



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## ZÍSKÁNÍ 3D INFORMACÍ O STRUKTUŘE VYVÍJENÉHO MATERIÁLU SI<sub>3</sub>N<sub>4</sub> PRO VÁLCOVÁVÁNÍ LEGOVANÝCH DRÁTŮ

3D MICROSTRUCTURE EVALUATION OF DEVELOPED SI<sub>3</sub>N<sub>4</sub> MATERIAL FOR ALLOYED WIRE  
ROLLING APPLICATIONS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. VÍT LÖVY

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. ZDENĚK CHLUP, Ph.D.

BRNO 2014

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2013/2014

## **ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE**

student(ka): Bc. Vít Lövy

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

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

### **Získání 3D informací o struktuře vyvíjeného materiálu Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> pro válcování legovaných drátů**

v anglickém jazyce:

### **3D microstructure evaluation of developed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> material for alloyed wire rolling applications**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Nově vyvíjený materiál na bázi Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> pro použití jako materiál válce válcovací stolice bude zkoumán v rámci mezinárodního projektu RoLiCer na významných evropských pracovištích z pohledu vlastností, ale zejména z hlediska víceúrovňového modelování. Jednou z podstatných informací pro popis chování materiálu bude charakteristika jeho struktury, která bude vstupovat do řady numerických modelů, ať už na atomární úrovni, tak i na mezoskopické úrovni. U Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> materiálu, jako u smíšené struktury zrn alfa a beta a skelné fáze plně nepostačují (nepřesné) informace získané o velikosti zrn z keramografických výbrusů. Práce bude využívat například techniky iontového odprašování s detekcí orientace zrn, což bude klíčové k získání dostatečných informací o mikrostruktuře ve 3D. Hlavním úkolem bude vyvinout metodiku přípravy vhodných vzorků pro sběr 3D dat. Nedílnou součástí práce bude i analýza způsobu zpracování získaných prvotních údajů o mikrostruktuře na výslednou analýzu zrnové struktury.

Cíle diplomové práce:

Cílem práce bude vyvinout a aplikovat metodu přípravy vhodných vzorků a optimalizovat postup rekonstrukce zrnové struktury za použití pokrokových technik, jakými jsou například FEG SEM, FIB a EBSD.

Seznam odborné literatury:

T. Walker, N. Mattern and M. Herrmann: Texture and microstructure in hot-pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Textures and Microstructures, 1995, Vol. 24, pp. 75-91.

H. Björklund, J. Wasén, L. K. L. Falk: Quantitative Microscopy of

Vedoucí diplomové práce: Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2013/2014.

V Brně, dne 21.1.2014

L.S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
Ředitel ústavu

---

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.  
Děkan fakulty

## **Abstrakt**

Diplomová práce se věnuje využití metody 3D EBSD rekonstrukce pro analýzu keramického materiálu nitridu křemíku, určeného na válcovací stolice pro tažení drátů. Díky aplikaci této metody je možné zrekonstruovat zrnovou strukturu v daném objemu a stanovit základní mikrostrukturní parametry. V této práci je kladen důraz na vývoj vhodného postupu pro 3D rekonstrukci struktury tohoto materiálu. Zevrubně jsou popsány jednotlivé kroky od přípravy vzorku ze zkoumaného materiálu, přes nastavení parametrů analýzy až po vyhodnocení a vizualizaci zrnové struktury. Byl navržen zatím nepoužívaný tvar vzorku, který vede ke kvalitnějšímu a rychlejšímu pozorování a tím usnadňuje výslednou mikrostrukturní analýzu keramických materiálů. V této práci jsou také popsány parametry rekonstrukce, jakými jsou geometrie sestavy použité v mikroskopu bez nutnosti mechanického natáčení vzorku, či vliv zvodivění povrchu pomocí in-situ naprašování kovové vrstvy, nebo nastavení elektronového a iontového svazku. Dále jsou popsány dvě možnosti použití softwaru použitých pro výslednou generaci 3D informací o struktuře a posouzení jejich výhod a nevýhod. U zpracování dat 3D struktury materiálu je také posuzován vliv nastavení filtrace a dalších parametrů a jejich vliv na výsledné strukturní parametry.

## **Abstract**

This diploma thesis is devoted to the use of 3D reconstruction using EBSD method for microstructural analysis of silicon nitride ceramic material predetermined for the rolling-mill used in the wire production. Application of this method can be used for the grain structure reconstruction and basic microstructural parameters can be then extracted. The development of a suitable method for 3D reconstruction of the structure of the materials the main aim of this work. There are described the different steps begun by sample preparation from the investigated material through the optimisation of analysis parameters up to the visualization of the grain structure. New type of sample geometry has been designed which leads to the better and faster observation of the microstructure of ceramic materials. This thesis also describes optimal reconstruction parameters such as the geometry of the assembly used in the microscope without mechanical movement of the sample or the influence of conductive coating prepared via in-situ sputtering of suitable metal, or adjustment of the electron and ion beams. Further are described two options of software which can be used for the final generation of 3D structure information and are assessed their advantages and disadvantages. The effect of the filter setting and other parameters and their influence on the resulting structural parameters are also evaluated.

## **Klíčová slova**

3D rekonstrukce, 3D EBSD, mikrostruktura, keramika, nitrid křemíku

## **Keywords**

3D reconstruction, 3D EBSD, microstructure, ceramics, silicon nitride

LÖVY, V. *Získání 3D informací o struktuře vyvíjeného materiálu Si3N4 pro válcování legovaných drátů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 74 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně, a že všechny použité literární zdroje byly citovány. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně 30.5.2014

Vít Lövy

## **Poděkování**

Rád bych poděkoval vedoucímu této diplomové práce Ing. Zdeňku Chlupovi, PhD. za odbornou pomoc, velké množství věnovaného času a především za nepřeberné množství předaných zkušeností. Dále bych rád ocenil poskytnutí zázemí a příjemné pracovního prostředí skupiny křehkého lomu při ÚFM AV ČR a zázemí v rámci sedmého rámcového programu EU č. 263476 (RoLiCer). Další díky směřuji firmám Tescan (ČR) a Oxford Instruments (VB) za podporu v oblasti přístrojové techniky. V neposlední řadě patří obrovský dík také mým rodičům za podporu během celé délky studia, především za důvěru do mne vloženou.

## Obsah

1. Úvod.....	9
2. Teoretická část .....	10
2.1. Způsoby hodnocení struktury materiálu .....	10
2.1.1. Historie a možnosti hodnocení struktury .....	10
2.1.2. Typy zobrazovacích metod struktury materiálu:.....	11
2.2. Vyhodnocení zkoumaných parametrů .....	15
2.2.1. Porovnávací metody.....	15
2.2.2. Výpočtové metody .....	15
2.2.3. Obrazová analýza.....	16
2.3. Metoda EBSD .....	16
2.3.1. Princip EBSD.....	16
2.4. 3D EBSD .....	18
2.4.1. Principy a možnosti 3D EBSD.....	18
2.4.2. Použití 3D EBSD .....	19
2.4.3. FIB.....	20
2.4.4. Možnosti využití FIB.....	22
2.5. Přehled dalších metod zobrazování 3D struktury .....	24
2.5.1. Rentgenová tomografie.....	24
2.5.2. Metoda mapování 3D struktury materiálu pomocí TEM .....	25
2.5.3. Kvantitativní mikroskopie pro stanovení 3D stuktury .....	26
2.6. Materiál Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	26
2.6.1. Historický vývoj.....	26
2.6.2. Krystalová struktura .....	27
2.6.3. Využití Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	31
3. Cíle práce .....	32
4. Experimentální část.....	33
4.1. Metodika experimentu .....	33
4.1.1. Popis experimentálního materiálu .....	33
4.1.2. 2D charakterizace mikrostruktury .....	34
4.1.3. Metodika 3D rekonstrukce.....	35
4.1.4. Příprava vzorku a pozlacení.....	36

4.1.5.	Výběr místa rekonstrukce .....	38
4.1.6.	Úprava okolí místa rekonstrukce.....	39
4.1.7.	Povlakování vzorku pomocí GIS.....	40
4.1.8.	3D Rekonstrukce.....	43
4.1.9.	Generování 3D informací o struktuře.....	46
4.2.	Výsledky .....	49
4.2.1.	Hodnocení velikosti zrn a morfologie klasickými metodami obrazové analýzy .....	49
4.2.2.	EBSD metoda .....	51
4.2.3.	3D EBSD .....	53
4.2.4.	Porovnání 2D a 3D výsledků .....	61
4.3.	Diskuze výsledků.....	64
5.	Závěry .....	68
6.	Literatura.....	69
7.	Seznam zkratk a symbolů.....	73

# 1. Úvod

Obvyklé metalografické metody zobrazování používají zobrazení ve 2D prostoru. S pokračujícím pokrokem ve vývoji materiálového inženýrství rostla i potřeba pokročilých zobrazovacích technik, s tím souvisí i nástup zobrazování struktury ve 3D prostoru.

Docílit zobrazení 3D struktury lze v podstatě dvěma způsoby. První způsobem je použití zařízení, které je vhodné k prozařování materiálu a jeho struktury, nebo lze strukturu snímat po řezech. Pro pozorování série řezů lze použít všechny druhy mikroskopických technik, samozřejmě závisí na požadavcích pozorovatele a na nárocích na dosažené výsledky. Nároky jsou kladeny především na správné provedení jednotlivých řezů, ať už se jedná o jejich hloubku, rovinnost nebo rovnoběžnost. Dále je třeba zajistit správné rozpoznání a přiřazení jednotlivých částí pozorovaného povrchu. Zobrazení 3D struktury materiálu může být dosaženo kombinací skenovací elektronové mikroskopie (konkrétně pomocí metody EBSD) a fokusovaného iontového paprsku. Iontového paprsku se využívá k odstranění materiálu z povrchu vzorku vytváření nových povrchů pro snímky. Po odprášení vrstvy materiálu následuje snímání povrchu pomocí metody EBSD. Opakováním tohoto procesu je možné zrekonstruovat 3D mapu požadované části vzorku. Za pomoci speciálního softwaru lze z nasnímaných snímků získat 3D informaci o struktuře. Tato metoda vyžaduje velké množství 2D snímků (desítky, až stovky), což je také časově náročné. Ke snížení časové náročnosti a automatizaci procesu jsou na trhu dostupné programy, které celý postup automatizují. Tato metoda umožňuje pokročilou 3D charakterizaci hranic zrn, získání krystalografických informací zrn, fází popř. vměstků.

## 2. Teoretická část

### 2.1. Způsoby hodnocení struktury materiálu

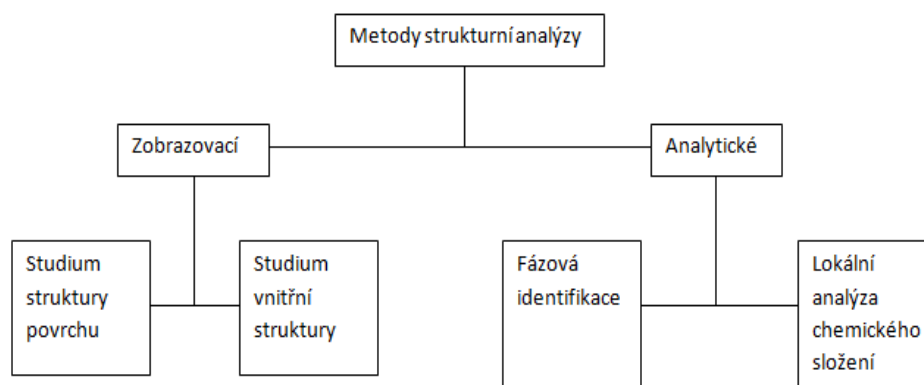
#### 2.1.1. Historie a možnosti hodnocení struktury

Počátky pozorování struktury materiálu jsou zaznamenávány v polovině 19. století, kdy anglický minearolog Sorby pozoroval meteority a slitiny technického železa v odraženém světle od té doby nastal vývoj technik umožňujících pozorování struktury materiálů. Možnosti pozorování a vyhodnocování struktury jsou nutné k dalšímu pokroku při vývoji nových a k porozumění stávajících materiálů. Struktura materiálu je totiž v přímé vazbě s jeho užitnými a technologickými vlastnostmi[1].

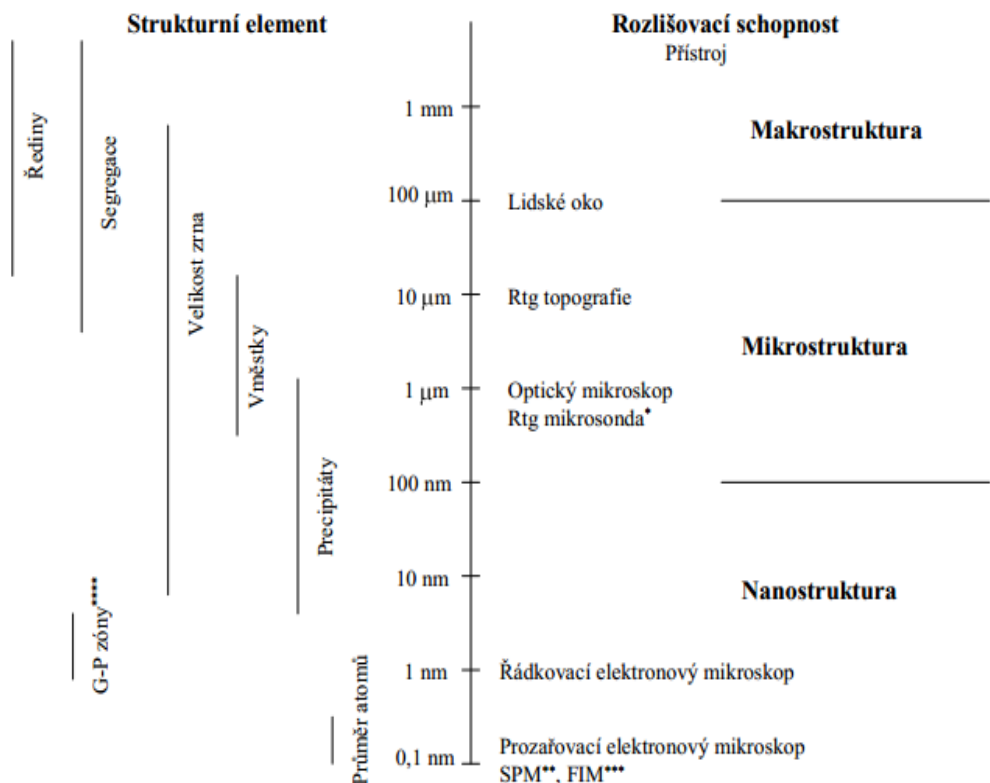
Struktura materiálu může být chápána jako množina vztahů mezi částmi hmoty (elementárními částicemi, atomy, molekulami, krystaly), tyto vztahy vytváří formu její existence a je možné jí analyzovat několika způsoby (obr. 3.1). Struktura krystalů a amorfní části oblasti objemu jsou označovány jako makrostruktura a mikrostruktura. Zatímco makrostruktura může být pozorována okem, či pod lupou, tak k pozorování mikrostruktury je nutné využití některé z mikroskopických metod (obr 3.2.)[2].

Pro pochopení vlastností materiálů je tedy nutné definovat i jeho mikrostrukturu. Mikrostrukturu lze charakterizovat několika údaji [2]:

- Kvalitativním a kvantitativním fázovým složením – určováno především difrakčními metodami
- Množstvím a druhy mikrostrukturních složek a útvarů – určováno zobrazovacími metodami
- Morfologií mikrostrukturních složek a útvarů
- Kvalitativním a kvantitativním hodnocením poruch krystalové mřížky



Obr. 3.1. Rozdělení metod fázové analýzy



Obr. 3.2. Rozdělení možností pozorování struktury [3]

V této práci je hlavní pozornost zaměřena na zobrazovací metody zaměřující se na zjištění velikosti zrn a částic, jejich orientace a morfologii fází. Celkový proces pozorování a vyhodnocení struktury se skládá z několika kroků: přípravy vzorku, pozorování struktury a pořízení snímků a následné vyhodnocení zkoumaných parametrů.

### 2.1.2. Typy zobrazovacích metod struktury materiálu:

#### Světelná mikroskopie

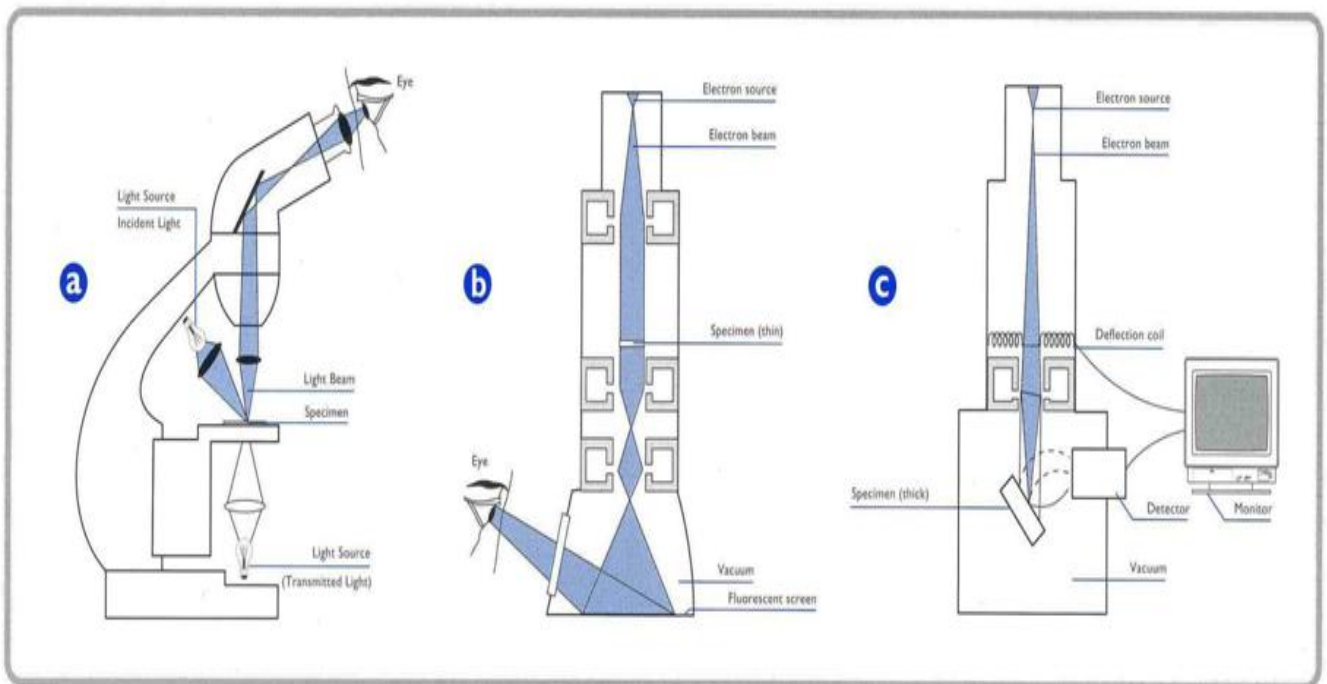
Nejstarší a stále asi nejpoužívanější metoda, kdy se pracuje s odraženým světlem. Světelný mikroskop (obr. 3.3a) se skládá z dvou hlavních částí: objektivu a okuláru, jejichž zvětšení určuje i celkové zvětšení mikroskopu. Maximální užitečné zvětšení mikroskopu je 2000x (pro imerní mikroskopii). Tento fakt souvisí s vlnovou délkou světla, pokud tedy chceme zvýšit míru zvětšení je potřeba nahradit světlo zářením s kratší vlnovou délkou např. laserem, u kterého je možné dosáhnout užitečného zvětšení 10000x[1].

## Skenovací elektronová mikroskopie (SEM)

Další metodou jak zobrazovat povrch materiálu je skenovací elektronová mikroskopie (obr. 3.3c). Díky limitaci zobrazovací metody optických mikroskopů danou vlnovou délkou světla bylo potřeba zavedení nových zobrazovacích metod. V druhé polovině dvacátého století nastala potřeba rozlišení na úrovni rozměrů krystalických mřížek keramiky a kovů. Těchto podmínek je možné dosahovat zobrazením pomocí elektronového záření.

## Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

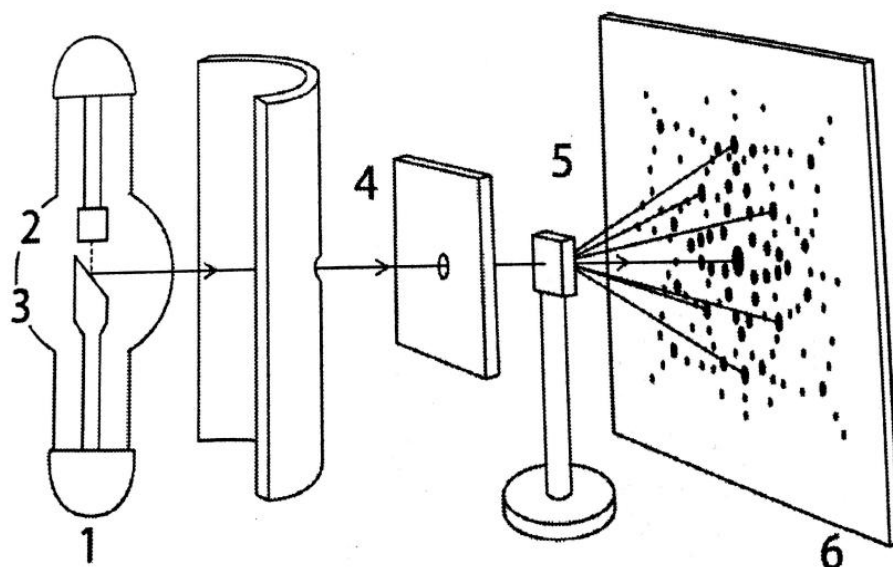
Principem transmisní elektronové mikroskopie je průchod urychlených elektronů napříč vzorkem, kde dochází k difrakci a následně elektrony dopadají na stínítko, na kterém zanechají výslednou stopu (obr. 3.3b). Elektrony, jako nabitě částice s velkou hmotností, reagují s částicemi vzorku, a proto musí být vzorek dostatečně tenký, aby byl zajištěn průchod napříč vzorkem. Na druhou stranu nesmí být vzorek příliš tenký, aby poskytoval dostatek informací. Obvyklá tloušťka vzorku se pohybuje okolo 0,1 až 0,2  $\mu\text{m}$  [1].



Obr. 3.3. Schéma a) světelného mikroskopu b) SEM c) TEM [4] light source – zdroj světla, incident light – osvětlení, light beam – svazek světla, light source – zdroj světla, specimen – vzorek, electron source – zdroj elektronů, electron beam – svazek elektronů, vacuum – vacuum, fluorescent screen – stínítko, eye – oko, deflection coil – vychylovací cívka, detector – detector

## Rentgenová difrakční analýza

Rentgenové záření prochází vzorkem, ve kterém je ohýbáno a po průchodu tvoří difraktogram (obr. 3.4.), jehož analýzou je možné vypočítat rozložení krystalů v atomu. Vlnová délka rentgenového záření je podobná jako meziatomová vzdálenost (cca 0,1nm) [5].



Obr. 3.4. Schéma rentgenové difrakční analýzy[5]: 1-rentgenka, 2-katoda, 3-anoda, 4-clonky, 5-krystal, 6-difraktogram

### Neutronová difrakční analýza

Neutronová difrakce je principiálně stejný proces jako difrakce rentgenová. Vzorek je vložen pod termální nebo studený proud neutronů, který po průchodu vzorkem tvoří difraktogram. Jednoznačně lze říci, že se jedná o nákladnou metodu a to díky bezpečnostním nárokům na ochranu zdraví při provádění analýzy a také kladeným nárokům na zdroj záření. Neutrony jsou obvykle produkovány v jaderném reaktoru, nebo pomocí štěpícího zdroje [6].

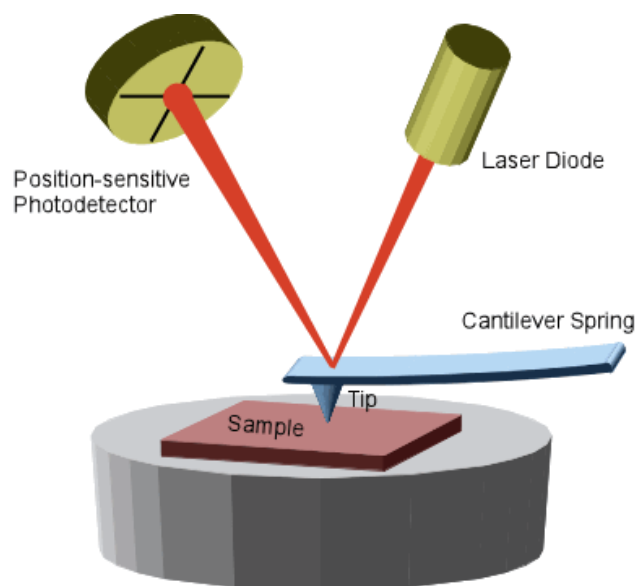
Jednou z velkých výhod neutronové difrakce je možnost analýzy ve velkém objemu ( $\sim\text{cm}^3$ ). Tato metoda je využívána např. k přesnému určení pozice lehkých atomů v krystalických strukturách za přítomnosti těžkých kovů, analýze zbytkových napětí apod [6].

### Ramanova spektroskopie

Jedná se o metodu vibrační molekulové spektroskopie. Principem Ramanovy difrakce je přechod mezi dvěma stacionárními vibračními stavy molekuly. Tyto stavy jsou vyvolány interakcí molekuly s fotonem dopadajícího záření a dále vyzářením fotonu difraktovaného záření [7].

### Mikroskopii atomárních sil

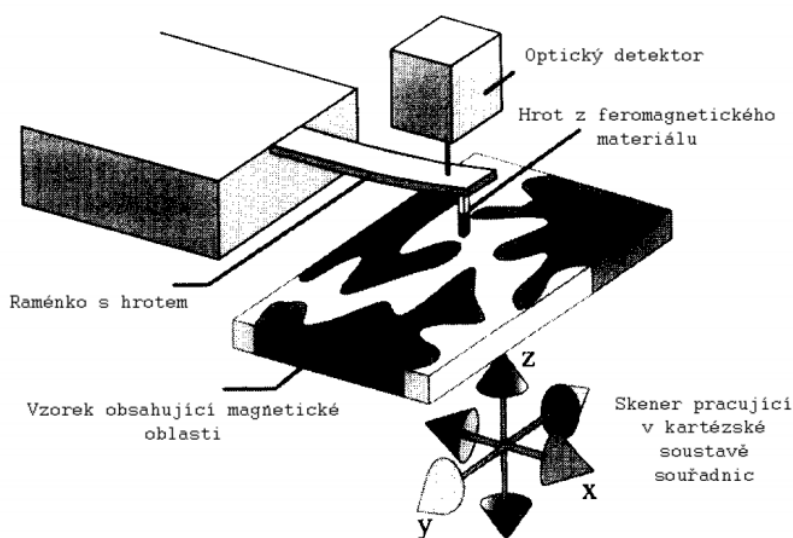
Jedná se o metodu, u které je možné dosahovat vysokých rozlišení a to v řádech nanometrů. Povrch vzorku je skenován pomocí hrotu, který mění svou výškovou souřadnici a tím se mění i poloha nosníku a úhel dopadajícího laseru. Na základě této změny je vyhodnocována podoba povrchu vzorku (obr. 3.5.). Měření může probíhat v několika módech: kontaktní, nekontaktní, poklepávající, pro zobrazování fází, či mikroskopie laterálních sil [8].



Obr. 3.5. Schéma mikroskopie atomárních sil [8]; Laser diode – laserová dioda, cantilever spring – ohýbaný nosník, position sensitive photodetector – detektor zaznamenávající změnu polohy, sample – vzorek, tip – hrot

### Mikroskopii magnetických sil

Mezi hrotem a povrchem materiálu působí magnetické síly. Měření probíhá bezkontaktně s využitím rozptylového pole vzorku, které vytvoří působící sílu vůči hrotu, která je využita pro vlastní měření (obr.3.6.). Měření může být prováděno ve dvou režimech: statickém (DC) a dynamickém (AC) [9].



Obr. 3.6. Schéma mikroskopie magnetických sil [9]

## 2.2. Vyhodnocení zkoumaných parametrů

Stanovení velikosti zrna z výbrusu je používáno pro stanovení velikosti zrna u ocelí a neželezných kovů s převážně jednofázovou strukturou, ve struktuře by se také neměla nacházet zdeformovaná zrna. Tato metodika je řízena normou ČSN 420462 [10]. Jednotlivé metody lze rozdělit do skupin:

### 2.2.1. Porovnávací metody

- dle etalonové řady
- dle měrek přímo v mikroskopu

Tyto metody slouží k určení typu mikrostruktury na základě porovnávání pořízených snímků s etalony, nebo s měrkami, které jsou viditelné při pozorování na mikroskopu. Tyto metody jsou ovlivněny lidským úsudkem, a proto závisí předně na zkušenostech pečlivosti osoby, která dané vyhodnocení provádí. Postup se řídí normou ČSN EN ISO 643 a obvykle vyhodnocení probíhá při zvětšení 100x [1].

### 2.2.2. Výpočtové metody

#### Metoda počítání zrn

Tato metoda je založena na stanovení počtu zrn v jednotce plochy výbrusu. Uvnitř stanoveného obrazce: kruh o průměru 79,8 mm, čtverec o straně 70,7 mm, či obdelník s délkou stran 59,8 a 83,6 mm. Prvně se určuje počet celých zrn uvnitř obrazce označených  $n_1$  a následně počet zrn protnutých okrajem vybraného obrazce označených  $n_2$  [1].

Po spočtení  $n_1$  a  $n_2$  se dosadí do rovnic 1, až 4. Rovnice pro počítání zrn z kruhového obrazce platí při zvětšení 100x.

$$n_{100} = n_1 + k \cdot n_2 \quad k=0,5 \text{ pro } n_2 > 100 \quad (\text{rov.1})$$

$$m_{100} = 2 \cdot n_{100} \quad (\text{rov.2})$$

$$a = \frac{1}{m} \quad (\text{rov.3})$$

$$d_m = \frac{1}{\sqrt{m}} \quad (\text{rov.4})$$

Kde  $n_{100}$  je celkový počet zrn při zvětšení 100x,  $m_{100}$  počet zrna na  $1\text{mm}^2$  plochy, a střední plocha průřezu zrna,  $d_m$  jmenovitý střední průměr zrna. Velikostní číslo zrna  $G$  se určí pomocí tabulek nebo ze vztahu  $m = 8 \cdot 2^G$ .

#### Lineární metoda

Velikost zrna je definována střední délkou úsečky, která protíná zrno materiálu. Jedná se tedy o poměr celkové délky úsečky vnesené na výbrusu a počtu zrn. Tato metoda je relativně přesná a rychlá a je přípustná pro použití při arbitrážních řízeních. Jmenovitý střední průměr zrna  $d_m$  v mm je vypočten z následující rovnice 5. A velikost zrna  $G$  je získána z tabulek. Minimálně by mělo být vneseno 5 úseček, které protínají alespoň 100 zrn.

$$d_m = (\Sigma L) / Z (\Sigma n) \quad (\text{rov.5})$$

### Ministrova metoda

Jedná se o zvláštní případ lineární metody, při které se zjišťuje počet zrn protnutých kružnicí. Doporučené zvětšení pro provedení metody je 100x a minimální počet protnutých zrn je 20. Počet zrn  $m$  připadajících na  $1 \text{ mm}^2$  je stanoven pomocí rovnice 6, kde  $n_2$  je počet prořatých zrn,  $g$  zvětšení a  $D$  průměr kružnice.

$$m = (n_2 \cdot g) / (3,5 \cdot D) \quad (\text{rov.6})$$

### Metoda dle Snyder-Graffa

Opět se jedná o modifikovanou lineární metodu. Tato metoda je vhodná pro rychlořezné oceli, kdy se stanovuje počet prořatých zrn  $n_2$  na úseku 63,5 mm, při zvětšení 500x nebo 127 mm, při zvětšení 1000x a to nejméně na 5 místech výbrusu.

#### 2.2.3. Obrazová analýza

Jedná se o automatické zpracování a vyhodnocení pořízeného obrazu z výbrusu pomocí výpočetní techniky. V kvantitativní metalografii se obvykle pracuje se snímky u kterých je každý pixel popsán jedinou číselnou hodnotou a to hladinou šedi. Práci s úpravou hladin šedi je dosaženo potřebné úpravy obrazu potřebného k finální analýze [3].

Celkový postup obrazové analýzy lze rozdělit do několika fází:

- Získání obrazu (snímání)
- Příprava snímku pro zpracování (preprocessing)
  - Filtrace aditivního šumu, filtrace impulsního šumu
  - Image enhancement (zvýraznění kontrastu)
  - Korekce ostrosti (určení hranic, objektů a hran)
  - Segmentace obrazu (prahování) – rozklad obrazu na objekty a pozadí
  - Finální zpracování (processing)
- Analýza

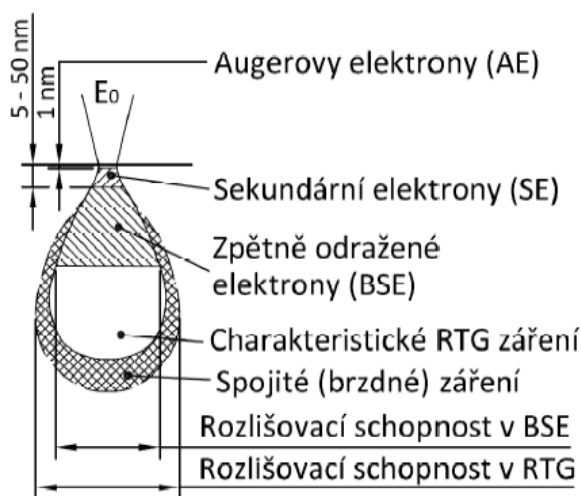
## 2.3. Metoda EBSD

### 2.3.1. Princip EBSD

EBSD je zkratka odvozená z anglického electron backscatter diffraction, česky přeloženo jako difrakce zpětně odražených elektronů. Tato technika je součástí skenovací (rastrovací, řádkovací) elektronové mikroskopie (SEM). Metoda EBSD poskytuje kvantitativní informace o mikrostruktuře materiálu jako velikost zrn a charakter hranic zrn [11,12].

V elektronové mikroskopii vzniká několik druhů využitelných signálů (obr. 3.7.), ale jak tedy naznačuje již název popisované metody, tak je využíván signál zpětně odražených elektronů. Tyto elektrony vznikají při pružném rozptylu dopadajících primárních elektronů po dopadu na materiál. Při pružném rozptylu nedochází v podstatě ke ztrátám energie a uplatňuje se

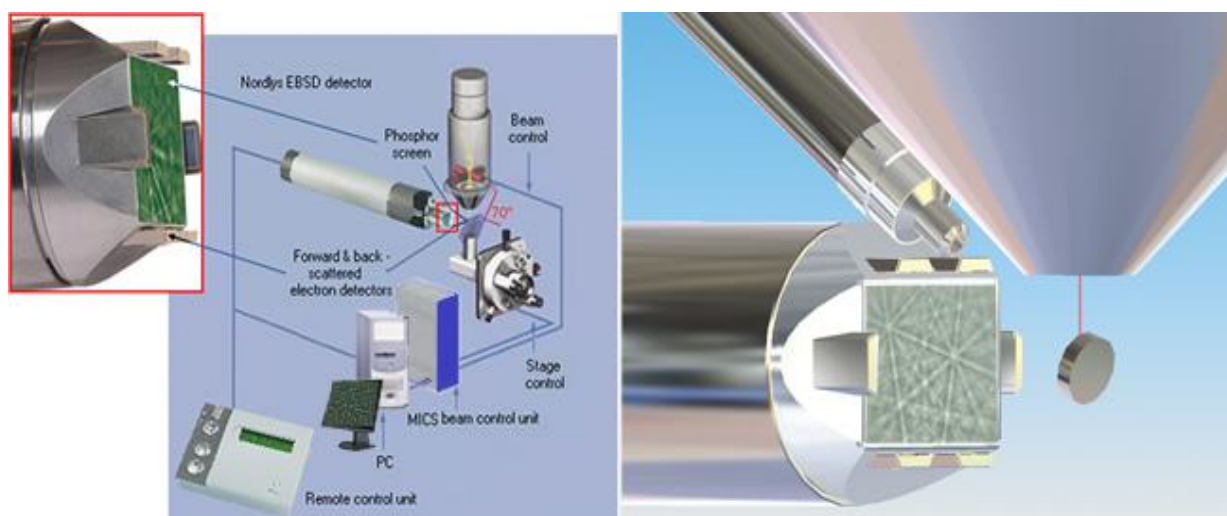
Braggův zákon pro difrakci na krystalografických rovinách. Zpětně odražené elektrony opouštějí materiál jen s malými energetickými ztrátami. [1,13]



Obr. 3.7. Využitelné signály v SEM [1]

K maximalizaci výtěžku zpětně odražených elektronů a získání Kikuchiho linií je nezbytné zajistit správné sestavení a natočení celé technologie EBSD (obr. 3.8.). Na perfektně připravený povrch vzorku dopadá primární svazek obvykle úhlem  $20^\circ$  a vzorek vůči stínítku snímá úhel  $70^\circ$ . Po interakci s povrchem vzorku zpětně odražené elektrony putují směrem k detektoru, kde tvoří stopy, které je možné vyhodnocovat. Detektorem je myšlena v podstatě digitální kamera resp. CCD čip snímající fosforové stínítko protínající sférickou difrakční stopu. Fosforové stínítko převádí stopu do světelné podoby, která je vhodná pro nahrávání CCD kamerou [11].

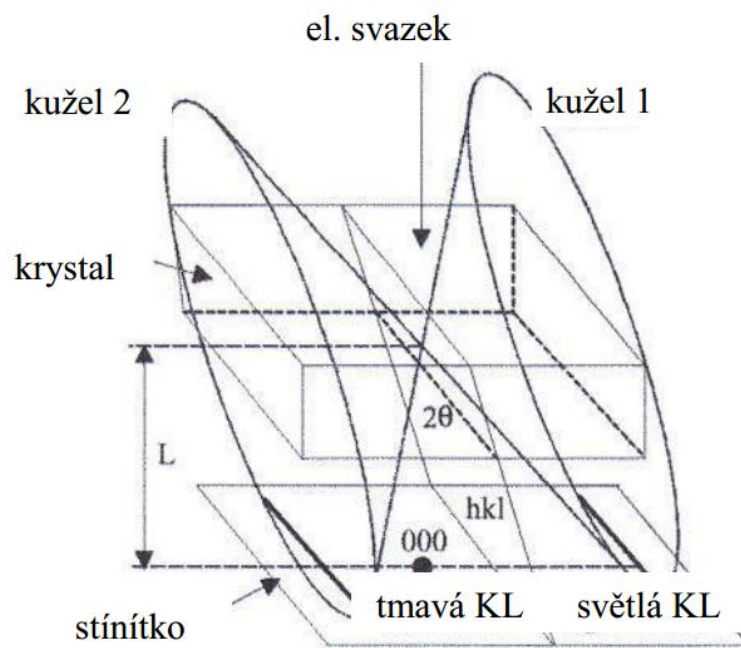
Speciální software vyhodnocuje stopy zpětně odražených elektronů na základě počtu Kikuchiho linií použitím Houghovy transformace (metoda pro nalezení parametrických popisů pro objekty v obraze). Software určuje orientaci pro každou fázi a po vyhodnocení jednotlivých fází a orientací jsou oindexovány stopy zpětně odražených elektronů [11,12].



