



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

VYUŽITÍ ENERGIOVÉ A ÚHLOVÉ FILTRACE SIGNÁLNÍCH ELEKTRONŮ PRO ZOBRAZENÍ PERLITICKÉ STRUKTURY

APPLICATION OF ENERGY AND ANGULAR SEPARATION OF SIGNAL ELECTRONS FOR IMAGING OF
PERLITIC STRUCTURE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Zuzana Lisztwanová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Petr Šesták, Ph.D.

BRNO 2025

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav fyzikálního inženýrství
Studentka: **Zuzana Lisztwanová**
Studijní program: Fyzikální inženýrství a nanotechnologie
Studijní obor: bez specializace
Vedoucí práce: **Ing. Petr Šesták, Ph.D.**
Akademický rok: 2024/25

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Využití energiové a úhlové filtrace signálních elektronů pro zobrazení perlitické struktury

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Současné rastrovací elektronové mikroskopy (SEM) jsou vybaveny pokročilými detekčními systémy, které nabízejí velmi efektivní energiovou a úhlovou filtraci signálních elektronů. Separace signálních elektronů se ukazuje jako velmi perspektivní v mnoha aplikacích v oblasti zkoumání struktury materiálů a dokáže optimalizovat kontrast v obraze a potlačit nežádoucí jevy.

V rámci bakalářské práce bude zapotřebí se zorientovat v problematice pokročilých detekčních systému v SEM, pochopit mechanismus kontrastu v obraze a interpretovat získaná data. Práce bude zaměřena na vliv dopadové energie na kontrast mezi cementitem a feritem v perlitické struktuře a budou pořízeny mikrosnímky na velmi nízkých dopadových energiích (pod 500 eV).

Dále bude demonstrován přínos mikroskopie pomalými elektrony pro zobrazení perlitické struktury a filtrace signálních elektronů na takto nízkých energiích dopadu.

Cíle bakalářské práce:

1. Rešerše literatury v oblastech:
 - a) významu mezilamelární vzdálenosti perlitu v ocelích,
 - b) metalografické přípravy vzorků perlitické oceli (vliv parametrů leptání na výsledný stav povrchu),
 - c) moderních detekčních systémů v současných rastrovacích elektronových mikroskopech a
 - d) přínosu mikroskopie superpomalými elektrony v oblasti studia ocelí.
2. Získání série mikrosnímků perlitické struktury pořízených na dopadových energiích primárního svazku od 100 eV do 30 keV. Vysvětlení vlivu dopadové energie na výsledný kontrast.
3. Pořízení mikrosnímků při cílené energiové a úhlové filtraci signálních elektronů.
4. Simulace a interpretace kontrastu mikrosnímků.

Seznam doporučené literatury:

REIMER, Ludwig. Scanning Electron Microscopy. Online. Springer Series in Optical Sciences. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1998. ISBN 978-3-642-08372-3. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/978-3-540-38967-5>. [cit. 2024-10-23].

AOYAMA, Tomohiro; MIKMEKOVÁ, Šárka a KUMAGAI, Kazuhiro. Contrast mechanism at landing energy near 0 eV in super low-energy scanning electron microscopy. Online. Microscopy. 2024, roč. 73, č. 3, s. 243-250. ISSN 2050-5698. Dostupné z: <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfad042>. [cit. 2024-10-23].

Další aktuální publikace v odborných časopisech.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2024/25

V Brně, dne

L. S.

prof. RNDr. Tomáš Šíkola, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Perlitická ocel se díky svým mechanickým vlastnostem široce uplatňuje v železniční dopravě, zejména u kolejnic. Pro zajištění provozní bezpečnosti je klíčová detailní analýza její mikrostruktury, konkrétně měření mezilamelární vzdálenosti. Tato práce se zaměřuje na vývoj metodiky přípravy metalografických vzorků pro pozorování perlitické struktury pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM). V rámci experimentální části byly testovány různé způsoby chemického leptání s cílem zvýraznit lamelární strukturu perlitu. Dále byly zkoumány vlivy zobrazovacích podmínek v SEM, zejména typ použitého detektoru a urychlovací napětí. Kvalita snímků byla hodnocena pomocí lineárního profilu intenzity (linescanu), který umožňuje kvantitativní porovnání kontrastu mezi jednotlivými lamelami. Výsledkem práce je doporučená metodika přípravy metalografických vzorků a nastavení zobrazovacích podmínek v SEM, které umožní získání kontrastních a analyticky využitelných snímků perlitické struktury. Tyto poznatky mohou sloužit jako podklad pro budoucí automatizované zpracování obrazových dat.

Abstract

Pearlitic steel is widely used in railway applications due to its mechanical properties, particularly in rails. To ensure operational safety, detailed analysis of its microstructure is essential, especially the measurement of interlamellar spacing. This thesis focuses on developing a methodology for metallographic sample preparation for observing pearlitic structures using scanning electron microscopy (SEM). Various chemical etching techniques were tested to enhance the visibility of the lamellar structure. Additionally, the effects of SEM imaging conditions were examined, including the type of detector used and accelerating voltage. Image quality was evaluated using line scan profiles, allowing quantitative comparison of contrast between individual lamellae. The outcome of the thesis is a recommended procedure for sample preparation and optimized SEM imaging parameters, enabling the acquisition of high-contrast and analytically usable images of pearlitic microstructures. These findings can serve as a basis for future automated image analysis.

Klíčová slova

perlit, mezilamelární vzdálenost, skenovací elektronová mikroskopie (SEM), metalografie, kontrast v SEM, zpětně odražené elektrony, sekundární elektrony

Keywords

pearlite, interlamellar spacing, scanning electron microscopy (SEM), metallography, SEM contrast, backscattered electrons, secondary electrons

Citace

LISZTWANOVA, Zuzana. *Využití energiové a úhlové filtrace signálních elektronů pro zobrazení perlitické struktury*. Brno, 2025. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Petr Šesták, Ph.D.

Využití energiové a úhlové filtrace signálních elektronů pro zobrazení perlitické struktury

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracovala samostatně pod odborným vedením Ing. Petra Šestáka, Ph.D. Odborné rady mi taky poskytla konzultantka Ing. Mgr. Šárka Mikmeková, Ph.D. Veškeré použité literární prameny, publikace a další zdroje, ze kterých jsem čerpala, jsou řádně citovány a uvedeny v seznamu literatury.

.....
Zuzana Lisztwanová
22. května 2025

Poděkování

Ráda bych poděkovala svému vedoucímu práce Ing. Petru Šestákovi, Ph.D., za jeho odborné vedení, cenné rady a podporu během celé práce. Velké díky patří také odborné konzultantce Ing. Mgr. Šárce Mikmekové, Ph.D., za její ochotu, trpělivost a za pomoc při experimentální části této práce. Mé poděkování rovněž směřuje Třineckým železárnám za poskytnutí vzorků, bez nichž by realizace této práce nebyla možná.

Obsah

1	Úvod	5
2	Ocel	7
3	Perlitická ocel a její charakterizace	9
3.1	Perlit	9
3.2	Vliv mezilamelární vzdálenosti na mechanické vlastnosti	9
3.3	Hallův Petchův vztah	11
3.4	Měření mezilamelární vzdálenosti	12
4	Rastrovací elektronová mikroskopie	15
4.1	Princip fungování SEMu	15
4.2	Vlnová délka elektronů	16
4.3	Interakce elektronů s látkou	17
4.4	Sekundární elektrony	18
4.5	Zpětně odražené elektrony	19
4.6	Nízkonapěťová skenovací elektronová mikroskopie	20
5	Metalografická příprava vzorků pro SEM	21
5.1	Řezání a zalévání do pryskyřice	21
5.2	Broušení	21
5.3	Leštění	22
5.4	Leptání	22
6	Experimentální část	25
6.1	Vliv přípravy	25
6.2	Použití detektoru CBS nebo ETD	27
6.3	Through the lens detector (TLD)	30
6.4	Úhlová filtrace zpětně odražených elektronů	31
6.5	Vliv urychlovacího napětí	31
7	Závěr	37
	Literatura	38

Seznam obrázků

2.1	Fázový diagram systému Fe - Fe ₃ C [8].	7
3.1	Výřez z Fe - Fe ₃ C diagramu znázorňující vznik perlitu [8].	10
3.2	Detailní struktura perlitické oceli, bílá barva - ferit, černá barva - cementit.	11
3.3	Vlevo je závislost meze kluzu, pevnosti a Brinellovy tvrdosti v závislosti na obsahu uhlíku. Vpravo je závislost prodloužení a nárazové práce (houževnatosti)[8].	12
3.4	Schématické znázornění typická napětově-deformační odezvy oceli při jednoosém tahu [15].	13
3.5	Ilustrace zdánlivé, skutečné a náhodné mezilamelární vzdálenosti [7].	14
3.6	Schématické zobrazení měření mezilamelární vzdálenosti pomocí Underwoodovy metody [24].	14
4.1	Základní schéma rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) [12].	16
4.2	Interakce primárního elektronového svazku s látkou, SE - sekundární elektrony, BSE - zpětně odražené elektrony [25].	18
4.3	Energetické spektrum vyzářených elektronů [20].	18
4.4	Ilustrace hranového efektu a naklonění plochy vůči primárnímu svazku [9].	19
4.5	a) Závislost koeficientu zpětného odrazu η na energii dopadajícího svazku. b) Závislost koeficientu zpětného odrazu η na protonovém čísle Z [20].	20
5.1	Vlevo povrch před a po elektrolytickém leštění. Vpravo zapojení elektrochemického článku [23].	22
5.2	Princip selektivního leptání vícefázových ocelí [4].	24
6.1	Schématické znázornění profilu koželnice	25
6.2	Porovnání vlivu různých leptacích technik. Zvětšení 10 000x, urychlovací napětí 5 kV.	27
6.3	Poloha detektorů v použitém modelu SEM FEI Magellan 440L [14].	28
6.4	Snímky vzorku 4 pomocí detektorů CBS a ETD s červenou čarou, podél které je vykreslena intenzita v grafu 6.6. Dopadová energie primárního svazku 5 keV.	28
6.5	Snímky vzorku 3 pomocí detektorů CBS a ETD s červenou čarou, podél které je vykreslena intenzita v grafu 6.7. Dopadová energie primárního svazku 5 keV.	28
6.6	Graf intenzity pro BSE (modrá) a SE (oranžová) pro vzorek 4 vykreslený podél čáry na obrázku 6.4.	29
6.7	Graf intenzity pro BSE (modrá) a SE (oranžová) pro vzorek 3 podél čáry na obrázku 6.5.	29
6.8	Porovnání detektorů ETD a TLD, podél červené čáry je v grafu 6.9 vykreslena intenzita. Pracovní vzdálenost 7,9 mm, dopadová energie primárního svazku 5 keV.	30

6.9	Graf intenzity podél čáry (viz 6.8) pro TLD a ETD detektor.	30
6.10	BSE detektor - spojení všech módů. Pracovní vzdálenost 7,9 mm, dopadová energie primárního svazku 5 keV.	31
6.11	Porovnání jednotlivých módů v režimu BSE. Pracovní vzdálenost 7,9 mm, dopadová energie primárního svazku 5 keV.	32
6.12	Vliv urychlovacího napětí pro BSE. V obrázku 6.12a je kontrast invertovaný.	34
6.13	Detail struktury pro různá urychlovací napětí pro BSE s vyznačenými čarami.	35
6.14	Graf intenzity podél čáry vykreslené na obrázku 6.12. Pro napětí 1 kV je intenzita invertovaná.	36

Kapitola 1

Úvod

Perlitická ocel se díky svým mechanickým vlastnostem používá tam, kde je požadována vysoká tvrdost v kombinaci s určitou mírou houževnatosti. Významnou oblastí jejího využití je výroba kolejnic, u nichž je z hlediska bezpečnosti nezbytné provádět zkoušky mechanických vlastností. Jedním z klíčových parametrů, které jsou měřeny během zkoušek, je mezilamelární vzdálenost.

Pro její hodnocení se v metalografii běžně využívá optický mikroskop, který však kvůli omezenému rozlišení není vhodný pro detailní analýzu takto jemné struktury. Jako vhodnější se proto jeví využití skenovací elektronové mikroskopie (SEM), která umožňuje detailní zobrazení lamelární struktury. Pro úspěšnou aplikaci této metody je však nezbytné zvolit odpovídající postup metalografické přípravy vzorku, který zajistí dostatečné zvýraznění jednotlivých lamel. Dále je třeba optimalizovat zobrazovací podmínky, jako je výběr detektoru, urychlovací napětí a využití úhlové filtrace signálních elektronů, která může výrazně ovlivnit výsledný kontrast obrazu.

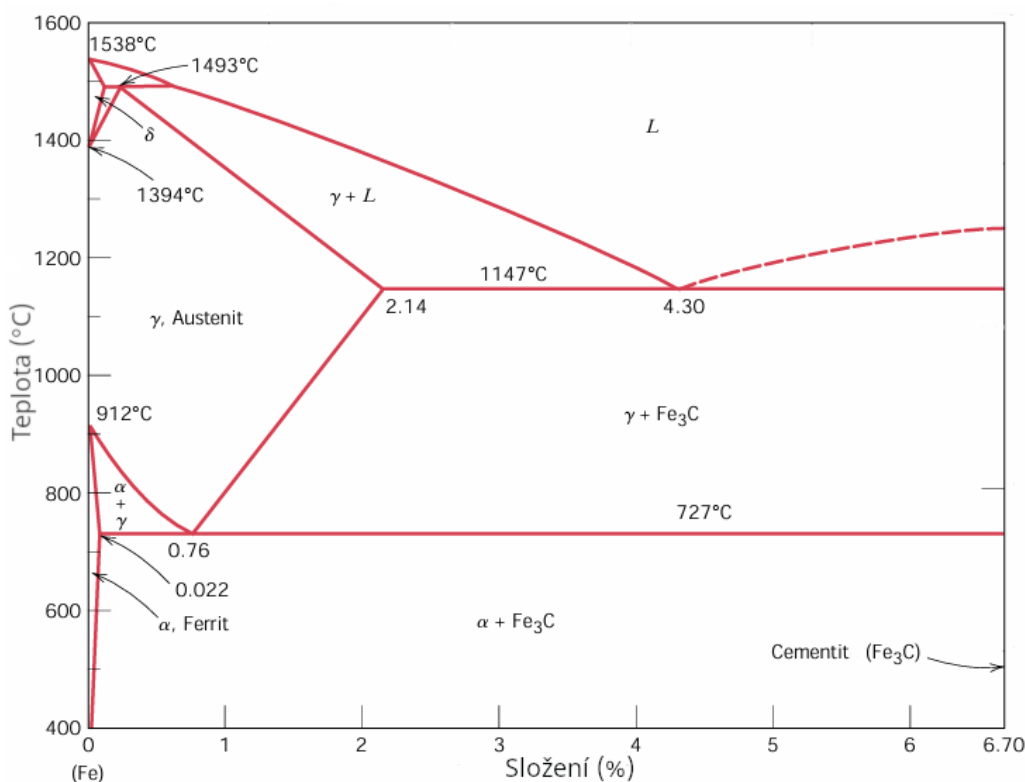
Cílem této práce je navrhnout metodiku přípravy perlitické oceli pro pozorování v SEM a určit vhodné zobrazovací parametry pro spolehlivé vyhodnocení mezilamelární vzdálenosti. Hodnocení kvality snímků je provedeno s ohledem na možnost využití automatizovaného softwarového zpracování, které by mohlo výrazně zefektivnit proces kontroly kvality při výrobě kolejnic.

