

1 Pracovní úkoly

1. Změřte střední velikost zrna připraveného výbrusu polykrystalického vzorku. K vyhodnocení snímku ze skenovacího elektronového mikroskopu použijte kruhovou metodu.
2. Určete frakční objem dendritických částic v eutektické slitině Mg-Cu-Zn. Použijte specializované programové vybavení pro obrazovou analýzu.

2 Teoretický úvod

Skenovací elektronový mikroskop (SEM) se používá pro zkoumání povrchů materiálů, případně pro zkoumání objemu blízko k povrchu materiálu. K tomu se používá elektronový svazek, který interakcí s materiálem dává za vznik různým druhům signálů, které se pak registrují pomocí detektorů a podle nichž se rekonstruuje povrch vzorku či zjišťuje jeho složení.

Pro mikroskop použitý v praktiku mají význam hlavně tři kanály záření, které se detekují. Jednak odražené elektrony primárního svazku. Ty nám podávají informaci hlavně o členitosti povrchu vzorku. V místech, kde jsou nerovnosti, je odražených elektronů více. Dalším kanálem jsou sekundární elektrony, které vznikají vyražením elektronů z elektronových slupek atomů při povrchu. Sekundární elektrony se dokáží ze vzorku dostat pouze z určité hloubky a poskytují nám informaci pouze jen o několika atomových vrstvách povrchu vzorku. Třetím kanálem je charakteristické rentgenové záření, kterým se dá nejlépe určit chemické složení vzorku, protože každý prvek má svoje charakteristické spektrum, které vyzařuje. Pokud tyto tři detekční systémy spojíme, pak můžeme získat komplexní informaci po povrchové vrstvě zkoumaného vzorku.

2.1 Určování střední velikosti zrna

Pro určování střední velikosti zrna $\bar{d}$ v pozorovaném vzorku je vhodné použít kruhovou metodu, kdy si na snímku vytvoříme několik kružnic a u každé pak určíme pomocí vzorce střední velikost zrna prořátého danou kružnicí

$$d = \frac{3\pi D}{2n}, \quad (1)$$

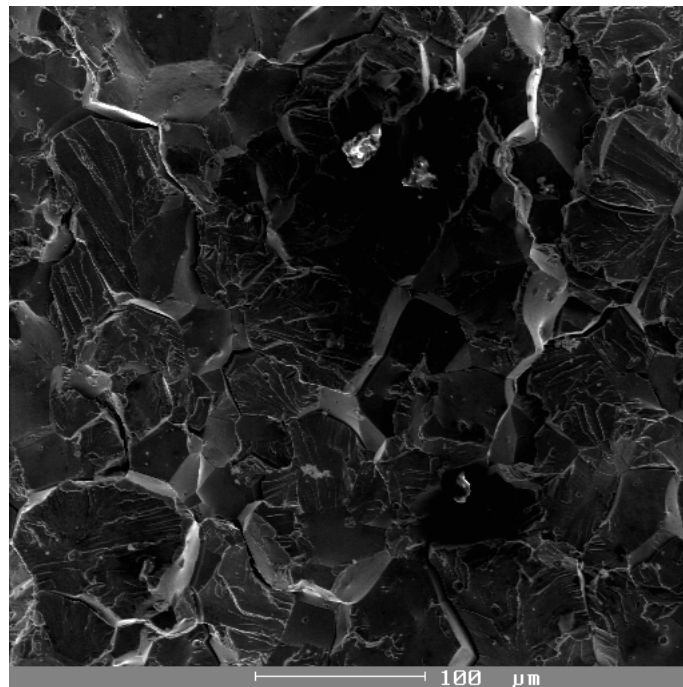
kde D je průměr nakreslené kružnice a n je počet prořatých zrn. Z takto získaných hodnot pro jednotlivé kružnice pak určíme statisticky střední velikost zrna $\bar{d}$.

