzenie dislokačného sklzu a posúdenie vplyvu α' -martenzitu na krehnutie). Nízko teplotné skúšky prebehli v chladiacej komore LABOR TECH s temperovaním vzoriek 2 hodiny.

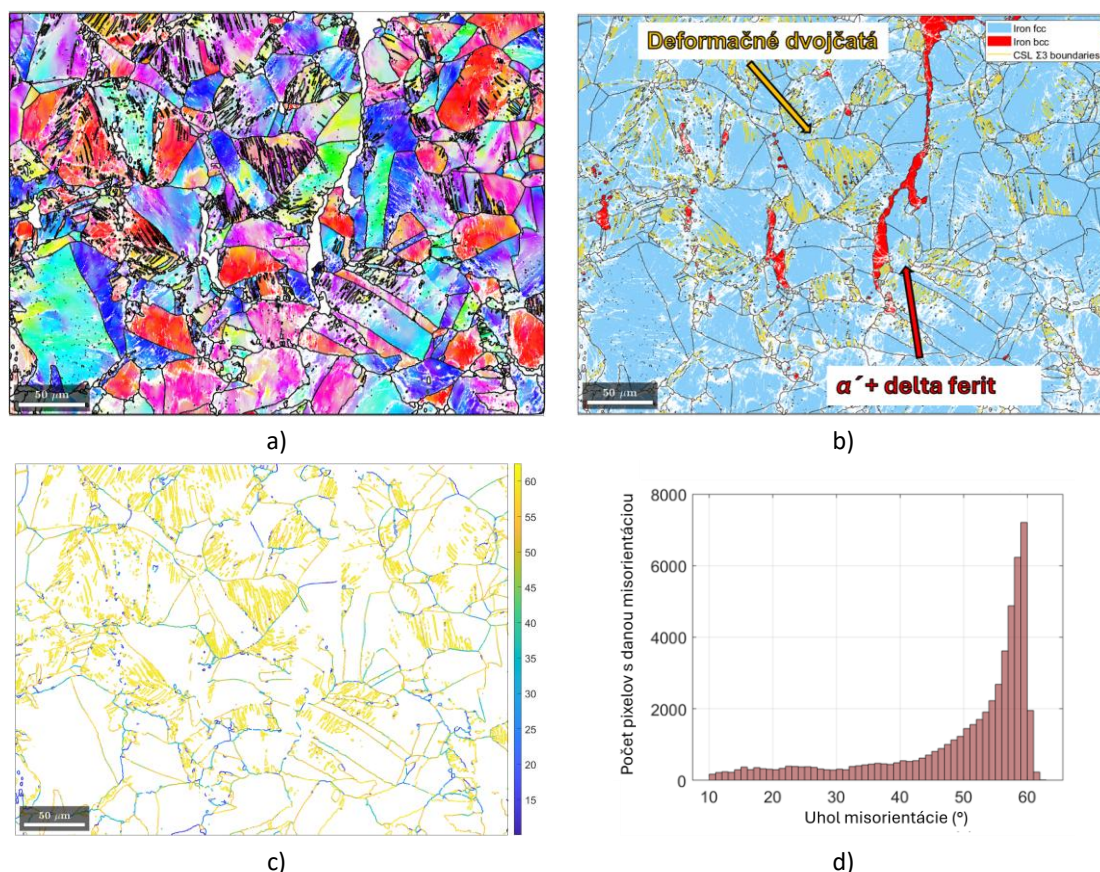
Fraktografická analýza lomových plôch bola realizovaná na skenovacom elektrónovom mikroskope TESCAN VEGA LMU II s cieľom identifikovať dominantné mikromechanizmy porušovania v závislosti od štruktúrneho stavu a teploty skúšania

4 Dosiahnuté výsledky a diskusia

Dosiahnuté výsledky sú usporiadané do troch logických celkov, ktoré kopírujú príčiny, následky a reťazec celej štúdie: najprv vplyv podmienok valcovania na aktiváciu deformačných mechanizmov a výslednú mikroštruktúru, následne vplyv tejto mikroštruktúry na kinetiku a topológiu scitlivenia, a napokon premietnutie oboch faktorov do dynamického lomového správania materiálu.

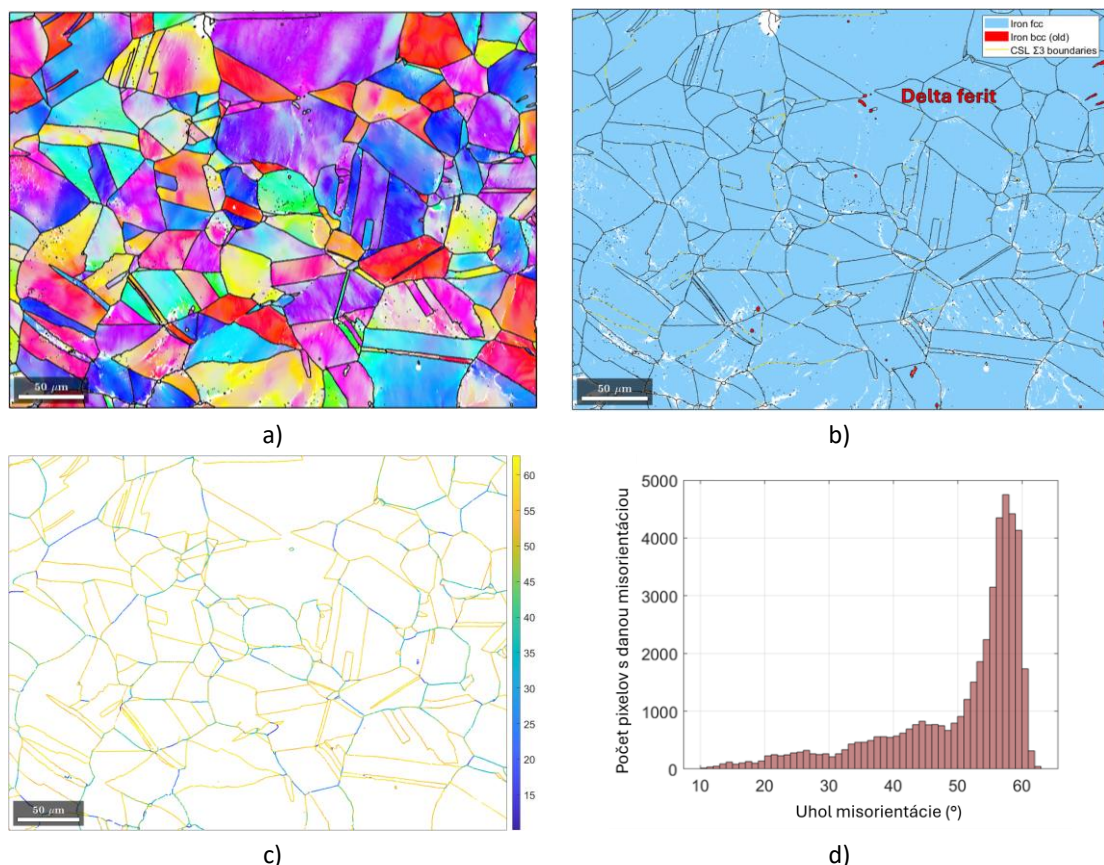
Vplyv podmienok valcovania na aktiváciu deformačných mechanizmov

Analýza EBSD dát jednoznačne preukázala, že teplota valcovania riadi aktiváciu deformačných mechanizmov a tým aj výslednú hustotu mriežkových porúch. Pri najnižšej teplote deformácie (100 °C) sa vďaka nízkej energii chýb vrstvenia uplatnili všetky tri mechanizmy súčasne. Vnútro pôvodných zŕn bolo intenzívne rozdelené hustou sieťou deformačných dvojčiat a sklzových pásov, pričom v priesečníkoch týchto pásov vznikol deformačne indukovaný α' -martenzit. Tento stav sa prejavil kvantitatívnym aj kvalitatívnym maximom plošnej hustoty hraníc zŕn, ktorá pri vzorke 2 dosiahla hodnotu 305,01 mm⁻¹.



