

Mikroskopie v materiálovém výzkumu

Mikuláš Dítě

Gymnázium Christiana Dopplera, Praha 5, mikulas.dite@gmail.com

Tereza Konečná

Gymnázium Brno, tř. Kap. Jaroše 14, Terezka.Konecna@seznam.cz

1 Abstrakt

Práce seznamuje čtenáře se základními druhy mikroskopů a jejich jednoduchou charakteristikou. Dále popisuje a vysvětluje pozorování 2 vzorků oceli a niklové slitiny. Ty byly pozorovány v optickém a rastrovacím elektronovém mikroskopu. Srovnává klady a zápory jednotlivých metod mikroskopování.

2 Úvod

V naší práci jsme se zabývali zkoumáním kovových vzorků mikrostruktury. Využili jsme při tom řádkovací elektronový mikroskop, energiově disperzní analýzu a světelný mikroskop.

Mikroskopy se využívají v materiálovém výzkumu, při studiu mikrostruktury materiálů, studiu konstrukcí a strojních zařízení a studiu nových materiálů.

Všechny naše experimenty a měření jsme prováděli na optickém mikroskopu typu Neophot 32 a rastrovacím elektronovém mikroskopu JEOL JSM 5510 LV s energiově disperzním analyzátozem IXRF 500.

3 Mikroskopy

Zvětšení je závislé na vlnové délce záření ve kterém daný předmět pozorujeme.

3.1 Optické mikroskopy

- princip odražených paprsků světla od povrchu vzorku, ten bývá většinou leštěný (lepší odraz světla)
- maximální zvětšení až 1 000 násobné, za použití speciální prostředí s lepším indexem lomu než vzduch až 2 000
- vzorky: neprůsvitné, musí dobře odrážet světlo (leštěné a mírně leptané)

3.2 Elektronové mikroskopy

a) transmisní (TEM)

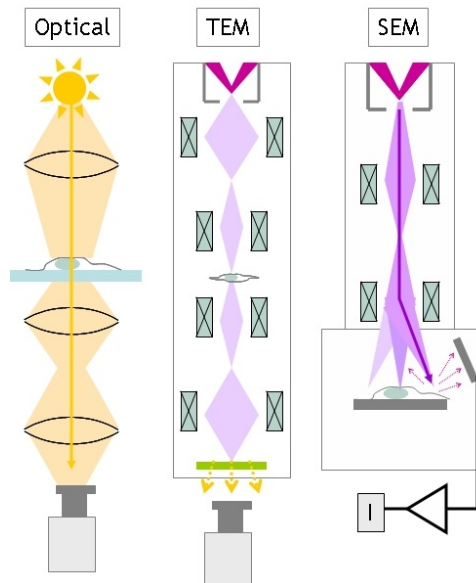
- princip procházejících elektronů přes vzorek. Ten musí být hodně tenký (řádově stovky nanometrů [1])
- maximální zvětšení až 1 000 000 násobné
- vzorek: elektricky vodivý, snášenlivé vákuum (nesmí obsahovat velké množství vody)

b) rastrovací (SEM)

- princip sběru odražených elektronů z povrchu vzorku. Ten může být libovolně tlustý
 - výsledný obraz je vytvořen sekundárním signálem
- velká hloubka ostrosti
- maximální zvětšení 30 000 - 100 000 násobné
- vzorky: elektricky vodivé, snášenlivé vákuum (nesmí obsahovat velké množství vody)

c) energiově disperzní analyzátor (EDS)

- princip: detekce rentgenového záření, které je vybuzeáno dopadajícími elektrony
- nositel informace o chem. složení – charakteristické, které má pro různé prvky různou energii rentgenového záření



Obr. 1: Schémata principů a rozložení částí mikroskopu v jednotlivých typech

4 Experiment

4.1 Přípravy vzorků

Nejdříve se materiál se hrubě opracuje brusnými kotouči. Poté se ručně opracuje brusným papírem a pomocí pasty s krystalky diamantu se vzorek vyleští na výsledný pozorovaný řez.

Další zjemnění povrchu se dá získat omýváním vzorku v elektrolytu.

