



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**ZOBRAZOVÁNÍ DEFORMACE KOVOVÝCH
MATERIÁLŮ POMALÝMI ELEKTRONY**

DIRECT IMAGING OF DEFORMATION OF METALLIC MATERIALS BY MEANS OF SLOW
ELECTRONS

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Jakub Piňos

ŠKOLITEL

SUPERVISOR

RNDr. Luděk Frank, DrSc.

BRNO 2021

ABSTRAKT

Rastrovací elektronová mikroskopie patří k běžným technikám analýzy moderních strojírenských materiálů. Rozvoj různých zobrazovacích technik umožňuje volit vhodný způsob pozorování pro získání nových informací o vzorku. Tato práce se zabývá přímým zobrazením deformace v kovových vzorcích pomocí rastrovací mikroskopie pomalými elektrony v průběhu in-situ tahové zkoušky. Experimenty byly provedeny na vzorcích z čisté mědi. V průběhu zkoušek byly získány snímky umožňující sledovat vývoj vlivu deformace na mikrostrukturu materiálu od jeho prvních projevů ve struktuře při intenzitách plastické deformace 3-4% až po extrémní plastickou deformaci na čele trhliny.

ABSTRACT

Scanning electron microscopy is one of the common tools for the analysis of advanced engineering materials. The development of various techniques allows choosing an appropriate mode of observation to obtain new information about sample structure and properties. The thesis deals with direct imaging of deformation in metal samples by scanning low energy electron microscopy during the in-situ tensile test. Experiments were performed on pure copper samples. Images obtained during the tensile test allow us to observe the effect of deformation in the structure of metal from the first appearance of these effects in structure at deformation intensities about 3-4% up to extreme plastic deformation at the crack tip.

KLÍČOVÁ SLOVA

SEM, SLEEM, rastrovací elektronová mikroskopie, rastrovací elektronová mikroskopie pomalými elektrony, in-situ tahová zkouška, kovové materiály, deformace,

KEYWORDS

SEM, SLEEM, scanning electron microscopy, scanning low energy electron microscopy, in-situ tensile test, metals, deformation

Bibliografická citace

PIŇOS, Jakub. *Zobrazování deformace kovových materiálů pomalými elektrony*. Brno, 2021. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/130045>. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Luděk Frank.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem dizertační práci na zadané téma vypracoval samostatně s použitím literatury uvedené v seznamu v kapitole 13.

V Brně dne _____

Jakub Piňos _____

Poděkování

Děkuji školiteli RNDr. Lud'ku Frankovi, DrSc., za jeho rady a trpělivost při vedení mé práce. Dále bych rád poděkoval týmu skupiny Mikroskopie a spektroskopie povrchů v ÚPT AVČR Brno a rovněž Ing. Šárce Mikmekové, PhD., za podnětné připomínky a debaty v průběhu sepisování dizetrační práce. Moje poděkování patří též firmě Thermo Fisher Scientific Brno a zejména Ing. Petru Wandrolovi za poskytnutí tahového stolku a přístupu k mikroskopu Scios, ve kterém byly provedeny závěrečné experimenty.

Úvod.....	10
1 Elektronová mikroskopie	12
2 Rastrovací elektronová mikroskopie.....	16
3 Interakce elektronů se vzorkem	21
4 Struktura kovů a deformace	26
5 Možnosti zobrazování krystalické struktury a deformace	31
5.1 Electron channeling contrast imaging (ECCI).....	31
5.2 Scanning low eneegy electron microscopy (SLEEM).....	32
5.2.1 Ocel X210Cr12 po tixoformingu	32
5.2.2 UFG měď po procesu ECAP	33
6 Cíle práce	35
7 Vybavení pro experiment.....	36
8 Ověření metody.....	42
9 Pozorování v mikroskopu TESCAN Vega	45
10 Experimenty v mikroskopu Thermo Fisher Scios.....	54
10.1 Zobrazovací režim	54
10.1.1 Typy vzorků	55
10.1.2 Obrazový signál.....	56
10.2 Kalibrace stolku	58
10.3 Průběh tahových zkoušek	60
10.4 Vyhodnocení tahových zkoušek a snímků mikrostruktury	79
10.5 Extrémní deformace v okolí trhliny.....	80
11 Diskuze výsledků	86
11.1 Experimenty v mikroskopu TESCAN Vega	86
11.1.1 Standardní SE mikrosnímky v SEM vykazovaly lepší kontrast mezi zrny, než snímky pořízené v režimu SLEEM.....	86
11.1.2 Intenzivní zobrazení vlivů deformace v režimu SE v TESCAN Vega	86
11.2 Rozdíly mezi mikroskopy Scios a Vega při zobrazení pomocí ETD	87
11.3 Experimenty v mikroskopu Thermo Fisher Scios	89
11.3.1 Složky signálu detekované kanály T1 a T2.....	89
11.3.2 Elastická deformace a její vliv	90
11.3.3 Plastická deformace a její vliv.....	90
11.3.4 Detekovatelná deformace	90
11.3.5 Možnosti určení intenzity deformace	91

11.3.6	Možnosti využití metody.....	91
12	Závěr.....	92
13	Literatura	93

ÚVOD

Rostoucí požadavky na výkon a ekonomiku provozu strojních zařízení kladou stále vyšší nároky na konstrukční materiály. Úspěch při zlepšování jejich užitných vlastností vyžaduje pochopení vztahů mezi strukturou a vlastnostmi materiálů. Aby bylo možné tyto vztahy zkoumat, je nejdříve nutné získat jasné a přesné snímky mikrostruktury materiálu. Škála analytických technik je široká a vhodnost různých postupů závisí na druhu materiálu, požadované informaci a také na časové (a finanční) náročnosti.

Vyhodnocování struktury materiálů pomocí metod konvenční světelné mikroskopie je limitováno maximálním dosažitelným zvětšením přibližně 1000 krát a malou hloubkou ostrosti. Dosahované zvětšení je nedostačující pro mnoho moderních materiálů vykazujících mimořádně jemnou strukturu. V důsledku malé hloubky ostrosti musí být vzorky rovinné a vybroušené do zrcadlového lesku. Není tak možné například pozorování lomových ploch, které mohou být velmi členité.

Rastrovací elektronová mikroskopie nabízí vysokou hloubku ostrosti a široký rozsah použitelného zvětšení. Na jedné straně je možné získat makrosnímky se zvětšením pouze 10 krát. Zvětšení dosahovaná špičkovými přístroji pak umožňují pozorovat s rozlišením kolem 1 nm. Různé metody detekce a vyhodnocování signálů spolu s touto variabilitou dělají z rastrovacích mikroskopů velmi užitečné nástroje materiálového výzkumu.

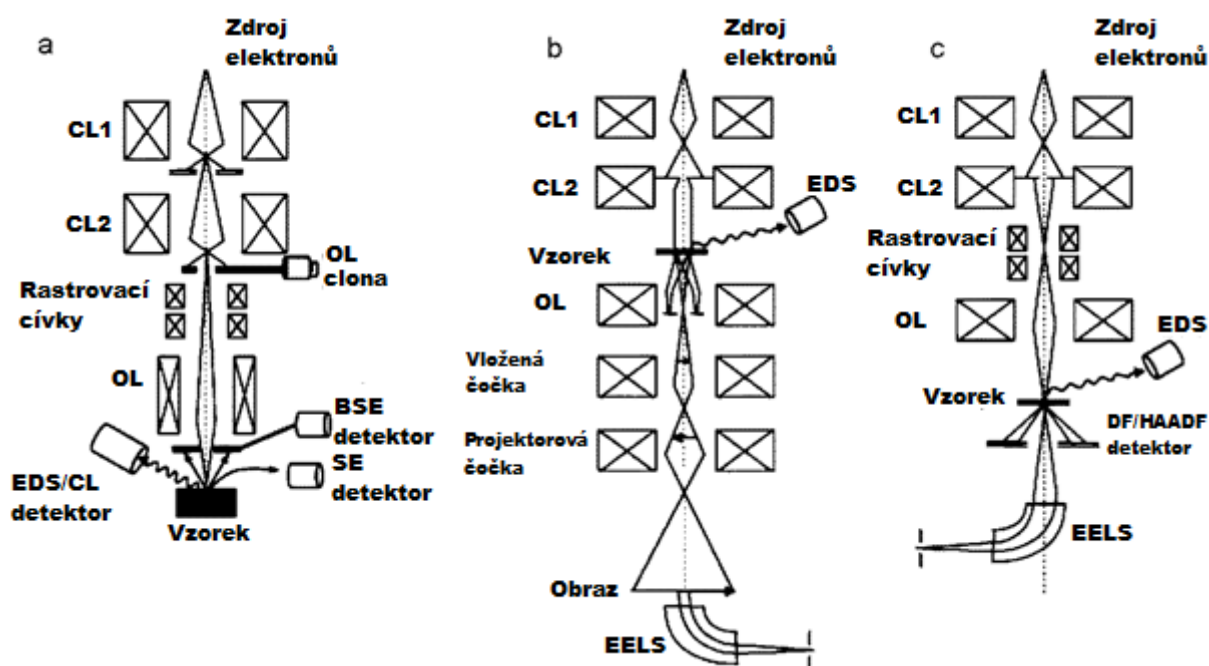
Prozařovací elektronová mikroskopie nabízí extrémní rozlišovací schopnost. Špičkové přístroje jsou schopny dosahovat atomového rozlišení. Problémem je však maximální velikost vzorků kolem 3 mm, která vyžaduje mimořádně pečlivý výběr oblasti odběru vzorku. Také následná příprava vzorku je vzhledem k požadavku na jeho nepatrnou tloušťku velmi náročná. Dizertační práce je zaměřena na rastrovací elektronovou mikroskopii, konkrétně na rastrovací mikroskopii pomalými elektrony. Výhody této metody jsou známy již poměrně dlouhou dobu a byly demonstrovány řadou publikovaných prací. Pro zkoumání kovových materiálů je podstatná možnost zmenšení interakčního objemu elektronů ve vzorku a související zvýšení povrchové citlivosti. Předchozí práce v této oblasti navíc prokázaly vysokou citlivost technik mikroskopie pomalými elektrony na krystalografickou orientaci zrn materiálu. Při experimentech se také projevovaly vlivy deformace materiálu na vzájemný kontrast zrn a zejména na plynulé proměny signálu uvnitř zrn. Intenzita deformace a vzhled struktury však doposud nebyly korelovány.

Cílem této práce je, s využitím přípravku pro miniaturizovanou tahovou zkoušku, provést in-situ tahové zkoušky při současném pozorování vzhledu struktury pomocí techniky rastrovací

mikroskopie pomalými elektrony. Tyto snímky by měly umožnit korelovat vzhled struktury a vnesenou deformaci.

1 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Elektronové mikroskopy se dělí na několik typů, z nichž nejrozšířenějšími jsou rastrovací elektronové mikroskopy (scanning electron microscopes, SEM) a prozařovací elektronové mikroskopy (transmission electron microscopes, TEM). Základním rozdílem mezi nimi je způsob vytváření obrazu.



Obr. 1.1. Paprskové diagramy a funkční schémata základních typů elektronových mikroskopů: (a) SEM, (b) TEM, (c) STEM [1].

Prozařovací elektronový mikroskop vytváří obraz promítnutím celého plošného rozložení toku elektronů prošlých vzorkem na fluorescenční stínítko, respektive na dvourozměrný polohově citlivý detektor, nejčastěji polovodičový. Celý obraz je tak tvořen současně. Optickou soustavu TEM lze rozdělit na dvě části: osvětlovací část umístěnou nad vzorkem, která vytváří primární svazek elektronů pro průchod vzorkem, a projekční část pod vzorkem, která zvětšuje obraz vzorku do roviny stínítka či jiného zařízení pro záznam obrazu. Oba bloky optické sestavy se setkávají v objektivu, který ve své moderní podobě vytváří dvě oblasti elektromagnetického pole oddělené preparátem. Horní z nich funguje jako poslední kondenzor osvětlovacího tubusu, zatímco spodní část pole je vlastním objektivem. Rozlišení obrazu je dáno zobrazovacími vadami projekční optiky, především ovšem objektivu, a zvětšení obrazu odpovídá celkovému zvětšení projekčního systému, tedy poměru velikostí konečného obrazu zorného pole a samotného zorného pole na preparátu.

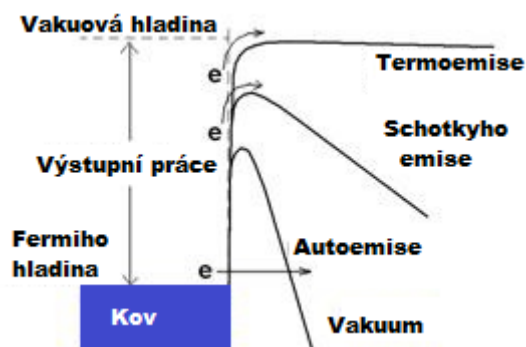
Vzorek pro TEM bývá umístěn ve stísněném prostoru mezi pólovými nástavci objektivu a má tedy velmi omezené rozměry. U kovových vzorků se tradičně jedná o disk o průměru 3 mm, který je nutné ztenčit na extrémně malou tloušťku, jakou lze prosvítit elektronovým svazkem. Nejmodernější technologií přípravy preparátu je vyřezávání velmi tenké lamely zaostřeným iontovým svazkem v komoře SEM pod dohledem elektronově optického zobrazení, tedy pomocí tzv. systému dual-beam. U měkčích materiálů či biologických vzorků je obvyklá příprava založena na tzv. mikrotomu, který je schopen mechanicky odříznout fólii o tloušťce až od 10 nm. Vzorky živé hmoty je nutné pro tuto proceduru zalít do polymerní pryskyřice nebo zmrazit [1][2].

Rastrovací elektronový mikroskop vytváří obraz rastrováním zaostřeného elektronového paprsku po vzorku. V každé poloze primárního svazku (obrazovém bodě) jsou samostatně různými detektory snímány emitované signály a intenzita signálů z jednotlivých bodů je převáděna na obraz na monitoru, standardně prostřednictvím obrazové paměti. Obraz je tedy postupně vytvářen bod po bodu ve dvourozměrné síti. Optická soustava SEM se nachází nad vzorkem a jejím úkolem je vytvořit zaostřený svazek a vychylovat jej v rámci zorného pole. Zvětšení obrazu je dáno poměrem mezi rozměrem obrazového monitoru nebo jiného výstupu obrazu a mezi velikostí plošky rastrované elektronovým svazkem na povrchu vzorku. Obrazový signál je obvykle detekován nad vzorkem. Pro velmi tenké vzorky je však možné také zachycování signálu vystupujícího z dolního povrchu detektory pod vzorkem v režimu STEM (scanning transmission electron microscopy).

Vzorek pro SEM je rozměrově omezen pouze velikostí komory mikroskopu a možnostmi uchycení vzorku a manipulace s ním. Je tedy možné pozorovat celé strojní součásti s minimální přípravou. V režimu STEM jsou požadavky na vzorek stejné jako u TEM [1][3][4][5].

Pro elektronovou mikroskopii se využívají různé typy elektronových zdrojů, odpovídající požadovaným parametrům mikroskopu. Termoemisní zdroje jsou levné a mají nízké požadavky na pracovní vakuum. Používají se v rutinních rastrovacích mikroskopech, které nedosahují špičkového rozlišení. Energie nutná k dodání výstupní práce pro uvolnění elektronu z materiálu je přiváděna ve formě tepla, což předpokládá katodu z vysokotavitelného materiálu. Nejjednodušším typem termoemisního zdroje je wolframová vlásenková katoda přímo ohřívána průchodem proudu. Existují také termoemisní katody s hrotem z krystalu LaB_6 či CeB_6 , které mají nižší výstupní práci. Autoemisní zdroje, založené na tunelování elektronů potenciálovou bariérou na povrchu katody ztenčenou silným

elektrickým polem, poskytují vynikající parametry svazku díky nejmenšímu rozměru virtuálního zdroje elektronů a nízké úrovni šumu. Jejich nevýhodou jsou velmi vysoké požadavky na vakuum a nestabilita v dlouhodobém pohledu.



Obr. 1.2. Energiové schéma jednotlivých typů emise elektronů z vodivého materiálu [6].

Jak je vidět v obr. 1.2, elektronové zdroje využívající Schottkyho emisi představují mezityp mezi oběma výše popsanými, avšak svými parametry se blíží spíše k autoemisním zdrojům. Mají však nižší požadavky na úroveň vakua a nabízejí vyšší stabilitu.

Pro detekci obrazového signálu, ať již signálu vycházejícího z jednotlivého obrazového bodu nebo „plošného“ signálu při přímém zobrazení, je k dispozici několik principů. V SEM se nejčastěji jedná o jednokanálovou detekci signálu a měření jeho intenzity. Standardně jsou používány scintilační a polovodičové detektory, jejichž výstup je převáděn na obraz externím zobrazovacím zařízením. V TEM se jedná o přímé zobrazení a pro záznam obrazu byl tradičně používán fotografický materiál umístěný pod fluorescenčním stínítkem. V současné době je ovšem nahrazen CCD čipy podobně jako ve fotoaparátech.

Scintilační detektory nejdříve transformují dopadající elektrony na světlo, které je světlovodem vyvedeno z vakua a následně opět převedeno na elektrický signál. K převodu dopadajících elektronů na fotony dochází díky jevu zvanému katodoluminiscence. Hlavní nevýhodou scintilačních detektorů je nutnost odvést světlo ze scintilátoru k dalšímu zpracování pomocí světlovodu, v němž se svazek fotonů vícekrát odráží a ztrácí se tedy jeho vstupní příčné rozložení obsahující informaci o směrovosti emise. Konstrukční řešení zahrnuje průhlednou vakuovou stěnu, na niž zvenčí doléhá fotonásobič. Na jeho vstupu je dopadající foton převeden fotokatodou opět na elektron, přičemž účinnost tohoto procesu je v rozsahu 5-20%. Mezi výhody této třídy detektorů patří citlivost a vhodnost pro UHV,

nevýhodami jsou zejména obtížná nebo i nemožná segmentace pro zjišťování úhlového rozložení emitovaného signálu a složitější konstrukce (světlovod, průhledná vakuová stěna).

V polovodičovém detektoru dochází po dopadu elektronu ke vzniku párů elektron – díra. Počet vzniklých párů odpovídá energii dopadajícího elektronu. Pro vznik jednoho páru v křemíku je nutné dodání energie cca 3,6 eV, takže při energiích běžných v elektronových mikroskopech vzniká velké množství přenašečů informace. V praxi se nejčastěji používají dva typy uspořádání, a totiž Schottkyho dioda (Surface barrier diode) a dioda s p-n přechodem. Rozdíl mezi nimi spočívá v prostorové struktuře a s ní související rozdílné pozici ochuzené vrstvy, v níž driftovaly přenašeče náboje. Tyto zesilovače využívají principu emisní kaskády podobně jako fotonásobič. Na rozdíl od něj jsou však umístěny přímo v komoře mikroskopu. Elektron spouštějící emisní kaskádu přichází přímo ze vzorku bez dalších mezistupňů.

Channeltron je trubice o průměru kolem 3 mm, standardně vyrobená ze skla s vnitřní stěnou pokrytou materiálem o vysokém výtěžku sekundárních elektronů. Mezi konci trubice je potenciálový rozdíl přibližně 1 kV. Díky vysokému elektrickému odporu aktivní vrstvy dochází po délce trubice k postupnému poklesu napětí. Sekundární elektrony vybuzené nárazem signálního elektronu na stěnu u vstupu trubice jsou tak urychlovány směrem ke konci trubice. Tento proces se několikrát opakuje a vzniká tak kaskáda elektronů. Počet nárazů je obvykle zvyšován vícenásobným prostorovým zakřivením trubice [8].

Microchannel plate (MCP, kanálková destička) je principem funkce miniaturizovanou a mnohokrát opakovanou verzí channeltronu. Deskou je plátek o tloušťce kolem 2 mm, odřezaný ze svazku spečených trubiček z olovnatého skla o vnitřním průměru 10-20 μm . Tyto trubičky jsou od kolmice k povrchu desky odchýleny o 10-15°. Rozdíl potenciálu mezi čelní a zadní stranou desky vede k urychlení SE, generovaných na vstupu do jednotlivé trubičky dopadem primárního elektronu, směrem k zadní straně desky. Urychlené elektrony opět dopadají na vnitřní povrch trubičky a díky vysokému výtěžku SE z materiálu trubičky je při každém dalším dopadu získáno více elektronů. Vzniká tedy kaskáda stejně jako v případě channeltronu či fotonásobiče. Za microchannel plate je pak umístěn CCD čip nebo fluorescenční stínítka, zachycující pro tvorbu obrazu proud elektronů vystupujících ze zadní strany MCP [3][9][10].

Fluorescenční stínítka jsou jako zobrazovací prvek používána v přístrojích kategorie TEM. V SEM je nacházíme v doplňkových zařízeních, jakým je EBSD (Electron BackScatter Diffraction).

2 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Jak již bylo uvedeno, rastrovací elektronový mikroskop vytváří obraz bod za bodem postupným polohováním zaostřeného svazku do obrazových bodů ve dvourozměrné síti a současným snímáním obrazových signálů. Naměřené hodnoty signálu jsou ukládány do sítě „políček“ v obrazové paměti, resp. na zobrazovacím zařízení.

Primární svazek elektronů z elektronového zdroje je v trysce urychlován na energii v řádu jednotek až desítek keV. Zdroj elektronů jako předmět optického chodu v tubusu mikroskopu, kterým může být křižště svazku na výstupu trysky nebo i virtuální křižště za emitujícím povrchem katody, je zmenšován soustavou čoček (kondenzorů a objektivu) do konečného obrazu zdroje na povrchu vzorku – do stopy primárního svazku. Velikost stopy vymezuje oblast, z níž dostáváme informaci pro jeden obrazový bod; v současné době je již běžně dosahováno průměru stopy pod 1 nm. Rozměr stopy závisí na velikosti zobrazovacích vad čoček, především objektivu, a na případných odchylkách od osové symetrie a sousosti důležitých komponent tubusu. Zaostřený svazek je po povrchu vzorku vychylován rastrovacími cívkami nebo elektrodami v rámci čtyřúhelného zorného pole, jehož rozměry určují zvětšení obrazu.

V kapitole 3 bude popsáno, jak po dopadu elektronového svazku na vzorek dochází k interakci elektronů s atomy vzorku a k uvolňování sekundárních elektronů, k částečnému zpětnému odrazu primárních elektronů, k uvolňování kvant světelného i rtg záření a k dalším jevům, jejichž odezvou jsou signály použitelné k zobrazení, popřípadě ke spektroskopické analýze. Tyto signály vycházejí z oblasti principiálně vymezené primární stopou svazku, avšak různé signály mají svoji specifickou informační hloubku danou jak průnikem primárního svazku do vzorku, tak schopností nosičů signálu uniknout z hloubky, v níž vznikly. S informační hloubkou souvisí i difuze elektronů, způsobující zvětšování příčného rozměru zdroje obrazové informace nad rozměr primární stopy svazku elektronů. Rozlišení tedy není dáno pouze parametry tubusu mikroskopu, ale také vlastnostmi vzorku a typem detekovaného signálu.

Mezi hlavní přednosti rastrovací elektronové mikroskopie patří:

- jednoduchá preparace vzorku a absence principiálního omezení jeho rozměrů
- široký rozsah a plynulé nastavení zvětšení
- velká hloubka ostroty.
- snadná manipulace s pracovní vzdáleností
- současné vybuzení více obrazových signálů

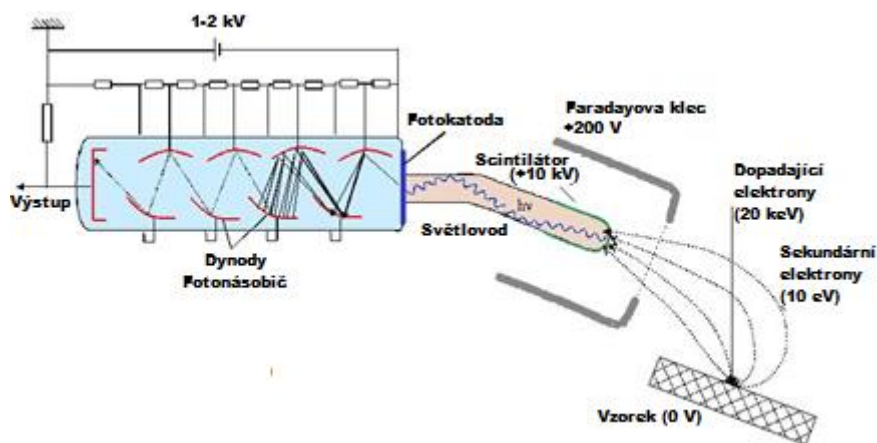
- možnosti různých analytických technik

Díky těmto vlastnostem je SEM použitelný jak pro přehledové zobrazování rozměrných objektů, např. strojních součástí, s využitím minimálního zvětšení v řádu desítek a velké hloubky ostrosti, tak pro studium produktů nanotechnologií se špičkovým rozlišením a zvětšením až 10^6 .

Everhart-Thornleyho detektor je konvenčním řešením pro detekci sekundárních elektronů. Při vhodném nastavení je schopen detekovat též zpětně odražené elektrony, ale jeho účinnost je v této konfiguraci velmi nízká. Bývá umístěn v komoře mikroskopu u její stěny.



Obr. 2.1. Snímek komory mikroskopu. Nahoře pólový nástavec, vlevo síťka a scintilátor detektoru typu Everhar – Thornley [22].



Obr. 2.2. Schéma funkce detektoru typu Everhart – Thornley [23].

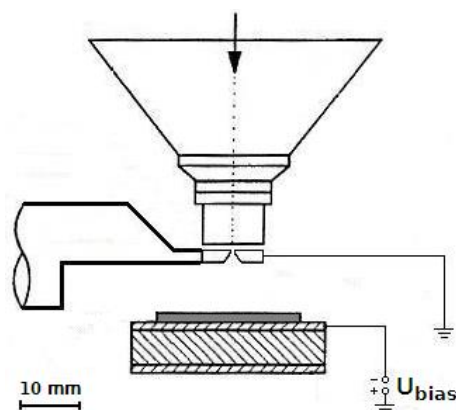
Detektor využívá elektrické pole kolektorové sítěky na potenciálu 100 – 300 V k přitažení nízkoenergiových sekundárních elektronů. Tím je dosaženo vysoké účinnosti sběru signálu. Pro detekci BSE je na síťku přivedeno záporné napětí. Sekundární elektrony s energií nižší než 50 eV jsou tak odpuzeny, zatímco BSE s vyšší energií procházejí neovlivněny. Elektrony

prošlé sítkou jsou dále urychleny kladným potenciálem přiloženým na povrch scintilátoru. Velikost tohoto potenciálu bývá přibližně 10 kV. Elektrony tak získají dostatečnou energii pro účinné vyvolání emise fotonů, které jsou světlovodem přivedeny na čelní plochu fotonásobiče, kde dojde k jejich převodu na elektrony a zesílení signálu. Funkce scintilátoru i fotonásobiče byla popsána v kapitole 1 [1][3][24].

Detektor zasouvaný pod pólový nástavec na optickou osu mikroskopu musí mít otvor vhodných rozměrů pro průchod svazku. Je typickým řešením pro detekci zpětně odražených elektronů. Při běžném použití je detektor na zemním potenciálu stejně jako vzorek, takže není schopen detekovat sekundární elektrony pro jejich nízkou energii.. Signální elektrony se od vzorku k detektoru šíří přímo a je tedy detekována kuželovitá výseč jejich úhlového rozložení. Její vrcholový úhel je dán vzdáleností detektoru od vzorku a průměrem detektoru. Pro vlastní detekci elektronů může tento typ detektoru využívat scintilační i polovodičový prvek. Výhodou polovodičového prvku je možnost několikanásobné segmentace pro úhlové třídění signálu BSE a jednodušší vyvedení signálu z komory mikroskopu [3].

Konvenční rastrovací elektronová mikroskopie používá energie svazku v rozmezí 5 – 30 keV. Tento interval energií je výhodný z hlediska tvorby a formování svazku elektronů, avšak pro některé aplikace je žádoucí snížení dopadové energie elektronů. Standardní formování svazku při nízké energii by však vedlo k výraznému zhoršení rozlišení.

Metoda SLEEM (Scanning Low Energy Electron Microscopy, rastrovací mikroskopie pomalými elektrony) jako zvláštní režim SEM umožňuje použití libovolně nízkých dopadových energií při přijatelném snížení rozlišovací schopnosti mikroskopu. Je toho dosaženo použitím tzv. katodové čočky (cathode lens) tvořené elektrostatickým polem mezi uzemněnou elektrodou (popřípadě detektorem) umístěnou pod pólovým nástavcem objektivu a vzorkem připojeným k vysokému zápornému potenciálu. Velikostí tohoto potenciálu je možné řídit dopadovou energii elektronu až do 0 eV [25].

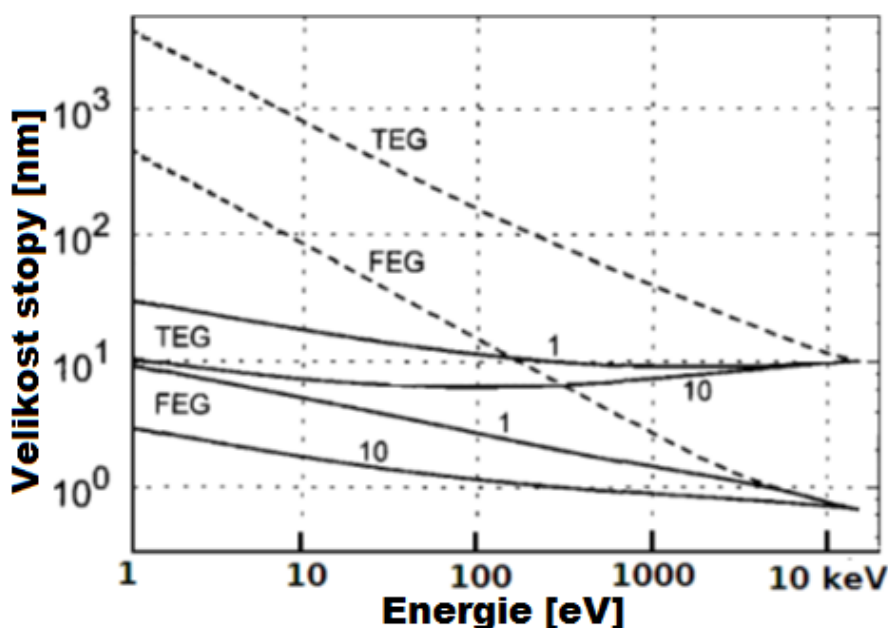


Obr. 2.3. Schéma metody SLEEM [25].

Svazek elektronů je v tubusu zformován při vysoké energii, což umožňuje zachování všech parametrů optické soustavy mikroskopu. Následně svazek prochází otvorem v uzemněném detektoru umístěném pod pólovým nástavcem, který s výhodou hraje roli anody katodové čočky. Mezi uzemněným detektorem a vzorkem na vysokém záporném potenciálu vzniká elektrostatické pole působící proti pohybu elektronu. Optimální intenzita pole se pohybuje v rozmezí 2 až 3 kV/mm. Elektron je tímto polem brzděn na zvolenou energii dopadu E_L danou rozdílem mezi primární energií svazku a napětím přiloženým na vzorek:

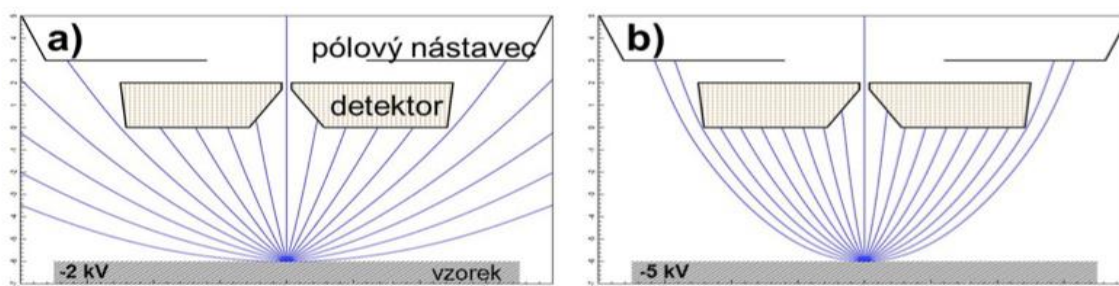
$$E_L = E_{prim} - eU_{bias} \quad (1) [25]$$

Jak již bylo zmíněno, metoda SLEEM umožňuje udržení vysokého rozlišení i při extrémně nízkých energiích. Na obr. 3.4. je znázorněn vliv snižování dopadové energie na velikost stopy svazku na vzorku pro katodovou čočku a pro nízkou energii po celé délce tubusu. Při použití nízké energie po celé délce tubusu dochází k řádovému zhoršení rozlišovací schopnosti. Při velikosti stopy pod 1 nm pro autoemisní zdroj (FEG) při 10 keV se po snížení energie na 10 eV dostáváme na velikost stopy 100 nm a zvětšování stopy pokračuje k 1 μm při 1 eV. Naproti tomu pro metodu SLEEM se velikost stopy mění maximálně v rozmezí jednoho řádu; to platí i pro termoesmisní zdroj elektronů (TEG).



Obr. 2.4. Vliv dopadové energie na rozměr stopy svazku. Plné čáry: katodová čočka, čárkované: nízká energie v tubusu. Typy zdroje elektronů značeny v grafu, číselně je uvedena velikost pole katodové čočky v kV/mm [25].