Obr. 2 Výsledky EBSD analýzy pre vzorku 2, a) IPF mapa zobrazujúca orientáciu zŕn; b) fázová mapa zobrazujúca modrou – FCC austenit, červenou – BCC fáza (α' -martenzit a δ -ferit), žltou - dvojčatové hranice; c) mapa misorientácie; d) histogram uhlov misorientácie

Zvýšenie teploty na 200 °C potlačilo martenzitickú premenu a štruktúre dominovali deformačné dvojčatá a sklzové pásy, čo viedlo k strednej hustote rozhraní (212,57 mm⁻¹). Naopak, pri tvárnení pri 400 °C, kde je austenit termodynamicky stabilnejší, bola fázová premena úplne potlačená a mechanická energia bola absorbovaná výlučne dislokačným sklzom. Pôvodná sieť vysokouhlových hraníc si zachovala topologickú kontinuitu a celková hustota rozhraní zostala na kriticky nízkej úrovni (124,81 mm⁻¹), takmer identickej s nedeformovaným referenčným materiálom.



Obr. 3 Výsledky EBSD pre vzorku 4, a) IPF mapa zobrazujúca orientáciu zŕn; b) fázová mapa zobrazujúca modrou – FCC austenit, červenou – BCC fáza (α' -martenzit a δ -ferit), žltou - dvojčatové hranice; c) mapa misorientácie; d) histogram uhlov misorientácie

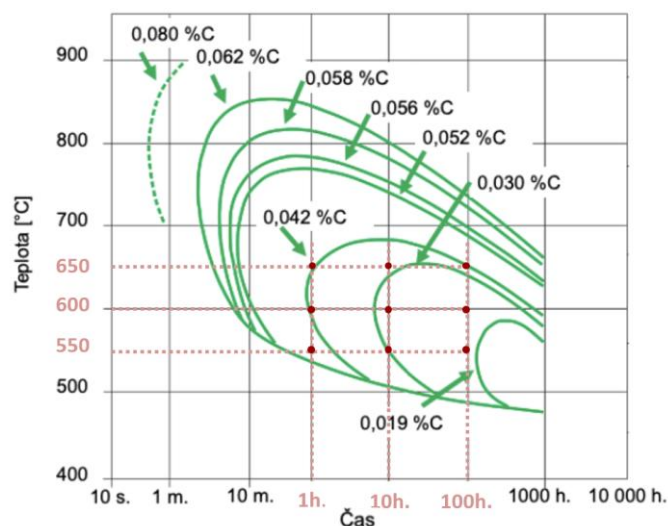
Plynulú zmenu deformačného správania s teplotou potvrdzujú kľúčové kvantitatívne charakteristiky uvedené v Tab. 2. Zatiaľ čo objemový podiel fáz s BCC mriežkou narastá s mierou deformácie pri 100 °C až na hodnotu 4,1 %, pri zvýšení teploty na 200 °C a 400 °C tento podiel prudko klesá k úrovni nedeformovaného stavu (2,0 %), čo definitívne potvrdzuje potlačenie fázovej premeny pri vyšších teplotách. Rádový nárast priemernej hustoty dislokácií je naproti tomu prítomný vo všetkých valcovaných stavoch bez ohľadu na teplotu.

Tab. 2 Vybrané mikroštruktúrne charakteristiky z EBSD analýzy v závislosti od podmienok deformácie (zelená – maximum hustoty rozhraní, oranžová – nízka hustota)

Vzorka	Teplota [°C]	Podiel $\alpha+\delta$ [obj. %]	Hustota hraníc [mm ⁻¹]	Hustota dislokácií [m ⁻²]
REF	—	2,0	134,89	$1,39 \pm 1,06 \times 10^{13}$
1	100	3,7	281,50	$1,85 \pm 1,59 \times 10^{14}$
2	100	4,1	305,01	$5,2 \pm 2,7 \times 10^{14}$
3	200	2,7	212,57	$2,84 \pm 2,41 \times 10^{14}$
4	400	2,3	124,81	$1,82 \pm 1,66 \times 10^{14}$
5	400	2,6	148,94	$2,99 \pm 3,47 \times 10^{14}$

Vplyv plastickej deformácie na kinetiku scitlivenia

Referenčný (nedeformovaný) materiál vykázal najvyššiu náchylnosť na scitlivenie spomedzi všetkých stavov. Jeho správanie plne korelovalo s teoretickými TTS diagramami (Obr. 4): ako najkritickejšia sa potvrdila teplota 650 °C, ktorá zodpovedá „nosu“ C-krivky precipitácie. Pri tejto teplote dosiahol podiel napadnutých hraníc 62,17 % už po 1 hodine a narástol až na 74,06 % po 100 hodinách, čo indukuje tvorbu súvislej karbidickej siete.

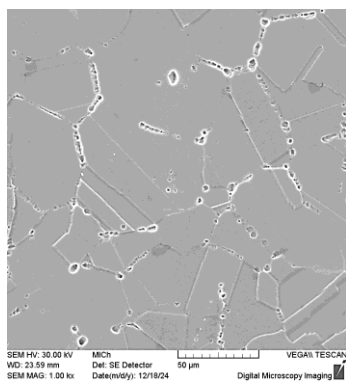


Obr. 4 Pracovná oblasť TTS diagramu (červené body)

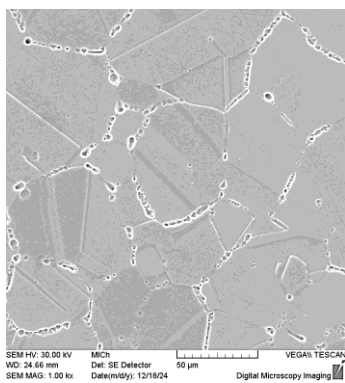
Difúzia chrómu pri teplote 550 °C (Obr. 5) bola značne kineticky obmedzená, čo bránilo tvorbe súvislých karbidických sietí. Zvýšenie teploty prinieslo evidentnú zmenu v charaktere naleptania. Vyleptanie pri čase 1 hodina bolo veľmi podobné teplote 550 °C. Po 10 hodinách sa pri teplote 600 °C (Obr. 6b) začala formovať súvislejšia vyleptaná sieť s lokálnym výskytom diskontinuálnych častí siete. Po 100 hodinách sa precipitácia stala výraznejšou a podiel vyleptaných hraníc vizuálne narastal. Teplota 650 °C (Obr. 7) sa prejavila ako najpriaznivejšia pre proces scitlivenia testovanej ocele. Už po 1 hodine bolo na snímkach možné identifikovať rozsiahle oblasti, kde boli hranice zŕn súvisle vyleptané do hĺbky. Pri predĺžení času na 10 hodín a 100 hodín došlo k masívnejšej precipitácii, čo sa odzrkadlilo na hrubých kontinuálnych sieťach obklopujúcich väčšinu zŕn sledovanej oblasti. Rovnakú sériu termálnej expozície boli následne podrobené aj série vzoriek s predeformáciou, s cieľom porovnať náchylnosť na scitlivenie so základným materiálom.

Zásadným zistením je, že všetky preddeformované stavy vykázali vo všetkých sledovaných časoch podstatne nižší podiel napadnutých hraníc ako referenčný materiál. Predchádzajúca plastickej deformácia teda celkovo znížila náchylnosť matrice na medzikryštalické porušenie. Po úvodnej hodine expozície pri 650 °C sa hodnoty deformovaných vzoriek pohybovali v úzkom intervale od 14,98 % do 23,17 %, zatiaľ čo referencia dosiahla už 62,17 %.

