

**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.

**Teorie:**Skenovací elektronový mikroskop

Skenovací elektronový mikroskop používá ke zkoumání materiálů fokusovaný elektronový svazek, dosahuje většího zvětšení než optický mikroskop (pomocí optického mikroskopu můžeme vidět detaily zhruba o velikosti stovek nanometrů, u elektronového mikroskopu můžeme dosáhnout přibližně nanometrového rozlišení). Elektrony v primárním svazku mají energii tisíce elektronvoltů (mohou mít až  $10^6$  eV). Obraz můžeme získat třemi různými způsoby:

1. detekce sekundárních elektronů – elektrony vyražené ze vzorku primárními elektrony, jejich maximální energie je přibližně 50 eV. Intenzita tohoto signálu vypovídá o tvaru povrchu (šikmé plochy dávají intenzivnější signál než plochy kolmé k elektronovému svazku) a chemickém složení povrchu.

2. detekce odražených elektronů – elektrony primárního svazku, které nebyly absorbovány látkou, jejich energie je řádově tisíc eV. Jejich intenzita může vypovídat o stejných vlastnostech jako detekce sekundárních elektronů, ale ještě může nést informaci o difrakci primárních elektronů na rovinách krystalů pozorované látky.

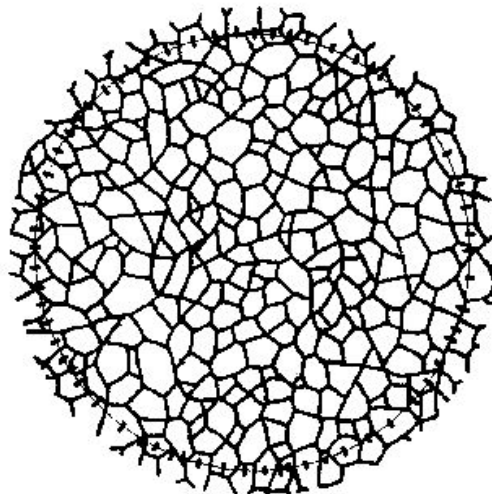
3. detekce RTG záření – primárními elektrony excitované atomy vzorku přecházejí na nižší energie a vyzařují odpovídající kvanta energie, z této charakteristiky se dá určit přesné chemické složení materiálu v jednotlivých místech. Detekováno je též brzděné záření od zpomalujících se elektronů v látce, které má rozdílné charakteristické záření prvků spojitě spektrum.

Měření velikosti zrna, kruhová metoda

Zhotovíme-li snímek povrchu nějakého materiálu, nebo řezu tímto materiálem, můžeme určit střední velikost krystalického zrna. Vhodnější je použít výbrus, neboť na snímku povrchu krystalu může být těžké rozlišit, zda jde o dvě sousedící krystalická zrna, nebo o dvě stěny téhož krystalitu. Vhodné je zvýraznit hrany mezi jednotlivými zrny výbrusu leptáním.

Střední velikost zrna lze určit tzv. kruhovou metodou, kdy na snímek zobrazíme kružnici o poloměru  $r$  a spočteme počet zrn, která protne -  $n$ . Střední velikost zrna  $d$  potom určíme dle vztahu

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



Obr 1: Kruhová metoda

Frakční objem dendritických částic v eutektické slitině

Eutektická slitina představuje obvykle směs dvou tuhých roztoků s odlišným chemickým složením a často i různou strukturou. Vzájemný poměr těchto dvou fází (označovaných  $\alpha$  a  $\beta$ ) závisí zejména na podmínkách tuhnutí a je důležitým parametrem ovlivňujícím fyzikální vlastnosti eutektické slitiny. Chemické složení fází má vliv na počet sekundárních elektronů, detekovaných SEM a tedy i na jas obrazu. Na tom jsou fáze zřetelně rozpoznatelné. Frakční objem je procento, které zaujímá daná fáze v celkovém objemu slitiny.