Kapitola 2

Ocel

Ocel je jednou z nejvýznamnějších slitin železa, uhlíku a dalších doprovodných prvků jako např. Cr, W, Mo, V apod. jenž už po celá staletí nachází široké uplatnění v průmyslu i běžném životě. Základním prvkem této slitiny je železo (Fe), přičemž obsah uhlíku (C) v oceli nepřesahuje 2,14 %. Pokud je obsah uhlíku vyšší, slitina se označuje jako litina. Vlastnosti oceli jsou silně ovlivněny obsahem uhlíku a legujícími prvky, které modifikují její mikrostrukturu a s tím spojené mechanické vlastnosti.

Klíčovým nástrojem pro analýzu struktury ocelí je fázový diagram železa a karbidu železa, známý jako Fe - Fe₃C diagram (viz obrázek 2.1). Tento diagram poskytuje důležité informace o změnách fází při různých teplotách a obsazích uhlíku, čímž umožňuje pochopit chování materiálu při jeho ohřevu a chladnutí.



Obrázek 2.1: Fázový diagram systému Fe - Fe₃C [8].

V diagramu Fe - Fe₃C se objevuje několik fází, které mají zásadní vliv na vlastnosti oceli. Samotné čisté železo za pokojové teploty krystalizuje jako ferit (α Fe), který má kubickou prostorově středěnou (BCC) mřížku a je měkký a ferromagnetický. Při zahřátí nad 912 °C dochází k transformaci feritu na austenit (γ Fe), jenž má kubickou plošně centrovanou (FCC) mřížku, která umožňuje rozpouštění vyššího množství uhlíku a dodává mu houževnatost, tvárnost a nemagnetičnost. Austenit existuje až do teploty 1394 °C a pak se přeměňuje na δ Fe, které má opět BCC strukturu a existuje až do teploty tavení (1538 °C). S austenitem se můžeme setkat i za pokojových teplot a to u některých vysoce legovaných ocelí. Jeho vznik je spojen s neúplnou transformací na martenzit. Tento zbytkový austenit ovlivňuje mechanické vlastnosti oceli [21].

Další významnou složkou v systému Fe - Fe₃C je cementit (Fe₃C), což je tvrdá a křehká fáze, která vzniká při přesycení železa uhlíkem. Cementit je přítomen v různých mikrostrukturách ocelí, například v perlitické či bainitické struktuře a ovlivňuje jejich tvrdost a pevnost. Tato práce se věnuje charakterizaci perlitické struktury, a proto ji bude věnována následující kapitola.

Kapitola 3

Perlitická ocel a její charakterizace

3.1 Perlit

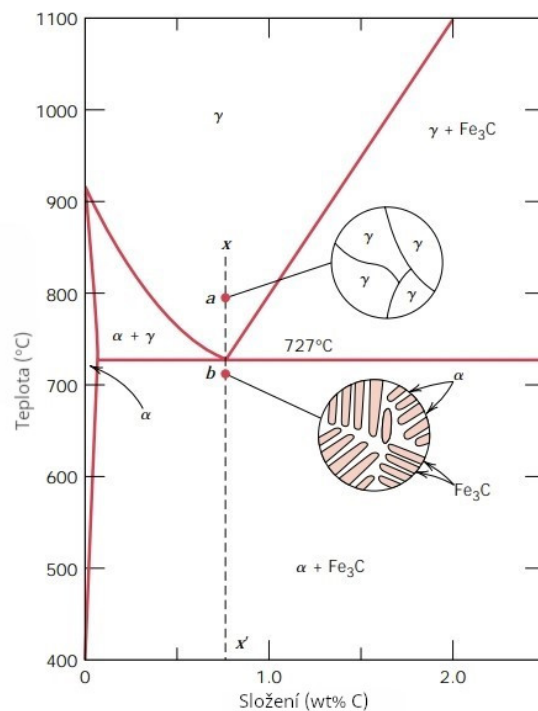
Perlit je eutektoidní směs feritu (α Fe) a cementitu (Fe_3C). Vzniká při ochlazování oceli z austenitické oblasti (γ Fe) pod eutektoidní teplotu. Austenit se transformuje podle rovnice $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_3\text{C}$. Proces vzniku perlitu je zobrazen na obrázku 3.1 na přímce xx' pro ocel s eutektoidním složením 0,76 %. Austenit pomalu ochlazujeme pod eutektoidní teplotu (727 °C), současně vznikají střídající se lamely feritu a cementitu. Tento jev je způsoben tím, že austenit a ferit mají odlišnou schopnost rozpouštět v sobě uhlík. Z Fe - Fe_3C diagramu lze zjistit, že maximální rozpustnost uhlíku ve feritu je pouze 0,022 % při eutektoidní teplotě. Naopak u austenitu vidíme, že rozpustnost je mnohem větší a při ochlazování klesá. Při eutektoidní teplotě se tedy uhlík vyloučí z austenitu ve formě cementitu. Pokud uhlík má dostatečně dost času difundovat, vytvoří se perlit v opačném případě dojde k vytvoření jiných struktur (např. bainitu nebo martenzitu). Rychlost ochlazování má tedy vliv nejen na typ struktury, ale i na samotnou morfologii perlitu. Při pomalém ochlazování vzniká hrubolamelární perlit, naopak při rychlejším ochlazování vznikají jemnější lamely. [8]

Typická lamelární struktura perlitu je klíčem k jeho mechanickým vlastnostem. Ferit představuje měkkou a tvárnou složku, zatímco cementit velmi tvrdý a křehký. Perlit tak kombinuje vlastnosti obou těchto fází. Výsledné mechanické vlastnosti pak závisí na jejich vzájemném poměru a také na vzdálenosti mezi jednotlivými lamelami.

Detailní pohled na morfologii perlitu je na obrázku 3.2, kde jsou zobrazeny snímky z optického a skenovacího elektronového mikroskopu. Ferit poznáme podle bílé barvy a cementit podle černé. Na obrázku z optického mikroskopu (vlevo) lze v některých oblastech vidět pouze hnědou barvu, to je dáno natočením zrna. Lamely jsou tak blízko, že je na optickém mikroskopu nelze rozlišit. Na obrázku vpravo je snímek z elektronového mikroskopu, na kterém jsou již jednotlivé lamely perlitu snadno rozlišitelné. Z toho důvodu se jeví použití elektronového mikroskopu pro přesné vyhodnocení lamelární struktury jako nejvhodnější řešení.

3.2 Vliv mezilamelární vzdálenosti na mechanické vlastnosti

Na oceli a jejich mechanické vlastnosti jsou z bezpečnostních důvodů kladeny vysoké nároky. Výrobci se proto snaží o co nejdůslednější kontrolu. Mezi nejčastěji zkoumané charakteristiky patří pevnost, tvrdost, tažnost, houževnatost, křehkost a odolnost vůči únavě.



Obrázek 3.1: Výřez z Fe - Fe₃C diagramu znázorňující vznik perlitu [8].

V následující podkapitole se zaměříme na to, jak jsou ovlivněny jeho morfologii. Obecně lze říci, že závisí na těchto parametrech:

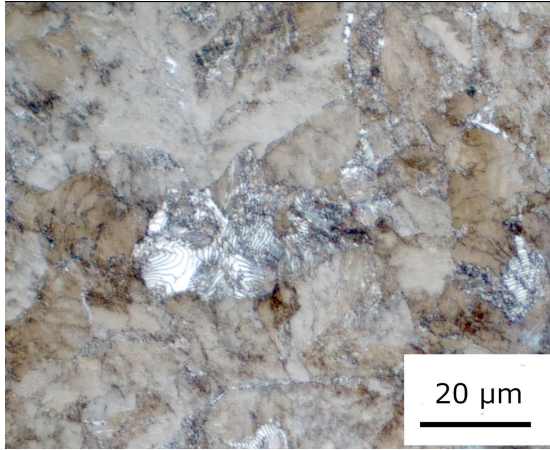
- podíl feritu a perlitu
- mezilamelární vzdálenost
- průměr nodule (zrna) perlitu

Houževnatost a křehkost

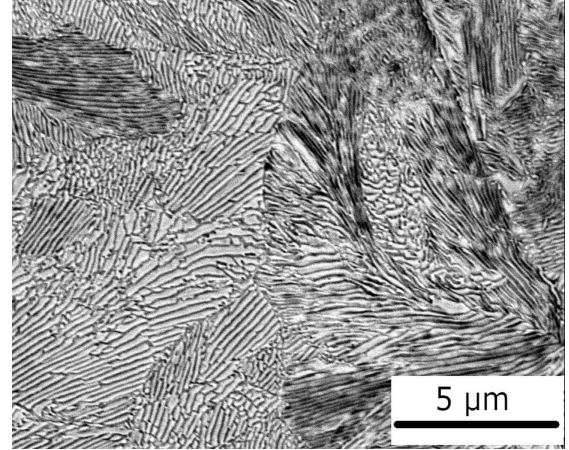
Houževnatost je definována jako množství energie, které je materiál schopný přijmout před prasknutím. S tím souvisí i další vlastnost - křehkost. Křehké materiály před prasknutím absorbují pouze malé množství energie. Tato vlastnost se testuje pomocí tzv. Charpyho kladívka. Zvyšováním podílu křehkého a tvrdého cementitu, dosáhneme poklesu houževnatosti materiálu (resp. zvýšení křehkosti) a nárustu tvrdosti. Tento vliv je vykreslen na obrázku 3.3. Zvyšování podílu cementitu úzce souvisí s mezilamelární vzdáleností, platí, že větší obsah uhlíku dává menší vzdálenosti mezi lamelami.

Pevnost a mez kluzu

V inženýrské praxi mohou být oceli vystaveny jak statickému, tak dynamickému namáhání. Často proto zjišťujeme napětově-deformační odezvu $\sigma(\epsilon)$, kterou lze v případě statického zatížení charakterizovat jednoduchou zkouškou v tahu, schematicky znázorněnou na obrázku 3.4. Jeden z klíčových parametrů této zkoušky je mez kluzu – hodnota napětí, při jejímž překročení dochází k plastické (nevratné) deformaci materiálu. Překročení meze kluzu vede ke strukturálním změnám v oceli, zejména ve formě změn dislokační struktury.



(a) Obrázek z optického mikroskopu (zvětšení 1000x).



(b) Obrázek z elektronového mikroskopu (zvětšení 5000x).

Obrázek 3.2: Detailní struktura perlitické oceli, bílá barva - ferit, černá barva - cementit.

Z grafu na obrázku 3.3 je patrné, že s rostoucím podílem perlitu (resp. s klesající mezilamelární vzdáleností) dochází ke zvýšení meze kluzu i pevnosti. Tento jev je podrobněji rozebrán v následující podkapitole.

3.3 Hallův Petchův vztah

Mez kluzu polykrystalického materiálu je ovlivněna velikostí zrna, kterou lze vyjádřit pomocí Hallova-Petchova vztahu [10, 17]:

$$\sigma = \sigma^* + kd^{-\frac{1}{2}}, \quad (3.1)$$

kde σ^* je mez kluzu monokrystalu, k je materiálová konstanta a d je průměr zrna. Tento vztah ukazuje, že s klesající velikostí zrn roste pevnost materiálu díky vyšší hustotě hranic zrn, které brání pohybu dislokací.

Pro lamelární struktury byl experimentálně odvozen podobný vztah Hyzakem a Bernsteinem [11]:

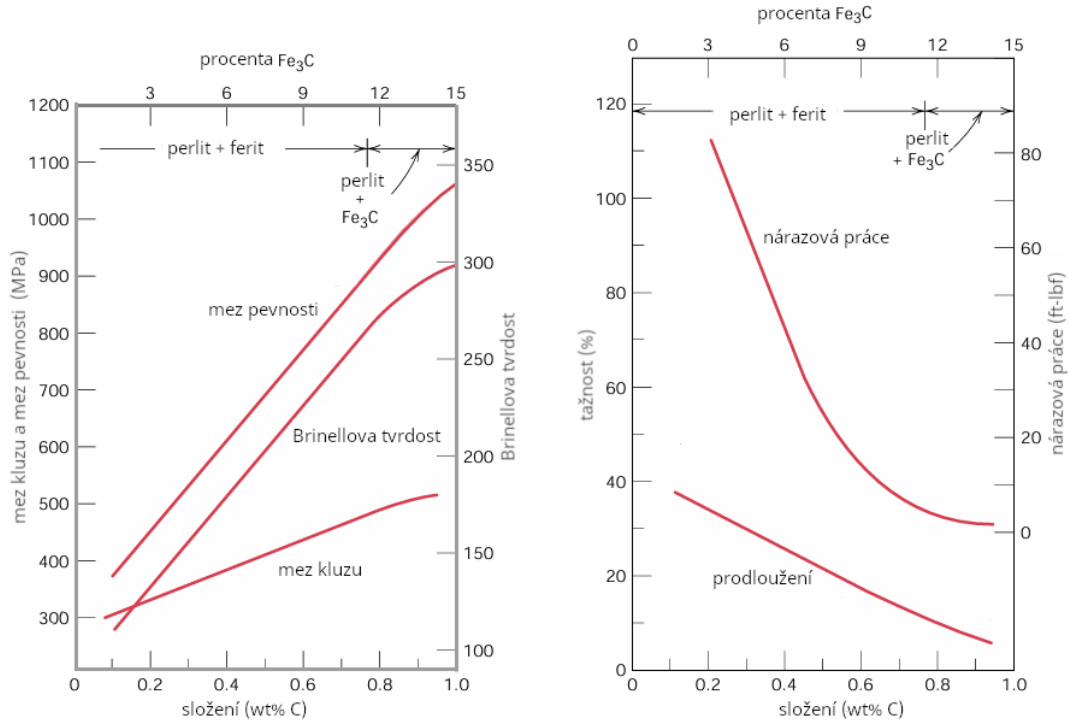
$$\sigma = \sigma^* + kS^{-\frac{1}{2}}, \quad (3.2)$$

kde S představuje mezilamelární vzdálenost.

Při plastické deformaci polykrystalických materiálů hrají hranice zrn klíčovou roli pro pohyb dislokací. Dislokace vznikají uvnitř zrn a šíří se materiálem až k hranicím zrn, kde se hromadí. Toto hromadění vytváří lokální koncentraci napětí. Když napětí dosáhne kritické hodnoty, mohou nastat dva scénáře. Vysoké napětí umožní vytvoření nového skluzového pásu v sousedním zrně (deformace se dál šíří materiálem) nebo pokud má materiál oslabenou hranici zrna nebo má omezený počet skluzových systémů, dojde ke vzniku trhliny podél hranice zrna.