Princip SLEEM s katodovou čočkou tedy umožňuje dosažení libovolné energie dopadu v rozsahu mezi primární energií svazku a 0 eV při zachování vysoké rozlišovací schopnosti. Navíc jsou signální elektrony opouštějící vzorek elektrostatickým polem soustřeďovány k optické ose a urychlovány k uzemněnému detektoru. Při běžném režimu bez použití katodové čočky se BSE opouštějící vzorek šíří po přímkách a detektorem pod pólovým nástavcem je tedy zachycována kuželová výseč trajektorií. Její vrcholový úhel je dán rozměry detektoru a jeho vzdáleností od vzorku. Obvykle jsou tak detekovány elektrony emitované s poměrně malým úhlem od optické osy, které nesou zejména informaci o chemickém složení. V režimu katodové čočky jsou elektrony opouštějící záporně nabitý vzorek elektrickým polem urychlovány a přitahovány směrem k uzemněnému detektoru pod pólovým nástavcem. Takto je možné detekovat i elektrony opouštějící vzorek pod vysokým úhlem vzhledem k optické ose, které přinášejí zejména krystalografický kontrast. Volbou nastavení zdroje elektronů, předpětí vzorku a případně vhodného segmentu detektoru je možné zvýrazňovat či potlačovat určité typy kontrastu.



Obr. 2.5. Kolimace signálních elektronů v režimu katodové čočky.

Pro úspěšnou aplikaci metody SLEEM je nutno dodržet několik požadavků souvisejících s vytvořením homogenního elektrostatického pole v katodové čočce. Musí být zajištěno vodivé propojení vzorku k vodiči s vysokým napětím. Vzorek musí být dostatečně velký pro vytvoření rovinné ekvipotenciály nad jeho povrchem. Pro malé vzorky můžeme homogenní pole rozšířit pomocí rovinné „masky“ přiložené na vzorek. Je žádoucí vyhnout se pozorování blízko okrajů vzorku, kde může být pole deformováno. Vedlejším účinkem pole katodové čočky je změna výchylky primárního svazku vůči ose, vyžadující korekci nastaveného zvětšení obrazu. Komerční mikroskopy však toto provádí automaticky.

3 INTERAKCE ELEKTRONŮ SE VZORKEM

Elektrony dopadající na povrch vzorku podstupují v objemu materiálu různé interakce, při kterých mění svůj směr pohybu a předávají energii elektronům a atomům vzorku, popřípadě brzdnému záření. Kombinací jednotlivých interakcí může elektron ztratit celou svoji původní energii a být zachycen nebo při vhodné kombinaci rozptylových událostí vzorek opět opustit. Předaná energie může být ze vzorku emitována ve formě různých typů signálu, které mohou být využity pro některé mikroskopické, resp. spektroskopické techniky.

Pružné jsou především interakce dopadajícího elektronu s jádrem atomů vzorku. Hmotnost elektronu je ve srovnání s hmotností jádra velmi nízká, takže jeho dráha bývá srážkou výrazně změněna. Naopak změna energie a polohy jádra je zanedbatelná. Vlnový charakter elektronu vyžaduje pro přesný popis děje použít kvantovou mechaniku. I základní model interakce v rámci klasické fyziky je však schopen podat základní představu o průběhu a důsledku pružných interakcí. Pružná interakce je významná pro interpretaci obrazu v přístrojích kategorií TEM i SEM. V případě TEM jsou významné zejména elektrony odchýlené o malé úhly od směru dopadu na vzorek. Naproti tomu v SEM jsou důležité vysokoúhlové interakce, při nichž dochází ke změně směru letu elektronu od 90° do 180° .

Nepružné srážky jsou ponejvíce interakcí dopadajícího elektronu s elektronovým obalem atomů vzorku, popřípadě s kvazivolnými elektrony ve vodivém vzorku. Při těchto interakcích přicházející elektron předává část svoji energie v množství odpovídajícím typu a intenzitě excitace.

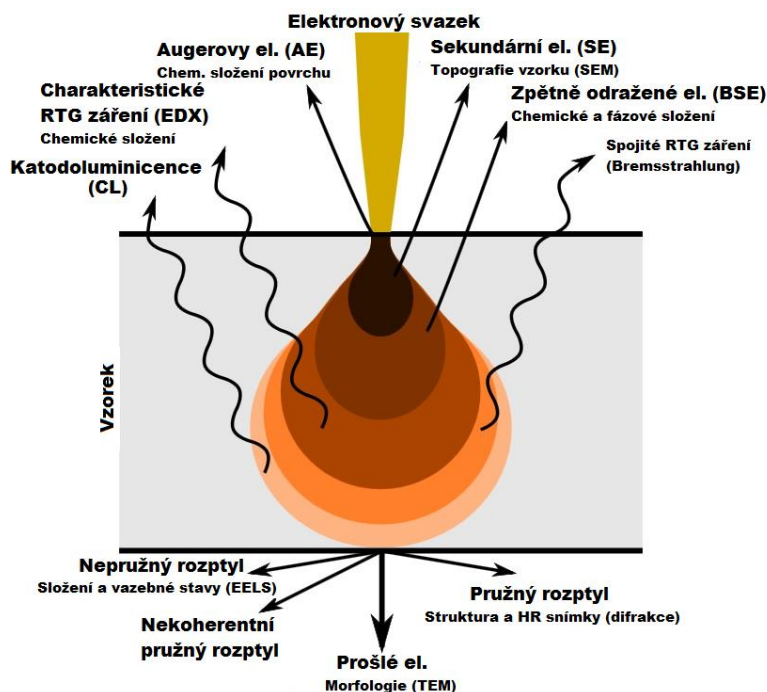
V pevné látce jsou nejdůležitějšími druhy excitace:

- Ionizace vnitřní elektronové hladiny a uvolnění sekundárního elektronu
- Excitace plasmonu, tedy energiového kvanta vln nábojové hustoty kvazivolných elektronů
- Odraz od kvazivolného elektronu (analogie Comptonova rozptylu fotonu)
- Vybuzení elektronu uvnitř částečně obsazeného pásu
- Vybuzení mezipásového přechodu elektronu
- Emise kvanta brzdného záření (interakce s jádrem)

Mezi nepružné srážky patří i emise fononu, tedy energiového kvanta kmitavého pohybu atomů vzorku. Při některých interakcích může přicházející elektron i určité množství energie získat, např. při anihilaci fononu.

Při interakci urychleného svazku elektronů s materiálem dochází současně i postupně k mnoha srážkovým událostem. Některé z nich mají pro mikroskopii významný výstup

v podobě detekovatelných a navzájem odlišitelných signálů poskytujících různé informace o vzorku. V rastrovací elektronové mikroskopii se jedná především o signály přicházející z povrchové vrstvy preparátu. Z dostatečně tenkého vzorku je možno získávat také signál elektronů vzorkem prošlých (režim STEM).



Obr. 3.1. Přehled obrazových signálů generovaných při dopadu elektronů na povrch pevné látky, případně na tenkou vrstvu materiálu [13].

Za sekundární elektrony (SE) jsou z definice považovány elektrony opouštějící vzorek s energií nižší než 50 eV. Vznikají tehdy, když dopadající elektron předá elektronu v elektronovém obalu atomu vzorku dostatečnou energii k opuštění atomu a k překonání potenciálové bariéry na povrchu vzorku. Díky své nízké energii jsou SE schopny uniknout pouze z malé hloubky pod povrchem, která závisí na materiálu vzorku. Informační hloubka emise SE je téměř nezávislá na energii svazku a činí od 0,5 - 1,5 nm pro kovy, až po 10 - 20 nm pro izolanty. SE tak poskytují zejména informace o topografii povrchu vzorku. Díky nízké energii, se kterou opouštějí povrch vzorku, jsou sekundární elektrony citlivé vůči přítomnosti elektrického pole nad povrchem, čehož se využívá při jejich detekci. Emitované elektrony jsou elektrickým polem stahovány k detektoru a se získanou vyšší energií různými způsoby detekovány. Urychlením SE před jejich detekcí je zajišťována dostatečná úroveň získaného elektrického signálu.

Za zpětně odražené (backscattered electrons, BSE) považujeme elektrony opouštějící povrch vzorku s energií vyšší než 50 eV. Jejich informační hloubka je silně závislá na dopadové

energii svazku. Jedná se o elektrony primárního svazku, jejichž energie a směr pohybu byly v průběhu srážkových událostí změněny tak, že byly nasměrovány zpět k povrchu s energií dostatečnou k emisi do vakua. Chování elektronů při srážkách je významně ovlivněno atomovým číslem Z materiálu vzorku, takže snímky v režimu BSE poskytují informaci o lokálním chemickém složení vzorku v podobě tak zvaného Z – kontrastu, resp. materiálového kontrastu. Při dopadu elektronů o energii alespoň několika keV je výtěžek BSE přímo úměrný Z .

Podle počtu, typů a intenzity srážek si může primární elektron zachovat různou část původní energie, takže BSE jsou emitovány od definičně stanovené hranice 50 eV až po energii primárního svazku. Díky své relativně vysoké energii nejsou BSE tak citlivé na okolní elektrická pole jako SE a jejich emisní energie je považována za dostatečnou k tvorbě přijatelného toku fotonů nebo párů elektron - díra. Detektory BSE proto obvykle nemají na svém vstupu elektrické pole urychlující přicházející částice. Znamená to, že elektrony se od bodu emise pohybují po přímých trajektoriích a detektory BSE musejí být umístěny tak, aby byly takto emitovanými elektrony zasahovány.

Při použití vhodného držáku vzorku je možno do mikroskopu umístit také velmi tenký vzorek, jehož tloušťka umožňuje průchod elektronů. Jsou-li tyto elektrony detekovány, mluvíme o STEM módu mikroskopu.

Za přímo prošlé se považují elektrony, které vykazují úhlovou odchylku od osy v řádu miliradiánů. Takto malá odchylka může vzniknout přímým průchodem bez interakcí s atomy vzorku, či nepružnou interakcí, při které dojde kromě předání energie také k malé změně směru. Tento typ signálu nabízí krystalografický kontrast. V obraze se také projevují rozdílné atomové číslo a tloušťka ve formě kontrastu hmotnostní tloušťky [4][5]. Elektrony, které prodělaly jiný typ srážek než jen nepružné nebo byly několika nepružnými srážkami odchýleny o více než 10 miliradiánů, jsou považovány za nepřímo prošlé. Jejich odchylka od původního směru pohybu může být způsobena difrakčními efekty na bázi pružných srážek. Podle typu srážek se výsledný odklon trajektorie liší a elektrony je možné třídit podle velikosti úhlu od optické osy. Pro tento účel bývají detektory STEM členěny do mezikruží a popřípadě i do azimutálních segmentů. Prošlé elektrony poskytují informace o krystalografii díky difrakci, o chemickém složení díky Z kontrastu a přinášejí také kontrast hmotnostní tloušťky [4][5].

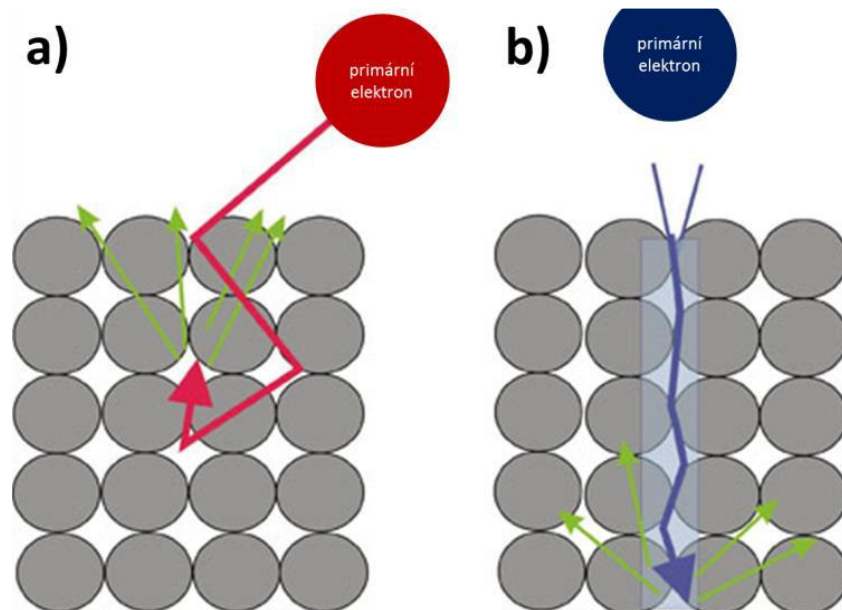
Za pomalé elektrony považujeme elektrony s energií nižší než 5 keV. Někdy bývá dále vyčleněna oblast pod 100 eV, ve které jsou elektrony označovány jako velmi pomalé.

Snížení dopadové energie má vliv na chování elektronů při interakcích s atomy vzorku. Při extrémně nízkých energiích přestávají platit zákonitosti a vztahy fungující pro běžně používané energie. Důsledkem těchto změn jsou unikátní možnosti, které mikroskopie pomalými elektrony nabízí. Se snižováním dopadové energie především klesá hloubka, do které primární elektrony pronikají. Zmenšuje se tak objem, ve kterém dochází k interakcím s atomy vzorku, a tedy i informační hloubka zpětně odražených elektronů, která je na dopadové energii silně závislá. Druhým efektem je změna chování výtěžku BSE - v oboru energií nad 5 keV je výtěžek BSE přímo úměrný atomovému číslu Z. Oblasti vzorku s vyšším atomovým číslem se ve snímku jeví světlejší. V oblasti pod 5 keV přestává tento vztah platit, takže může docházet k vymizení kontrastu mezi různými prvky či dokonce k jeho inverzi [17][18][19].

Výtěžek BSE je sice závislý především na atomovém čísle, ale u krystalických preparátů je ovlivněn i jejich krystalickou strukturou. V klasické rastrovací elektronové mikroskopii je krystalografický kontrast založen na jevu „kanálování“ primárních elektronů mezi atomovými sloupci (užívá se také pojem kanálovací kontrast). Na obr. 3.2. je znázorněn primární svazek elektronů dopadající na povrch krystalu pod dvěma různými úhly tak, že v případě:

(a) se mu povrchová rovina jeví hustěji obsazena atomy, takže k interakcím dochází již těsně pod povrchem vzorku.

(b) elektrony kanálují do větší hloubky, čímž se snižuje pravděpodobnost jejich úniku zpět k povrchu vzorku. Krystalografickou informaci nesou zejména BSE opouštějící vzorek pod vysokým úhlem vzhledem k optické ose.



Obr. 3.2. Schéma vzniku kanálovacího kontrastu [20].

Popsaným způsobem je možno vysvětlit vznik krystalografického kontrastu pro energie vyšší než cca 50 eV. Pod touto hranicí již není možné kontrast vysvětlit kanálováním, a odraz elektronů je nepřímo úměrný lokální hustotě elektronových stavů odpovídající směru dopadu elektronu na krystal.

Krystalografickou informaci je možno získat i z běžně připraveného povrchu. Pro jednoznačnou interpretaci je však vhodné provádět experimenty na atomově čistém povrchu v UHV podmínkách. Díky vysoké citlivosti na uspořádání atomů v krystalové mřížce je možné také mapovat zbytková napětí v materiálu. Napětí ve vzorku se projevují posunutím atomů z jejich pozic, což se projeví lokálně malou změnou kontrastu. S rostoucí deformací se ztrácí jednolitý vzhled krystalových zrn a jejich zřetelné hranice. V jednotlivých zrnech vznikají nejasně ohraničené oblasti s mírně odlišným jasnem obrazu a snižuje se také vzájemný kontrast zrn [21].

4 STRUKTURA KOVŮ A DEFORMACE

Uspořádání atomů v kovu má zásadní vliv na jeho vlastnosti. Za běžných podmínek se jedná o pravidelně se opakující uspořádání ve formě krystalické mřížky. Amorfní upořádání je také možné, získává se však speciálními postupy a v současné době není možné připravit větší objemy takových materiálů. Krystalická mřížka kovu určuje jeho základní charakteristiky. Ačkoliv rozměry elementární buňky jako základní stavební jednotky materiálu se pohybují v řádu 10^{-10} m, projevy jejího uspořádání je možno pozorovat i v makroskopickém měřítku. Na základě znalosti krystalické mřížky lze například předvídat plastické chování materiálu [26]:

FCC (face centered cubic / kubické plošně středěné) kovy jsou velmi plastické v celém rozsahu teplot.

BCC (body centered cubic / kubické prostorově středěné) kovy vykazují přechod mezi křehkým a tvárným chováním.

HCP (hexagonal close packed / šesterečné těsně uspořádané) bývají křehké a jejich deformace probíhá dvojčatěním.

Při zatěžování tělesa dochází nejdříve k elastické deformaci, která je vratná. Zatěžované těleso se po odlehčení vrací do původního tvaru. U běžných kovů se jedná o lineární závislost mezi zatížením a prodloužením, popsanou Hookeovým zákonem:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (2)$$

Kde:

- E - modul pružnosti
- σ - napětí
- ε - poměrné prodloužení

Jelikož podstatou elastické deformace je změna délky vazeb mezi atomy, je hodnota modulu pružnosti závislá na typu krystalické mřížky materiálu a vazbě mezi jeho atomy. Vzájemné působení mezi dvojicí atomů lze vyjádřit podobně jako tuhost pružiny,

$$S_0 = \left(\frac{d^2 U}{dr^2} \right)_{r=r_0} \quad (3) [27]$$

Kde:

- S_0 - tuhost vazby
- U - meziatomová potenciálová energie
- r - délka vazby

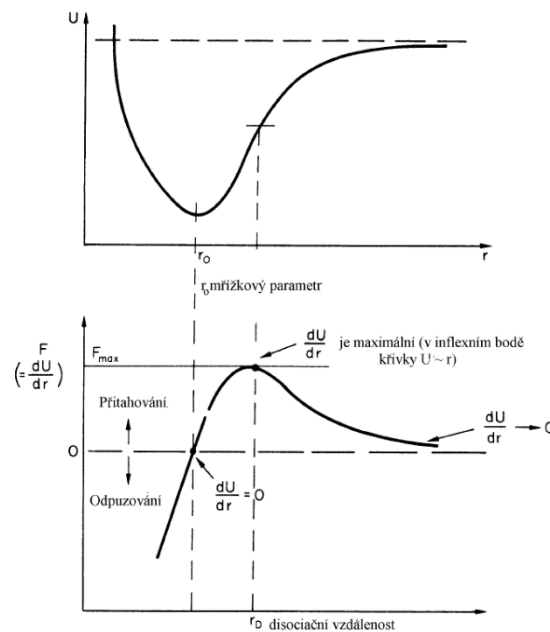
a úpravami je možno získat vztah pro modul pružnosti:

$$E = \frac{S_0}{r_0} \quad (4)[27]$$

Kde:

- E - modul pružnosti
- S_0 - tuhost vazby
- r_0 - klidová délka vazby

Vazby se působením síly natahují a pokud by nenastoupily další mechanismy deformace, došlo by po překročení kritické vzdálenosti opět k poklesu síly navracející atom zpět do rovnovážné polohy. Atomy by se mohly při působení stejné síly více oddálit a vazba by byla přerušena. Tato vzdálenost se nazývá disociační vzdálenost.



Obr. 4.1. Rovnováha sil působících na atom při změnách délky vazby [28].

Tento způsob porušování materiálu však v praxi nenastává. Pokud by se při porušování materiálu uplatňoval pouze mechanismus přerušování vazeb, vykazovaly by materiály takzvanou ideální teoretickou pevnost.

$$R_m = \frac{G}{2\pi} \quad (5)$$

Kde:

- R_m - teoretická pevnost
 G - modul pružnosti ve smyku

Například u oceli se smykovým modulem $G = 81$ GPa by se jednalo o mez pevnosti 12,9 GPa. Skutečné materiály však obvykle nedosahují ani 1/10 vypočtené teoretické pevnosti. Jejich struktury obsahují velké množství mřížkových poruch (vakance, dislokace, hranice zrna), které snižují pevnost a umožňují další způsoby deformace. Při dosažení dostatečného napětí se mechanismy jako skluz dislokací či dvojčatění stávají méně náročnými než další natahování vazeb, končí čistě elastická část zatěžování a začíná část elasticko-plastická. V tahovém diagramu pozorujeme mez kluzu.

V této práci budeme sledovat změny vzájemné polohy atomů vedoucí ke změně geometrie pro kanálovací kontrast popsany v kapitole 2. Tyto změny se pak promítají do lokálního výtěžku BSE. Změny geometrie vlivem elastické deformace jsou poměrně malé a neměly by vést k výrazným změnám kontrastu. Po překročení meze kluzu hovoříme o plastické deformaci. Téma plastické deformace a chování s ní spojených dislokací je velmi náročné a obsáhlé [29][30][31]. Všimneme si jevů majících největší vliv na očekávaný mechanismus změny kontrastu vlivem plastické deformace.

Jak bylo zmíněno v předchozím odstavci, přítomnost poruch krystalické mřížky umožňuje deformaci a porušování materiálu jinými způsoby než jen prodlužováním a následným porušením vazeb. Od určité hranice by již další prodloužení vazeb vyžadovalo vyšší napětí než například zahájení skluzu dislokací. V materiálu tedy začne nastupovat méně náročný způsob deformace, avšak tato deformace je již nevratná. K plastické deformaci dochází tehdy, když smykové napětí τ ve skluzové rovině a ve směru skluzu dosáhne určité mezní hodnoty nazývané kritické skluzové napětí. Kritické napětí τ_c je funkcí materiálu, jeho mikrostruktury a experimentálních podmínek (τ , ϵ).

Podmínku deformace tedy můžeme formulovat takto: Pro deformaci v monokrystalu (či jednotlivém zrně) skluzem dislokací je nutné vytvořit vyšší než kritické napětí ve skluzové

rovině. Technické materiály jsou však polykrystalické a proto nastupuje další podmínka. Aby se mohla okolní zrna přizpůsobit deformaci nejvhodněji orientovaného zrna, je nutná přítomnost dostatečného počtu aktivních skluzových systémů. Toto pravidlo je známo jako von Misesova podmínka: Aby byla zajištěna kompatibilita deformace na rozhraních v materiálu, je nutné, aby byl materiál schopen se plasticky deformovat nejméně 5 nezávislými způsoby [29].

Jsou-li splněny podmínky pro započítání skluzu dislokací, dávají se dislokace do pohybu. V průběhu deformace může vlivem interakce dislokace s překážkami docházet k tvorbě nových dislokací. Dochází k tomu například mechanismem Frank-Readova zdroje či tvorbou dislokačních smyček kolem precipitátů při jejich překonání Orowanovým mechanismem.

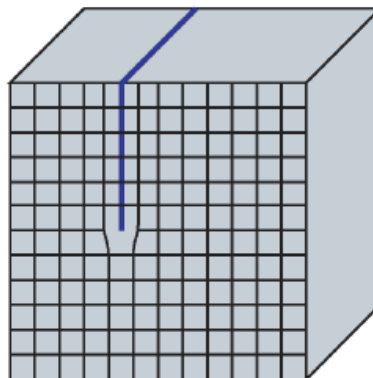
Technické materiály obsahují velké množství dislokací a plastickou deformací se jejich počet dále zvyšuje. Pro popis množství dislokací se však nepoužívá počet, ale jejich délka v daném objemu. Tato veličina se nazývá dislokační hustota.

$$\rho = \frac{\sum_{i=1}^N l_i}{V} \quad (6) [29]$$

Kde:

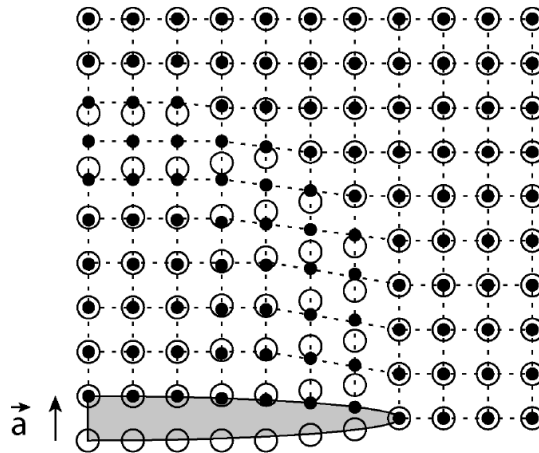
- ρ - hustota dislokací
- l - délka dislokace
- V - objem materiálu

Pro srovnání je možno uvést, že po dlouhodobém žhání je možno dosáhnout hodnot v řádu 10^8 m^{-2} . Naopak intenzivním tvářením může hustota narůst do řádu 10^{17} m^{-2} [29]. Při pohledu na znázornění hranové dislokace jako vložené poloroviny na obr. 4.2. je zřejmé, že v okolí dislokace musí vznikat vnitřní napětí, které způsobí vychýlení atomů z jejich běžné mřížkové pozice.



Obr. 4.2. Schématické znázornění hranové dislokace [29].

Toto přemístění atomů je schematicky ukázáno na obr. 4.3. Rovina papíru představuje skluzovou rovinu, kroužky indikují atomy pod její úrovní, plné body pak atomy nad ní. Přemístění atomů v blízkosti jádra dislokace je velmi výrazné, avšak s rostoucí vzdáleností se zmenšuje.



Obr. 4.3. Dislokace při pohledu shora. o: atomy z atomové roviny pod skluzovou rovinou, ve které leží dislokace, ●: atomy z horní vrstvy [29].

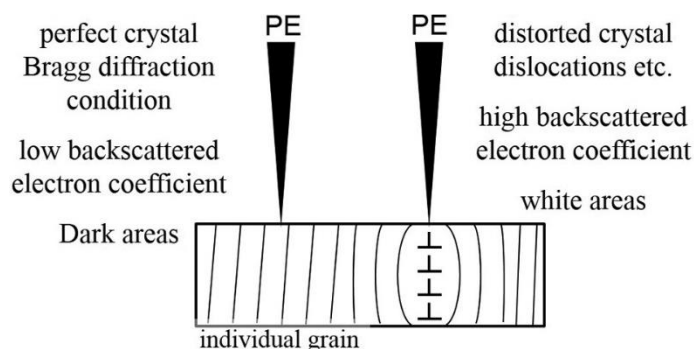
Plastická deformace je spjata s dislokacemi a jejich pohybem. S růstem plastické deformace dochází v materiálu ke zvyšování dislokační hustoty vlivem multiplikace dislokací například na Frank-Readově zdroji. Napět'ová pole v okolí dislokací se začínají navzájem ovlivňovat a pohyb dislokací se znesnadňuje. Původně pravidelná mřížka je silně narušena přemístěním atomů vlivem napět'ových polí v okolí dislokací. Metoda SLEEM je na pravidelnost mřížky a její orientaci velmi citlivá. Kanálování primárních elektronů do vzorku předpokládá pravidelné sloupce atomů pod povrchem vzorku. Tato uspořádanost je při vysoké dislokační hustotě narušena. Atomy přemístěné vlivem napět'ového pole v okolí dislokace porušují uspořádanost atomových sloupců. Nepravidelnost atomových sloupců tak vede ke snížení rozlišitelnosti jednotlivých orientací.

5 MOŽNOSTI ZOBRAZOVÁNÍ KRYSTALICKÉ STRUKTURY A DEFORMACE

5.1 Electron channeling contrast imaging (ECCI)

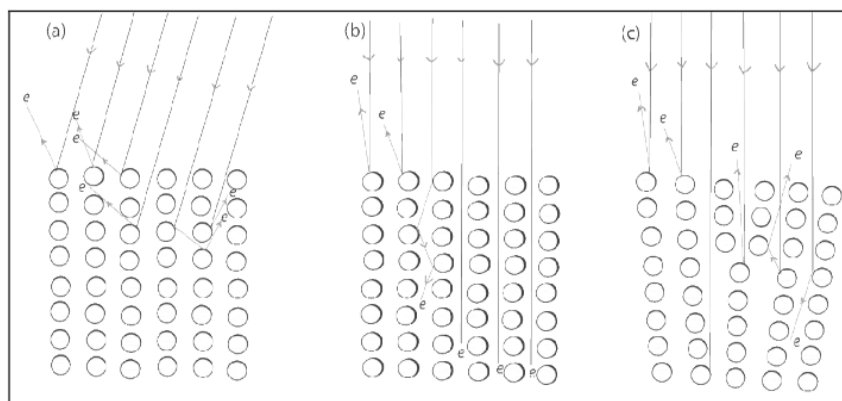
Technika ECCI využívá kanálovací kontrast stejně jako technika SLEEM. Výsledné zobrazení je však získáváno při výrazně odlišném nastavení mikroskopu. [33][34]

U této techniky dopadá na vzorek svazek elektronů o vysoké energii kolem 20 keV. Signální elektrony jsou snímány pomocí BSE detektoru umístěného pod pólovým nástavcem. Detekce pružně odražených elektronů nesoucích krystalografický kontrast je usnadněna malou pracovní vzdáleností. Při vhodném náklonu vzorku je možné zobrazit dislokace. Pro určení optimálního náklonu je nutné nejdříve provést analýzu konkrétního zrna pro určení jeho orientace pomocí EBSD.



Obr. 5.1. Schéma vzniku kanálovacího kontrastu [33].

Nenarušený krystal orientovaný podle Braggovské difrakční podmínky vykazuje nízký výtěžek BSE a oblast se jeví tmavá. Oblasti, kde je struktura krystalu narušena přítomností poruch, pak poskytují vyšší výtěžek BSE a jeví se světlé.



Obr. 5.2. Schéma vzniku kanálovacího kontrastu na dislokacích se zobrazením atomových sloupců [34].

Ve srovnání s technikou SLEEM je metoda ECCI zdrojem detailnější informace o dislokacích v materiálu při vyšším rozlišení. Vyžaduje však velmi důkladnou přípravu experimentu a je

časově náročná. V našem případě nemůžeme nastavit dosti malou pracovní vzdálenost s ohledem na riziko poškození detektoru pod pólovým nástavcem objektivu částmi stolku a techniku ECCI tedy nebude možné použít.

5.2 Scanning low energy electron microscopy (SLEEM)

Pro zobrazení deformace v krystalech bude použita technika SLEEM vyvinutá v ÚPT, kde již byly možnosti zobrazení deformace materiálu zkoumány.

Zobrazení orientace krystalů metodou SLEEM umožňují celkem tři jevy, a to kanálování elektronů při vyšších energiích primárního svazku (pružně odražené BSE), citlivost signálních elektronů na povrchový stav (SE) a průnik elektronů do krystalu řízený hustotou elektronových stavů. Kontrast lokální hustoty stavů je možno pozorovat při velmi nízkých energiích pod 30 eV na atomově čistém povrchu za UHV podmínek v mikroskopu po povrchové rekonstrukci odstraňující poškození při preparaci. Příprava vzorků musí tedy být dokončena in-situ, což pro připravovaný experiment není přijatelné. [35][36] Kanálovací kontrast ovšem můžeme pozorovat při vyšších energiích. Pro dostatečně čistý povrch se obvykle jedná o energie kolem 500 eV [37]. U běžně připravených vzorků pozorovaných ve standardním vakuu jsou potřebné vyšší energie kolem 2000 eV. Důvodem je přítomnost nativního oxidu a povrchové kontaminace. U „čerstvých“ vzorků lze sledovat krystalografický kontrast i ve snímcích pořízených detektorem SE.

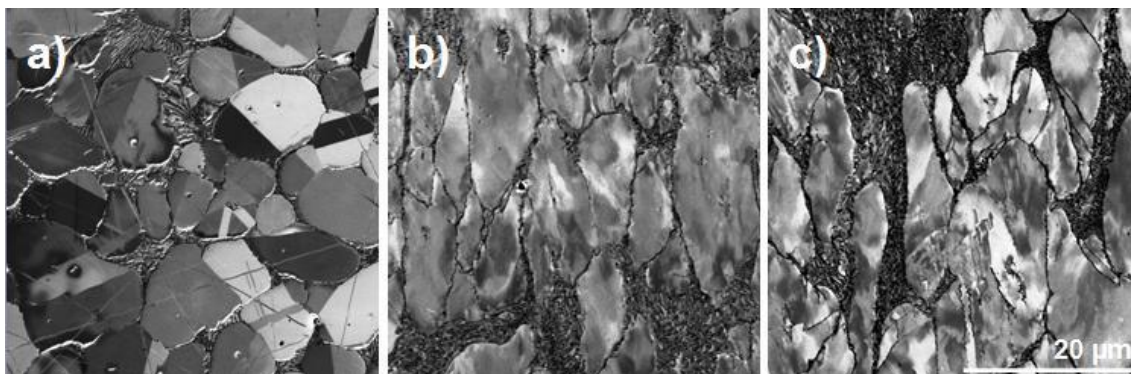
Zobrazení kvalitní krystalografické informace umožňuje zviditelnit i deformaci materiálu. Jak již bylo popsáno, při deformaci dochází ke změně pozic atomů. Tato změna může být dána natahováním vazeb v případě elastické deformace, či skluzem (i opakovaným) o meziatomovou vzdálenost při plastické deformaci. Změny v krystalické struktuře vzorku se pak projevují nevelkými změnami kontrastu. Nedeformovaná zrna vykazují v mikrosnímčích jednodlitou úroveň obrazového signálu. S postupující deformací se v zrnech vytvářejí oblasti s mírně odlišným kontrastem a stírají se rozdíly jasu mezi jednotlivými zrny. Tyto efekty již byly v elektronově mikroskopických snímcích pozorovány [21][37][38].

V následujících odstavcích jsou uvedeny případové studie zaměřené na studium projevů deformace v kovových slitinách.

