

Role mikroskopů v materiálovém výzkumu

Daniel Šilar, GPB Frýdek – Místek, silar.dan@seznam.cz
Jana Veselá, SŠPST a VOŠ Chrudim, vesela.listicka@seznam.cz
Hana Šustková, GTU Trutnov, Amalthea24@seznam.cz

Abstrakt:

Cílem naší práce bylo seznámení s elektronovým a optickým mikroskopem, které probíhalo na příkladu vzorku zirkoniové trubičky. Během našeho krátkého studia jsme zjistili jeho nehomogenost a nestejnou tvrdost daných fází v průběhu materiálem a vznik krystalické formy na rozhraní oxidu zirkoničitého a fáze α zirkonia.

Úvod

Aby mohly vzniknout nové, potřebných vlastností dosahující materiály, je třeba je v rámci výzkumu podrobit zatěžkávacím zkouškám a dále analýze a fyzikálnímu ohledání. Vzhledem k povaze materiálů, jejichž vnitřní struktura, zvláště pak kovů a jiných krystalických látek, je pouhým okem neviditelná, je nutné ke studiu materiálů použít vhodné přístroje, v našem případě elektronový a optický mikroskop.

Z fyziologického hlediska je pro člověka nemožné pozorovat detaily či předměty pod menším zorným úhlem než 1° , což umožňují výše zmíněné přístroje překonat zvětšením zorného úhlu nazírání daného subjektu.

Mikroskopy podle záření, které se užívá k vyobrazení předmětů, dělíme na optické a elektronové. Optické mikroskopy kvůli povaze světla dosahují maximálního zvětšení 2000x, zato elektronové mikroskopy umožňují zvětšení i na úroveň rozeznání jednotlivých atomů.

Elektronové mikroskopy se dále dělí na:

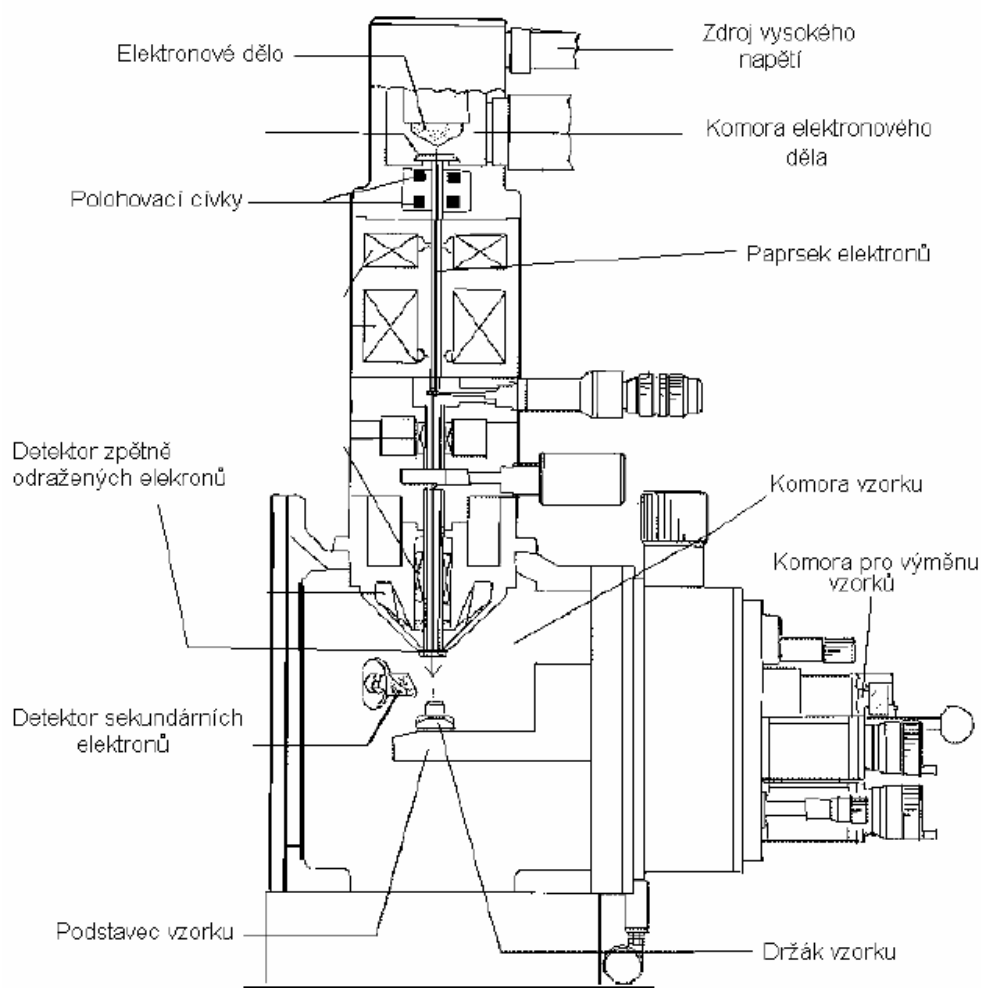
-transmisní

Transmisní elektronový mikroskop umožňuje pozorovat tenké vzorky – obraz je tvořen zářením, které vzorkem prochází.

-rastrovací

Rastrovací (též řádkovací) elektronový mikroskop pracuje s tenkým svazkem elektronů dopadajících postupně na všechny části zorného pole a obraz je tvořen emitovaným zářením ve zpětném směru – jsou to zejména sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony a RTG záření. Nejvíce používaný je obraz vzniklý díky sekundárním elektronům uvolněným z elektronového obalu zkoumaného vzorku a elektronů zpětně odražených. Dále vzniká interakcí RTG záření, jež je využitelné v analýze chemického složení vzorku v daném bodě či ploše dopadu svazku vyslaných elektronů.

Na našem pracovišti v prostorách Katedry materiálů FJFI ČVUT Praha jsme měli tu možnost provádět výzkum na rastrovacím elektronovém mikroskopu JEOL JSM 5510LV, jehož maximální užitná rozlišovací schopnost se pohybuje nad 30 000x.



Obr.1 Schéma rastovacího elektronového mikroskopu

Dále jsme použili mikroskop optický, přesně řečeno metalografický mikroskop Neophot 32 doplněný o kameru Olympus, jehož maximální užitná rozlišovací schopnost je 1600x.

Rozdíl mezi oběma mikroskopy je markantní a sestává z výše uvedeného – optický mikroskop nabízí barevné obrázky, elektronový zato může dosáhnout až mnohokrát vyššího rozlišení a zároveň nabízí výrazně vyšší hloubku ostrosti.

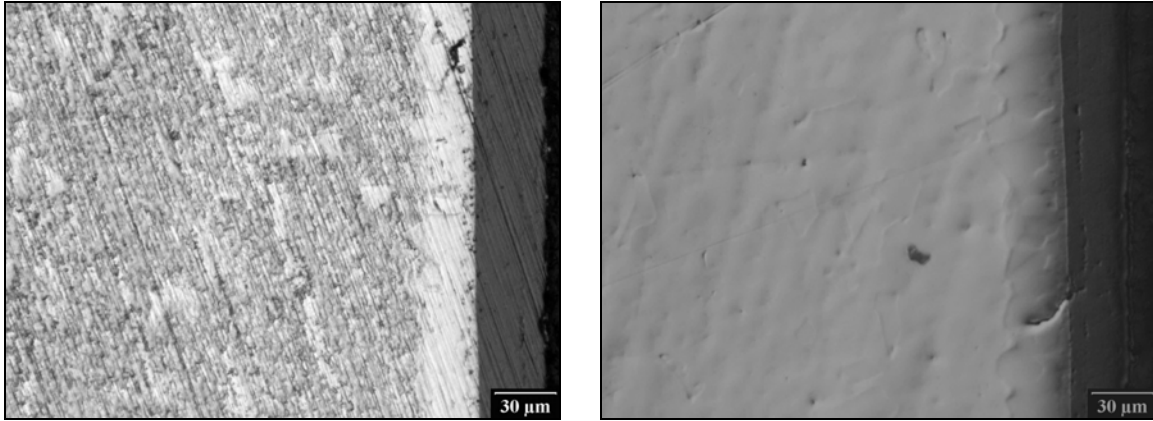
Experiment

Materiál vzorku

V rámci této seznamovací práce s elektronovým a optickým mikroskopem jsme studovali vzorek trubičky slitiny zirkonia s 1% cínu používané jako obal jaderného paliva. Tato trubička byla předem vařena v 450°C páře, znovu prudce ohřátá na 950°C v argonu po dobu 15 minut a nakonec prudce zchlazena. U této trubičky jsme sledovali podélný řez vybroušený pro pozorování na optickém mikroskopu a na analýzu do mikroskopu elektronového a lom orientovaný stejně jako podélný řez.