Obr. 3.8. Schéma sestavy EBSD [12] Primary e- beam – primární svazek iontů, sample – vzorek, phosphor screen – fosforové stínítko, beam control - kontrola svazku, stage control – polohovač stolečku vzorku, remote control unit – kontrolní jednotka dálkového ovládání, EBSD detector – EBSD detektor

## Vznik Kikuchiho linií

Kikuchiho linie vznikají dvojnásobnou interakcí elektronů. Primární elektrony, které dopadají na povrch materiálu jsou nepružně rozptýleny a následně dochází k pružnému rozptylu elektronů, které dopadají na atomovou rovinu s Millerovými indexy (kl) a to pod tzv. Braggovým úhlem. Po odrazu na obou stranách roviny hkl vznikají dva difrakční kužely, kdy jejich vrcholový úhel svírá  $4\theta$ . Stínítko protíná tyto difrakční kužely a vznikají na něm Kikuchiho linie. Každé difraktující osnově rovin (hkl) odpovídají právě dvě Kikuchiho linie a vzdálenost těchto linií je úměrná převrácené hodnotě meziorovinné vzdálenosti difraktujících rovin (hkl) (obr. 3.9.) [3].



Obr. 3.9. Mechanismus vzniku Kikuchiho linií [3]

## 2.4. 3D EBSD

### 2.4.1. Principy a možnosti 3D EBSD

Jako jiné obvyklé metalografické a keramografické techniky je i EBSD metodou používáno pro zobrazování ve dvojdimenzionální rovině. Pro zobrazení ve 3D prostoru proto muselo být zavedeno nových metodik. Trojrozměrného obrazu je možné docílit pomocí spojením série snímků řezů ležících v rovinách nad sebou (obr. 3.11). Této metody je možno využívat u několika druhů materiálu. Hlavním problémem této metody je fakt, že se jedná o metodu destruktivní. K pořízení série řezů lze dojít několika způsoby jako například mechanickým řezáním, broušením, leštěním, chemickým leštěním, odprašováním pomocí iontů atd. [12, 14].

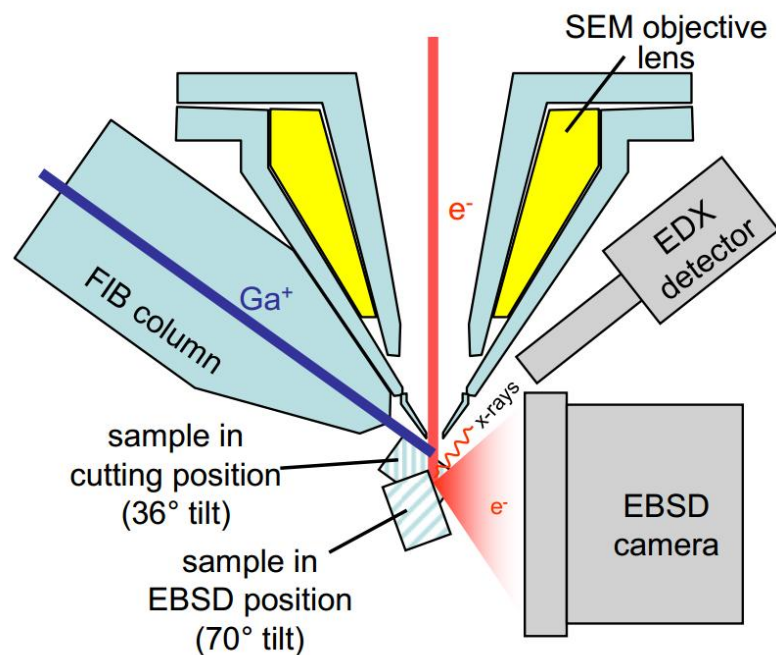
Největším úskalím této metody je dodržení správné vzdálenosti mezi řezy a získání rovných a rovnoběžných řezů. Kvůli dodržení těchto podmínek a pro získání kvalitních výsledku je nejčastěji k získání řezů používáno metody FIB v kombinaci se skenovacím elektronovým mikroskopem. Působením iontového svazku na povrch materiálu je možné docílit přesně odprašení požadovaného množství materiálu a to v hloubce v řádu nanometrů. Použitím této metody je tedy možné docílit hladkých povrchů, které nevykazují téměř žádné poškození.

Vývoj této metody dospěl do fáze, kdy je možné pomocí softwaru automaticky pořizovat snímky a následně provádět řezy materiálem [12, 14].

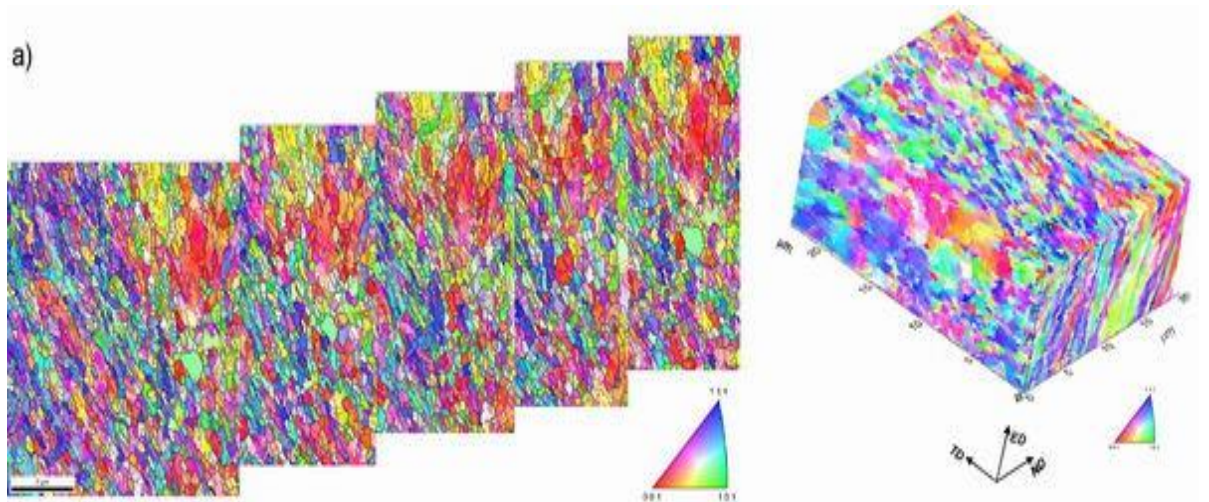
## 2.4.2. Použití 3D EBSD

### Geometrie

Obvykle se sestava potřebná k provádění metody 3D EBSD skládá ze skenovacího elektronového mikroskopu, na jehož straně je připojen zdroj fokusovaných iontů (FIB) a to většinou v úhlu  $54^\circ$  vůči vertikálnímu směru SEM. Detektor EBSD může být jak pod zdrojem FIB, tak i na opačné strany sestavy. Pro EBSD analýzu je potřebné natočení vzorku vůči dopadajícímu elektronovému záření, zatímco natočení vzorku pro odprašování pomocí FIB je potřebné natočení vzorku o  $36^\circ$  ( $90^\circ-54^\circ$ ) (obr. 3.10.)[14].



Obr. 3.10. Schéma sestavy 3D EBSD [14] Sample in cutting position – vzorek v pozici pro řezání FIB, sample in EBSD position – vzorek v pozici pro snímání EBSD, FIB column – zdroj FIB, EDX detector – EDX detektor, EBSD camera – EBSD kamera

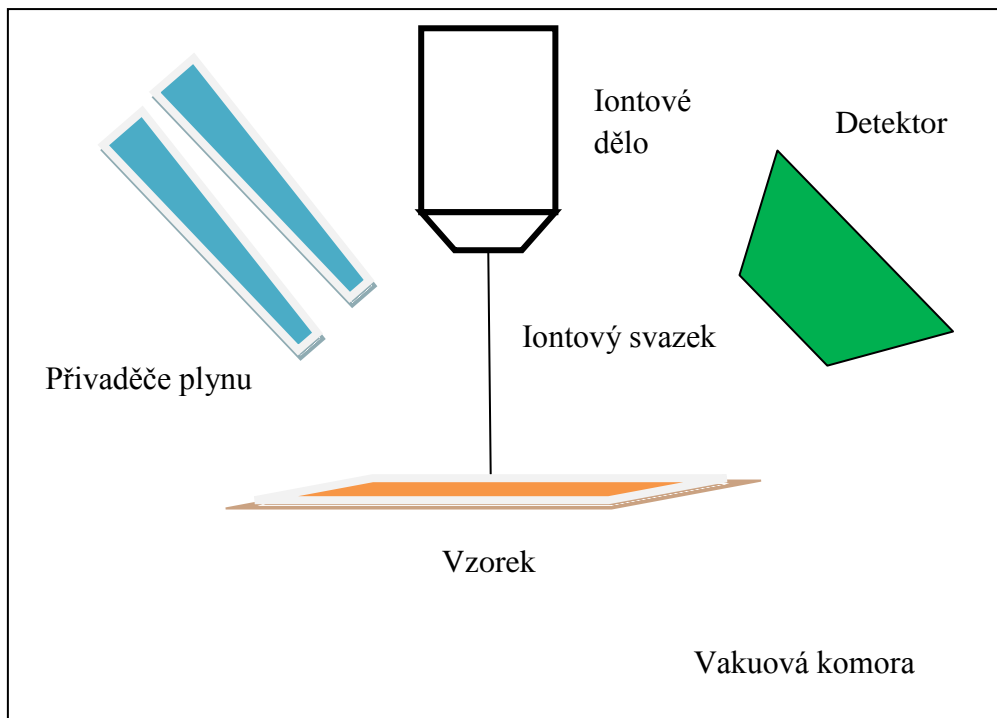


Obr. 3.8. Princip metody 3D EBSD : 2D řezy → 3D obraz [15]

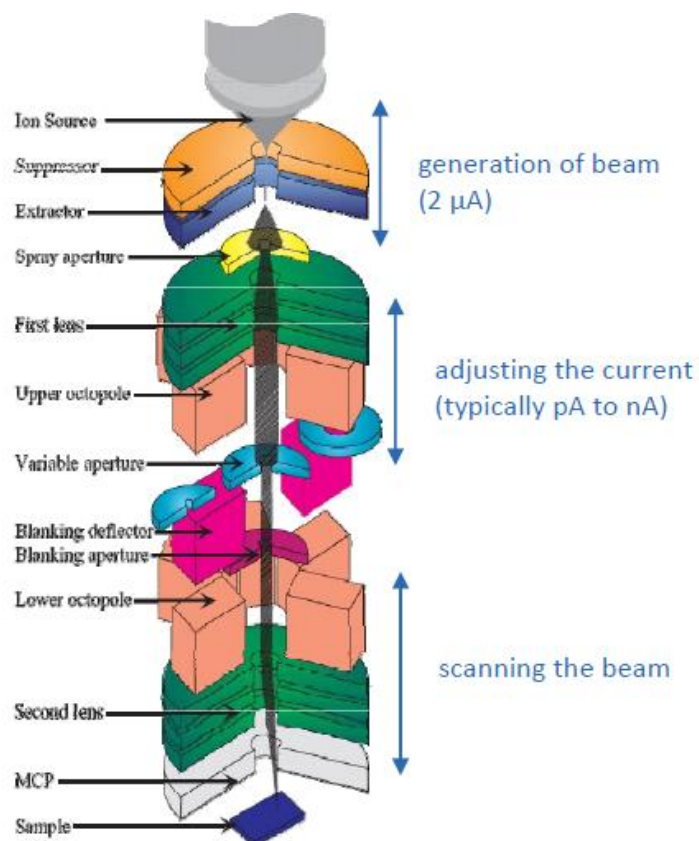
### 2.4.3. FIB

Focused ion beam, v češtině svazek fokusovaných iontů. Jak už název napovídá jedná se o metodu kdy jsou na povrch vzorku přiváděny ionty galia a tyto ionty mohou reagovat s povrchem materiálu různými způsoby a slouží tedy k různým účelům: zobrazování struktury, depozice, či odprášení malého množství materiálu z povrchu zkoumaného vzorku. Materiál je odprášen buď v podobě sekundárních iontů ( $i^+$ , či  $i^-$ ), nebo v podobě neutrálního atomu ( $n^0$ ). V posledních letech je díky pokroku v technologii FIB možné zajistit odprášení velmi malého množství materiálu z povrchu vzorku a tím i dosahování velké přesnosti. Pomocí FIB je možné dosahovat rozlišení okolo 1nm. [16,17]

Základní sestava FIB se skládá z vakuového systému a komory, zdroje iontů (obr. 3.13.), stolečku na vzorek, detektorů a počítače, který řídí celý proces (obr.3.12.). Sestava FIB je podobná sestavě SEM. FIB může být používán jako samostatný přístroj, ale je obvyklé, že je součástí větších celků např. jako součást SEM, Augerovy elektronové spektroskopie atd. [16].



Obr3.12. Nákres sestavy FIB

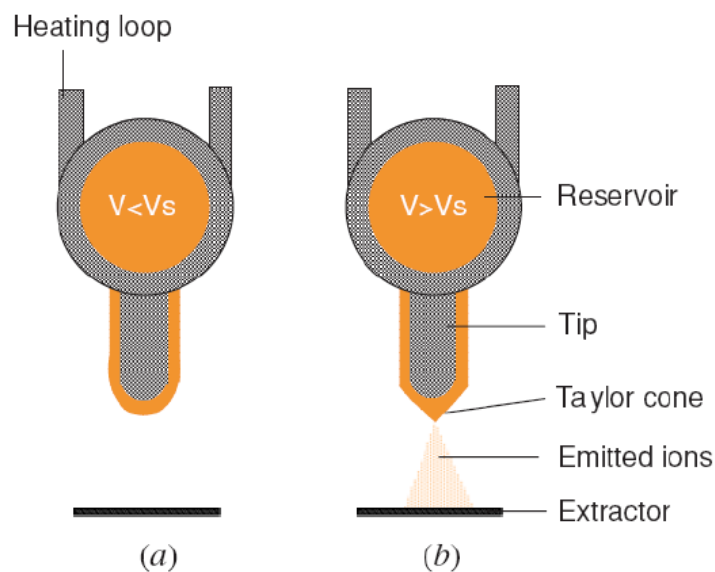


Obr. 3.13. Schéma iontového děla [18] Ion source – zdroj iontů, Supressor – supresor, Extractor –extrakční elektroda, Spray aperture –sprejová apertura, First lens – první čočka, Octopole – oktapól, Variable aperture – proměnlivá apertura, Blanking deflektor – zatemňovací deflektor, Blanking aperture – zatemňovací apertura, Lower octopole – spodní oktapól, Second lens – druhé čočky, Sample – vzorek, Generation of beam – tvorba svazku, Adjusting the current – zaostření svazku, Scanning the beam – skenování svazku

## Zdroj iontů

K vytvoření iontového svazku se nejčastěji používá iontový zdroj z tekutého kovu (LMIS – liquid metal ion source). Nejčastěji se jedná o zdroj iontů galia, lze taky použít zdroje iontů zlata, bismutu, cínu, či iridia. V případě galiového zdroje je galium v kontaktu s wolframovou jehlou. Natavené galium směřuje ke špičce wolframové jehly. Po přivedení napětí na hrot jehly a také na extrakční elektrodu se vytváří elektrické pole. Rovnováha elektrostatické síly a povrchového napětí galia způsobí zúžení kovu na hrotu jehly a vytvoří se tzv. Taylorův kužel. Pokud se napětí zvyšuje a roste za hranici mezního napětí ( $V_s$ ) zvyšuje se i emisní proud iontů (obr. 3.14.) [17 19].

Využití galia je vhodné díky nízkému bodu tání , který má hodnotu  $30^\circ\text{C}$  a nízké hodnotě mezního napětí  $V_s$ . Galium také nereaguje s wolframem, což je také důležité pro konstrukci iontového zdroje [17, 19].



Obr. 3.14. Nákres a princip iontového zdroje [19]

$V$  – přiložené napětí,  $V_s$  – mezní napětí, Heating loop – zahřívací smyčka, Reservoir – zásobník, Tip - jehla, Taylor cone – Taylorův kužel, Extraktor – extrakční elektroda

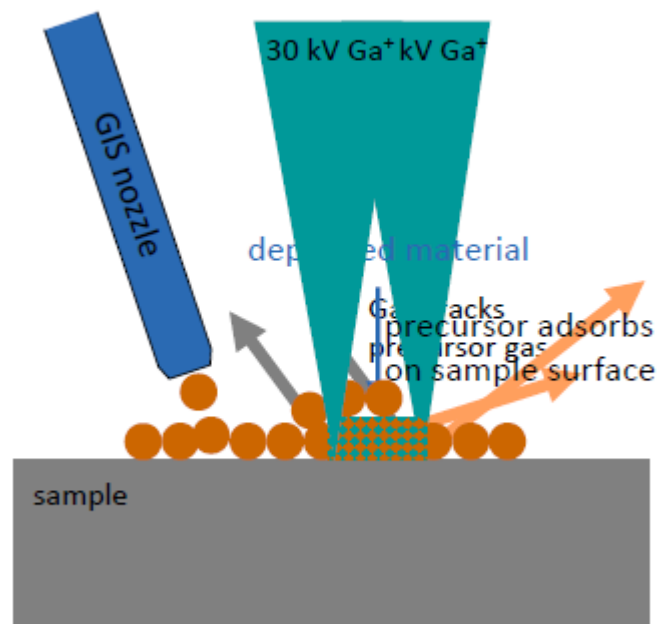
### 2.4.4. Možnosti využití FIB

#### Zobrazení struktury

Na povrch pozorovaného materiálu jsou přiváděny ionty  $\text{Ga}^+$ , které po interakci s povrchem materiálů vyrážejí sekundární elektrony, které poskytují informaci o struktuře na povrchu vzorku. Ideální proud a napětí pro dosažení optimálního rozlišení je 30 kV a 40 pA. Mezi hlavní výhody této metody se řadí kanálovací kontrast a odstranění oxidové vrstvy, naopak hlavní nevýhodou oproti běžnému SEM je porušení povrchu materiálu [17].

#### Depozice

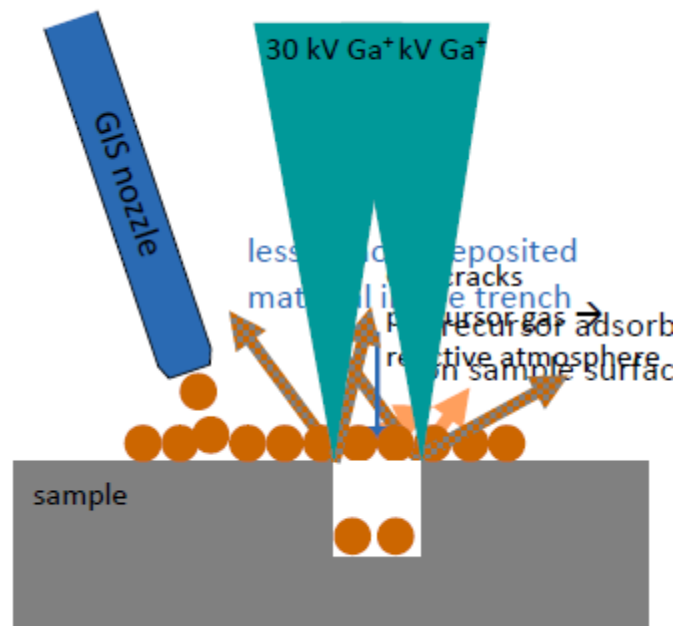
Touto metodou je možné nanášet materiál na povrch vzorku, v podstatě se jedná o metodu CVD (obr. 3.15.). Mezi nejčastěji deponované prvky patří C, Pt, W a Pd. Deponovaná vrstva tímto způsobem není nikdy dokonale čistá, protože obsahuje nečistoty Galia a uhlíku [17, 18].



