

Oddělení fyzikálních praktik při Kabinetu výuky obecné fyziky MFF UK

## PRAKTIKUM IV

Úloha č. 18

Název: Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami  
skenovací elektronové mikroskopie (SEM)

Pracoval: Štěpán Roučka stud. skup. FOF dne 2005

Odevzdal dne:..... vráceno:.....

Odevzdal dne:..... vráceno:.....

Odevzdal dne:.....

Posuzoval:..... dne..... výsledek klasifikace .....

Připomínky:

## 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

Principy elektronové mikroskopie jsou vysvětleny v [1]. Omezím se proto na stručný popis kruhové metody. Kruhová metoda slouží k určování velikosti zrn vzorku. Pokud nakreslíme na snímek vzorku kruh o poloměru  $r$ , který protne  $n$  zrn, je velikost zrna  $d$  definována vztahem

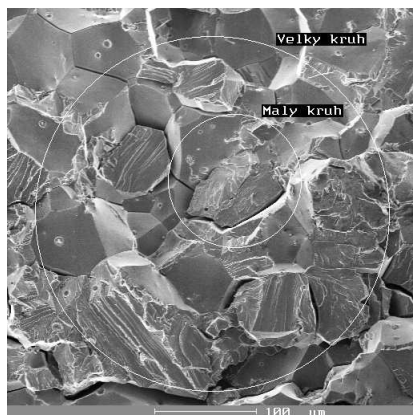
$$d = 3\pi \frac{r}{n}. \quad (1)$$

## Měření

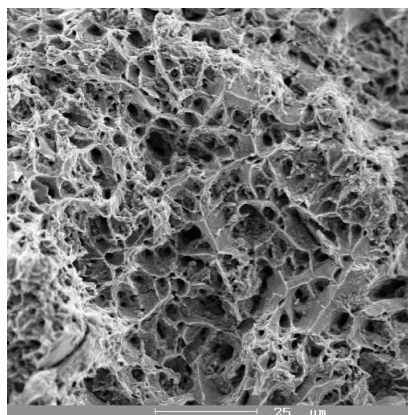
Měření bylo provedeno skenovacím elektronovým mikroskopem TESLA BS343. Nejprve jsem srovnal povrch lomu  $\text{Fe}_3\text{Al}$  vzniklý při teplotě  $850^\circ\text{C}$  s lomem vzniklým za pokojové teploty. Při pokojové teplotě se materiál láme křehce a na rozhraních krystalů, tedy interkrystalicky. Při vyšší teplotě byl již materiál tvárný a lámal se napříč krystaly, tedy transkrystalicky. Snímky těchto lomů jsou v obrázcích 1 a 2.

Dále jsem kruhovou metodou určil rozměr zrna ze snímku výbrusu hliníkové trubky. Pomocí programu na počítači připojeném k mikroskopu jsem do snímku vykreslil šest kruhů, jejichž rozměry určil program. Velikosti kruhů, počty zrn a velikosti zrn určené dle vztahu (1) jsou zapsány v tabulce 1. Postup určování je znázorněn v obrázku 3. Pokud by pravděpodobnostní rozdělení počtu zrn na daném kruhu bylo alespoň přibližně Poissonovské, byla by chyba v určení počtu zrn úměrná  $\sqrt{N}$ . Výslednou hodnotu velikosti zrna jsem tedy určil jako vážený průměr hodnot pro jednotlivé kruhy s vahou  $\sqrt{N}$ . Výsledný rozměr zrna potom je

$$d = (8.2 \pm 0.5) \mu\text{m}. \quad (2)$$



**Obrázek 1:** Interkrystalický křehký lom  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $t = 20\text{ }^\circ\text{C}$



**Obrázek 2:** Transkrystalický tvárný lom  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $t = 850\text{ }^\circ\text{C}$

kružnice	$r[\mu\text{m}]$	$N$	$d[\mu\text{m}]$
1.	68.4	81	7.96
2.	41.0	51	7.58
3.	39.2	45	8.21
4.	38.3	45	8.02
5.	49.6	50	9.35
6.	39.8	47	7.98

