

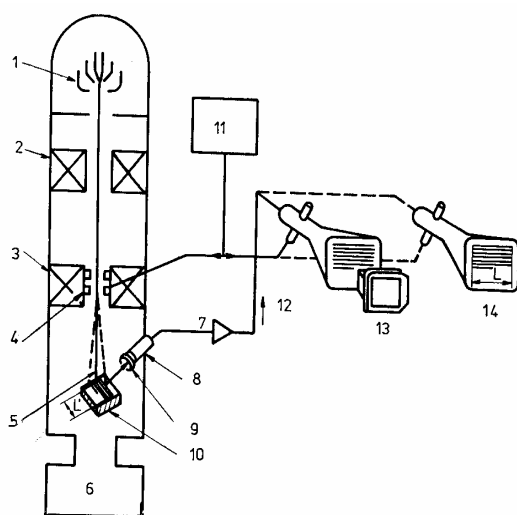
Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami scanovací elektronové mikroskopie (SEM)

Pracovní úkol:

1. Studium lomových ploch pomocí SEM.
2. Měření střední velikosti zrna polykrystalického vzorku. K vyhodnocení snímku ze scanovacího elektronového mikroskopu použijte kruhovou metodu.
3. Určení frakčního objemu dané fáze ve vícefázovém materiálu. Použijte specializované programové vybavení pro obrazovou analýzu.

I. Princip vzniku obrazu v elektronovém mikroskopu

Pod pojmem scanovací (řádkovací) elektronový mikroskop (SEM) si lze představit přístroj, který postupně vytváří zvětšený obraz vzorku nikoliv optikou světelných paprsků, ale s využitím ostře fokusovaného svazku elektronů; tento dopadající (primární) svazek vyvolává fyzikální signál v detektoru, který je teprve zdrojem informací o místě dopadu primárního elektronového svazku na povrch vzorku. Elektronový svazek je tedy jakousi sondou, která se pohybuje po povrchu vzorku a dává vznik signálu, jenž nese informace o charakteristikách místa vzorku, po kterém tento svazek přešel.



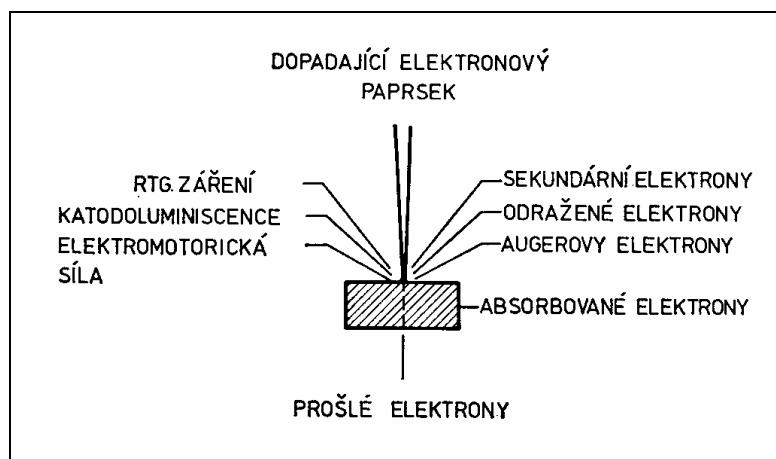
- 1 - elektronová tryska (zdroj PE)
- 2 - kondenzorová čočka
- 3 - objektivová čočka
- 4 - vychylovací cívky řádkovacího systému
- 5 - primární svazek elektronů
- 6 - vakuový systém
- 7 - zesilovač
- 8 - detektor
- 9 - kolektor
- 10 - vzorek
- 11 - generátor řádkovacího systému
- 12 - obrazový signál
- 13 - kamera
- 14 - obrazovka

obr. 1 Schematické znázornění činnosti a hlavních funkčních prvků SEM

Princip činnosti scanovacího elektronového mikroskopu (SEM) je schematicky znázorněn na obr 1. Elektrony emitované katodou jsou