Obr. 3.15. Schéma depozice pomocí FIB [20] Sample – vzorek, GIS nozzle – tryska GIS, deposited material – deponovaný materiál, precursor adsorbs – adsorbovaný prekurzor

### Odprašování

K odprašování materiálu dochází díky reakci  $\text{Ga}^+$  s povrchem vzorku (obr. 3.16.). Míra odprašení závisí na použitém urychlovacím napětí. S nižším urychlovacím napětím klesá i míra odprašení materiálu. Naopak pro urychlení procesu je potřeba zvýšit i urychlovací napětí, toto se využívá především, pokud je potřeba seriového řezání pomocí FIB nebo při řezání větších serií. Pro zrychlení procesu se zavádí takzvaný GIS, což je v překladu systém vstřikování plynu. Tato metoda představuje i jiné výhody, a to především, že zabraňuje zpětné depozici odprašených iontů. Mezi plyny, které se využívají v metodě GIS můžeme zařadit:  $\text{XeF}_2$  (pokročilé řezání křemíku),  $\text{I}_2$  (pokročilé řezání kovů),  $\text{H}_2\text{O}$  (řezání polymerů) [17, 18].



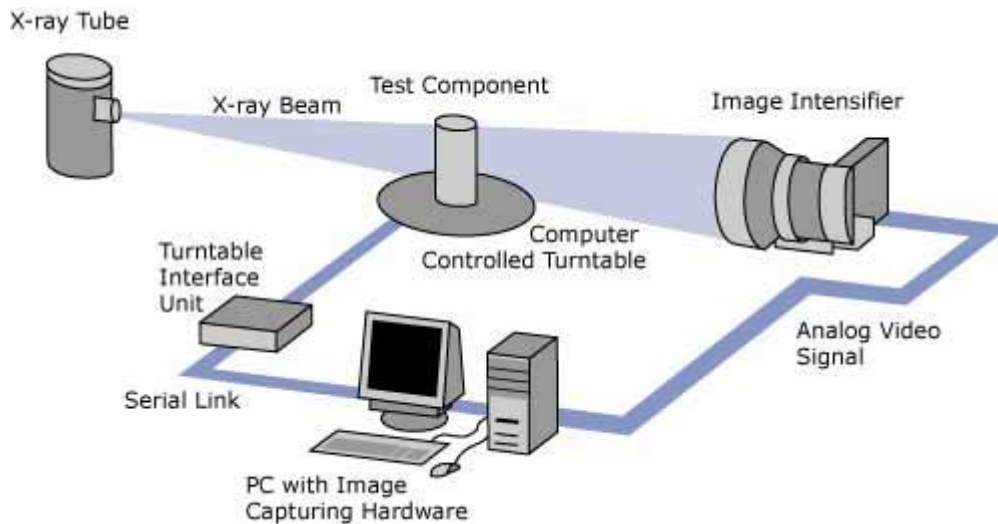
Obr. 3.16. Schéma odprašování pomocí FIB a GIS [20]

## 2.5. Přehled dalších metod zobrazování 3D struktury

Vývoj zobrazovacích technik hraje klíčovou roli v v chápání mikroskopického světa a jeho porozumění. Pro kompletní pochopení vlastností materiálu je tedy důležité chápat strukturu materiálu jako 3D objekt, k čemuž dopomáhá vývoj zobrazovacích technik pro zobrazení struktury v prostoru,

### 2.5.1. Rentgenová tomografie

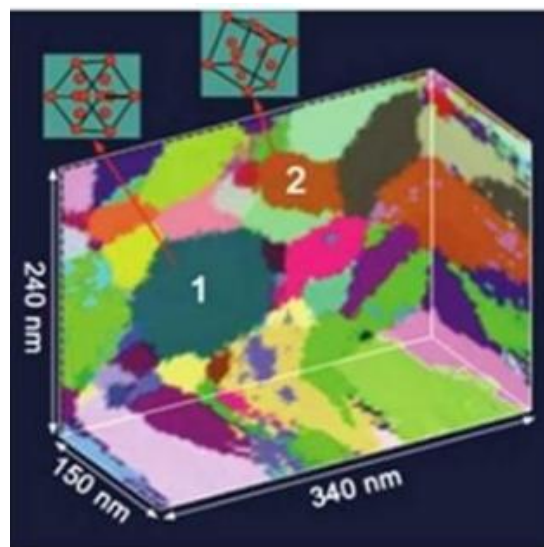
Základem rentgenové tomografie je rentgenové záření, které je směřováno na pozorovaný vzorek a prošlé záření je zaznamenáváno na detektoru (většinou film, nebo ccd detektor uzpůsobený pro radiografii (obr. 3.17.)). Klasicky je dosahováno 3D obrazu získáním velkého množství radiografických snímků , zatímco je rotováno prozařovaným vzorkem mezi 0°, až 180°. Dále je potřeba použít algoritmus k filtrování zpětně odraženého záření k dosažení správného zobrazení 3D struktury materiálu z takto pořízených radiografů.[21] Rentgenovou tomografií lze provádět ve třech různých módech: absorpční mód[22], mód založený na fázovém kontrastu[23] a holotomografický mód [24].



Obr. 3.17. Princip rentgenové tomografie [21]

### 2.5.2. Metoda mapování 3D struktury materiálu pomocí TEM

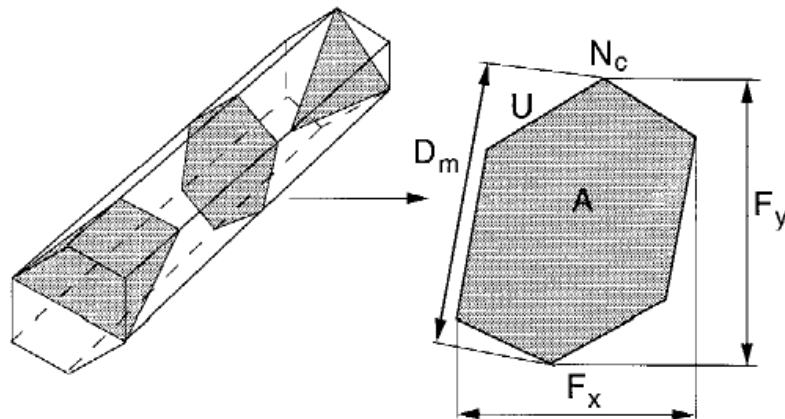
Jedná se o novou metodu vyvinutou v roce 2012, kterou je možné najít pod zkratkou 3D-OMiTEM (3D orientation mapping in TEM), což si lze vyložit v češtině jako mapování trojrozměrné orientace struktury pomocí transmisního elektronového mikroskopu. Touto metodou je možné dosahovat rozlišení 1 nm a jsou pozorovány vzorky, jejichž tloušťka je někdy menší, než velikost jejich zrna. Sběr dat probíhá na principu kónického skenování v tmavém poli. Aby bylo dosaženo úplné prostorové rekonstrukce zrn (obr. 3.18.), tak je potřeba simultánně pozorovat vzorek pod různými úhly. Konečná rekonstrukce je řízena algoritmem na základě algoritmů GrainSweeper a Grainspotter [25].



Obr. 3.18 Ukázka rekonstruované 3D struktury pomocí metody 3D-OMiTEM [25]

### 2.5.3. Kvantitativní mikroskopie pro stanovení 3D struktury

Jedná se o stereologickou metodu, kterou lze odhadnout distribuci velikosti zrn a tvarového faktoru (poměr nejdelší a nejkratší strany zrna) ve struktuře pozorovaného materiálu. Tato metoda se skládá z několika kroků. V první řadě je pozorování 2D struktury ideálně pod skenovacím elektronovým mikroskopem, po kterém následuje vyhodnocení jednotlivých zrn, kdy je předpokládáno, že jsou zrna prizmatického tvaru (šestiboký hranol) (obr.3.19). Na základě tohoto předpokladu je možné za zjištění 2D parametrů odhadnout směr řezu a stanovit možnou 3D podobu jednotlivých zrn [26].



Obrázek 3.19. Schéma možných směrů řezání prizmatického zrna [26]

## 2.6. Materiál $\text{Si}_3\text{N}_4$

### 2.6.1. Historický vývoj

První zmínky o nitridu křemičitém pocházejí z roku 1857 a 1910, kdy byl pozorován na povrchu křemíku při zahřívání na  $1320^\circ\text{C}$  v dusíkové atmosféře. Zájem o tuto keramiku začal stoupat v šedesátých letech 20. Století, kdy se zdálo, že by mohla najít uplatnění jako konstrukční materiál plynových turbín. V tomto období bylo objeveno, že  $\text{Si}_3\text{N}_4$  existuje ve dvou krystalických fázích  $\alpha$  a  $\beta$  [27].

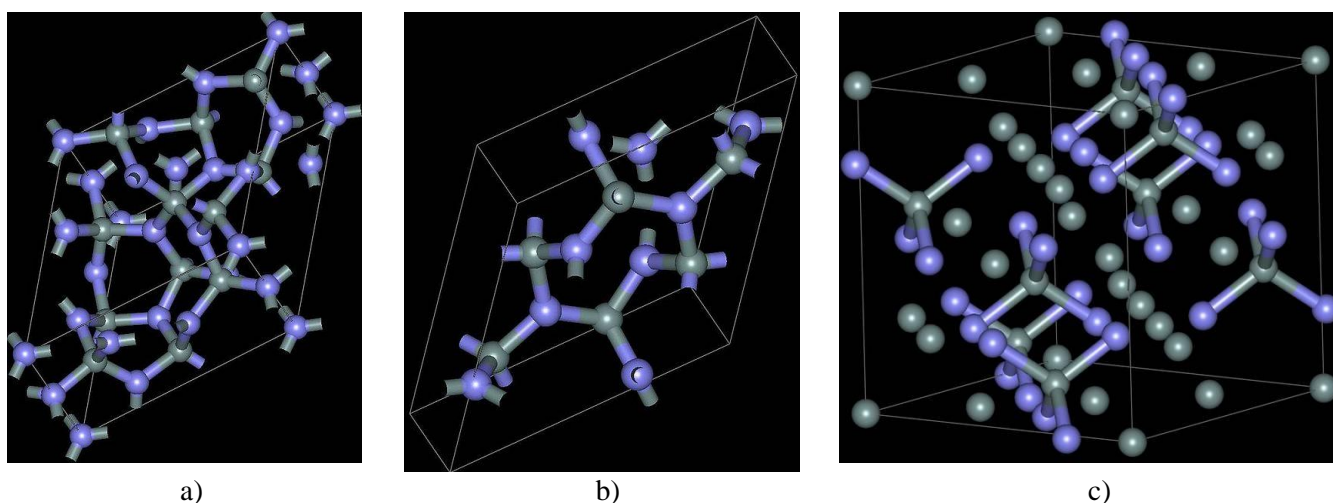
V roce 1971 v USA dospěli k závěru, že pomocí metody *hot-pressing* může být dosahováno pouze jednoduchých tvarů výrobků, proto docházelo k optimalizaci a hledání nových způsobů výroby tohoto materiálu [27].

Jeden z průlomů nastal v roce 1972, kdy byly v Japonsku a Británii objeveny sialony. Jedná se v podstatě o keramický nitrid křemíku, kdy je dusík nahrazován ve struktuře kyslíkem ve fázi  $\beta$  a zároveň hliník nahrazuje ve struktuře křemík k zachování neutrálního náboje. Tohoto je možné dosahovat jen přidáním aditiv jako  $\text{MgO}$ , či  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . V dalších letech byl vývoj především zaměřen na využití aditiv při výrobě  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a jejich vlivu na hustotu a výsledné vlastnosti materiálu. Tento výzkum měl za následek vývoj několika druhů nitridu křemičitého označovaných dle způsobu výroby: RBSN (*reaction-bonded silicon nitride*), HPSN (*Hot-pressed silicon nitride*), SSN (*sintered silicon nitride*), SRBSN (*sintered reaction-bonded silicon nitrides*), HIPSIN (*hot isostatically pressed silicon nitrides*) [27].

## 2.6.2. Krystalová struktura

Atom křemíku v nitridu křemičitém je hybridovaný stav konfigurace  $sp^3$ , který tvoří tetraedrické uspořádání valenčního orbitalu a váže 4 atomy dusíku. Vazba mezi atomy je smíšená, konkrétně je asi ze 70% kovalentní [27, 28].

Rozlišujeme základní krystalografické formy nitridu křemičitého:  $\alpha$ ,  $\beta$  a  $\gamma$  (obr. 3.20.). Nejčastěji se vyskytující formy jsou  $\alpha$  a  $\beta$ , které lze připravit za normálního tlaku. Výzkum ukázal, že obě formy nitridu křemičitého jsou hexagonální a hlavní rozdíl spočívá v rozměrech strany  $c$  (Tab. 3.1.). Kdy rozměry strany  $c$  u modifikace  $\alpha$  jsou v podstatě dvakrát větší než u modifikace  $\beta$  viz tabulka. Modifikace  $\gamma$  -  $Si_3N_4$  je kubická a vyznačuje se spinelovou strukturou, která je stabilní za vysokých tlaků a teplot ( $p > 15 \text{ GPa}, T > 2000 \text{ K}$ ) [27, 29].



a) b) c)

Obr. 3.20. Krystalografické schéma a)  $\alpha$  -  $Si_3N_4$ , b)  $\beta$  -  $Si_3N_4$ , c)  $\gamma$  -  $Si_3N_4$  [30]

Tab. 3.1. Srovnání parametrů jednotkových buněk  $\alpha$  a  $\beta$  nitridu křemičitého. [27]

Typ $Si_3N_4$	Skladba jednotkové mříže	a (nm)	c (nm)	c/a	V (nm <sup>3</sup> )	Vypočtená hustota (g cm <sup>-1</sup> )
$\alpha$	$Si_{12}N_{16}$	0,7748	0,5617	0,725	0,292	3,184
$\beta$	$Si_6N_8$	0,7608	0,29107	0,382	0,1459	3,187

## RBSN - Reakčně vázaný nitrid křemíku (*Reaction-Bonded Silicon Nitride*)

### Přehled procesu reaction - bonding

RBSN byla první dostupná keramika  $Si_3N_4$ . Vznik lze popsat jednoduchou chemickou rovnicí (rov.7) [27].



Požadovaného tvaru je dosahováno izostatickým lisováním, nebo injekčním vstřikováním křemičitého prášku. Velikost částic tohoto prášku by neměla přesahovat 10 μm. Takto zpracovaný prášek je dále nitridován v atmosféře molekulárního dusíku za teplot začínajících na 1100 °C až po teploty okolo 1420 °C (bod tání Si). Reakci můžeme označit jako silně exotermickou ( $\Delta H \sim 733 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ). Konečný produkt se obvykle skládá z  $\alpha$  a  $\beta$  fáze při pórovitosti 15-30% [27].

Hustota křemíku je  $2,33 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  a hustota nitridu křemíku je  $3,187 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ . Z tohoto údaje vyplývá, že dochází k nárůstu objemu během nitridace o 21,7 %. Při nitridaci nedochází k slinování a tedy ani k smršťování [27, 29].

Termodynamické výpočty ukázaly, že křemík může s dusíkem reagovat ve všech fyzikálních skupenstvích (rov. 8-10) [27].



$$\Delta G^\circ = -723 + 0,315 T \text{ (kJ mol}^{-1}\text{)}$$



$$\Delta G^\circ = -804 + 0,405 T \text{ (kJ mol}^{-1}\text{)}$$



$$\Delta G^\circ = -2080 + 0,757 T \text{ (kJ mol}^{-1}\text{)}$$

Fáze  $\beta$  je především formována při reakcích dle rovnic 1 a 2. Fáze  $\alpha$  je formována při reakci, kdy jsou obě složky plynné. Obecně lze říci, že výsledná struktura se skládá z protáhlých zrn  $\alpha$ , rovnoosých zrn fáze  $\beta$ , nečistot a pórů [27].

Atkinson (1976) navrhl model pro lepší porozumění nitridačního procesu. Na počátku reakce zárodky nitridu křemičitého nukleují a formují se na povrchu křemíku pomocí chemisorpce. Dále je předpoklad, že křemík je transportován pomocí evaporace a kondenzace nebo difuzí z obklopujícího povrchu. V průmyslové praxi nelze opomenout kyslík vyskytující se v plynu, který je použit jako atmosféra při nitridaci. Tento kyslík způsobuje vznik oxidu SiO, který reaguje s dusíkem a dochází ke vzniku  $\alpha$  nitrid křemičitého, který se usazuje na zárodcích a kyslík se dále uvolňuje a způsobuje cyklickou reakci. Po zreagování veškerého křemíku v okolí reakce dochází k tvorbě pórů mezi rostoucími zárodky [27, 29].

### **Příprava prášků nitridu křemičitého**

Základním předpokladem je použití prekurzoru z nitridu křemičitého. Na trhu se vyskytují především prášky připravené čtyřmi způsoby výroby: nitridací křemíku, CVD, karbo-termální redukcí oxidu křemičitého a rozkladem diamidu křemičitého [27].

Každá z metod je vhodná pro přípravu prášku, který je vhodný pro následné slinovací procesy, ale každý vykazuje jinou morfologii, krystalinitu, specifický povrch a obsah nečistot. Pro všechny případy lze říci, že je přítomen v prášku kyslík, který tvoří vrstvu  $\text{SiO}_2$  na povrchu každé částice. Všechny tyto faktory mohou ovlivnit výslednou hustotu a vlastnosti materiálu. Ideální prášek by měl mít následující vlastnosti [27]:

- Rovnoosou morfologii částic
- Velký specifický povrch, kvůli lepší slinovatelnosti
- Velký podíl fáze  $\alpha$  kvůli lepšímu vývoji mikrostruktury během slinování
- Nízký podíl nečistot, aby bylo dosaženo lepších vlastností za vyšších teplot a nedocházelo k nechtěným chemickým reakcím za vyšších teplot

### **HPSN - Nitrid křemíku lisovaný za vysokých teplot (*Hot-pressed silicon nitride*)**

Tato metoda zahrnuje zvýšenou teplotu i jednoosý tlak. Celý proces probíhá v grafitové lisovnici za teplot v rozmezí 1650-1850°C, tlaku 15 až 30 MPa po dobu 1 až 5 hod. K povlakování lisovnice a pístů se používá obvykle nitrid boritý, toto však způsobuje kontaminaci povrchu materiálu. Této komplikaci lze předcházet předlisováním v kovové lisovnici [27].

### **SSN - Slinutý nitrnitrid křemíku (*Sintered Silicon Nitride*)**

Slinování probíhá za teplot 1700 - 1800°C při atmosférickém tlaku. Díky absenci zvýšeného tlaku se hlavní hnací silou stává zmenšování povrchové energie částic, proto je nezbytné zajistit prášek s částicemi s co největším měrným povrchem. Toto samozřejmě vede ke zvýšení podílu kyslíku, což dále vede k ovlivnění struktury [27].