Na dislokace bude působit efektivní napětí $\tau = \tau_0 - \tau^*$, kde τ je efektivní smykové napětí, τ_0 je působící vnější napětí a τ^* je třecí napětí. Dosazením hodnot pro tuto konkrétní situaci do vztahu pro koncentraci napětí v malé vzdálenosti od hranice

$$\sigma \approx \frac{\tau \sqrt{a/2}}{\sqrt{r}}, \quad (3.3)$$



Obrázek 3.3: Vlevo je závislost meze kluzu, pevnosti a Brinellové tvrdosti v závislosti na obsahu uhlíku. Vpravo je závislost prodloužení a nárazové práce (houževnatosti)[8].

kde a je poloměr zrna a r je vzdálenost za hranicí, dostaneme vztah pro koncentraci napětí ve vedlejším zrně

$$\sigma = \tau_{konc} = \frac{\tau_0 - \tau^*}{2} \sqrt{\frac{d}{r}} \quad (3.4)$$

Transformací tohoto vztahu dostaneme rovnici připomínající Hallův Petchův vztah

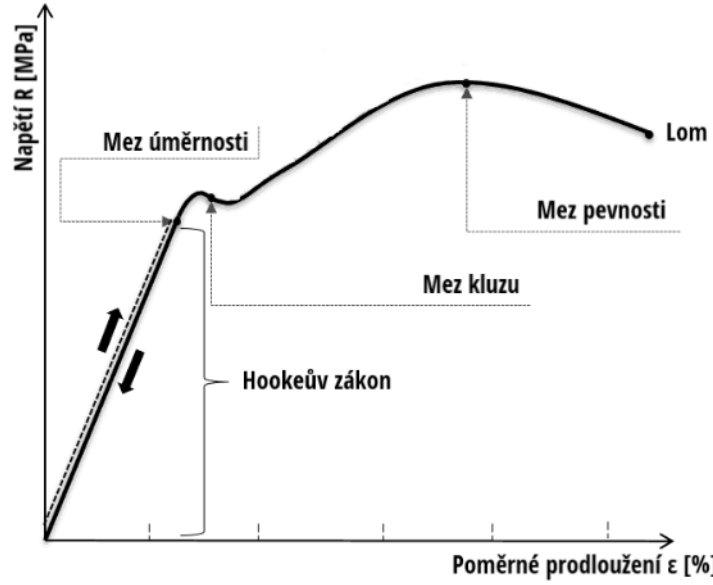
$$\tau_0 = \tau^* + 2\tau_{konc}\sqrt{r_0}d^{-1/2} \quad (3.5)$$

Při vysokém τ_{konc} těsně za hranicí ve vzdálenosti $r = r_0$ dojde k vytvoření nového skluzového pásu. Tyto konstanty můžeme považovat za materiálovou charakteristiku, která bude odpovídat konstantě k . Jelikož smyková napětí τ jsou úměrná tahovým napětím σ , můžeme tento vztah přepsat do tvaru 3.1. Detailnější popis odvození lze nalézt v publikaci [18].

3.4 Měření mezilamelární vzdálenosti

Pro kontrolu mechanických vlastností je potřeba najít spolehlivý způsob měření mezilamelární vzdálenosti. Touto problematikou se poprvé zabýval Belaiew [5, 6]. Nesprávně předpokládal, že tato vzdálenost je konstantní v celém objemu vzorku a pozorovaná variabilita je pouze efektem roviny řezu. Pellisser [16] prokázal, že hodnoty vykazují statistické rozložení kolem střední vzdálenosti $\bar{\lambda}$. Pro odhad na optickém mikroskopu vyvinul Pearsall metodu částečného rozlišení. Střední vzdálenost se podle něj spočítá jako

$$\bar{\lambda}^2 = d^2(1 - V^2), \quad (3.6)$$



Obrázek 3.4: Schématické znázornění typické napětově-deformační odezvy oceli při jednoosém tahu [15].

kde V je objemový podíl perlitu s řádkováním jemnějším než d , což je rozlišení. S příchodem elektronových mikroskopů došlo ke zpřesnění zobrazení struktury perlitu a tím i možnosti měření.

Měření mezilamelární vzdálenosti je komplikováno natočením lamel v jednotlivých koloniích. Lamely jsou různě natočeny vůči rovině řezu vzorku, což může způsobit zkreslení. Pokud lamely jsou kolmo k rovině, pozorujeme tzv. skutečnou vzdálenost λ_{sk} . V případě, že natočení lamel je pod obecným úhlem α , pozorujeme tzv. zdánlivou vzdálenost λ_z . Ze statistických důvodů je proto nutné, aby byl proveden rozbor velkého počtu metalografických snímků.

V současnosti mezi nejpoužívanější metody patří tzv. přímá a Underwoodova metoda [26]. Přímá metoda spočívá v nakreslení čar kolmých na cementitové lamely v jednotlivých koloniích. Průměrná náhodná (obecná) vzdálenost se určí jako podíl počtu protnutých lamel a délky čáry. M je zvětšení.

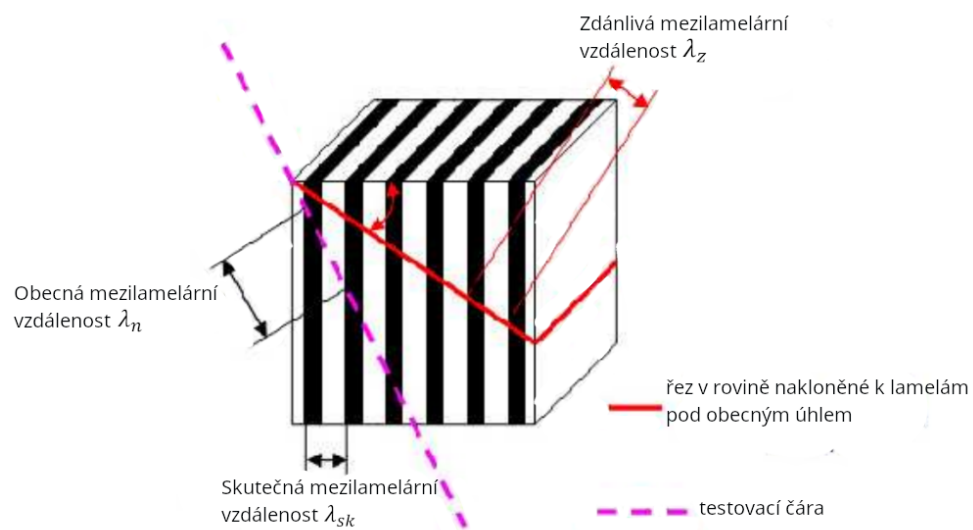
$$\overline{\lambda_n} = \frac{L}{NM} \quad (3.7)$$

Underwoodova metoda (circle intercept method) využívá jako testovací čáru kružnici o průměru d_c . Tato metodika dovoluje určit skutečnou vzdálenost λ_{sk} z náhodné vzdálenosti λ_n . Tuto hodnotu lze spočítat jako

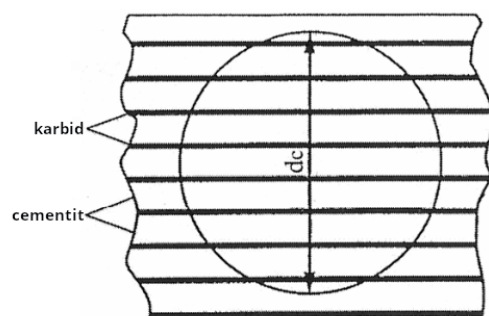
$$\overline{\lambda_n} = \frac{\pi d_c}{NM}, \quad (3.8)$$

kde N je počet průsečíků karbidových lamel s kružnicí a M je zvětšení. Poměr d_c/M lze chápat jako poloměr kružnice na metalografickém snímku. Saltykov [22] ukázal, že pro perlit s konstantním rozložením lamel v jednotlivých koloniích mezi skutečnou průměrnou vzdáleností $\overline{\lambda_n}$ a náhodnou průměrnou vzdáleností platí vztah $\overline{\lambda_{sk}}$:

$$\overline{\lambda_{sk}} = \frac{\overline{\lambda_n}}{2} \quad (3.9)$$



Obrázek 3.5: Ilustrace zdánlivé, skutečné a náhodné mezilamelární vzdálenosti [7].



Obrázek 3.6: Schématické zobrazení měření mezilamelární vzdálenosti pomocí Underwoodovy metody [24].

Kapitola 4

Rastrovací elektronová mikroskopie

Pro pozorování kovových vzorků je nejčastěji používán optický mikroskop, avšak při jejich podrobnějším studiu (např. mezilamelární vzdálenosti) brzy narazíme na jeho limity, neboť rozlišení optického mikroskopu je dáno vlnovou délkou viditelného světla ($\lambda = 400 \text{ nm} - 700 \text{ nm}$) a numerickou aperturou NA . Pro výpočet vzdálenosti dvou bodů, které ještě můžeme od sebe odlišit použijeme vztah vycházející z tzv. Rayleighova kritéria

$$d = \frac{0,61 \cdot \lambda}{NA}. \quad (4.1)$$

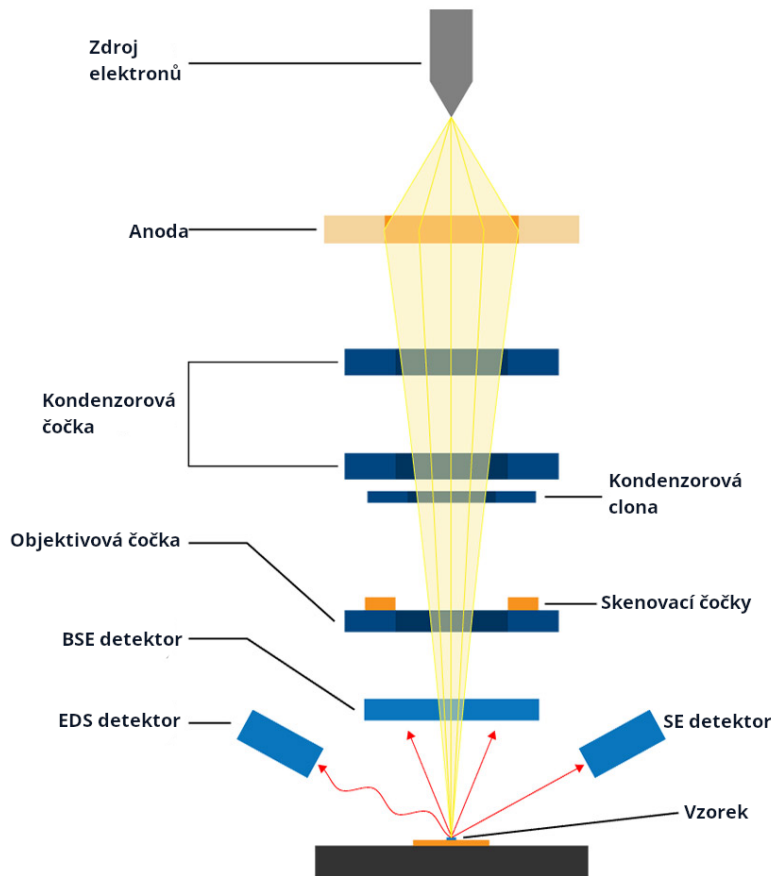
Při použití zeleného světla $\lambda = 500 \text{ nm}$, olejového imersního objektivu s $NA = 1,4$ dostaneme rozlišení $d \approx 200 \text{ nm}$. pokud tedy chceme dosáhnout lepšího rozlišení je nutno využít menší vlnové délky. Takové možnosti nám nabízí právě elektronová mikroskopie, kde lze dosáhnout výrazně menší vlnové délky.

Rozlišujeme dva druhy elektronové mikroskopie a to prozařovací neboli transmisní (TEM) a skenovací neboli rastrovací (SEM). V dalším textu budou použity pouze zkratky TEM a SEM. V prvním případě pozorujeme elektrony, které prošly vzorkem. Zatímco v případě SEMu budou důležité odražené a emitované elektrony, tj. jedná se o interakci povrchu s elektronovým svazkem. Pro pozorování kovových vzorků se častěji využívá SEM, především kvůli požadavkům na tloušťku vzorku. TEM totiž vyžaduje velmi tenké vzorky, jejichž příprava je časově a finančně náročná. Z praktického hlediska je proto použití SEMu výrazně výhodnější.

4.1 Princip fungování SEMu

Skenovací elektronový mikroskop (SEM) je zařízení, které využívá interakce mezi elektronovým paprskem a vzorkem k získání detailních obrazů povrchu vzorku. Existují dva základní typy elektronových zdrojů: termální a autoemisní. Termální zdroje elektronů fungují na principu zahřívání kovového vlákna (např. wolframového) na vysokou teplotu, což způsobí uvolnění elektronů z jeho povrchu. Autoemisní zdroje naopak využívají uvolnění elektronů z povrchu pod vlivem silného elektrického pole, aniž by bylo nutné zahřívání. Elektrony jsou následně urychlovány napětím v rozsahu $0,1 \text{ keV}$ až 50 keV . Při použití nižších energií, v rozmezí $0,1 \text{ keV}$ až 5 keV , hovoříme o nízkonapětové elektronové mikroskopii (LVSEM), která je výhodná zejména pro zobrazení citlivějších materiálů nebo pro získání lepšího povrchového rozlišení. [20]

Elektrony jsou následně fokusovány elektromagnetickými čočkami, které vytvářejí velmi úzký paprsek elektronů, jenž je směřován na povrch vzorku. Dopadlé elektrony interagují



Obrázek 4.1: Základní schéma rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) [12].

s atomy na povrchu vzorku, přičemž vznikají různé druhy signálů, jako jsou sekundární elektrony, zpětně rozptýlené elektrony, rentgenové záření a další. Těmto interakcím se budeme věnovat v následujících podkapitolách.

Pro zajištění správného chování elektronového paprsku a minimalizaci jeho ztrát vlivem srážek s molekulami vzduchu je vzorek umístěn ve vakuové komoře. Vytvoření vakua je nezbytné nejen pro ochranu elektronového svazku, ale také pro prevenci kontaminace vzorku.