**Tabulka 1:** Určení průměru zrna kruhovou metodou

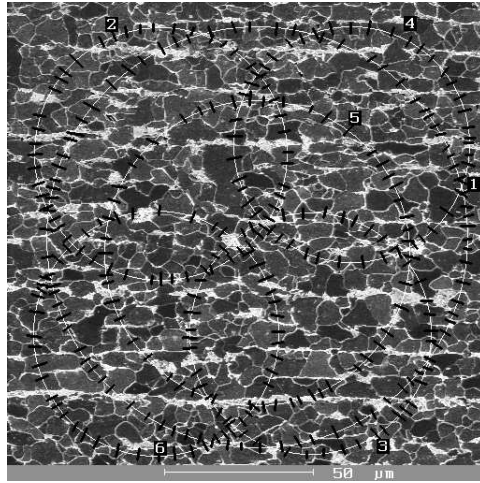
Nakonec jsem vyhodnotil snímek eutektické slitiny Mg-Cu-Zn. Pomocí počítačového programu na praktiku byl snímek slitiny binarizován. Plocha pokrytá dendritickými částicemi byla určena jako  $S_d = 0.0010\text{ mm}^2$ , zatímco celková plocha obrázku byla  $S = 0.0785\text{ mm}^2$ . Frakční plocha a tedy i objem dendritických částic je

$$S_d/S = 12\%.$$

Snímek a jeho binarizovaná verze jsou v obrázku 4 a 5. Program dále vypočetl obvod jednotlivých dendritů a rozdělil je do skupin podle velikosti. Výsledky vyhodnocení jsou zapsány v tabulce 2.

## Diskuse

Pozorování lomů při různých teplotách potvrdilo zvýšenou tvárnost materiálu při vyšší teplotě. Při určování průměru zrna jsem nebral v úvahu možnou



**Obrázek 3:** Určení velikosti zrna kruhovou metodou

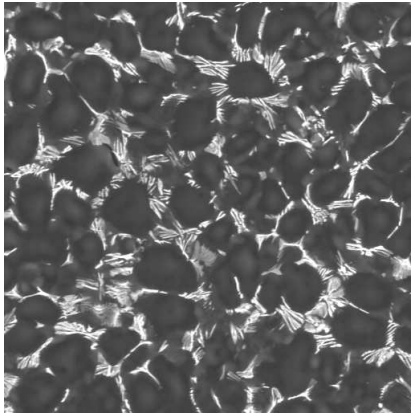
skupina	počet	$O_{\text{celk}}[\text{mm}]$	podíl[%]	$\bar{O}[\mu\text{m}]$
1	151	2.01	77.5	13.3
2	4	0.26	12.0	65.3
3				
4	1	0.18	10.5	184.2

**Tabulka 2:** rozdělení dendritů do skupin podle obvodu

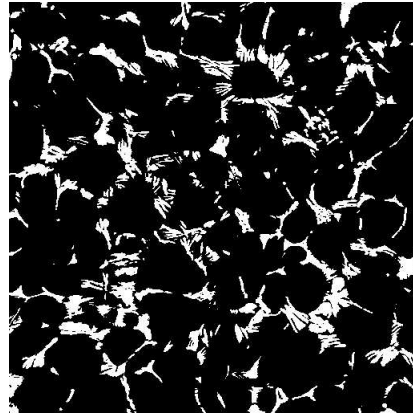
anizotropii materiálu. Správné by tedy bylo, zkoumat několik vzorků s různou orientací řezu. Teoretiky by potom asi bylo možné reprezentovat velikost zrn nějakým tenzorem druhého řádu. To samé platí i pro zkoumání eutektické slitiny. Určený frakční objem sice anizotropií ovlivněn není, ovšem velikosti a obvody jednotlivých dendritů již mohou být ovlivněny. Při určování frakčního objemu dendritů je největší chyba způsobena subjektivním určením prahu pro binarizaci snímku. Okraje dendritů totiž nebyly ostré a jejich plocha tudíž silně závisela na volbě prahu.

## Závěr

Určil jsem kruhovou metodou velikost zrn vzorku. Pomocí počítače jsem analyzoval snímek eutektické slitiny a určil jsem frakční objem dendritů.



**Obrázek 4:** Struktura eutektika Mg-Cu-Zn



**Obrázek 5:** Rozlišení fází eutektika

## Reference

- [1] Studijní texty, úloha 18: <http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/> a materiály v praktiku