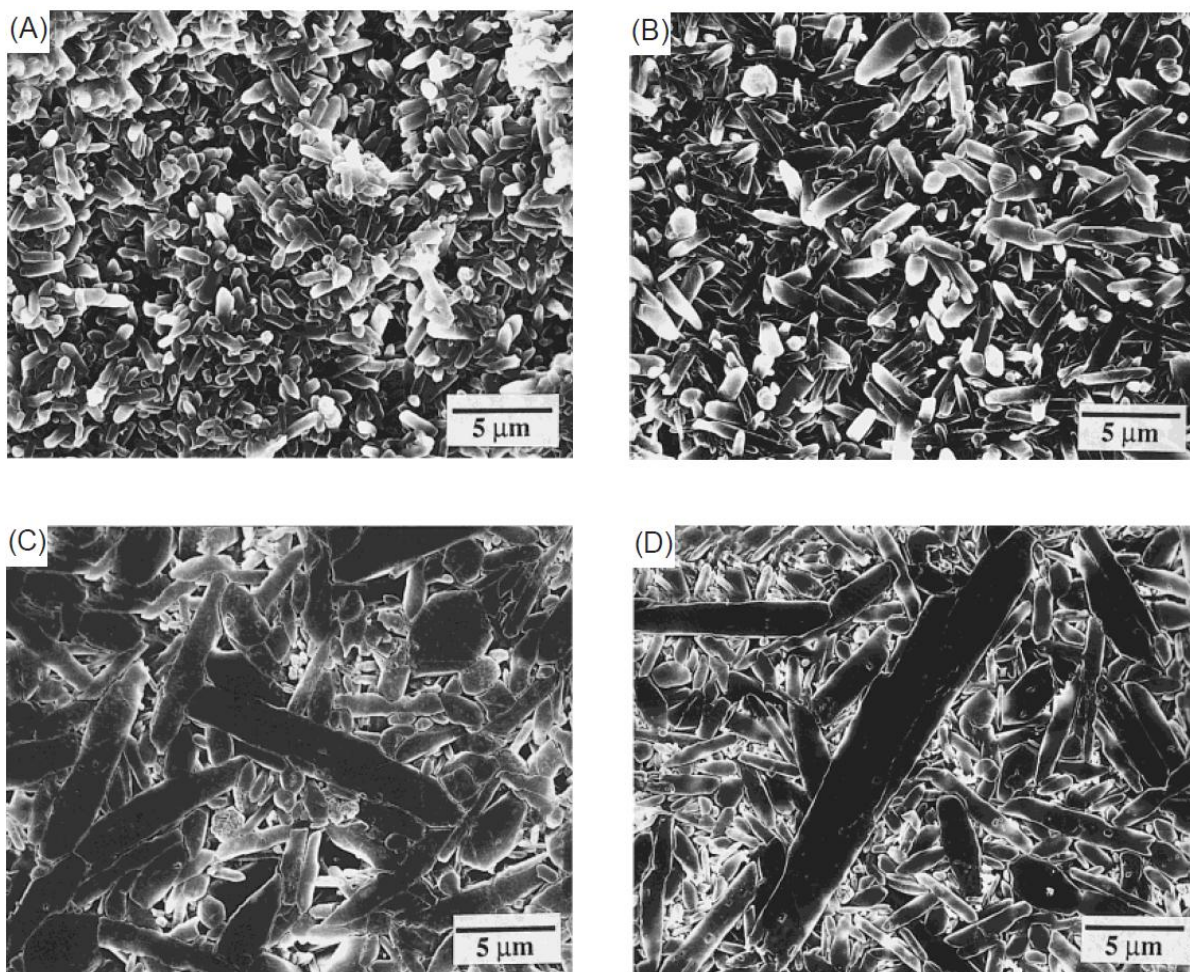
### **HIPSN - Nitrid křemíku vyrobený metodou HIP (*Hot Isostatically pressed silicon nitride*)**

Tato metoda byla původně využívána pro zpracování speciálních a tvrdých kovových slitin. Komponenty nitridu křemičitého jsou vloženy do autoklávu, ve kterém je zvýšená teplota a tlak. Jako médium pro převod tepla a tlaku je použit dusík, nebo argon. Tato metoda má za následek snížení porozity a zlepšení spolehlivosti (Weibullova modulu) [27].

### **Aditiva a jejich role**

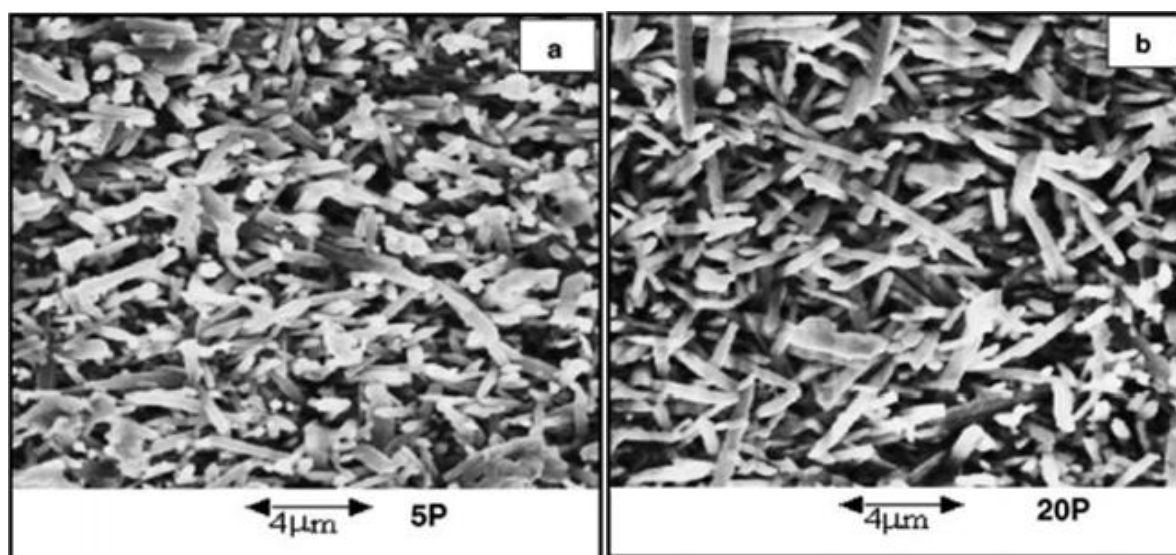
Jak je známo tak hlavní nevýhodou keramických materiálů je jejich křehké chování, které do určité míry omezuje jejich využití v průmyslu. K omezení tohoto problému je nutné porozumět vztahu mezi mikrostrukturou materiálu a jeho užitnými vlastnostmi. Postupným vývojem a výzkumem bylo zjištěno, že u keramiky  $\text{Si}_3\text{N}_4$  je možnost ovlivňovat protažení a velikost  $\beta$  zrn, což má za následek zvýšení odolnosti proti křehkému chování a to dvakrát, až třikrát. Tyto zrna mají podobný význam jako např. vlákna v kompozitních materiálech: přemostují a odklánějí thliny [31].

Výslednou mikrostrukturu velmi ovlivňují přidaná aditiva. Jak již bylo řečeno tak výsledné chování nejvíce ovlivňuje velikost (průměr a délka) a tvar (aspect ratio)  $\beta$  zrn. Jednotlivé mikrostruktury a rozdíly mezi nimi jsou naznačeny níže na příkladu kdy do prášku pro slinování  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bylo přidáno 2, 4,8 a 16 hm%  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  (obr. 3.21.) Na tomto případu je možné pozorovat velký nárůst  $\beta$  zrn pro množství aditiva nad 8 hm% [31, 32].



Obr. 3.21. Mikrostruktura Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> po přidání různého množství Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a)2hm% b) 4hm% c)8hm% a d)16hm% [31]

Na dalším příkladu je možné pozorovat ovlivnění mikrostruktury pomocí aditiva složeného z Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a CRE<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (obr. 3.22.), což jsou průmyslově dostupná aditiva. U jednotlivých struktur byl pozorován i nárůst odolnosti vůči křehkému lomu [33].



Obr. 3.22. Mikrostruktura Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> po přidání aditiva (a) 5 vol.% (b) 20 vol.% [33]

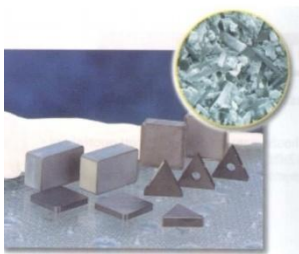
### 2.6.3. Využití $\text{Si}_3\text{N}_4$

Výborné mechanické, termální a termofyzikální vlastnosti předurčují nitrid křemičitý, aby se uplatnil jako materiál v kosmickém průmyslu na plynové turbíny, spalovacích motorech, tepelných motorech atd. Pro nitrid křemíku lze najít uplatnění i v jiných oborech, jako například ložiska, řezná keramika, hořáky, tepelné výměníky, svářecí trysky a pálicí pomůcky (obr.3.23.) [28].

Pro uplatnění nitridu křemičitého mají především rozhodující význam jeho nízká hustota, stabilita za vysokých teplot ( $T > 1800^\circ\text{C}$ ), vysoký stupeň tvrdosti, malý koeficient tření, vysoká odolnost proti korozi, vysoká rezistence proti náhlé změně teploty ve srovnání s jinými typy keramiky a některé tribologické vlastnosti, jako například zvýšená odolnost proti stykové únavě [28, 29].

Na druhou stranu je potřeba uvést i nevýhody, které jsou s tímto materiálem nedílně spjaty. Mezi nevýhody lze řadit typickou vlastnost keramiky – křehkost, která je však omezena do jisté míry krystalovou strukturou, kdy podlouhlé zrna  $\beta$  mají za následek odklon trhliny a tím pádem se zvětšováním trhliny se zvětšuje i odpor proti jejímu šíření. Dalšími nevýhodami jsou: obtížné mechanické opracování monolitických částí, s výjimkou RBSN a dalšími nevýhodou je složitost spojení  $\text{Si}_3\text{N}_4$  k kovovým součástím, kdy je zapotřebí použití komplexu technologií jako tvrdého pájení, slinování v plynu za zvýšeného tlaku, nebo HIPování [28].

Typické aplikace porézního RBSN jsou tavící kelímky a míchadla pro výrobu roztaveného hliníku, zinku, cínu, či olověných slitin. Dále lze RBSN používat jako materiál pro výrobu trysek, teplotní ochranné pouzdra, trysky pro obloukové svařování, dentální porcelán atd. [28,29].



a)



b)



c)

Obr. 3.23. Uplatnění nitridu křemičitého jako: a) řezné keramiky [34] b) části ložisek [35] c) trysek [36]

### 3. Cíle práce

Cílem práce je vývoj metodiky získání 3D dat mikrostruktury keramického materiálu na bázi nitridu křemíku určeného pro válcovací stolice vysocepevných drátů.

Na základě literární rešerše a s ohledem na hlavní cíl práce lze formulovat tyto dílčí cíle:

Navrhnout vhodnou metodiku přípravy vzorku pro 3D rekonstrukci pomocí metody EBSD.

Optimalizovat nastavení parametrů mikroskopu (elektronového i iontového svazku) pro jednotlivé operace vedoucí k získání 3D dat mikrostruktury.

Provedení rekonstrukce zrnové struktury vedoucí k získání mikrostrukturních údajů o zkoumaném materiálu.

Detailně popsat nezbytné kroky 3D rekonstrukce vedoucí ke generování výsledných dat a jejich vizualizaci.

Vyzkoušet alternativní zpracování získaných dat pomocí volně dostupných programů a poskytnout informaci o vhodnosti jejich použití.

Srovnat výsledky 2D analýzy mikrostruktury zkoumaného materiálu s daty získanými pomocí 3D EBSD rekonstrukce.

Popsat možnosti uplatnění této nové techniky a posouzení její výhodnosti v porovnání s technikami, které jsou používány.

## 4. Experimentální část

### 4.1. Metodika experimentu

#### 4.1.1. Popis experimentálního materiálu

Pro účely této práce byl vybrán keramický materiál  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , jelikož jeho použití je významné ve strojírenské praxi a také jeho mikrostruktura doposud nebyla přesně popsána a kvantifikována. Tento materiál je vyvíjen pro uplatnění na součásti válcovací stolice, které jsou namáhány při tažení drátů jak tlakově, tak tepelně (obr.4). Přehled vlastností materiálu je omezen, protože materiál je teprve ve vývoji.

#### Vlastnosti materiálu:

Pevnost v ohybu (čtyřbodový ohyb)	765 Mpa
Weibullův modul	12
Tvrдость (HV 20)	14,6
Lomová houževnatost	6 MPa.m <sup>1/2</sup>
Porozita	3 obj.%

#### Postup výroby se skládá z několika fází:

- Smíchání prášku  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a slinovacích aditiv ( $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3$ )
- Míchání pro zajištění homogenizace
- Granulace
- Izostatické lisování
- Opracování neslinutého tělesa
- Zbavení se organických částic a slinování (*gas pressure sintering*)



Obr. 4 Fotografie válcovací stolice osazené kroužky z  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (RoLiCer 2013)

#### 4.1.2. 2D charakterizace mikrostruktury

Získání informací o mikrostruktuře je klíčové k poznání daného materiálu. Současná materiálografie poskytuje dostatečné možnosti k charakterizaci moderních materiálů pomocí 2D analýzy výbrusů. V případě keramických materiálů je postup přípravy vhodného výbrusu a jeho charakterizace mikrostruktury následující:

##### Řezání

Řezání vzorku je nutné především kvůli odebrání požadované části materiálu o dané velikosti, se kterým je možné nadále manipulovat. Řezání probíhalo na přesné pile ISOMET 5000 (Buehler, USA) s diamantovými kotouči o dané zrnitosti dle potřeby finálního vzorku. Při řezání je nutné dodržet správný postup, aby se předešlo poškození povrchu vzorku, ať už tepelnému, či mechanickému. Musí být tedy správně nastavena rychlost posuvu, otáčky kotouče a chlazení vodou.

##### Broušení

Po řezání je nutná další úprava vzorku, která slouží k zarovnání povrchu a snížení jeho drsnosti. Touto operací je broušení. Broušení probíhá na metalografických bruskách osazených brousícími kotouči o požadované zrnitosti podle potřeby. Odběr materiálu závisí na rychlosti otáček brusky, zrnitosti brousícího kotouče, přítláčné síle na vzorek a době broušení. K zajištění kvalitního výstupu z této operace je nutné zajištění nepoškození povrchu vzorku, čehož se dosáhne správným nastavením dříve zmíněných parametrů a zajištěním chlazení při broušení, k čemuž se využívá většinou voda.

##### Leštění

Při leštění dochází ke zjemňování povrchu pomocí odběru materiálu pomocí diamantové suspenze, která je rozptýlena na textilním kotouči. Leštění může být provedeno na stejném zařízení jako broušení. Pro dosažení jemného povrchu vzorku se leští se suspenzemi o vyšších zrnitostech, až po co nejjemnější zrnitost. Obvykle se používají suspenze o zrnitostech  $9\mu\text{m}$ ,  $6\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$  a  $1\mu\text{m}$ .

## **Pozorování**

Pro pozorování takto připravených výbrusů je možné použít optické nebo skenovací elektronové mikroskopie. Pozorování v této práci probíhalo pomocí skenovacího elektronového mikroskopu LYRA (Tescan, Česká Republika).

## **Obrazová analýza**

Po pořízení snímků ve skenovacím elektronovém mikroskopu byly tyto snímky analyzovány pomocí softwaru imageJ. Pomocí tohoto softwaru bylo nutné pořízené snímky upravit, aby bylo možné automaticky rozpoznat hranice jednotlivých zrn. Tento proces byl doladěn ručním dokreslením některých hranic zrn. Poté co software zrna rozpoznal jednotlivá zrna, tak byla jednotlivá zrna aproximována na elipsy pro lepší analyzovatelnou a přehlednější statistický výstup. Z takto upraveného obrazu byl získán statistický výstup s jednotlivými parametry zrn.

### **4.1.3. Metodika 3D rekonstrukce**

Cílem experimentu byla kompletní objemová rekonstrukce zrnové struktury zkoumaného materiálu. Pro tuto rekonstrukci byla zvolena metoda rekonstrukce 3D EBSD. Metoda 3D EBSD se ve vědecké praxi začíná používat na kovových materiálech, na kterých je tato metoda snáze proveditelná, a to hlavně díky dobré elektrické vodivosti kovů a z ní plynoucímu jednoduššímu pozorování v elektronovém mikroskopu. Kovy také vykazují snadnější odběr materiálu tzv. řezání pomocí fokusovaného iontového svazku (focused ion beam – FIB) díky jejich nižší tvrdosti. V neposlední řadě je velkou výhodou při pozorování kovů větší informační výtěžnost z EBSD map, díky větší intenzitě difrakčních obrazců. U zvolené metody 3D EBSD pro námi zkoumaný materiál  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bylo tedy zapotřebí modifikovat známé postupy vhodné pro kovové materiály, jelikož se jedná o materiál tvrdý, nevodivý mající silně heterogenní mikrostrukturu. Největší rozdíl je lze spatřit zejména ve změně tvaru vzorku, kde byla nakonec zvolena k pozorování tenká folie připravená dle našeho návrhu a potřeba maximálního zvodnění povrchu materiálu a také použití krycí ochranné vrstvy na povrchu, kde je využívána metoda GIS FIB, pomocí které byla nanášena na stanovené místo povrchu keramiky platina nebo wolfram.

Experiment se skládal z několika fází:

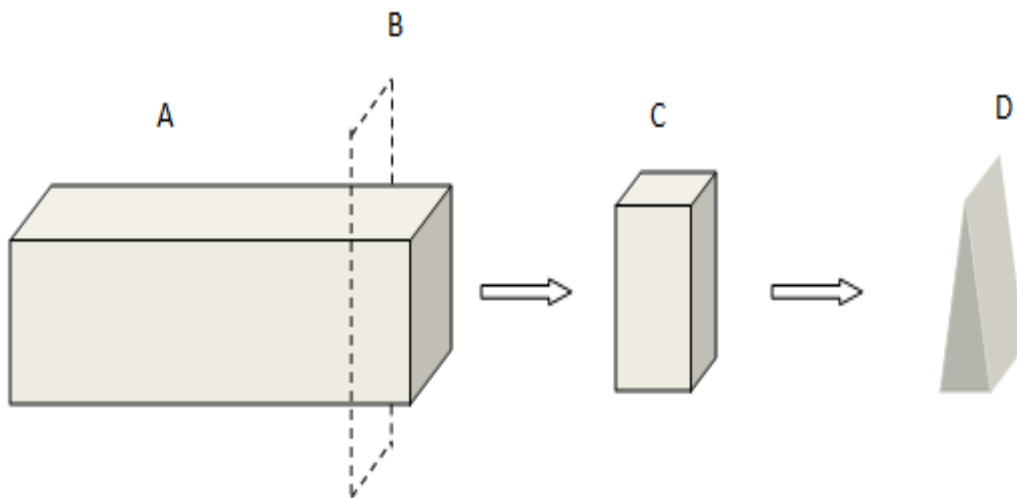
- Příprava vzorku
- Pozlacení vzorku
- Výběr místa rekonstrukce
- Úprava okolí místa rekonstrukce
- Povlakování vzorku pomocí GIS
- Příprava místa pozorování
- Nastavení parametrů snímání a kalibrace
- Automatický proces 3D EBSD: opakovaná sekvence FIB + EBSD
- Generace 3D informací o struktuře

#### 4.1.4. Příprava vzorku a pozlacení

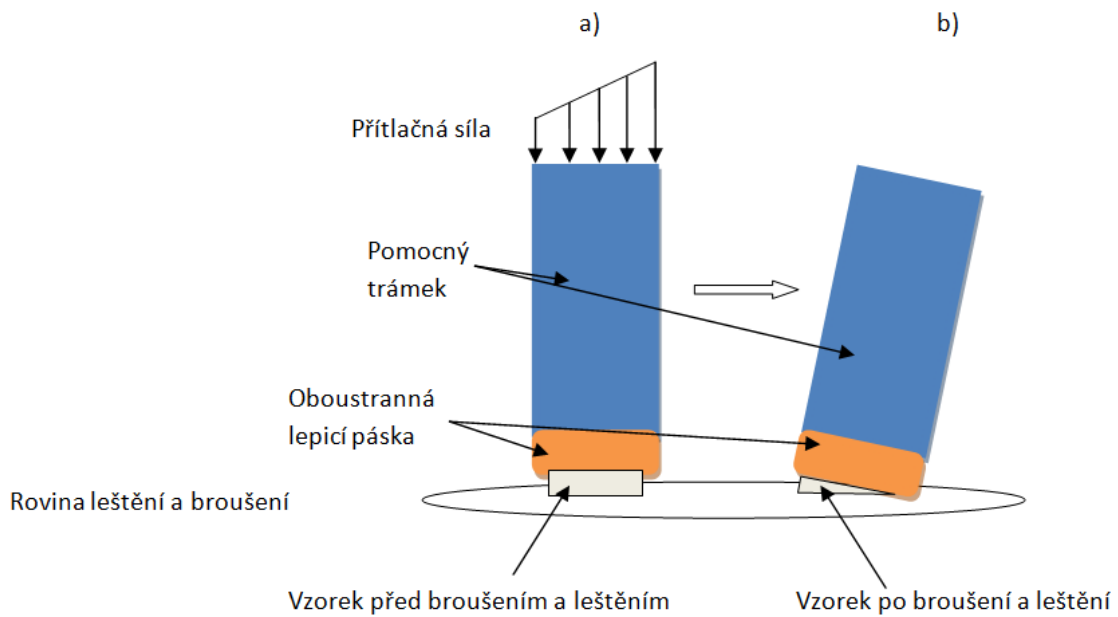
Ke kvalitnímu provedení 2D analýzy a rekonstrukce mikrostruktury pozorovaného materiálu bylo zapotřebí připravit kvalitní vzorek. A to zejména bez mechanického povrchového porušení a poškození a dostatečně tenký, aby bylo možné zajistit kvalitní řezání pomocí metody FIB v rovnoběžných rovinách a za relativně kratší časové období.

