

Kabinet výuky obecné fyziky, UK MFF

## Fyzikální praktikum ...



Úloha č. ....

Název úlohy: .....

Jméno: ..... Obor: FOF FAF FMUZV

Datum měření: .....

Datum odevzdání: .....

Připomínky opravujícího:

	Možný počet bodů	Udělený počet bodů
Práce při měření	0 - 5	
Teoretická část	0 - 1	
Výsledky měření	0 - 8	
Diskuse výsledků	0 - 4	
Závěr	0 - 1	
Seznam použité literatury	0 - 1	
<b>Celkem</b>	max. 20	

Posuzoval:.....

dne: .....

## Pracovní úkoly

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.

## Teoretická část

Skenovací elektronový mikroskop je přístroj, který pomocí fokusovaného svazku primárních elektronů postupně vytváří zvětšený obraz vzorku bod po bodu. Po dopadu na vzorek může nastat několik druhů událostí, jejichž detekce nám může poskytnout informaci o povrchu vzorku, my se zaměříme na dva z nich.

Elektron se může pružně odrazit zpět (BSE). Intenzita zpětně odražených elektronů je mimo jiné závislá na protonovém čísle (takže nám umožňuje pozorovat chemické složení vzorku) a na orientaci krystalografických rovin (tzv. channelling).

Elektron také může z atomů vzorku vyrazit sekundární elektron (SE). Tímto způsobem můžeme pozorovat topografii vzorku.

Pokud máme mikroskopický snímek zrnitého vzorku, můžeme z něj určit střední velikost zrna kruhovou metodou [1]. Narýsujeme kružnici o průměru  $D$  a spočítáme počet zrn, které protne. Tento počet označíme  $n$ . Potom střední velikost zrn  $d$  je dána vztahem [1]

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

kde  $\pi$  je Ludolfovo číslo.

## Výsledky měření

V SE modu jsme studovali lom slitiny  $\text{Fe}_3\text{Al}$  při dvou různých teplotách. Při pokojové teplotě (obrázek 1) nastal křehký intermetalický lom (podél hranic zrn). Při  $700^\circ\text{C}$  (obrázek 2) nastal vlivem vyšší difúze tvárný transkrystalický lom (skrz zrna).

V BSE modu jsme pomocí channelling kontrastu určili kruhovou metodou střední velikost zrna vzorku Ni (obrázek 3). "Dvojčata" jsme nepočítali jako jednotlivá zrna, stejně tak pokud byla krystalická plocha mírně deformovaná (to se na snímku projevilo intenzitním gradientem), tak jsme to ignorovali. Naměřená data jsou v tabulce 1. Standardní odchylku každé kružnice odhadujeme na  $\pm 1$  zrn. Průměrná velikost zrna vychází ve všech snímcích přibližně stejná. Střední velikost zrna jsme spočítali ze všech kruhů. Předpokládáme, že rozdělení velikosti zrn je přibližně normální, standardní odchylku střední velikosti zrna jsme určili obvyklým způsobem

$$\sigma_{\bar{d}} = \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (d_i - \bar{d})^2} = 0,9 \mu\text{m},$$

ke které jsme přes čtverec přičetli chybu jednoho měření. Dostáváme střední velikost zrna

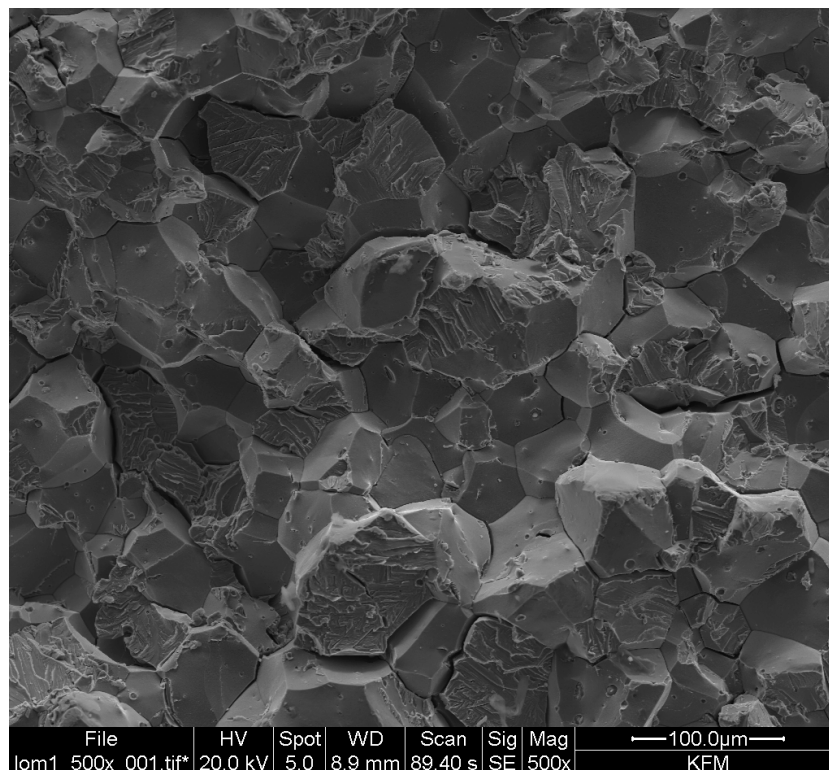
$$\bar{d} = (40,9 \pm 1,8) \mu\text{m}.$$

