

Mikroskopie v materiálovém výzkumu

T. Odstrčil (tom@cbox.cz), G. Elišky Krásnohorské, Ohradní 55)
J. Petr (j.petr@volny.cz), G. Říčany, Komenského nám. 1280)
B. Rampáček (BernardR@wz.cz), G. Hustopeče, Dukelské nám. 7)

Abstrakt:

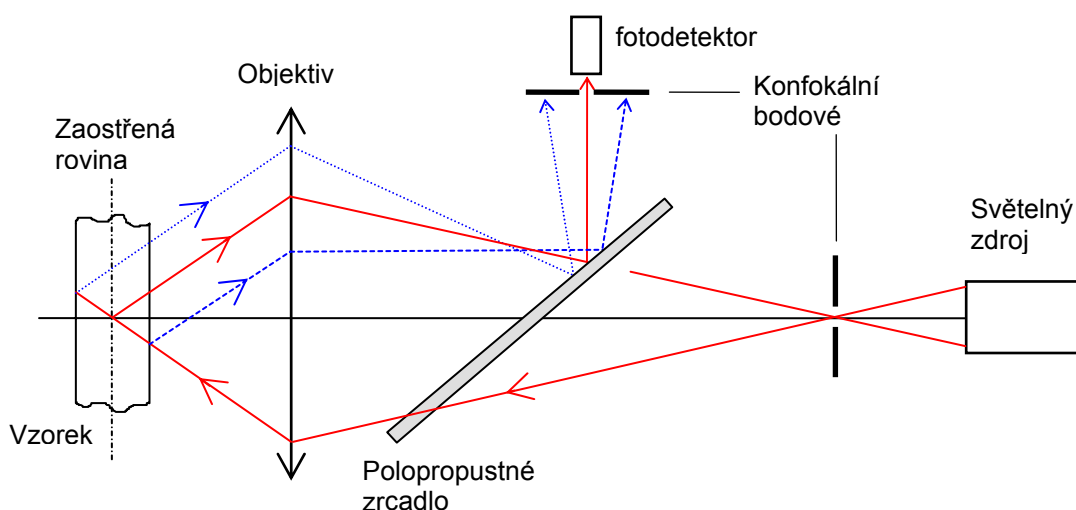
V naší práci je provedeno porovnání mikrostruktury dvou typů železných slitin – ocelového vysokopevnostního šroubu a nosné litinové desky. Mikrostruktura byla pozorována optickým (Neophot-32 výrobce Karl Zeiss Jena NDR vybavený kamerou na snímání obrazu Olympus) a elektronovým řádkovacím mikroskopem (JEOL 5510LV Japonsko vybavený disperzním analyzátozem chemického složení IXRF 500). V práci jsou také ukázány charakteristické rozdíly mezi oběma materiály a ve zobrazení struktury oběma přístroji.

1 Úvod

Je známo, že struktura materiálu má podstatný vliv na jeho fyzikální vlastnosti. Studium struktury je tedy nutné k zlepšování vlastností i k odhalování poruch a jejich příčin.

Kovové materiály jsou tvořeny zpravidla velmi malými krystalky - zrna. K jejich pozorování a popisu (metalografie) je nutné použít náležitě zvětšujících přístrojů – mikroskopů. Odedávna jsou využívány optické mikroskopy v biologii, až později našly uplatnění i v materiálovém výzkumu. Zhruba od poloviny minulého století bylo jako zobrazovacího prostředku použito elektronů – vznikly mikroskopy elektronové. Každý typ má své charakteristické vlastnosti a způsob zobrazování zkoumané mikrostruktury.

Na Katedře materiálu FJFI ČVUT jsme zkoumali mikrostrukturu ocelového šroubu a litinové desky optickým i elektronovým mikroskopem. Cílem práce bylo porovnat a dokumentovat rozdíly mezi oběma materiály a všimnout si rozdílů ve způsobu zobrazování struktury mezi optickým a elektronovým řádkovacím mikroskopem.