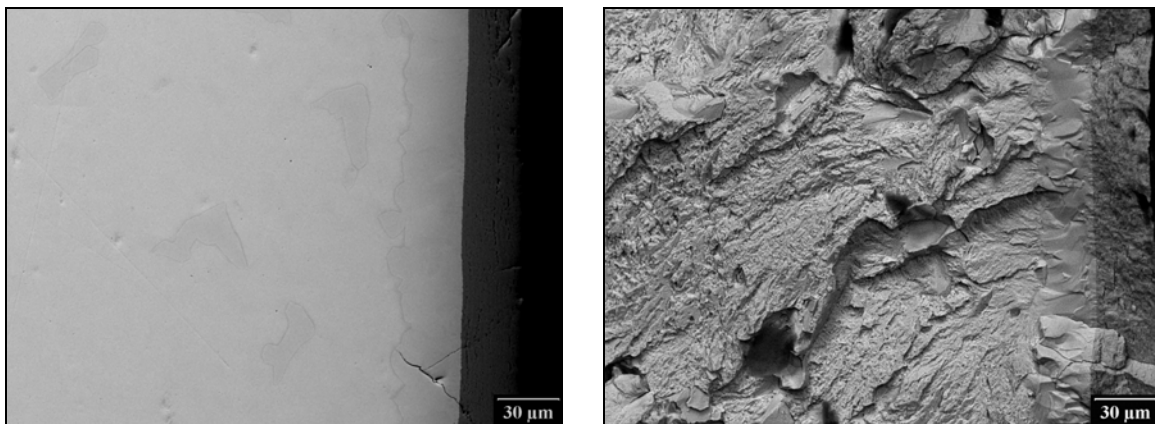
Výsledky naší práce

Na obrázku 2 jsou zachyceny různé fáze přípravy vzorku pro optickou mikroskopii. Vzorky se připravují broušením na speciálních papírech, následně se vyleští speciální suspenzí. Po broušení zpravidla nezískáme příliš informací, zatímco po leštění se nám mohou objevit prvky mikrostruktury materiálu, a to v případech, kdy se výrazně liší tvrdosti.



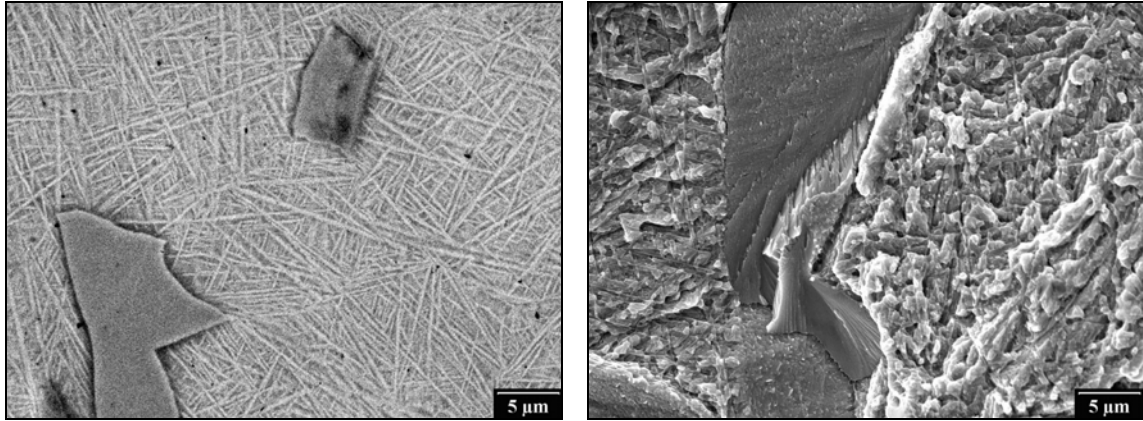
Obr. 2 Vlevo řez trubičkou po broušení, vpravo řez trubičkou po leštění diamantovou suspenzí – optický mikroskop