3 Měření

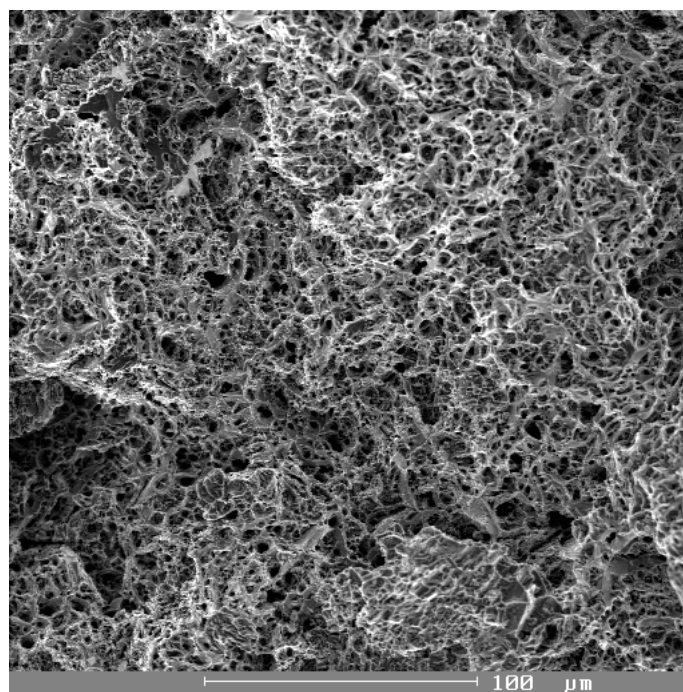
Pro měření laboratorní práce byl použit elektronový mikroskop, jehož urychlovací napětí bylo napevno nastaveno na 15kV. Výstup mohl být nastaven přímo na obrazovku ovládacího panelu mikroskopu, ale pro vysokou obnovovací frekvenci 50Hz neposkytoval podrobný obraz, který by bylo možné sledovat prostým okem. Naopak pokus jsme nastavili výstup na počítačovou obrazovku, kde počítač statisticky obraz korigoval, mohlo být dosaženo vysokého zvětšení s vysokým rozlišením.

3.1 Lom intermetalického materiálu

Nejprve jsme zkoumali rozdíl mezi lomem intermetalika Fe_3Al při pokojové teplotě a při vysoké teplotě (700°C). Při pokojové teplotě dochází k lomu procházejícímu po hranicích zrn - tzv. interkrystalickému (křehkému) lomu, jak je vidět na obrázku č. 1. Naopak za vysoké teploty dochází k lomu, který přechází přes zrna - jedná se o transkrystalický lom - viz obrázek č. 2.



Obrázek 1: Snímek z elektronového mikroskopu - lom Fe₃Al vzniklý při pokojové teplotě



Obrázek 2: Snímek z elektronového mikroskopu - lom Fe₃Al vzniklý při 700°C

Tabulka 1: Určování střední velikosti zrna kruhovou metodou

Kružnice č.	$\frac{R}{\mu\text{m}}$	$\frac{D}{\mu\text{m}}$	n	$\frac{d}{\mu\text{m}}$
1	45,6	91,2	58	7,41
2	47,1	94,2	56	7,93
3	45,0	90,0	58	7,31
4	42,6	85,2	52	7,72
5	57,5	115,0	69	7,85

3.2 Určování velikosti zrna

Pro určování velikosti zrn je potřeba vzorek nejprve připravit a pro mikroskop hranice mezi zrny zvýraznit. Toho lze docílit tím, že se původně hladký vyleštěný výbrus neleptá chemickou látkou. Tím se jednak vyvolá struktura tak, že u hranic mezi zrny dojde k výraznějšímu odleptání látky. A navíc bývají orientace krystalů v látce rozmístěny náhodně a leptání probíhá jinou rychlostí pokud je krystal orientovaný rovnoběžně s výbrusem a jinou rychlostí, pokud je umístěn kolmo. Tím se vytvoří výškové rozdíly mezi sousedními zrny.