4.2 Vlnová délka elektronů

V roce 1932 vyslovil Louis de Broglie hypotézu, že částice o hmotnosti m pohybující se rychlostí v (s hybností $p = mv$) má vlnovou délku

$$\lambda = \frac{h}{p}, \quad (4.2)$$

kde h je Planckova konstanta. Elektrony s nábojem $-e$ mají po urychlení elektrickým potenciálem E kinetickou energii $E_k = p^2/2m = eE$. Dosazením do vztahu 4.2 získáme vztah pro nerelativistickou vlnovou délku

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}}. \quad (4.3)$$

Při urychlovacích napětích vyšších než 40 kV je potřeba vzít v úvahu relativistickou korekci. Pro celkovou energii $E_{tot} = mc^2$ urychleného elektronu platí

$$E_{tot} = m_0c^2 + eE, \quad (4.4)$$

m_0 je klidová hmotnost elektronu a c je rychlost světla. Vztah 4.4 upravíme do tvaru

$$m = m_0(1 + \frac{eE}{m_0c^2}). \quad (4.5)$$

Relativistickou hmotnost můžeme taky vyjádřit jako

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}} = \gamma m_0 \quad (4.6)$$

Zavedeme substituci $\omega = eE/m_0c^2$, takže $\gamma = 1 + \omega$. Ze vztahu 4.6 vyjádříme rychlost

$$v = c\sqrt{1 - \frac{1}{\gamma^2}} = \frac{c}{1 + \omega} \sqrt{2\omega(1 + \frac{\omega}{2})} \quad (4.7)$$

pak pro hybnost dostáváme vztah

$$p = mv = m_0(1 + \omega)v = m_0c\sqrt{2\omega(1 + \frac{\omega}{2})} = \sqrt{2m_0eE(1 + \frac{eE}{2m_0c^2})} \quad (4.8)$$

Dosazením do 4.2 získáme

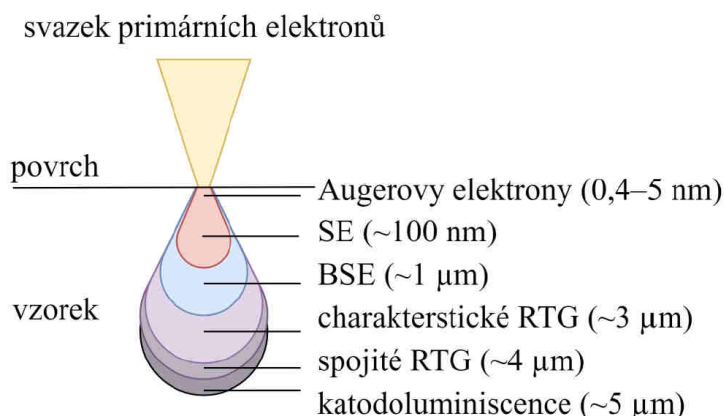
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eE(1 + \frac{eE}{2m_0c^2})}} \quad (4.9)$$

Dosazením konstant fyzikálních konstant a napětí E ve voltech, získáme vlnovou délku v pikometrech (10^{-12} m) [13].

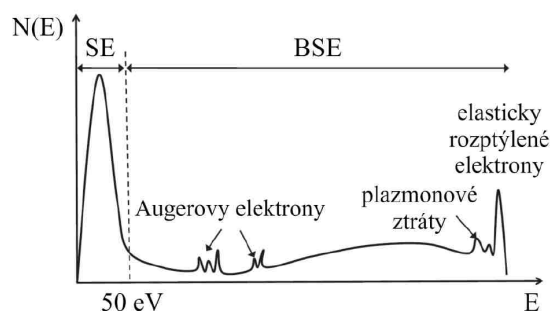
4.3 Interakce elektronů s látkou

Dopadající elektron interaguje se vzorkem a z tzv. interakčního objemu dochází k emisi částic. Velikost a tvar interakčního objemu závisí na velikosti urychlovacího napětí, typu materiálu a velikosti proudu ve svazku. Velikost interakčního objemu určuje z jakého objemu vylétávají elektrony a tím je určeno rozlišení.

Z hlediska přenosu energie můžeme rozlišit dva typy interakce pružné a nepružné. Při pružném rozptylu je změna kinetické energie zanedbatelná. Elasticky rozptýleným elektronům říkáme zpětně odražené elektrony (BSE - backscattered electrons). Při nepružném rozptylu se energie předává vnitřním stupňům volnosti atomů. Může dojít k excitaci vázaných nebo volných elektronů nebo vibraci krystalové mřížky (plazmonové ztráty), část energie se může pohltit ve formě tepla. Nejčastěji dochází k excitaci elektronu nebo k ionizaci atomu. Při excitaci přechází elektron v atomu na vyšší energetickou hladinu a následně může deexcitovat. Při zpětném přechodu elektronu na nižší hladinu dojde k vyzáření RTG fotonů, emisi Augerových elektronů (AE) nebo katodoluminiscenci. Při ionizaci atomu dojde k odtržení jednoho nebo více elektronů, které nazýváme sekundární (SE). Na obrázku 4.3 je energetické spektrum vyzářených elektronů [20]. V následující podkapitole se zaměříme na vznik kontrastu pomocí SE a BSE.



Obrázek 4.2: Interakce primárního elektronového svazku s látkou, SE - sekundární elektrony, BSE - zpětně odražené elektrony [25].



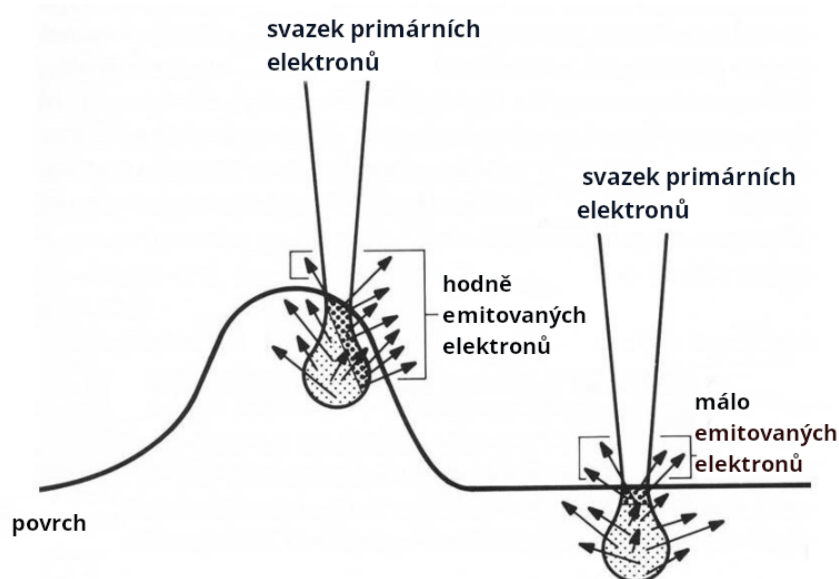
Obrázek 4.3: Energetické spektrum vyzářených elektronů [20].

4.4 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony (SE) jsou smluvně definovány jako elektrony s energií menší než 50 eV. Vznikají v důsledku neelastických srážek mezi dopadajícími primárními elektrony a elektrony v atomových obalech vzorku. Při těchto srážkách dochází k přenosu části energie z primárního elektronu na elektron ve vzorku, který následně opouští atom i povrch materiálu jako sekundární elektron. Díky své nízké energii mohou SE uniknout pouze z velmi mělké vrstvy pod povrchem vzorku (řádově několik nanometrů), což z nich činí ideální nástroj pro analýzu topografie povrchu.

Kontrast na výsledném snímku je určen rozdíly v počtu emitovaných sekundárních elektronů. Jasnější oblasti odpovídají místům s vyšší emisí SE. Množství emitovaných SE závisí na několika faktorech, zejména na sklonu povrchu vzorku vůči dopadajícímu svazku, energii primárních elektronů a přítomnosti hran. Na obrázku 4.4 je znázorněn tzv. hranový efekt, který vysvětluje, proč jsou právě hrany a šikmé plochy obvykle jasnější — ze stěn orientovaných šikmo vůči svazku mohou SE snáze unikat. Vyšší energie primárního svazku navíc zvětšuje interakční objem, což vede k uvolnění většího počtu sekundárních elektronů, to ale zároveň vede k horšímu rozlišení [20].

Díky těmto vlastnostem jsou SE hojně využívány pro zobrazení topografie vzorku.



Obrázek 4.4: Ilustrace hranového efektu a naklonění plochy vůči primárnímu svazku [9].

4.5 Zpětně odražené elektrony

Zpětně odražené elektrony (BSE, Backscattered Electrons) jsou smluvně definovány jako elektrony s energií v rozmezí od přibližně 50 eV až po energii primárního svazku. Tyto elektrony vznikají při elastické interakci primárních elektronů s atomy vzorku, přičemž pronikají do hlubších vrstev materiálu. Nesou tak informaci nejen o povrchových, ale i o podpovrchových strukturách.

Zobrazování pomocí BSE obecně poskytuje horší rozlišení než zobrazování sekundárními elektrony, protože oblast interakce mezi svazkem a vzorkem je větší. Použitím primárního svazku s nižší energií lze nicméně dosáhnout zmenšení této oblasti a tím i lepšího prostorového rozlišení.

BSE jsou primární elektrony, které byly elasticky rozptýleny na jádrech atomů ve vzorku. Na elektron přibližující se k jádru působí Coulombovská síla:

$$F = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{e \cdot Ze}{r^2}, \quad (4.10)$$

kde Z je protonové číslo jádra. Tato závislost interakce na Z umožňuje využití BSE pro detekci materiálového kontrastu - tedy rozlišení oblastí vzorku s různým atomovým číslem.

Koeficient zpětného odrazu η , definovaný jako poměr počtu zpětně odražených elektronů ku počtu dopadajících elektronů, je funkcí protonového čísla Z [20]. Jak je patrné z obrázku 4.5, kontrast mezi oblastmi vzorku je nejvýraznější pro materiály s nižšími hodnotami Z . U těžších prvků se změna koeficientu η s rostoucím Z snižuje a kontrast tak není tolik výrazný.

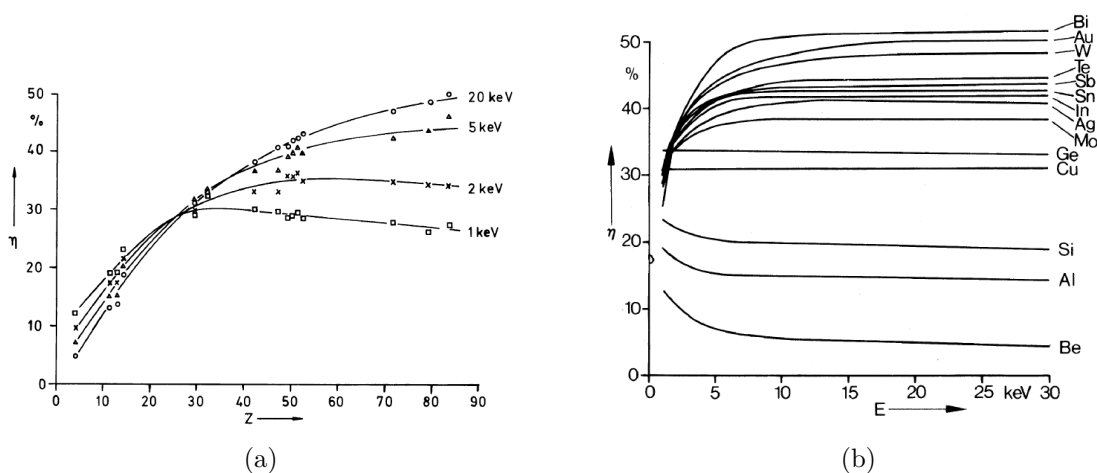
Na kontrast má vliv i energie primárního svazku. Největší rozdíly v hodnotě η jsou pozorovány při nízkých energiích (pod 5 keV), zatímco při vyšších energiích se hodnota koeficientu stabilizuje. Tato změna se vizuálně projevuje v intenzitě obrazu – světlejší oblasti odpovídají oblastem s vyšším Z , zatímco tmavší oblasti jsou tvořeny lehčími prvky.

Dalším faktorem ovlivňujícím koeficient η je orientace krystalové mřížky. Pokud primární elektron dopadá na hustěji atomárně uspořádaný směr, neproniká do takové hloubky a může být odražen dříve, což vede k odlišnému jasovému kontrastu mezi různě orientovanými zrny.

Naklonění vzorku vůči primárnímu svazku ovlivňuje směr rozptylu zpětně odražených elektronů. Koeficient η je pak funkcí úhlu mezi normálou povrchu a směrem odrazu φ a protonového čísla Z [20].

$$\eta(Z, \varphi) = (1 - \cos \varphi)^{\frac{-9}{\sqrt{Z}}} \quad (4.11)$$

Tato závislost dále přispívá ke kontrastním rozdílům v obraze při šikmém dopadu svazku nebo při detekci pod úhlem.



Obrázek 4.5: a) Závislost koeficientu zpětného odrazu η na energii dopadajícího svazku. b) Závislost koeficientu zpětného odrazu η na protonovém čísle Z [20].

4.6 Nízkonapěťová skenovací elektronová mikroskopie

Nízkonapěťová skenovací elektronová mikroskopie (LVSEM) využívá elektrony s energií v rozmezí přibližně od 100 eV do 5 keV. S klesající energií dopadajícího svazku se zmenšuje interakční objem, což znamená, že emitované elektrony pocházejí z oblastí blíže k povrchu. Výsledkem je zvýšený kontrast mezi SE a BSE a zároveň zlepšení prostorového rozlišení. Nízkonapěťová mikroskopie je proto vhodná zejména pro zobrazování tenkých vrstev, jemných povrchových struktur nebo elektronově citlivých materiálů, které by mohly být vyššími energiemi poškozeny.

Kapitola 5

Metalografická příprava vzorků pro SEM

Metalografická příprava vzorků je nezbytným krokem při studiu mikrostruktury kovových materiálů pomocí světelné a elektronové mikroskopie. Tato fáze je často podceňovaná, ale hraje klíčovou roli v získání kvalitních a spolehlivých výsledků. Cílem je získat kvalitní povrch umožňující detailní analýzu struktur, jako jsou fáze, hranice zrn, precipitáty či defekty materiálu. Základní postup přípravy vzorků je pro obě metody podobný, avšak pro SEM jsou na kvalitu povrchu kladeny mnohem větší nároky.

Příprava vzorků zahrnuje několik fází: řezání materiálu, jeho zalévání pro snadnější manipulaci, postupné broušení na stále jemnějších brusných papírech a následné leštění, které zajistí hladký a reflexní povrch. Na takto připraveném povrchu lze pozorovat např. vměstky. Pro další pozorování je potřeba vzorek naleptat, aby se zvýraznila jeho mikrostruktura.

5.1 Řezání a zalévání do pryskyřice

Je důležité věnovat pozornost už prvnímu kroku, tedy řezání vzorků. Během tohoto procesu může totiž dojít ke vzniku velkého nenávratného poškození. Kromě správného výběru místa odběru vzorku je potřeba pečlivě zvolit správný kotouč a pilu. Chceme minimalizovat plastickou deformaci materiálu během řezání a zároveň se snažíme co nejméně tepelně ovlivnit vzorek, aby nedošlo k případné fázové přeměně.

Dalším krokem je zalití vzorků do pryskyřice a to hlavně z důvodu lepší manipulace se vzorkem během broušení a leštění. Při volbě vhodné pryskyřice se berou v úvahu její vlastnosti jako tvrdost, odolnost proti otěru a míra smrštivosti, aby co nejlépe odpovídala vlastnostem analyzovaného materiálu a zajistila požadovanou hranovou ostrost. Zalévání se provádí buď za tepla nebo za studena. U vzorků, kde nehrozí ovlivnění struktury při zvýšené teplotě (180 °C) a tlaku (přibližně 20-30 MPa) [3], zvolíme metodu zalisování za tepla. Nejčastější typy pryskyřic jsou acrylové, epoxidové, bakelitové. Přípravu za studena volíme v případě většího množství vzorků.