Na následujícím obrázku vidíme postupně zleva základní materiál trubičky, dále vrstvu α stabilizovanou kyslíkem, která vzniká nad teplotou 800°C, a korozní vrstvu vzniklou při expozici za 450°C. Zrnka α jsou patrná i ve středu průřezu trubičky, viz snímky na obrázcích 3 a 4. Na řezu materiálem byly patrné rozdíly tvrdosti zrn a příslušných fází slitiny, které se projevovaly nerovnostmi, popř. nesouvislostí.



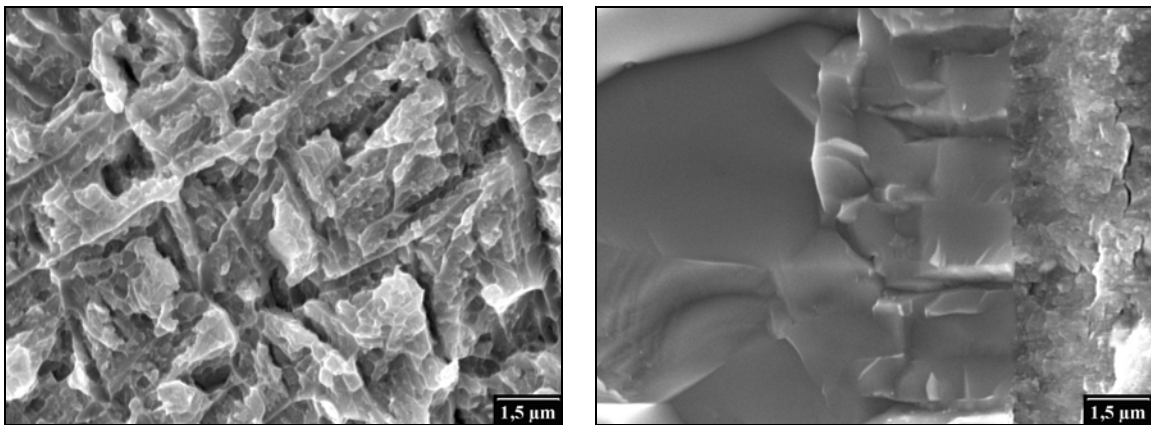
Obr. 3 K porovnání s obr. 1 řez trubičkou při stejném zvětšení na elektronovém mikroskopu a lomová plocha (oba snímky pořízené díky zpětně odraženým elektronům)

Na obr. 4 si můžeme všimnout shody mikrostruktury zbrošeného základního materiálu a mikromorfologie lomu této trubičky. Nalevo jsou jasné jehličky tvořené fází vzniklé při rychlém ochlazení trubičky, které jsou v pozadí druhého snímku, na němž vidíme tyto jehličky již deformované – proběhla zde lehká plastická deformace, na rozdíl od štěpného lomu na zrnku α , které vzniklo při expozici na 950°C. Obrázek je kontrastní díky vlastnosti zpětně odražených elektronů, které se více emitují z míst s větším průměrným atomovým číslem. Na REM mikroskopu jsme sledovali lomovou plochu, na níž se některé částice porušovaly štěpným lomem a linie porušované spíše tvárným způsobem. Tudíž jsme zjistili, že zrna, fáze α zirkonia a oxid zirkonia jsou křehčí než původní vnitřní slitina.