## Výsledky měření

### Velikost zrna

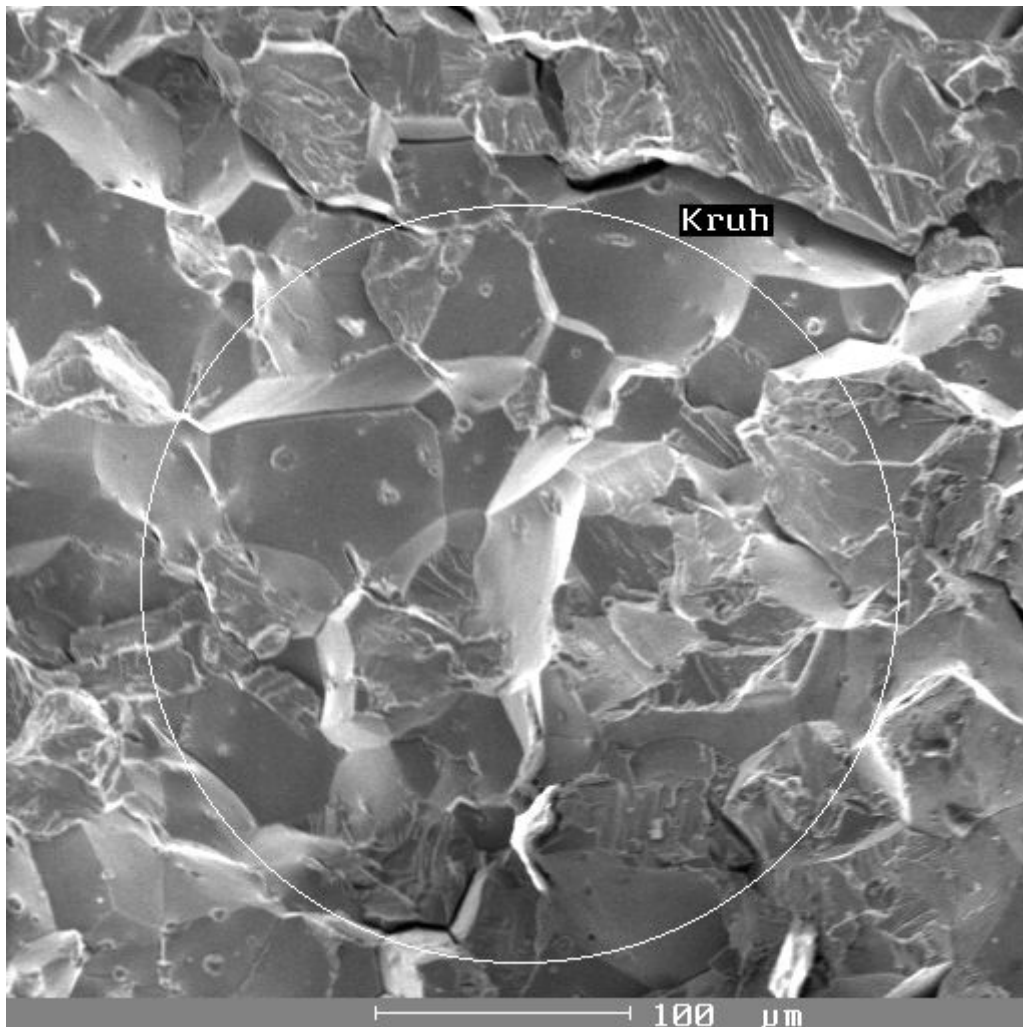
Elektronovým mikroskopem jsme pozorovali povrch lomu slitiny Fe<sub>3</sub>Al deformované při dvou různých teplotách. Při teplotě 700°C se látka chovala plasticky a vznikl interkrystalický lom, při pokojové teplotě se látka chovala křehce a vznikl transkrystalický lom (viz Obr 2).

Střední velikost zrna připraveného výbrusu polykrystalického vzorku jsem určil kruhovou metodou dle (1) za použití Obr. 3 a naměřených poloměrů příslušných kružnic v Tabulce č.1. Výslednou střední velikost zrna jsem určil z průměru zjištěných hodnot. Chybu jsem určil z chyby určení počtu zrn ( $\pm 3$  zrna) a z chyby průměru ( $\pm 0,3 \mu\text{m}$ ):