5.2 Broušení

Hlavním cílem broušení a leštění je získat rovnoměrně kvalitní povrch s minimálními nerovnostmi. Broušení se provádí za mokra, aby se obrus (částice vzorku a brusiva) odplavil a dále nepoškozoval vzorek. Tento proces se začíná hrubým broušením a následně se přechází

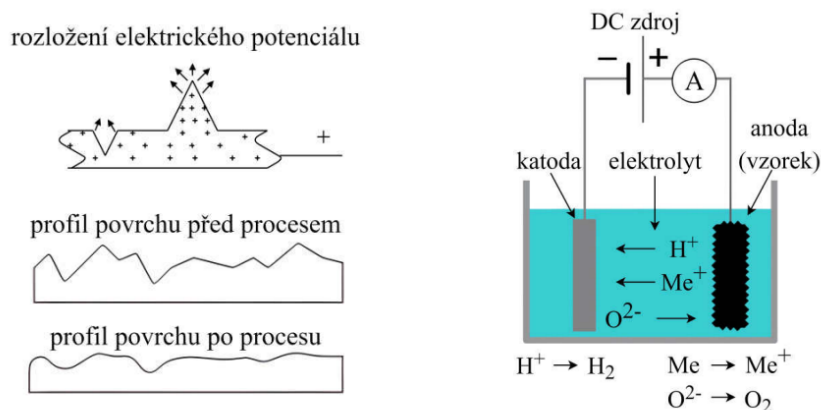
k jemnějším brusným papírům. Jako brusivo lze použít karbid křemíku, diamant nebo třeba karbid bóru [19]. Nejčastěji se používá karbid křemíku, který je nanesen na papírovou nebo plátěnou podložku. Velikost zrna brusiva se pohybuje mezi 63 μm až 1 μm .

5.3 Leštění

Leštění je pokračováním broušení, ve kterém se snažíme dosáhnout co největší rovinnosti povrchu. Na konci tohoto kroku bychom měli dostat zrcadlově lesklý vzorek. Na mechanicky vyleštěných vzorcích můžeme ve světelném mikroskopu pozorovat pouze nehomogenity, např. při studiu vměstků nebo makroskopických vad. Při leštění se uplatňuje vhodný výběr pryskyřice. Otěruvzdorná pryskyřice dokáže minimalizovat poškození povrchu. [3]. Nejčastěji se provádí mechanicky, chemicky nebo elektrolyticky a nebo kombinací těchto metod.

Elektrolytické leštění je proces, při kterém dochází k odstranění materiálu z povrchu kovového vzorku prostřednictvím anodického rozpouštění. V elektrolytickém článku je vzorek připojen jako anoda a ponořen do vhodného elektrolytu. Při aplikaci stejnosměrného proudu se na povrchu vzorku vytváří tenká vrstva reakčních produktů, která ovlivňuje rozložení proudové hustoty. Vzhledem k nerovnoměrné tloušťce této vrstvy dochází k vyššímu rozpouštění materiálu na výstupcích reliéfu, což vede k postupnému vyhlazení a vyleštění povrchu. Na obrázku 5.1 je zobrazeno zapojení elektrochemického článku a taky rozložení elektrického potenciálu a profilu před a po leštění.

Chemické leštění využívá podobného principu, rozdílem je absence přívodu proudu. Vzorek ponoříme do vhodného roztoku a pomocí chemických reakcí na povrchu se odstraňuje materiál.



Obrázek 5.1: Vlevo povrch před a po elektrolytickém leštění. Vpravo zapojení elektrochemického článku [23].

5.4 Leptání

Pro odhalení mikrostruktury mnoha materiálů je často nezbytné použití vhodného leptadla. Před samotným leptáním je důležité zajistit, aby byl leštěný povrch zbaven všech nežádoucích artefaktů. Chemické leptání představuje řízený korozní proces, při němž dochází k

reakci mezi kovem a leptacím činidlem. Kovové atomy se přeměňují na kationty a přecházejí do roztoku [3]. Existují tři hlavní typy leptání: chemické, elektrolytické a tepelné. Chemické leptání je nejčastěji používaná metoda, při které se vzorek ponoří do roztoku chemického činidla. Dochází k rozdílné reakci činidla s+různými oblastmi materiálu.

Chemické leptání probíhá na+základě rozdílů elektrochemického potenciálu jednotlivých složek mikrostruktury. Vyjadřuje schopnost materiálu oxidovat nebo redukovat při kontaktu s leptacím roztokem. Lze jej vyjádřit jako součet chemického potenciálu a elektrostatického potenciálu:

$$\mu^* = \mu + zF\phi \quad (5.1)$$

kde μ^* je elektrochemický potenciál, μ je chemický potenciál, z je počet nábojů iontu, F je Faradayova konstanta a ϕ je elektrostatický potenciál. V oblastech s vyšším elektrochemickým potenciálem probíhá leptání pomaleji, zatímco v oblastech s nižším potenciálem dochází k rychlejšímu rozpouštění kovu. To je způsobeno tím, že oblasti s nižším elektrochemickým potenciálem mají větší sklon k oxidaci, což vede k rychlejšímu rozpouštění kovu v leptacím roztoku. V těchto oblastech se kovové atomy snadněji ionizují a přecházejí do roztoku, čímž dochází k postupnému odbourávání [3].

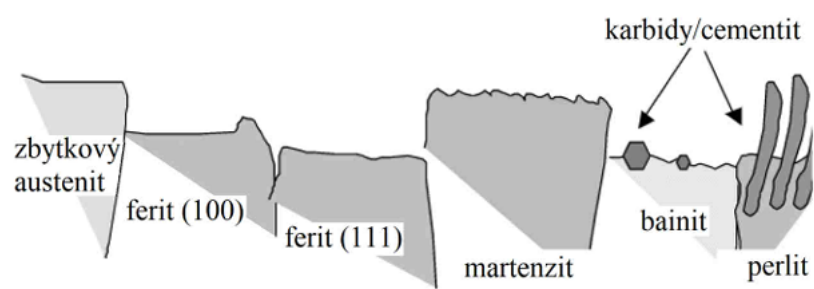
V rámci chemického leptání lze rozlišit tři základní typy podle způsobu působení leptacího činidla. Selektivní leptání probíhá tak, že leptací roztok reaguje odlišně s různými fázemi materiálu, což vede k rozdílné hloubce rozpuštění. V tabulce níže je odhad elektrochemických potenciálů různých fází v oceli. Při leptání na hranicích zrn dochází k preferenčnímu rozpuštění materiálu v místech hranic zrn, které jsou často energeticky méně stabilní a obsahují nečistoty nebo segregované prvky. U plošného leptání dochází k rovnoměrnému naleptání celého povrchu vzorku, čímž se zvýrazní rozdíly v tvrdosti nebo orientaci krystalických zrn [19].

Tabulka 5.1: Rozdíly potenciálu pro různé fáze v oceli vzhledem k feritu [4].

Charakteristika	Ferit	Bainit	Martenzit/ Zb. austenit	Martenzit/ Zb. austenit	Cementit
Hm. % C	0,02	0,2	0,4	1,0	6,67
Potenciálový rozdíl	0 mV	1,6 mV	3,6 mV	8,9 mV	75,3 mV
Působení	anodické $\longleftrightarrow$ katodické				

Platí, že různě orientovaná zrna se leptají různou rychlostí, protože mají odlišnou hustotu atomových rovin vystavených leptadlu. Atomové roviny s vyšší hustotou atomů jsou energeticky stabilnější a méně reaktivní, což vede k pomalejšímu leptání. Naopak atomové roviny s nižší hustotou atomů jsou reaktivnější, což způsobuje jejich rychlejší rozpouštění [3].

Perlit je směs feritu a cementitu, přičemž ferit je měkký a cementit tvrdší. Při leptání se ferit rozpouští rychleji než cementit, což vede k výraznému kontrastu mezi světlými feritickými oblastmi a tmavými cementitickými lamelami.



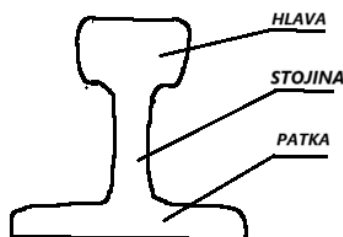
Obrázek 5.2: Princip selektivního leptání vícefázových ocelí [4].

Kapitola 6

Experimentální část

Tato práce je věnována zobrazování perlitické struktury, konkrétně se jedná o kolejnicovou ocel značky R260. Tato ocel se používá na běžných tratích, kde není požadována extrémní odolnost vůči opotřebení. Na vysokorychlostních tratích se používají odolnější oceli (např. s bainitickou strukturou).

V experimentální části byly odebrány čtyři vzorky z hlavy kolejnice (viz obrázek 6.1), následně byly různými způsoby připraveny pro pozorování v SEMu. Odběr vzorků pro mechanické zkoušky je detailně popsán normou ČSN EN 13 674-1 [2]. Tato část práce je zaměřená na nalezení nejvhodnějšího způsobu přípravy těchto vzorků a následně budou porovnány zvolené ideální podmínky pro zobrazení této oceli.



Obrázek 6.1: Schématické znázornění profilu kolejnice

Tabulka 6.1: Chemické složení oceli R260 [2].

C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Pevnost (MPa)	Tvrdost (HB)
0,62-0,80	0,15-0,58	0,70-1,20	0,025	0,025	$\leq 0,15$	880	260-300

6.1 Vliv přípravy

Nejdřív byl prozkoumán vliv přípravy vzorků, především účinek různých typů leptadel. Následně byl vybrán jeden ze vzorků, na kterém bylo provedeno detailnější pozorování v SEMu.

První část tj. mechanické broušení a leštění byla pro všechny vzorky stejná. Podrobné údaje o přípravě jsou v tabulce 6.2. Dále byla zvolena tři leptadla doporučená podle [1, 27] a jeden vzorek byl naleptán elektrolyticky. Pro leptání perlitu se standardně používá Pikral.

Naopak pro nerovnoměrnost leptání není doporučován nital (roztok kyseliny dusičné v ethanolu). Složení použitých leptadel je v tabulce 6.3. Parametry leptání jsou v tabulce 6.4.

Tabulka 6.2: Parametry přípravy všech vzorků, vše v co-rotaci (otáčení vzorků a brusného papíru ve stejném směru, zkratka IPA - isopropyl alkohol.

brusný/leštící papír	přítlačná síla (N)	čas (min)	otáčky p papíru (rpm)	otáčky vzorku (rpm)	médium	leštící pasta (μm)
Piano 220	3	0,75	300	150	voda	žádná
Piano 500	35	1	300	150	voda	žádná
Piano 1200	30	3	300	150	voda	žádná
SiC 2000	25	3	300	150	voda	žádná
SiC 4000	20	3	300	150	voda	žádná
DAC	15	3	130	130	IPA	3
NAP	5	3	120	120	IPA	1
NAP	5	3	120	120	IPA	0,25

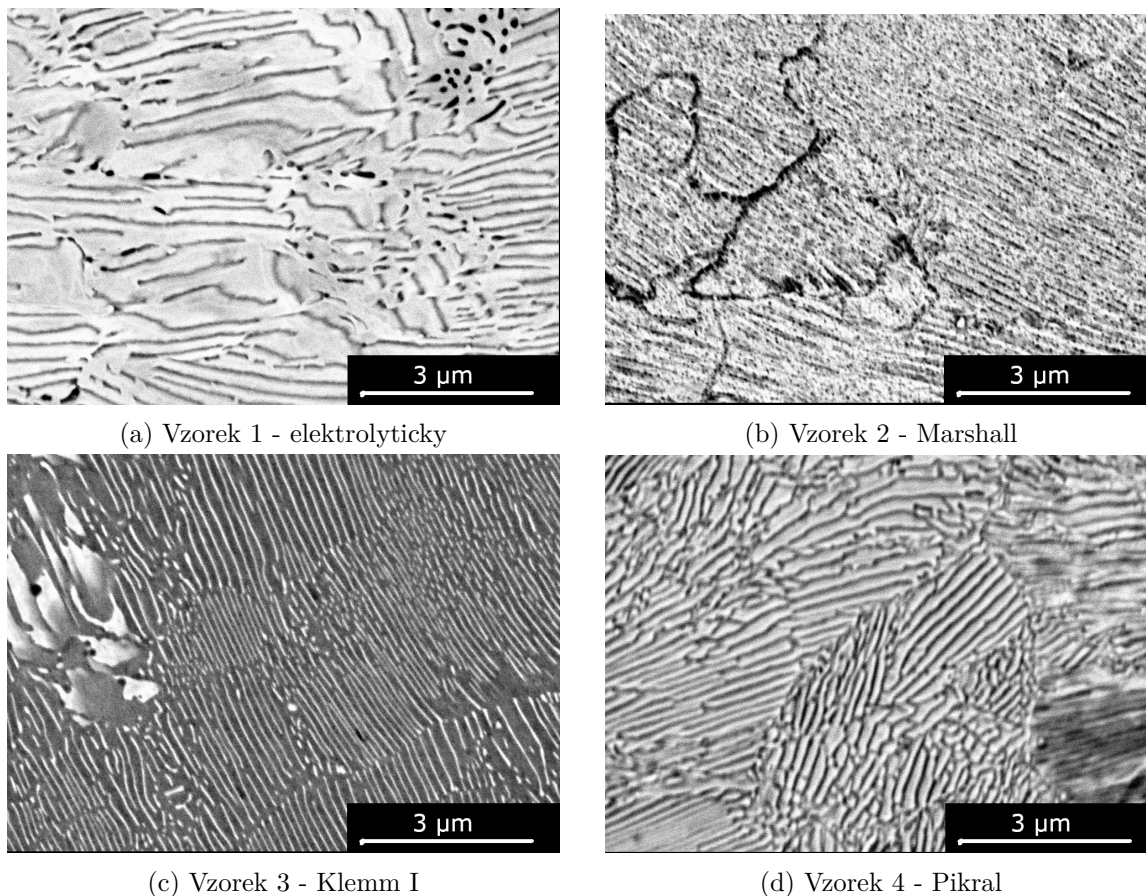
Tabulka 6.3: Složení použitých leptadel.

