

1 Pracovní úkol

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 Teoretická část

Skenovací elektronový mikroskop (SEM) zkoumá vzorek pomocí ostře fokusovaného svazku elektronů. Elektrony emitované wolframovou katodou jsou urychlovány kladným napětím na anodě a vytvářejí primární svazek, který je elektromagnetickými čočkami ostře fokusován na povrch sledovaného vzorku. Vychylovací cívký řádkovacího systému umožňují, aby tento svazek bod po bodu a řádek po řádku systematicky přejížděl (řádkoval) (scanoval)) vymezenou, zpravidla čtvercovou plošku, podobným způsobem, jaký se používá v televizní technice (viz. [1], obr. 1). Fokusovaný svazek primárních elektronů vyvolá v místě dopadu řadu signálů, ze kterých je třeba vybrat nejvhodnější signál pro zobrazení určitého požadovaného stavu vzorku (topografie, chemické složení, fyzikální vlastnosti, atd.) (viz [1], obr. 2). To lze provést vhodnou volbou detekčního systému. Pro běžné účely je jím nejčastěji polovodičový detektor sekundárních elektronů. Jako sekundární elektrony se označují elektrony emitované z povrchu vzorku, které mají energii menší než 50 eV. Jejich intenzita závisí na atomovém čísle pevné látky, na úhlu dopadu a na energii PE. Sekundární elektrony nesou informace o topografii a o chemickém složení sledovaného vzorku.

Pro určení struktury vzorku je nejdříve třeba ho vhodně upravit. Vytvořením výbrusu a následným naleptáním jeho plochy je možné tvarově zvýraznit hranice jednotlivých krystalových zrn a tím umožnit jejich snadné pozorování pomocí SEM.

Střední velikost krystalových zrn d je možné určit kruhovou metodou: Na snímku zobrazíme kružnici o průměru D a spočteme množství zrn n , které protne. Střední velikost krystalových zrn se pak dá určit podle vzorce

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

Eutektická slitina představuje obvykle směs dvou tuhých roztoků s odlišným chemickým složením a často i různou strukturou. V závislosti na složení a způsobu tepelného zpracování dochází při tuhnutí slitiny ke vzniku různých mikrostruktur. Při rychlém tuhnutí tzv. eutektických materiálů se pozoruje typická dendritická lamelární morfologie tvořená fází α a heterogenně, nukleovanou druhou fází β . Vzájemný poměr obou fází závisí zejména na podmínkách tuhnutí a je důležitým parametrem ovlivňujícím fyzikální vlastnosti eutektické slitiny. Z mikrostrukturního hlediska tedy v eutektické slitině existují dvě "oblasti" s rozdílným chemickým složením α a β , které má vliv na počet vzniklých sekundárních elektronů a na obrazu SEM se projeví rozdílným jasnem. Frakčním objemem rozumíme podíl, který částice zaujímá v celkovém objemu slitiny.

3 Výsledky měření

Nejdříve jsme s pomocí SEM pozorovali povrch lomu slitiny Fe_3Al vzniklý při dvou odlišných teplotách. Při pokojové teplotě došlo ke křehkému interkrystalickému lomu, tzn. že nedocházelo k deformaci jednotlivých krystalových zrn a lom kopíroval jejich hranice (viz. obr. 1). Při teplotě 700 °C došlo k tvárnému transkrystalickému lomu, tzn. že docházelo k deformaci a lom vedl skrz krystalová zrna (viz obr. 2).

Dále jsem z již předem vytvořeného snímku naleptaného výbrusu polykrystalické ocelové trubky určil kruhovou metodou střední velikost zrna. Na obrázku 5 jsou znázorněny kružnice k tomu použité, jakožto i jednotlivá zrna, které tyto kruhy protínají. Poloměr kružnic r určil program zpracovávající výstup ze SEM a jeho chybu považuji za zanedbatelnou. Chybu určení počtu kružnic protnutých zrn N odhaduji na $\sigma_N = \pm 2$. Výsledky tohoto měření jsou zaneseny v tabulce 1. Střední velikost zrn pro každou kružnici je určena podle (1). Odtud můžeme určit výslednou střední velikost zrn výbrusu polykrystalického vzorku

$$d = (7,8 \pm 0,5)\mu\text{m}$$

Na posledním předem připraveném snímku bylo možno pozorovat strukturu eutektické slitiny Mg-Cu-Zn (viz. obr. 3). Pro další zpracování bylo třeba snímek binarizovat, výsledek čehož jest k nahlédnutí na obrázku 4. U binarizovaného snímku pak specializovaný program pro obrazovou analýzu určil jeho rozměry - 78,5 x 78,5

μm , z čehož se dá určit celková plocha snímku $S = 6162,25 \mu\text{m}^2$ a plochu pokrytou dendritickými částicemi $S_d = 1000 \mu\text{m}^2$. Odtud se dá už snadno určit frakční objem dendritických částic

$$\frac{S_d}{S} = 16\%$$

Specializované programové vybavení pro obrazovou analýzu rovněž po vydání příslušného pokynu rozdělilo dendritické částice podle jejich velikostí do tří skupin a určilo jejich podíl na celkové ploše. Výsledky tohoto jsou zaneseny do tabulky 2

4 Diskuse

Ze snímků na obrázcích 1 a 2 je patrné, že slitina Fe_3Al je při teplotě $700 \text{ }^\circ\text{C}$ plastičtější a bude se lépe opracovávat než při pokojové teplotě.