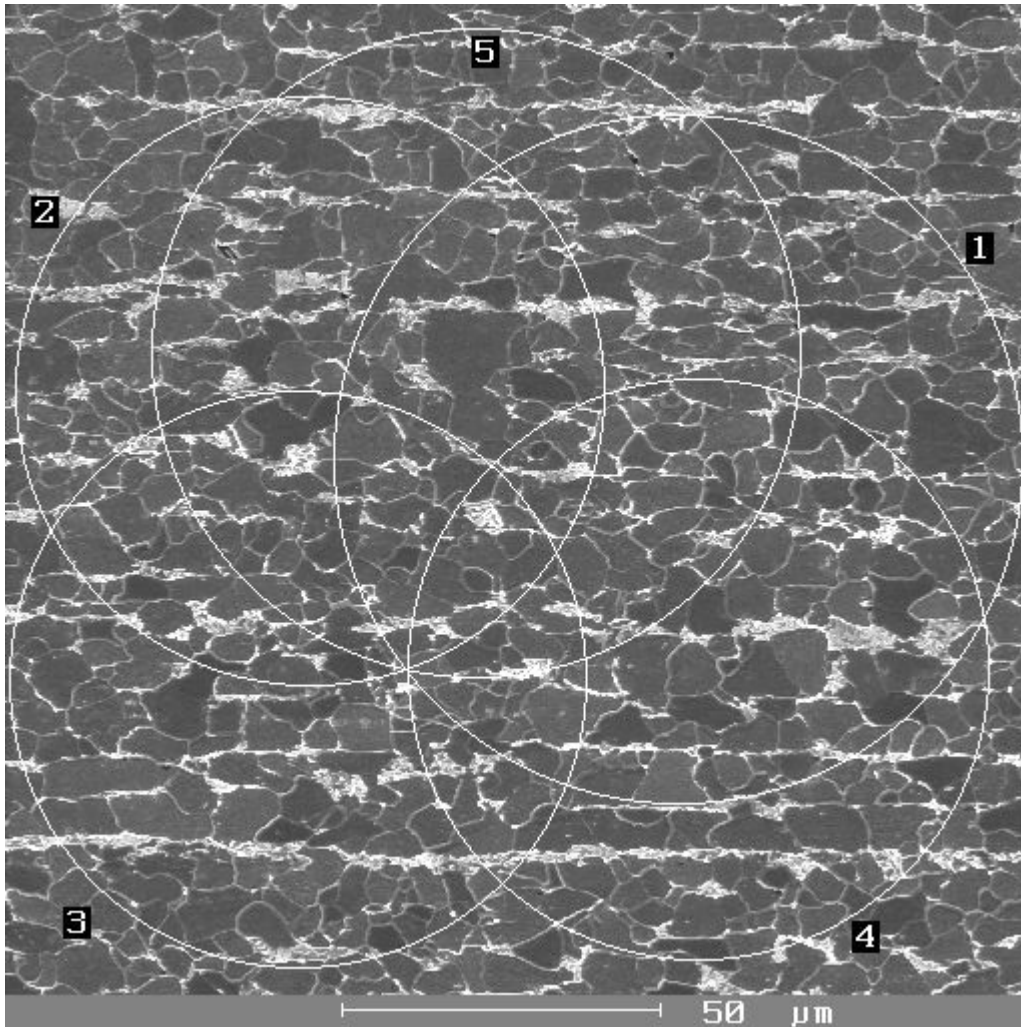
$$d = (7,5 \pm 0,5) \mu\text{m}$$

Tabulka č.1: Určení střední velikosti zrna kruhovou metodou

Kružnice	$r$ [ $\mu\text{m}$ ]	$n$	$d$ [ $\mu\text{m}$ ]
1	52,3	63	7,8
2	44,7	62	6,8
3	43,8	49	8,4
4	44,1	62	6,7
5	49,3	60	7,7



Obr 2: Příklad lomové plochy slitiny Fe<sub>3</sub>Al deformované za pokojové teploty. Demonstrace kruhové metody.



Obr 3: Snímek výbrusu hliníkové trubky. Určení střední velikosti zrna kruhovou metodou.

#### Frakční objem dendritických částic

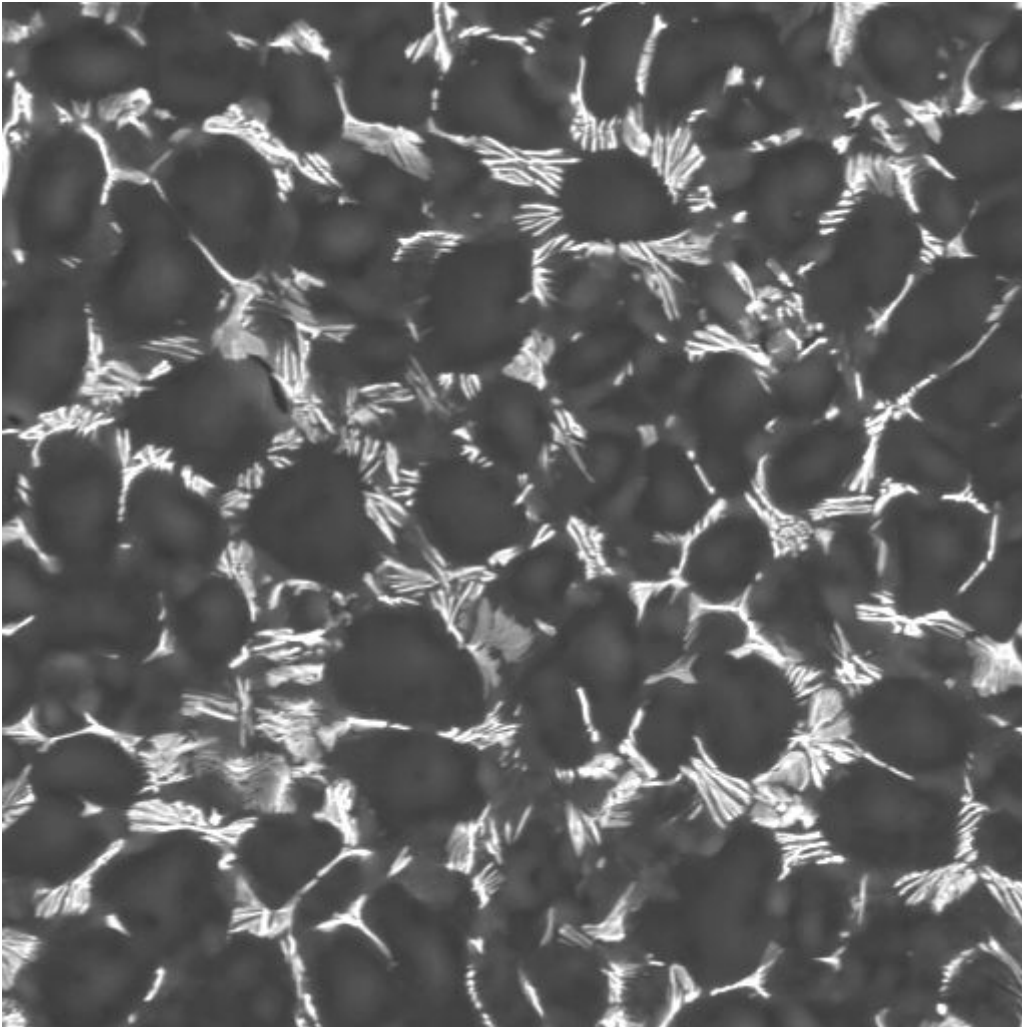
Pozorovali jsme strukturu eutektické slitiny Mg-Cu-Zn (viz Obr 4), přičemž světlé oblasti odpovídají jedné fázi a tmavé druhé. Pro další zpracování je nutné tento obrázek binarizovat (převést šedotónový obrázek na černo-bílý tak, že stanovíme který odstín šedi má být ještě bílý a který už černý). Toto je provedeno na příloženém Obr 5.