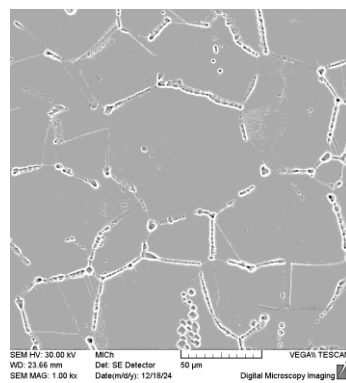
Detailná analýza však odhalila, že rozhodujúcim faktorom dlhodobej stability nie je veľkosť deformácie, ale topológia vnesených defektov. Tento poznatok predstavuje jeden z hlavných vedeckých výsledkov práce a je podrobne rozobratý v nasledujúcich odstavcoch.



a) 1 hodina



b) 10 hodín

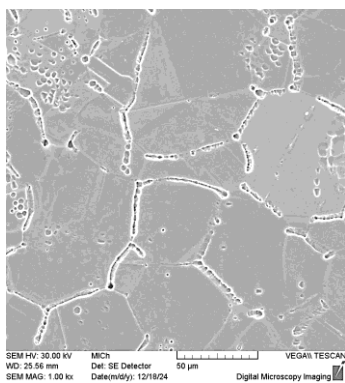


c) 100 hodín

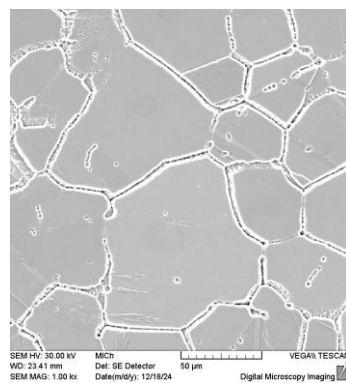
Obr. 5 Mikroštruktúra vzoriek REF po scitlivení (550 °C), elektrolyticky lept.



a) 1 hodina

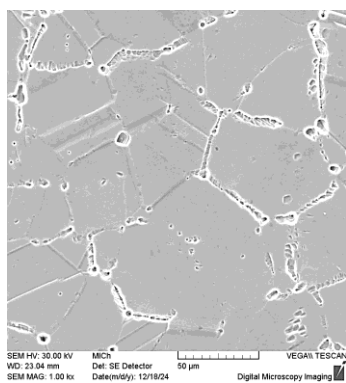


b) 10 hodín

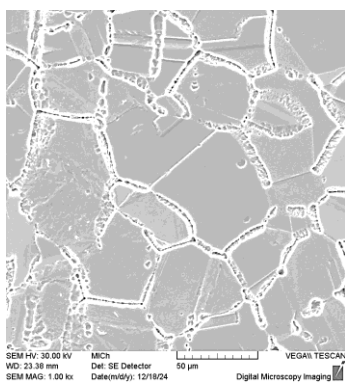


c) 100 hodín

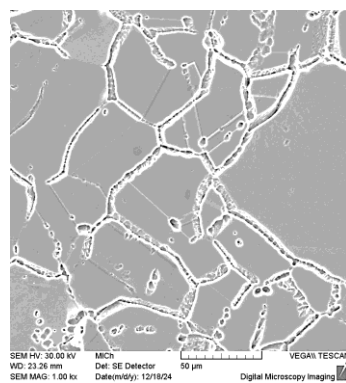
Obr. 6 Mikroštruktúra vzoriek REF po scitlivení (600 °C), elektrolyticky lept.



a) 1 hodina



b) 10 hodín



c) 100 hodín

Obr. 7 Mikroštruktúra vzoriek REF po scitlivení (650 °C), elektrolyticky lept.

Tab. 3 Podiel napadnutých hraníc zŕn (DOS, [%]) ocele AISI 304L v závislosti od podmienok preddeformácie, teploty scitlivenia (550, 600 a 650 °C) a času izotermickej výdrže (1, 10 a 100 h). Hodnoty referenčného (nedeformovaného) materiálu sú uvedené pre porovnanie s deformovanými stavmi (vzorky 1 – 5).

Tab. 3 Podiel napadnutých hraníc (DOS) pri teplote 550, 600, 650 °C

	550 °C	1 hodina	10 hodín	100 hodín	600°C	1 hodina	10 hodín	100 hodín	650°C	1 hodina	10 hodín	100 hodín
REF		48,7	47,1	61,4		47,99	51,19	62,93		62,17	70,09	74,06
1		6,46	11,08	25,94		8,81	18,71	21,42		20,66	23,04	28,71
2		8,35	11,63	24,16		9,54	18,72	14,84		14,98	14,37	19,22
3		7,01	12,69	15,68		14,44	19,48	32,53		15,03	35,07	33,24
4		10,19	21,45	44,89		25,99	29,49	60,65		23,17	39,55	47,86
5		11,51	14,49	33,97		18,91	28,21	40,55		17,02	47,99	55,45

Vplyv deformácie pri teplote 100 °C

Vzorka 2, valcovaná pri 100 °C s najvyššou hustotou hraníc, priamo dokumentuje prechod od scitlivenia k samoliečeniu počas ohrevu pri 650 °C. Po prvej hodine kombinácia vysokej hustoty dislokácií a α' -martenzitu poskytla energiu na masívnu precipitáciu karbidov. Kľúčový zlom však nastáva pri dlhých expozíciách: enormná plocha vnútorných rozhraní v kombinácii s prítomnosťou vysokopriepustnej BCC fázy skrátila difúzne dráhy natoľko, že rýchlosť spätnej difúzie chrómu dokázala plne dotovať chrómový deficit v ochudobnených zónach.

Mechanizmus tohto bleskového samoliečenia má teda dva synergicky pôsobiace zdroje. Po prvé, extrémna hustota hraníc zŕn rozloží konštantný obsah uhlíka na podstatne väčšiu plochu, čím na jednotku dĺžky hranice pripadá menej uhlíka a znižuje sa pravdepodobnosť vzniku súvislej karbidickej siete. Po druhé, deformačne indukovaný α' -martenzit s BCC mriežkou funguje ako difúzna skratka, ktorá zabezpečuje rýchly spätný transport chrómu. Výsledkom je rýchly pokles DOS a obnova koróznej odolnosti – pri 600 °C bol na vzorke 2 dokonca priamo zaznamenaný pokles podielu napadnutých hraníc z lokálneho maxima 18,72 % (10 h) na 14,84 % (100 h) (Tab. 3).

Vplyv deformácie pri teplote 400 °C

Vzorky valcované pri 400 °C (vzorky 4 a 5) predstavujú opačný extrém. Keďže boli deformované výlučne dislokačným sklzom bez tvorby nových vysokouhlových rozhraní, koncentrujú dostupný uhlík na relatívne malú celkovú dĺžku hraníc. Tento stav výrazne uľahčuje precipitáciu a prepájanie karbidov do súvislých sietí. Absencia extrémneho zjemnenia zŕn navyše ponecháva dlhé difúzne dráhy, v dôsledku čoho sa samoliečenie nedokáže uplatniť dostatočne rýchlo. Vzorka 4 tak pri 550 °C / 100 h dosiahla najvyšší podiel napadnutia z deformovaných stavov (44,89 %) a pri 600 °C / 100 h sa svojou hodnotou 60,65 % funkčne priblížila referenčnému materiálu (Tab. 3).

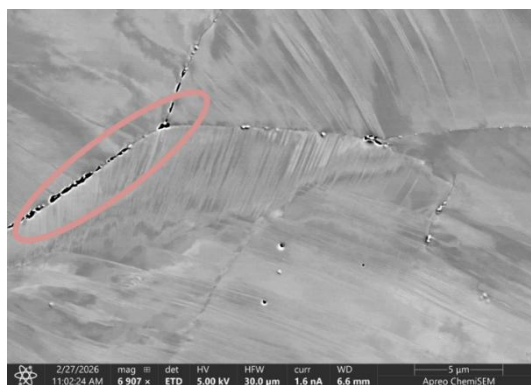
Tieto výsledky exaktne dokazujú, že priaznivý účinok pred-deformácie nie je univerzálny – kriticky závisí od typu aktivovaného deformačného mechanizmu. Vysoký stupeň deformácie riadený čistým sklzom môže pri dlhodobej expozícii viesť k stabilizovanej sieťovej morfológii napadnutia a trvalo vysokej náchylnosti na medzikryštalickú koróziu.

Súhrnné kvantitatívne dáta podielu napadnutých hraníc (DOS) pri najkritickejšej teplote 650 °C sú uvedené v Tab. 4. Jednoznačne dokumentujú trvalú prevahu odolnosti vzorky 2 (100 °C) a postupnú degradáciu vzoriek tvárnených pri 400 °C.

Tab. 4 Podiel napadnutých hraníc (DOS) pri teplote 650 °C – porovnanie referencie s vybranými deformovanými stavmi (zelená – samoliečenie, oranžová – masívna degradácia). Doplnujúce hodnoty pri 550 °C a 600 °C sú uvedené v dizertačnej práci, Tab. 4 a 5.

650 °C	1 hodina	10 hodín	100 hodín
REF	62,17	70,09	74,06
2 (100 °C)	14,98	14,37	19,22
5 (400 °C)	17,02	47,99	55,45

Spôsob precipitácie karbidov tak priamo závisí od množstva a druhu pred-deformačných mriežkových defektov. Pri nedostatočnej miere deformácie (nízka celková plocha rozhraní) limitovaný objem defektov nepostačí na absorbovanie uhlíka a dochádza k jeho segregácii na pôvodných hraniciach zŕn s tvorbou súvislej siete. Masívne zjemnenie štruktúry vysokým stupňom deformácie naopak presmeruje zrážanie uhlíka z pôvodných hraníc na deformačné pásy, dvojčatá a martenzit. Vhodnou kontrolou deformačných mechanizmov je teda možné topológiu karbidov pretvoriť a predísť medzikryštalickej degradácii.