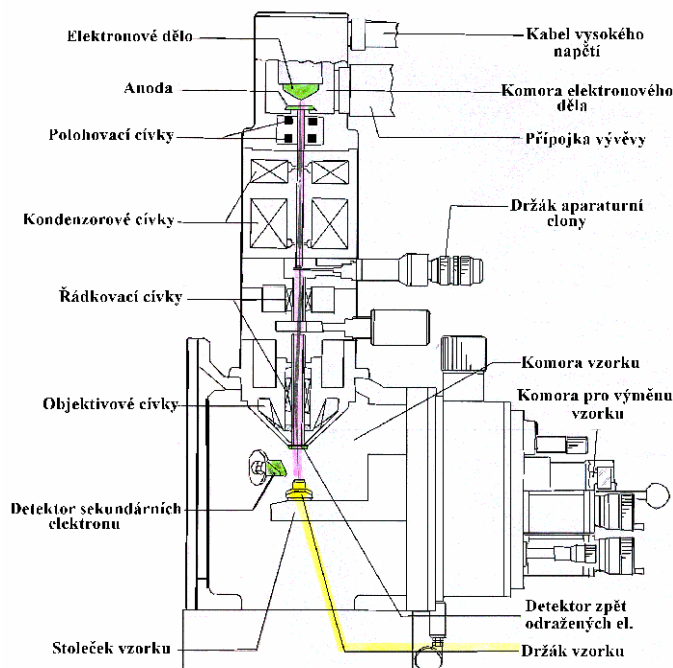
Obr. 1. Schema optického mikroskopu

2 Mikroskopy

Jeden z nejčastěji používaných nástrojů při metalografii je speciálně upravený **optický mikroskop**. Jeho zjednodušené schéma je na obr.1. Největším rozdílem mezi

biologickým a metalografickým mikroskopem je způsob nasvícení vzorku. Zatímco u biologického je zkoumaný objekt prosvícen, u metalografického je nasvícen a jeho odraz je zachycen objektivem.

V **elektronovém mikroskopu** (schéma viz obr.2) je využíváno proudu elektronů který dopadá na vzorek a vybuzuje mnoho typů záření, z nichž nejdůležitější pro pozorování jsou sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony a RTG záření. Mikroskop je ovládán přes počítač, na kterém se zobrazuje zkoumaný vzorek. Zde je možné dosáhnout většího zvětšení než u optického mikroskopu. Jednou z podmínek pozorování elektronovým mikroskopem je vodivost povrchu zkoumaného vzorku. V opačném případě se těleso začne nabíjet. Další nutností je vakuum v prostoru zkoumaného vzorku, odvod přebytečného náboje a dobré chlazení.



Obr. 2: Schéma řádkovacího elektronového mikroskopu

3 Experiment

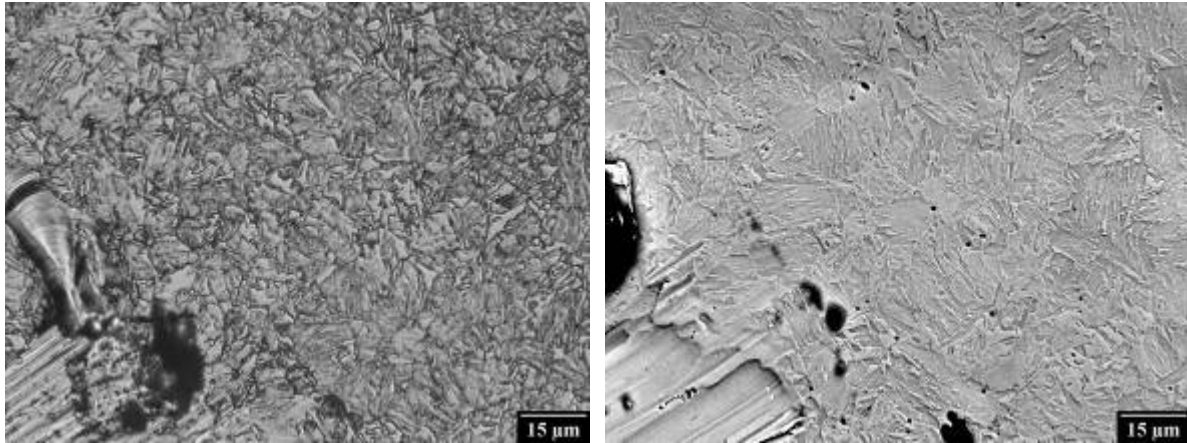
Příprava vzorků

Struktura šroubu byla zviditelněna elektrolytickým leštěním a leptáním speciální pipetou pouze v malé ploše. Litinový vzorek byl mechanicky vyleštěn a naleptán směsí ethanolu s HNO_3