urychlovány kladným napětím na anodě a vytvářejí primární svazek, který je elektromagnetickými čočkami ostře fokusován na povrch sledovaného vzorku. Vychylovací cívky řádkovacího systému umožňují, aby tento svazek bod po bodu a řádek po řádku systematicky přejížděl (řádkoval (scanoval)) vymezenou plošku, podobným způsobem, jaký se používá v televizní technice. S pohybem primárního elektronového svazku je synchronizován signál z detektoru, který se vykresluje na obrazovce. Jas obrazu je potom modulován intenzitou signálu ze snímacího detektoru, odpovídající jednotlivým bodům dopadu primárního svazku. Kontrast na obrazovce se tedy vytváří jako výsledek rozdílné intenzity signálu v jednotlivých bodech dopadu primárního svazku a zvětšení je dáno poměrem strany obrazovky k délce úseku řádkovaného na povrchu vzorku. V závislosti na druhu zpracovávaného signálu (detektoru) je možno získat informace nejen o povrchové topografii útvarů vytvářejících povrchový reliéf, ale také o lokálních změnách v chemickém složení a o některých dalších fyzikálních vlastnostech vzorku.

Elektrony primárního svazku (PE) dopadají v SEM na povrch vzorku s energií několika tisíc eV. Pronikají do určité hloubky pod povrch a jsou látkou rozptylovány a absorbovány. Rozptyl elektronů je *pružný* a *nepružný*. Při *pružném rozptylu PE* v povrchové vrstvě pevné látky neztrácejí svou energii, mění pouze směr pohybu a pod určitým úhlem jsou odraženy zpět nad povrch vzorku (zpětně odražené elektrony). Při *nepružném rozptylu* jsou PE v krystalovém prostředí brzděny, přičemž předávají svou energii volným elektronům a krystalové mřížce. Pro účely SEM má význam interakce PE s elektrony pevné látky. Elektrony pevné látky jsou předanou energií excitovány, což vede podle způsobu excitace ke vzniku sekundárních elektronů, Augerových elektronů, charakteristického rtg. záření, atd. (viz obr. 2).



obr. 2 Druhy fyzikálních signálů vyvolaných dopadem primárního elektronového svazku.

Jak jsme již uvedli při popisu principu činnosti SEM, fokusovaný svazek PE 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.). To lze provést vhodnou volbou detekčního systému. Pro běžné účely je to nejčastěji detektor sekundárních elektronů (SE) nebo zpětně odražených elektronů (BSE – Back-Scattered Electrons). Jako sekundární elektrony se označují elektrony emitované z povrchu vzorku, které mají energii menší, než 50 eV. Intenzita signálu SE závisí především na topografii vzorku. Intenzita signálu BSE závisí především na chemickém složení a na krystalografické orientaci jednotlivých částí vzorku. Právě tyto dvě charakteristiky využijeme při naší úloze.

II. Studium lomových ploch

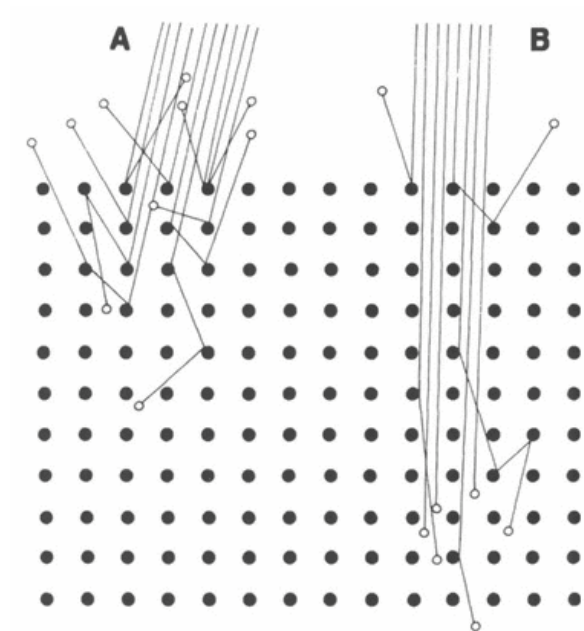
Byly studovány mechanické vlastnosti intermetalické slitiny na bázi Fe_3Al (minoritní příměsi Cr, C, apod.) v závislosti na teplotě. Vzorky této slitiny byly deformovány při různých teplotách do lomu. Zvolené teploty deformace byly pokojová teplota (RT), 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 600°C a 700°C. Při pokojové teplotě byl materiál pevný avšak křehký - hodnota plastické deformace byla cca 1%. Plasticita materiálu postupně se zvyšující se teplotou deformace rostla a pro teplotu deformace 700°C dosáhla hodnoty cca 10%. Cílem studia materiálu v rastrovacím mikroskopu je odpovědět na následující otázky: "Proč je materiál při RT křehký?" a "Proč hodnota plastické deformace pro teplotu 700°C je vyšší ve srovnání s plasticitou při RT? "

Postup měření:

- Pomocí SEM sledujte strukturu lomových ploch a zhotovte typické snímky ze vzorku deformovaného při RT a 700°C.
- Vyhodnoťte snímky.