Při určování velikosti zrn z jednoho snímku narážíme na dva problémy. Nevíme, zda námi měřená část částic je reprezentativní pro celý vzorek a zda částice nejsou anizotropní, tedy např. zploštělé ve směru kolmém na rovinu snímku. Zde by bylo zřejmě vhodné zkoumat vždy dva navzájem kolmé řezy z různých oblastí vzorku. V případě tohoto praktika jsme se však mohli spolehnout na ujistění lektora o dostatečné vhodnosti zvoleného snímku.

Při zpracovávání snímku eutektické slitiny hrála velkou roli subjektivita při binarizaci obrazu, přesněji při určení přesné hranice mezi černou a bílou. To má samozřejmě vliv na všechny informace, které můžeme z binarizovaného obrazu získat.

5 Závěr

- Změřil jsem střední velikost zrna připraveného výbrusu polykrystalického vzorku

$$d = (7,8 \pm 0,5)\mu\text{m}$$

- Určil jsem frakční objem dendritických částic v eutektické slitině Mg-Cu-Zn .

$$\frac{S_d}{S} = 16\%$$

Reference

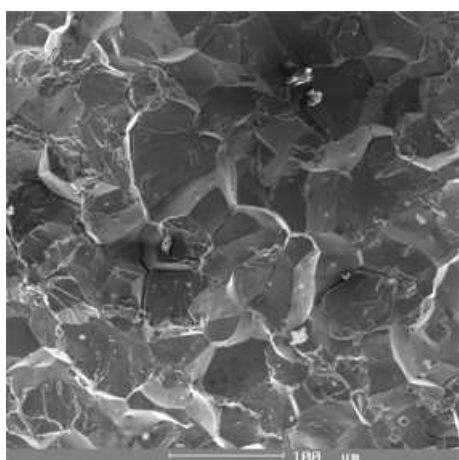
- [1] <http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/>, studijní text k úloze A18
- [2] <http://www.praktikum.brejlovec.net/>, protokoly k úloze A18

Kružnice	r [μm]	N	d [μm]
1	41,0	54	$7,2 \pm 0,3$
2	39,8	46	$8,2 \pm 0,4$
3	38,3	48	$7,5 \pm 0,3$
4	39,8	46	$8,2 \pm 0,4$
5	35,9	42	$8,1 \pm 0,4$

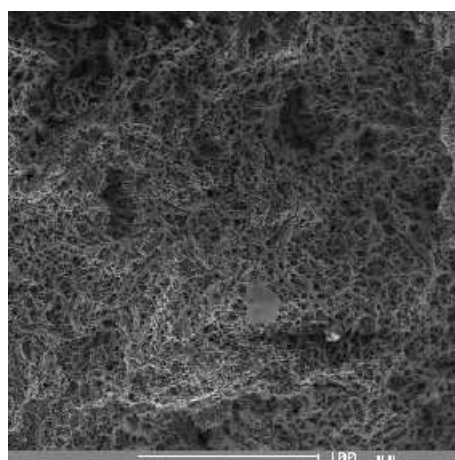
Tabulka 1: Určení střední velikosti zrn kruhovou metodou

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

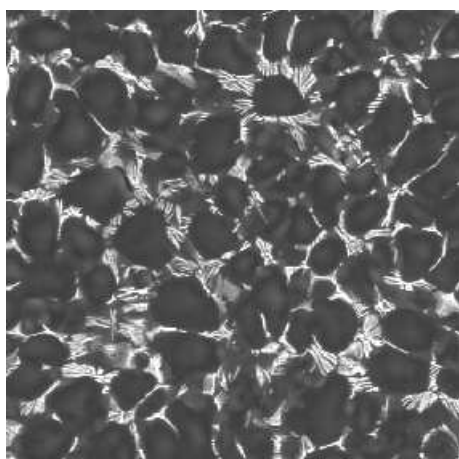
Tabulka 2: Rozdělení dendritických částic v eutektické slitině Mg-Cu-Zn



