

# Mikroskopie a lokální elektronová mikroanalýza v materiálovém výzkumu

O. Červený, G Plasy, Stará cesta 363 (comodor\_falkon@seznam.cz),  
A. Sejkorová, G Jeseník, Komenského 281 (alca@e-mail.cz),  
P. Troubil, G Brno, tř. Kpt. Jaroše (pavel@eagle.bk.cz),  
T. Vychodil, G Olomouc, Čajkovského 9 (vychi.t@centrum.cz)

## Abstrakt:

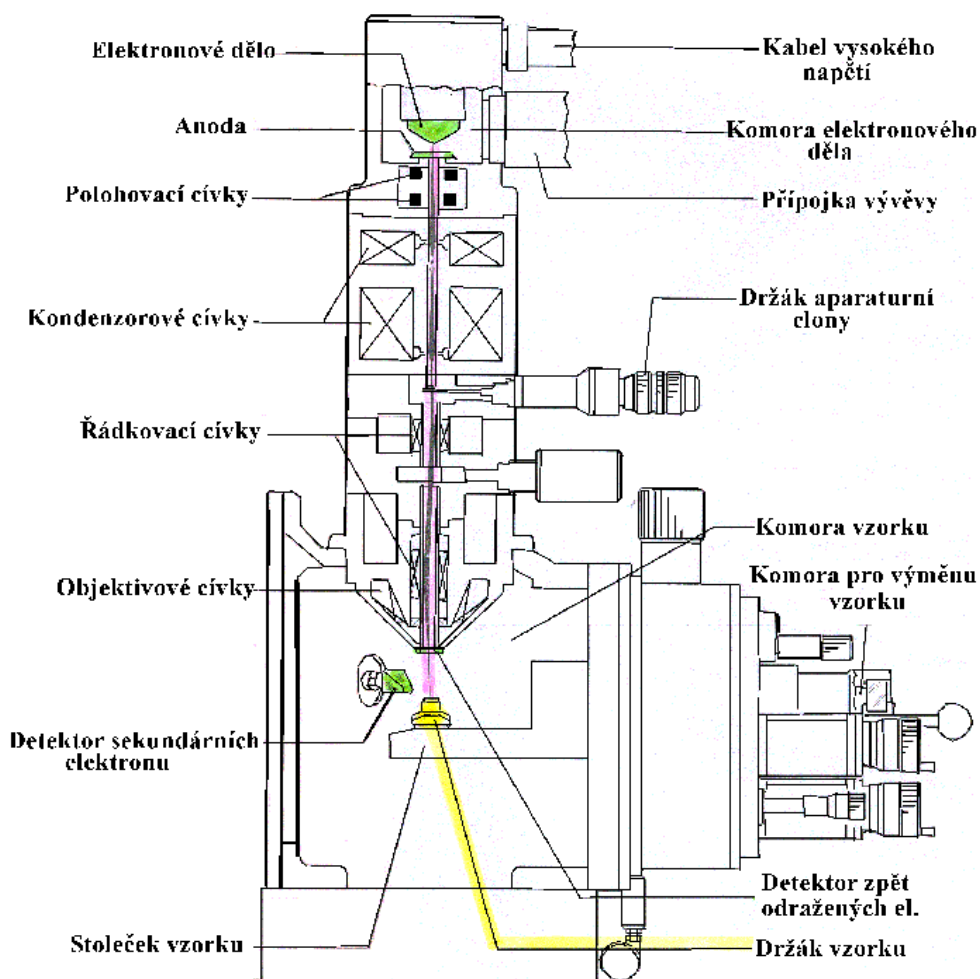
Práce pojednává o funkci a principu elektronového mikroskopu a jeho využití v materiálovém výzkumu. Popisuje metody zjišťování příčin vzniku únavových lomů materiálu za pomoci mikroskopu a energiově disperzního analyzátoru (EDX). Jako konkrétní příklad uvádí zjišťování příčin ulomení lopatky z oběžného kola letecké turbíny.