Jak již bylo zmíněno v teorii, pro určení střední velikosti zrna materiálu, byla použita kruhová metoda. Snímek, na kterém jsou zakreslené kružnice, podél nichž byla počítána zrna, je č. 3. Pro správné určení střední velikosti zrna by ovšem bylo potřeba provést tuto metodu na dvou snímcích, které by byla provedeny kolmo na sebe, protože je možné, že zrna v materiálu mohou mít podlouhlý tvar. A také by bylo potřeba udělat více snímků z různých míst povrchu, abychom potvrdili, že zrna mají v rámci celého vzorku stejnou velikost a tedy, že materiál, který studujeme, bude mít vlastnosti, které na základě našeho pozorování budeme očekávat. V našem případě ovšem vyjdeme z předpokladu izotropie a homogenity materiálu a velikost zrna budeme určovat z jednoho předem připraveného snímku.

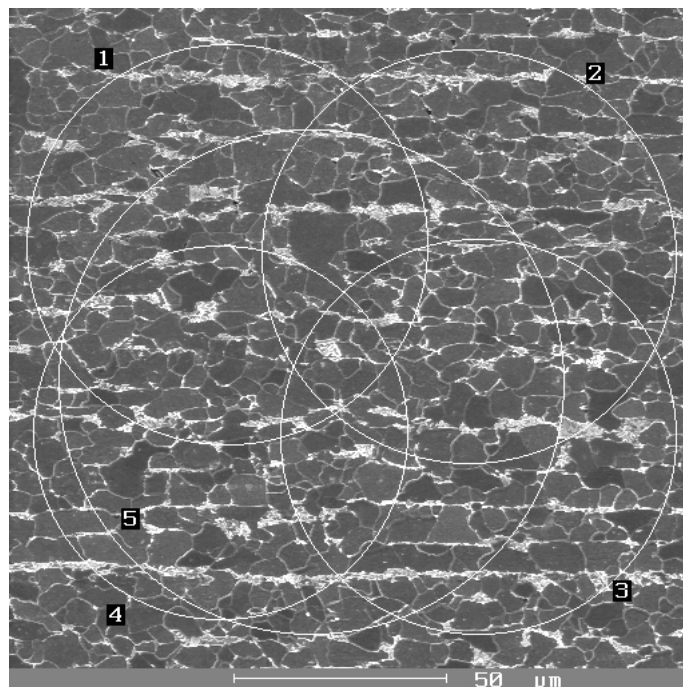
Naměřené hodnoty poloměrů kružnic R a počtu protatých zrn n jsou v tabulce č. 1. Velikost kružnic byla určena pomocí počítačového programu, ve kterém bylo zadáno správné zvětšení snímku a počet zrn jsem určoval prostým okem. Do počtu zrn jsem nezapočítával oblasti s eutektickou fází a počítal jsem pouze zrna. Kružnice jsou jak v obrázku, tak v tabulce označeny číslem. Odhad mé chyby určení počtu zrn je ± 2 zrna na kružnici s ohledem na to, že jsem při sčítání zrn mohl nějaké vynechat, protože mělo nevýrazné okraje a splývalo se sousedním, nebo naopak jsem jedno započítal dvakrát, pokud mělo na snímku členitější povrch. také jsem mohl špatně určit počet zrn v oblasti, kde se kružnice protínaly a mohl jsem mylně předpokládat, že v určité oblasti je pouze jedno zrno, nebo naopak zrna dvě, i když tomu mohlo být právě naopak. Ve skutečnosti je pravděpodobné, že takovéto chyby nastaly, tak se nejspíše také vyrušily a proto je můj odhad chyby tak nízký. Po započítání této chyby a chyby statistické vychází střední velikost zrna jako $\bar{d} = (7,6 \pm 0,4) \mu\text{m}$.