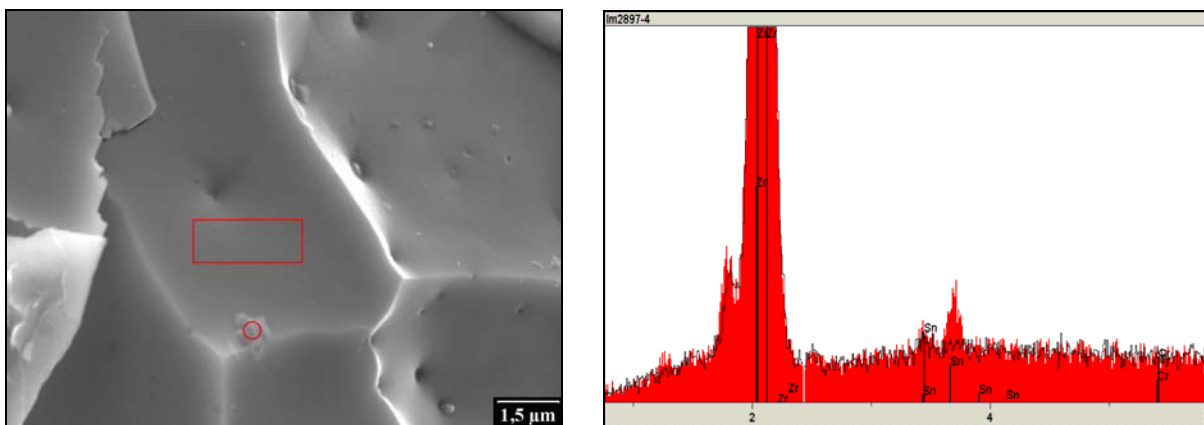
Obr. 4 Porovnání mikrostruktury (BES= zpětně odražené elektrony) a mikromorfologie lomu (SEI = obraz v sekundárních elektronech) trubičky ve střední části průřezu.

Obrázek 5 ukazuje částečnou plastickou deformaci porušených jehliček α , které vystupují nad rovinu lomu, a vpravo je lom při okraji trubičky. V levé části jsou velká zrna fáze α (vzniklá při vysoké teplotě) porušená štěpným lomem a při rozhraní s zoxidovanou vrstvou se nalézají drobná zrna α , která vznikla rozpouštěním této korozní vrstvy při 950°C.



Obr. 5 Mikromorfologie lomové plochy ve středu trubičky a na okraji (oba snímky v sekundárních elektronech)

Na obrázku 6 pozorujeme na hranici zrna α vzniklé za 950°C, ze které byla pořízena RTG analýza a získané spektrum bylo porovnáno se spektrem základního materiálu. Tím byla prokázána vyšší koncentrace Sn v precipitátu.



Obr. 6 RTG analýza bodu v porovnání s okolím – napravo energetické spektrum částice, černá křivka kopíruje spektrum základního materiálu vyznačeného obdélníčkem na obrázku vlevo.

Závěr

Jak jsme se sami přesvědčili, mezi oběma typy mikroskopů existují celkem výrazné diference, jež spočívají zvláště v ceně a využití. Optické mikroskopy jsou relativně levné, mohou ukazovat barevný obraz, můžeme využít možnosti polarizace a sami jsme se je naučili ovládat. Bohužel však nemusí odhalit všechny vlastnosti struktury, která zůstává skryta, je omezená rozlišovací schopnost a zároveň disponují malou hloubkou ostrosti, tudíž vyžadují speciální přípravu vzorků.

Řádkovací elektronové mikroskopy jsou naproti tomu dražší, avšak dosahují vyššího rozlišení – nejsou limitovány vlastnostmi světla – a vyšší hloubky ostrosti spolu s možností pozorovat lomové plochy, což se ukazuje ve studiu struktury materiálů jako klíčové. Nové typy řádkovacích elektronových mikroskopů umožňují pozorovat i méně vodivé materiály jako jsou plasty. Používají se hojně pro odhalení mikrostruktury materiálu, jenž se nám zpočátku jevil jako průměrný, ale pod elektronovým mikroskopem vypadají jemné mikrostruktury daleko plastičtěji.

Poděkování

Na prvním místě bychom chtěli vyzdvihnout neúnavnou práci a pomoc supervizora, který si poděkování velmi zaslouží:

Ing. Jan Adámek

z **Katedry materiálů FJFI ČVUT**,

jíž tímto náleží také velká část díky za prostory, čas a zapůjčení přístrojů, dále děkujeme

Sponzorům a organizátorům Fyzikálního týdne 2007

a **Gymnáziu Petra Bezruče Frýdek-Místek, SŠPST a VOŠ Chrudim a Gymnáziu**

Trutnov za perfektní přípravu na Fyzikální týden.

Reference

[1] NAVRÁTIL J., BÁREK A., FOJTŮ P., SOLNÝ P., *Elektronová mikroskopie ve výzkumu materiálů*; FJFI ČVUT 2005