## 1 Úvod

Nedůležitějším pracovním prostředkem v materiálovém výzkumu je v současnosti řádkovací elektronový mikroskop (ŘEM), pracující s úzkým elektronovým paprskem. K vytváření obrazu jsou použity od povrchu zpětně odražené primární elektrony a sekundární elektrony, vzniklé interakcí atomů vzorku s elektrony elektronového paprsku. Tyto elektrony jsou přijímány detektorem a zpracovány tak, že obdržíme ostrý obraz povrchu vzorku. Oproti tradičnímu optickému mikroskopu je jeho předností zejména velká hloubka ostrosti a možnost dosáhnout mnohem většího zvětšení. K mikroskopu lze připojit zařízení k analýze složení zkoumaných vzorků – v našem případě energiově disperzní analyzátor.

## Princip ŘEM

Evakovaným válcem jsou z wolframového vlákna – katody emitovány elektrony. Poté jsou směřovány Wehneltovým válcem a urychlovány kruhovou anodou. Mezi skupinovou wolframová katoda – Wehneltův válec a anodou se nachází místo překřížení drah elektronů, tzv. crossover. Pod tím se nacházejí tzv. kondenzátorové čočky, což jsou cívky vyvolávající magnetické pole, které soustřeďují elektronový paprsek. Pak paprsek prochází otvorovou clonou tvořenou tenkým plíškem s otvorem uprostřed. Ta má vliv na rozlišovací schopnost mikroskopu. Na konci válce je umístěna objektivová čočka. Tou jsou elektrony usměrněny tak, aby dopadaly do velmi malého prostoru na povrchu vzorku. Objektivová čočka obsahuje vychylovací cívky, které zaručují, že elektronový paprsek rastruje vzorek – povrch je zkoumán po řádcích a bod po bodu. Každému zkoumanému bodu vzorku odpovídá bod na obrazovce, skenovací a zobrazovací paprsky jsou synchronizovány. Obraz poskytují detektorem zaznamenané zpětně odražené a sekundární elektrony.



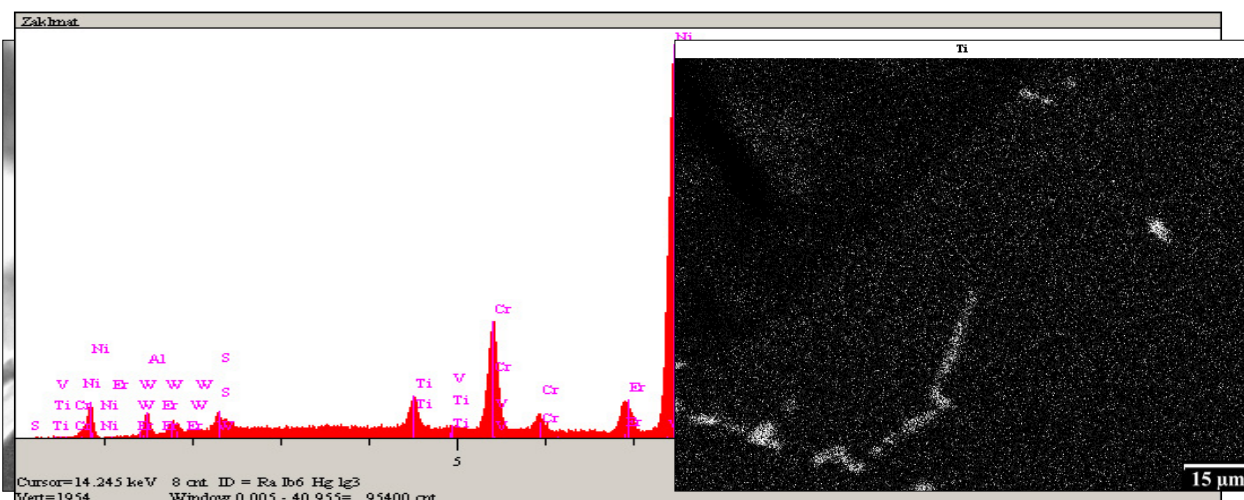
Obr. 1: Schéma řádkovacího elektronového mikroskopu