##### Postup:

Příprava vzorků probíhala v keramografické laboratoři skupiny Křehký lom na Ústavu fyziky materiálů akademie věd České republiky v Brně. Bylo používáno keramografických metod: řezání, broušení a leštění. Z trámku zkoumané keramiky  $\text{Si}_3\text{N}_4$  o průřezu  $4 \times 3 \text{ mm}$  byl nejdříve odřezán na přesné pile ISOMET 5000 (Buehler, USA) pomocí diamantového kotouče plátek o tloušťce cca  $5 \text{ mm}$ , který byl nadále ztenčován. Aby bylo dosaženo, co největšího ztenčení na jednom rohu destičky byl vzorek broušen a následně leštěn do tvaru klínu, kdy vrcholový úhel klínu by měl být co nejmenší (obr.4.1.). Pro dosažení požadovaného ztenčení a tvaru vzorku byl vzorek přilepen pomocí oboustranné lepicí pásky k pomocnému kovovému trámečku (obr.4.2.). Broušení probíhalo na brousícím kotouči o zrnitostech 230/270 a 120/140. Jako poslední krok přípravy vzorku v keramografické laboratoři probíhalo leštění. Vzorek byl leštěn na textilních kotoučích pomocí diamantových suspenzí a to postupně o zrnitosti:  $9 \mu\text{m}$ ,  $6 \mu\text{m}$ ,  $3 \mu\text{m}$ ,  $1 \mu\text{m}$  a  $\frac{1}{4} \mu\text{m}$ .

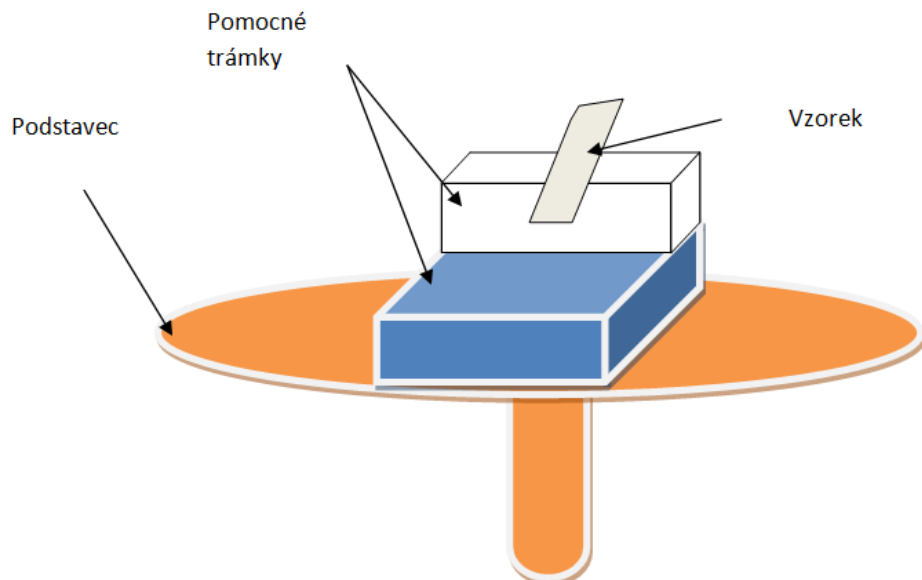


Obr. 4.1. Schéma postupu při přípravě vzorku A-trámek před nařezáním, B- rovina řezu C-vzorek před broušením a leštěním, D-vzorek po leštění



Obr. 4.2. Schéma broušení a leštění vzorku a) před broušením b) po leštění

Takto dokončená folie byla připevněna na navrženou sestavu trámečků a podstavce určenou pro tento účel (obr.4.3.). Poněvadž bylo potřeba počítat s dodržáním geometrie při snímání EBSD map, tak bylo nutné dodržet přesné natočení folie vůči rovině podstavce už při jejím nalepování. Ke slepení celé sestavy bylo použito stříbrné lepidlo, které je důležité i z důvodu své vodivosti a pomáhá odvádět náboj ze vzorku při samotném procesu 3D rekonstrukce probíhající za pomoci elektronového mikroskopu.

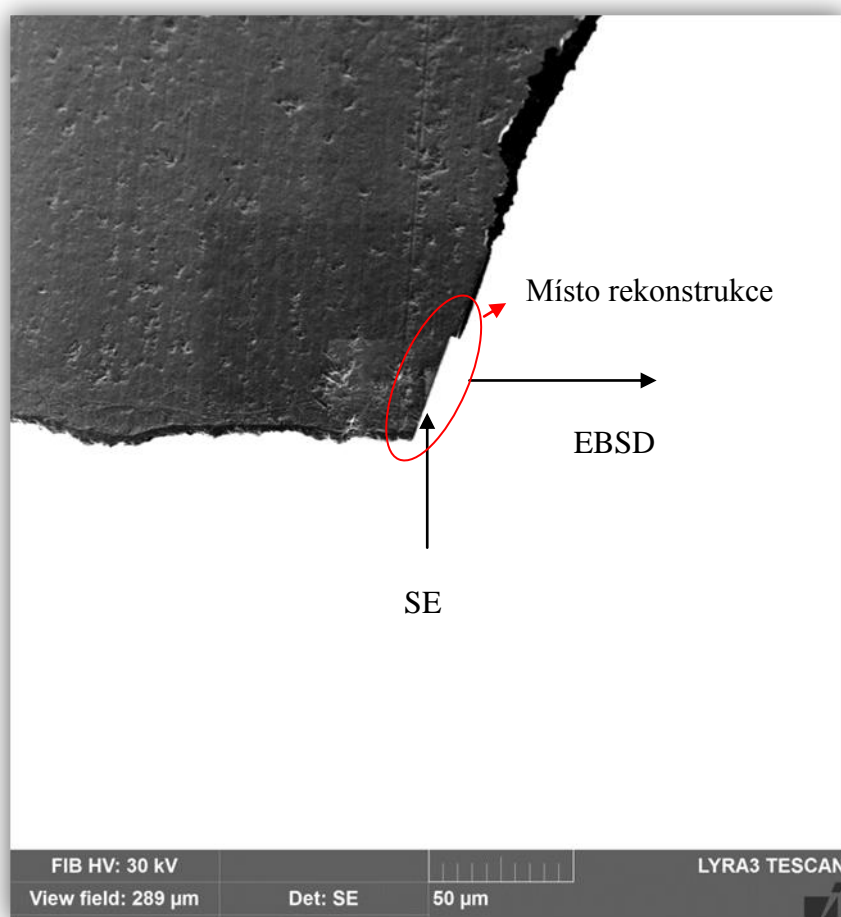


Obr. 4.3. Schéma kompletní sestavy vzorku

Pro pozorování v SEM je nutné z povrchu nevodivého vzorku odvádět náboj, což je u keramiky problematické, proto bylo nutné povrch materiálu učinit dostatečně vodivým. Zvodivění povrchu bylo dosaženo pozlacením (tj. nanesením manometrické vrstvy zlata pomocí PVD) na zařízení (Tesla Rožnov, Československo) při procházejícím proudu 20 mA a době zlacení cca 4min.

#### 4.1.5. Výběr místa rekonstrukce

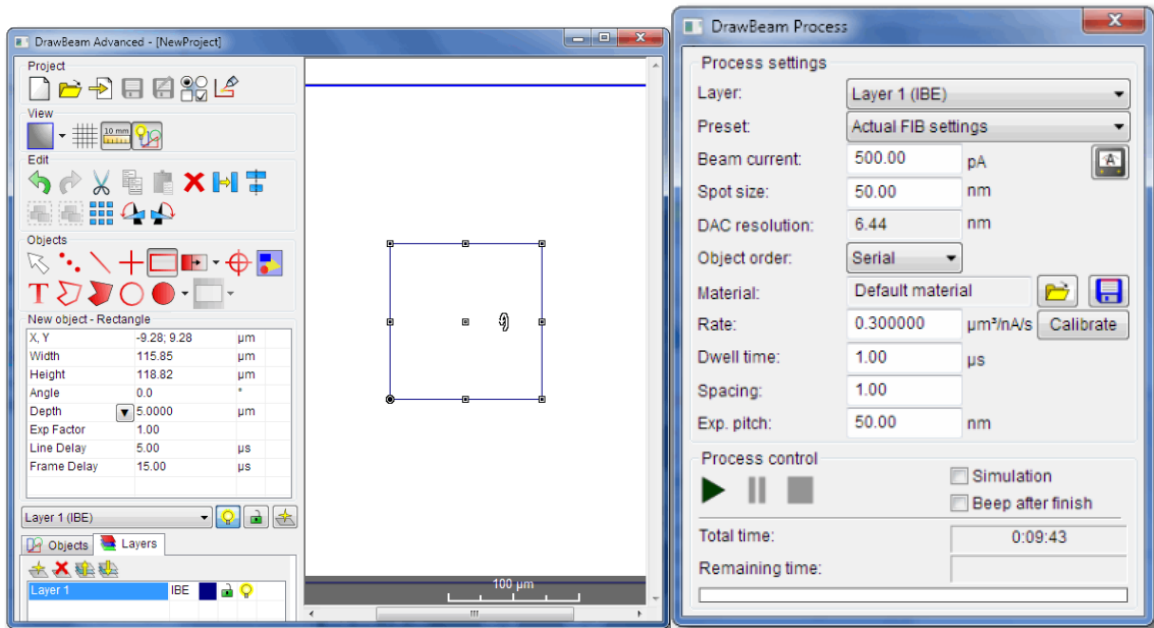
Místo určené k rekonstrukci se nacházelo v nejtenčí části folie, což znamená, že tloušťka v tomto místě by neměla přesahovat 10 $\mu$ m. Místo by mělo být pozorovatelné jak pro EBSD kameru, tak dostupné pro řezání pomocí FIB a nanášení ochranné vrstvy pomocí GIS (obr. 4.4.). Po vložení do mikroskopu musí být dodržena správná geometrie natočení vzorku vůči jednotlivým komponentům sestavy potřebné pro rekonstrukci, tak aby nedošlo ke kolizi s některým z instrumentů a bylo umožněno získání potřebných údajů o mikrostruktuře. Tomuto tématu bude věnována dostatečná pozornost v další části práce.



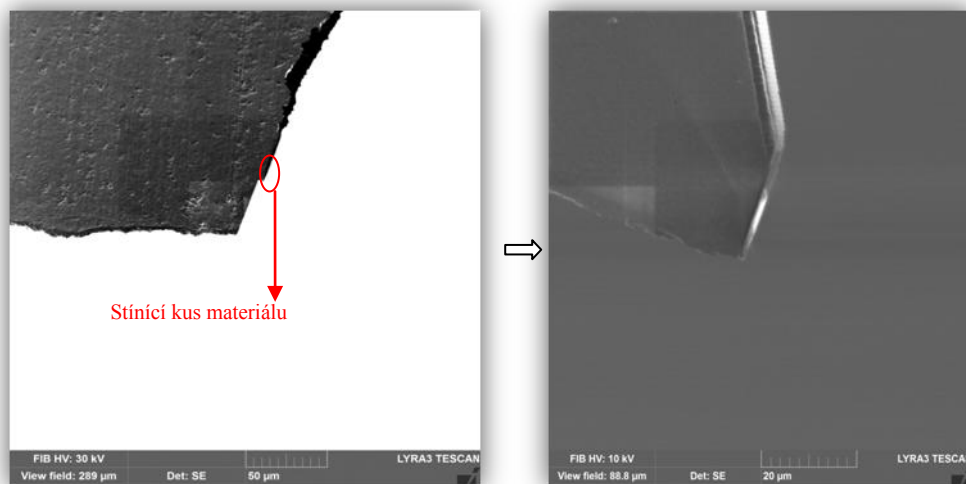
Obr. 4.4. Fotografie vzorku pomocí FIB a schéma pozorování

#### 4.1.6. Úprava okolí místa rekonstrukce

K zajištění kvalitního pozorování a místa rekonstrukce je potřeba úprava okolí tohoto místa a to hlavně z důvodu malého pozorovacího úhlu EBSD kamery, kde při nevhodné geometrii může snadno dojít ke stínění pozorované oblasti. Proto je z materiálu vyřezán jakýsi výstupek „zoubek“ (obr 4.6.), tak aby nedocházelo ke stínění přebytečným materiálem a bylo následně opracováno jen nezbytně velké množství materiálu. Hrubé řezání probíhá iontovým svazkem s vyšším výkonem. V první fázi je nutné vhodně vybrat místo řezání a nastavit parametry svazku (obr. 4.5.), tak aby bylo docíleno úplného odstranění materiálu bez současné redepozice na místo určené k pozorování.



Obr. 4.5. Okna pro nastavení řezání FIB

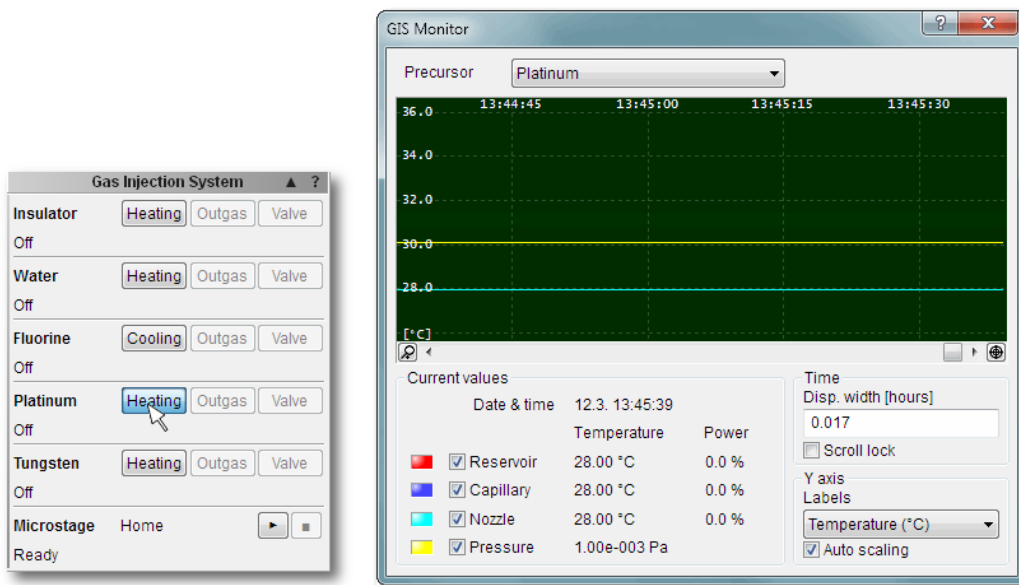


Obr 4.6. Změna tvaru vzorku

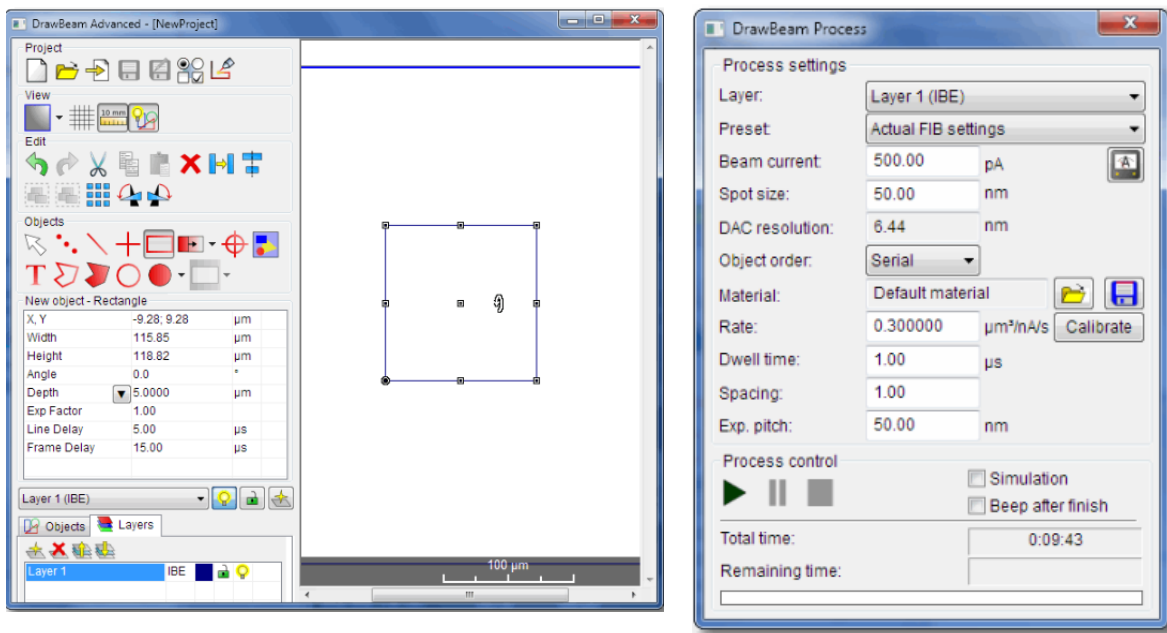
#### 4.1.7. Povlakování vzorku pomocí GIS

Pro zlepšení řezných vlastností FIB (zejména kvality výsledného povrchu) a tím ke zlepšení výtěžnosti EBSD map byla použita metoda GIS. Pomocí iontového svazku jsou na povrch vzorku deponovány atomy Pt, přicházející jako součást plynu z trysky pomocí GIS (obr. 4.9.). Nastavení parametrů GIS a FIB spočívá především v nastaveních deponovaného materiálu, polohy trysky vzhledem k místu aplikace, tvaru deponované vrstvy, její tloušťky a dalších podmínek FIB jako např. proud iontového svazku (~100 pA).

Na obr. je znázorněna podoba okna pro nastavení GIS. Po stisku tlačítka heating u nastavení pro platínu je započat výběr deponování platiny. V pravé části obr. je ukázka sledovaných veličin jako teplota v zásobníku plynu, kapiláře a trysce, stejně jako tlak. Lze prohlásit, že čas potřebný k dosažení stabilní teploty v zásobníku se pohybuje okolo 5 minut. Posléze je nutné vybrat oblast depozice a nastavit její parametry (obr 4.7. a 4.8.).