III. Měření velikosti zrna

Mikrostruktura běžných kovů je polykrystalická – materiál se skládá z jednotlivých krystalitů s různou krystalografickou orientací – zrn. Orientační (chanelling) kontrast v signálu zpětně odražených elektronů u dobře připravených výbrusů zviditelní jednotlivá zrna s různou orientací. Princip vzniku channeling kontrastu je znázorněn na obrázku 3. Elektrony, které dopadají na povrch vzorku rovnoběžně se systémem krystalografických rovin pronikají (kanálují) hlouběji pod povrch vzorku. Elektrony, které dopadají pod jistým úhlem se odrážejí s vyšší intenzitou.



Obr. 3 Schematické znázornění vzniku orientačního kontrastu v BSE modu.

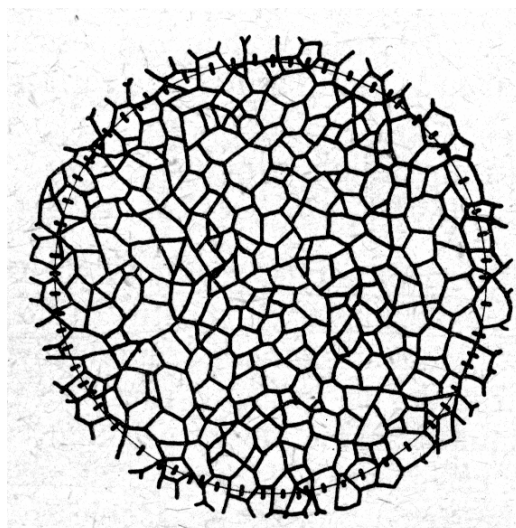
Postup měření:

- Pomocí SEM sledujte strukturu vzorku a zhotovte 3-5 typických snímků.
- Na počítači proveďte matematické zpracování obrazu (snížení šumu, vyhlazení obrazu, zesílení hran, atd.) pro analýzu a měření strukturních parametrů
- Na takto upraveném obrazu změřte střední velikost zrna d kruhovou metodou podle vzorce

$$d = \frac{3\pi D}{2n},$$

kde D je průměr kružnic, n je počet prořatých zrn (viz obr. 4)

- Měření opakujte pro všechny snímky a určete průměrnou hodnotu velikosti zrna. Stanovte relativní chybu měření.



Obr. 4 Schematické znázornění kruhové metody.

IV. Stanovení frakčního objemu druhé fáze

Intenzita zpětně odražených elektronů závisí rovněž na průměrném atomovém čísle v tom smyslu, že je tím silnější, čím je průměrné atomové číslo vyšší. Oblasti, kde jsou koncentrovány prvky s nižším atomovým číslem, se v obrazu projeví menší intenzitou než oblasti s vyšším atomovým číslem. Vhodným příkladem může být studium struktury vícefázových slitin. Jednotlivé fáze se většinou liší chemickým složením.

Postup měření:

- Pomocí SEM pozorujte strukturu dvoufázové slitiny a typický mikroskopický obraz struktury uložte.
- Uložený (šedotónový) snímek binarizujte programem na zpracování obrazu.
- Určete frakční objem sekundární fáze změřením podílu jejich plochy na snímku.

Pokyny pro měření:

- 1) Před vložením vzorku do mikroskopu zkontrolujte čistotu jeho povrchu. Případné nečistoty negativně ovlivňují kvalitu obrazu v SEM.
- 2) Při zpracovávání obrazu se přesvědčte, zda je správně nastavena kalibrace zvětšení mikroskopu.
- 3) Zvětšení obrazu volte tak, aby na obraze byl dostatečný počet strukturních objektů (krystalických zrn, dendritických částic). Malý počet objektů zvyšuje chybu stanovení statistických charakteristik.

Literatura:

- 1) F. Píšek: Nauka o materiálu II, SNTL, Praha 1959, kap. 8, str. 161-170.
- 2) J. Brož a kol.: Základy fyzikálních měření II A, SPN, Praha 1983, str. 225 - 227.
- 3) F. Jandoš, R. Říman, A. Gemperle: Využití moderních laboratorních metod v metalografii, SNTL, Praha 1985, str. 172-177 a 195- 200.