Obr. 8 Detail karbidov chrómu na hraniciach zŕn – súvislá sieť

Analýza dynamického lomového správania

Mikroštruktúrne a kinetické javy sa priamo premietli do mechanickej odozvy pri rázovom zaťažení. Kým nescitlivené stavy (AR) vykazovali vysokú rázovú húževnatosť, proces scitlivenia (SC) zmenil mechanizmus lomu z tvárneho jamkového na interkryštalickú dekohéziu a kvázištiepenie. Absolútne hodnoty absorbovanej energie a percentuálny pokles húževnatosti po scitlivení sú uvedené v Tab. 5.

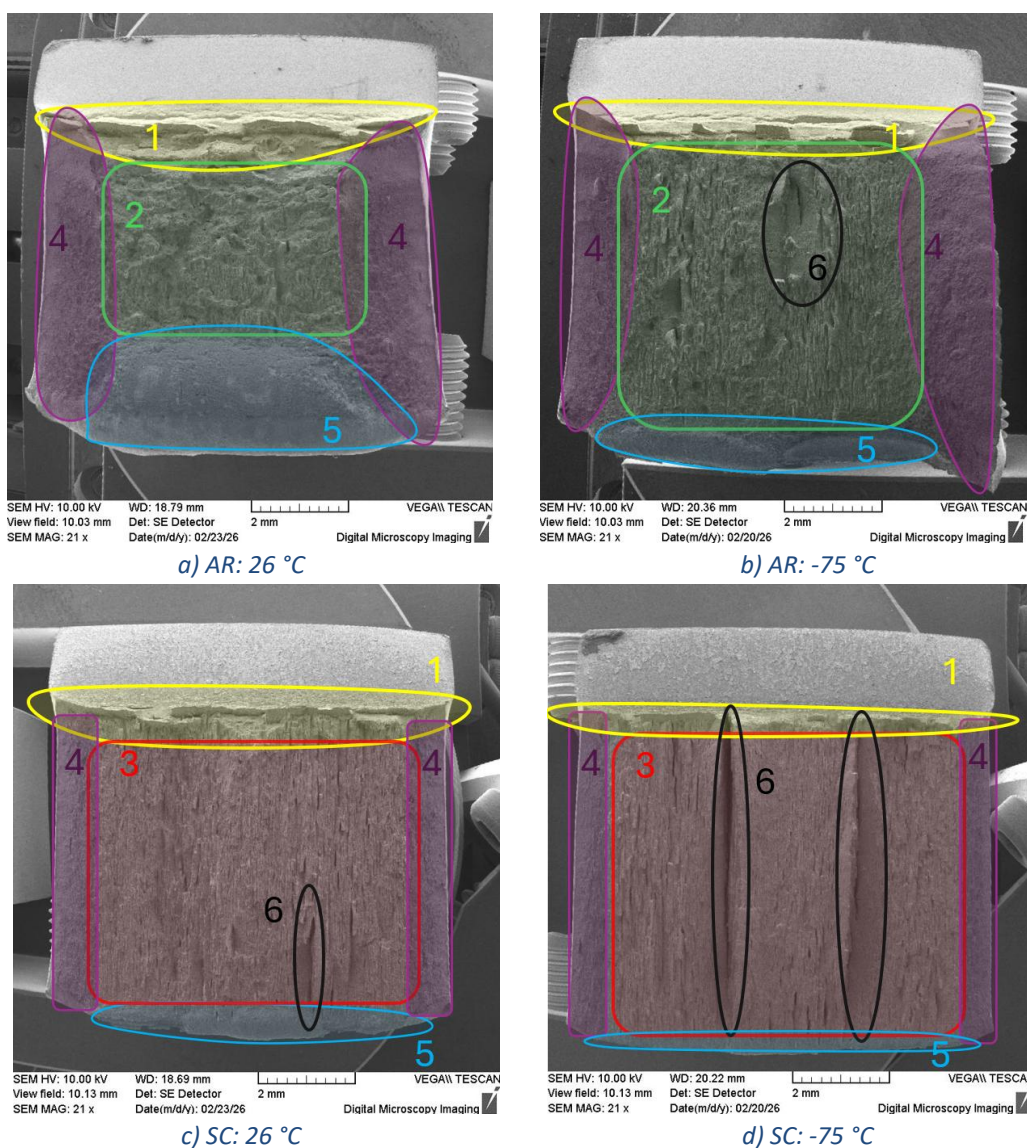
Tab. 5 Absorbovaná rázová energia (AR – nescitlivený, SC – scitlivený 650 °C/10 h) a percentuálny pokles húževnatosti pri 26 °C / –75 °C

Vzorka	Teplota [°C]	Mechanizmus	AR 26 °C [J]	AR -75 °C [J]	SC 26 °C [J]	SC -75 °C [J]	Pokles húževnatosti [%]
1	100	všetky	232	172	96	78	58,6 / 54,7
2	100	všetky	162	122	72	66	55,6 / 45,9
3	200	dvojč. + sklz	212	154	96	78	54,7 / 49,4
4	400	sklz	236	210	122	80	48,3 / 61,9
5	400	sklz	206	258	88	72	57,3 / 72,1

Tieto kvantitatívne rozdiely majú priamy odraz aj v makroskopicknej morfológii lomových plôch, ktorej analýza umožňuje identifikovať postupnosť jednotlivých zón porušovania ešte pred detailným rozborom mikromechanizmov

Makroskopická analýza zón porušovania

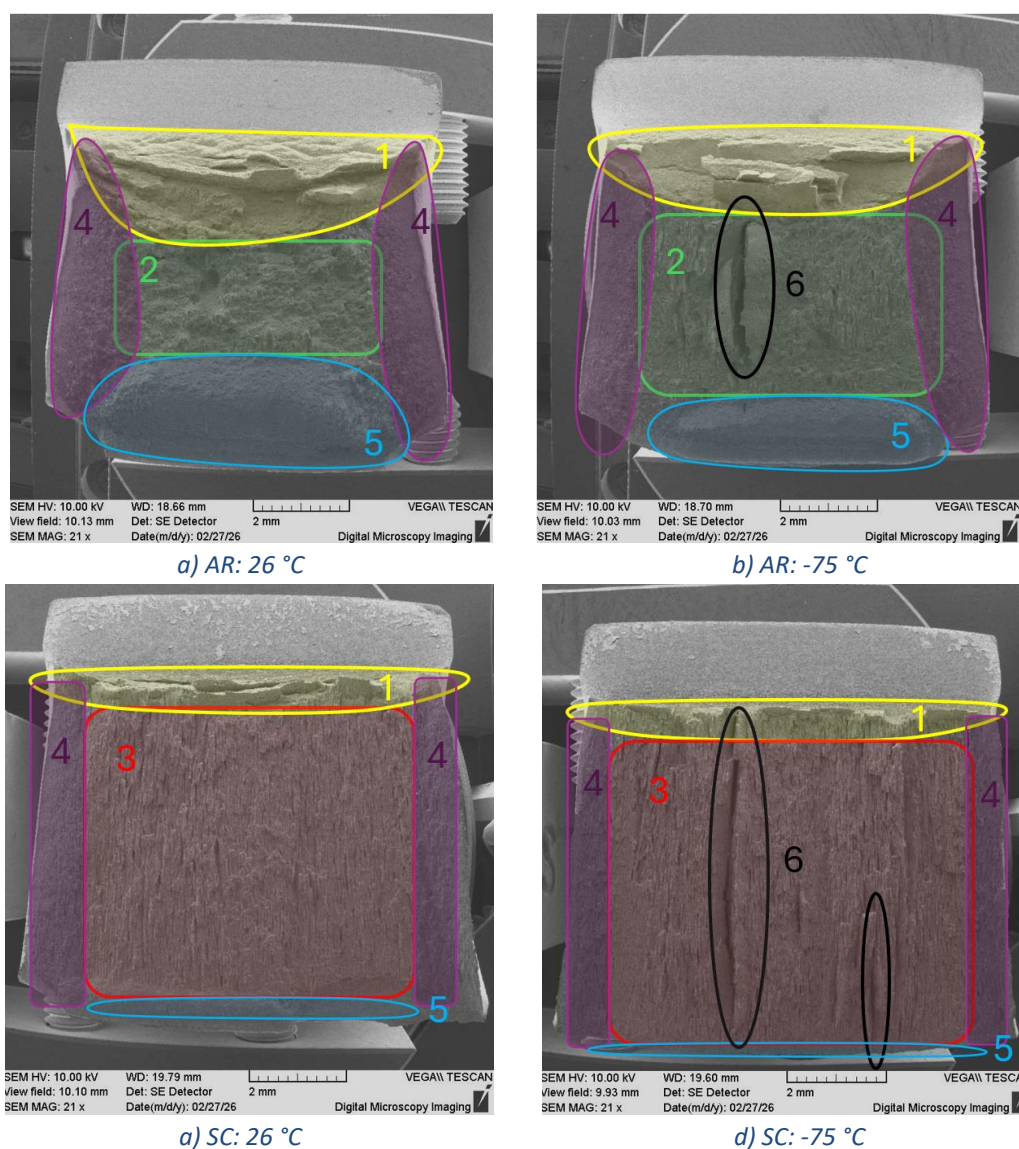
Fraktografická analýza bola realizovaná dvojúrovňovo – od celkového makroskopického prejavu lomovej plochy až po detailné mikromechanizmy porušovania. Na makroskopických SEM snímkach všetkých skúmaných stavov boli jednoznačne identifikované základné zóny porušovania: oblasť iniciácie trhliny pri koreni vrubu, oblasť stabilného, resp. nestabilného šírenia trhliny, šmykové hrany na okrajoch telesa a oblasť dolomenia na protiľahlej strane vzorky. Šírka šmykových hrán a rozsah plasticky deformovaných oblastí pritom priamo korelujú s húževnatosťou daného stavu, zatiaľ čo nárast podielu nestabilného šírenia a rozštiepených oblastí indikuje prechod ku krehkému charakteru lomu.