Pokud je zkoumaný vzorek náchylný na prostředí, malé velikosti, křehký, nebo jinak nevhodný pro přechovávání, je vhodné zalít preparát do polymeru, pryskyřice nebo jiného tuhého základu (samotná testovaná plocha ale musí zůstat přístupná). [1]

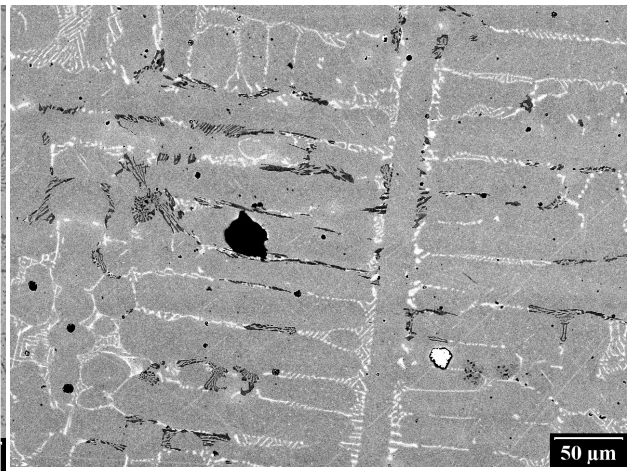
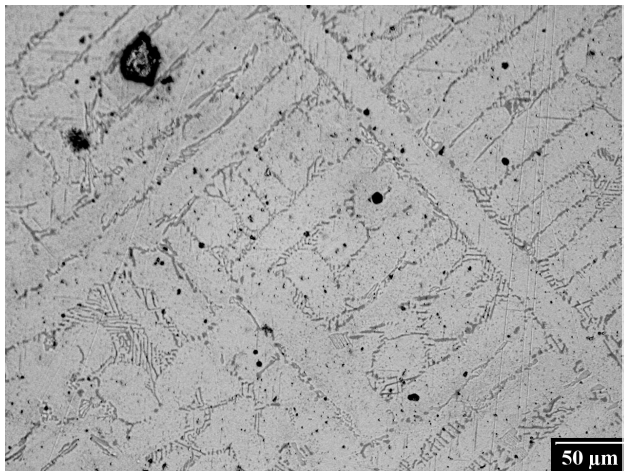
4.2 Zkoumané vzorky

Pozorovali jsme slitinu deformovanou dlouho trvajícím pnutím.

- na optickém mikroskopu jsme našli místo s výraznými dendrity
- elektronový rastrovací mikroskop (se kterým se pracuje výrazně pomaleji) jsme použili později - nabízí větší zvětšení než optický (1 000x vs 3 000x)
- na stejné aparatuře jsme provedli energetickou analýzu rentgenových paprsků, z které jsme díky charakteristickým energiím různých prvků dokázali přesně určit složení

V preparátu jsme hledali dendrity, cizí příměsi i díry ve vzorku. Energetická analýza nám umožnila sběr dat na konkrétní lokaci, díky čemuž jsme rozpoznali, jaké prvky tvoří v materiálu nepravidelnosti.

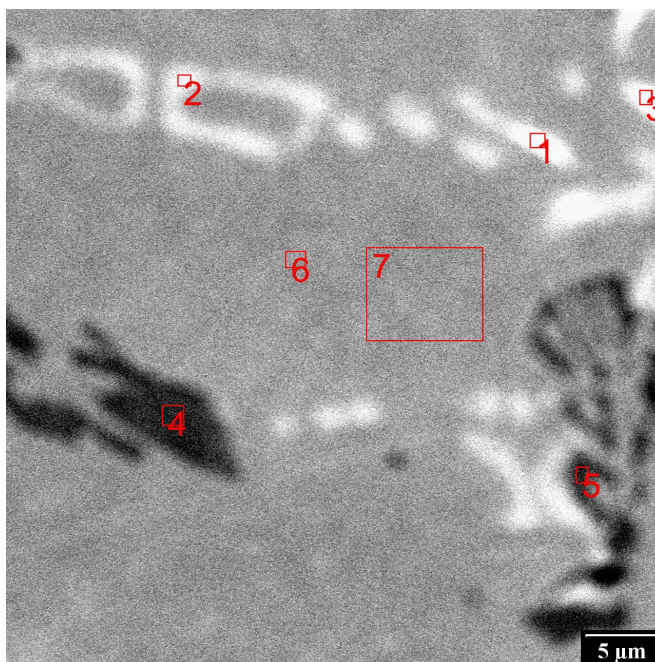
Dendrity nebo dendritické růsty jsou útvary podobné sněhovým vločkám, které se mohou vytvářet na povrchu kovů a slitin, místo monokrystalických vláken. Tento mechanismus růstu je dobře pochopen a vyžaduje chemickou reakci schopnou rozpuštění kovu do roztoku kovových iontů, které jsou následně redistribuovány elektromigrací za přítomnosti elektromagnetického pole. [3]