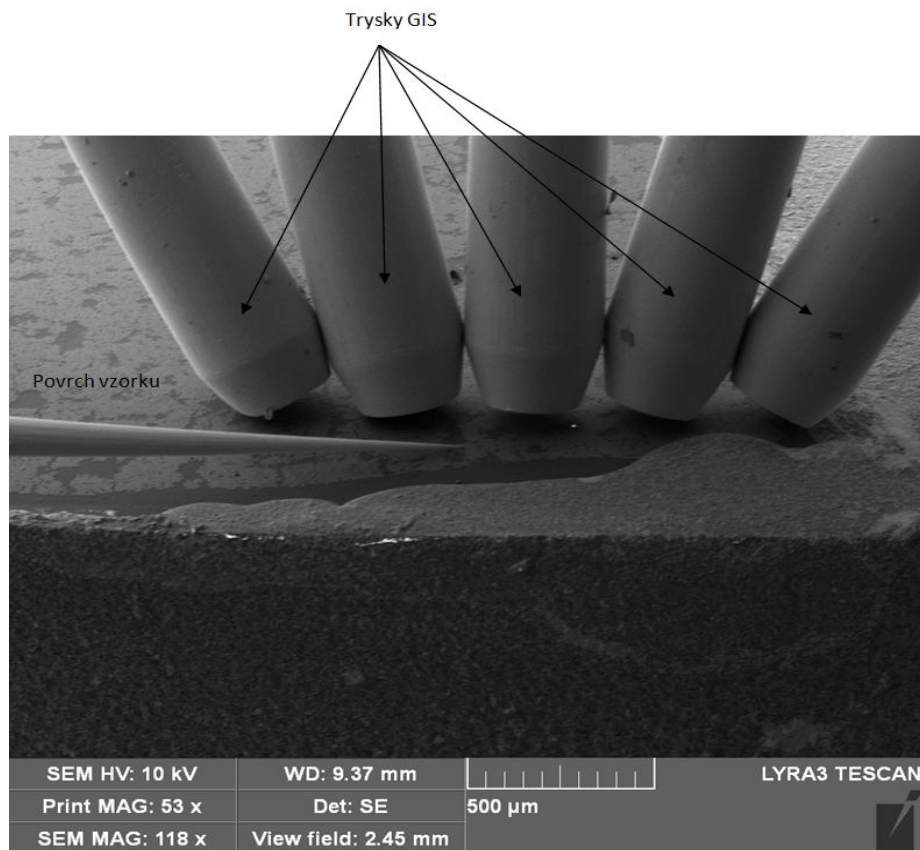
Obr. 4.7. Okna pro nastavení GIS



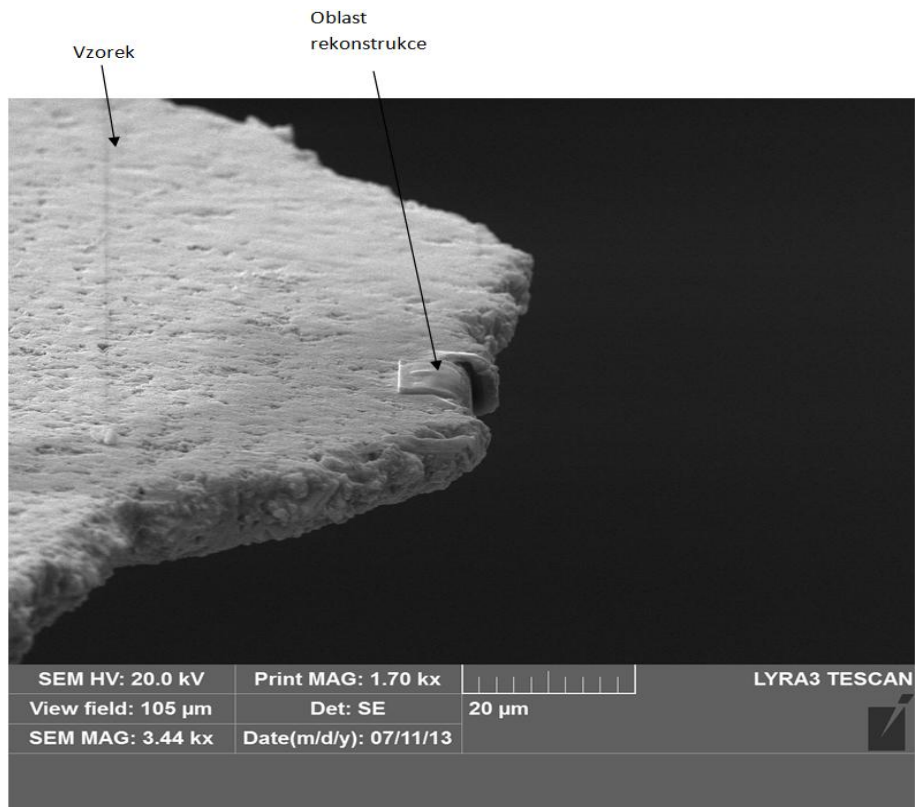
a)

b)

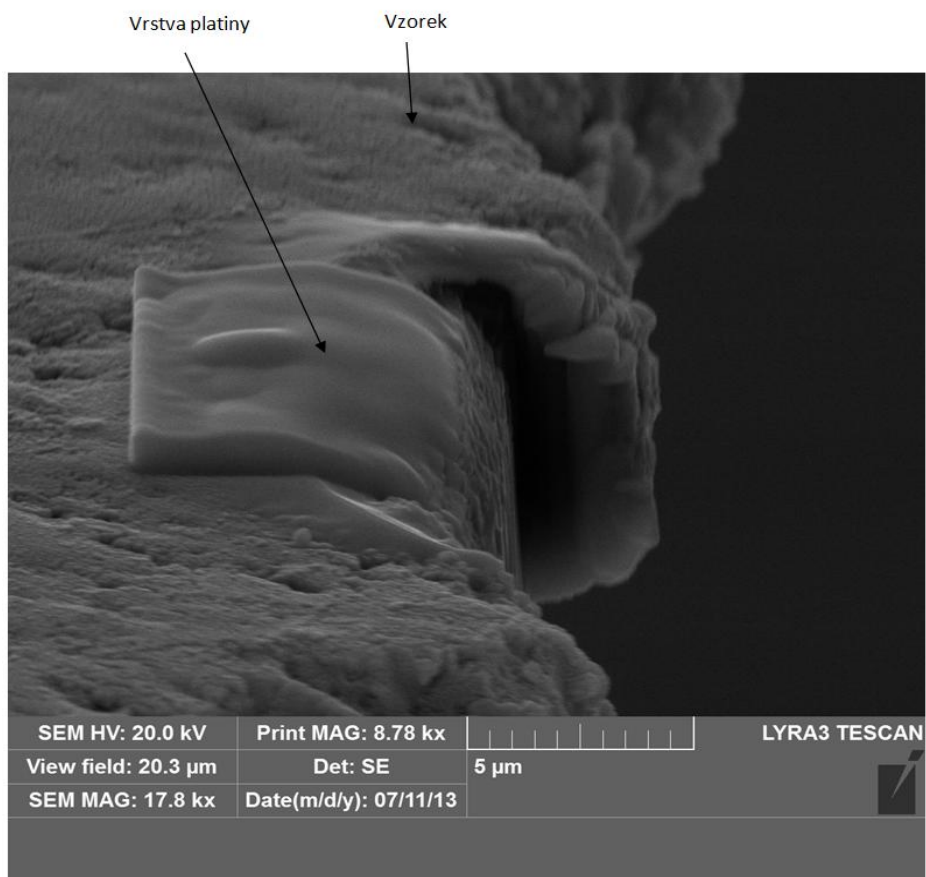
Obr. 4.8. Okno pro a) výběr oblasti deponované vrstvy b) nastavení parametrů depozice



Obr. 4.9. Trysky GIS na povrchu materiálu - ilustrační obrázek



Obr. 4.10. Vzorek s deponovanou vrstvou platiny

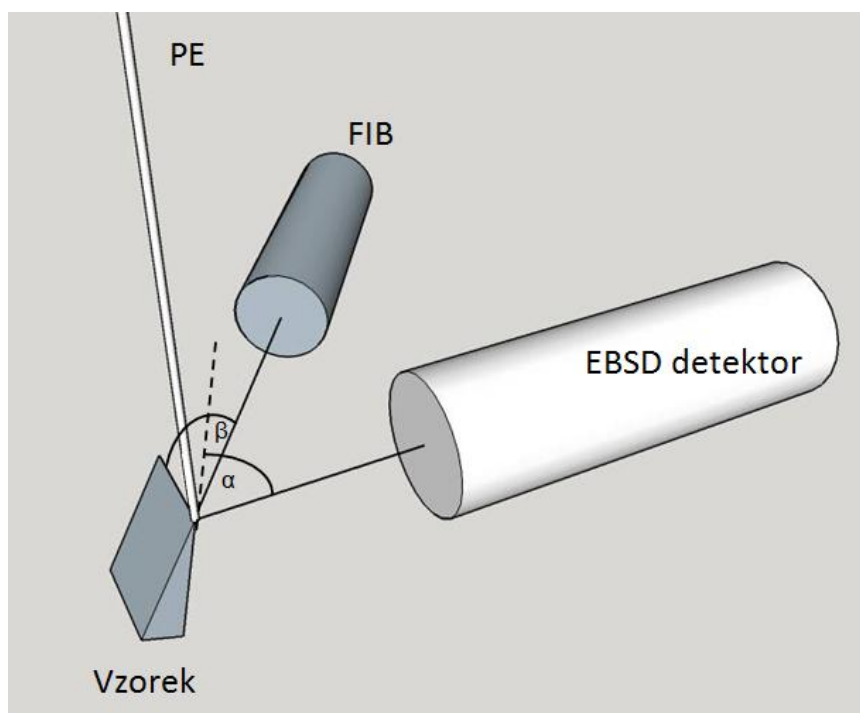


Obr. 4.11. Detail deponované vrstvy platiny

Vzorky s deponovanou vrstvou (obr.4.10. a 4.11.) jsou připraveny na konečnou fázi získání dat nezbytných pro rekonstrukci a tou je automatická metoda snímání 3D EBSD map.

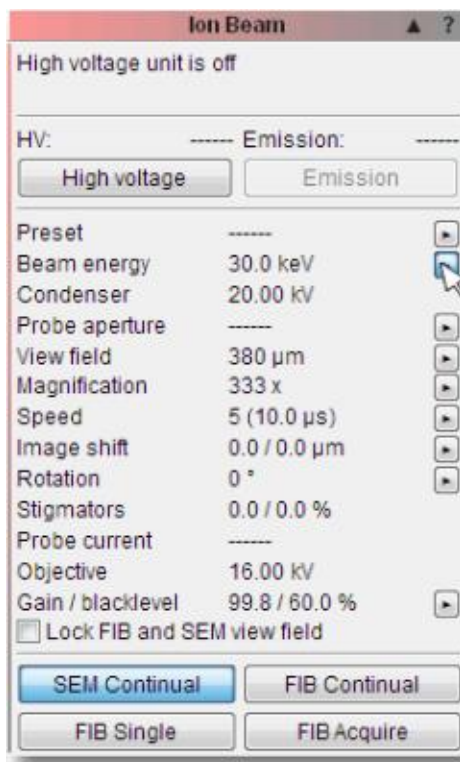
#### 4.1.8. 3D Rekonstrukce

Rekonstrukce 3D struktury probíhala pomocí metody 3D EBSD. Metoda 3D EBSD vznikla spojením metody EBSD a FIB. K zajištění správného fungování metody je potřeba správně nastavit úhly mezi vzorkem a jednotlivými detektory. Dříve byl tento problém řešen natáčením vzorku mezi krokem řezání pomocí FIB a snímáním EBSD map. Ke zrychlení a zpřesnění celého procesu bylo navrženo následující sestavení a geometrii (obr. 4.12.). Toto uspořádání odstraňuje potřebu vzorek jakkoliv natáčet v průběhu celého procesu a tím se vyhnout nepřesnostem způsobených vůlemi v pohonech.

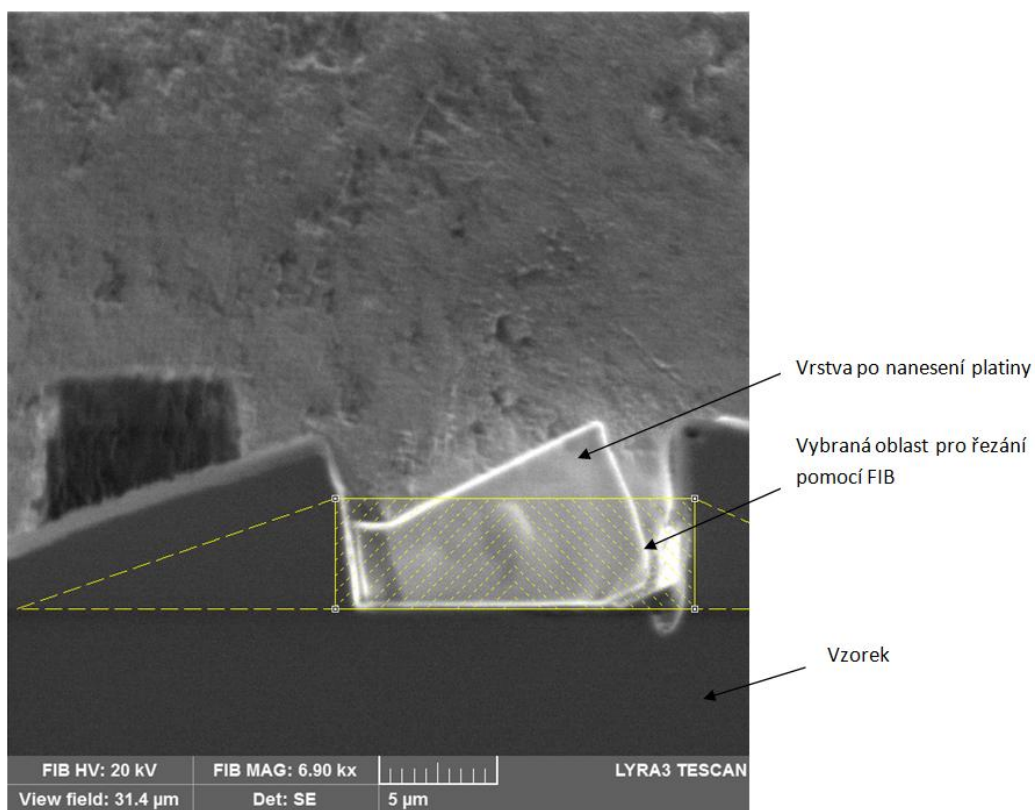


Obr. 4.12.10 Schéma geometrie sestavy pro 3D EBSD, PE – svazek primárních elektronů,  $\alpha=70^\circ$ ,  $\beta=55^\circ$

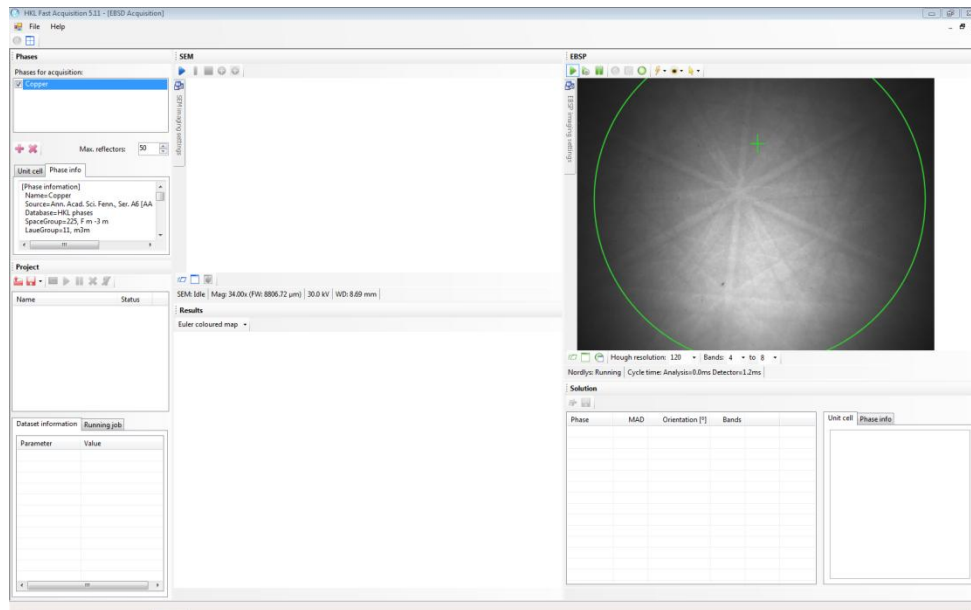
Celý proces probíhal ve skenovacím elektronovém mikroskopu LYRA (Tescan, ČR). Proces byl v první fázi řízen softwarem ovládajícím nastavení SEM od firmy Tescan (obr 4.13.), kdy bylo potřeba vybrat místo rekonstrukce a řezání FIB (obr 4.14.) nastavit parametry iontového svazku (napětí 20kV a proud 500pA) a pro nastavení parametrů pro snímání EBSD map byl použit software HKL Fast acquisition (Oxford Instruments, Velká Británie) (obr. 4.15.).



Obr. 4.13. Okno pro nastavení parametrů FIB



Obr 4.14. Výběr místa pro řezání jednotlivých snímků pomocí FIB



Obr. 4.15 Okno programu HKL Fast acquisition

### Postup při pořizování dat z hlediska změny geometrie.

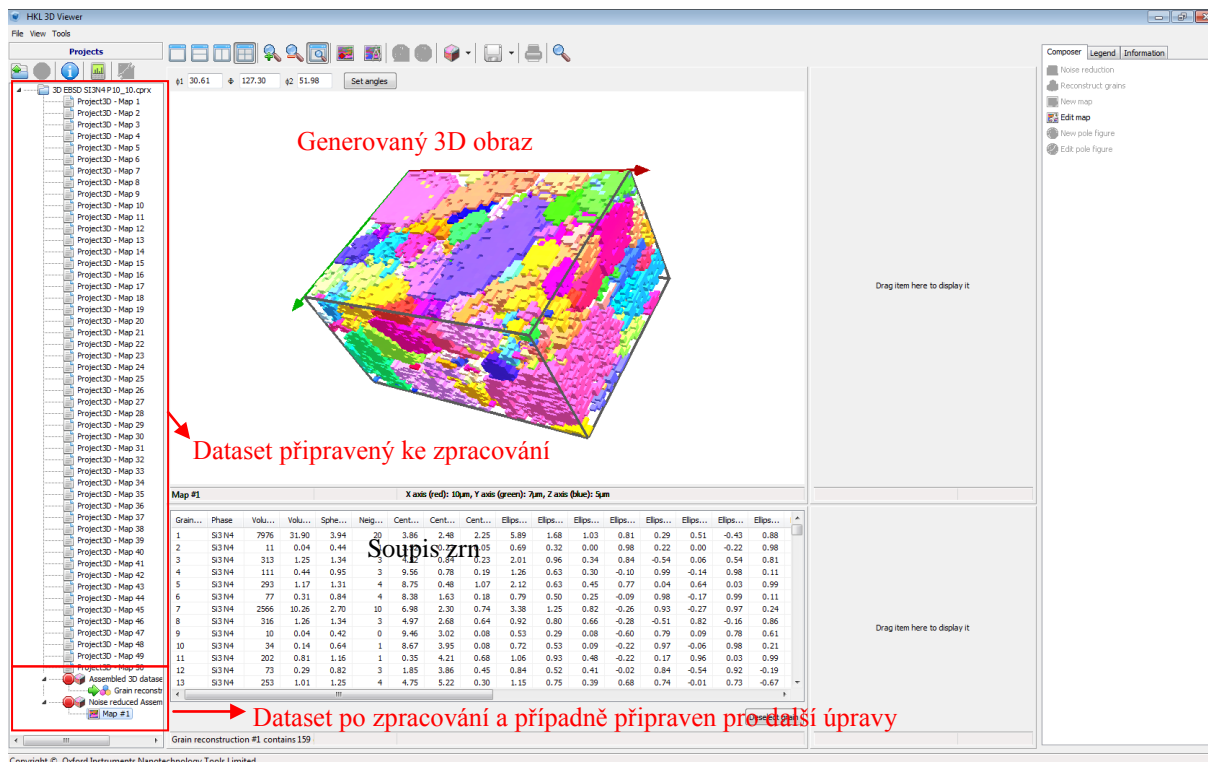
- Vzorek je vložen do komory ke stěně , která je natočena přibližně o  $90^\circ$  ve směru hodinových ručiček vůči detektoru FIB. Celá sestava vzorku na držáku v mikroskopu musí být umístěna tak, aby se pozorované místo nacházelo v ohniskové rovině a pracovní vzdálenost elektronového svazku byla 9mm. Pro toto nastavení je nutné odstranit EBSD detektor (aby byl EBSD detektor v dokovací pozici), tak aby nedošlo ke kolizi vzorku a detektoru.
- Je potřeba resetovat obrazovou rotaci SEM a srovnat vrchní hranu přednatočeného držáku s vodorovnou osou obrazu. Vzorek směřuje směrem doprava.
- Následuje standardní seřízení nastavení mikroskopu, jako je centrování svazku, korekce astigmatismu a podobně. Také je nutné nastavit geometrickou transformaci obrazu, jelikož je v SEM pozorována šikmá plocha s úhlem  $70^\circ$ .
- FIB je nutné seřídit a nastavit parametry svazku na mód depozice. Také je nutné provést sladění pozice elektronového a iontového svazku pomocí procedury *SEM-FIB intersection*. Po provedení této úlohy již nesmí být hadwarově hýbáno se stolečkem vzorku.
- Platinování pomocí GIS v místě pozorování. Náklon stolečku o min  $20^\circ$  (ideálně  $55^\circ$ , jenže geometrie vzorku takový náklon nedovolovala bez kolize s tryskami GIS).
- Dále je potřeba rotovat podstavcem o  $11.8^\circ$ . Vzorek je nyní směrem k EBSD kameře.
- Použití obrazové rotace SEM o  $238,2^\circ$ .
- Výběr oblasti, která bude pozorována.
- Přepnutí na *depth*, nebo *resolution* mód, demagnetizace a přesné nastavení pracovní vzdálenosti na WD&Z to 9mm.
- Nastavení rotace FIBu na  $295^\circ$ . Povrch vzorku by měl být téměř rovnoběžný se svazkem iontů a měl by směřovat na obrázku dolů.