5.2.1 Ocel X210Cr12 po tixoformingu

Snímek na obr 5.3.a ukazuje materiál po ohřevu do semi-solid stavu a pomalém ochlazení na pokojovou teplotu. Pomalu chlazený materiál vykazuje nízkou hustotu dislokací. Kontrast austenitických zrn je uniformní, hranice dvojčatění jsou jasně rozeznatelné. Materiál na

snímku 5.3.b byl nejdříve řízeně chlazen na teplotu 800°C a poté pēchován na polovinu pŕvodnĭ dĕlky. Po tomto procesu byl dochlazen na vzduchu. Dŕsledkem vnesenĭ deformace je nĕrŕst hustoty dislokacĭ. Jednotlivĕ zrna jsou stĕle rozliŕitelnĕ, sniŕuje se vŕak vzĕjemnŕ kontrast a uvnitř zrn dochĕzĭ ke vzniku nehomogenit kontrastu. Vzorek na snĭmku 5.3.c byl takĕ řízenĕ chlazen na 800°C a pēchován na polovinu dĕlky. Po tomto procesu vŕak byl prudce ochlazen kapalnŕm dusĭkem. Doŕlo tedy k transformaci austenitu na martenzit a nemohlo dojĭt k relaxaci vnesenĕ deformace. Kontrast uvnitř zrn je tak vŕyraznĕjŕĭ neŕ v pŕĭpadĕ pomalu dochlazenĕho vzorku a pŕi vŕŕŕĭch zvĕtŕenĭch je takĕ moŕno rozeznat martenzitickĕ jehlice.



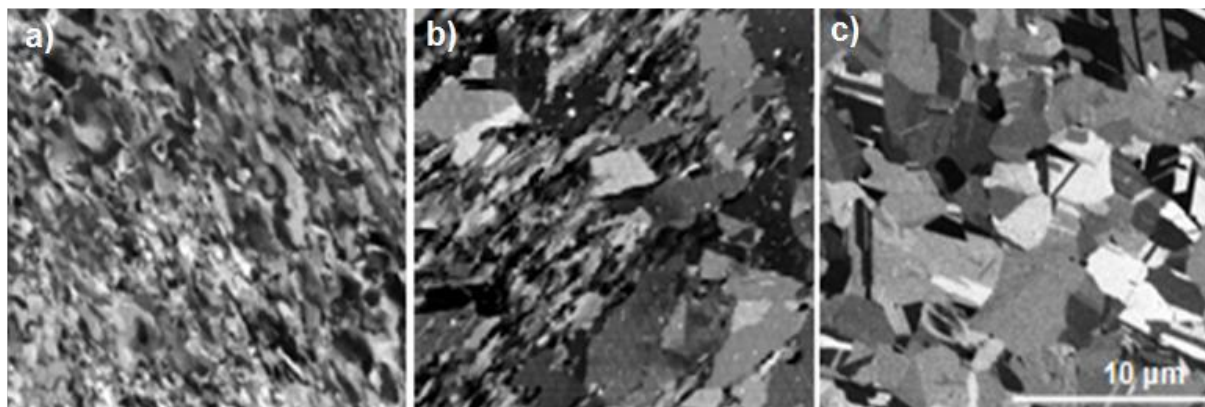
Obr. 5.3. Mikrosnĭmky struktur oceli X210Cr12 poŕiŕzenĕ v UHV SLEEM pŕi energii dopadu primĕrnĭch elektronŕ 500 eV [17][21].

5.2.2 UFG mĕd' po procesu ECAP

Ultrajemnozrnĕ (UFG) materiĕly vykazujĭ mnoho zajĭmavŕch vlastnostĭ. Jejich hlavnĭm problĕmem je vŕak nĭzkĕ teplotnĭ stabilita. Jiŕ pŕi cca 40% teploty tĕnĭ dochĕzĭ k rekrystalizaci a ztrĕtĕ mechanickŕch vlastnostĭ.

Snĭmky na obr. 5.5. ukazujĭ pŕŕbĕh rekrystalizace vzorku mĕdi po 8-nĕsobnĕm pŕŕchodu zĕpustkou zpŕůsobem B_C (otĕĕenĭ o 90° ve stejnĕm smĕru po kaŕdĕm pŕŕchodu). Snĭmek 5.4.a ukazuje materiĕl po ECAP procesu. Vŕsledkem je ultrajemnozrnĕ struktura, ve kterĕ je dĭky velikosti zrn a kontrastu promĕnnĕm uvnitř zrn obtĭŕnĕ jednotlivĕ zrna rozliŕit. Dĭky opakovanĕ vŕyraznĕ plastickĕ deformaci je hustota dislokacĭ v materiĕlu extrĕmnĕ vysokĕ. Vlivem ŕihĕnĭ pŕi teplotĕ 180°C po dobu 6 minut (obr. 5.4.b) doŕlo k zotavenĭ struktury. Zvŕyŕenĕ teplota umoŕňuje relaxaci napĕtĭ, zatĭmco zvŕyŕenĕ pohyblivost dislokacĭ umoŕňuje jejich anihilaci a tedy pokles jejich hustoty. Pak mŕžeme pozorovat jednolitĕ zrna i intenzivnĕ deformovanou jemnozrnou strukturu. Dalŕŕm ŕihĕnĭm pŕi teplotĕ 300°C po dobu 120 minut doŕlo ke kompletnĭ rekrystalizaci (obr. 5.4.c). Po skonĕnĭ fĕze rychlĕho rŕstu zrna v oblasti

UFG materiálu se rychlost růstu vrací k normálu. Hustota dislokací je poměrně nízká. Zrna vykazují jednotlý kontrast s výraznými dvojčatovými pásy.

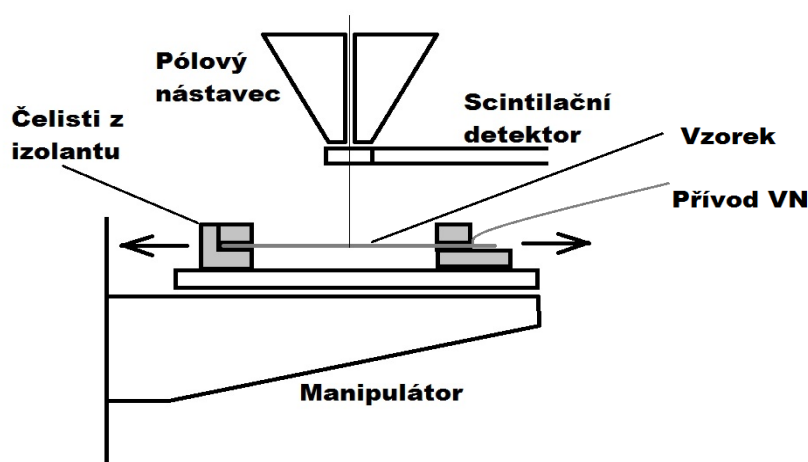


Obr. 5.4. Mikrosnímky z UHV SLEEM ukazující v různých stádiích rekrytalizace vzorky UFG Cu připravené metodou ECAP [21][39].

6 CÍLE PRÁCE

Cílem práce je vyvinout metodu přímého zobrazení krystalografické informace o povrchu kovového materiálu v reálném čase za současného zatěžování vhodného vzorku materiálu tahovou silou postačující k deformaci vzorku. Pro zobrazení bude použit signál ve zpětně odražených elektronech (BSE) vytvářený a snímáný v režimu SLEEM s katodovou čočkou v rastrovacím elektronovém mikroskopu. V tomto režimu lze při energii dopadu elektronů v intervalu 500 až 2000 eV a záporném předpětí vzorku v jednotkách kV očekávat detekci celého rozsahu polárních úhlů emise BSE včetně elektronů emitovaných pod vysokými úhly vzhledem k optické ose, které jsou pružně odražené a primárně přenášejí krystalografickou informaci [38].

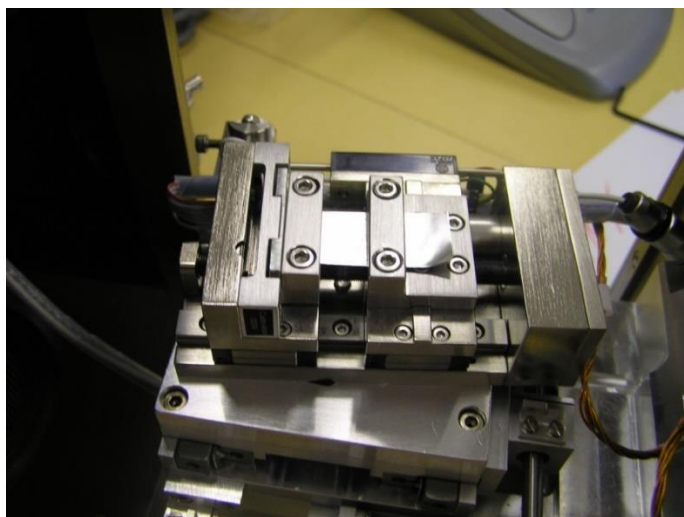
Jak již bylo ověřeno, v režimu SLEEM lze pozorovat i jevy související s deformací polykrystalického materiálu, tedy změny obrazového kontrastu v důsledku malých lokálních posuvů atomů vlivem deformace promítající se do kanálovacího kontrastu. S ohledem na dostupnost přístrojového vybavení bude experiment připravován do SEM se standardním vysokým vakuem, do kterého bude instalován tahový stolek. Zobrazení krystalických zrn vzorku bude vyžadovat pečlivou přípravu jeho povrchu s cílem odstranit produkty oxidace a kontaminace. Tahový stolek bude modifikován pro přivedení předpětí na vzorek na úrovni jednotek kV. Zobrazování vývoje krystalografického kontrastu in-situ zatěžovaného vzorku v reálném čase a záznam těchto dějů by měly vést k identifikaci místa a velikosti deformace, popřípadě i ke kvantifikaci deformace na základě měření změn obrazového signálu jak při zatěžování, tak i po odlehčení. Implementace této metody do SEM se standardním vysokým vakuem by mělo umožnit zařazení tohoto postupu do rejstříku nástrojů nabízeného uživatelům SEM z oblasti materiálových věd.



Obr. 6.1. Principiální schéma experimentální sestavy.

7 VYBAVENÍ PRO EXPERIMENT

Použitý tahový stolek od firmy Deben je univerzálním zařízením pro různé způsoby mechanického zatěžování vzorku. Výměnou upínacích přípravků je možné stolek přizpůsobit pro tahové i ohybové zkoušky. Ohyb je k dispozici 3 i 4 bodový. Konstrukce stolku je navržena tak, aby při protahování vzorku docházelo k pohybu obou čelistí o stejnou vzdálenost v opačných směrech, takže střed vzorku zůstává na místě. Zátěžná síla je vyvozována pomocí z převodovaného elektromotoru. Její velikost je měřena tenzometrem na kalibrovaném profilu. K dispozici byl stolek vytvářející zátěžnou sílu maximálně 300 N. Konstrukce umožňuje výměnu měřicího prvku a tedy změnu rozsahu měření. Prodloužení vzorku je měřeno extenzometrem.



Obr. 7.1. Tahový stolek Deben Microtest s upnutým vzorkem v komoře mikroskopu.

Vzhledem k maximální zátěžné síle 300 N je třeba testovací vzorek vybrat z čistých kovů, které vykazují nízkou mez kluzu i mez pevnosti. Poněvadž metoda SLEEM se vzorkem na vysokém potenciálu vyžaduje vytvoření homogenního elektrického pole nad vzorkem a tedy dostatečně velkou rovinnou ekvipotenciálu povrchu vzorku, musíme vzorek připravit jako poměrně široký pruh - zvolena byla šířka vzorku 10 mm. Dosažení napětí potřebného k vyvolání požadované deformace ovšem předpokládá malý průřez vzorku a proto v úvahu přicházejí především kovové fólie. Napětí ve vzorku je možno určit ze vztahu:

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (7)$$

Kde:

- σ - napětí ve vzorku
- F - zátěžná síla
- S - průřez vzorku

Zátěžná síla 300 N vytváří ve vzorku o šířce 10 mm a tloušťce 0,2 mm napětí 150 MPa a při tloušťce 0,05 mm je možno dosáhnout napětí 600 MPa. Pokud by se nedařilo vzorek dostatečně ztenčit, bude nutné zmenšit jeho šířku. K udržení velikosti rovinné ekvipotenciály vzorku by mohla napomoci krycí tenkovrstvá maska s otvorem pro pozorování.

Pro ověření funkčnosti konstrukce a první experimenty byla použita běžně dostupná hliníková fólie, tzv. alobal. Tato fólie je ovšem velmi tenká a neumožnila tedy využívat plnou zátěžnou sílu stolku. Umožnila však ověřit systém upínání vzorku, přivedení potenciálu na vzorek a také chování vzorku po přetržení. Toto ověření je důležité, neboť případný kontakt přetrženého vzorku na vysokém potenciálu s uzemněnými součástmi stolku či mikroskopu by mohl způsobit poškození stolku nebo zdroje vysokého napětí. Pokud by hrozil nekontrolovatelný pohyb uvolněných konců fólie, bylo by nutné zatěžování ukončit s dostatečnou rezervou před přetržením.

Pro účely našeho experimentu bylo nutné stolek modifikovat tak, aby bylo možné přivádět vysoký potenciál na vzorek. Kovový materiál původních čelistí byl nahrazen izolačním materiálem dostatečné pevnosti a houževnatosti. Hlavním problémem instalace stolku do mikroskopu byly jeho rozměry poměrně velké vzhledem k velikosti vakuové komory mikroskopu. Při předpokládaném potenciálu vzorku kolem 5 kV nebylo snadné dodržet dostatečnou vzdálenost mezi částmi stolku vodivě spojenými s mikroskopem a tedy uzemněnými, a částmi na vysokém potenciálu. Toto oddělení musí být zachováno za všech podmínek provozu zařízení, poněvadž případný elektrický přeskok mezi součástmi by mohl vést k destrukci testovacího stolku nebo poškození mikroskopu.

Potřeba přivádět na vzorek vysoký potenciál si vyžádala výrobu upínacích čelistí z materiálu zajišťujícího dostatečnou elektrickou izolaci proti zemnímu potenciálu. Dosavadní zkušenosti určily PEEK a Macor jako materiály první volby.

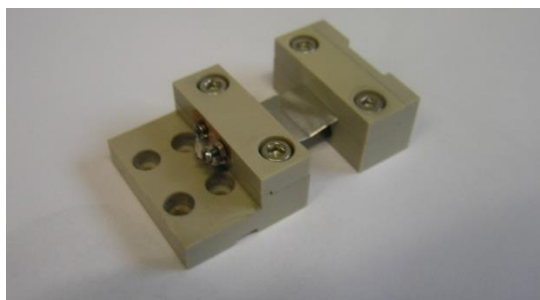
Tab 7.1. Mechanické a elektrické parametry materiálu PEEK [41].

PEEK		
Hustota	1320	kg/m ³
Modul pružnosti	3,6	GPa
Mez pevnosti	90-100	MPa
Teplota skelného přechodu	143	°C
Teplota tání	343	°C
Průrazné napětí	24	kV/mm

Tab 7.2. Mechanické a elektrické parametry materiálu Macor [42].

Macor		
Hustota	2520	kg/m ³
Modul pružnosti	66,9	GPa
Mez pevnosti (tlak)	345	MPa
Průrazné napětí (střídavé)	45	kV/mm
Průrazné napětí (stejnoseměrné)	129	kV/mm

Oba materiály jsou vhodné pro použití ve vakuovém prostředí obvyklém v běžném mikroskopu. Izolační kvality obou materiálů jsou pro zamýšlenou konstrukci dostatečné. Významný je ovšem rozdíl v mechanických vlastnostech. Nízký modul pružnosti a nízká mez pevnosti materiálu PEEK by mohly vytvářet potíže při vyšších zatěžovacích silách. Naopak u Macoru je problémem jeho křehkost a s ní spojená náročná výroba i nutnost pečlivější manipulace. Z důvodů nižší ceny a jednoduššího zpracování byl proto jako první materiál zvolen PEEK.



Obr. 7.2. Čelisti z materiálu PEEK s upnutým vzorkem.

Na 3D modelech vytvořených v systému CAD byl identifikován výskyt nedostatečných vzdáleností mezi uzemněnými díly a díly na vysokém potenciálu. Bylo nutné zvětšit tloušťky izolačních stěn mezi těmito částmi a také zajistit dostatečné odstupy v místech bez izolace. V místech, kde nebylo možné vytvořit dostatečný odstup nebo kde by mohl hrozit kontakt součástí na různém potenciálu v okamžiku přetržení vzorku, byla jako izolační vložka použita kaptonová fólie.

Tab 7.3. Izolační parametry různých tlouštěk kaptonové fólie [43].

tloušťka fólie	Dielektrická pevnost	
	napětí/tloušťka (kV/mm)	napětí/folie (V)
25 μm	303	7575
50 μm	240	12000
75 μm	205	15375
125 μm	154	19250

Z tabulky je zřejmé, že potřebnou elektrickou pevnost mají všechny nabízené tloušťky fólie. Bezpečnější manipulace a zajištění žádoucí rezervy mluví ve prospěch tlouštěk 75 a 125 μm . Nasazení nových upínacích čelistí z izolujícího materiálu si pro zachování dostatečných vzdáleností zabraňujících přeskočení elektrického napětí vyžádalo změnit polohu vzorku a tedy také ověřit kalibraci stolku. Síla působící na vzorek je snímána pomocí tenzometru na kalibrovaném hliníkovém profilu. Deformace profilu se projeví změnou délky a průřezu drátků tenzometru umístěného na zadní straně profilu, což vyvolá změnu elektrického odporu. Z takto určené velikosti deformace je pak vypočtena zátěžná síla. Změna pozice vzorku vůči středu profilu může ovlivnit charakter zatěžování a tím i deformaci kalibrovaného profilu. Přepočtení změřeného elektrického odporu na deformaci a následně na zátěžnou sílu tak může být nepřesný.

Stolek je možné provozovat i mimo prostor mikroskopu a rozměry vzorku proto nejsou omezujícím faktorem. Nabízejí se dvě možnosti:

Kalibrace pomocí pružiny upnuté na pozici vzorku. Pružina je upnuta do pozice vzorku v původním a v novém uspořádání. Měřením je určena síla odpovídající stejnému prodloužení v obou případech a získána převodní křivka. Je ovšem nutné obstarat malou a velmi tuhou pružinu.

Kalibrace pomocí pružiny, závaží či siloměru upnutého mimo stolek. Na kalibrovaný profil je přes upínací prvky připevněno ocelové lanko (struna) vedoucí k zátěžnému prvku. Použití

lanka či struny umožňuje umístit zatěžovaný prvek mimo stolek a obejít tak omezení rozměrů. Je tedy možné použít prvky s většími rozměry.

Pro kalibraci použijeme druhý z uvedených přístupů.

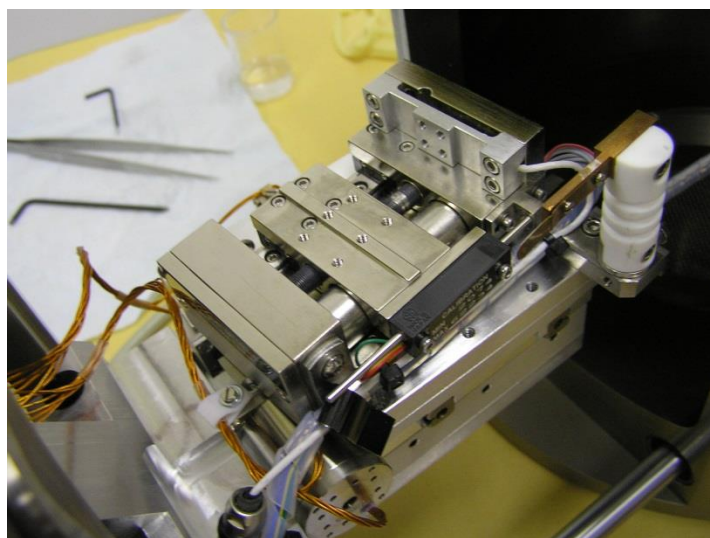
Jako experimentální zařízení byl zvolen rutinní rastrovací elektronový mikroskop TESCAN Vega, před několika lety sériově vyráběný firmou Tescan. Mikroskop instalovaný v ÚPT byl vyroben v roce 2004. Pro tuto studii byl zvolen pro svoji jednoduchost umožňující snadnou adaptaci. Zdrojem elektronů je wolframová termoemisní katoda vlásenkového typu. Provozní tlak v oblasti vzorku se pohybuje v řádu 10^{-3} Pa. Přístroj je vybaven detektorem sekundárních elektronů typu ETD a scintilačním detektorem zpětně odražených elektronů, umístěným pod pólovým nástavcem. Výrobce udává rozlišení 7 nm při energii svazku 10 keV. K práci při nízkých energiích dopadu elektronů na vzorek byl mikroskop v ÚPT přizpůsoben instalací izolovaného držáku, který umožňuje přivedení vysokého potenciálu ke vzorku. Zdrojem potenciálu je výrobek firmy Bertan, regulovatelný s krokem 1 V. Předpětím vzorku je možné dosáhnout libovolně nízké dopadové energie svazku, která však nezpůsobí dramatické zhoršení parametrů mikroskopu; při 10 eV je dosahováno průměru stopy svazku kolem 20 nm.

Díky vysoké povrchové citlivosti při pozorování na nízkých energiích je významným faktorem uhlíková kontaminace překrývající detaily povrchové struktury vzorku. Pro redukci kontaminace bylo do mikroskopu instalováno zařízení EVACTRON, které odstraňuje zdroje organické kontaminace, zejména adsorbované molekuly uhlovodíků, pomocí kyslíkových radikálů generovaných při doutnavém výboji. Provoz zařízení vyžaduje napouštět do komory mikroskopu vzduch o tlaku přibližně 40 Pa. Vznikající kyslíkové radikály spolu s adsorbovanými kontaminanty tvoří páry, které jsou odčerpány vakuovým systémem mikroskopu. I po očištění povrchu pomocí EVACTRONu musí ovšem operátor přizpůsobit postup pozorování hrozící kontaminaci a zkracovat dobu ozáření zorného pole na nezbytné minimum. Ostření a další nastavení bývají proto prováděna v sousedství oblasti vybrané pro pozorování.



Obr. 7.3. Rastrovací elektronový mikroskop Tescan Vega.

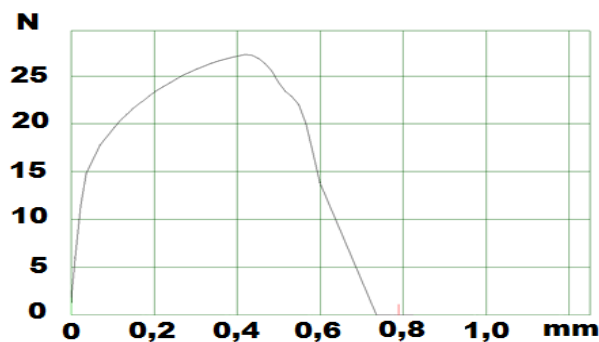
Pro instalaci testovacího stolku bylo nutno upravit manipulátor vzorku v komoře mikroskopu. Byla odstraněna horní deska manipulátoru umožňující rotaci vzorku, avšak posuvy ve vodorovných osách X a Y zůstaly zachovány. Příruby pro elektrické vakuové průchodky byly upraveny tak, aby nemohlo dojít ke kolizi vnitřních konektorů se stolkem. Pro upevnění tahového stolku byla navržena a zhotovena nosná deska umožňující uchytit stolek v natočení pod různými úhly tak, aby bylo zabráněno případné kolizi stolku se součástmi mikroskopu. Pro podepření vodiče přivádějícího vysoký potenciál pro brždění elektronů pomocí katodové čočky byl nainstalován vhodný izolační sloupek.



Obr. 7.4. Tahový stolek Deben Microtest s vyjmutými čelistmi na montážní desce v komoře mikroskopu.

8 OVĚŘENÍ METODY

Pro ověření funkčnosti tahového přípravku byl jako materiál vzorku zvolen silný alobal (tzv. grilovací). Vzhledem k malé tloušťce fólie a pouze cvičnému charakteru pokusu byly vzorky ve tvaru obdélníků šířky přibližně 10 mm vyrobeny prostým vystřížením nůžkami. I přes velmi jednoduchý způsob přípravy vykazovaly vzorky očekávané chování a záznam experimentu odpovídal obvyklé podobě grafu tahové zkoušky pro materiál bez výrazné meze kluzu. Také zjištěná mez pevnosti 60 MPa přibližně odpovídala tabulkovým hodnotám pro čistý hliník.



Obr. 8.1. Graf tahové zkoušky na cvičném vzorku zhotoveném z alobalu.

Jednoduchý tvar vzorků podle očekávání vedl k trhání vzorku v různých místech. Některé vzorky se přetrhly uprostřed, jiné praskaly v místě uchycení. Pro úspěšné pozorování je zřejmě nezbytné vytvořit zúženou zkušební oblast tak, abychom mohli předvídat místo přetržení a zacílit pozorování.

Při montáži stolku byl vyjmut detektor BSE umístěný pod pólovým nástavcem a proto byl první experiment proveden v módu SE bez přivedení napětí na vzorek. Byl tedy pozorován topografický kontrast, který umožňoval sledovat růst trhliny a ověřit možnost její identifikace. Zkušebními vzorkem byly opět obdélníky vystřížené z hliníkové fólie. Největším problémem se ukázalo včasné určení místa vzniku trhliny, aby bylo možné pozorovat její růst od začátku. Nejsnazším řešením bylo nastřížením fólie vytvořit vrub zajišťující růst trhliny z kořene vrubu. Pro první pozorování to přineslo významné zjednodušení práce, avšak pro budoucí experimenty to vhodné nebylo: Geometrii takto vytvořeného vrubu není možné přesně definovat, což znemožňuje analýzu napjatosti. Vytvoření vrubu definovaných rozměrů je sice možné, avšak i definovaný vrub vytváří trojosou napjatost, která ztěžuje určení působícího napětí. Pro plánovaný experiment se jako řešení nabízí velmi krátká zkušební oblast, ve které bude deformace lokalizována.

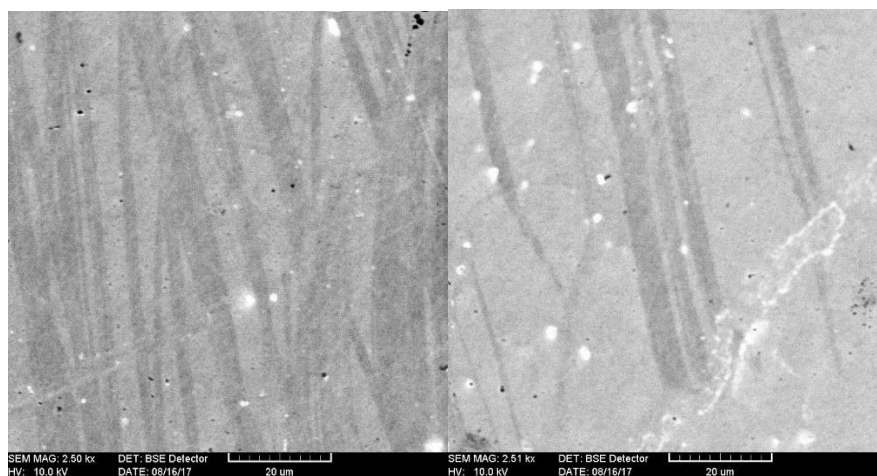
Po ověření funkčnosti stolku i mikroskopu byl instalován detektor BSE a ověřena dostatečná vzdálenost mezi detektorem a stolkem za všech podmínek.

V režimu SE byla použita pracovní vzdálenost 17 mm, která je v popsaném konstrukčním uspořádání nejkratší dosažitelná. Při zachování dostatečné rezervy pro bezpečnou manipulaci s mikroskopem by úprava montážní desky umožnila pracovní vzdálenost přibližně 10 mm, což by mělo přinést zlepšení rozlišovací schopnosti. Kratší pracovní vzdálenost by však vyžadovala vsunout detektor BSE do prostoru mezi čelisti tahového přípravku, což by zvyšovalo riziko jeho poškození. Předpokládané rozměry zrn materiálu vzorku a jim odpovídající potřebné zvětšení obrazu nicméně toto opatření nevynucují.

První pozorování v módu BSE byla provedena bez předpětí na vzorku. Podle očekávání nebylo při velké pracovní vzdálenosti dosaženo vysokého rozlišení. Prakticky použitelné zvětšení bylo přibližně 15000 \times , což postačuje očekávaným rozměrům pozorovaných zrn.

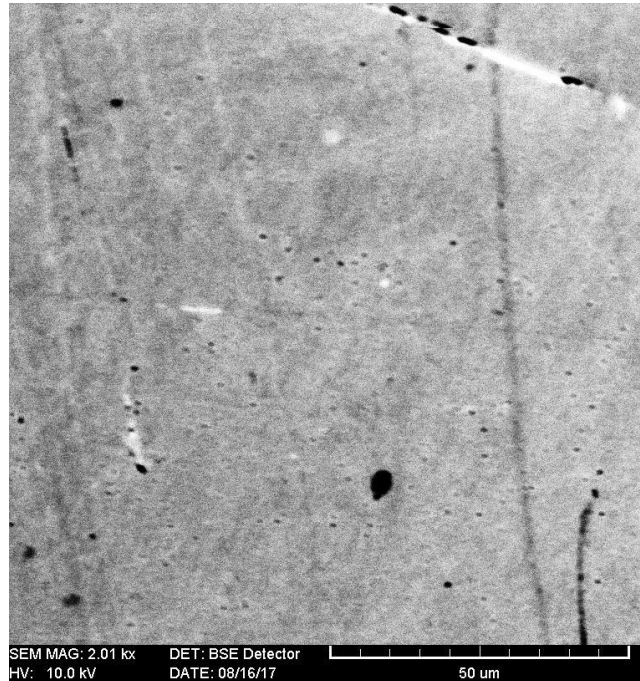
V dalším kroku byly vyměněny upínací čelisti stolku a mikroskop byl připraven na první experimenty s předpětím vzorku. Po kontrole mechanického uspořádání v komoře mikroskopu byl připojen přívod VN a propojen s vodivou deskou v čelisti tahového stolku. Jako pokusný vzorek byl vybrán plech z korozivzdorné oceli tloušťky 1 mm. Primární energie svazku byla zvolena 10 keV a svazek byl následně brzděn přiložením potenciálu na vzorek. Potenciál byla postupně zvyšován až na 10 kV pro dopadovou energii svazku blízkou 0 eV. Při zvyšování předpětí nedošlo k přeskoku, takže elektrická bezpečnost stolku byla ověřena. Izolační čelisti byly tedy přijaty jako definitivní.

Snímky získané při prvních experimentech s předpětím vzorku neukázaly zrna materiálu. Krystalografický kontrast byl potvrzen přítomností artefaktů z přípravy vzorku. Tmavé pruhy na obr. 8.2. představují pozůstatky po deformaci způsobné broušením vzorku. Tyto snímky byly získány při dopadové energii 2 keV.



Obr. 8.2. Snímky provedené metodou SLEEM při dopadové energii 2 keV, primární energie 10 keV, předpětí vzorku 8 kV.

Snížení dopadové energie na 1 keV (obr. 8.3.) odhalilo nevýrazné oblasti s mírně odlišným kontrastem, z nichž některé mohou souviset se strukturou zrn kovu. Zřetelné zobrazení jednotlivých zrn zatím získáno nebylo.



Obr. 8.3. Snímek provedený metodou SLEEM při dopadové energii 1 keV, primární energie 10 keV, předpětí vzorku 9 kV.

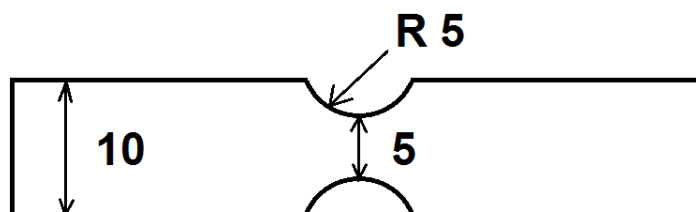
Ačkoliv první provedené experimenty neukázaly zrna materiálu a jejich deformace, získané snímky zobrazující artefakty z přípravy vzorku ukazují funkčnost experimentální sestavy i konceptu. Je zřejmé, že úspěšný průběh experimentu vyžaduje vysokou kvalitu povrchu vzorku, srovnatelnou s požadavky na vzorek pro metodu EBSD. Finální kroky přípravy tedy nesmějí způsobovat další deformaci povrchu; může se jednat o leštění koloidním SiO₂ nebo o elektrolytické leštění.

9 POZOROVÁNÍ V MIKROSKOPU TESCAN VEGA

Pro další sérii experimentů byly postupně připravovány různé tvary měděných vzorků. Nejdříve bylo provedeno několik zkoušek s cílem dosáhnout velikosti zrna příhodné pro pozorování. Nežíhané vzorky měly příliš jemnozrnnou strukturu, v okrajích navíc ovlivněnou procesem výroby vzorku a následnou manipulací. Žíhání při teplotě 1000°C po dobu 5 hodin vedlo k extrémně velkým zrnům a sledování hranice zrna tak bylo obtížné. Jako nejvhodnější se ukázalo žíhání při teplotě 750°C po dobu 5 hodin. Došlo při něm jak k relaxaci napětí uvnitř zrn, tak k vytvoření zrn o rozměrech umožňujících pohodlné pozorování.

První sada vzorků byla připravena z fólie o tloušťce 0,1 mm v podobě pásku o šířce 10 mm. Problém nepředvídatelnosti místa budoucího přetržení byl znám již z předchozích experimentů. Pro ověření síly nutné k přetržení vzorku však tyto jednoduché vzorky postačovaly.

Zajisit předvídatelnost místa přetržení umožnil vzorek ve tvaru „mašličky“, znázorněný na obr. 9.1.



Obr. 9.1. Náčrt vzorku ve tvaru „mašličky“.

Vzorek o šířce 10 mm byl ve své střední části zúžen na 5 mm; rádius výřezu byl rovněž 5 mm. Cílem bylo získat vymezenou oblast, ve které dojde k deformaci a následnému přetržení vzorku při nízkém součiniteli koncentrace napětí. Tyto předpoklady se podařilo naplnit pouze částečně. Ačkoliv došlo k deformaci lokalizované ve zúženém profilu, stanovení místa vhodného pro pozorování bylo stále obtížné, neboť zakřivení okraje vzorku pro radius výřezu 5 mm bylo i při minimálním zvětšení daném velikostí otvoru ve scintilátoru téměř nepostřehnutelné.