Obr. 2: Optický mikroskop. Dendrity jsou pozorovatelné, ale nerozlišíme jednotlivé materiály. [300x]

Obr. 3: Elektronový mikroskop. Výrazné dendrity, tvořené niklem (bílé křivky) a chromem (černé). [300x]

4.3 Analýza složení

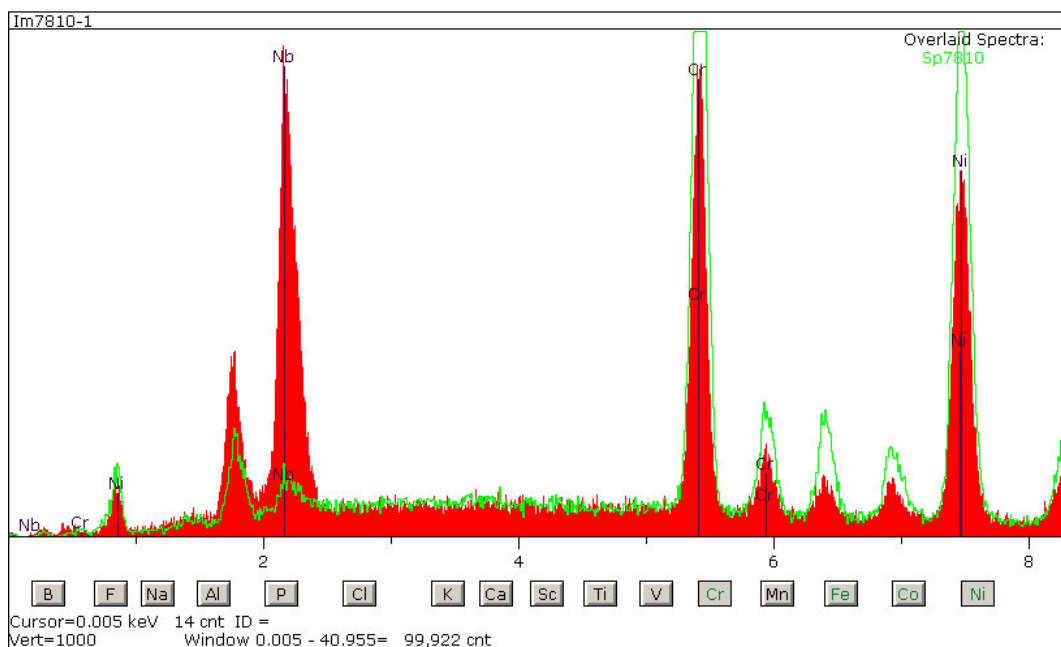


Obr. 2: Označené výseče pro energetickou analýzu. [3 000x]

Oblasti, které jsou zobrazené plnou černou barvou, nám energetická analýza určila jako místa s výraznou převahou chromu. Bílá místa jsou lehké prvky, s největší pravděpodobností prachové částice.

prvek výseč	C	Si	Cr	Fe	Co	Ni	Nb	W
1	8.830	2.087	19.108	2.171	2.456	30.271	27.665	7.412
2	10.335	4.266	11.721	1.797	3.165	45.738	19.416	3.564
3	9.746	2.179	15.464	2.080	2.367	30.470	31.422	6.272
4	7.419	0.000	74.992	1.240	1.077	3.914	0.415	10.943
5	6.681	0.296	58.319	2.881	2.342	18.037	1.171	10.274
6	5.340	0.457	25.181	6.436	5.242	49.266	1.872	6.206
7	4.369	0.174	26.086	6.386	5.388	49.554	1.091	6.953

Tab. 1: Uvedené hodnoty jsou uvedeny v procentech vůči celkové hmotnosti měřené oblasti.