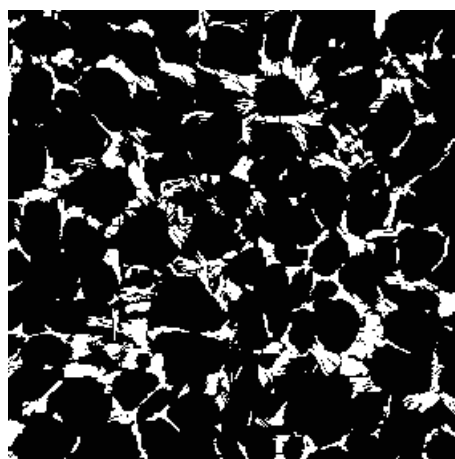
Obrázek 1: Povrch lomu Fe_3Al při pokojové teplotě



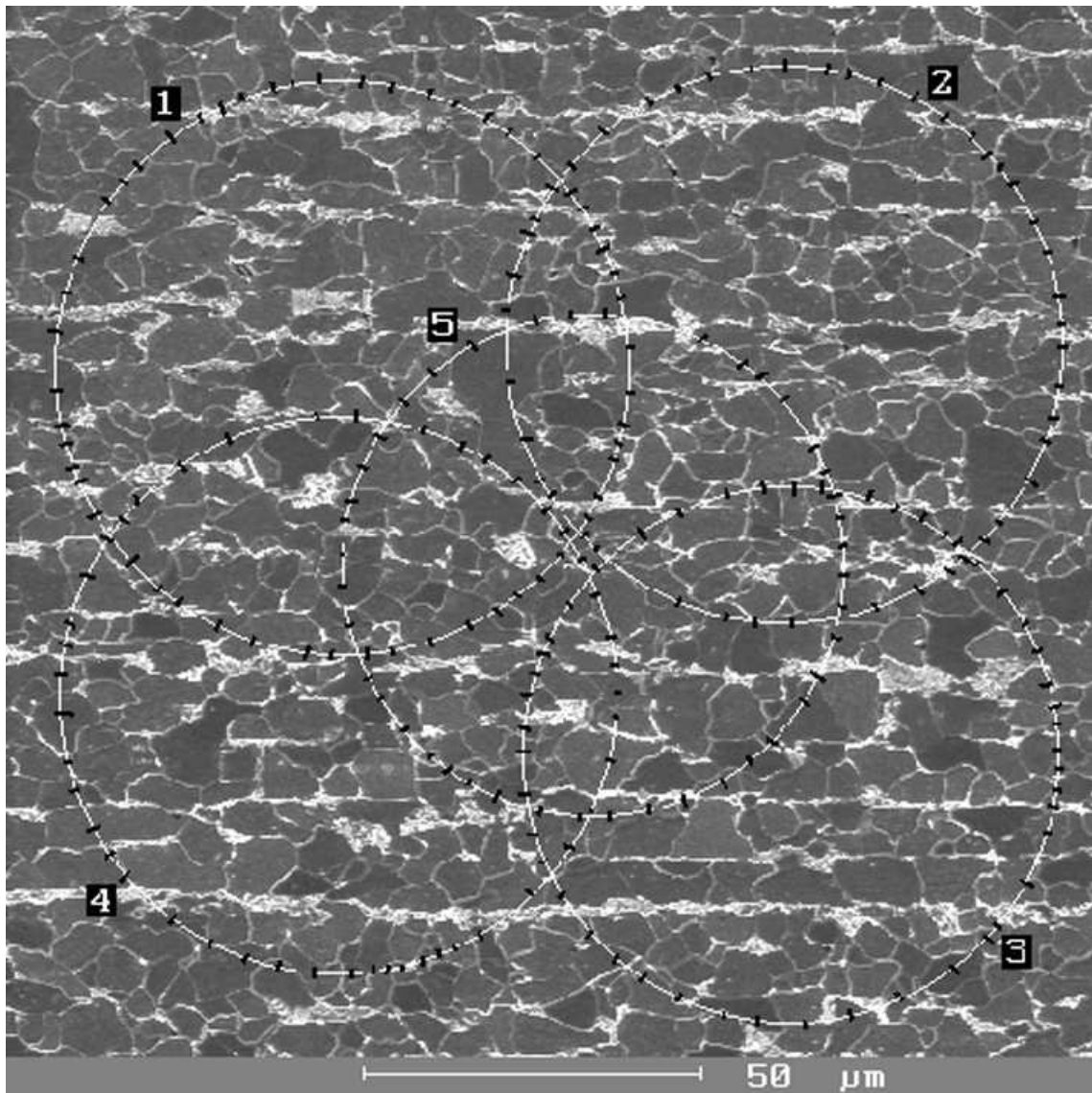
Obrázek 2: Povrch lomu Fe_3Al při teplotě 700 °C



Obrázek 3: Snímek eutektické slitiny Mg-Cu-Zn



Obrázek 4: Binarizovaný snímek eutektické slitiny Mg-Cu-Zn



Graf 5: Určení velikosti zrn kruhovou metodou na výbrusu ocelové trubky