Obr. 9 Vzorka 2

(žltá – iniciácia, zelená/červená – stabilné/nestabilné šírenie, fialová – šmykové hrany, modrá – dolomenie)

Bolo pozorované, že **Vzorka 2** (tvárnená pri 100 °C s redukciou 35 %) vykazuje najvýraznejší makroskopický prechod od húževnatého ku krehkému charakteru lomu spomedzi všetkých skúmaných stavov. Ako dokumentuje Obr. 9, v nescitlivenom stave (AR) bola na lomovej ploche stále prítomná rozsiahla oblasť stabilného šírenia trhliny, súčasne však bola zaznamenaná výraznejšia lokalizácia deformácie a prvé náznaky rozštiepených oblastí. Po scitlivení (650 °C / 10 h) bol pozorovaný zásadný nárast podielu nestabilného šírenia trhliny, sprevádzaný vznikom rozsiahlych rozštiepených oblastí, ktorých počet bol najvyšší zo všetkých vzoriek, ako aj zúžením šmykových hrán a redukciou plastickej deformovaných oblastí. Pri skúšobnej teplote –75 °C nadobudol lom charakter blízky kvázikrehkému porušovaniu. Tento makroskopický prejav je dôsledkom kombinácie nízkej teploty valcovania a vysokej redukcie hrúbky, pri ktorých vzniká vysoká hustota dislokácií, dvojčiat a deformačne indukovaného α' -martenzitu. Počas následného scitlivenia táto hustá sieť vysokouhlových rozhraní poskytla veľké množstvo nukleačných miest pre precipitáciu karbidov chrómu, čo viedlo k najnižšej odolnosti voči iniciácii a šíreniu trhliny zo všetkých stavov, v zhode s minimálnou absorbovanou energiou 72 J (26 °C), resp. 66 J (–75 °C).



Obr. 10 Vzorka 4

(žltá – iniciácia, zelená/červená – stabilné/nestabilné šírenie, fialová – šmykové hrany, modrá – dolomenie)

Naproti tomu, fraktografická analýza preukázala, že **Vzorka 4** (tvárnená pri 400 °C s redukciou 20 %) vykazuje najvyššiu odolnosť voči negatívnym účinkom scitlivenia. Ako je zrejmé z Obr. 10, v stave AR boli lomové plochy charakterizované rozsiahlym stabilným šírením trhliny, širokými šmykovými hranami a výraznou plastickou deformáciou, teda znakmi typickými pre vysoko húževnatý mechanizmus porušovania. Aj po scitlivení bol síce zaznamenaný vznik zóny nestabilného šírenia, jej rozsah však zostal obmedzený a oblasti rozštípenia boli pozorované iba lokálne, bez toho, aby dominovali celkovej morfológii lomu. Značný podiel húževnatých znakov si lomová plocha zachovala aj pri teplote –75 °C, čo korešponduje s najvyššími hodnotami absorbovanej energie v scitlivenom stave (122 J pri 26 °C a 80 J pri –75 °C). Priaznivé správanie tohto stavu je priamym dôsledkom dominancie rovinného dislokačného sklzu pri teplote valcovania 400 °C. Absencia významného podielu dvojčiat a deformačne indukovaného martenzitu viedla k nižšej koncentrácii defektov a menšej náchylnosti na precipitáciu karbidov, vďaka čomu zostala zachovaná vyššia integrita hraníc zŕn a vyššia odolnosť proti krehkému porušovaniu.

Makroskopické porovnanie oboch krajných stavov tak názorne dokumentuje, že charakter lomu nie je riadený veľkosťou vnesenej deformácie, ale typom aktivovaného deformačného mechanizmu a výslednou topológiou defektov. Zatiaľ čo extrémne zjemnenie štruktúry s α' -martenzitom (Vzorka 2) generuje po scitlivení sieť rozhraní pôsobiacu ako pripravené štiepne roviny, deformácia riadená čistým sklzom pri obmedzenej redukcii (Vzorka 4) ponecháva hranice zŕn relatívne neporušené a zachováva tvárny charakter porušovania.

Prepad húževnatosti pri deformačnej teplote 400 °C

Detailnejší pohľad na mikromechanizmy porušovania pod touto makroskopickou morfológiou odhaľuje na prvý pohľad protichodné, no fyzikálne jednoznačne vysvetliteľné správanie vzorky 5 (400 °C, 35 %). V nescitlivenom stave dosiahla pri –75 °C najvyššiu absorbovanú energiu zo všetkých vzoriek (258 J), pretože dominantný čistý dislokačný sklz neobsahoval vysokoenergetické defekty a umožnil naplno sa prejaviť ochrannému TRIP efektu – tvorbe martenzitu pred čelom šíriacej sa trhliny, ktorá energeticky náročným spôsobom brzdila lom (jav priečneho rozštípenia ako dôkaz pohltienia energie).

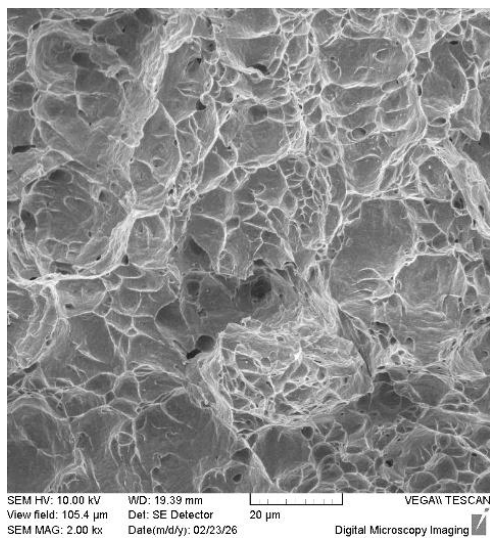
Po scitlivení však práve táto vzorka utrpela najvýraznejší relatívny prepád húževnatosti zo všetkých – o extrémnych 72,1 %. Príčina spočíva priamo v zlyhaní samoliečenia popísanom vyššie: sklzové pásy vygenerovali počas valcovania hustú sieť dislokácií, ktoré pri 650 °C zafungovali ako rýchle difúzne cesty, no pre absenciu iných rozhraní sa karbidy masívne vyzrážali priamo na nich a na pôvodných hraniciach zŕn. Vznikla tak hrubá kontinuálna sieť karbidov, ktorá spôsobila predčasné krehké rozštípenie materiálu po hraniciach zŕn ešte predtým, než matrica stihla absorbovať rázovú energiu fázovou premenou.