Obr. 4: Energetická analýza: zelená křivka je průměrná hodnota z celého zorného pole, červená oblast je výseč č. 2 z Obr. 2.

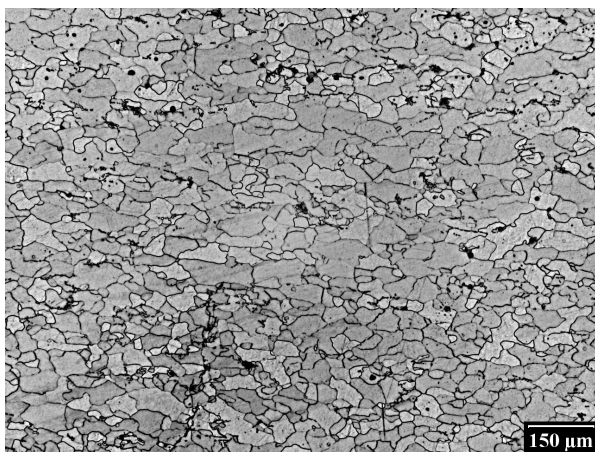
Na vodorovné ose je energie záření a na svislé ose je četnost záznam jednotlivých kvant.

V bílých oblastech (1, 2, 3) převažují lehké prvky, často prachové částičky. Podle našeho měření jsou to místa obsazená hlavně niklem.

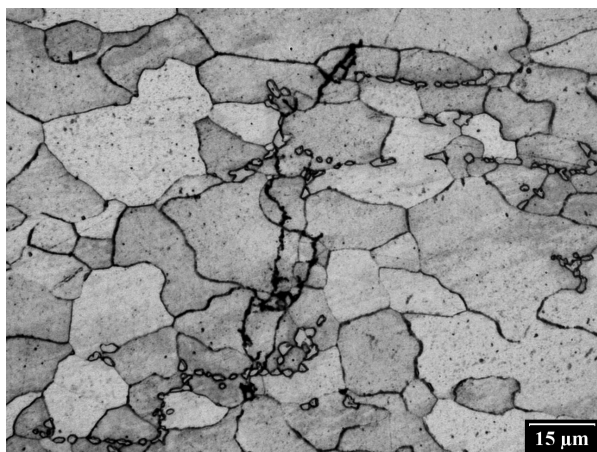
Černá místa (4, 5) jsou především chrom a wolfram.

Na oblastech 6 a 7 jsme pozorovali kontaminaci vzorku, která se projeví koncentrací uhlíku (potažmo jeho karbidů). Malá oblast 6 byla kontaminována více, proto ukazuje přibližně o jedno váhové procento větší obsah uhlíku než větší část 7.

4.4 Trhliny v materiálu



Obr. 5: Je patrné, že trhlina putuje po křehkých místech - hranice jednotlivých dendritů. [1 000x]



Obr. 5: Viditelná trhlina v dolní části vzorku z nízhouhlíkové oceli. [250x]

5 Závěr

V projektu jsme se obeznámili s principem přípravy vzorku pro dané účely a s prací na optickém a rastrovacím mikroskopu. Na předpřipraveném vzorku (slitině chromu, železa a niklu) jsme udělali energetickou analýzu a určili jsme složení konkrétních nepravidelností materiálu.

6 Poděkování

Tímto bychom chtěli poděkovat našemu supervizorovi Ing. Janu Adámekovi za vedení naší práce a spoustu informací, co nám poskytl. Velké díky patří i Prof. Dr. RNDr. Miroslavovi Karlíkovi za spoustu zajímavých informací.

7 Zdroje

[1] *Transmission electron microscope - Sample preparation*. [online]. citováno 21. 6. 2011. Dostupné z http://en.wikipedia.org/wiki/Transmission_electron_microscope#Sample_preparation

[2] ŠAFÁŘOVÁ, Klára. *Skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie*. [online]. citováno 21. 6. 2011. Dostupné z http://nanosystemy.upol.cz/upload/18/safarova_sem.pdf

[3] Nordson Corporation. *Slovník pojmů v oblasti technologie pájení* [online]. citováno 21. 6. 2011. Dostupné z <http://www.efd-inc.com/Intl/CZ/Pajky/slovník-pojmu-oblasti-technologie-pajeni/Slovník-pojmu.htm>