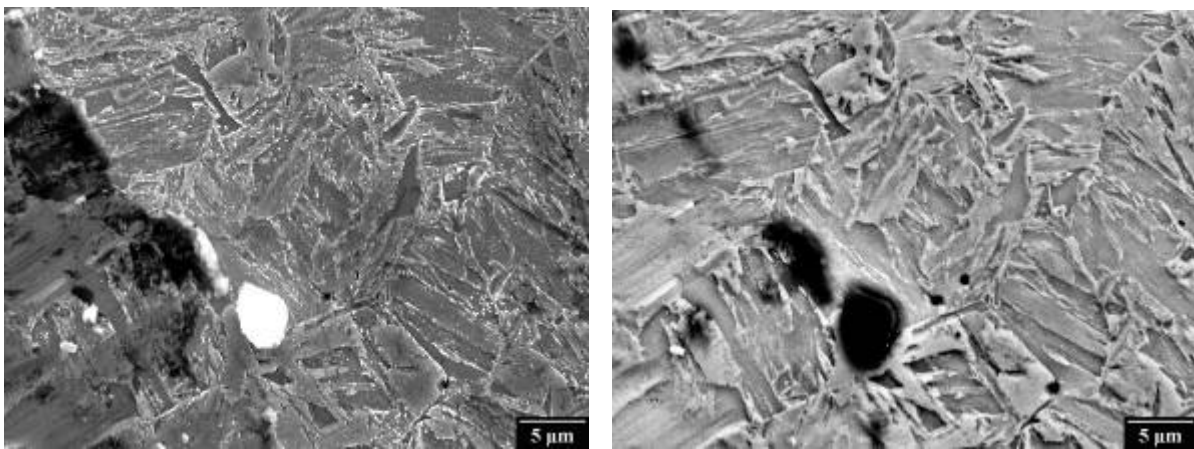
Vysokopevnostní šroub:

Na povrchu zkoumaného objektu byla zhotovena rýha pomocí špendlíku, aby bylo možno porovnat strukturu stejného místa. Na snímcích je patrná v levém dolním rohu. Struktura je tvořena drobnými jehlicovitými zrnky. V optickém a elektronovém mikroskopu se jeví obraz podobně.

Skvrna na obr. 5 je patrný rozdíl mezi zobrazením místa v sekundárních a zpětně odražených elektronech. Nečistota se při pozorování nabíjí a jeví se jako bílá skvrna, kdežto na obrázku b) je tmavá, protože obsahuje prvky lehčí než železo.



a) Obr.3 Struktura vysokopevnostního šroubu čerpacího zařízení a) snímek z optického mikroskopu; b) z elektronového mikroskopu



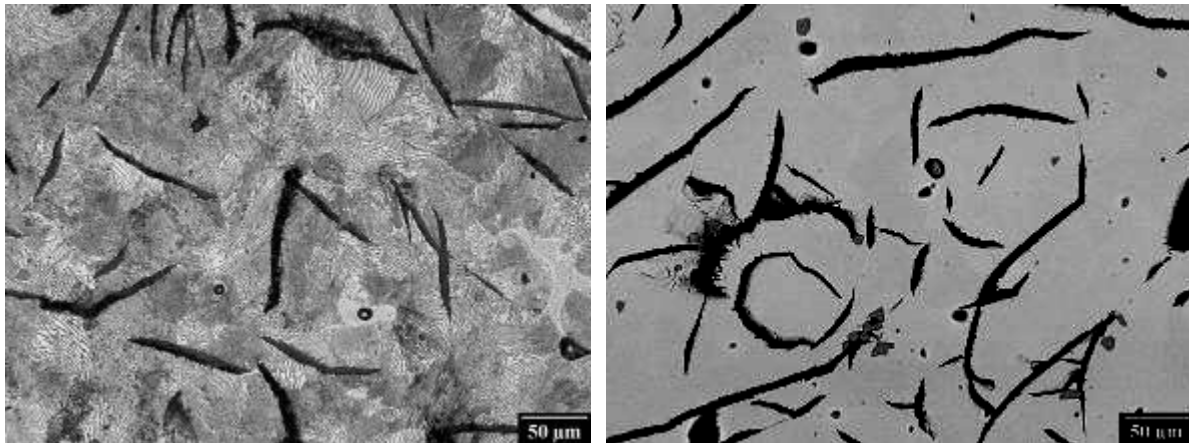
a) Obr. 5 Detail struktury ze stejného místa a) sekundární elektrony b) primární elektrony
-skvrny jsou špína,