3.3 Určení frakčního objemu dendritických částic

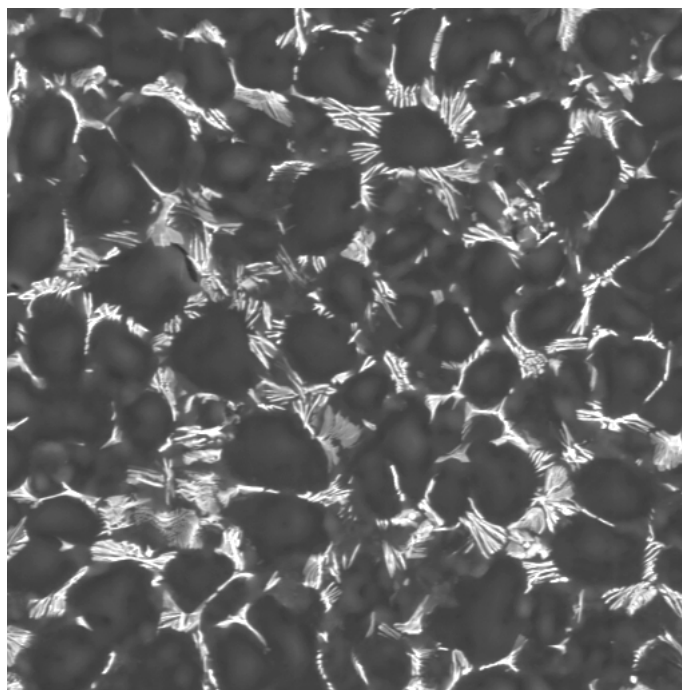
Další úkol byl spojen s pozorováním eutektické slitiny Mg-Cu-Zn. Na obrázku č. 4 je snímek, který byl zpracováván dále pomocí binarizace, tj. byl převeden na černobílý snímek s tím, že byla nastavena hranice pro to, v jak silně šedá ještě bude převedena na bílou a jaké úrovně bude již převedena na černou. Takto získaný snímek pomocí binarizace je označen číslem 5. Celková plochy tvořená dendritickými částicemi (bílá barva) byla pomocí počítačového programu pak určena jako $S_d = 0,0010 \text{ mm}^2$. Oba dva rozměry snímku byly určeny jako $a = b = 0,0785 \text{ mm}$. Potom frakční poměr dendritických částic ve vzorku vůči celému vzorku je

$$\frac{S_d}{ab} \approx 16\%. \quad (2)$$

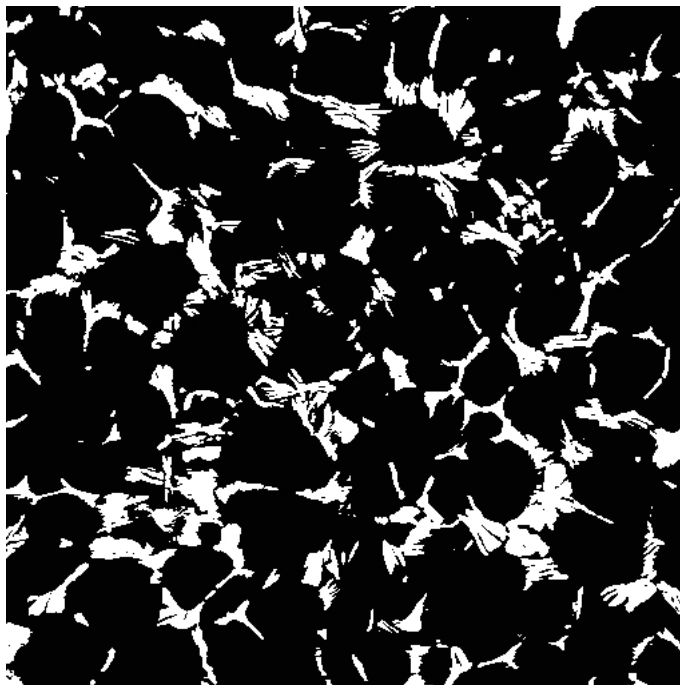
Vzhledem k tomu, že hranice toho, jaký odstín šedé bude považován za dendritickou částici