Prejavy TRIP efektu po scitlivení

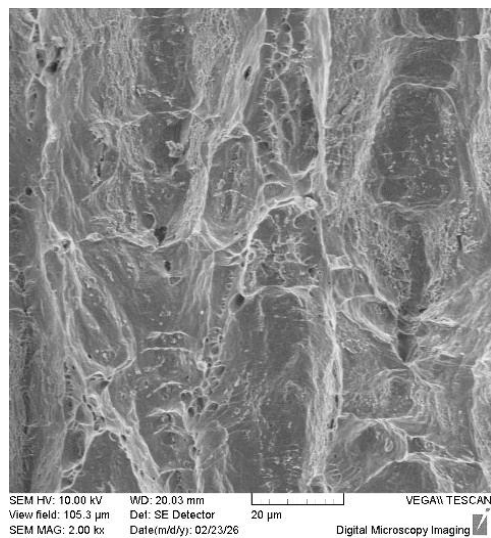
Fraktografická analýza priamo dokumentuje deformačné a lomové správanie v prítomnosti TRIP mechanizmu. V nescitlivenom stave pri 26 °C dominoval transkryštalický tvárny jamkový lom s hlbokými jamkami a výraznými oblasťami plastického vytrhnutia, ktoré sú dôkazom vysokej húževnatosti austenitickej matrice. Pri –75 °C sa k tomuto pridávali ojedinelé kvázištiepne fazety s riečnou kresbou kopírujúce deformačne indukovaný martenzit, čo zodpovedá aktivácii TRIP efektu.

Po scitlivení sa však tento priaznivý mechanizmus stratil. Rázová energia nedokázala byť spotrebovaná TRIP efektom, pretože interkryštalická dekohézia pozdĺž karbidmi oslabených plôch prebehla rýchlejšie, než matrica stihla fázovo zreagovať. Oslabené hranice nevydržali napätie a masívne sa rozštiepili ešte predtým, než sa hlavná trhlina stihla šíriť tvárnym mechanizmom. Prítomnosť krehkých

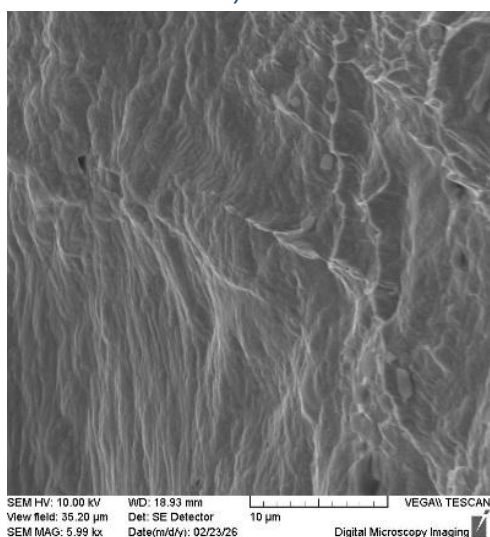
fázových rozhraní tak úplne prebýja schopnosť matrice relaxovať napätie plasticou deformáciou dislokačným sklzom alebo TRIP efektom, čím sa piaznivý jamkový lom mení na nízkoenergetickú zmes kvázištiepneho a interkryštalického zlyhania.



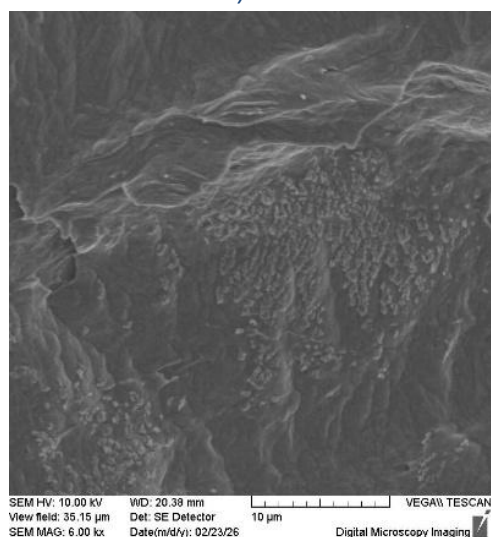
a) AR



b) SC



c) AR - detail



d) SC - detail

Obr. 11 Porovnanie morfológie lomu vzorky 5 pri kladných teplotách

Pri poklese teploty skúšky na -75°C sa k metalurgickej degradácii (karbidická sieť na deformačných pásoch) pridáva okamžitá fázová transformácia ochudobnených zón na krehký α' -martenzit, ktorá kineticky urýchľuje lom a odstraňuje akékoľvek posledné stopy tvárneho správania v medzipriestoroch matrice. Naopak, vzorka 4 (400°C , 20 %) si vďaka nižšej hustote defektov a menšej náchylnosti na precipitáciu karbidov zachovala najvyššiu húževnatosť v scitlivenom stave (122 J pri 26°C).

Záver

Predložená dizertačná práca sa zaoberá popisom vplyvu podmienok plastickej deformácie metastabilnej austenitickej ocele AISI 304L na náchylnosť na scitlivenie a lomové správanie. Pomocou valcovania pri rôznych teplotách boli vytvorené odlišné mikroštruktúrne stavy, líšiace sa uplatňovaním rozličných deformačných mechanizmov, ktoré boli následne tepelne exponované. Na základe experimentálnych meraní a komplexnej analýzy možno sformulovať nasledujúce závery:

Vplyv podmienok valcovania na charakter mikroštruktúry.

Výsledky preukázali, že teplota valcovania riadi aktiváciu deformačných mechanizmov a následnú hustotu mriežkových porúch. Valcovanie pri teplote 100 °C viedlo vďaka nízkej energii chýb vrstvenia k intenzívnej fragmentácii zŕn prostredníctvom α' -martenzitu a deformačného dvojčatenia, čo sa prejavilo maximom plošnej hustoty hraníc (305,01 mm⁻¹). Zvýšenie teploty na 200 °C potlačilo martenzitickú premenu a štruktúre dominovali deformačné dvojčatá a sklzové pásy (212,57 mm⁻¹). Tvárnenie pri 400 °C generovalo výlučne dislokačný sklz bez tvorby nových vysokouhlových hraníc, pričom celková hustota rozhraní zostala na kriticky nízkej úrovni (124,81 mm⁻¹), takmer identickej s nedeformovaným materiálom.

Vplyv preddeformácie na náchylnosť na scitlivenie.

Práca potvrdila, že vnesená plastickej deformácia má na kinetiku degradácie a zotavenia dvojaký vplyv. V počiatočných štádiách tepelnej expozície preddeformácia vždy zvyšuje DOS a urýchľuje scitlivenie, keďže mriežkové defekty slúžia ako preferenčné nukleačné miesta znižujúce aktivačnú energiu precipitácie. Z dlhodobého hľadiska je však rozhodujúca topológia vnesených defektov. Najoptimálnejšie podmienky vykazujú stavy s extrémnym zjemnením a prítomnosťou α' -martenzitu (tvárnenie pri 100 °C): značná plocha rozhraní rozloží uhlík a bráni vzniku súvislej karbidickej siete, zatiaľ čo vysokopriepustná BCC mriežka martenzitu funguje ako difúzna skratka zabezpečujúca bleskový spätný transport chrómu a rýchly pokles DOS. Naopak, deformácia riadená výlučne sklzom (400 °C) generuje dlhé difúzne dráhy; samoliečenie nastupuje kriticky pomaly a materiál si zachováva trvalo vysokú náchylnosť na medzikryštalickú koróziu.

Vplyv preddeformácie na lomové správanie scitlivených vzoriek.

Kým nescitlivené stavy vykazovali vysokú rázovú húževnatosť (predovšetkým vďaka absorpcii energie TRIP efektom v čele trhliny, napr. pri vzorkách po tvárnení za 400 °C), proces scitlivenia zmenil mechanizmus lomu z tvárneho jamkového na interkryštalickú dekohéziu a kvázištiepenie. Vzorky s vysokým podielom martenzitu (100 °C) dosiahli po scitlivení absolútne najnižšie hodnoty húževnatosti. Paradoxne však najradikálnejší percentuálny prepád húževnatosti (o viac ako 72 %) utrpeli vzorky tvárnené pri 400 °C, pri ktorých absencia samoliečenia spôsobila vytvorenie hrubej kontinuálnej siete karbidov vedúcej k predčasnému krehkému rozštípeniu materiálu.

Prínos práce.