Litina:

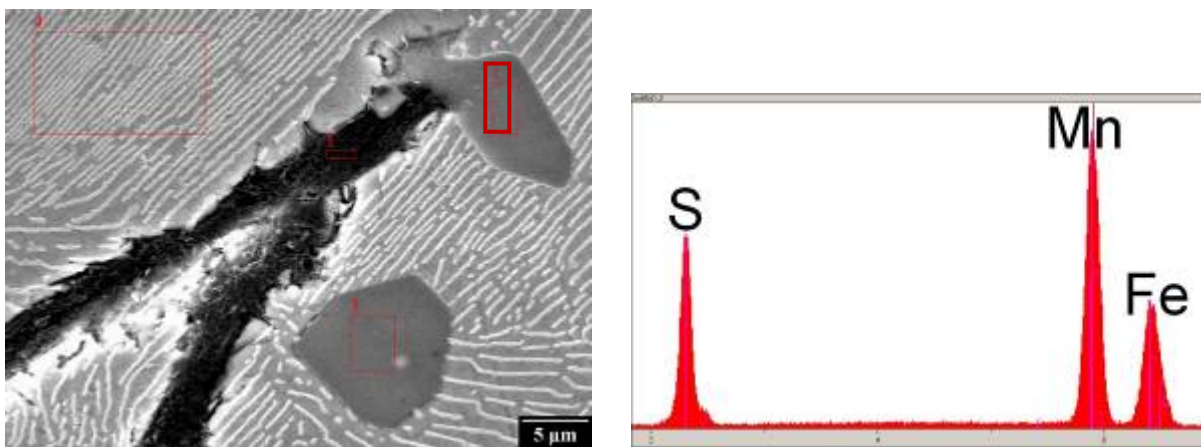
Na struktuře litiny je nejvýraznější grafit, který se na obrázcích 6 a) a b) jeví jako černé žíhlovité útvary a pruhovaná zrna lamelárního perlitu. Lamelky jsou dobře viditelné optickým mikroskopem která .Struktura litiny při větším zvětšení je na obr. 7. Mimo černě zobrazeného grafitu a pruhovaného perlitu jsou při tomto zvětšení patrná ještě další zrna, která jsou bez proužků. Provedli jsme analýzu chemického složení těchto zrn pomocí zařízení energie disperzní rentgenový analyzátor. Zjistilo se že neobsahuje ani tak železo ale síru a mangan, jak je vidět ze spektra obr. 7 b).

4 Shrnutí

Tyto materiály ač vykazují na šrotišti vypadají steně, ve skutečnosti se svou strukturou značně liší. Struktura šroubu je homogenní a jemnozrná, kdežto struktura litinové desky je hrubší, obsahuje grafit ve formě různě pokroucených žíhlovitých útvarů. Byla zjištěna také neželezná zrna bohatá na síru a mangan, kterým se říká sulfidické městky.



a)
Obr. 6 Struktura litiny a) optický m. b) elektronový m.



a)
Obr. 7 Analýza zvýrazněné oblasti a) zvýrazněná oblast b) výsledky

Použití obou mikroskopů přineslo velmi zajímavé informace o struktuře a tyto informace byly do jisté míry podobné. Ale zvětšení optického mikroskopu je limitováno vlnovou délkou světla, která nedovoluje větší zvětšení než 2000x (u elektronového běžně 30000x). Naopak jsme mohli pod optickým mikroskopem zpozorovat některé detaily struktury, které nebyly pod elektronovým vidět.

Výhodami elektronového mikroskopu byla možnost většího zvětšení a s pomocí přídavného zařízení IXRF bylo možno provést chemickou analýzu zkoumaného vzorku a nebo jeho části.

5 Poděkování

Chtěli bychom poděkovat našemu supervisorovi ing. Janu Adámkovi za jeho trpělivost, ochotu a čas, který nám věnoval. Dále děkujeme všem, kteří přispěli k tomu, že jsme se mohli účastnit fyzikálního týdne.

6 Reference

J. Navrátil, A. Bárek, P. Fojtů, P. Solný; *Elektronová mikroskopie ve výzkumu materiálů*; 2005