Jako další typ vzorku byl připraven tenký pásek o šířce 10 mm s otvorem o průměru 2 mm uprostřed (obr. 9.2.).



Obr. 9.2. Náčrt vzorku ve tvaru pásku s otvorem ve středu.

Cílem bylo opět lokalizovat napětí ve vzorku kolem malého otvoru sloužícího jako koncentrátor napětí. Malý průměr tohoto otvoru umožňuje i při omezeném zorném poli pozorovat zakřivení okraje otvoru a zaměřit tak pozorování na vhodnou oblast v místě nejmenšího průřezu vzorku.

Pro tento typ vzorku jsou známé vzorce pro výpočet součinitele koncentrace napětí a existují nomogramy pro jeho rychlé určení (obr. 9.3.) i online výpočetní nástroje. Určení maximálního napětí ve vzorku je tak velmi snadné [44][45][47][48][49].

$$\sigma_{nom} = \frac{F}{t(w - d)} \quad (8)$$

Kde:

σ_{nom} – nominální napětí ve vzorku

F – tahová síla

t – tloušťka vzorku

w – šířka vzorku

d – průměr otvoru

$$K = 3 - 3,13 \frac{d}{w} + 3,76 \left(\frac{d}{w}\right)^2 - 1,71 \left(\frac{d}{w}\right)^3 \quad (9) [44]$$

Kde:

K – součinitel koncentrace napětí

w – šířka vzorku

d – průměr otvoru

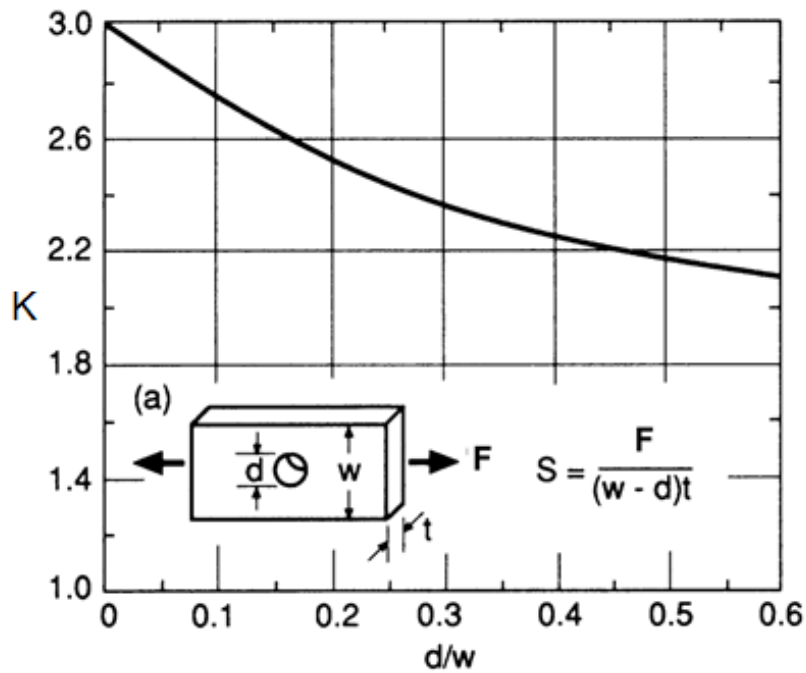
$$\sigma_{max} = K \cdot \sigma_{nom} \quad (10)$$

Kde:

σ_{max} – maximální napětí ve vzorku

K – součinitel koncentrace napětí

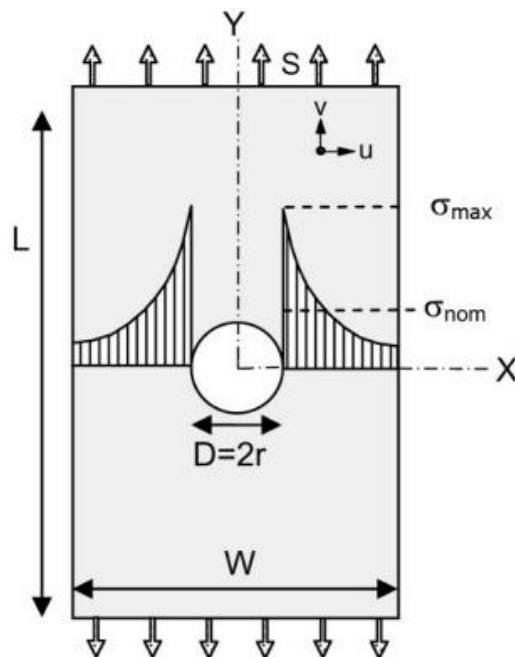
σ_{nom} – nominální napětí ve vzorku



Obr. 9.3. Graf pro určení součinitele koncentrace napětí se schematicky znázorněným významem veličin pro výpočet [45][47].

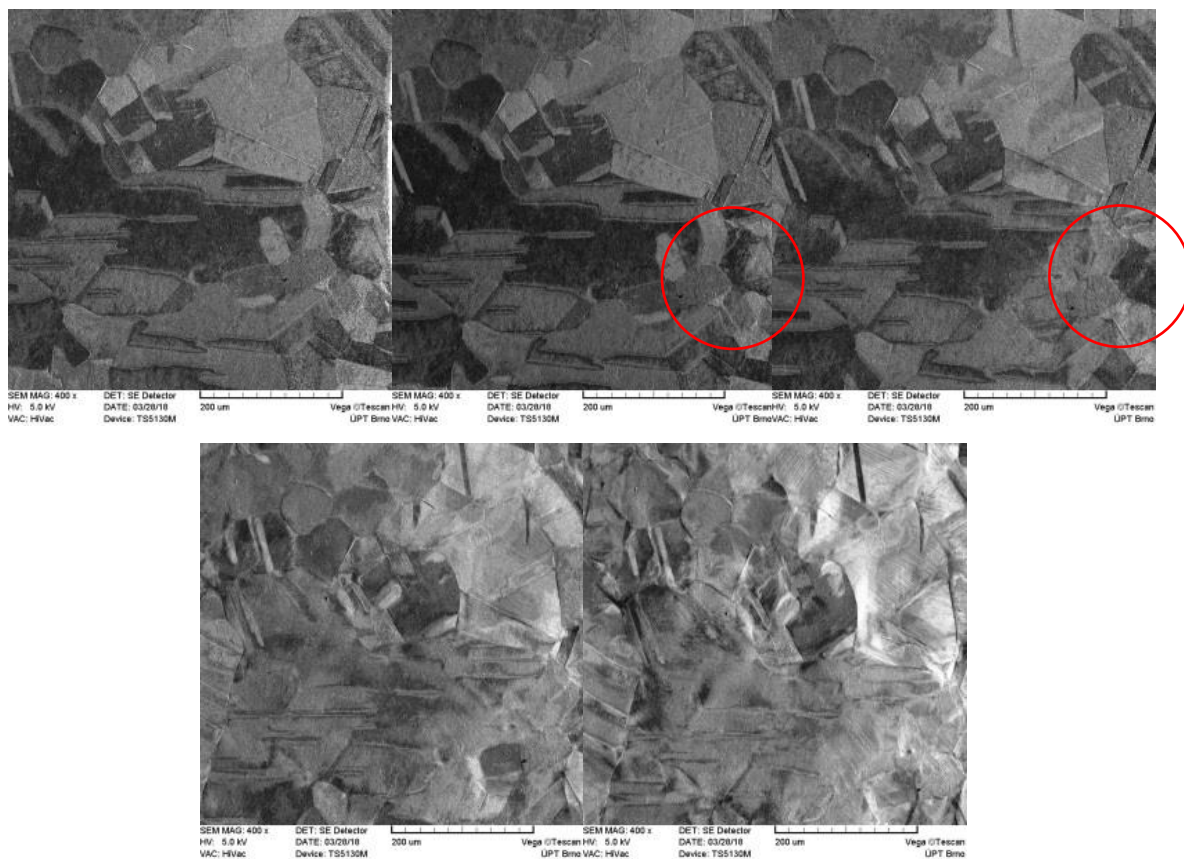
Pro vzorek o šířce 10 mm s otvorem o průměru 2 mm má součinitel koncentrace napětí určený pomocí vzorce (9) hodnotu $K = 2,4$, zatímco z grafu vychází $K = 2,5$.

Díky dostatečně malému průměru otvoru, u něhož skutečně došlo k lokalizaci deformace, bylo možné nalézt oblast, v níž nejintenzivnější deformace probíhala, avšak problémem bylo soustředit pozorování do míst maximální koncentrace napětí. Schéma koncentrace napětí je vyobrazeno na obr. 9.4..



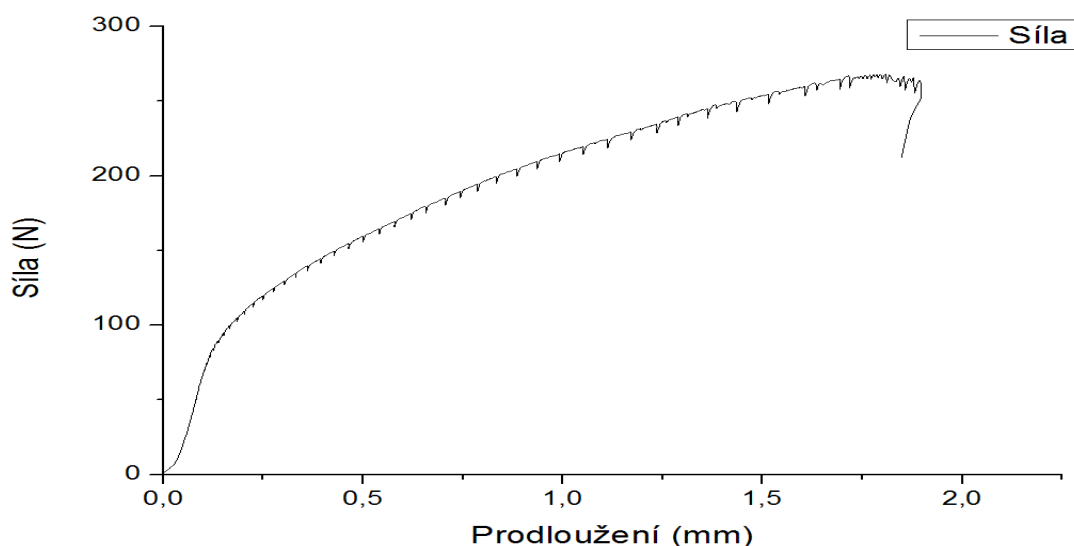
Obr. 9.4. Schéma koncentrace napětí v okolí otvoru [50].

Na obr. 9.5. jsou mikrosnímky pořízené v režimu SE pomocí Everhart-Thornleyho (ET) detektoru, nasnímané v bezprostřední blízkosti otvoru. Povrchová čistota vzorku pozorovaného ihned po naleptání zaručuje přítomnost krystalografického kontrastu a ve snímcích je patrná nehomogenita kontrastu uvnitř jednotlivých zrn a skluzové pásy.



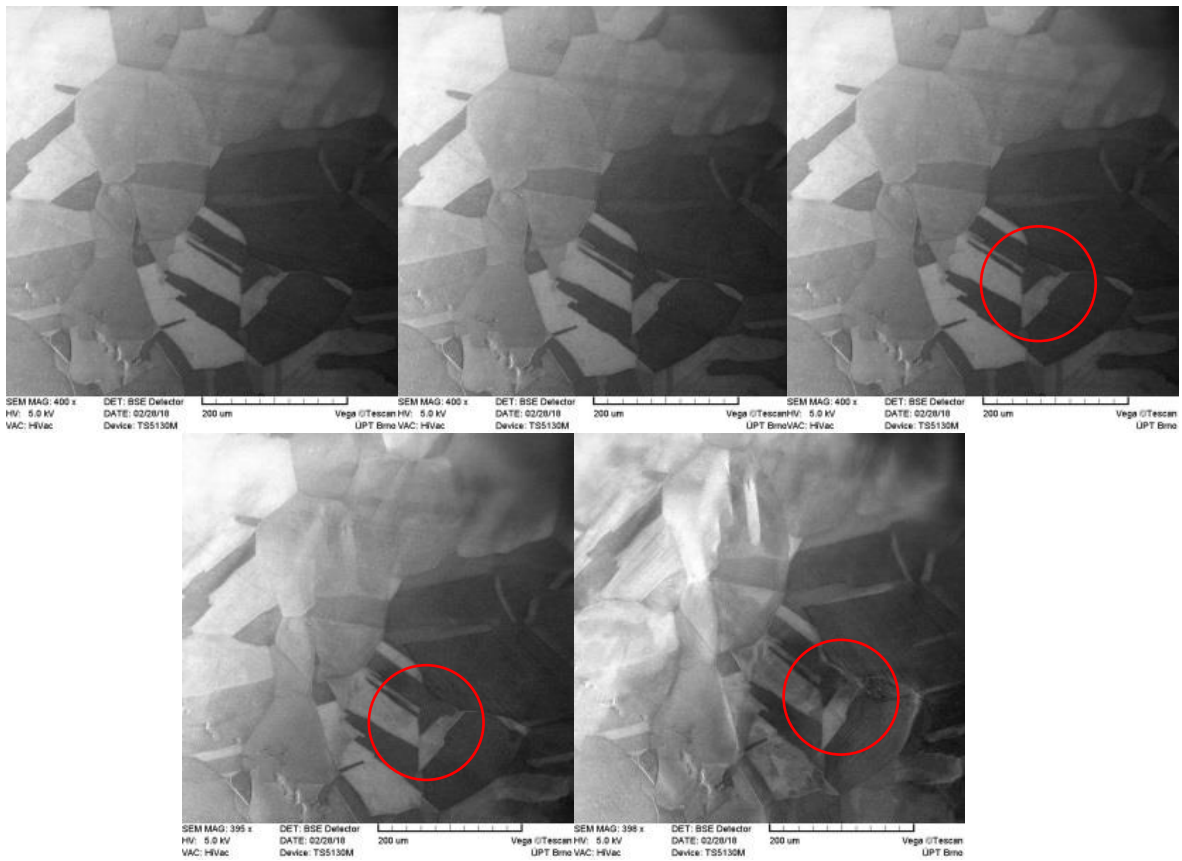
Obr. 9.5. Snímky získané v režimu sekundárních elektronů..

V obr. 9.6. je zanesen do grafu výsledek tahové zkoušky, který se vztahuje k mikrosnímčkům v obrázku 9.5.

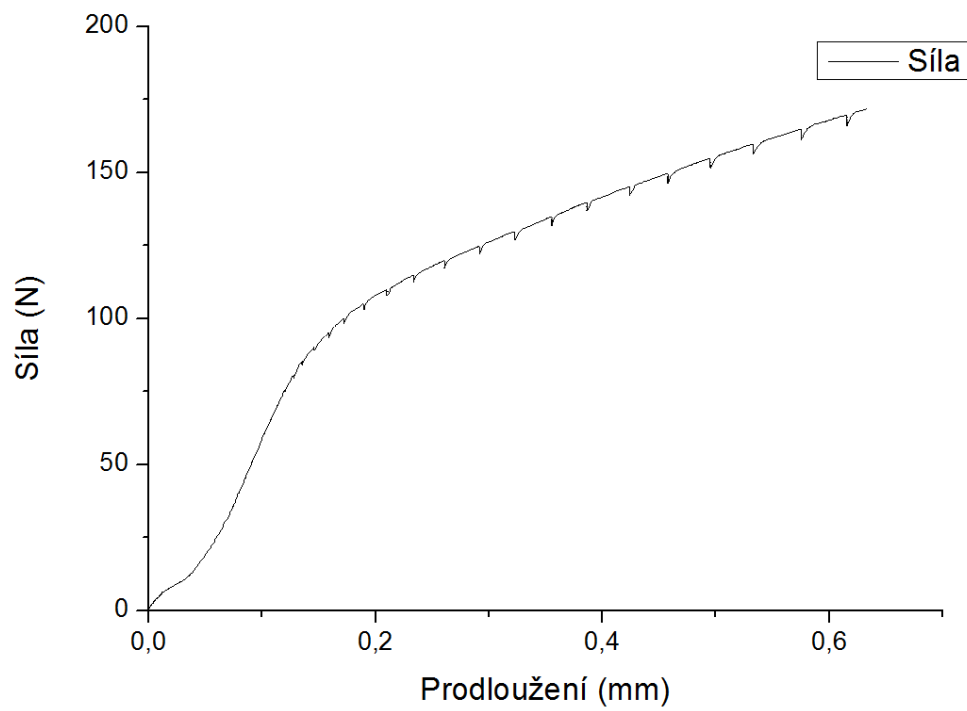


Obr. 9.6. Graf tahové zkoušky.

Jak jsme již uvedli, krystalografický kontrast je přinášen především elasticky odraženými elektrony. [38] Pro pozorování vzorku byl tedy nadále vybrán detektor BSE nacházející se pod pólovým nástavcem a pro zvýšení poměru mezi pružně a nepružně odraženými elektrony bylo aplikováno záporné předpětí na povrch vzorku (metoda SLEEM). Přítomnost elektrostatického pole mezi detektorem a vzorkem zakřivuje trajektorie signálních elektronů a elasticky odražené elektrony kolimuje směrem k detektoru s tím, že pomalejší nepružně odražené elektrony alespoň částečně unikají detekci centrálním otvorem v detektoru. Toto detekční uspořádání poskytlo intenzivní krystalografický kontrast, nicméně přítomnost záporného potenciálu na vzorku způsobuje přesvícení hrany otvoru a zamezuje tak pozorování velmi blízko této hrany. Oblast pozorování bylo nutné přesunout o několik zorných polí od otvoru, aby bylo možno získat snímky bez výrazného gradientu průměrného jasu napříč zorným polem. Deformace v pozorované oblasti pak ovšem nebyla tak intenzivní, jako v bezprostřední blízkosti hrany otvoru. Mikrosnímky takto pořízené jsou na obr. 9.7. a odpovídající graf výsledků tahové zkoušky je na obr. 9.8.



Obr. 9.7. Snímky pořízené v režimu SLEEM, $E_p = 5000 \text{ eV}$, $E_l = 1500 \text{ eV}$, $U_{bias} = 3500 \text{ V}$, $WD = 15 \text{ mm}$.

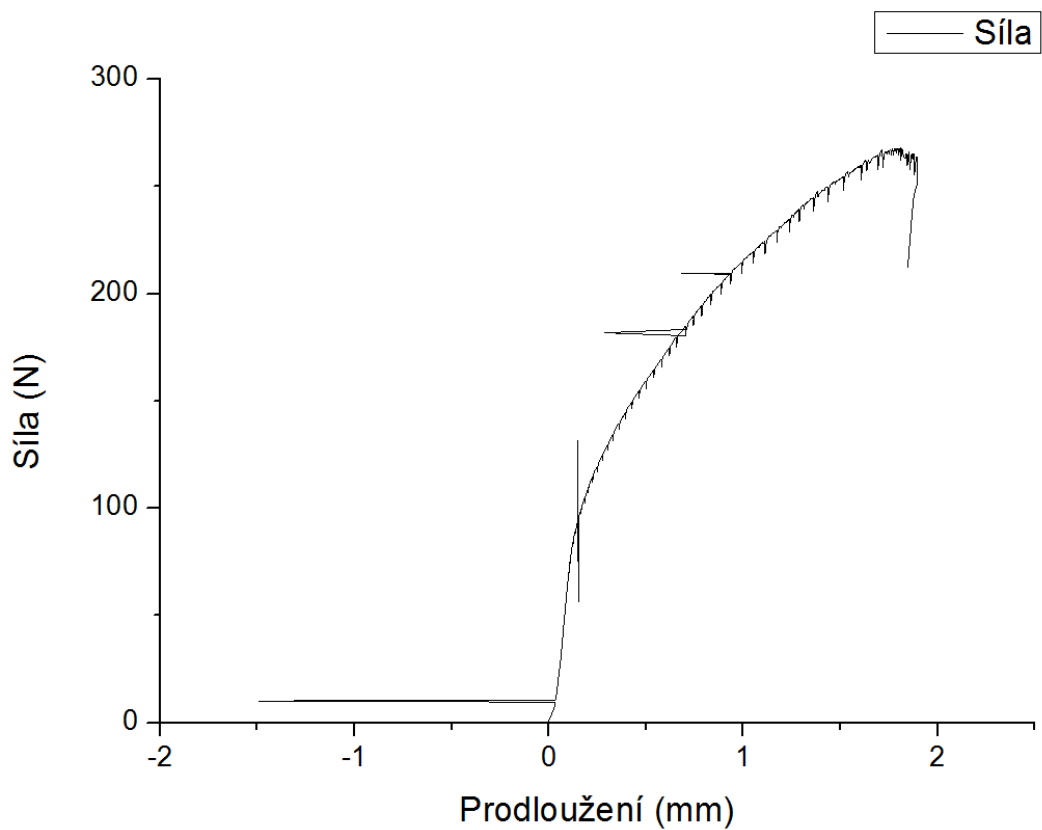


Obr. 9.8. Graf tahové zkoušky.

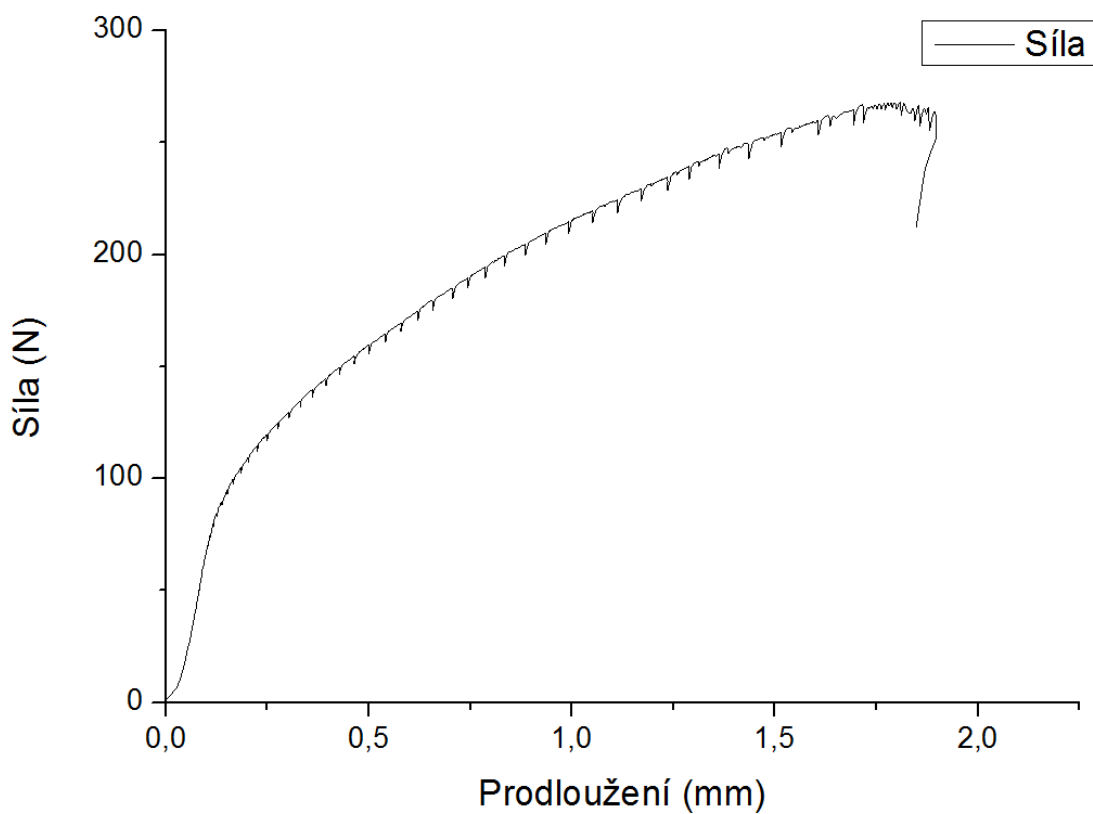
Tento typ vzorků, tj. vzorků v podobě tenkého pásku s 2 mm otvorem uprostřed, již poskytoval použitelné výstupy. Vliv deformace na krystalovou strukturu vzorku byl zaznamenán v režimu SE i SLEEM. Problémem byla nutnost pozorovat v režimu SLEEM ve větší vzdálenosti od otvoru pro omezení vlivu jeho hrany na obraz. Pozorování byla provedena v mikroskopu, který byl funkcí předpětí vzorku dovybaven dodatečně. Z tohoto důvodu nebyl program řízení mikroskopu schopen zahrnout změny rozměrů zorného pole vlivem předpětí na vzorku do svých výpočtů pro určení měřítka. Provádět pozorování pro oba režimy ve stejné vzdálenosti od otvoru tak bylo poměrně obtížné. Jako největší omezení se jevila nemožnost provést snímání v režimu SE a SLEEM na jednom vzorku. Rozdíl nastavení mikroskopu pro oba zobrazovací režimy byl příliš velký pro přijatelnou rychlost práce. V průběhu snímání a přenastavování parametrů by docházelo k velmi výrazné relaxaci napětí ve vzorku.

Při některých měřeních docházelo k chybnému odečtu hodnot prodloužení jako na obr 9.9. Jednalo se pouze o jednotlivé body v datovém výstupu a příčinou jejich vzniku byla nejspíše závada na převodníku. Vzhledem k malé rozteči datových bodů stačilo k zachování tvaru tahové křivky nahrazení chybných hodnot pomocí lineární interpolace mezi předchozím a následujícím údajem. Byl vytvořen skript v Excelu, který umožnil tento postup automatizovat. Hodnota byla vyhodnocena jako chybná a nahrazena interpolovanou na základě rozdílu v prodloužení přesahujícího 0,1 mm proti předchozímu bodu.

V jednom případě se objevila také chybně odečtená hodnota síly. Vzhledem k ojedinělosti tohoto případu stačovalo odstranění vadného údaje pomocí stejné interpolace jako v případě hodnot prodloužení. Tímto postupem jsme získali vyhlazené průběhy tahového diagramu jako na obr 9.10.

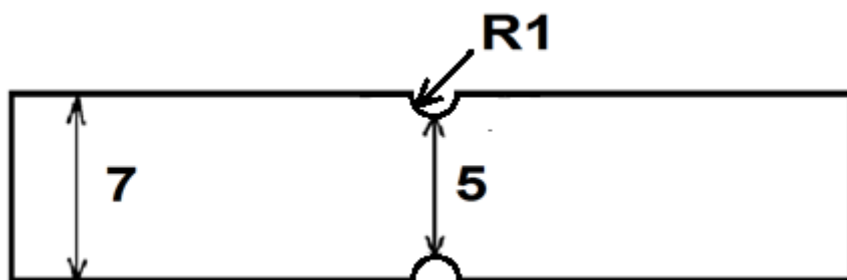


Obr. 9.9. Graf tahové zkoušky poškozený výskytem chybných hodnot prodloužení a síly



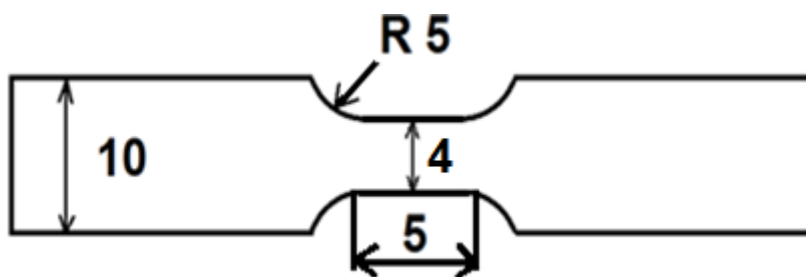
Obr. 9.10. Graf tahové zkoušky po odstranění chybných hodnot

Předchozí typ vzorku přinesl očekávaný efekt pouze pro zobrazování v režimu sekundárních elektronů. Pro režim SLEEM bylo nutné připravit vzorek, na kterém by bylo možné snímat ve stejné vzdálenosti od stejně tvarovaných hran. Řešením byl návrat ke vzorku ve tvaru mašličky. Poloměry výsečí vymezujících oblast koncentrace napětí však byly zmenšeny oproti původnímu vzorku. Nový vzorek připravený pro specifické potřeby metody SLEEM je schématicky znázorněn na obr. 9.11.



Obr. 9.11. Schéma vzorku ve tvaru „mašličky“ s ostřejšími vruby.

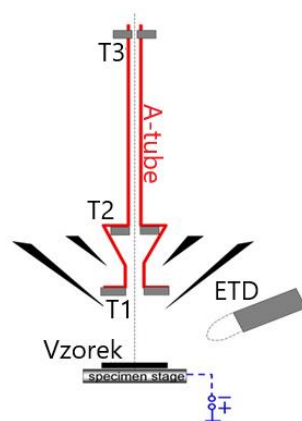
Pozorování bylo prováděno uprostřed vzorku pro minimalizaci vlivu přezáření hran. Problémem přípravy tohoto vzorku však byla nepřesnost výroby. První vzorky vyrobené ručně měly i přes veškerou péči výřezy na okrajích pásku vzájemně posunuté v podélném směru nejméně o 0,1 mm, což znesnadňovalo odhadnout místo k pozorování maximální deformace. Tento problém byl vyřešen strojní výrobou vzorků na digitálně řízeném obráběcím stroji, která umožnila i přípravu komplikovanějších tvarů. Vyroben byl i půdorys připomínající obvyklé vzorky pro tahovou zkoušku plechů, často označované jako „dog bones“ (obr. 9.12.). Tento vzorek by měl díky zúžené části s rovnoběžnými hranami umožnit přesnější výpočet lokálního napětí, avšak na druhé straně ztížit odhad místa maximální deformace.



Obr. 9.12. Schéma miniaturizovaného vzorku pro tahovou zkoušku plechů („dog bone“).

10 EXPERIMENTY V MIKROSKOPU THERMO FISHER SCIOS

Jak bylo zmíněno v předchozí kapitole, nepodařilo se v první etapě získat snímky v režimu SE i BSE z jednoho místa současně. Tento problém byl vyřešen použitím mikroskopu s vysoce pokročilým detekčním systémem, jakým je Thermo Fisher (FEI) Scios. Mikroskop je kromě běžného Everhart-Thornleyho detektoru vybaven navíc i tzv. systémem TRINITY, tvořeným trojicí detektorů umístěných v tubusu. Prvním z nich je detektor BSE signálu, detektor T1. Nad ním je umístěn detektor T2, který je uzpůsoben na detekci sekundárních elektronů. V horní části tubusu se nachází detektor T3, který s ohledem na svou pozici umožňuje detekci velmi pomalých sekundárních elektronů. Tento mikroskop umožňuje simultánní snímání až 4 obrazů pořízených různými detektory současně a tím také efektivní energiovou a úhlovou filtraci signálních elektronů. Scios je dále vybaven módem katodové čočky, který pomocí záporného předpětí na vzorku umožňuje zpomalení primárních elektronů na libovolně nízkou dopadovou energii (SLEEM technika). Schéma mikroskopu Scios je znázorněno na obr. 10.1.



Obr. 10.1. Schéma uspořádání detektorů mikroskopu Thermo Fisher Scios [51].

10.1 Zobrazovací režim

Při prvních experimentech na tomto přístroji byla použita technika SLEEM. V tomto režimu je nastavení mikroskopu extrémně citlivé na geometrii detekce a vyžaduje zajištění kolmosti povrchu vzorku vůči optické ose elektronového tubusu. To je náročné při dané konstrukci stolku preparátu, která umožňuje pouze kombinaci náklonu v jedné ose a rotace. Nastavení přístroje je dále omezeno přítomností kabelu pro připojení tahového stolku a rizikem poškození prvků v komoře mikroskopu. S cílem optimalizovat krystalografický kontrast byla provedena série experimentů, při kterých docházelo k systematickým změnám jednotlivých zobrazovacích parametrů. Po porovnání snímků snímaných za různých parametrů, tj. energie

dopadu primárního svazku, předpětí na vzorku, proudu svazku, typu a pozice detektoru, napětí sací trubice (A-tube) a pracovní vzdálenosti byl určen jako nejvhodnější následující provozní režim:

Zobrazovací režim Optiplan

Dopadová energie 2 keV

A-tube bias 8 kV

Proud svazku 1,6 nA

Pracovní vzdálenost 6,25 mm

V režimu Optiplan je trajektorie signálních elektronů ovlivňována pomocí kladného potenciálu přiloženého na trubici procházející celým tubusem mikroskopu. Tato trubice je ve schématu na obr. 10.1. označena jako A-Tube. Elektrostatické pole z této trubice vystupuje v úrovni pólového nástavce směrem ke vzorku, kde zajišťuje udržení geometrie svazku a „nasátí“ signálních elektronů do tubusu, v němž jsou umístěny detektory typů in-lens a in-column. Vliv elektrostatického pole nad vzorkem na signální elektrony je silně závislý na pracovní vzdálenosti. Pro usnadnění interpretace obrazového výstupu byly pro jednotlivé detektory vytvořeny tzv. akceptační digramy popisující, které energie elektronů jsou obsaženy v zachycovaném signálu.