Leptadlo	Složení
Elektrolytické	2 g kyselina pikrová, 25 g NaOH, 100 ml voda
Marshall	A: 5 ml H_2O , 0,4 g kyselina šťavelová, 0,25 ml H_2SO_4 B: 5,25 ml H_2O_2 (30 %), poměr A:B = 1:1
Klemm I	Předroztok: 176 g thiosíran sodný pentahydrát, 100 ml voda Na 50 ml předroztoku přidat 1 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$
Pikral	4 % kyselina pikrová v ethanolu + 0,5 ml HCl na 50 ml roztoku

Tabulka 6.4: Parametry leptání vzorků.

vzorek	leptadlo	čas (s)
1	elektrolyticky	45
2	Marshall	1
3	Klemm I	50
4	Pikral 4 %	8

V obrázku 6.2 je porovnán vliv jednotlivých leptadel, snímky jsou pořízeny za stejných podmínek (tj. zvětšení 10 000x, urychlovací napětí 5 kV). Pro pozorování v SEMu se tedy nabízí vzorky 1, 3 a 4. Z použitých leptadel pro zobrazení lamel není vhodné použít leptadlo Marshall, naopak jeho použití je na místě, pokud chceme zvýraznit perlitické zrna. Z důvodu široké aplikace Pikralu v metalografické přípravě byl pro další pozorování vybrán vzorek 4.



Obrázek 6.2: Porovnání vlivu různých leptacích technik. Zvětšení 10 000x, urychlovací napětí 5 kV.

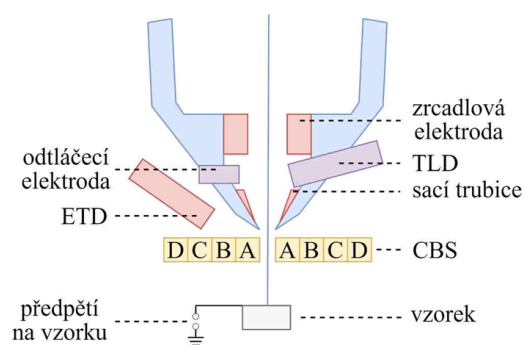
6.2 Použití detektoru CBS nebo ETD

Pro detekci sekundárních elektronů (SE) se nejčastěji používá Everhart-Thorneley detektor (ETD). Tento detektor je připojen ke kladnému napětí 10 V, které přitahuje SE. ETD je umístěn z boku vzorku, což může vést k tzv. efektu stínění. Strana vzorku, která je obrácena od detektoru, není dobře vidět, což vytváří obraz s výraznějším osvětlením jedné strany vzorku a stíny na druhé straně.

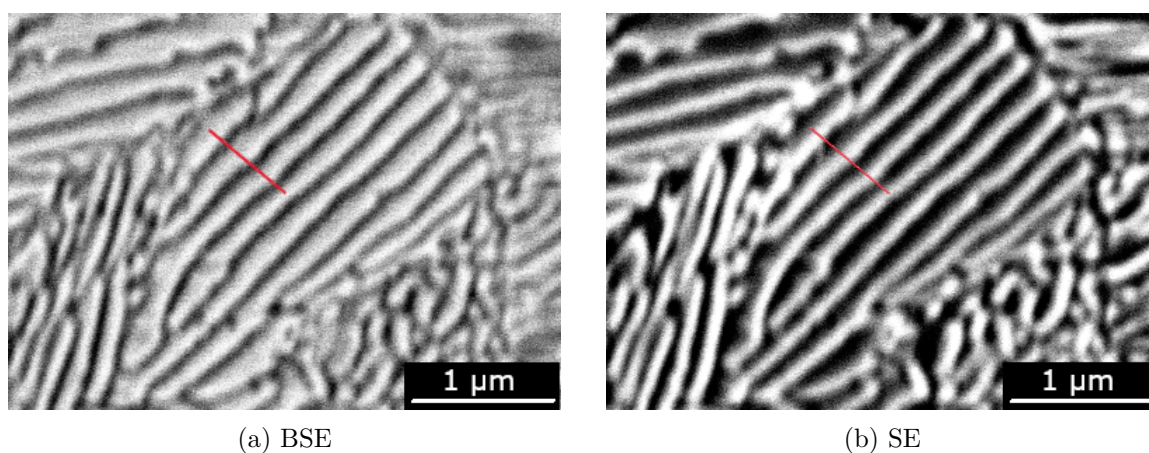
Naopak CBS detektor (detektor zpětně odražených elektronů) je umístěn nad vzorkem, což eliminuje tento efekt. Tato pozice umožňuje rovnoměrnější detekci signálu a vyrovnanější zobrazení vzorku, což je výhodné pro analýzu morfologie vzorku.

Polohy jednotlivých detektorů v mikroskopu Magellan 440L jsou znázorněny na obrázku 6.3.

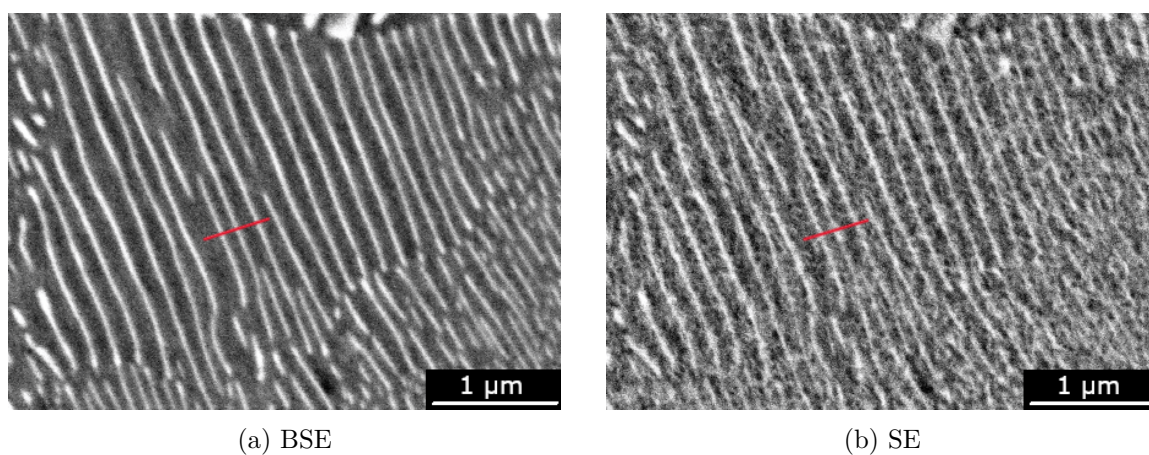
Na vzorcích 3 a 4 byly vykresleny profily intenzit SE a BSE podél zvolené úsečky (viz obrázky 6.4 a 6.5). U vzorku 3 je patrné, že snímek pořízený detektorem ETD je silně ovlivněn šumem, proto je vhodnější použít detektor CBS. U vzorku 4 je zřejmé, že tmavé oblasti v obraze SE jsou výrazně širší.



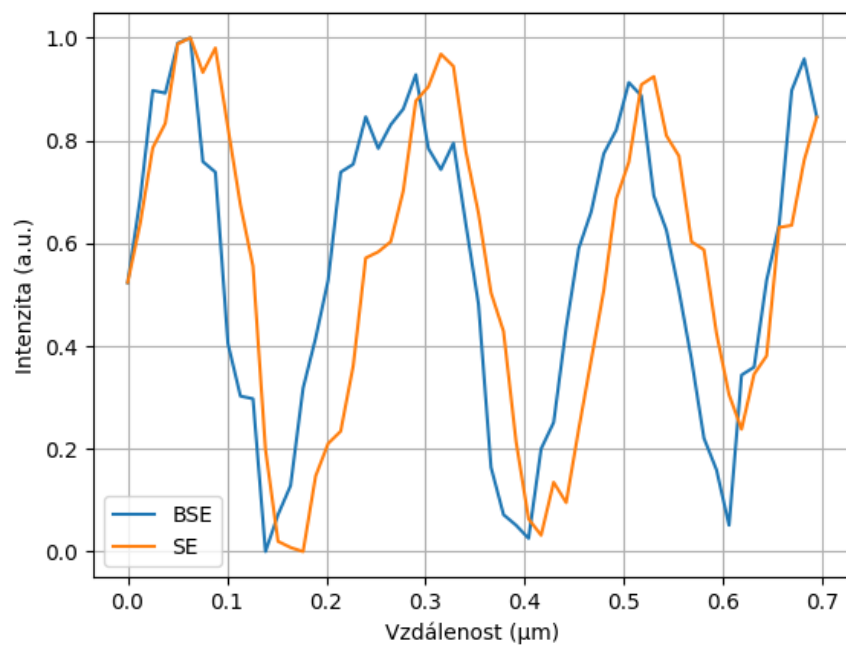
Obrázek 6.3: Poloha detektorů v použitém modelu SEM FEI Magellan 440L [14].



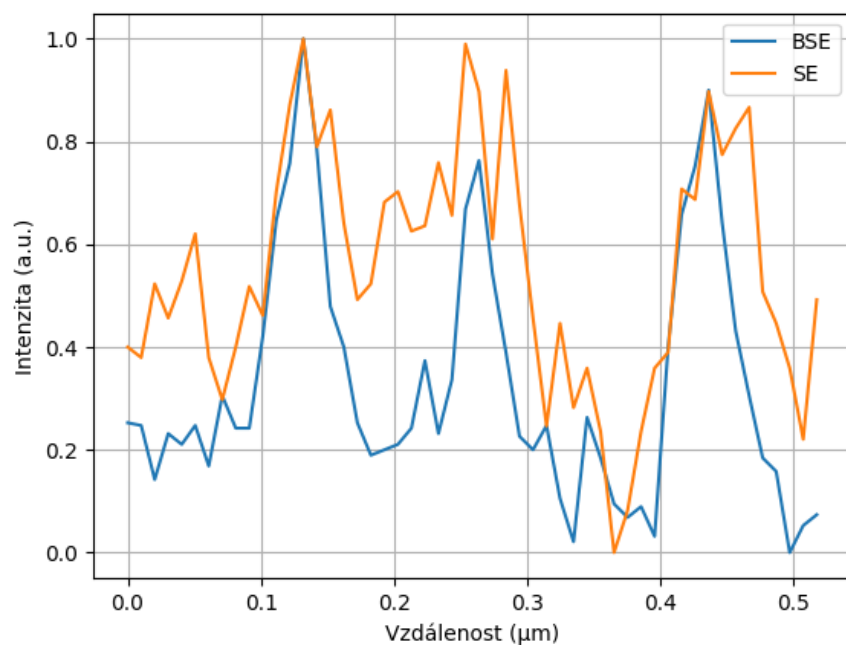
Obrázek 6.4: Snímky vzorku 4 pomocí detektorů CBS a ETD s červenou čarou, podél které je vykreslena intenzita v grafu 6.6. Dopadová energie primárního svazku 5 keV.



Obrázek 6.5: Snímky vzorku 3 pomocí detektorů CBS a ETD s červenou čarou, podél které je vykreslena intenzita v grafu 6.7. Dopadová energie primárního svazku 5 keV.



Obrázek 6.6: Graf intenzity pro BSE (modrá) a SE (oranžová) pro vzorek 4 vykreslený podél čáry na obrázku 6.4.

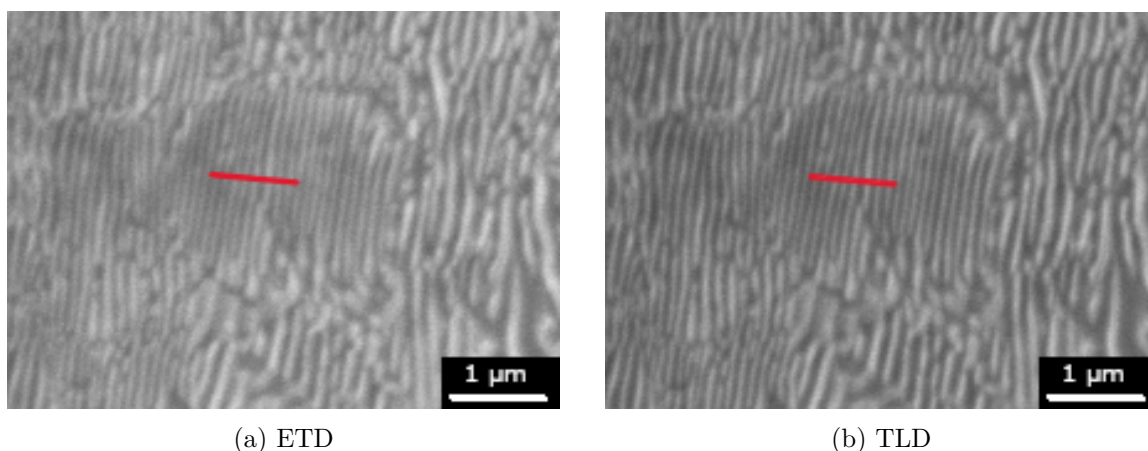


Obrázek 6.7: Graf intenzity pro BSE (modrá) a SE (oranžová) pro vzorek 3 podél čáry na obrázku 6.5.

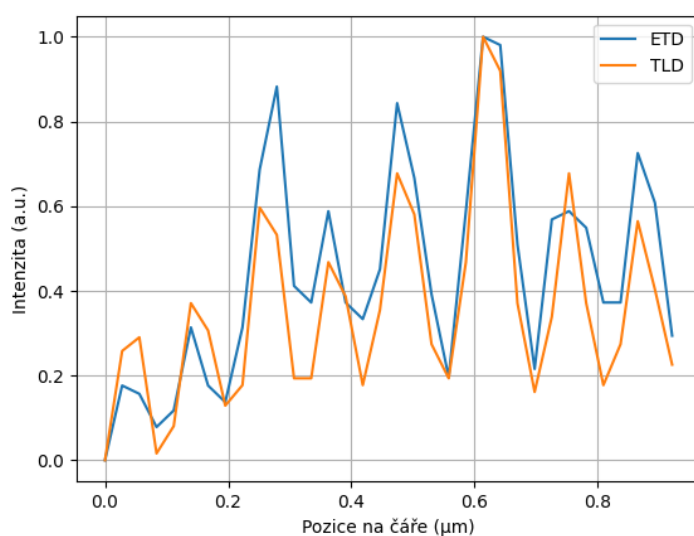
6.3 Through the lens detector (TLD)

TLD je umístěn v tubusu SEM (viz obrázek 6.3). Díky této poloze dochází k potlačení tzv. efektu stínění, což zajišťuje rovnoměrnější sběr sekundárních elektronů z celého povrchu vzorku. Tento způsob sběru vede k obrazu s vyšším kontrastem a ostrostí, zejména při nízkých urychlovacích napětích. Snímky pořízené pomocí TLD mají plošší vzhled a méně výrazný prostorový efekt, ale na druhou stranu vykazují vyšší úroveň detailů a jemnějších struktur. Naopak snímky z ETD, díky bočnímu umístění detektoru, mají výraznější stíny a prostorový dojem, ale mohou být náchylnější k úbytku detailů ve stíněných oblastech.

Pro přesné zobrazení perlitické struktury a následné provedení měření, jako je stanovení mezilamelární vzdálenosti, je doporučeno použití TLD detektoru. Díky své poloze v ose objektivu TLD eliminuje zkreslení vzdálenosti mezi lamelami způsobené hranovým efektem.



Obrázek 6.8: Porovnání detektorů ETD a TLD, podél červené čáry je v grafu 6.9 vykreslena intenzita. Pracovní vzdálenost 7,9 mm, dopadová energie primárního svazku 5 keV.

