

# Oponentní posudek

doktorské disertace v oboru Fyzikální a materiálové inženýrství

Ing. Jakub Piňos

## *Zobrazování deformace kovových materiálů pomalými elektrony*

Obor doktorského studia: Fyzikální a materiálové inženýrství  
Předložená disertace: VUT v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství  
Vedoucí práce: RNDr. Luděk Frank, Dr.Sc. – Ústav přístrojové techniky AV ČR, v.v.i.  
Oponent: doc. RNDr. Josef Kasl, CSc. – Výzkumný a zkušební ústav Plzeň s.r.o.

---

Tématem předkládané disertační práce bylo studium využití řádkovací elektronové mikroskopie pomalými a velmi pomalými elektrony (Scanning Low Energy Electron Microscopy – SLEEM) v materiálovém výzkumu. Tato metodika má v doktorandově mateřském pracovišti (Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky v.v.i. v Brně) již dlouholetou tradici a její použití vedlo k dosažení řady významných výsledků, ze kterých doktorand mohl vycházet. Cílem práce bylo praktické vyvinutí a ověření možnosti in-situ mikroskopicky pozorovat děje, které probíhají v polykrystalických kovových materiálech během tahového zatížení (při pokojové teplotě). Jako modelový materiál byla zvolena čistá měď.

Potřeba pochopit, popsat a cílevědomě využít strukturní souvislosti materiálů a jejich technologických a užitných vlastností klade stále vyšší požadavky na úplnější a komplexnější popis jejich mikrostruktury a substruktury. S tím je často spojená i potřeba využívat nové techniky a postupy. Lze tedy říci, že předkládaná **práce řešila aktuální a technicky důležitou problematiku** nejen v oblasti rozvoje elektronově-mikroskopické analytické techniky a metod jejího využívání, ale přinesla i výstupy pro sledovaný materiál.

Vlastní práce má 98 stran, teoretická a výsledková část je ilustrována 72 obrázky a třemi tabulkami. Formálně je práce rozdělena do čtrnácti částí. Po obecném (nečíslovaném) Úvodu k tématu práce následují tři kapitoly, které je možné zařadit do teoretické části (celkem 24 stran). První je věnována popisu elektronové mikroskopie z hlediska jejího rozdělení, zdrojů primárních elektronů a používaných detektorů. Druhá kapitola je širěji zaměřena na řádkovací elektronovou mikroskopii (ŘEM) a blíže je představena metoda SLEEM. Třetí část je věnována výčtu sekundárních signálů, které vznikají interakcí primárních elektronů se sledovaným vzorkem (krystalické) pevné látky. V zásadě jsou uvedeny všechny možné signály. Jejich charakteristiky jsou však víceméně popisné a intuitivního charakteru (kanálování elektronů). V doktorské práci bych předpokládal podrobnější popis s nastíněním možností kinematického a dynamického popisu. Čtvrtá kapitola (opět zařaditelná do teoretické části) je věnována deformaci (a lomu) krystalických houževnatých materiálů. Pozornost je věnována změnám v substruktuře látek během deformace materiálu a jejím vlivům na změny v detekovaných signálech pozorovaných v ŘEM. Opět bych očekával, že tematika bude zpracována do větší hloubky. Pátá kapitola velmi stručně srovnává možnosti sledování deformace krystalové mřížky v ŘEM pomocí standardního zobrazení kanálovacího

kontrastu (ECCI) a metody SLEEM. K druhé metodě jsou uvedeny dva příklady z předchozích rozborů provedených v ÚPT AV ČR v.v.i. Všechny tyto kapitoly lze zahrnout do teoretické části, která tak má rozsah 22 stran. Shrnuje potřebné informace k provedení vlastní experimentální práce, byť v dosti stručné formě.