V BSE modu jsme pozorovali pájku (slitina Pb a Sn), viz obrázek 4. Obrazovou analýzou snímku jsme určili poměr obou fází. V prvním snímku bylo  $(29 \pm 1) \% \text{ Pb}$  a  $(69 \pm 2) \% \text{ Sn}$ , ve druhém  $(29 \pm 1) \% \text{ Pb}$  a  $(68 \pm 2) \% \text{ Sn}$  (standardní odchylka je odhadnutá). Pokud označíme tyto poměry  $w_{\text{Pb}}$  respektive  $w_{\text{Sn}}$ , určíme frakční objem Pb následujícím způsobem (nejistota je určená metodou přenosu chyb)

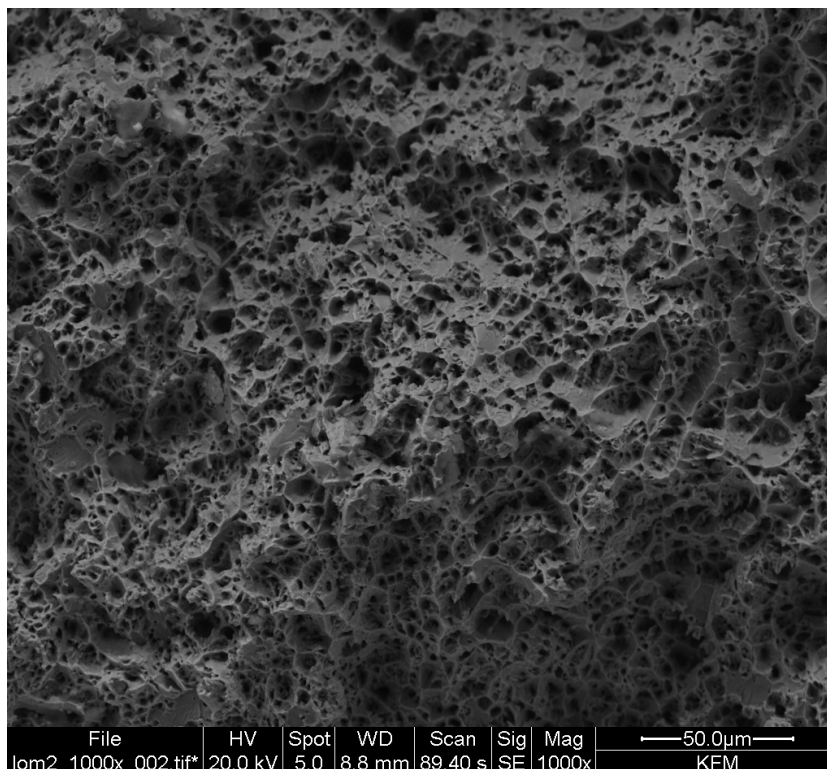
$$V_{\text{Pb}} := \frac{w_{\text{Pb}}}{w_{\text{Pb}} + w_{\text{Sn}}} = (29,7 \pm 1,0) \%.$$

č. snímku	$D$ ( $\mu\text{m}$ )	č. kruhu	počet zrn	$d$ ( $\mu\text{m}$ )	$\bar{d}$ ( $\mu\text{m}$ )
1	219.1	1	27	38.2	38.1
		2	27	38.4	
		3	29	35.9	
		4	27	38.8	
		5	27	38.9	
2	238.7	1	25	45.0	43.9
		2	23	49.1	
		3	30	37.8	
		4	26	43.8	
		5	26	44.0	
3	227.4	1	32	33.5	38.8
		2	29	37.1	
		3	30	36.0	
		4	24	45.2	
		5	26	41.9	
4	229.6	1	23	47.0	43.3
		2	23	47.2	
		3	26	42.0	
		4	29	37.8	
		5	26	42.3	
5	244.6	1	27	42.7	40.5
		2	29	39.9	
		3	35	33.2	
		4	26	44.9	
		5	28	41.8	