Hlavným vedeckým prínosom je exaktné preukázanie faktu, že miera scitlivenia a schopnosť samoliečenia nie sú závislé len od veľkosti vnesenej plastickej deformácie, ale primárne od typu aktivovaného deformačného mechanizmu. Rozlíšenie protichodných vplyvov rovinného sklzu, dvojčatenia a deformačného martenzitu umožňuje lepšie pochopiť prechodové stavy kinetiky precipitácie a poskytuje prediktívny nástroj pre cieľenú modifikáciu mikroštruktúry a optimalizáciu technologických parametrov tvárnenia.

Prínos pre ďalší rozvoj vedy a pre prax

Prínos pre ďalší rozvoj vedy

Kvantitatívna charakterizácia vzťahu medzi deformačným mechanizmom a scitlivením. Práca exaktne definuje vzťah medzi uplatňujúcim sa deformačným mechanizmom (dislokačný sklz, dvojčatenie, DIMT) a kinetikou scitlivenia ocele AISI 304L. Kvantitatívne preukazuje, že masívne zjemnenie štruktúry a prítomnosť vysokopriepustnej BCC fázy pri deformácii za nižších teplôt cielene mení topológiu precipitácie karbidov chrómu na vnútrozrnnú, čím sa potláča náchylnosť na medzikryštalickú koróziu. Naopak, deformácia riadená čistým sklzom neposkytuje účinné difúzne dráhy a nezabraňuje tvorbe kontinuálnych karbidických sietí.

Vytvorenie metodiky hodnotenia DOS pomocou obrazovej analýzy. Bol implementovaný inovatívny prístup na objektívnu kvantifikáciu stupňa scitlivenia, ktorý eliminuje subjektívnu chybu hodnotiteľa. Metodika unikátne prepája celkovú plošnú hustotu hraníc zŕn (z EBSD analýzy v softvéri MTEX) s exaktným meraním dĺžky korózne napadnutých hraníc pomocou binarizácie a skeletizácie siete v programe ImageJ. Výsledný nástroj je presný, reprodukovateľný a plne nezávislý od počiatočnej veľkosti zŕn materiálu.

Prepojenie mikroštruktúry, scitlivenia a lomových vlastností. Práca prináša komplexné fyzikálno-metalurgické prepojenie medzi termomechanickou históriou matrice, jej scitlivením a dynamickým lomovým správaním pri izbovej aj kryogénnej teplote ($-75\text{ }^{\circ}\text{C}$). Odhalila, že prítomnosť krehkých fázových rozhraní po scitlivení úplne prebýja schopnosť matrice relaxovať napätie ochranným TRIP efektom, čím objasňuje príčinu katastrofálneho poklesu rázovej húževnatosti a zmenu mechanizmu porušovania.

Prínos pre prax

Optimalizácia deformačných podmienok. Konštruktérom a metalurgom sa odporúča cielene využívať tvárnenie za nižších teplôt (okolo $100\text{ }^{\circ}\text{C}$), pri ktorých sa aktivuje komplexný deformačný mechanizmus (skl + dvojčatenie + DIMT). Takto masívne zjemnená subštruktúra posiatá mriežkovými defektmi a fázovými rozhraniami funguje ako ochranný mechanizmus pri následnej tepelnej expozícii – uhlík sa nezráža do nebezpečných kontinuálnych karbidických sietí na pôvodných hraniciach zŕn, ale vo vnútri zŕn.

Predikcia vývoja scitlivenia a plánovanie údržby. Výskum poskytuje praxi experimentálne overené dáta pre modelovanie životnosti a spresnenie TTS diagramov pre oceľ 304L v preddeformovanom stave. Výsledky ohraničujú, že termodynamickým „nosom“ C-krivky precipitácie je teplota $650\text{ }^{\circ}\text{C}$, pričom pred-deformovaný materiál katastrofálny spojitý stav nedosahuje ani pri 100-hodinových expozíciách. Nezávislosť implementovanej metodiky od veľkosti zrna umožňuje presne predpovedať zostatkový čas do zlyhania súčiastky, čo je kľúčové pre prediktívnu údržbu v jadrových a tepelných elektrárnach a chemických závodoch.

Špecifické využitie pre prax. Toto zistenie umožňuje výrobcovi v chemickom a energetickom priemysle (napr. pri produkcii tvarovo zložitých reaktorov a výmenníkov tepla tvárnených za studena) cielene nastaviť proces valcovania a ťahania tak, aby finálny komponent vykazoval radikálne vyššiu odolnosť voči medzikryštalickej korózii a predĺženú životnosť aj pri jeho zváraní do väčších celkov.

Resumé

The present dissertation investigates the influence of plastic deformation conditions (rolling at 100, 200, and 400 °C) on the sensitization kinetics and dynamic fracture behaviour of metastable AISI 304L austenitic stainless steel. The main objective was to demonstrate the relationship between the activated deformation mechanisms (dislocation slip, twinning, α' -martensite) and the ability of the material to restore its corrosion resistance (self-healing / desensitization).

The experimental results confirmed that although the introduced deformation primarily accelerates sensitization, the success of self-healing critically depends on the density of the created interfaces. Deformation at 100 °C, characterized by the formation of α' -martensite and extreme structural refinement, provides diffusion short-circuits for the rapid back-diffusion of chromium and ensures the most effective desensitization. Conversely, deformation controlled exclusively by planar slip (400 °C) facilitates the formation of a continuous carbide network and radically slows down the self-healing process.

These microstructural changes were directly reflected in the mechanical response under impact loading. While the unsensitized material excels in high energy absorption due to the TRIP effect, sensitization changes the ductile fracture to intergranular embrittlement. Paradoxically, the most significant relative drop in impact toughness (more than 72 %) was observed in the samples formed at 400 °C, where the continuous carbide network caused premature failure of the matrix before the TRIP effect could absorb the impact energy.

The thesis exactly proves that the degree of degradation is strictly controlled by the type of deformation mechanism rather than by the deformation magnitude alone, which provides a predictive tool for the optimization of forming components intended for corrosive and dynamically loaded environments.

Zoznam publikačnej činnosti doktoranda

V3 – Vedecký výstup publikačnej činnosti z časopisu

CHVALNÍKOVÁ, V.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; SLEZÁK, M.; ŠIKYŇA, L.; DRÍMALOVÁ, P. (2023). Austenitic steel AISI 304 under static and cyclic loading. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 5

WoS: Engineering, manufacturing - Q4, Engineering, mechanical - Q4, Materials science, multidisciplinary - Q4
Scopus: Industrial and manufacturing engineering - Q2

CHVALNÍKOVÁ, V.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; SLEZÁK, M.; ŠIKYŇA, L.; DRÍMALOVÁ, P. (2023). Austenitic steel AISI 304 under static and cyclic loading. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 5

WoS: Engineering, manufacturing - Q4, Engineering, mechanical - Q4, Materials science, multidisciplinary - Q4
Scopus: Industrial and manufacturing engineering - Q3

CHVALNÍKOVÁ, V.; SLEZÁK, M.; VLACH, T.; CAIS, J.; BREJCHA, J.; BURKET, T.; FINK, D.; SVIANTEK, J. (2026). Influence of High-melting-point Metals on the Mechanical Properties of Selected Al–Si Alloys. *Manufacturing Technology*, - WoS: Engineering, manufacturing – Q4, Engineering, mechanical – Q4, Materials science, multidisciplinary - Q4.

DRÍMALOVÁ, P.; NOVÝ, F.; UHRÍČIK, M.; VÁŇOVÁ, P.; ŠIKYŇA, L.; **CHVALNÍKOVÁ, V.;** SLEZÁK, M. (2024). Effect of change in current density on hydrogen embrittlement of advanced high-strength steel S960MC during hydrogenation. *Manufacturing Technology* Vol. 24, No. 1, s. 40-46. DOI: 10.21062/mft.2024.010.

WoS: Engineering, manufacturing - Q4, Engineering, mechanical - Q4, Materials science, multidisciplinary - Q4
Scopus: Industrial and manufacturing engineering - Q2

SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; **CHVALNÍKOVÁ, V.;** DRÍMALOVÁ, P.; ŠIKYŇA, L. (2023). Effect of plasma nitriding and sensitization on the microstructure and microhardness of AISI 304 austenitic steel. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 6, s. 909-916. DOI: 10.21062/mft.2023.087.