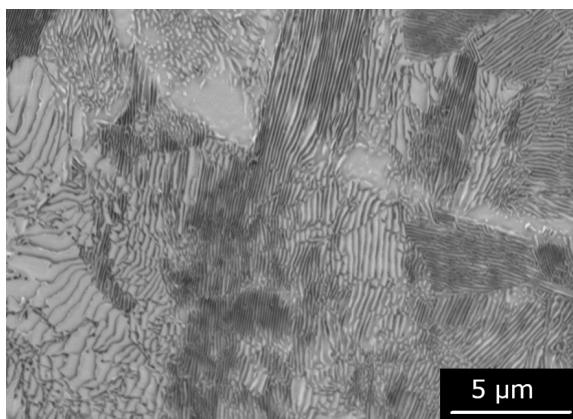


Obrázek 6.9: Graf intenzity podél čáry (viz 6.8) pro TLD a ETD detektor.

6.4 Úhlová filtrace zpětně odražených elektronů

Pro sběr zpětně odražených elektronů (BSE) byl použit CBS detektor (Concentric Backscatter Detector). Tento detektor je umístěn pod pólovým nástavcem a je charakteristický svým kruhovým tvarem rozděleným do čtyř mezikruží (A, B, C, D). Každé mezikruží sbírá zpětně odražené elektrony emitované pod jiným úhlem, což umožňuje flexibilitu v získávání signálů z různých částí vzorku. Během měření je možné využívat celý detektor nebo specifické mezikruží v závislosti na tom, jaký druh kontrastu chceme zesílit nebo potlačit. Tento přístup umožňuje detailní analýzu povrchových struktur vzorku a optimalizaci kontrastu podle zvoleného úhlu detekce.

Jednotlivá mezikruží detektoru CBS sbírají zpětně odražené elektrony pod různými úhly vzhledem k ose primárního svazku elektronů a tím poskytují odlišné typy informací o vzorku. Mezikruží A zachycuje elektrony odražené pod malými úhly, blízko osy svazku. Tento signál je málo ovlivněn topografií a je silně závislý na protonovém čísle Z . Poskytuje tedy materiálový kontrast, ideální pro rozlišení různých fází nebo jemných rozdílů ve složení. Mezikruží B zachycuje elektrony pod středními úhly. Nabízí vyvážený obraz, kde je částečně potlačen vliv topografie, ale zároveň zůstává materiálový kontrast. Mezikruží C a D detekují elektrony odražené pod velkými úhly, tedy téměř rovnoběžně s povrchem. Tyto signály jsou silně ovlivněny lokálním sklonem povrchu, a tedy poskytují topografický kontrast. Jsou vhodné pro zobrazení morfologie a tvaru povrchových struktur, ale s nižší citlivostí na materiálové rozdíly.

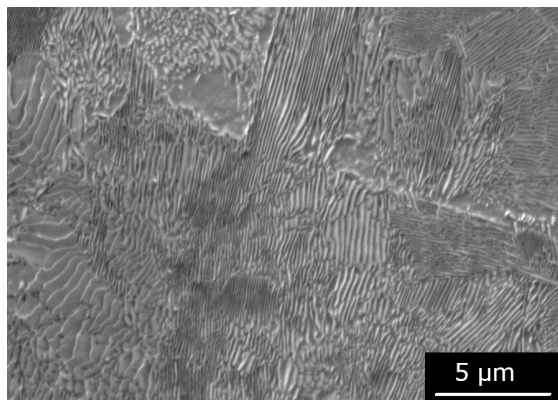


Obrázek 6.10: BSE detektor - spojení všech módů. Pracovní vzdálenost 7,9 mm, dopadová energie primárního svazku 5 keV.

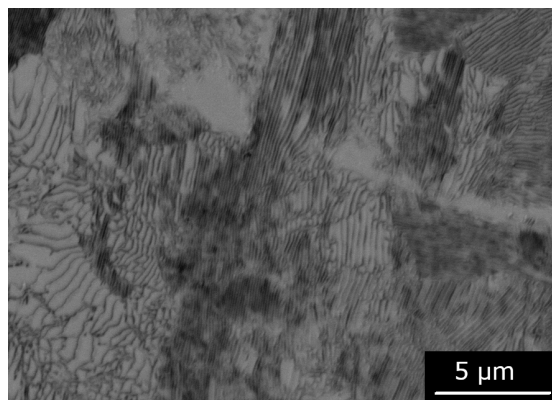
6.5 Vliv urychlovacího napětí

Urychlovací napětí v SEM má zásadní vliv na informační hloubku. Při nízkém napětí pocházejí sekundární elektrony převážně z povrchových vrstev vzorku. Tento režim je ideální pro zobrazení jemných topografických detailů mezilamelární struktury, protože nízké napětí minimalizuje prostorové efekty a poskytuje vyšší kontrast na povrchu. To je klíčové pro přesné měření vzdálenosti mezi lamelami a pro zajištění kvalitního zobrazení jednotlivých vrstev, aniž by došlo k výraznému rozostření.

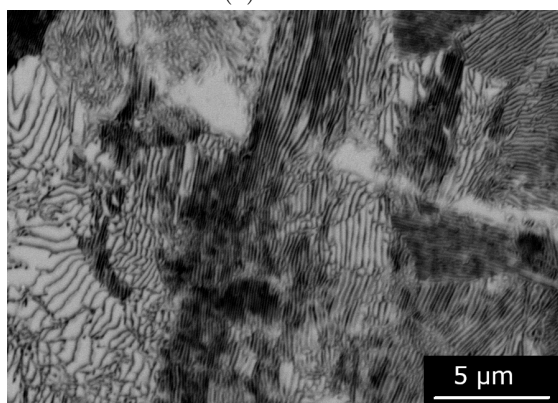
Se zvyšujícím se urychlovacím napětím se elektronový svazek dostává hlouběji do vzorku, což způsobuje, že signální elektrony jsou generovány z větší hloubky.



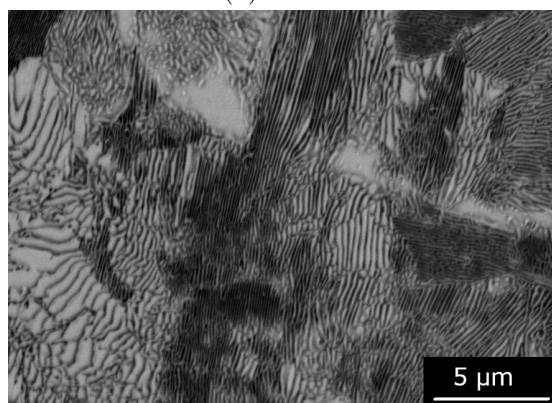
(a) mód A



(b) mód B



(c) mód C



(d) mód D

Obrázek 6.11: Porovnání jednotlivých módu v režimu BSE. Pracovní vzdálenost 7,9 mm, dopadová energie primárního svazku 5 keV.

V důsledku toho se zhoršuje rozlišení, což může způsobit rozmazání mezilamelární struktury a ovlivnit přesnost měření. Nicméně při vyšších napětích lze získat informace o podpovrchové struktuře, což může být užitečné, pokud je potřeba prozkoumat i hlouběji uložené vrstvy materiálu.

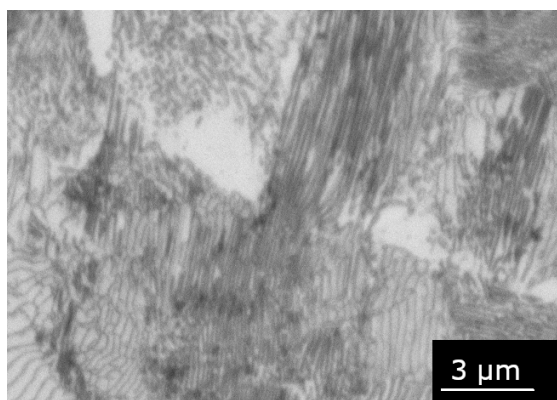
Snímky pořízené při různých urychlovacích napětích jsou zobrazeny na obrázku 6.12. Lze si povšimnout, že snímek pořízený při napětí 1 kV vykazuje inverzní kontrast ve srovnání se snímky pořízenými při napětích 3 kV, 5 kV, 10 kV, 15 kV a 30 kV. Tento jev je způsoben tím, že při nízkých urychlovacích napětích výtěžek BSE nezávisí na protonovém čísle Z . Tento efekt je patrný také na obrázku 6.14, kde je vykreslena intenzita podél čáry (viz 6.13). Cementit je na obrázku 6.12a zobrazen černě, zatímco ferit bíle, pro ostatní napětí platí opak - cementit je světlý a ferit tmavší.

Z profilu intenzity na obrázku 6.14 lze určit mezilamelární vzdálenost, která se definuje jako vzdálenost mezi cementitovými lamelami, tj. vzdálenost mezi maximy (respektive minimy při 1 kV). U napětí 1 kV však nejsou minima jednoznačně definována, což ztěžuje analýzu mezilamelární vzdálenosti a potvrzuje, že příliš nízká napětí nejsou pro vhodná. Naměřené hodnoty mezilamelární vzdálenosti touto metodou jsou shrnuty v tabulce 6.5. Pro napětí 3 kV, 5 kV, 10 kV je určena mezilamelární vzdálenost přibližně 260 nm, zatímco u napětí 15 kV a 30 kV je tato hodnota mírně nižší.

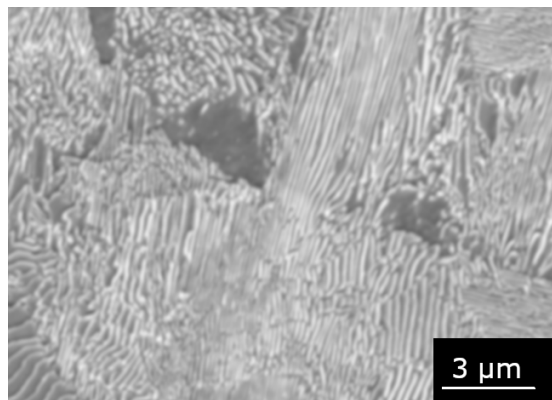
Pro detailní měření mezilamelární vzdálenosti je tedy preferováno použití nižších napětí (do 10 kV), která poskytují lepší kontrast a rozlišení povrchových detailů. Naproti tomu energie 1 keV je příliš nízká a kvůli vysoké povrchové citlivosti její použití není optimální.

Tabulka 6.5: Hodnoty mezilamelární vzdáleností získané ze vzdáleností maxim (resp. minim pro urychlovací napětí 1 kV) z profilu intenzity, která je vykreslena na obrázku 6.14. Mezilamelární vzdálenost je pro každé urychlovací napětí určená zvlášť.

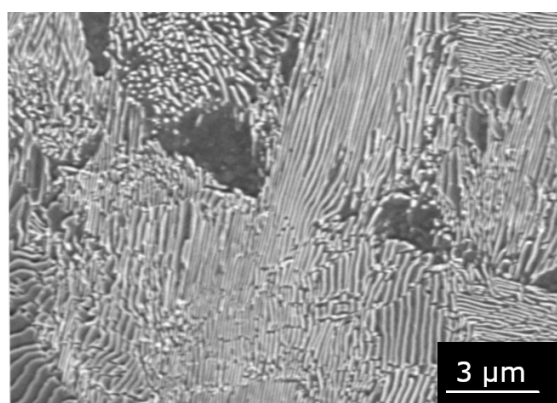
Napětí [kV]	Mezilamelární vzdálenost [nm]
1	285 ± 76
3	264 ± 17
5	260 ± 21
10	259 ± 26
15	245 ± 22
30	249 ± 27



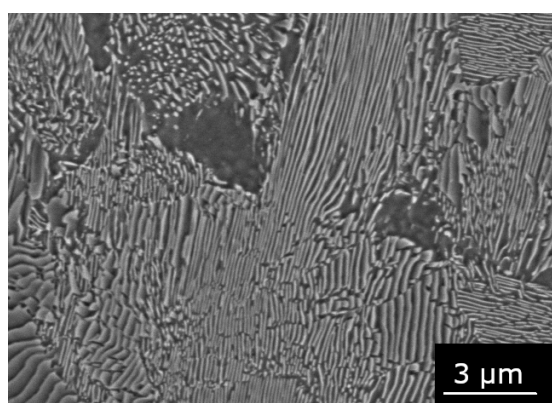
(a) 1 kV



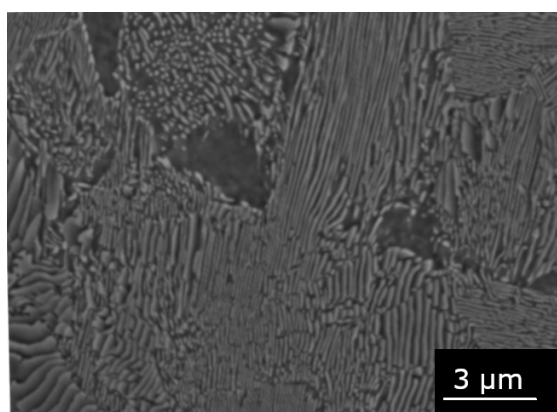
(b) 3 kV



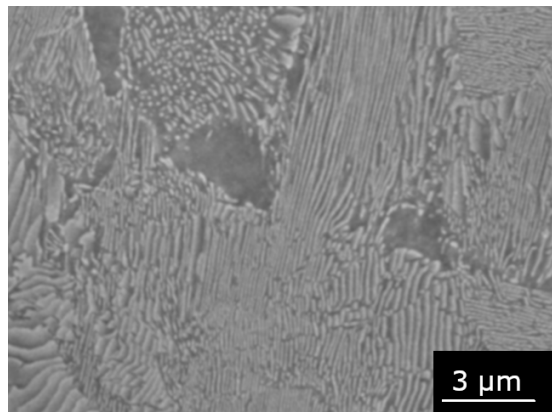
(c) 5 kV



(d) 10 kV

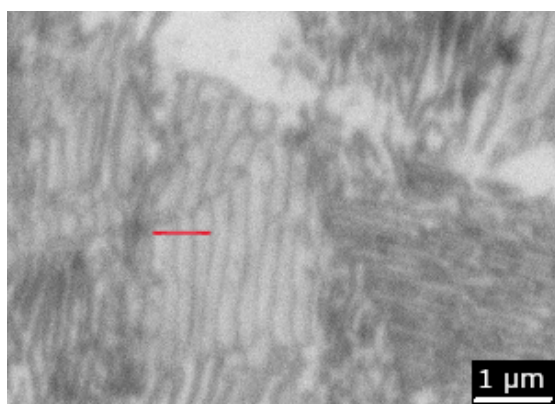


(e) 15 kV

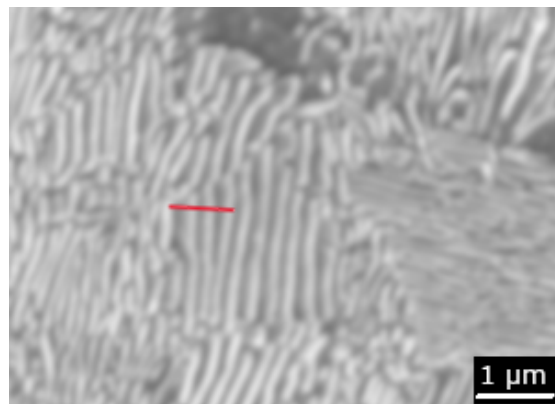


(f) 30 kV

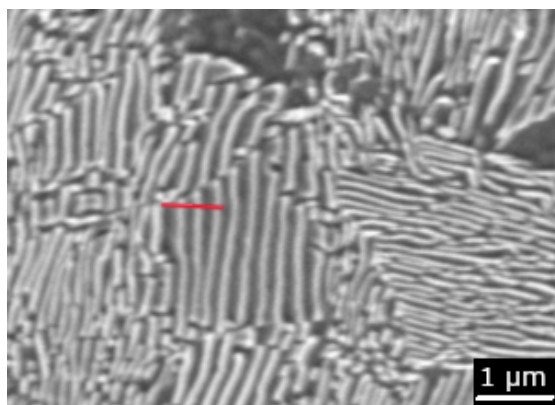
Obrázek 6.12: Vliv urychlovacího napětí pro BSE. V obrázku 6.12a je kontrast invertovaný.