Pro snímání byly současně využity detektory:

ETD – Everhart-Thornleyho detektor, standardní detektor sekundárních elektronů umístěný mimo optickou osu v komoře mikroskopu

T1 – in-lens detektor detekující zejména zpětně odražené elektrony

T2 - in-lens detektor detekující zejména sekundární elektrony

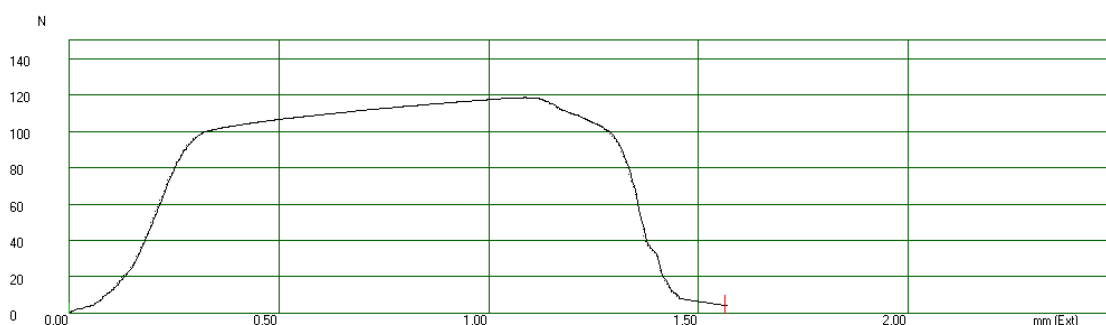
Signál sekundárních elektronů byl snímán pomocí in-lens detektoru T2. Zpětně odražené elektrony byly zaznamenávány in-lens detektorem T1. Funkce detektoru typu Everhart-Thornley byla vlivem použitého zobrazovacího módu pozměněna, jak bude popsáno v odstavci 10.1.2.

10.1.1 Typy vzorků

První experimenty proběhly na strojně vyrobených vzorcích typu pásek s oboustranným vrubem dle obr. 9.11. I přes žíhání na teplotě 750°C po dobu 5 hodin byla ve struktuře některých vzorků tohoto typu patrná deformace. K jejímu vzniku pravděpodobně došlo v průběhu chladnutí nebo během přípravy vzorků. Tyto vzorky byly vyřazeny, avšak posloužily pro ověření pozorovacích režimů.

Vzorky ve tvaru „dog bone“, schématicky znázorněné na obr. 9.12., se ukázaly jako vhodnější. Ve struktuře bylo možné pozorovat zrna bez zjevných projevů deformace a také chování těchto vzorků při tahové zkoušce bylo příhodnější. Velká plocha, ve které docházelo k rovnoměrné elasticko-plastické deformaci, umožňovala vybrat zajímavé skupiny zrn pro pozorování. Pro zajištění maximální symetrie experimentu byla pozorovaná oblast volena co nejbližší středu vzorku a s ohledem na výskyt zrn vhodné orientace a velikosti.

Celkem bylo přetrženo 8 vzorků. K přetržení docházelo při silách od 120 N do 160 N a při maximální tahové síle dosahovalo prodloužení vzorků přibližně 25 %. Obrazový diagram typické tahové zkoušky je na obr. 10.2.



Obr. 10.2. Obrazový výstup tahového diagramu při zkušebním přetržení vzorku.

Po prvotní fázi usazování v čelistech a vymezení vůlí, které probíhalo do síly přibližně 20 N, docházelo ke strmému nárůstu síly očekávané v elastické oblasti tahového diagramu. Odklon od Hookeovy přímky se začínal projevovat při síle přibližně 70 N a při silách vyšších než 90 N bylo již odklonění jednoznačně patrné. Následovala poměrně dlouhá elasticko-plastická část tahového diagramu.

10.1.2 Obrazový signál

Mikroskop FEI Scios podle své konfigurace nabízí různé způsoby detekce obrazového signálu. U námi použitého zařízení se jednalo o klasický Everhart-Thornleyho detektor a dva in-lens detektory T1 a T2. Již na nedeformovaných vzorcích byl patrný výrazný rozdíl v získané obrazové informaci a v průběhu deformace se mikrosnímky struktury rovněž lišily.

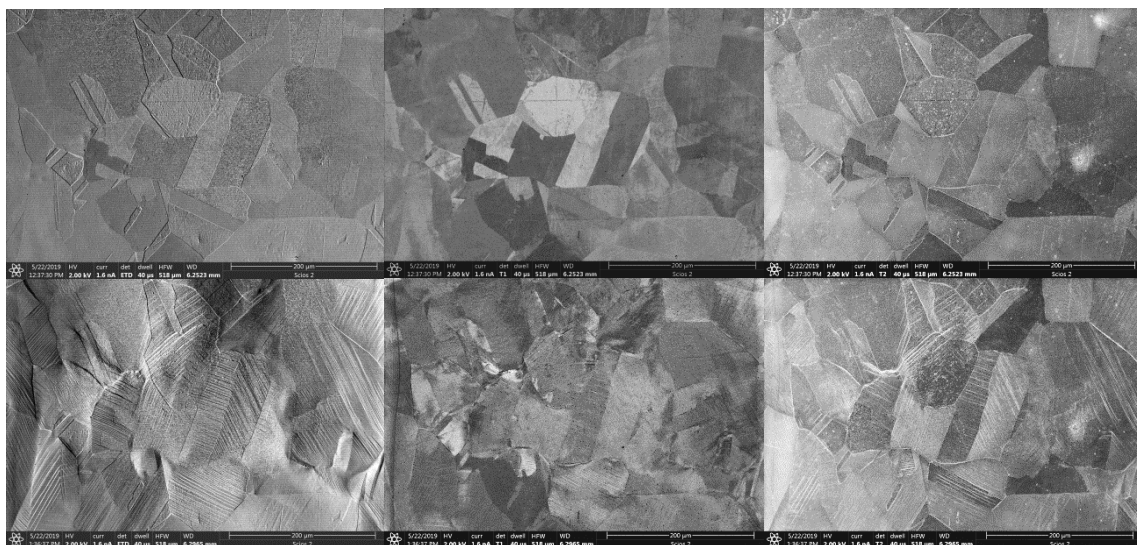
ETD je umístěn v komoře mikroskopu a typicky se používá k detekci sekundárních elektronů. V našem experimentu v módu Optiplan je však velká většina sekundárních elektronů vtažena silným elektrickým polem do tubusu, kde je detekována pomocí in-lens a in-column detektorů. Na ETD tak dopadají zejména vysokoúhlové zpětně odražené elektrony a jimi vybuzené SE3. Tyto elektrony nesou především topografickou informaci. Krystalografická

informace se týká naleptání hranic zrn a v průběhu deformace se objevuje výrazné zobrazení skluzových pásů.

T1 jako detektor zpětně odražených elektronů dodával krystalografický kontrast, který se výrazně měnil v průběhu plastické deformace; zobrazení skluzových pásů nebylo příliš zřetelné.

T2 jako detektor sekundárních elektronů emitovaných s nízkou energií a pod úhlem blízko optické osy poskytoval kontrast citlivý na povrchový stav vzorku. Ve snímcích je přítomen kontrast mezi jednotlivými zrny, nicméně se nejedná o kontrast kanálovací, jako je tomu v obraze tvořeném BSE elektrony z detektoru T1.

Mikrosnímky pořízené současně pomocí výše zmíněných detektorů jsou v obr. 10.3.



Obr. 10.3. Snímky v detektorech ETD, T1 a T2: horní řada odpovídá nedeformovanému vzorku, spodní řada vzorku těsně před přetržením.

Faktorem nejvíce ovlivňujícím výsledky pozorování se opět ukázala příprava vzorku. Některé vzorky vykazovaly již po založení do mikroskopu zřetelnou deformaci. V signálech detektorů ETD a T2 nebylo poškození struktury pozorovatelné, zatímco v obraze z detektoru T1 bylo poškození povrchu vzorku nedokonalou přípravou jasně patrné. Stejná oblast na povrchu vzorku zobrazená pomocí tří různých detektorů je na obr. 10.4.



Obr. 10.4. Struktura vzorku nevhodného pro měření, zobrazená různými detektory: ETD, T1 a T2 (zleva).

10.2 Kalibrace stolku

Jak již bylo zmíněno v teoretické části, při zavedení izolovaných čelistí pro tahový stolek došlo k posunu roviny zatěžování siloměrného profilu s tenzometry o 1 mm. Vzhledem k malým rozměrům siloměrného prvku bylo možné předpokládat ovlivnění přesnosti měření z důvodu změny způsobu deformace siloměrného profilu.

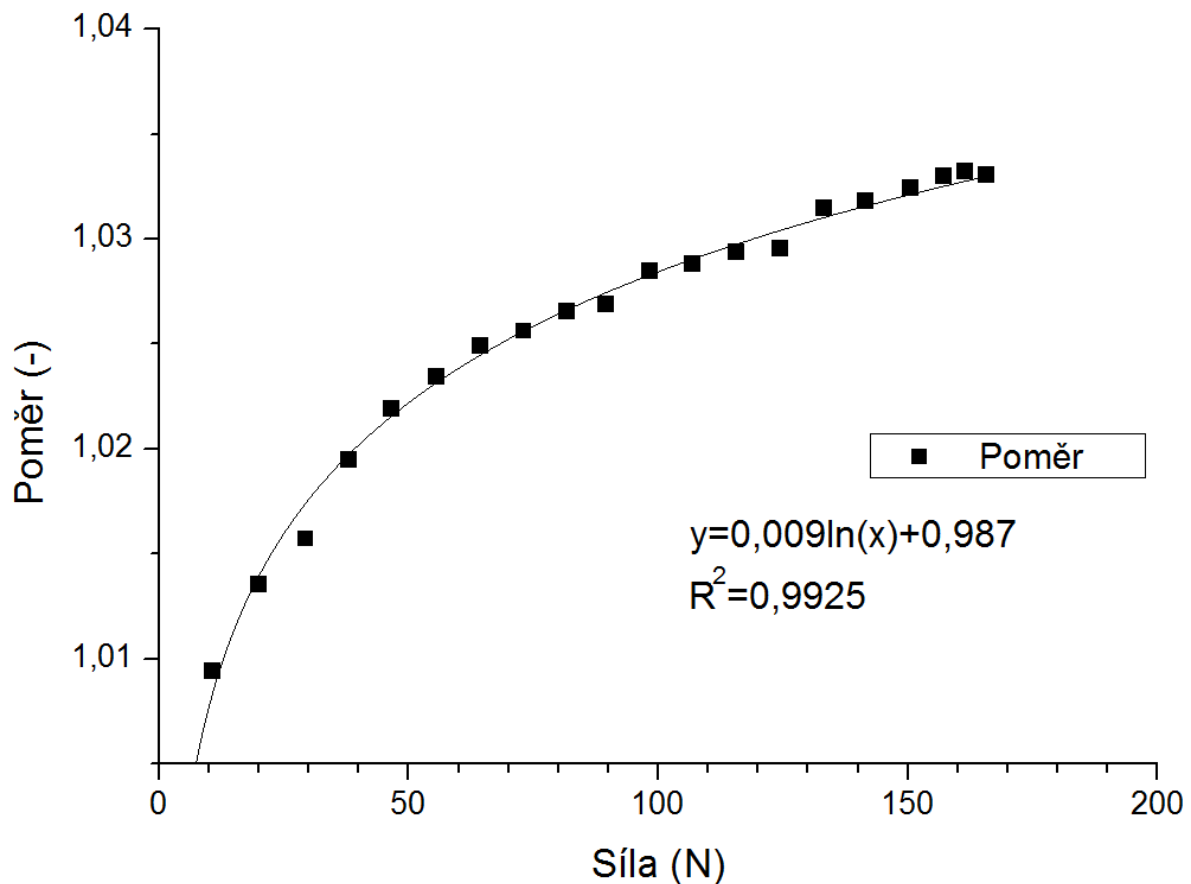
Ověření vlivu výměny čelistí na přesnost měření stolku bylo provedeno po samotném experimentu. Důvodem byla zkušenost s prokluzem vzorku v čelistech z PEEKu a nutnost velkého množství závaží pro kalibraci v celém rozsahu. Toto řešení umožnilo provést ověření pouze v požadovaném rozsahu zátěžných sil.

Pro ověření byl stolek namontován svisle a do čelisti upnuté na siloměrném profilu byl upnut dlouhý ocelový pásek. Na jeho konci mimo stolek byla upnutá volná čelist, na kterou byla zavěšována závaží. Jelikož šlo pouze o srovnání naměřených hodnot pro vytvoření převodního vztahu, nebylo nutné používat přesná závaží. Bylo však nutné dodržet postup nakládání závaží, aby naměřené hodnoty nebyly ovlivněny drobnými odchylkami v hmotnostech jednotlivých závaží.

Tab. 10.1. Porovnání sil změřených s různými čelistmi pro určení odchylky měření.

Ocelové F (N)	PEEK F (N)	Poměr (-)	Odchylka (%)
10,66	10,56	1,0095	0,95
20,12	19,85	1,0136	1,36
29,62	29,16	1,0158	1,58
38,6	37,86	1,0195	1,95
47,46	46,44	1,0220	2,20
56,64	55,34	1,0235	2,35
65,71	64,11	1,0250	2,50
74,71	72,84	1,0257	2,57
83,66	81,49	1,0266	2,66
91,85	89,44	1,0269	2,69
100,88	98,08	1,0285	2,85
109,71	106,63	1,0289	2,89
118,93	115,53	1,0294	2,94
127,95	124,27	1,0296	2,96
137,15	132,96	1,0315	3,15
145,95	141,44	1,0319	3,19
155,19	150,31	1,0325	3,25
162,21	157,02	1,0331	3,31
166,6	161,24	1,0332	3,32
171,1	165,62	1,0331	3,31

Z tabulky 10.1. je patrné, že posun roviny zatěžování použitím čelistí z PEEKu, a tím způsobená změna způsobu deformace vedla k podhodnocování zátěžné síly ve srovnání s originálními čelistmi. Rozdíl se s narůstající silou zvyšuje. Po vynesení hodnot do grafu je možné provést proložení křivkou. Nejlepší shodu poskytnulo proložení logaritmickou křivkou. Pro přepočet změřených hodnot na je výhodnější použít graf, ve kterém jsou vyneseny hodnoty jako poměr.



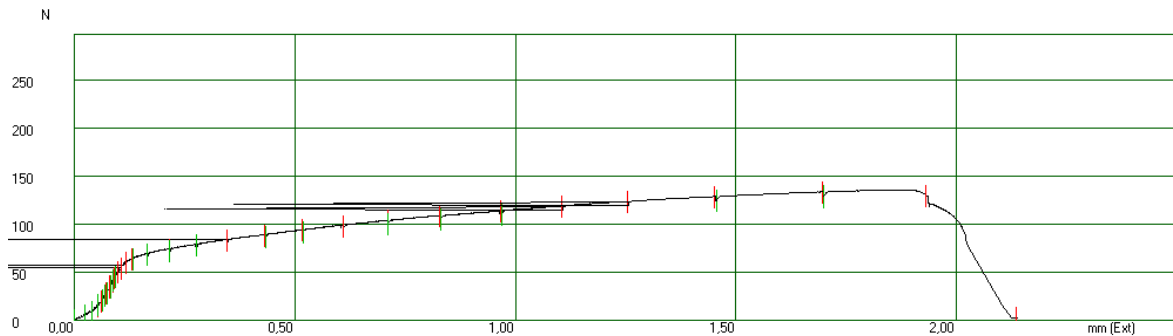
Obr. 10.5. Kalibrační křivka.

Proloženou křivku je pak možné použít pro určení převodního koeficientu pro převod libovolné hodnoty síly získané při experimentu na odpovídající sílu při správné pozici vzorku. Skutečnou hodnotu tahové síly tak lze snadno určit jako:

$$F = F_{PEEK} * (0,009 \ln(F_{PEEK}) + 0,987) \quad (11)$$

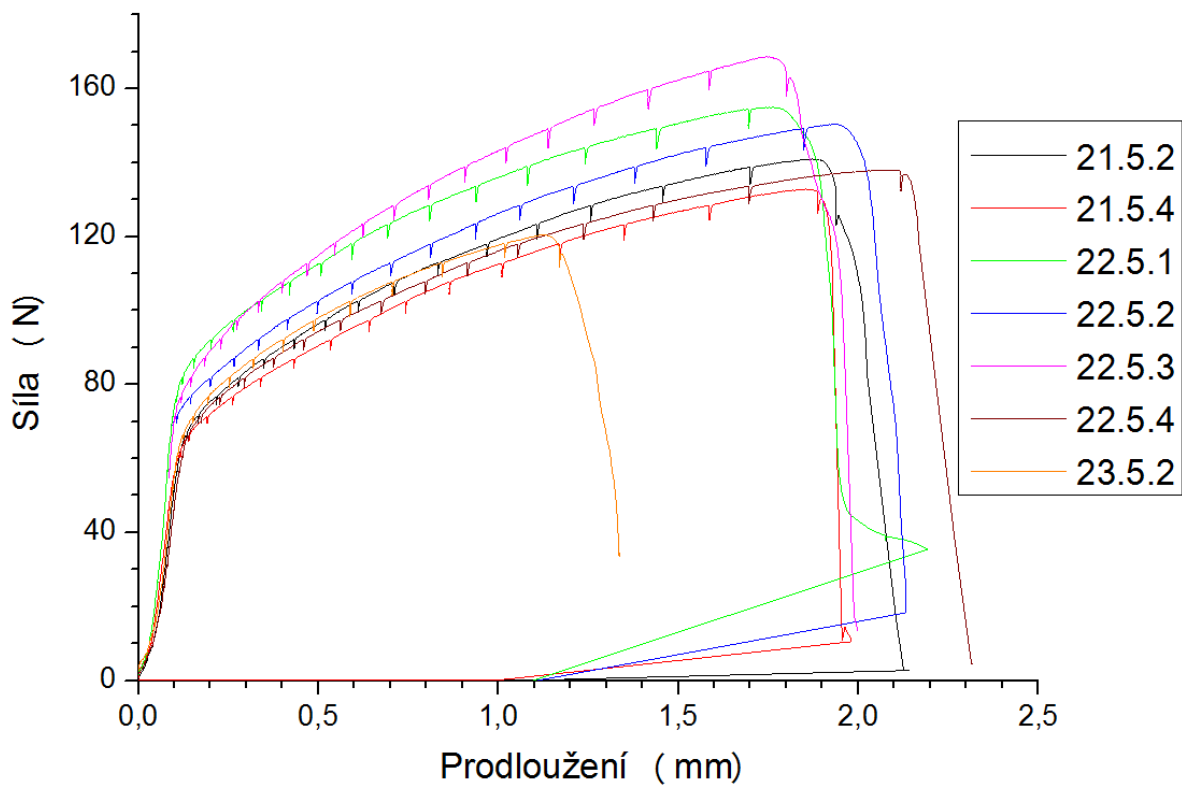
10.3 Průběh tahových zkoušek

V grafech tahové zkoušky se občas vyskytovaly chybně odečtené hodnoty prodloužení. K jejich odstranění byl používán již zmíněný postup založený na interpolaci mezi sousedními údaji. Příklad chybných hodnot je uveden v obr. 10.6.



Obr. 10.6 Ukázka chybných hodnot prodloužení v grafickém výstupu.

Vzhledem k malým rozměrům vzorku se na výsledcích silně podepisovaly i malé rozdíly v tloušťce materiálu. Průběh všech tahových diagramů však odpovídal očekávání a odchylky bylo možné vysvětlit drobnými rozdíly v přípravě, viz. obr. 10.7.



Obr. 10.7. Společné zobrazení tahových digramů v jednotkách síly a prodloužení

Jediným vzorkem výrazně vybočujícím z řady srovnatelných výsledků byl vzorek označený číslem 23.5.1. K vytvoření trhliny a poklesu síly v tomto vzorku došlo již při prodloužení mírně překračujícím 1 mm, zatímco u ostatních vzorků došlo k tomuto jevu až při výrazně

vyšších hodnotách prodloužení. Jako nejpravděpodobnější příčina se jeví poškození hrany vzorku, které zapůsobilo jako koncentrátor napětí. V místě koncentrace napětí pak byl iniciován růst trhliny při nižších hodnotách síly.

Rozměry vzorků jsou uvedeny v následující tabulce:

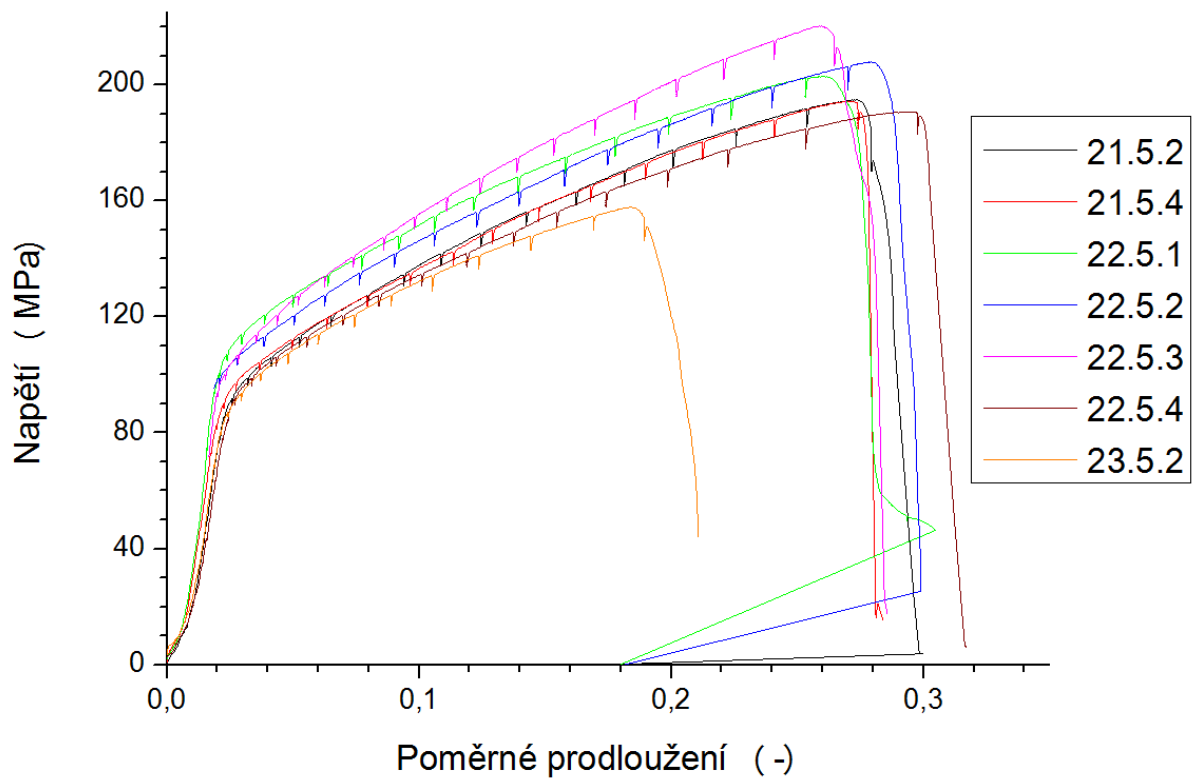
Tab. 10.2. Rozměry vzorků pro tahovou zkoušku.

Vzorek	Šířka (mm)	Tloušťka (mm)
21.5.2	4,02	0,18
21.5.4	4,02	0,17
22.5.1	4,02	0,19
22.5.2	4,02	0,18
22.5.3	4,03	0,20
22.5.4	4,02	0,18
23.5.1	4,02	0,19
23.5.2	4,02	0,19

Přepočtení tahového diagramu (obr.10.8) do jednotek napětí vedlo ke sblížení uváděných hodnot. Mez pevnosti se pohybovala kolem 190 MPa, což přibližně odpovídá tabulkovým hodnotám pro měď. Srovnání meze pevnosti s tabulkovými hodnotami se ukázalo poměrně obtížným. Pro určení meze kluzu u žíhané mědi se používají dva přístupy, smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$ a smluvní mez kluzu $R_{t0,5}$, avšak autoři často způsob určení neuvádějí. Hodnoty se významně liší i v rámci jednoho postupu určení meze kluzu. Pro $R_{p0,2}$ se jedná o interval 50-70 MPa, v případě $R_{t0,5}$ byla nalezena hodnota 33 MPa [51][53][54][55][56]. Odečtem z diagramů byly získány hodnoty $R_{p0,2}$ přibližně 90 MPa a $R_{t0,5}$ asi 30 MPa.

Hodnoty obou mezí kluzu jsou vyznačeny jednotlivě v odpovídajících tahových diagramech. Pro odečet $R_{t0,5}$ bylo nutné zanedbat část grafu ovlivněnou usazováním vzorku v čelistech. Tento proces je znázorněn pouze v prvním z grafů. Dále je pro přehlednost tahových diagramů zobrazena pouze svislice pro odečet a odečítaná hodnota.

Vzhledem k malým rozměrům jsou hodnoty napětí i poměrného prodloužení velmi citlivé na kvalitu obrobení vzorku; i drobné vruby na okrajích mohou mít na průběh zkoušky výrazný vliv. Rozptyl samotného měření je tak možné považovat za přiměřený.



Obr. 10.8. Společné zobrazení tahových digramů v jednotkách napětí a poměrného prodloužení.

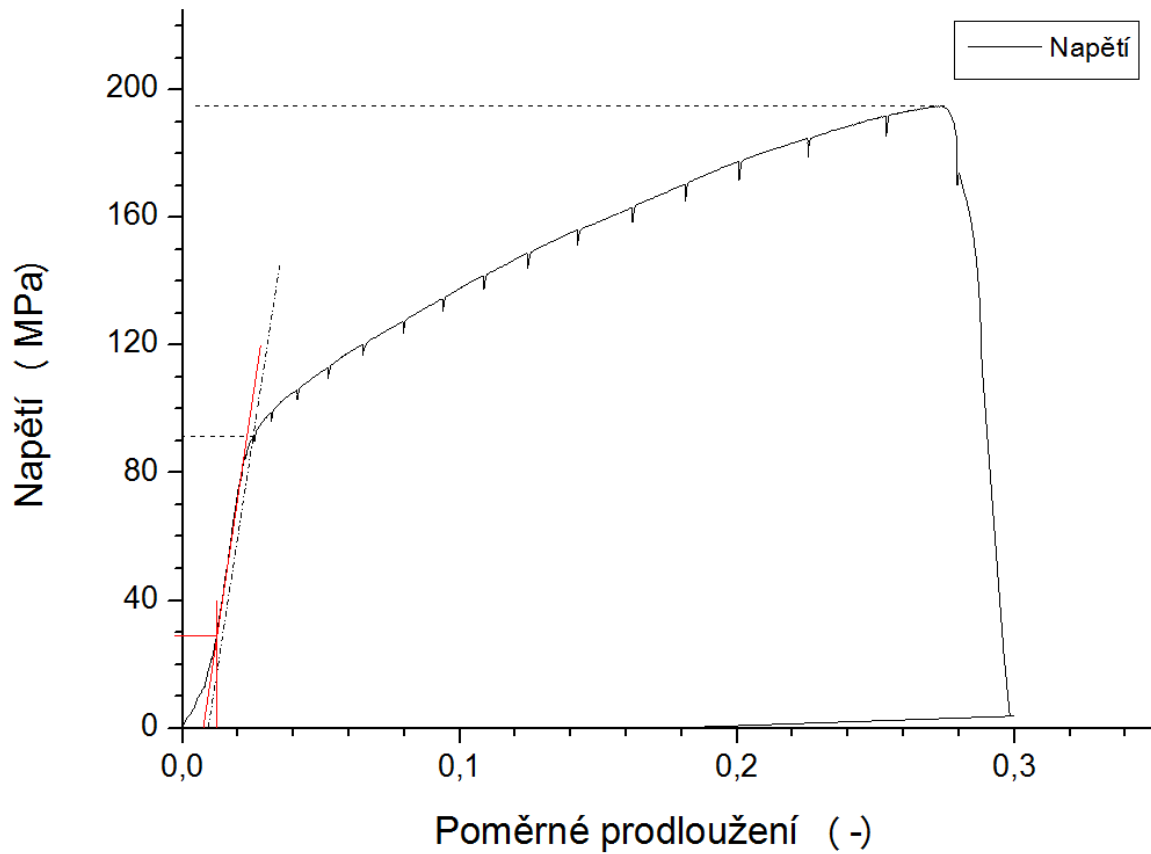
Vzorek 21.5.2

Rozměry pracovní oblasti vzorku 4,02 x 0,19 mm,

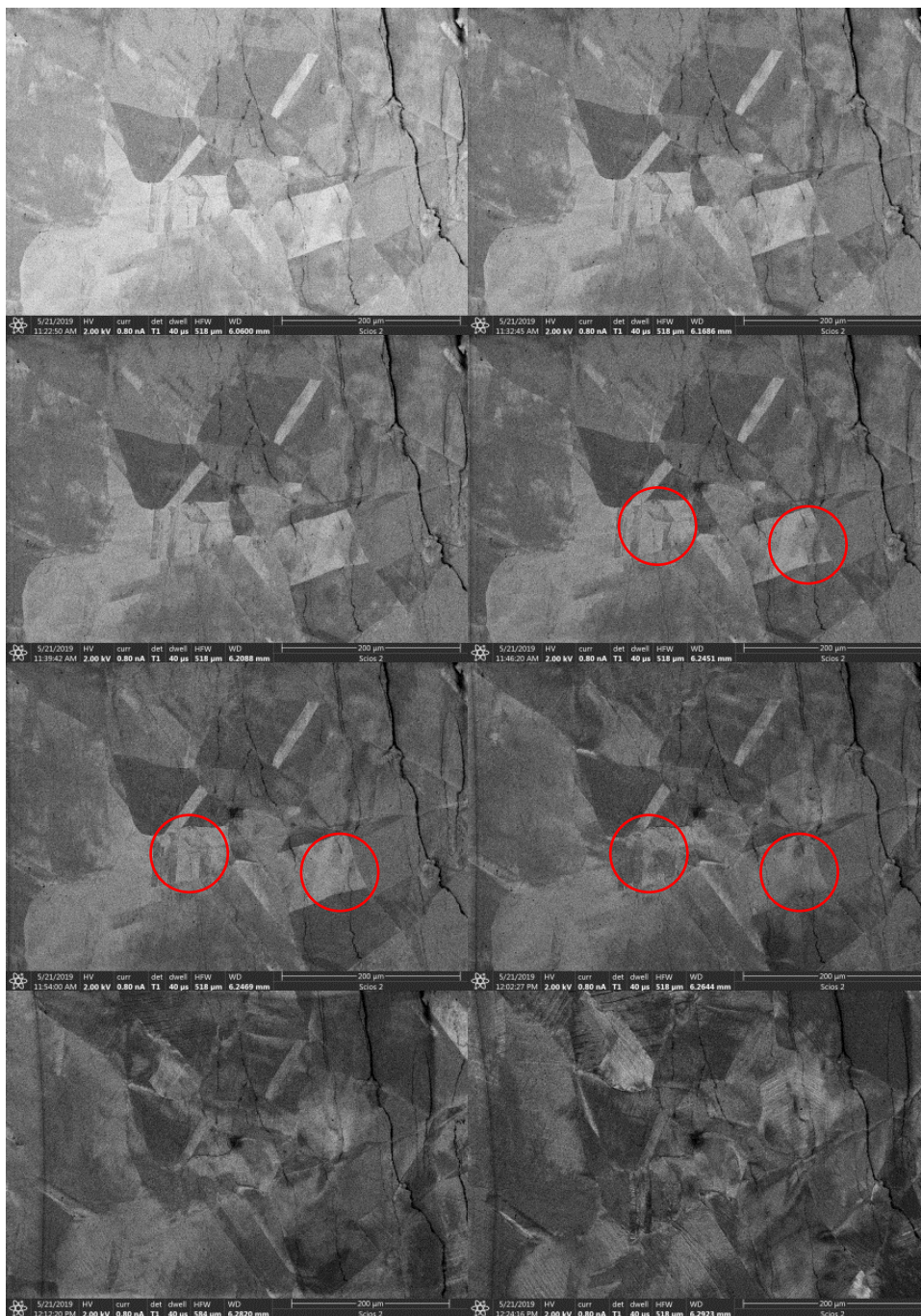
$R_{t0,5} = 28 \text{ MPa}$

$R_{p0,2} = 91 \text{ MPa}$

$R_{\max} = 195 \text{ MPa}$



Obr 10.9. Tahový diagram pro vzorek 21.5.2 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení



Obr 10.10. Snímky získané při napětích 0, 27, 53, 85, 113, 135, 162 a 195 MPa.