WoS: Engineering, manufacturing - Q4, Engineering, mechanical - Q4, Materials science, multidisciplinary - Q4
Scopus: Industrial and manufacturing engineering - Q3

ŠIKYŇA, L.; NOVÝ, F.; PALČEK, P.; DRÍMALOVÁ, P.; SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.** (2023). Hydrogen embrittlement of 11SMn30 free-cutting steel. *Manufacturing Technology* Vol. 23, No. 6, s. 901-908. DOI: 10.21062/mft.2023.092.

WoS: Engineering, manufacturing - Q4, Engineering, mechanical - Q4, Materials science, multidisciplinary - Q4
Scopus: Industrial and manufacturing engineering - Q3

V2 – Vedecký výstup publikačnej činnosti ako časť editovanej knihy alebo zborníka

CHVALNÍKOVÁ, V.; UHRÍČIK, M.; SLEZÁK, M.; BELAN, J.; VLACH, T. (2026). Metallographic and fractographic analysis of plastic deformation of austenitic stainless steel AISI 304 after static and dynamic loading. *The 19th Metallography and Fractography. Scientific.Net.*

CHVALNÍKOVÁ, V.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; SLEZÁK, M.; ŠIKYŇA, L.; DRÍMALOVÁ, P.; ŠURDOVÁ, Z. (2024). Statické a cyklické zaťažovanie austenitickej ocele AISI 304. *International Seminar of PhD. Students*, 27.

CHVALNÍKOVÁ, V.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; SLEZÁK, M.; ŠIKYŇA, L.; ŠURDOVÁ, Z.; MIKOLAJČÍK, M. (2025). Static and cyclic loading of 304 austenitic steel after sensitization. *Advanced manufacturing and repair technologies in vehicle industry*, 40.

BELAN, J.; UHRÍČIK, M.; SLEZÁK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.** (2026). Fractography and microstructural analysis of fatigue crack propagation in beta-annealed Ti6Al4V alloy after fatigue test. *Metallurgy and processing, fatigue, fractography and failure analysis*. Vol. 1043.

SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; BELAN, J.; VLACH, T. (2026). EFFECT OF SOLUTION ANNEALING AND PLASMA NITRIDING ON THE FATIGUE LIFE CHANGE OF AISI 304 AUSTENITIC STEEL. The 19th Metallography & fractography (Metallo & Fracto). *Sientific.Net*.

UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; SLEZÁK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; ŠIKYŇA, L.; ŠURDOVÁ, Z.; MIKOLAJČÍK, M. (2025). Evaluation of the temperature dependence of the internal damping of AZ91 magnesium alloy using mathematical methods. SEMDOK 2025. 28th International Seminar of Ph.D. Students.

CHVALNÍKOVÁ, V.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; SLEZÁK, M.; ŠIKYŇA, L.; ŠURDOVÁ, Z.; MIKOLAJČÍK, M. (2025). Statické a cyklické zaťažovanie austenitickej ocele AISI 304 po scitlivení. SEMDOK 2025. 28th International Seminar of Ph.D. Students.

ŠIKYŇA, L.; NOVÝ, F.; PALČEK, P.; STRAKOVÁ, D.; SLEZÁK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.** (2025). Vodíková krehkosť automatovej ocele 11SMn30. SEMDOK 2025. 28th International Seminar of Ph.D. Students.

MIKOLAJČÍK, M.; TILLOVÁ, E.; KUCHÁRIKOVÁ, L.; ŠURDOVÁ, Z.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; UHRÍČIK, M. (2025). Sedimentačná metóda znižovania obsahu železa za účelom zlepšenia vlastností recyklovaných hliníkových zliatin. SEMDOK 2025. 28th International Seminar of Ph.D. Students.

ŠURDOVÁ, Z.; TILLOVÁ, E.; KUCHÁRIKOVÁ, L.; MIKOLAJČÍK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; UHRÍČIK, M. (2025). Štúdium pórovitosti v sekundárnych hliníkových zliatinách s vyšším obsahom železa pre automobilový priemysel. SEMDOK 2025. 28th International Seminar of Ph.D. Students.

SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; ŠIKYŇA, L.; ŠURDOVÁ, Z.; MIKOLAJČÍK, M.; ČUCHOR, D. (2025). Effect of elevated temperatures on the nitriding layer on the fatigue life of austenitic steel. Advanced manufacturing and repair technologies in vehicle industry

SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; ŠIKYŇA, L.; ČUCHOR, D. (2025). Vplyv rozpúšťacieho žihania a plazmovej nitridácie na zmenu únavovej životnosti austenitickej. SEMDOK 2025. 28th International Seminar of Ph.D. Students.

ŠIKYŇA, L.; NOVÝ, F.; PALČEK, P.; DRÍMALOVÁ, P.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M. (2024). Vodíková krehkosť feritickej ocele 1.4104. SEMDOK 2024. International Seminar of PhD. Students, 27.

SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; ŠIKYŇA, L.; DRÍMALOVÁ, P. (2024). Vplyv plazmovej nitridácie a scitlivenia na mikroštruktúru a mikrotvrdosť austenitickej ocele AISI 304. SEMDOK 2024. International Seminar of PhD. Students, 27.

DRÍMALOVÁ, P.; NOVÝ, F.; VÁŇOVÁ, P.; UHRÍČIK, M.; ŠIKYŇA, L.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; SLEZÁK, M. (2024). Vplyv prúdovej hustoty na vodíkovú krehkosť progresívnej vysokopevnej ocele S960MC. SEMDOK 2024. International Seminar of PhD. Students, 27.

ŠIKYŇA, L.; NOVÝ, F.; PALČEK, P.; DRÍMALOVÁ, P.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; SLEZÁK, M.; UHRÍČIK, M.; ČUCHOR, D. (2024). Hydrogen embrittlement of ferritic steel 1.4104. Advanced manufacturing and repair technologies in vehicle industry, 39.

HUDECOVÁ, S.; UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; MIKOLAJČÍK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.**; SLEZÁK, M. (2024). The influence of structure, sensitization and corrosion on the fatigue properties of austenitic steel. Development of Materials Science in Research and Education. Vol. 2712. DOI: 10.1088/1742-6596/2712/1/012008.

UHRÍČIK, M.; PALČEK, P.; HUDECOVÁ, S.; ŠURDOVÁ, Z.; SLEZÁK, M.; **CHVALNÍKOVÁ, V.** (2024). The influence of heat treatment on the nitriding layer on austenitic steel. Development of Materials Science in Research and Education. Vol. 2712. DOI: 10.1088/1742-6596/2712/1/012007.

Zoznam použitej literatúry

- [1] Davis, J. R. (1994). ASM Specialty Handbook 'Stainless Steels'. ASM International, 51.
- [2] Fritz, J. (Ed.). (2020). Practical guidelines for the fabrication of austenitic stainless steels. International Molybdenum Association.
- [3] Číhal, V. (1999). Korozivzdorné oceli a slitiny. Academia.
- [4] Biswas, A., Kurtulan, D., Ngeru, T., Azócar Guzmán, A., Hanke, S., & Hartmaier, A. (2023). Mechanical Behavior of Austenitic Steel under Multi-Axial Cyclic Loading. *Materials*, 16(4), 1367.
- [5] Boniardi, M. V., & Casaroli, A. (2014). Stainless steels. Lucefin SpA.
- [6] Cao, Y. Z., Zhao, X. S., Tu, W. D., Yan, Y. D., & Yu, F. L. (2016). Plastic deformation mechanisms in face-centered cubic materials with low stacking fault energy. *Materials Science and Engineering: A*, 676, 241-245.
- [7] Li, K. Q., Zhang, Z. J., Yan, J. X., Yang, J. B., & Zhang, Z. F. (2020). Mechanism transition of cross slip with stress and temperature in face-centered cubic metals. *Journal of Materials Science & Technology*, 57, 159-171.
- [8] Thomas, S. L., Han, J., & Srolovitz, D. J. (2019, August). The coupling of grain growth and twinning in FCC metals. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 580, No. 1, p. 012026). IOP Publishing.
- [9] Xie, A., Chen, S., & Rong, L. (2023). Dynamic strain aging induced by synergistic effects of deformation-induced martensite and deformation twins in Fe–Cr–Ni metastable austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 54(12), 4592-4597.
- [10] Kolli, S. (2020). Sensitization in Austenitic Stainless Steels. University of Oulu Faculty of Technology: Tampere, Finland.
- [11] Dománková, M., Kocsisová, E., Pinke, P., & Slatkovsky, I. (2013). Effect of deformation on sensitisation process in austenitic stainless steel AISI 316. *Mater Sci Technol*, 13, 1-10.