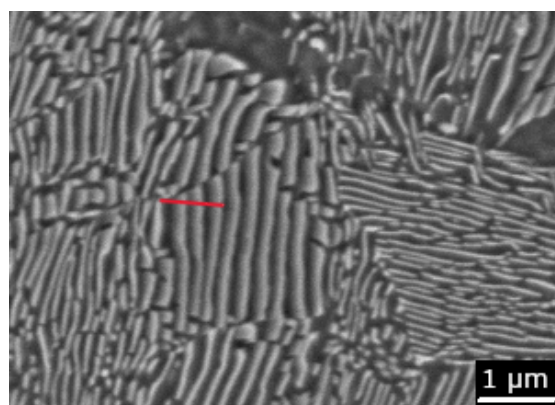
(a) 1 kV



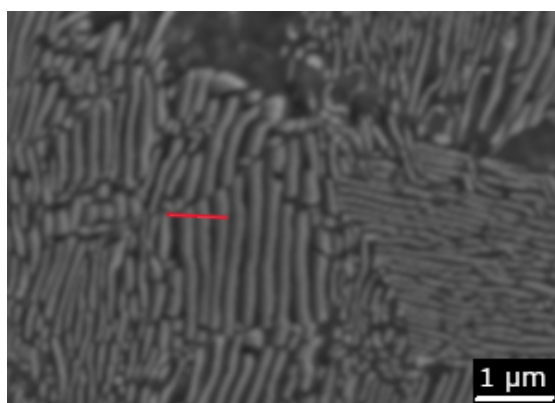
(b) 3 kV



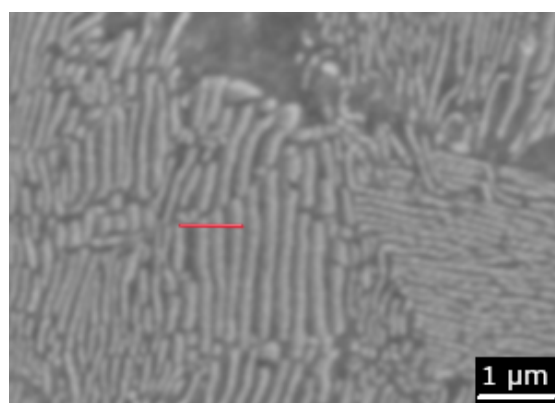
(c) 5 kV



(d) 10 kV

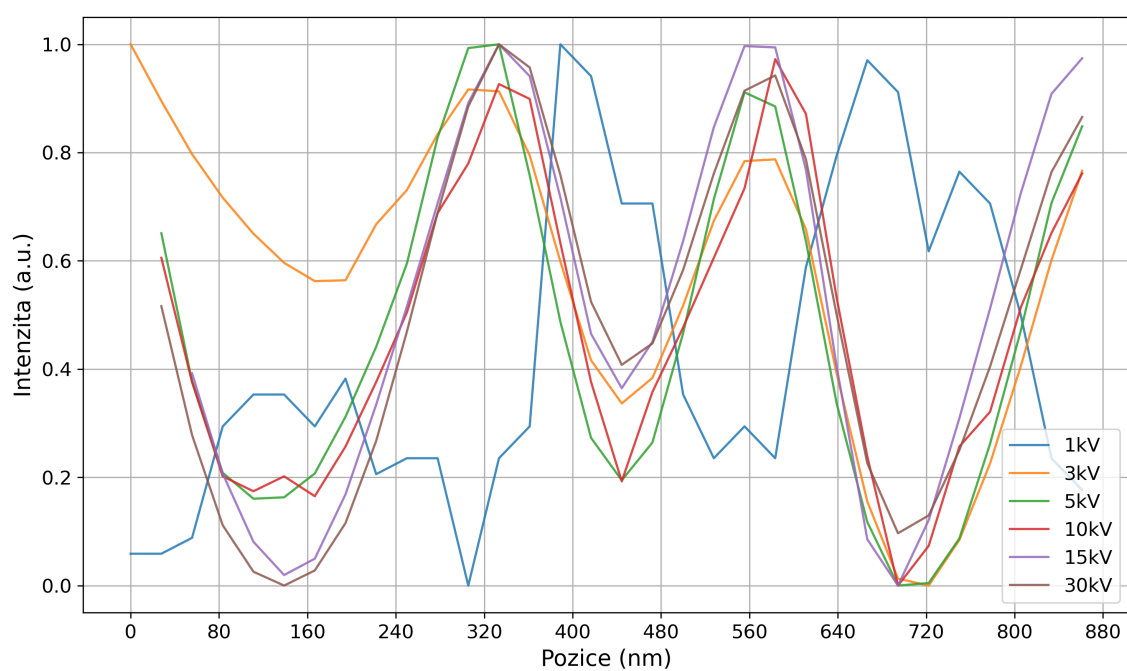


(e) 15 kV



(f) 30 kV

Obrázek 6.13: Detail struktury pro různá urychlovací napětí pro BSE s vyznačenými čarami.



Obrázek 6.14: Graf intenzity podél čáry vykreslené na obrázku 6.12. Pro napětí 1 kV je intenzita invertovaná.

Kapitola 7

Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo optimalizovat metodiku přípravy metalografických vzorků perlitické oceli a nastavit zobrazovací podmínky v rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) tak, abychom dosáhli maximálního kontrastu a umožnili detailní analýzu jemné lamelární struktury. Zásadní pozornost byla věnována vlivu různých leptacích metod, pečlivé volbě detektorů a dopadové energii elektronového svazku na celkovou kvalitu výsledných mikrosnímků. Právě tyto aspekty jsou klíčové pro správné zobrazení a následné kvantitativní vyhodnocení perlitických struktur.

V rámci experimentální části byla použita kolejnicová ocel značky R260, jež představuje typický materiál s perlitickou mikrostrukturou. Byly odebrány čtyři vzorky, na nichž se testovaly různé metody leptání. Zatímco směs Marshall se ukázala jako zcela nevhodná pro dosažení požadovaného kontrastu, ostatní testovaná leptadla poskytovala uspokojivé výsledky. S ohledem na široké využití leptadla Pikral v metalografických laboratořích se jeho aplikace jeví jako ideální volba. Právě vzorek leptaný Pikralem byl podroben dalšímu detailnímu zkoumání.

Pro přesné měření mezilamelární struktury je nezbytné eliminovat vlivy prostorového stínění, které se projevuje u bočně umístěných detektorů, jako je detektor ETD. Z tohoto důvodu se pro daný účel jeví jako podstatně vhodnější použití detektorů CBS (Concentric Backscattered Electron Detector) pro zpětně odražené elektrony nebo detektoru TLD (Through-the-Lens Detector) pro sekundární elektrony umístěného přímo v tubusu. U detektoru CBS se pro dosažení nejlepších výsledků doporučuje zvolit kombinaci módů A a B, které efektivně zachytávají elektrony odražené pod menším úhlem rozptylu a nejsou tak příliš ovlivněné topografií. Dalším zkoumaným parametrem bylo urychlovací napětí, zde se doporučuje zvolit nižší hodnoty, pro které získáme povrchově citlivou informaci. Nicméně je třeba mít na paměti, že při extrémně nízkých napětích jako je 1 kV se výrazně projevuje vysoká povrchová citlivost, která může zkreslovat výsledky. Proto se jako optimální rozsah urychlovacího napětí jeví hodnoty v rozmezí od 3 do 10 kV, které zajišťují dobrý kompromis mezi povrchovou citlivostí a informační hloubkou vhodnou pro dané struktury.

Výsledky ukazují, že správně zvolená kombinace metalografické přípravy, detektorů a zobrazovacích parametrů v SEM umožňuje získat vysoce kontrastní snímky perlitické struktury, které jsou vhodné pro kvantitativní vyhodnocení mezilamelární vzdálenosti. Tyto doporučení budou aplikovány v metalografických laboratořích během kontroly kvality kolejnic. Z hlediska efektivity a rychlosti vyhodnocování dat se dále jeví jako perspektivní vyvinout automatizované zpracování pořízených snímků pomocí algoritmů strojového učení.

Literatura

- [1] *ASM Handbook. Volume 9, Metallography and microstructures*. Materials Park: ASM International, 1995. ISBN 0-87170-015-8.
- [2] *ČSN EN 13674-1+A1: Železniční aplikace – Kolej – Kolejnice – Část 1: Vignolovy železniční kolejnice o hmotnosti 46 kg/m a větší*. 2018. Česká technická norma, Český normalizační institut.
- [3] AMBROŽ, O. *Nové metody přípravy vzorků pro moderní rastrovací elektronovou mikroskopii*. Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2024.
- [4] ANGELI, J.; FÜREDER, E.; PANHOLZER, M. a KNEISSL, A. C. Ätztechniken für die Phasencharakterisierung von niedriglegierten Dual-Phasen- und TRIP-Stählen. *Practical Metallography*, 2006, sv. 43, č. 10, s. 489–504. ISSN 2195-8599. Dostupné z: <https://doi.org/10.3139/147.100315>.
- [5] BELAIEW, N. T. The Inner Structure of the Pearlite Grain. *Journal of the Iron and Steel Institute (London)*, 1922, sv. 1105, s. 201–239.
- [6] BELAIEW, N. T. On the Structure of Nodular Troostite. *Journal of the Iron and Steel Institute (London)*, 1931, sv. 124, s. 195–214.
- [7] BOGUSCH, M. *Stanovení mezilamelární vzdálenosti perlitické struktury válcovaného drátu [online]*. 2011 [cit. 2025-03-20]. Dostupné z: <https://theses.cz/id/338h8s/>. SUPERVISOR: Ing. Soňa Benešová, Ph.D.
- [8] CALLISTER, W. D. *Fundamentals of materials science and engineering : an interactive e.text*. 5th ed. New York: John Wiley Sons, 2001. ISBN 0-471-39551-X.
- [9] ETH ZURICH, SCOPEM. *Secondary Electrons (SE)*. N.d. Dostupné z: <https://www.microscopy.ethz.ch/se.htm>. Dostupné z: <https://www.microscopy.ethz.ch/se.htm> [cit. 2025-05-05].
- [10] HALL, E. O. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*. IOP Publishing, 1951, sv. 64, č. 9, s. 747–753.
- [11] HYZAK, J. M. a BERNSTEIN, I. M. The Role of Microstructure on the Strength and Toughness of Fully Pearlitic Steels. *Metallurgical Transactions A*. Springer, 1976, sv. 7, s. 1217–1224. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF02656606>.

- [12] INSTRUMENTS, N. *Scanning Electron Microscopy*. 2025. Dostupné z: <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/>. Accessed: 2025-04-07.
- [13] KARLÍK, M. *Úvod do transmisní elektronové mikroskopie*. Vyd. 1. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2011. ISBN 978-80-01-04729-3.
- [14] MA, H.; MIKMEKOVÁ, ; KONVALINA, I.; YIN, X.; SUN, F. et al. Imaging Ferroelectric Nanodomains in Strained BiFeO₃ Nanoscale Films Using Scanning Low-Energy Electron Microscopy: Implications for Low-Power Devices. *ACS Applied Nano Materials*, 2021, sv. 4, č. 4, s. 3725–3733. ISSN 2574-0970. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/acsanm.1c00204>. Online [cit. 2025-05-05].
- [15] MATCA.CZ. *Zkouška tahem*. N.d. Dostupné z: <https://matca.cz/technologie/analyticke-metody/zkouska-tahem/>. Dostupné z: <https://matca.cz/technologie/analyticke-metody/zkouska-tahem/> [cit. 2025-05-05].
- [16] PELLISSIER, G. E. et al. The Interlamellar Spacing of Pearlite. *Transactions of the American Society for Metals*, 1942, sv. 30, s. 1049–1086.
- [17] PETCH, N. J. The Cleavage Strength of Polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 1953, sv. 174, s. 25–28.
- [18] POKLUDA, J.; KROUPA, F. a OBDRŽÁLEK, L. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek: kovy, keramika, plasty*. Brno: PC-DIR, 1994. ISBN 80-214-0575-9.
- [19] PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu. I.* 2. opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003. ISBN 80-7204-283-1.
- [20] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1998. Springer Series in Optical Sciences. ISBN 978-3-642-08372-3.
- [21] ROTHLEUTNER, L. Retained Austenite Significant for Strength, Toughness. *Thermal Processing Magazine*, March 2019. Dostupné z: <https://thermalprocessing.com/retained-austenite-significant-for-strength-toughness/>.
- [22] SALTYSKOV, S. A. *Stereometrische Metallographie*. 1. Aufl. Leipzig: Deutscher Verlag, 1973.
- [23] SUBSTECH. *Electropolishing*. 2025. Dostupné z: <https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=electropolishing>. Dostupné online, citováno 21. 3. 2025.
- [24] TORKAMANI, H.; RAYGAN, S.; GARCIA MATEO, C.; RASSIZADEHGHANI, J.; PALIZDAR, Y. et al. Evolution of Pearlite Microstructure in Low-Carbon Cast Microalloyed Steel Due to the Addition of La and Ce. *Metallurgical and materials transactions. A, Physical metallurgy and materials science*. New York: Springer US, 2018, sv. 49, č. 10, s. 4495–4508. ISSN 1073-5623.
- [25] UL HAMID, A. *A Beginner's Guide to Scanning Electron Microscopy*. Cham: Springer International Publishing, 2018. ISBN 978-3-319-98481-0. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-98482-7>. Online. [cit. 2025-04-07].

- [26] UNDERWOOD, E. E. *Quantitative Stereology*. Reading, Massachusetts: Addison-Wesley, 1970. ISBN 0201076500.
- [27] VANDER VOORT, G. F. *Metallography: principles and practices*. 1st ed. Materials Park: ASM International, 1999. ISBN 0871706725.