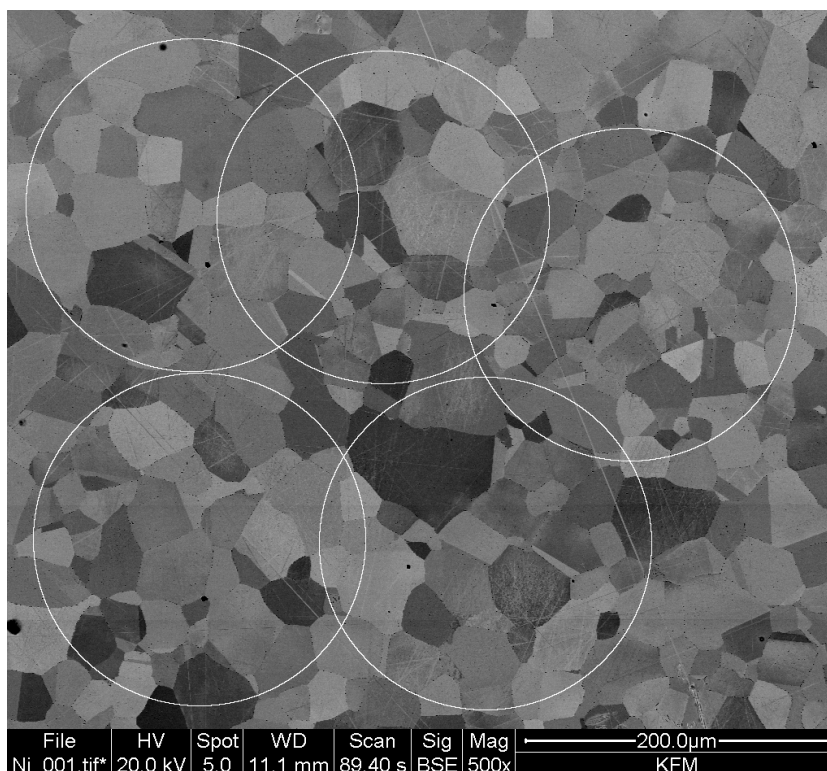
Tabulka 1: Kruhová metoda, pro každý kruh je spočtená velikost zrna  $d$  podle (1),  $\bar{d}$  je střední hodnota pro daný snímek.



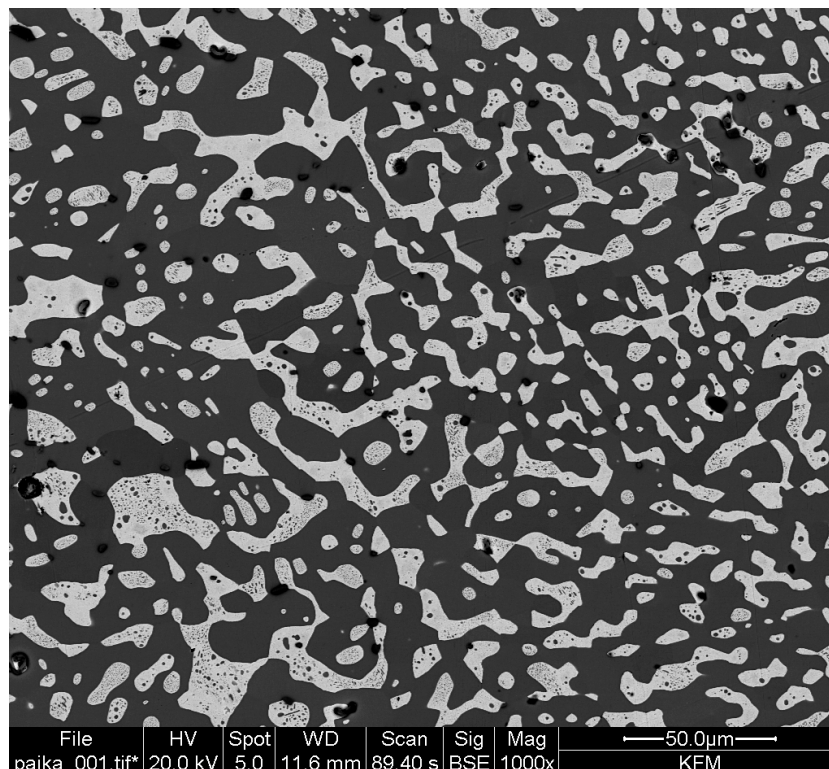
Obrázek 1: Interkrystalický lom při pokojové teplotě



Obrázek 2: Transkrystalický lom při 700 °C



Obrázek 3: Zrna niklu s různou orientací, znázorněná kruhová metoda (snímek č. 1, číslování kruhů začíná levým horním kruhem a pokračuje po směru hodinových ručiček).



Obrázek 4: Pájka, slitina cínu (tmavě šedá) a olova (světle šedá).

## Diskuze

Do nejistoty  $\pm 1$  zrno každého kruhu je zahrnuta i případná systematická chyba, které jsme se s velkou pravděpodobností mohli dopustit. Proto je konečná nejistota  $\bar{d}$  vysoká i přesto, že statistický soubor byl poměrně rozsáhlý.

Stejně tak při určování poměru fází v pájce. Shoda u obou snímků neznamená potvrzení naměřených hodnot, ale pouze to, že jsme v naší metodě konzistentní.

## Závěr

Při pokojové teplotě došlo ke křehkému lomu, který respektoval hranice zrn. Při 700 °C došlo k tvárnému lomu, který nerespektoval hranice zrn.

Změřili jsme střední velikost zrn vzorku Ni

$$\bar{d} = (40,9 \pm 1,8) \mu\text{m}.$$

Změřili jsme frakční objem fáze Pb ve vzorku pájky

$$V_{Pb} = (29,7 \pm 1,0) \%.$$

## Seznam použité literatury

1. *Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami SEM—Základní fyzikální praktikum* [online]. [cit. 2017-11-20]. Dostupný z WWW: <http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/zadani/418>.