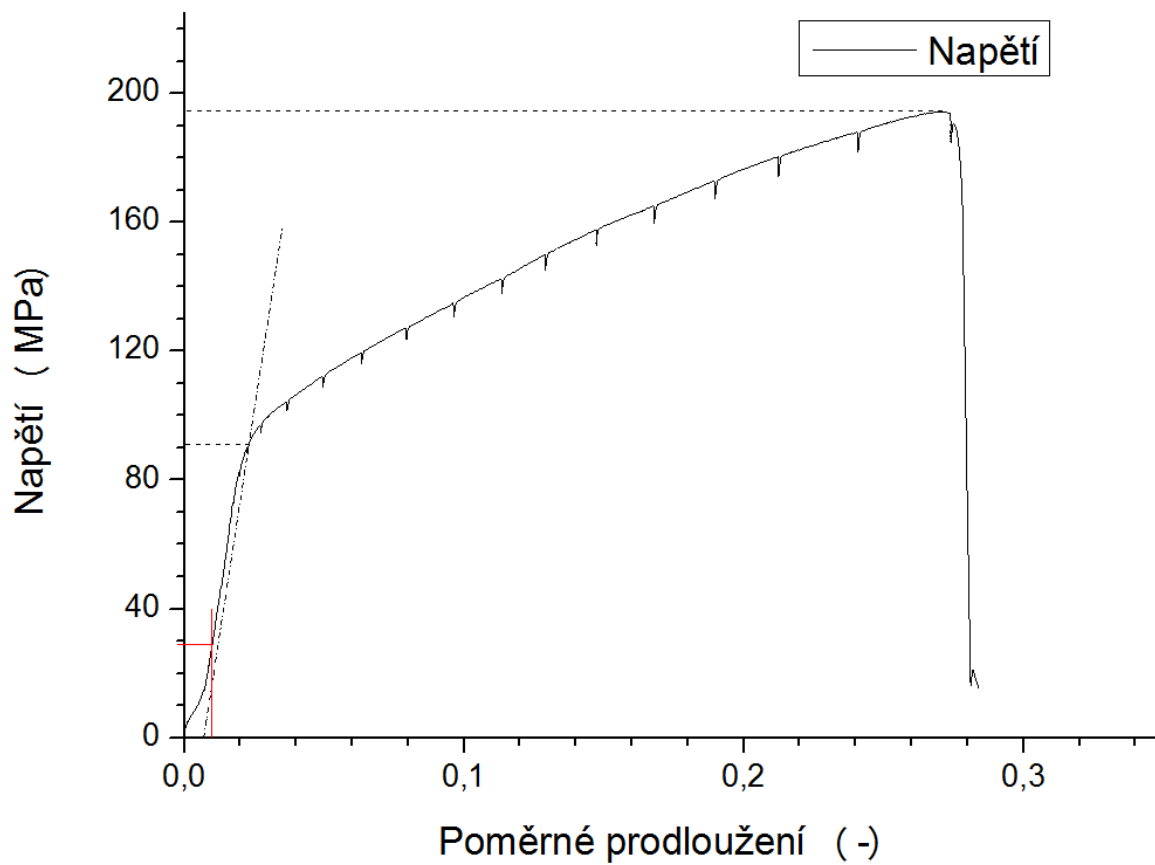
Vzorek 21.5.4

Rozměry pracovní oblasti vzorku 4,02 x 0,17 mm,

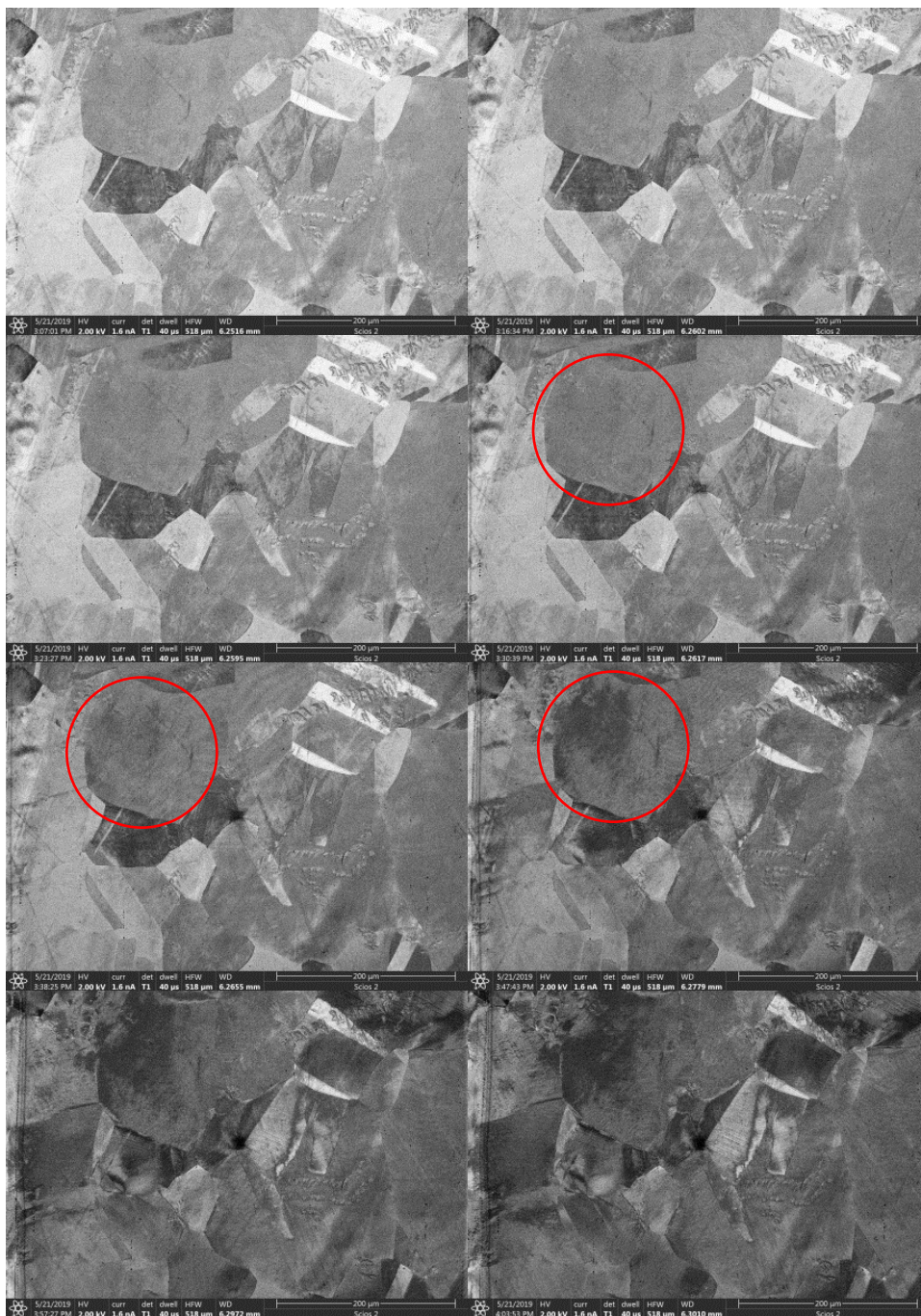
$R_{t0,5} = 29 \text{ MPa}$

$R_{p0,2} = 91 \text{ MPa}$

$R_{\max} = 194 \text{ MPa}$



Obr. 10.11. Tahový diagram pro vzorek 21.5.4 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení



Obr. 10.12. Snímky získané při napětích 0, 30, 60, 90, 120, 150, 181 a 188 MPa

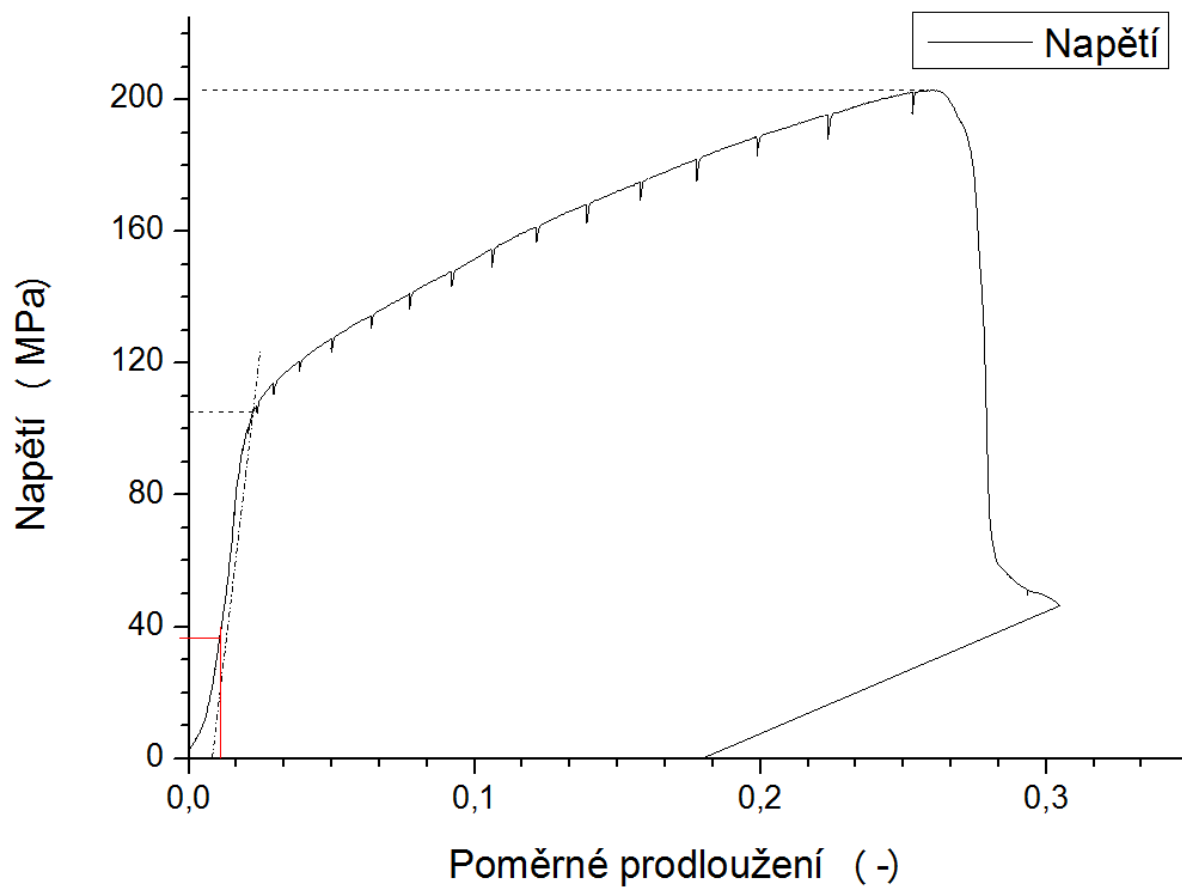
Vzorek 22.5.1

Rozměry pracovní oblasti vzorku 4,02 x 0,19 mm,

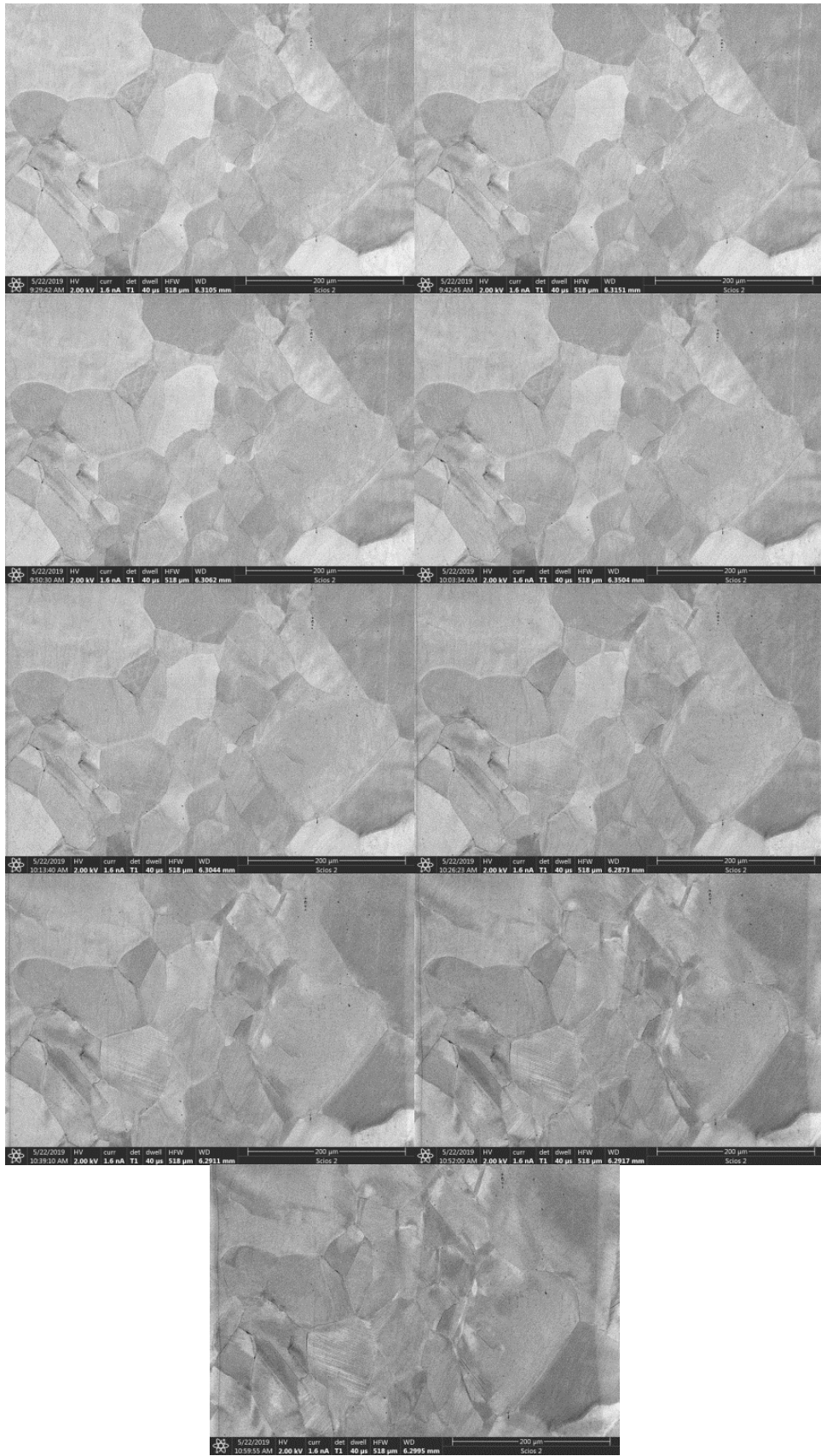
$R_{t0,5} = 36 \text{ MPa}$

$R_{p0,2} = 105 \text{ MPa}$

$R_{\max} = 203 \text{ MPa}$



Obr. 10.13. Tahový diagram pro vzorek 22.5.1 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení



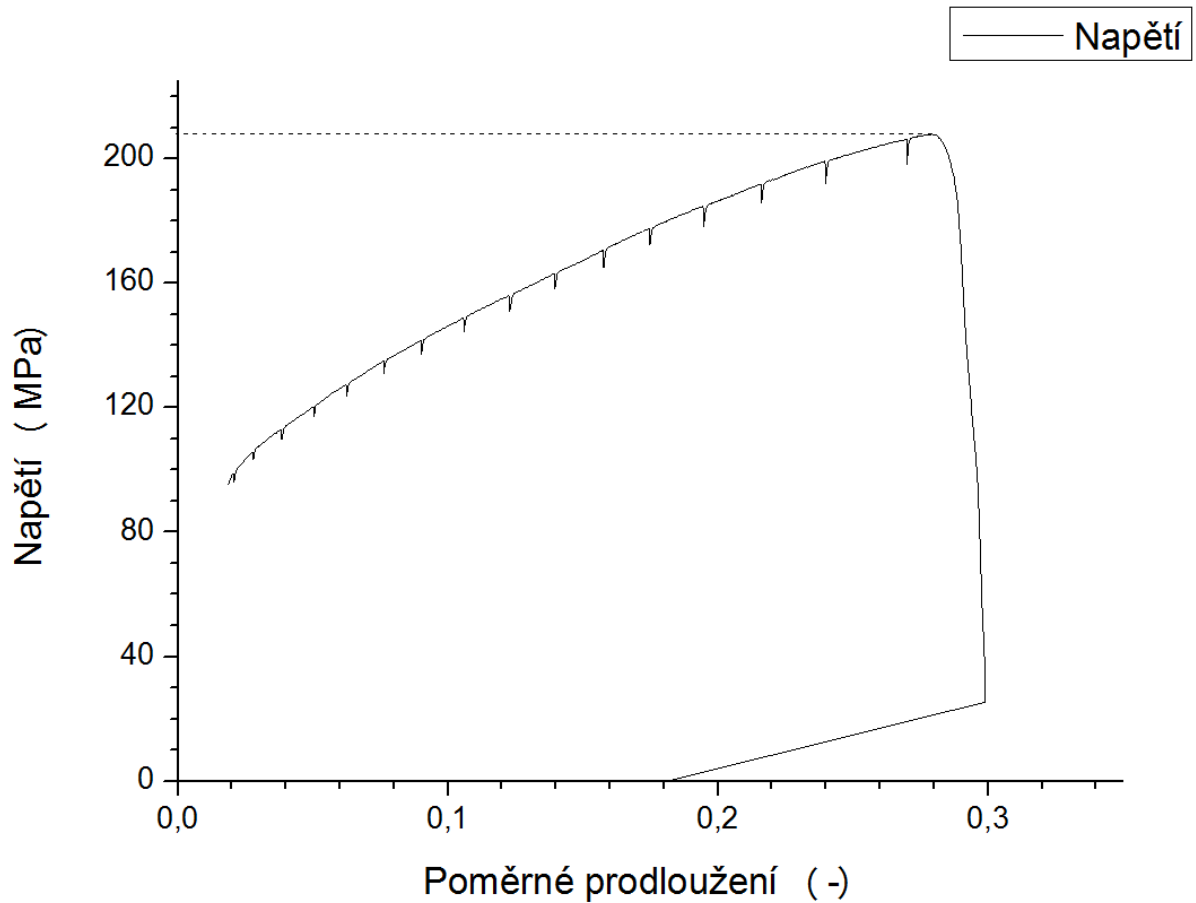
Obr. 10.14. Snímky získané při napětích 0; 26; 53; 80; 108; 135; 162; 189; 203 MPa

Vzorek 22.5.2

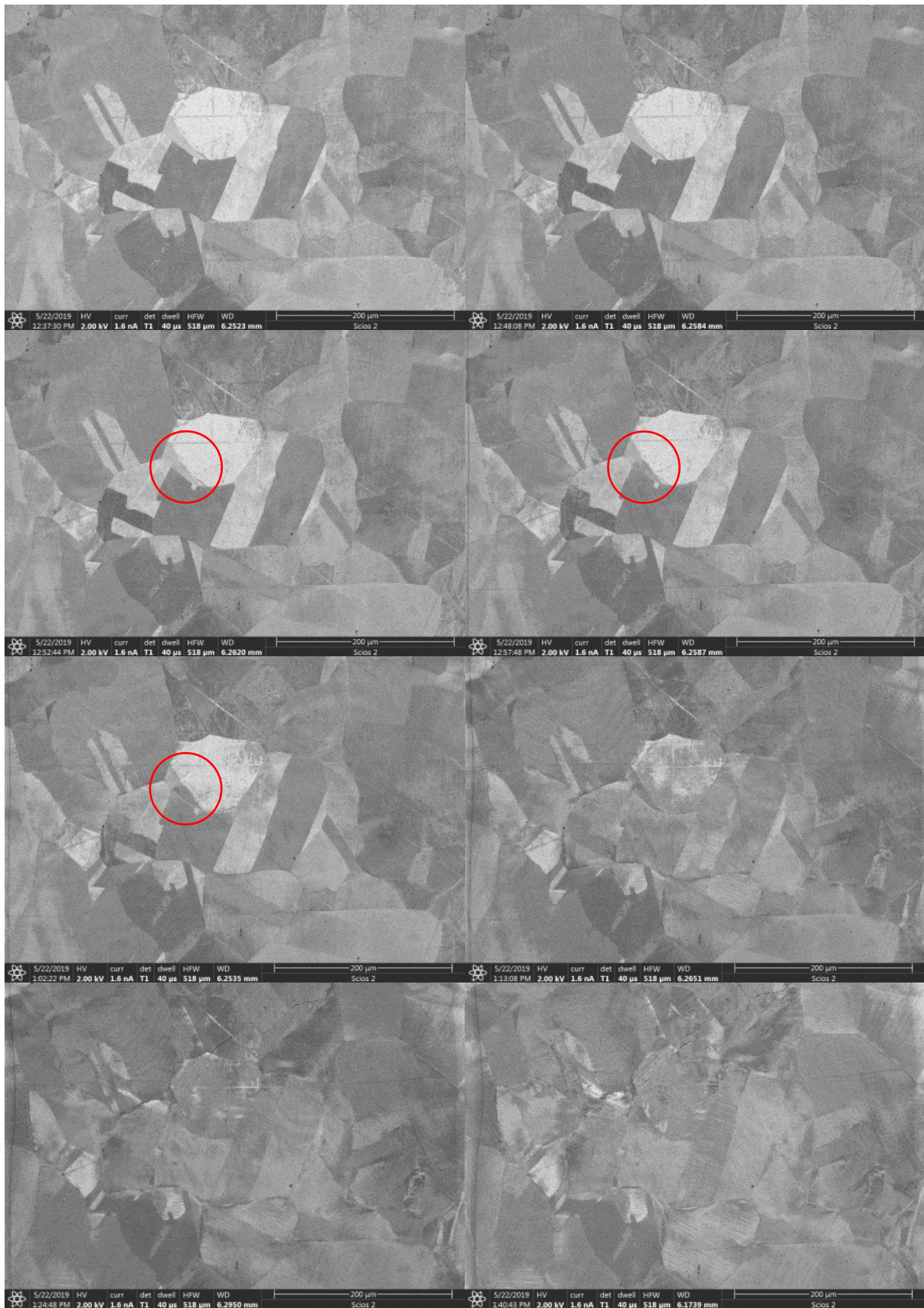
Rozměry pracovní oblasti vzorku byly 4,02 x 0,18 mm.

V průběhu měření vypadnul ovládací program. Natahování vzorku se podařilo zastavit až při síle 70 N, což odpovídá napětí 96,7 MPa. Nebylo tak možné určit mez kluzu.

$R_{\max} = 208 \text{ MPa}$



Obr. 10.15. Tahový diagram pro vzorek 22.5.2 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení.



Obr. 10.16. Snímky získané při napětích 0; 28; 99; 113; 127; 156; 185; 207MPa

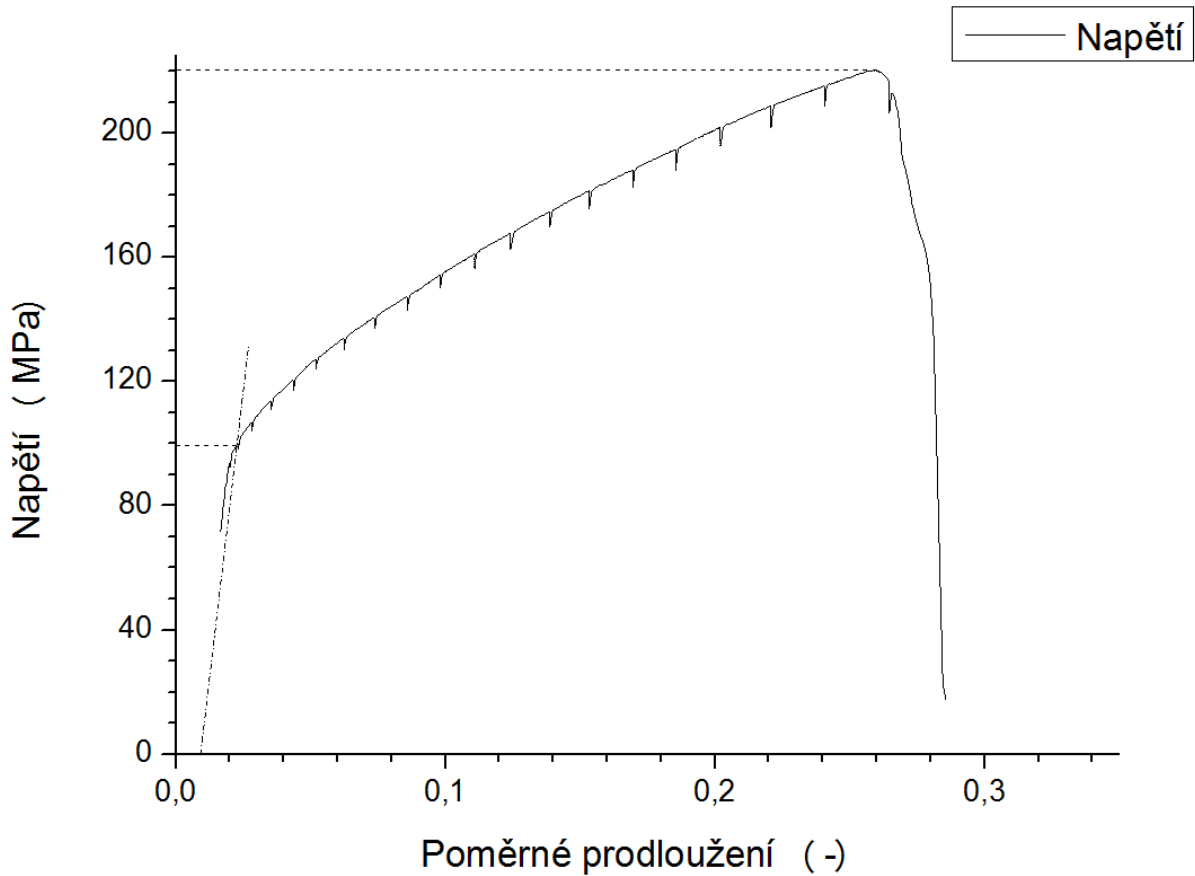
Vzorek 22.5.3

Rozměry pracovní oblasti vzorku 4,02 x 0,20 mm,

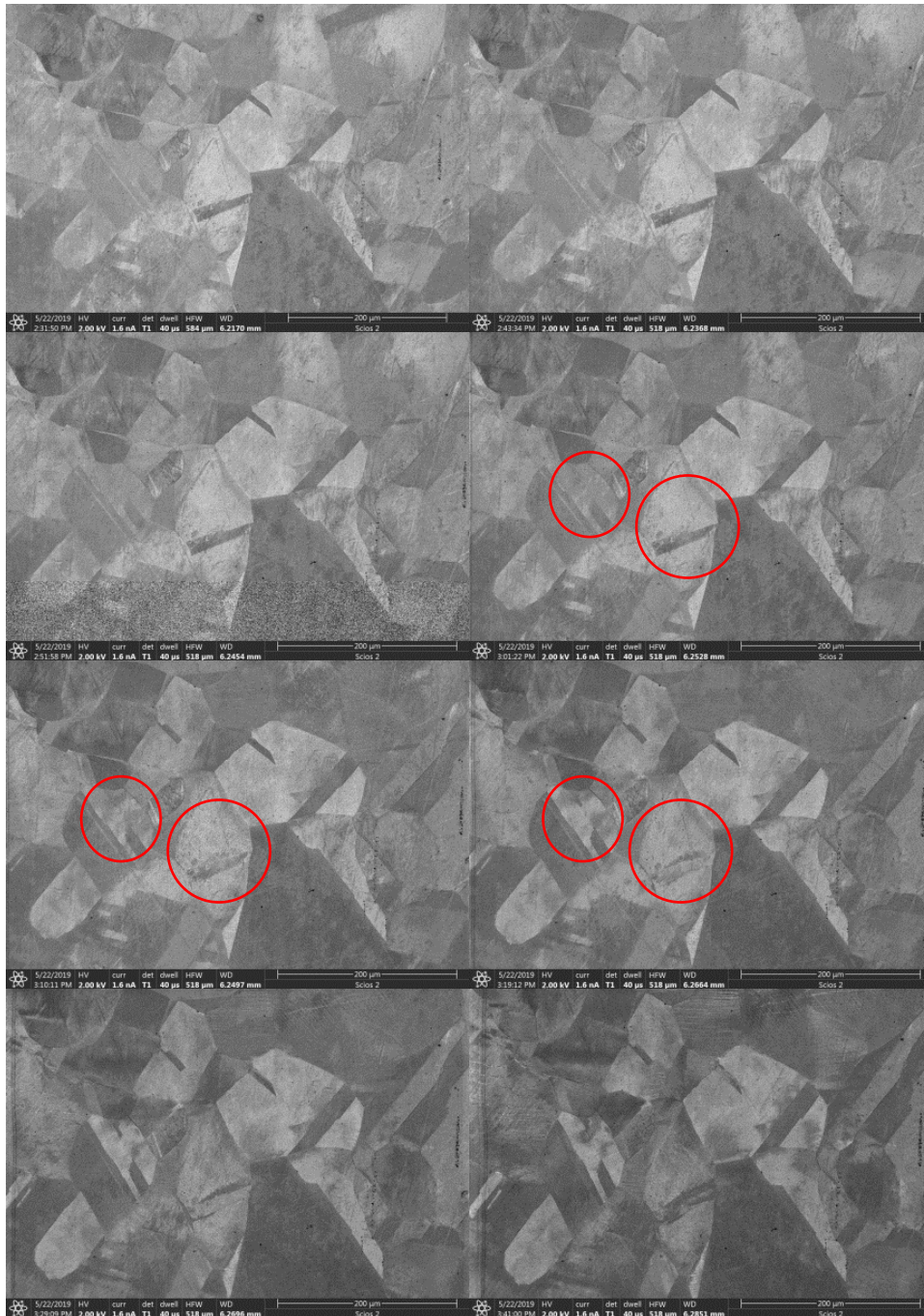
$R_{P0,2} = 99 \text{ MPa}$

$R_{\max} = 220 \text{ MPa}$

V průběhu měření opět vypadnul ovládací program. Natahování vzorku se podařilo zastavit až při síle 55N, což odpovídá napětí 68,4 MPa. Část elastické oblasti byla zachována, mez kluzu bylo možné odečíst.



Obr. 10.17. Tahový diagram pro vzorek 22.5.3 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení



Obr. 10.18. Snímky získané při napětích 0; 25; 51; 76; 102; 128; 153; 179; 205 MPa

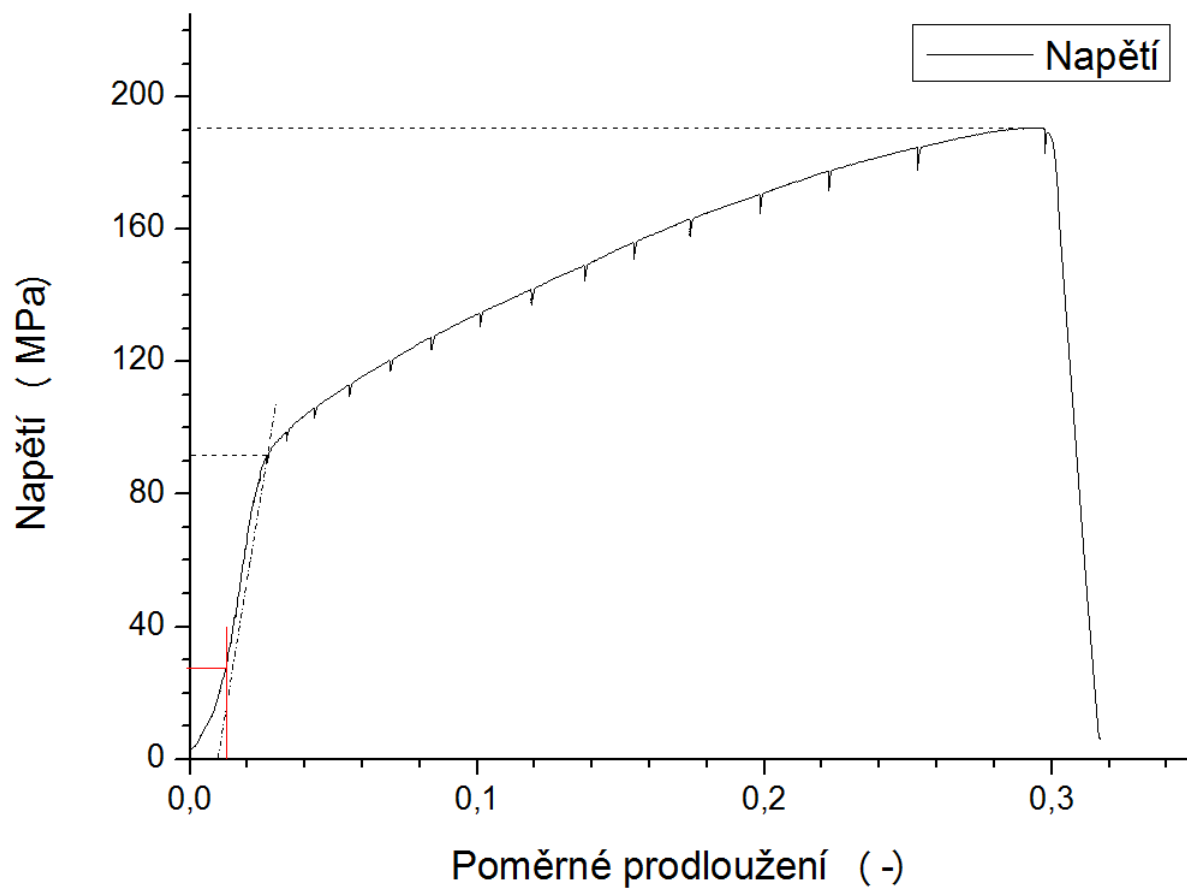
Vzorek 22.5.4.