## Zpětně odražené a sekundární elektrony

Zpětně odražené elektrony jsou primární elektrony, které vnikly do vzorku, byly odraženy, přičemž se jejich energie příliš nesnížila – stále stejná rychlost, pouze změna směru. Jelikož odražené elektrony unikají i z hlubších oblastí, nezískáváme přesný obraz povrchu vzorku, ale i hlubších vrstev. Naopak pomocí sekundárních elektronů dosáhneme vyššího rozlišení, protože k detektoru dorazí pouze sekundární elektrony z povrchových vrstev vzorku.

## Princip analýzy EDX

Při ozáření materiálu elektrony vzniká též rentgenové záření, které je vyvoláno vzájemným působením elektronů a materiálu. Toto RTG záření dosahuje pro každý prvek jisté specifické energie, která je užita k identifikaci prvků obsažených ve vzorku. Buzení rentgenového záření se dělí na spojité brzdné záření a záření charakteristické pro určité prvky. Brzdné záření vzniká zbržděním primárních elektronů ve vzorku. Charakteristické RTG záření prvků vzniká, pokud jsou zásahem primárních elektronů vyraženy jednotlivé elektrony vnitřních slupek atomu. Ty jsou nahrazeny elektrony z vyšších energetických hladin a rozdílová energie je ve formě záření. Tato energie je charakteristická pro každý jednotlivý prvek. Na záznamu z analyzátoru (obr. č. 2) se brzdné záření podílí na spojitém pozadí a charakteristické záření prvků obsažených ve vzorku tvoří peaky.



Obr. 2: Typické spektrum niklové slitiny

## 2 Experiment – výzkum lomu lopatky letecké turbíny

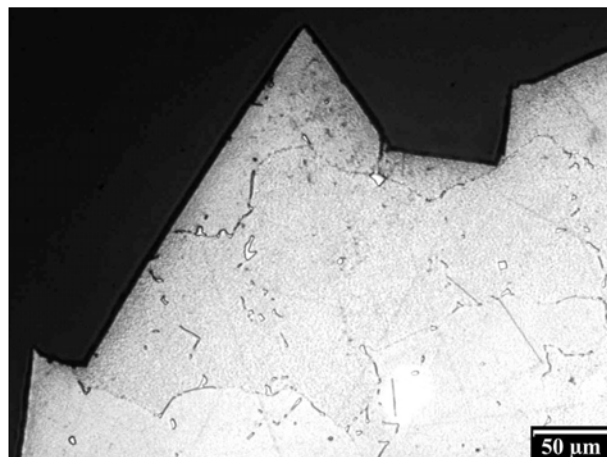
Předmětem našeho zkoumání je lopatka leteckého proudového motoru. Lopatka se z neznámých příčin ulomila v zámku, kterým je připevněna k oběžnému kolu turbíny. Z oběžného kola se takto ulomily čtyři lopatky, velká část ostatních byla poškozena.

### Příprava vzorku

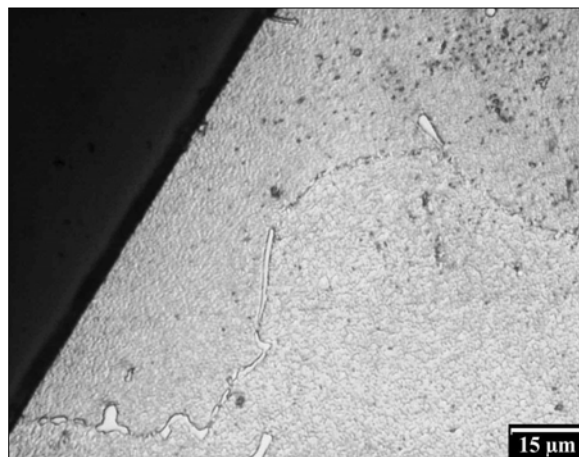
Lopatkou byl veden řez kolmo k rovině lomu v místě iniciace únavové trhliny, byla chemicky naleptána směsí kyselin (30% HCl, 30% HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O), zalita do epoxidové pryskyřice, metalograficky broušena, mechanicky leštěna. Poté byla provedena dokumentace optickým mikroskopem. Pro elektronový mikroskop byla s velkými obtížemi vyjmuta z pryskyřice kvůli zajištění vodivosti.

