

Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami skenovací 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.

Návod:

I. Studium lomových ploch

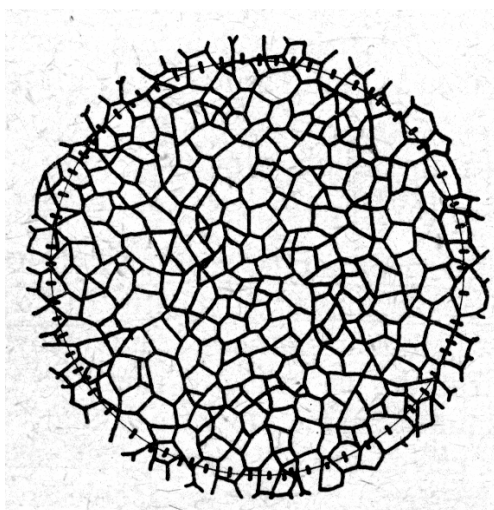
- Pomocí SEM sledujte strukturu lomových ploch vzorku deformovaného za pokojové teploty a vzorku deformovaného při teplotě 700°C.
- Určete příčiny lomu materiálu pro oba pozorované vzorky.

II. Měření velikosti zrna

- Pomocí SEM sledujte strukturu výbrusu a zhotovte 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

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

kde D je průměr kružnic, n je počet prořatých zrn (viz obr.1)



Obr. 1

- Měření opakujte pro všech 5 snímků a určete průměrnou hodnotu velikosti zrna. Stanovte relativní chybu měření.

III. Stanovení frakčního objemu druhé fáze

- Pomocí SEM pozorujte strukturu vícefázového materiálu a typický mikroskopický obraz struktury uložte.
- Uložený (šedotónový) snímek binarizujte programem na zpracování obrazu.
- Určete frakční objem dendritických částic 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.