Rozměry pracovní oblasti vzorku 4,02 x 0,18 mm,

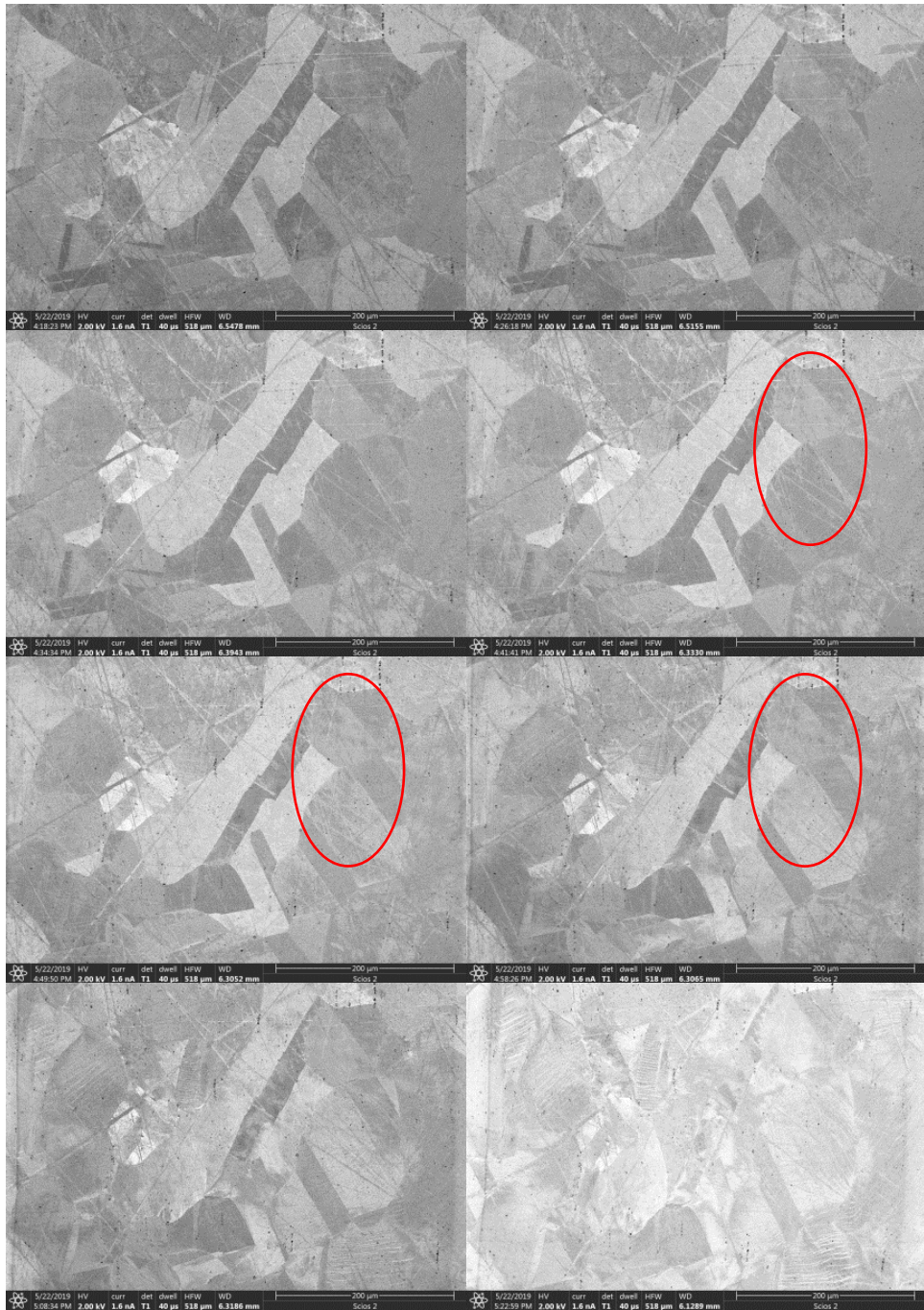
$R_{t0,5} = 27 \text{ MPa}$

$R_{p0,2} = 92 \text{ MPa}$

$R_{\max} = 191 \text{ MPa}$



Obr. 10.19. Tahový diagram pro vzorek 22.5.4 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení

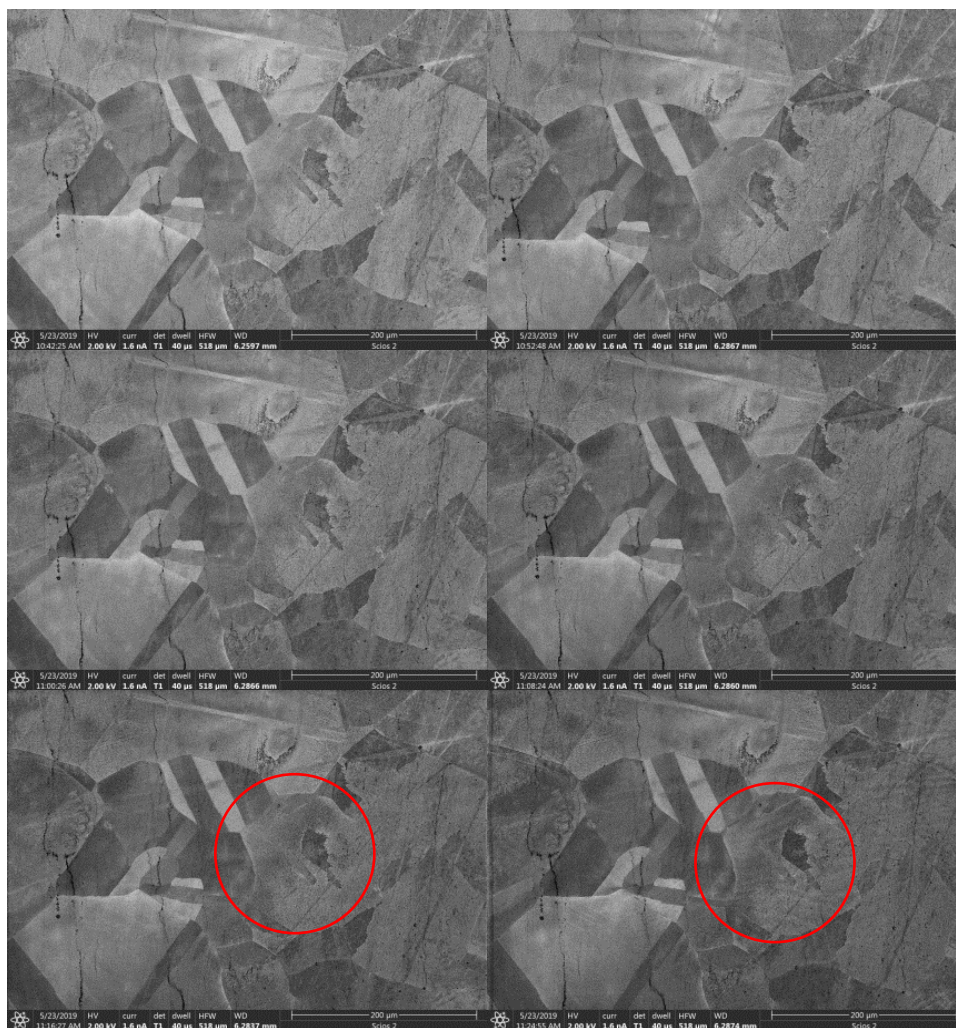


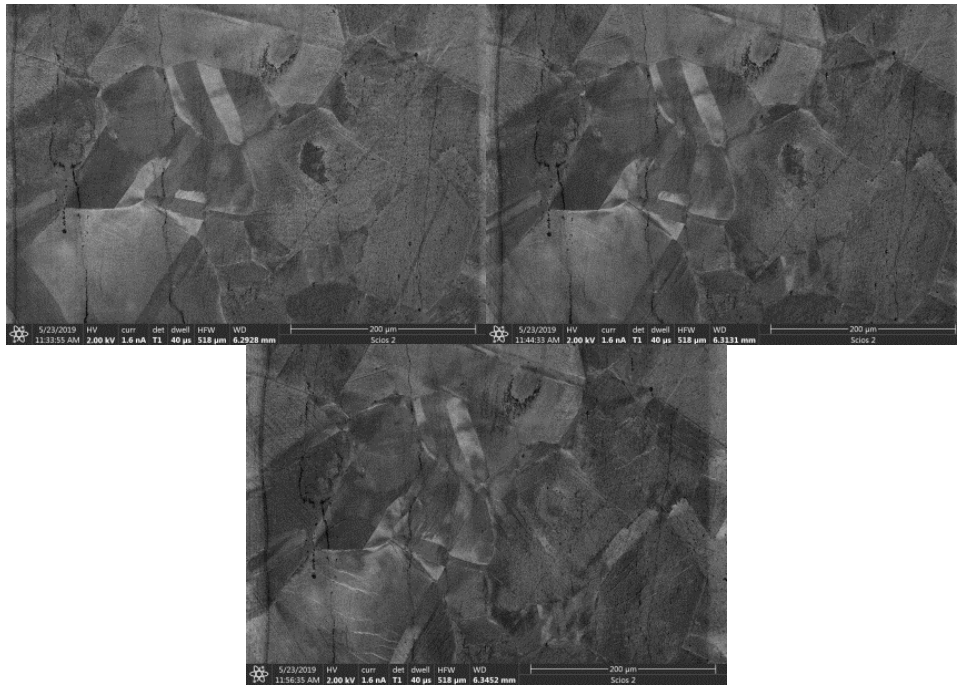
Obr. 10.20. Snímky získané při napětích 0; 28; 56; 85; 113; 142 ;171; 185 MPa

Vzorek 23.5.1

Rozměry pracovní oblasti vzorku byly 4,02 x 0,19 mm.

Chybou uživatele nebyl uložen průběh tahového diagramu. Hodnoty síly pro jednotlivé snímky jsou díky pravidelnému snímání známy. Je tak možné alespoň vytvořit sérii zobrazující vliv deformace na strukturu.





Obr. 10.21. Snímky získané při napětích 0; 27; 53; 80; 107; 135; 162; 189; 209 MPa

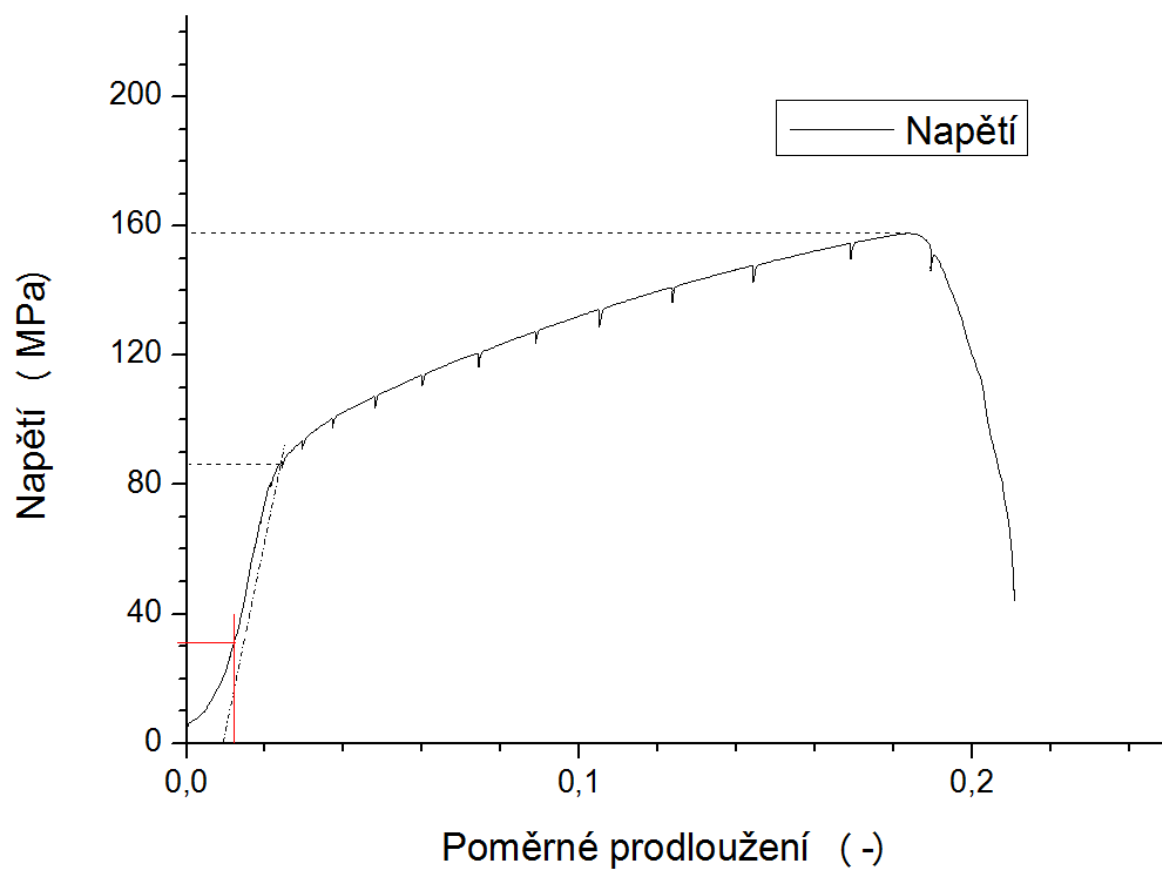
Vzorek 23.5.2

Rozměry pracovní oblasti vzorku 4,02 x 0,19 mm,

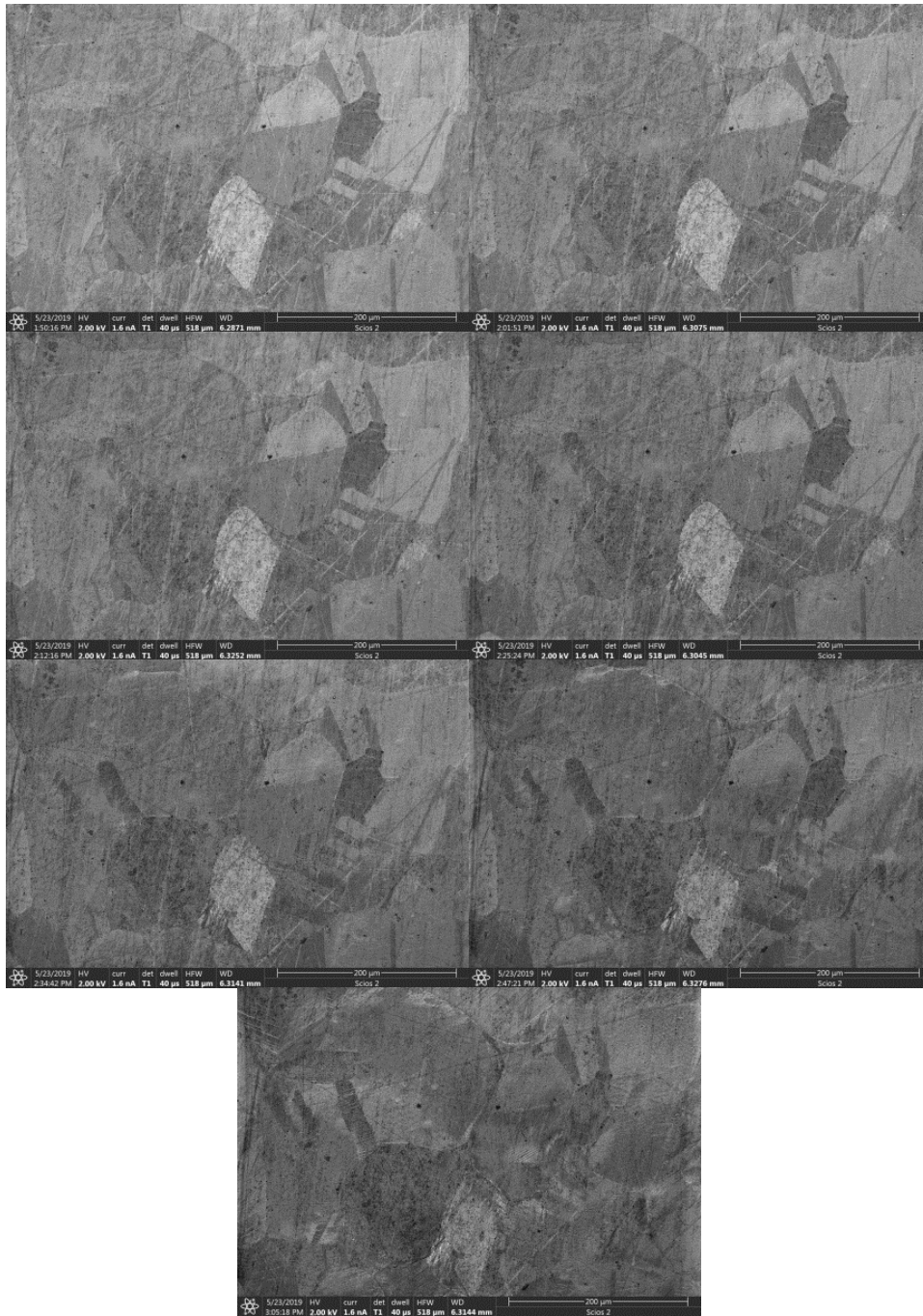
$R_{t0,5} = 31 \text{ MPa}$

$R_{p0,2} = 87 \text{ MPa}$

$R_{\max} = 158 \text{ MPa}$



Obr. 10.22. Tahový diagram pro vzorek 23.5.2 v jednotkách napětí a poměrného prodloužení



Obr. 10.23. Snímky získané při napětích 0; 27; 53; 80; 108; 135; 161 MPa

10.4 Vyhodnocení tahových zkoušek a snímků mikrostruktury

V mikrosnímcích uvedených v předcházejícím odstavci pozorujeme, že k první viditelné změně kontrastu dochází mezi stavy odpovídajícími síle 60 N a 80 N. To odpovídá hodnotám napětí 76-90 MPa, respektive 102-120 MPa. Vzhledem k určené mezi kluzu 90 MPa se jedná o výsledek odpovídající očekávání. Za mezí kluzu již dochází k deformaci skluzem dislokací, jejich hromadění, multiplikaci a dalším jevům, které vedou ke zvýšení dislokační hustoty ve vzorku. Důsledkem je pak narušení krystalové struktury vzorku, která způsobuje vznik rozdílného kontrastu jednotlivých zrn materiálu mechanismem kanálovacího kontrastu.

Další vývoj struktury ukazuje na pokračující narušování homogenity uvnitř zrn. Přes plochu celého snímku přitom dochází k celkovému poklesu kontrastu souvisejícímu se změnami původní orientace zrn.

Tab 10.3. Srovnání pevnostních vlastností vzorků.

Vzorek	Šířka	Tloušťka	R _{t0,5}	R _{p0,2}	R _{max}
	mm	mm	MPa	MPa	MPa
21.5.2	4,02	0,18	28	88	189
21.5.4	4,02	0,17	29	89	188
22.5.1	4,02	0,19	36	102	197
22.5.2	4,02	0,18	-	-	203
22.5.3	4,03	0,20	-	97	213
22.5.4	4,02	0,18	27	89	185
23.5.1	4,02	0,19	-	-	205
23.5.2	4,02	0,19	31	84	153

V přehledu výsledků nacházíme dvě skupiny vzorků s téměř shodným chováním a jeden odlišný případ. Tyto skupiny je zřejmě možno vysvětlit průběhem přípravy vzorků a přesností měření.

Strojně vyrobené vzorky byly nejdříve jemně obroušeny brusnou vatou pro odstranění zbytků lepidla použitého k uchycení vzorku při frézování, pro očištění nerovnoměrně zoxidovaného povrchu a odstranění otřepů. Toto obroušení bylo provedeno ručně. V této fázi mohly být vytvořeny nebo nedostatečně zahlazeny vruby na hranách vzorku, které pak působily jako koncentrátor napětí.

Očištěné vzorky byly žíhány na teplotě 750° C po dobu 5 h, čímž bylo dosaženo relaxace deformace, která mohla být vnesena při výrobě vzorku. Dalším efektem byl růst velikosti zrna na velikost vhodnou pro pohodlné pozorování.

Poté byly vzorky přilepeny kyanoakrylátovým lepidlem na metalografický „špuntu“ o průměru 30 mm pro automatizované broušení v metalografické brusce Struers Tegramin. Celkem bylo připraveno 12 vzorků. Bruska je vybavena unášecem pro 4 vzorky, takže se jednalo o 3 dávky vzorků. Po vyleštění vzorků postupem dle doporučení výrobce Struers byly vzorky se „špuntu“ snímány rozpuštěním lepidla acetonem v ultrazvukové čističce. Některé vzorky byly při snímání se „špuntu“ poškozeny nebo vykazovaly projevy deformace ve struktuře již při založení do mikroskopu. Pro analýzu tak zůstalo 8 vzorků. Záznamy o preparaci však nebyly tak podrobné, aby bylo možno jednoznačně prokázat souvislost rozdílů v hodnotách mechanických vlastností se specifickým průběhem přípravy vzorku.

Dalším faktorem, který mohl způsobit rozdíly mezi vlastnostmi vzorků, je jejich velmi malá tloušťka. I při měření digitálním posuvným měřítkem s krokem 0,01 mm představuje odchylka o 0,005 mm chybu přibližně 2,5 %. Na mezi kluzu se tak jedná o rozptyl $\pm 2,5$ MPa a na mezi pevnosti ± 5 MPa. Při porovnávání dvou vzorků se mohou odchylky sečíst, takže dojdeme k možnému rozptylu 5 MPa na mezi kluzu a až 10 MPa na mezi pevnosti. Tato úvaha umožňuje považovat chování většiny vzorků za dosti podobné.

Nepochybnou odchylku vykázal vzorek 23.5.2., a totiž přibližně 40 MPa od ostatních vzorků. Tento rozdíl je možné přičíst hypotetické přítomnosti vrubu ve zkušební oblasti, který způsobil iniciaci trhliny při nižší hodnotě nominálního napětí.

10.5 Extrémní deformace v okolí trhliny

V průběhu tahové zkoušky byla mikroskopicky snímána předem vybraná skupina zrn a hodnoceny projevy rovnoměrné elasticko-plastické deformace. Na mezi pevnosti bylo dosaženo deformace přibližně 25%. Za mezi pevnosti dochází k lokalizaci deformace a tvorbě krčku. Za dalšího pokračování tahu pak deformace probíhá pouze v této oblasti za podmínek trojosé napjatosti. Přesné vyhodnocení napětí a velikosti deformace není možné vzhledem k málo známé geometrii oblasti. Je však zřejmé, že se bude jednat o hodnoty napětí přesahující mez pevnosti materiálu při velmi vysoké intenzitě deformace.

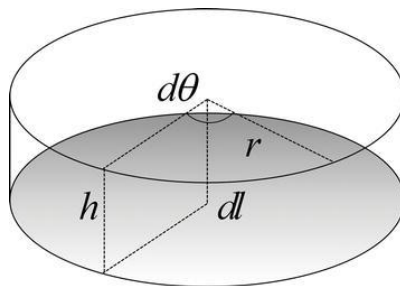
U některých vzorků bylo po zaznamenání poklesu síly přeneseno pozorování do oblasti čela trhliny. V okolí čela trhliny byla struktura vzorku velmi silně modifikována. Původní zrna je možné pouze tušit ve vzdálenosti kolem 100 μm od trhliny. Blíže k trhlíně je struktura natolik

přetvořena, že původní hranice zrn není možné rozeznat. Vzhled struktury by se dal přirovnat k ultrajemnozrným (ultra-fine-grained (UFG)) materiálům. Tyto materiály bývají jako objemové připravovány pomocí metod výrazné plastické deformace (severe plastic deformation (SPD)). Tyto přístupy vnášejí do materiálu extrémní deformaci až 1000% a vzniká struktura s velikostí zrna pod 1 μm [57].

Srovnání vzhledu struktury našeho vzorku s UFG strukturami vytvořenými pomocí známé intenzity deformace může poskytnout hrubý odhad velikosti intenzity deformace v oblasti čela trhliny. Jako nejvhodnější pro srovnání se jeví metoda High-pressure torsion, při níž je vzorek ve tvaru disku silně stlačen a zároveň dochází k vzájemné rotaci čelistí, kterými je svírán. Tímto způsobem je vytvořena smyková deformace, jejíž intenzita může přesahovat 1000%. Intenzita deformace se ovšem v objemu vzorku spojitě mění a je tak možné nalézt místo s požadovanou intenzitou deformace pro srovnání.

Velikost deformace ve vybraném místě vzorku je možné vypočítat pomocí vzorce:

$$d\gamma = \frac{dl}{h} = \frac{rd\theta}{h} \quad (12) [59][60]$$



Obr. 10.24. Schéma parametrů pro určení intenzity deformace při procesu HPT [60].

Vzorec je možné integrovat a získat tak jeho zjednodušenou formu:

$$\gamma = \frac{2\pi Nr}{h} \quad (13)[59]$$

Kde:

γ – smyková deformace

N - počet otáček

r – poloměr disku či vzdálenost místa od středu disku, kde určujeme deformaci

h – výška disku

Odpovídající Von Misesovu deformaci je možné určit pomocí vzorce:

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}$$

Srovnávací vzorek může také nabídnou proces ECAP. Zde je však nárůst deformace po jednotlivých průchodech skokový. Intenzitu deformace při tomto procesu je možno vypočíst podle vzorce:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot g \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Phi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (14)[61]$$

Kde:

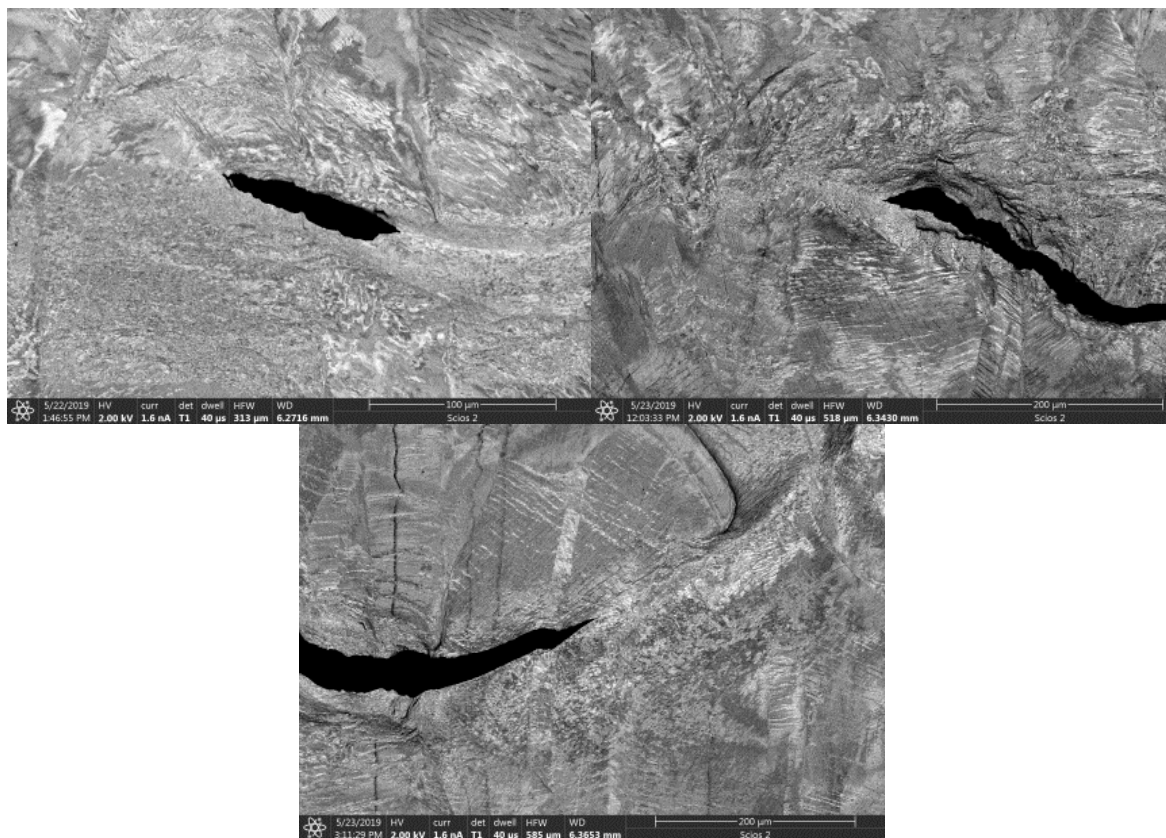
ε - deformace

N – počet průchodů

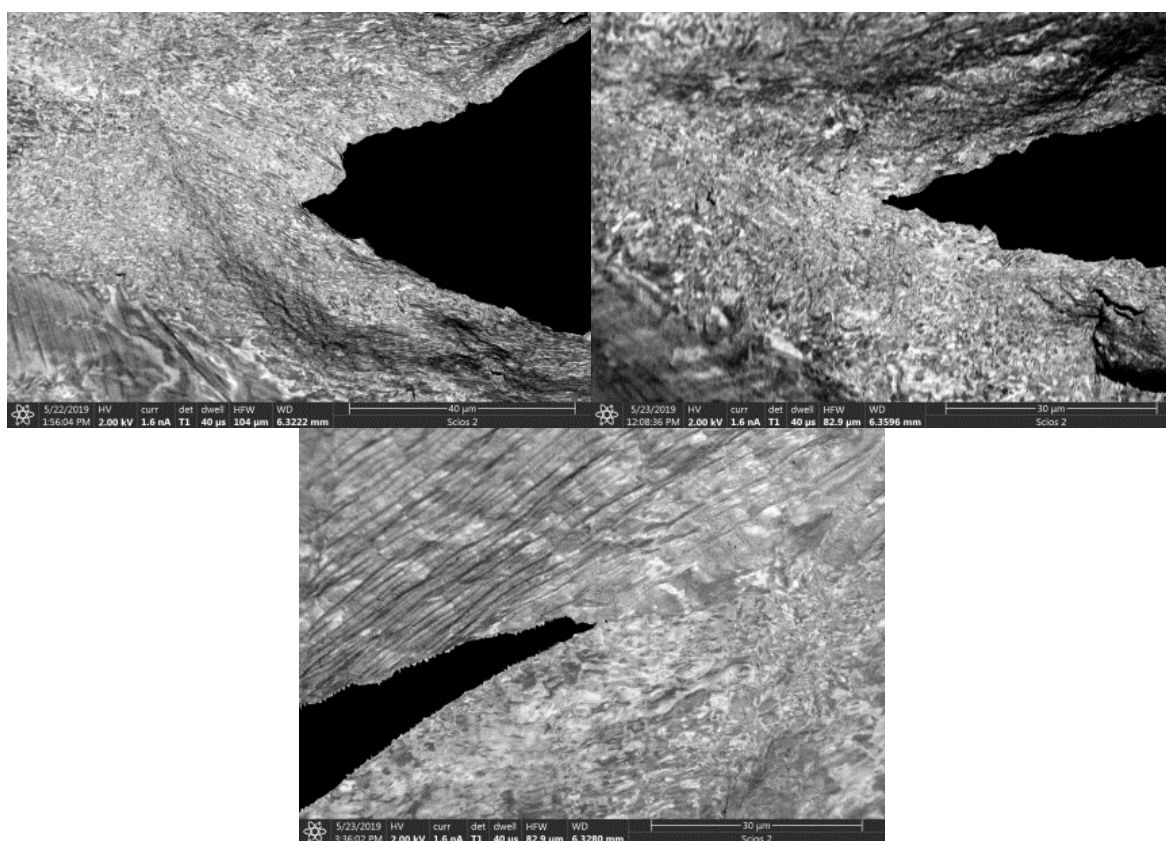
Φ – úhel mezi kanály

Ψ – úhel zaoblení přechodu mezi kanály

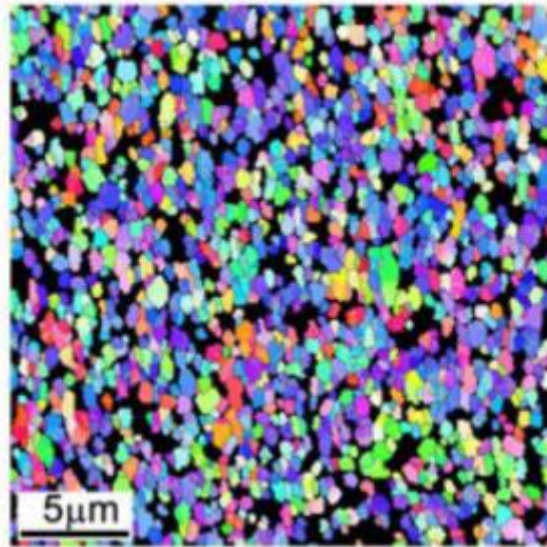
Pro 90° zápusťku se jedná o hodnoty deformace kolem $\varepsilon = 1$ pro jeden průchod, přičemž s opakováním průchodů intenzita deformace dále roste. Při osmi průchodech se tak jedná o cca $\varepsilon = 8$. Pro zápusťky s úhlem 135° je při jednom průchodu dosaženo $\varepsilon = 0,5$. S tímto výpočetním aparátem je možné určit intenzitu deformace ve vzorku a přiřadit zobrazenou strukturu k odpovídající deformaci. Problémem je nalezení dostatečně rozsáhlé série snímků mikrostruktury mědi po SPD procesu s dostatečně popsáním postupem zpracování.



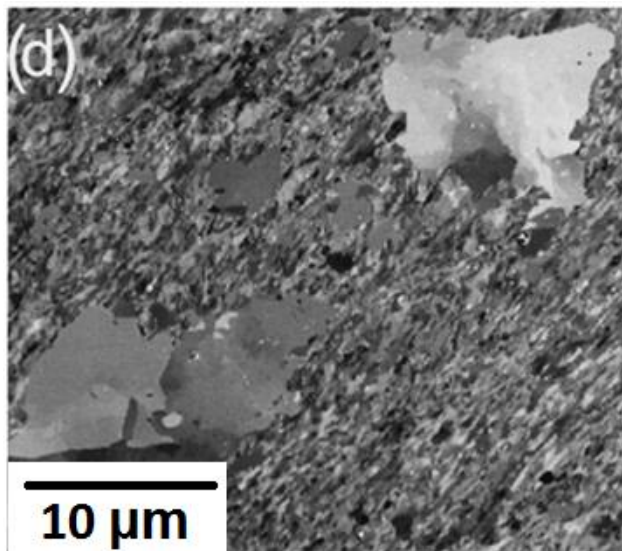
Obr. 10.25. Přehledové snímky čela trhliny vzorků 22.5.2; 23.5.1; 23.5.2.



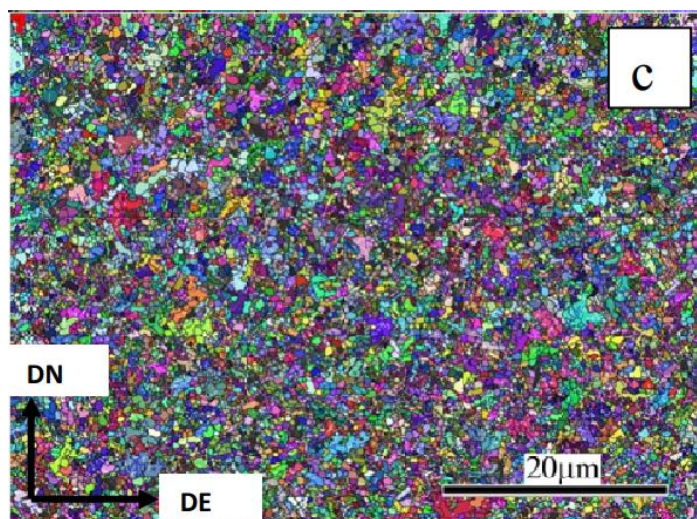
Obr. 10.26. Detaily čela trhliny vzorků 22.5.2; 23.5.1; 23.5.2.