### Výsledky

Byla pozorována plocha výbrusu a hrana únavové trhliny v místě iniciace. Byly pořízeny jejich snímky optickým a elektronovým mikroskopem a provedena EDX analýza jednak přímo zlomové plochy v místě iniciace a jednak z plochy výbrusu pod tímto místem (obrázky jsou přiloženy). EDX analýza prokázala, že útvary viditelné na ploše výbrusu jsou částice bohaté především na titan a budou to pravděpodobně karbidy. Tyto částice na lomové ploše přímo v místě iniciace pozorovány ve větším množství nebyly, a tudíž nebudou hlavní příčinou vzniku trhliny.

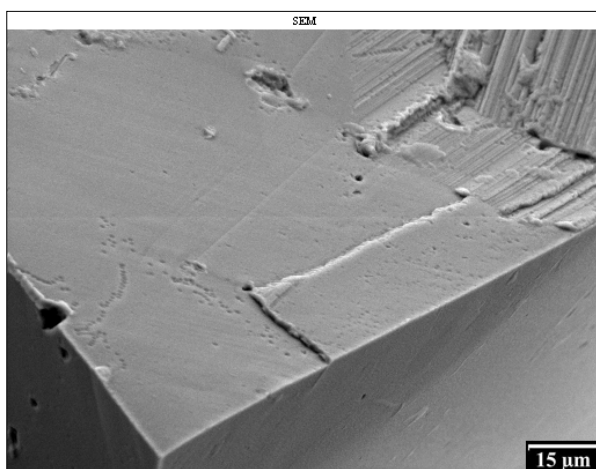


Obr. 3: Řez oblastí iniciace trhliny

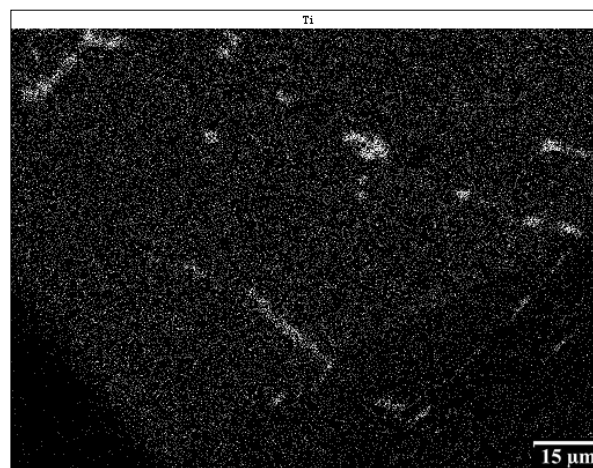


Obr. 4: Detail obrázku 3

Obr. 5: Obrázek 4 v ŘEM



Obr. 6: Rozložení titanu v obr. 5



### 3 Shrnutí

Elektronová mikroskopie ve spojení s EDX analýzou se ukázala být velmi užitečnou metodou, ale získané výsledky nemohou být za dobu určenou k sepsání této zprávy plně vyhodnoceny.

### Poděkování

Děkujeme panu ing. J. Adámkovi za ochotu, s kterou nám vše vysvětlil, a za čas, který nám věnoval.

### Reference:

- [1] Reule M., Hustert F.: Grundlagen, Anleitung und Herstellung von Referenzproben zur Energie-Dispersive-Röntgenmikrobereichanalyse; Fachhochschule Mannheim.