Obrázek 3: *Snímek pro určování střední velikosti zrna kruhovou metodou*



Obrázek 4: *Snímek s dendritickými částicemi*



Obrázek 5: Upravený snímek pro výpočet poměrné plochy zabrané dendritickými částicemi

Tabulka 2: Rozdělení dendritických částic do tříd dle velikosti

Skupina	Počet částic ve skupině	Celková plocha μm^2	Podíl plochy	Průměrná plocha μm^2
1	153	825,5	82,3%	5,4
2	2	72,4	7,2%	36,2
3	1	105,5	10,5%	105,5

a jaký odstín za ni již nebude považován, je určena pouze subjektivně, pak lze i těžko odhadovat chybu, které se při měření dopustilo. Měla by ovšem být v řádu % a proto nemá smysl udávat frakční poměr na více platných cifer, nežli na dvě.

Na snímku 5 byly pak také rozděleny částice do skupin podle velikosti. V mém případě na 3 skupiny - malé, střední a velké dendritické částice. Počty částic v jednotlivých skupinách, jejich průměrné plochy a podíl plochy který mezi všemi dendritickými částicemi jednotlivé skupiny zabírají, jsou uvedeny v tabulce č. 2. Opět se jedná o subjektivní určení. Je totiž možné částice rozdělit do více, či méně skupin a podle toho, na kolik skupin se rozdělení provede, se bude měnit počet částic v jednotlivých skupinách.

4 Diskuse

Při zkoumání lomu se povedlo pozorovat lomy Fe_3Al provedené při pokojové teplotě a při teplotě $700^\circ C$ a pozorovat signifikantní rozdíly mezi jednotlivými lomy.

Při určování střední velikosti zrna jsme se mohli dopustit chyby v tom, že jsme předpokládali, že přiložený snímek pochází z homogenního a izotropního materiálu. Tento předpoklad jsme si nemohli ověřit na více snímcích a proto nemusí být úplně pravdivý. Další chybou při určování střední velikosti zrna mohlo být špatné určení počtu prořatých zrn kružnicemi, protože hranice mezi zrny nebyly vždy úplně jasné a navíc v místě protínání kružnic je těžké rozeznat, kolik zrn přesně kružnice prořala. Také ve vzorku byla přítomna frakce, která byla tvořena velmi malými zrníčky, která se nezapočítávala a mohla ovlivnit měření. A to minimálně tak, že v případě, že s nimi napočítáme a na základě naměřené velikosti zrna budeme usuzovat něco u vlastnostech měřené látky, pak ve skutečnosti budou nejspíše vlastnosti vzorku výrazně horší než předpovězené (např. bude docházet k rychlejší korozi, bude mít menší odolnost vůči kyselinám a zásadám, protože na menších částech dochází k rychlejším chemickým reakcím než na velkých částicích).

Při určování frakčního poměru dendritických částic jsme vycházeli z binarizace snímku, která byla vytvořena čistě subjektivně - v tom mohla vzniknout největší chyba měření. Dále pak pomocí provedené binarizace počítač určil plochu zabranou dendritickými částicemi, což je ovšem již relativně přesné, protože snímek má rozlišení 512×512 pixelů. Platí totiž, že čím vyšší rozlišení máme k dispozici, tím menší chyba vznikne kvůli „středování“ hodnoty pixelu. I počet různých skupin částic, do kterých je můžeme rozdělit, je subjektivní měřítko. Navíc i u tohoto měření jsme předpokládali určitou homogenitu a izotropii, ale přitom na různých místech mohou vypadat řezy různě a dendritické částice na některých výbrusech mohou být spojené a některých jich naopak může být více jednotlivých.

5 Závěr

Pomocí snímku z elektronového mikroskopu za použití kruhové metody jsem určil střední velikost zrna materiálu jako $\bar{d} = (7,6 \pm 0,4) \mu m$.

Určil jsem frakční objem dendritických částic zhruba jako 16 %.

6 Literatura

- [1] **Studijní text k fyzikálnímu praktiku:** *Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami skenovací elektronové mikroskopie (SEM)*
http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt_418.pdf