Šestá kapitola (jedna strana) předkládá cíl doktorské práce, a to vyvinout metodu přímého zobrazení aktuálního stavu strukturních rysů pozorovaných pomocí ŘEM během deformace materiálu podrobeného tahovému napětí. Tato pozorování by měla vést ke kvantifikaci lokální deformace v namáhaném materiálu. Výstupem by mělo být zařízení, které by sloužilo jako doplněk ŘEM s vysokým vakuem. Na základě provedených prací a v práci předložených výsledků je možné konstatovat, že **cíl disertační práce byl v zásadě naplněn**. Doktorand vyvinul a otestoval zařízení, které lze obecně využívat k on-line sledování projevu deformace ve zkoušeném materiálu. **Svoji prací tak přispěl k rozšíření portfolia možných zkoušek prováděných na pracovišti elektronové mikroskopie v ÚPT AV ČR v.v.i.** To umožňuje i hlubší porozumění procesů probíhajících během plastické deformace a lomu pevných látek, což přispívá k rozvoji interdisciplinárního výzkumu na pomezí metalografie a studia mechanických vlastností. Vyvinuté zařízení, příprava vzorků a realizace deformace a strukturní pozorování bylo odzkoušeno pro relativně jednoduchý systém čisté mědi. To bylo dáno i maximální zátěžnou silou použitého deformačního stolku. Pro pozorování jiných materiálů, zřejmě bude nutné provést potřebné modifikace deformačního stolu a postupu měření. Cenné jsou poznatky z konstrukce a úprav deformačního stolku, volby pozorovacích podmínek a o nutnosti pečlivé přípravy preparátů.

Sedmá kapitola se zabývá popisem potřebného vybavení pro vlastní experiment. Pozornost je věnována deformačnímu stolku. Doktorand řešil problematiku jeho umístění v komoře mikroskopu, elektrickou izolaci v prostředí vakua pro přivedení potřebného elektrického potenciálu na vzorek a měření resp. kalibraci deformace. K experimentu byl použit jednak elektronový mikroskop TESCAN Vega s wolframovou katodou, jednak mikroskop Thermo Fisher Scios upravený pro použití nízkých energií dopadu elektronů se zařízením pro redukci povrchu vzorku EVACTRON. Osmá kapitola je nazvána „Ověření metody“. Funkce deformačního stolku a možnosti pozorování struktury byly odzkoušena při deformaci vzorků z hliníkové fólie (Alobal). **Doktorand musel při přípravě a provádění experimentů vyřešit řadu technických a praktických problémů.** Dosažené výsledky naznačují, že z valné části **úspěšně**.

Devátá kapitola shrnuje výsledky pozorování pomocí „standardního“ mikroskopu TESCAN Vega. Kapitola je věnována přípravě výchozího stavu vzorků z mědi. Cílem bylo připravit vzorky mědi s dostatečně jemnými zrekrytalizovanými zrny. Bylo použito žíhání 750 °C/5 hod. Samotný výchozí materiál není v práci specifikován. Značné úsilí bylo věnováno optimalizaci tloušťky vzorku a zejména jeho tvaru resp. tvaru použitých vrubů, pro které by bylo možné relativně jednoduše stanovit součinitel koncentrace napětí a bylo možné provádět současná pozorování ve stejném místě (se stejnou velikostí deformace) pomocí klasického detektoru sekundárních elektronů i metodou SLEEM pomocí zpětně-odražených elektronů. I přes odzkoušení několika variant tvaru vzorku se to nepodařilo zcela uspokojivě vyřešit, kvůli kombinaci několika vlivů: „přesvětlení“ poloh u vrubů při metodě SLEEM, nepřesná lokalizace místa s maximální deformací, relaxace napětí ve vzorku během změny pozorovacího módu.

Výsledkové těžiště práce je v desáté kapitole, která popisuje experimenty provedené pomocí ŘEM Scios firmy Thermo Fisher, který je vybaven pokročilým systémem detektorů.

Při vlastním měření byly využity klasický Everhart-Thornleyho detektor (ETD) běžně používaný pro detekci sekundárních elektronů (SE) a dále in-lens detektory označené jako T1 detekující zejména zpětně odražené elektrony (BSE) a detektory označené jako T2 detekující zejména SE emitované blízko optické osy. Při použité konfiguraci v zobrazovacím módu Optiplan byly detektorem ETD registrovány především vysokoúhlové BSE (a jimi vybuzené SE) poskytující topografický kontrast (od hranic zrn a skluzových pásů). Detektorem T1 byl registrován krystalografický kontrast, detektorem T2 kontrast reflektující povrchový stav. Byla provedena kalibrace deformačního stolku na materiál čelistí PEEK. Deformace (do lomu) byla provedena na osmi vzorcích z mědi, tvaru „bog done“. V práci jsou uvedeny deformační křivky a ilustrační snímky mikrostruktury (získané pomocí detektoru T1) při sedmi až devíti hodnotách napětí. U vzorků byly stanoveny meze kluzu  $R_{p0,2}$ ,  $R_{t0,5}$  a mez pevnosti  $R_{max}$ . Rozdíly ve výsledcích mezi jednotlivými vzorky jsou vysvětlovány drobnými odlišnostmi při přípravě vzorků a rozdíly v jejich rozměrech. Pozornost byla věnována i sledování lokalit s extrémní deformací ne čelech trhlin. K odhadu velikosti deformace byly použity snímky mikrostruktury z literatury. Kapitoly 6 až 10 mají celkem 51 stran.