Oblast je čtverec o straně  $a = 78,5 \mu\text{m}$ , což dává celkovou plochu  $S = 6162,25 \mu\text{m}^2$ . Plochu světlé oblasti určil program jako  $1000 \mu\text{m}^2$ , tj. 16% celkové plochy.

Tabulka č.2 obsahuje histogram pro dendritické částice, ve kterém jsou částice rozděleny do 5 skupin podle velikosti. Největší částice se přiřadí 100% a ostatní částice se rozdělí podle relativní velikosti vzhledem k největší do skupin po 20 %.

Tabulka č.2: Charakteristika struktury slitiny Mg-Cu-Zn

Skupina	Počet částic ve skupině	Celková plocha [ $\mu\text{m}^2$ ]	Podíl plochy [%]	Průměrná plocha [ $\mu\text{m}^2$ ]
1	149	734,1	73,2	4,9
2	6	163,8	16,3	27,3
3	0	0	0	0
4	0	0	0	0
5	1	105,5	10,5	105,5



Obr 4: Šedotónový snímek povrchu slitiny Mg-Cu-Zn.

### Diskuse:

Při použití kruhové metody je nutné brát co největší kružnice aby se snížil vliv nehomogenity vzorku v rovině řezu. Dále je nutné použít více řezů různými rovinami (minimálně dvěma na sebe kolmými) aby se postihla případná anizotropie (pokud by byly pozorované částice například elipsoidy orientované v jednom směru, nemusí to být na řezu jednou rovinou patrné).

Při určování frakčního objemu dendritických částic je největší chyba způsobena při binarizaci šedotónového snímku. Nastavení prahu černý/bílý je dosti subjektivní (a každý pozorovatel to může udělat mírně odlišně) což se projeví při dalším počítačovém zpracování jednak ve frakčním objemu dendritických částic a pak také ve statistických charakteristikách struktury slitiny (je-li např práh bílé nastaven výše, může dojít ke slítí některých zrn a v histogramu se potom objeví větší počet větších zrn, je-li tento práh nastaven níže, může zase na druhou stranu dojít k rozdělení některých zrn na menší a v histogramu potom bude větší počet menších zrn). Při nehomogenitě a anizotropii vzorku i zde vznikají chyby a je tedy nutné pro přesnější zpracování použít více různých řezů slitinou.

### Závěr:

Střední velikost zrna připraveného výbrusu je  $d = (7,5 \pm 0,5) \mu\text{m}$ .

Frakční objem dendritických částic v eutektické slitině Mg-Cu-Zn je 16%. Statistické charakteristiky struktury jsou v Tabulce č.2.

### Použitá literatura:

- [1] Studijní texty, úloha A18 ([http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt\\_418.pdf](http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt_418.pdf))
- [2] Protokoly k úloze č.18 (např. <ftp://hogwarts.kolej.mff.cuni.cz/Matfyz/5.semestr/Praktika4/cizi/18/> či <http://www.dl.wz.cz/studium/mff-uk/praktikum/index.php?year=4&uloha=18>)