Obr. 10.27. *Struktura po procesu HPT, zjištěná pomocí EBSD (tl. 0,8 mm, $N = 0,5$, $r = 3,5$ mm) [62].*



Obr. 10.28. *Struktura mědi po procesu ECAP; 8 průchodů způsobem B_c , SLEEM, $E_L = 2$ keV [37][63].*



Obr. 10.29. Snímek EBSD mědi po procesu ECAP, 8 průchodů způsobem Bc [64].

Vhodné srovnávací snímky vzorku po procesu HPT byly nalezeny v publikaci [62]. Jednalo se o vzorek o tloušťce 0,8 mm deformovaný rotací o $\frac{1}{2}$ otáčky při tlaku 6 Gpa a srovnávaný snímek byl pořízen ve vzdálenosti 3,5 mm od středu vzorku. Rozměr zrna byl zjištěn jako srovnatelný s rozměrem zrna pozorovaným ve struktuře v blízkosti čela trhliny na tahovém vzorku. Vypočtená intenzita deformace byla $\varepsilon = 7,94$. Publikace také poskytla snímek pořízený ve vzdálenosti 1,5 mm od středu disku, kde intenzita deformace činila $\varepsilon = 3,40$. Tato struktura však byla hrubší než struktura pozorovaná na tahovém vzorku.

U vzorků prošlých procesem ECAP byla srovnatelná struktura získána při 8 průchodech způsobem Bc, kdy byla intenzita deformace přibližně $\varepsilon = 8$ [63][65][62].

Toto srovnání nám může posloužit k odhadu intenzity deformace. Stále se však jedná jen o hrubé přiblížení intenzit deformace na čele trhliny, jejíž geometrii není možné přesně definovat a navíc je v čase proměnná.

11 DISKUZE VÝSLEDKŮ

V průběhu měření byly získány výsledky, které se v některých bodech shodovaly s výstupem očekávaným na základě teoretické přípravy experimentu. Některé body však předpokládaným výstupům neodpovídaly. V této části budou diskutovány možné příčiny těchto jevů.

11.1 Experimenty v mikroskopu TESCAN Vega

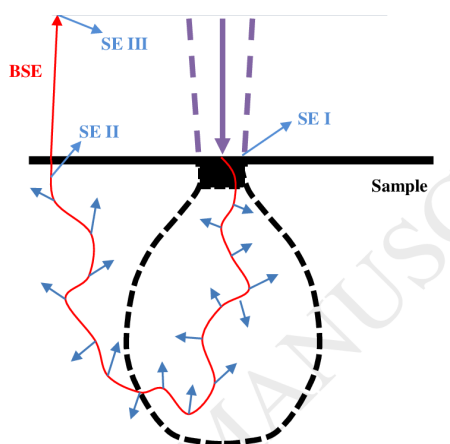
11.1.1 Standardní SE mikrosnímky v SEM vykazovaly lepší kontrast mezi zrny, než snímky pořízené v režimu SLEEM

Ze sérií snímků získaných v mikroskopu TESCAN Vega na vzorcích typu pásek s otvorem poskytovaly výraznější kontrast snímky v běžném režimu SEM než v režimu SLEEM. Snímky v sekundárních elektronech byly snímány při dopadové energii 5 keV, zatímco v režimu SLEEM byla primární energie svazku 5 keV a dopadová energie 1500 eV.

Vzorky byly čerstvě připravené a díky tomu bylo možné krystalografický kontrast pozorovat i v režimu sekundárních elektronů. Snímání probíhalo v bezprostřední blízkosti otvoru sloužícího jako koncentrátor napětí, kde bylo dosahováno nejvyššího napětí a nejintenzivnějších projevů deformace. V režimu SLEEM bylo nutné pozorovat ve větší vzdálenosti od otvoru z důvodu příliš velkého zakřivení povrchové ekvipotenciály u hrany otvoru. Intenzita deformace v pozorovaných oblastech tak nebyla srovnatelná. Vzhledem k nutnosti provádět mezi snímáním v režimech SE a SLEEM velké korekce nastavení, což znemožňovalo zobrazovat identické pole v obou režimech, byl tento druh pozorování ukončen.

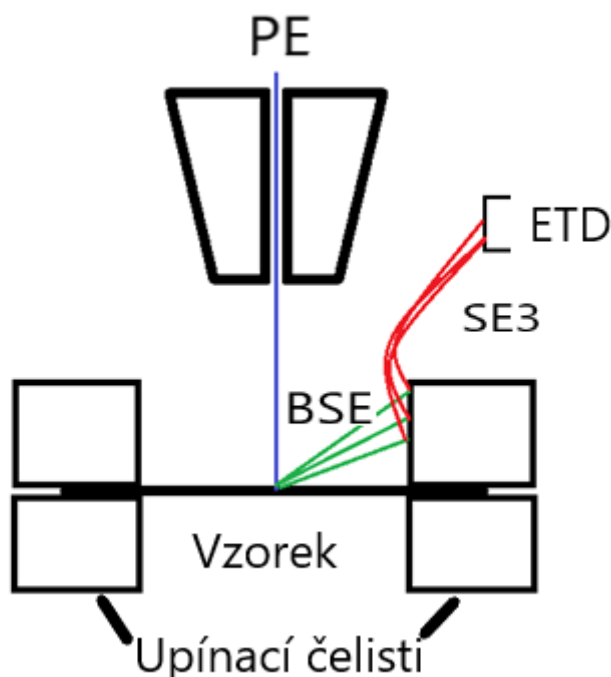
11.1.2 Intenzivní zobrazení vlivů deformace v režimu SE v TESCAN Vega

Při pozorování na vzorcích typu pásek s otvorem se v režimu sekundárních elektronů velmi výrazně projevovaly vlivy deformace. Vzhledem k typu kontrastu obvykle poskytovanému sekundárními elektrony nebyl tento efekt očekáván.



Obr. 11.1. Schéma emise sekundárních elektronů [65].

Výrazný kontrast mohl vzniknout mechanismem vybuzení sekundárních elektronů zpětně odraženými elektrony unikajícími ze vzorku. Tento typ elektronů bývá označován jako SE2. Vzhledem ke tvaru upínacích čelistí je navíc pravděpodobné, že zpětně odražené elektrony opouštějící vzorek pod vysokými úhly vzhledem k primárnímu svazku vybudily významné množství SE3 v upínacích čelistech. Poněvadž vysokoúhlové BSE nesou zvýrazněnou informaci o krystalografické orientaci zrn, mohly ji SE3 vybuzené těmito elektrony přenést k detektoru sekundárních elektronů.



Obr. 11.2. Schéma umístění upínacích čelistí a vybuzení SE3 (červeně) vysokoúhlovými BSE (zeleně)

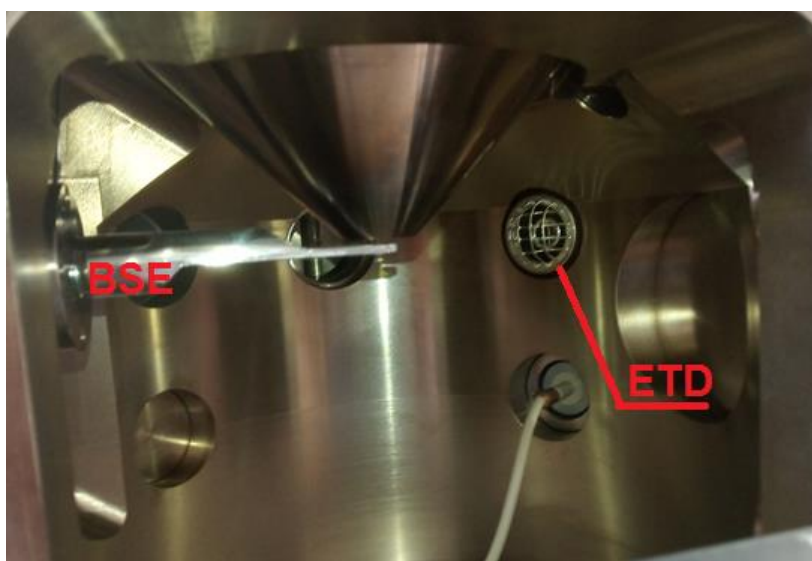
11.2 Rozdíly mezi mikroskopy Scios a Vega při zobrazení pomocí ETD

Podstatou tohoto rozdílu je specifický způsob formování svazku v tubusu mikroskopu a tím i detekce jiného typu obrazového signálu.

Režim použitý v mikroskopu Scios využíval vysoký kladný potenciál na takzvané A-tube ke zpomalení elektronů a nasátí signálních elektronů do tubusu. Kladný potenciál přivedený na A-tube je řádově větší než kladný potenciál mřížky ETD (8000 V vs. 300 V). Sekundární elektrony jsou tedy vtaženy do tubusu a na ETD mohou dopadat zejména zpětně odražené elektrony opouštějící vzorek pod vysokým úhlem vzhledem ke svazku a SE3 těmito elektrony vybuzené. Budeme-li nicméně předpokládat, že do tubusu jsou vtaženy SE jen do jistého úhlu

emise a že SE emitované pod vysokým úhlem od osy svazku jsou v ETD detekovány, pak dostaneme topografickou informaci; totéž platí i pro BSE nad cca 85° [65].

V přístroji Tescan Vega působí v komoře mikroskopu v módu SE pouze kladný potenciál mřížky ETD detektoru. Sekundární elektrony jsou díky své nízké energii staženy k detektoru, čímž je zajištěna vysoká účinnost jejich detekce. Zpětně odražené elektrony emitované ve směru detektoru na něj také dopadají, ale jen v úzkém kuželi a detekce proto není účinná. ETD tak detekuje směs SE a BSE signálu s významnou převahou SE.



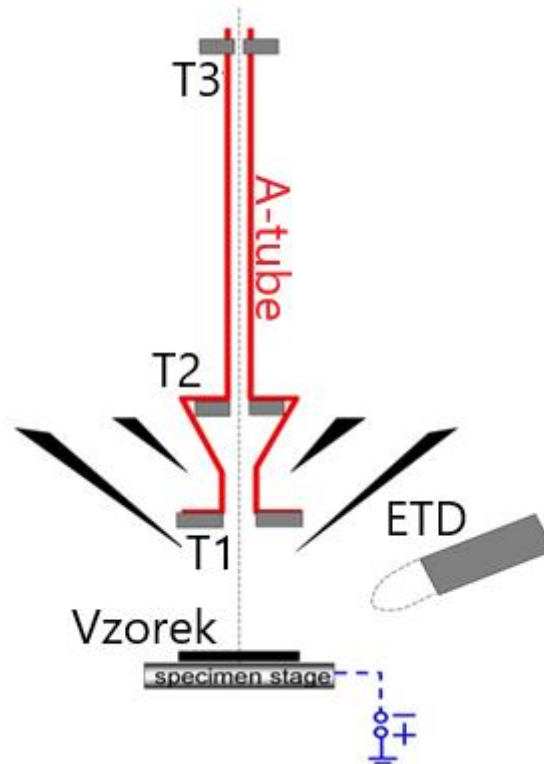
Obr. 11.3. Foto komory mikroskopu VEGA s ETD na stěně komory.

Ke vzniku silné krystalografické informace může dojít při dopadu BSE opouštějících vzorek pod vyššími úhly na čelisti tahového stolku, kde vybudí SE3. Tyto sekundární elektrony pak jsou polem ETD nasáty a detekovány – viz obr 11.2. Musíme ovšem předpokládat, že BSE jsou zachycovány z intervalu úhlu emise 60° až 80°, v němž krystalografický kontrast dominuje.

11.3 Experimenty v mikroskopu Thermo Fisher Scios

11.3.1 Složky signálu detekované kanály T1 a T2

V použitém mikroskopu FEI Scios byly instalovány in-lens / through-the-lens detektory označované jako T1 a T2; detektor T3 nebyl instalován. Jejich umístění je naznačeno na následujícím schématu (viz rovněž obr. 10.1.):



Obr. 11.4. Schéma uspořádání detektorů v tubusu Scios [51].

V použitém zobrazovacím režimu je svazek veden uvnitř A-tube, na kterou je přiveden vysoký kladný potenciál. Po opuštění trubice elektrony zpomalují na svoji dopadovou energii. Stejně elektrické pole pak vtahuje signální elektrony k detektorům umístěným v tubusu. Z údajů poskytnutých firmou FEI vyplývá, že detektor T1 zachycuje elektrony s energií vyšší než 600 eV, takže se jedná o čistý signál BSE, nicméně tvořený elektrony emitovanými pouze v úhlu do cca 30° od normály povrchu vzorku. Detektor T2 zachycuje elektrony s energií od 0 do 500 eV a také velmi malý podíl elektronů s vyšší energií opouštějících vzorek téměř v ose svazku. Signál tohoto kanálu je tedy tvořen převážně SE. BSE emitované pod vysokým úhlem mohou být v daném uspořádání zachycovány pouze prostřednictvím SE3, popřípadě i SE2. Krystalografická informace obsažená v BSE detekovaných v kanálu T1 je v signálu detektoru T2 pravděpodobně také přítomna, je však překryta intenzitou signálu SE.

11.3.2 Elastická deformace a její vliv

Jak bylo popsáno v teoretické části, viditelné projevy elastické deformace v mikrosnímčích struktury kovu nebyly očekávány. Tento předpoklad se potvrdil. Při elastické deformaci dochází pouze k natahování vazeb mezi jednotlivými atomy. Může tak dojít ke zvětšení mezer mezi atomovými sloupci, avšak geometrie kanálovacího kontrastu není výrazně narušena – viz obr. 2.2.

11.3.3 Plastická deformace a její vliv

V teoretické části byl předpokládán vliv plastické deformace na vzhled struktury popsán z pohledu kanálovacího kontrastu. V různých krystalografických orientacích pronikají primární elektrony před pružnou srážkou „kanály“ mezi atomovými rovinami do různé hloubky vzorku. Po pružné srážce nebo srážkách, která nebo které významně mění jejich směr pohybu, je pak jejich šance na únik ze vzorku závislá na hloubce, ve které ke srážce došlo. Dojde-li k pružné srážce ve větší hloubce, sníží se pravděpodobnost, že elektron opustí vzorek a bude detekován – místo nižšího jasů obrazu.

Plastická deformace narušuje vytvářením dislokací pravidelnost kanálů, kterými elektrony pronikají do hloubky vzorku – viz obr. 5.1.

V původně tmavších zrnech, kde elektrony pronikaly do velké hloubky a následně obtížně unikaly ze vzorku, tvoří atomy vychýlené ze svých pozic napětovým polem dislokace překážky kanálování. V těchto zrnech pak vznikají světlejší oblasti. Naopak v původně světlejších zrnech může docházet ke zvětšení hloubky průniku elektronů do vzorku a vznikají tak tmavé oblasti. Kontrast vzniklý kanálováním je velmi citlivý na náklon vzorku, jak dokládají mikrosnímky pořízené na UFG Cu i pro náklon pouze do 1,5° [37]. K významné změně kontrastu tedy postačují jen malé modifikace kanálů vytvořené napětovým polem dislokací.

Vzhledem k rozlišovací schopnosti SEM není zde prezentovaná metoda schopná zobrazit dislokaci přímo. Posun atomů v okolí dislokace však rozšiřuje pole, ve kterém dislokace působí změny vzhledu struktury. Nakupení dislokací, ke kterému dochází při pokračování plastické deformace, pak tento efekt dále zesiluje.

11.3.4 Detekovatelná deformace

Předchozí experimenty zmíněné v kapitole 5 ukazovaly projevy deformace na extrémně deformovaných vzorcích, jako např. ocel po tixoformingu či UFG materiály připravené metodami výrazné plastické deformace. V těchto případech je možné dosahovat deformace v řádu stovek procent. V našem případě miniaturizované tahové zkoušky se jedná o

deformace řádově menší. Hlavní otázkou tedy je minimální zaznamatelná intenzita deformace. Při tahových zkouškách doházelo k prodloužení o cca 25%. První projevy deformace ve vzhledu struktury byly zaznamenány při síle cca 80 N. Odečtením z grafů zjistíme, že jsme zaznamenali plastickou deformaci v rozmezí 3-4%.

11.3.5 Možnosti určení intenzity deformace

Určení intenzity deformace pomocí vzhledu struktury je velmi obtížné. Projevy deformace na úrovni jednotlivých zrn jsou silně závislé na jejich orientaci. Intenzitu vnesené deformace je tak možné pouze odhadovat. Přesné určení by vyžadovalo identická seskupení zrn ve zkušebním i porovnávacím vzorku, což není prakticky realizovatelné.

11.3.6 Možnosti využití metody

Experimenty na čisté mědi posloužily k ověření funkčnosti metody a rozsahu jejích možností. Z aplikačního hlediska je zobrazování deformace materiálu pomocí pomalých elektronů zajímavé například pro sledování vývoje struktury materiálů, u kterých dochází k deformací vyvolané fázové přeměně. Příkladem průmyslového materiálu takového typu jsou TRIP oceli.

12 ZÁVĚR

Tato práce popisuje provádění tahové zkoušky materiálu v komoře rastrovacího elektronového mikroskopu za současného sledování změn krystalografického kontrastu uvnitř zrn rekrystalizované Cu. Za tímto účelem byly studovány a následně optimalizovány parametry SEM s cílem dosáhnout maximálního krystalografického kontrastu. K experimentu byly využity dva typy mikroskopů umožňující režim katodové čočky, a to jednoduchý model Vega (Tescan) a pokročilý Scios (Thermo Fisher Scientific, dříve FEI). Pro mikroskop Vega byly jako optimální parametry zobrazení určeny klasické mikrosnímky v signálu SE. V mikroskopu Scios byl využit pokročilý detekční systém TRINITY, který výrazně rozšířil možnosti zobrazení díky simultánní detekci několika druhů signálů. Jako optimální způsob zobrazení byl použit režim mikroskopu označovaný jako Optiplan. Každý z detekčních kanálů poskytoval specifický obrazový signál, jejichž kombinace usnadňovala vyhodnocení projevů deformace ve struktuře.

První projevy deformace ve vzhledu mikrostruktury byly zaznamenány v obraze získaném pomocí in-lens detektoru T1 při intenzitě plastické deformace 3 - 4%. Míra projevů deformace ve struktuře pak dále narůstala až do přetržení vzorku, ke kterému docházelo přibližně při 25% deformaci.

Přesná kvantifikace intenzity deformace na základě vzhledu struktury není obecně možná. Získat lze její řádový odhad na základě podobnosti se strukturou o známé intenzitě deformace. Nejintenzivnější projevy deformace byly podle očekávání zaznamenány v okolí čela trhliny. Struktura svým vzhledem připomínala ultrajemnozrné materiály připravené pomocí ověřených metod výrazné plastické deformace. Na základě podobnosti struktur pak byla odhadnuta intenzita deformace v této oblasti.

Experimenty se vzorky čisté mědi potvrdily možnosti použití in-situ miniaturizované tahové zkoušky a demonstrovaly zviditelnění deformace ve struktuře. Jednalo se o pilotní experimenty.

Dalším krokem vývoje metody bude její aplikace na průmyslové materiály. Jako nejprínosnější se využití in-situ tahové zkoušky jeví u materiálů s deformačně indukovanou fázovou transformací. Typickým příkladem takového průmyslového materiálu jsou TRIP oceli využívané například v automobilovém průmyslu. Použití in-situ tahové zkoušky by umožnilo provádět analýzu fázové přeměny v průběhu zatěžování a z jednoho vzorku získat data pro celý průběh deformace.

13 LITERATURA

- [1] BELL, D. C., ERDMAN, N. *Low voltage electron microscopy: principles and applications*. Chichester: John Wiley and Sons, 2012. ISBN 978-1-119-97111-5.
- [2] WILLIAMS, D. B., CARTER, C. B. *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. New York: Springer, 2009. ISBN 978-0-387-76500-6.
- [3] REIMER, L. *Transmission electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. Berlin: Springer, 1993. ISBN 3-540-56849-2.
- [4] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. New York: Springer, 1998. ISBN 3-540-63976-4.
- [5] KEYSE, R. J. et al. *Introduction to scanning transmission electron microscopy*. New York: Springer, 1998. ISBN 978-0387915173 .
- [6] PENNYCOOK, S. J., NELLIST P. D., ed. *Scanning transmission electron microscopy: imaging and analysis*. New York: Springer, 2011. ISBN 978-1-4419-7199-9.
- [7] *Electron sources and vakuum nanoelectronics* [online]. Last revision 20th of April 2011 [cit. 10. 8. 2017]. Dostupné z: < http://www.mina.ubc.ca/project_electron-sources-and-vacuum-nanoelectronics> .
- [8] *Channeltron electron multiplier handbook for mass spectrometry applications* [online]. Last revision 17th of December 2003 [cit. 7. 8.2017]. Dostupné z: <http://www.triumf.ca/sites/default/files/ChannelBookBurle.pdf>.
- [9] *Microchannel plates and MCP detectors and imaging systems* [online]. Last revision 7th February 2012 [cit. 7. 7. 2017]. Dostupné z: http://www.dmp Photonics.com/MCP_MCPIImageIntensifiers/mcp_references.htm.
- [10] *Advanced practical course microchannel plate detectors* [online]. Last revision 18th February 2016 [cit. 8. 8. 2017]. Dostupné z: http://www.uni-tuebingen.de/fileadmin/Uni_Tuebingen/Fakultaeten/MathePhysik/Institute/IAAT/AIT/Lehrveranstaltungen/F-Praktikum/Dokumente/VersuchsAnleitungMCP_english.pdf.
- [11] *Microchannel plates for photon detection and imaging in space* [online]. Last revision 25th January 2011 [cit 5. 8. 2017]. Dostupné z: <http://www.issibern.ch/forads/sr-009-22.pdf>.
- [12] NIKJOO, H., UEHARA, S., EMFIETZOGLOU, D. *Interaction of radiation with matter*. Boca Raton: Taylor and Francis, 2012. ISBN 978-1439853573.
- [13] *Signals emitted from different parts of the interaction volume* [online]. Last revision 17th December 2013 [cit. 10. 8. 2017]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope#/media/File:Electron_Interaction_with_Matter.svg.

- [14] *Microscopy* [online]. 2012, last revision 7th July 2015 [cit. 10. 8. 2017]. Dostupné z: <https://sites.ualberta.ca/~ccwj/teaching/microscopy/>.
- [15] SEILER, H. Secondary electron emission in the scanning electron microscope. *Journal of Applied Physics*, 1983, vol. 54, no. 11, pp. 1-18. ISSN 0021-8979.
- [16] ROBINSON, V. N. E. Imaging with Backscattered Electrons in a Scanning Electron Microscope. *Scanning*, 1980, vol. 3, 15-26. ISSN 0161-0457.
- [17] FRANK, L. et al.: Scanning electron microscopy with samples in an electric field. *Materials*, 2012, vol 5, no. 12, 2731-2756. ISSN 1996-1944.
- [18] FRANK, L.; KRÁL, J. ed. *Metody analýzy povrchů: iontové, sondové a speciální metody*. Praha: Academia, 2002. ISBN 80-200-0594-3.
- [19] MÜLLEROVÁ, I., FRANK, L. Very low energy microscopy in commercial SEMs. *Scanning* 1993, vol. 15, no. 4, pp. 193–201. ISSN 0161-0457.
- [20] WILKINSON, A. J., HIRSH, P. B. Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials. *Micron*, 1997, vol. 28, no. 4, pp. 279-308. ISSN 0968-4328.
- [21] MIKMEKOVÁ, Š. *Mikroskopie pomalými elektrony ve studiu složitých krystalických struktur*. Brno, 2013. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství.
- [22] *Compositions* [online]. Last revision 16th November [cit. 23. 8. 2017]. Dostupné z: <http://www.eeo.ed.ac.uk/facilities/ionprobe/EpoxyResins/Composition.html>.
- [23] *Détecteur Everhart -Thornley* [online]. Dernière révision 16 novembre 2016 [cit. 15. 8. 2017], Dostupné z: < https://fr.wikipedia.org/wiki/Détecteur_Everhart-Thornley>.
- [24] EVERHART, T. E., THORNLEY, R. F. M. Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents. *Journal of Scientific Instruments*, 1960, vol. 37, no. 7, pp. 246-248. ISSN 0950-7671.
- [25] MÜLLEROVÁ, I., FRANK, L. Scanning low-energy electron microscopy. In *Advances in Imaging and Electron Physics*. Ed. P. W. Hawkes. London: Academic Press, 2003, p. 309-438. ISBN 0-12-014770-X.
- [26] KRUML, T., MICHEL, J-P. Krystalová struktura pevných látek [online]. 2015, poslední revize 20. 2. 2015 [cit. 15. 2. 2017]. Dostupné z: http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/dislokace_a_plasticka_deformace/skripta/Krystalova%20struktura%20pevných%20latek.pdf.
- [27] *Pružnost* [online]. Poslední revize 9. 9. 2013 [citováno dne 15. 5. 2017]. Dostupné z: http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/mezni_stavy/podklady/02%20-%20Pruznost.pdf.
- [28] *Pružnost* [online]. Poslední revize 13. 10. 2014 [citováno dne 17. 6. 2017]. Dostupné z:

http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/mezni_stavy/prednasky/02_6MS_elasticita.pdf.

- [29] *Úvod do teorie dislokací* [online], Poslední revize 16. 3. 2011 [citováno dne 15. 2. 2017]. Dostupné z:
http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/dislokace_a_plasticka_deformace/skripta/Uvod%20do%20teorie%20dislokaci.pdf
- [30] ANDERSON, P. M., HIRTH, J. P., LOTHE, J. *Theory of Dislocations*. Cambridge: Cambridge University Press, 2017. ISBN 978-0521864367.
- [31] HULL, D., BACON, D. J. *Introduction to Dislocations*. Oxford: Elsevier, 2011. ISBN 978-0080966731.
- [32] KRUML, T., MICHEL, J-P. *Mechanismy plastické deformace* [online]. 2017, poslední revize 27. 1. 2017 [cit. 15. 2. 2017]. Dostupné z:
http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/dislokace_a_plasticka_deformace/skripta/Mechanismy%20plasticke%20deformace.pdf.
- [33] WEIDNER, A., BIERMANN, H. Case studies on the application of high-resolution electron channelling contrast imaging – investigation of defects and defect arrangements in metallic materials. *Philosophical Magazine* [online]. 2015, vol. 95, no. 7, pp. 759-793 [cit. 2020-07-03]. Dostupný na
<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/14786435.2015.1006296>. ISSN 1478-6435.
- [34] Kamaladasa, R., Picard, Y. N. Basic Principles and Application of Electron Channeling in a Scanning Electron Microscope for Dislocation Analysis. In *Microscopy: science, technology, applications and education*. Ed. A. Méndez-Vilas, J. Díaz. Badajoz: Formatex, 2010, p. 1583-1590. ISBN 978-84-614-6191-2.
- [35] POKORNÁ, Z. *Imaging the local density of electronic states by very low energy electron reflectivity*. Brno, 2011. Disertační práce. Masaryk University, Faculty of Science.
- [36] POKORNÁ, Z., FRANK, L. Mapping the local density of states by very-low-energy scanning electron microscope. *Materials Transactions*, 2010, vol. 51, no. 2, pp. 214-218. ISSN 1345-9678.
- [37] MIKMEKOVÁ, Š.: *Přímé zobrazení vnitřního napětí v krystalu pomocí pomalých elektronů*. Brno, 2012. Diplomová práce. Masarykova Universita. Přírodovědecká fakulta.
- [38] AOYAMA, T. et al. Selective backscattered electron imaging of material and channeling contrast in microstructures of scale on low carbon steel controlled by accelerating voltage and take-off angle. *ISIJ International*, 2011, vol. 51, no. 9, pp. 1487-1491. ISSN 0915-1559.
- [39] MIKMEKOVÁ, Š. et al. Microstructure of the ultra-fine grained Cu by UHV SLEEM. In: *MC 2009 - microscopy conference: first joint meeting of*

Dreiländertagung and multinational conference on microscopy. Graz: Verlag der Technischen Universität, 2009, pp. 515-516. ISBN 978-3-85125-062- 6.

- [40] MIKMEKOVÁ, Š. et. al. Examination of metals and alloys with slow and very slow electrons. In *METAL 2012*, Brno 23. - 25. 5. 2012. Ostrava: TANGER, 2012, s. 756 – 761. ISBN 978-80-87294-29-1.
- [41] Ketron 1000 PEEK [online]. Poslední revize 25. 4. 2014 [cit. 10. 2. 2017]. Dostupné z:
https://do733bkvkoqnp.cloudfront.net/fileadmin/quadrant/documents/QEPP/EU/Product_Data_Sheets_PDF/AEP/Ketron_1000_PEEK_PDS_E_25042014.pdf
- [42] *MACOR : product information sheet* [online]. Last revision 13th October 2014 [cit. 10. 2. 2017]. Dostupné z:
<https://www.corning.com/media/worldwide/csm/documents/71759a443535431395eb34ehead091cb.pdf>
- [43] *DUPONT KAPTON : summary of properties* [online]. Last revision 22nd January 2017 [cit. 10. 2. 2017]. Dostupné z:
<http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/membranes-and-films/polyimide-films/documents/DEC-Kapton-summary-of-properties.pdf>
- [44] WAHL, A. M., BEEUWKES, R. Stress concentration produced by holes and notches. *Transactions of the American society of mechanical engineers : applied mechanics*, 1956, no. 11, 617-625. ISSN 0097-6822.
- [45] COLLINS, J. A. *Failure of materials in mechanical design: analysis, prediction, prevention*. New Jersey: John Wiley, 1993. ISBN 978-0471558910.
- [46] *EMC2016 : the 16th European microscopy congress : proceedings*. Lyon, 28. 08. 2016-02. 09. 2016 [online]. 2016 [cit. 2020-07-03]. Dostupné z <https://emc-proceedings.com/>.
- [47] PILKEY, W. D., PILKEY, D. F., PETERSON, R. E. *Peterson's stress concentration factors*. Hoboken: John Wiley, 2007. ISBN 978-0-470-04824-5.
- [48] *K calculator: centered hole under axial force*. EFunda: engineering fundamentals [online]. [Cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z:
https://www.efunda.com/formulae/solid_mechanics/stress_concentration/calc_pwch_p.cfmStress
- [49] *Stress concentration factors : rectangular bar with central hole, axial force* [online]. [Cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: <https://mechanicalcalc.com/calculators/stress-concentration/>.
- [50] SCHIJVE, J.: *Fatigue of structures and materials*. Delft: Delft University of Technology, 2009, ISBN 978-1-4020-6807-2.
- [51] MIKMEKOVÁ, Š, NAKAMICHI H, NAGOSHI M. Benefits of angular and energy separation of slow signal electrons in SEM. In *European Microscopy Congress*

2016: *Proceedings*. Lyon, 28. 08. 2016-02. 09. 2016. Oxford: Wiley, 2016, p. 426–427. ISBN 978-352780846-5.

- [52] *Copper, Cu; annealed* [online]. [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: http://www.matweb.com/search/datasheet_print.aspx?matguid=9aebe83845c04c1db5126fada6f76f7e.
- [53] Yield (engineering). In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. Last revision 7th of August 2020 [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Yield_\(engineering\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Yield_(engineering)).
- [54] *Copper properties. Efunda enineering fundamentals* [online]. [cit. 2020-07-01]. Dostupné z: <https://www.efunda.com/materials/alloys/copper/properties.cfm>.
- [55] *Wrought and unwrought coppers—compositions, properties and uses* [online]. 2018, [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: <https://copperalliance.org.uk/knowledge-base/resource-library/coppers-compositions-properties-uses/>.
- [56] KELČA, M. *Vlastnosti mědi Cu-DHP* [online]. 2019 [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: https://medenerozvody.cz/sites/default/files/content_attachments/cu-dhp_cze_cor.pdf. ČSN EN 13599 (421501): 2014. Měď a slitiny mědi: desky, plechy a pásy z mědi pro použití v elektrotechnice. Praha: Český normalizační institut, 2014. 20 s.
- [58] VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, vol. 45, pp. 103-189. ISSN 0079-6425.
- [59] BORODACHENKOVA, M., WEN, W., de BASTOS PEREIRA, A. M. High-pressure torsion: experiments and modeling. In *Severe plastic deformation techniques* [online]. Ed. M. Cabibbod. 2017 [cit. 2020-07-01]. DOI: 10.5772/intechopen.69173.
- [60] XU, C, HORITA, Z., LANGDON, T. The evolution of homogeneity in processing by high-pressure torsion. *Acta Materialia* [online]. 2007, vol. 55, no. 1, pp. 203-212 [cit. 2020-07-01]. DOI: 10.1016/j.actamat.2006.07.029. ISSN 13596454.
- [61] FURUKAWA, M. et al. Review processing of metals by equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Science*, 2001, vol. 36, pp. 2835 – 2843. ISSN 0022-2461.
- [62] HUANG, Y. et al. The significance of self-annealing at room temperature in high purity copper processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, vol. 656, pp. 55-6. ISSN 0921-5093.
- [63] MIKMEKOVÁ, Š. et al. Grain Contrast Imaging in UHV SLEEM. *Materials Transactions*, 2010, vol. 51, no. 2, pp. 292-296. ISSN 1345-9678.

- [64] LLORCA-ISERN, N., GROSDIDIER, T. , CABRERA, M. Enhancing ductility of ECAP processed metals. *Materials Science Forum*, 2010, vol. 654-6, pp. 1219-1222. ISSN 1662-9752.
- [65] SURI, A. et al. Analysis and detection of low-energy electrons in scanning electron microscopes using a Bessel box electron energy analyser. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* [online]. 2020, vol. 241, 146823. Dostupné z <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0368204818301853?token=11FDDA817409B0E3C01B2551B1C36DFF4D8C464E7637D7E806CB27CF2A139738BC5DB3E7622272806AAED26175525032>. ISSN 0368-2048.