Kapitola 11 (6 stran) je věnována diskuzi získaných výsledků. Pozornost je zaměřena na důvody vzniku intenzivnějšího kontrastu v deformovaných oblastech při použití SE ve srovnání s metodou SLEEM při pozorování v ŘEM TESCANA Vega. Dále pak rozdílům zobrazovacích systémů v obou použitých mikroskopech a zejména pak výsledkům získaným v mikroskopu Thermo Fisher Scios. Jsou popsány signály detekované jednotlivými detektory a jejich vliv na pozorovaný kontrast. Vliv elastické deformace na kontrast nebyl pozorován. Změna kontrastu při plastické deformaci je zdůvodňována „narušením prostupnosti“ kanálů v důsledku posunutí poloh atomů pohybem dislokací. Minimální detekovatelná deformace je odhadována na (3 - 4) %. Určení velmi vysokých deformací se jeví jako problematické.

Dvanáctou kapitolou je závěr (1 strana). Ten stručně shrnuje dosažené výsledky a naznačuje příslib aplikace na průmyslové materiály.

Poslední část obsahuje celkem 65 literárních citací. Vlastní autorovy práce nejsou v disertační práci uvedeny. Obsahují je však dodané teze k práci. V nich jsou v rámci odborného životopisu uvedeny 4 publikace, z toho v jedné je doktorand prvním autorem.

Poznámky k formální úpravě. I když práce nemá tradiční členění (úvod, rešeršní část, studovaný materiál a metody, výsledky, diskuse a závěr) je napsána přehledně a je logicky členěna v časové posloupnosti průběhu prací. Údaje v kapitolách 1 až 3 se částečně překrývají. Práce obsahuje jen málo překlepů a formálních chyb (např. psaní procent, některých jednotek, neuvedení odkazů na obr. 5.1 a 5.2 v textu a naopak odkaz na neexistující obr. 5.5 – zjevně překlep) a nepřesných formulací. Některé uváděné pojmy nejsou definovány (např. Braggova rovnice). U některých citací není přesně dodržena norma pro uvádění odkazů. Práci by slušelo přidání seznamu použitých zkratk. Přesto je možné konstatovat, že **práce byla z hlediska formální úpravy celkem pečlivě zpracována.**

K práci, kromě výše uvedených menších výhrad, nemám zásadní připomínky. Jako náměty do diskuse k prezentaci práce při obhajobě navrhuji následující otázky:

- 1) Popište podrobněji difrakci elektronů v ŘEM a princip vzniku kanálovacího kontrastu.
- 2) Jaké jsou typy dislokací a jejich pohybu v kovových materiálech?

- 3) Charakterizujte podrobněji použitý experimentální materiál (původ, prvkové složení, mechanické vlastnosti, ...) s ohledem na možné mechanismy jeho zpevnění během deformace.
- 4) Jaká byla rychlost deformace?
- 5) Byly u mikroskopu TF Scios sledovány i jiné dopadové energie, než uvedené 2 kV? Jaké ovlivnění kontrastu je možné očekávat.
- 6) Plánuje se doplnění experimentu o sledování orientačních vztahů mezi zrny/subzrny metodou EBSD a stavu substruktury u tenkých fólií metodou transmisní elektronové mikroskopie?
- 7) Existují nějaké aktivity s vhodným výrobcem EM na poli komercializace zařízení?

#### **Závěrečné vyjádření:**

Předloženou disertační práci považuji za doklad toho, že doktorand prokázal dostatečné znalosti a schopnosti tvůrčím způsobem pracovat s odbornou literaturou a danou přístrojovou technikou, správně interpretovat a prezentovat dosažené výsledky. V práci musel vyřešit velké množství praktických problémů, k čemuž přistoupil tvůrčím způsobem. Cíl práce byl splněn. Je možné z něho vycházet při dalším vývoji studované metodiky v činnostech laboratoře elektronové mikroskopie ÚPT AV ČR v.v.i.

**Disertační práci proto doporučuji k přijetí a po úspěšné obhajobě doporučuji udělení akademického titulu Ph.D.**

V Plzni dne 7. 8. 2022