- Následuje precizní nastavení iontového svazku a jeho zaostření včetně korekce astigmatizmu v módu hrubého řezání. Následuje příprava fólie do požadovaného tvaru vhodného pro EBSD pozorování.
- Následuje precizní nastavení iontového svazku a jeho zaostření včetně korekce astigmatizmu v módu jemného leštění, tak aby bylo možné připravit jednotlivé řezy pro 3D EBSD. Také je nutné precizně srovnat povrch pozorované oblasti, jinak nebude možné pozorovat difrakční obrazce.
- Dále je nutné opět provést sladění pozice elektronového a iontového svazku pomocí procedury *SEM-FIB intersection*. Po provedení této úlohy již nesmí být hardwarově hýbáno se stolečkem vzorku.
- Jakmile je SEM, FIB nastaven je možné přijet do pracovní vzdálenosti s EBSD detektorem. To se musí dít s obzvláště velkou opatrností, jelikož kolizních možností je díky nastavené geometrii mnoho.
- Následuje otevření aplikace obsluhující EBSD a nastavení pozorovaného objektu (fáze), nastavení signálu, tak aby kikuchiho linie byly co možná nejostřejší za co nejkratší dobu snímání. V případě, že sejmutí 2D EBSD mapy proběhlo uspokojivě, tj. dostatečně rychle s relativně vysokou úspěšností indexace jednotlivých bodů, což v našem případě bylo nad 50%.
- V této fázi je potřeba otevřít program 3D acquisition wizard. Vybrat oblast zájmu, kde bude odřezán materiál, aby nedocházelo ke stínění při řezání a pořizování snímků.
- V okně SEM se posune připravený povrch na střed obrazu elektronicky (nesmí se použít hardwarového pohybu stolečku). Nastaví se opět parametry geometrie, tj. úhel 70°, popřípadě tloušťka pokovené vrstvy.
- Musí následovat propojení obou počítačů a jejich aplikací (tj. řízení mikroskopu SEM, FIB a řízení EBSD detektoru)
- Návrat do Lyra 3D tomography a nastavení parametrů FIB pro pořizování snímků.
- Nastavení volume definitiv tab a především nastavení tloušťky řezů.
- Nastavení oblasti zájmu a parametrů v EBSD softwaru.
- Spuštění procesu.

#### 4.1.9. Generování 3D informací o struktuře

Po automatickém pořízení určitého počtu 2D snímků je potřeba tyto snímky využít k rekonstrukci 3D struktury materiálu. Tohoto se dosahuje pomocí softwaru, k tomuto určenému. V rámci řešení této práce byly využity dva druhy softwaru. Prvně byl použit program HKL 3D viewer (Oxford Instruments, Velká Británie), který je vyvinut přímo pro použité typy přístrojové techniky, která byla využita k získání podkladů pro 3D rekonstrukci a je součástí licence Channel 5 dodávaného firmou Oxford Instruments. Dalším použitým programem byl volně dostupný program Dream3D.

Postup v programu HKL 3D viewer je poměrně jednoduchý, a to hlavně díky kompatibilitě s formáty souborů generovaných při 3D rekonstrukci. V první řadě je nutné spojit pořízené data pomocí příkazu *assembly data*. Takto spojené data je možné dále filtrovat a získávat z nich jak obrazové, tak i statistické informace (obr 4.16.).



Obr. 4.16. Náhled okna HKL 3D viewer s přehledem umístění jednotlivých funkcí

## Dream3D

V druhém případě byl použit k rekonstrukci software Dream 3D. V případě Dream3D je potřeba převést data vzniklé samotnou rekonstrukcí do jednoho z formátů podporovaných programem Dream3D. V našem případě byl použit formát .ctf, který byl vytvořen programem HKL 3D viewer zmíněným na předchozích řádcích.

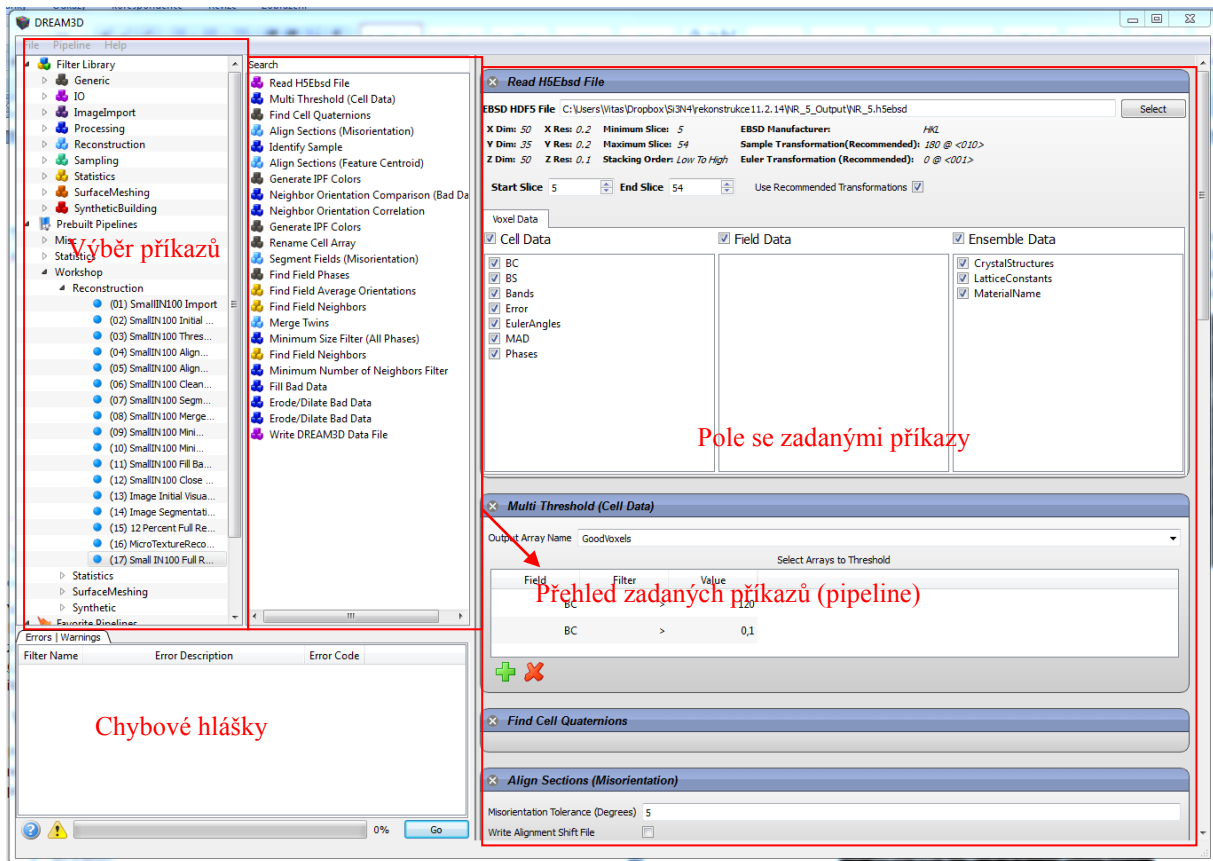
Princip rekonstrukce v programu Dream3D spočívá v sestavení tzv. pipeline (obr. 4.17), což je jakýsi soubor příkazů, které musí být vybrány, aby bylo docíleno požadovanému výsledku sledem procesů prováděných těmito příkazy.

## Postup rekonstrukce pomocí Dream3D

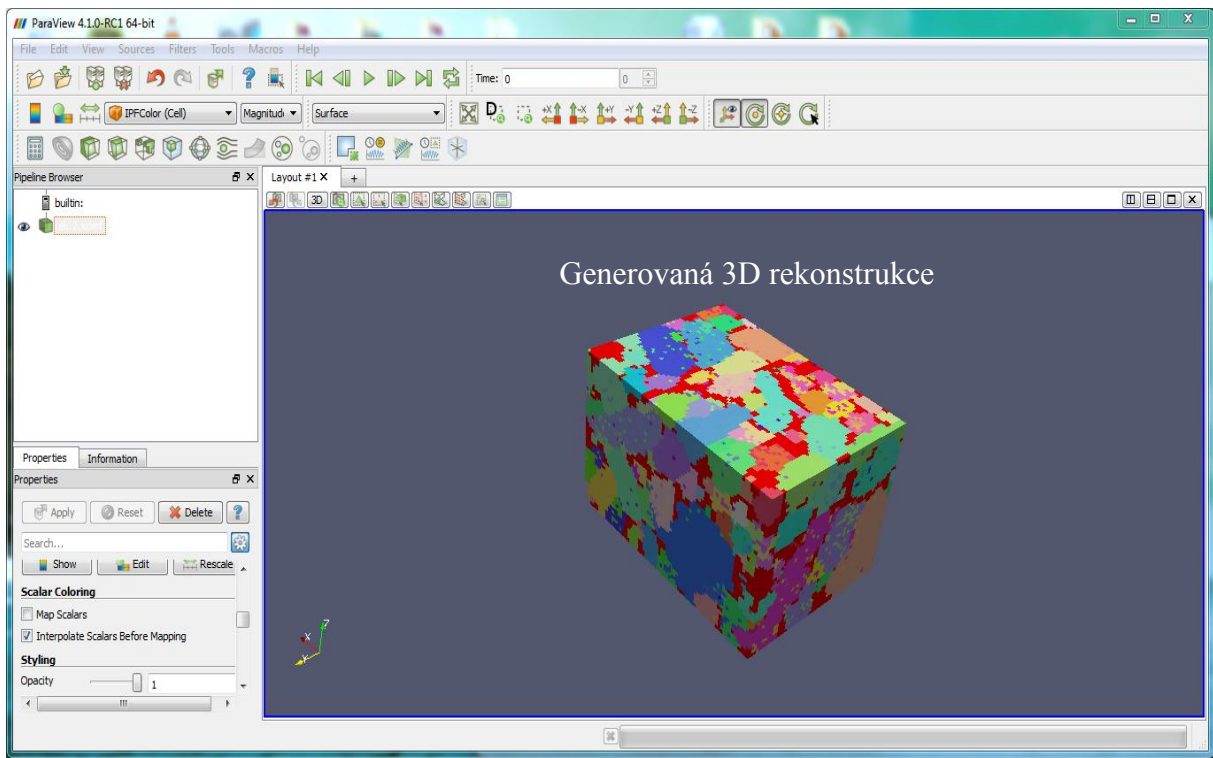
V první řadě je potřeba převedení .ctf souboru do zpracovatelných formátů programem Dream3D a to konkrétně formát .h5ebd. Tohoto kroku se dosahuje příkazem *Import Orientation File(s) to H5Ebsd*. V tomto kroku je především potřeba nastavit vzdálenost mezi jednotlivými snímky (osa z), nastavení referenčního rámce a výběr snímků, ze kterých se bude daná rekonstrukce skládat.

Pokud máme připraven soubor formátu .h5ebd, tak je možné pokračovat v rekonstrukci příkazem *Read H5Ebsd File*. Dále je k dispozici nepřeberné množství způsobů úprav 3D rekonstrukce, dle potřeby operátora. Jednotlivé příkazy jsou začleněny do řádku příkazů (pipeline).

Po vybrání a začlenění příkazů je generován soubor formátu .dream3d, pomocí příkazu *Write Dream3D Data File*. Pro grafickou rekonstrukci musí být zatržena možnost *Write Xdmf File*. Soubory .xdmf jsou kompatibilní s programem ParaView (obr 4.18), který byl nadále využíván pro grafické znázornění 3D rekonstrukce.



Obr. 4.17. Uživatelské rozhraní programu Dream3D



Obr. 4.18. Uživatelské rozhraní programu ParaView

## 4.2. Výsledky

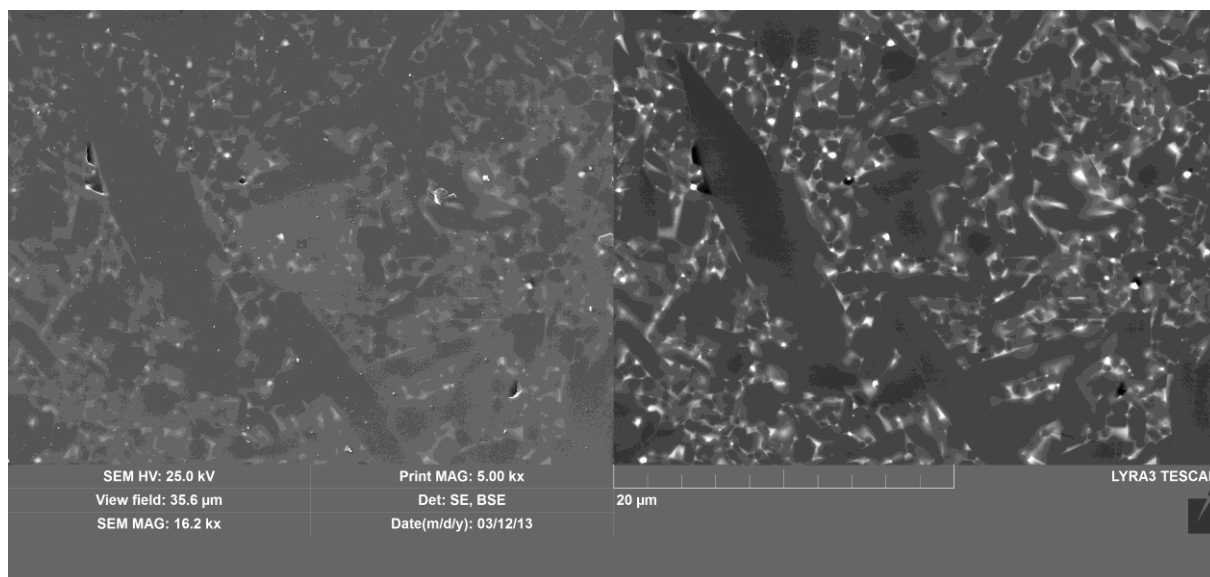
Postup experimentální části směřoval od hodnocení struktury ve 2D, až po rekonstrukci 3D struktury pomocí navržené metodiky přípravy vzorku a pozorování. Postup řešení lze rozdělit do následujících kroků:

- Hodnocení velikosti zrn a morfologie klasickými metodami obrazové analýzy
- EBSD metoda
- 3D EBSD

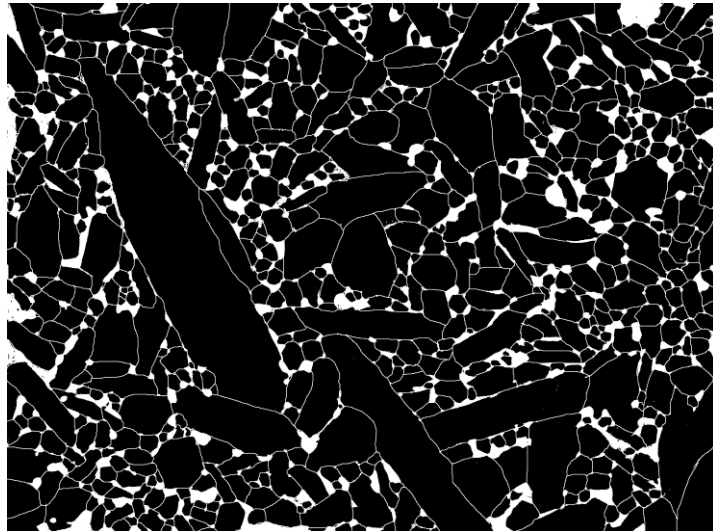
### 4.2.1. Hodnocení velikosti zrn a morfologie klasickými metodami obrazové analýzy

Hodnocení probíhalo na keramografických výbrusech zhotovených konvenčními metodami viz. kapitola 4.1.2.

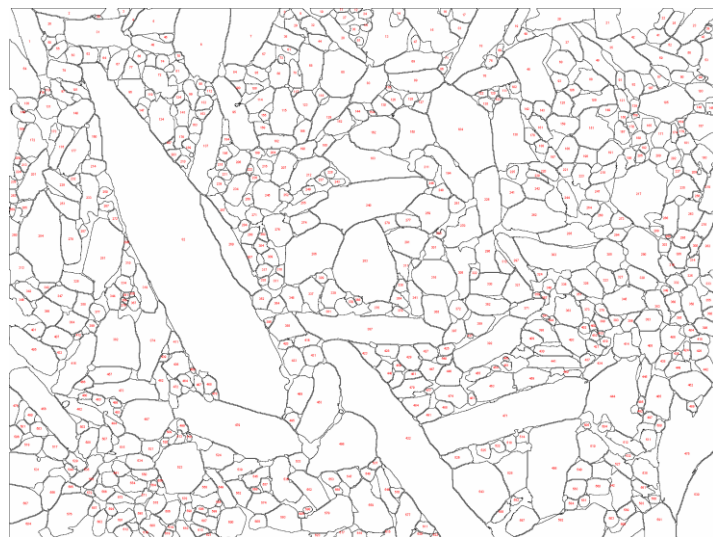
Vyhodnocení pořízených fotek výbrusů (obr. 4.19.) probíhalo pomocí obrazové analýzy v programu ImageJ podle postupu popsaného v kapitole 4.1.2., kdy byly snímky převedeny do módu binárního zobrazení (obr. 4.20.), ve kterém byly doznačeny hranice zrn. Po dokončení předchozí operace je možné rozlišit jednotlivá zrna v opačném módu černé a bílé (obr. 4.21.), takto rozlišená zrna jsou aproximována do podoby elips (obr. 4.22.), k dostání staticky jednoznačných a přehledných dat.



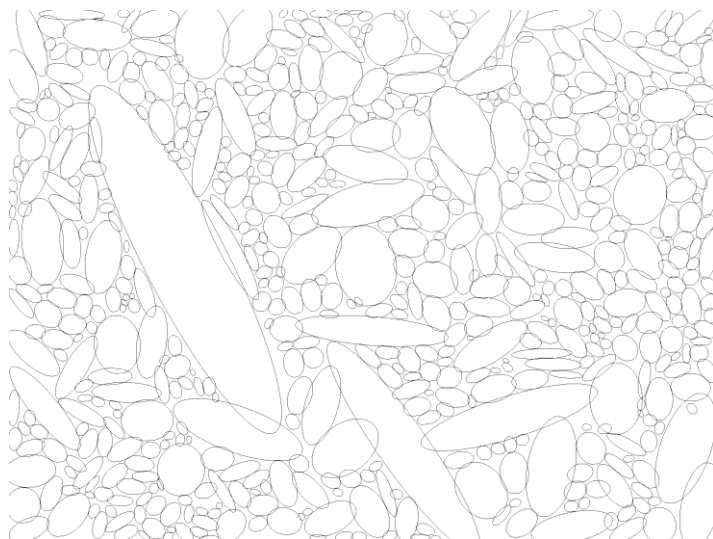
Obr. 4.19. Zobrazení struktury pomocí SE a BSE



Obr. 4.20. Struktura po úpravě v programu ImageJ ke zvýšení kontrastu zrn

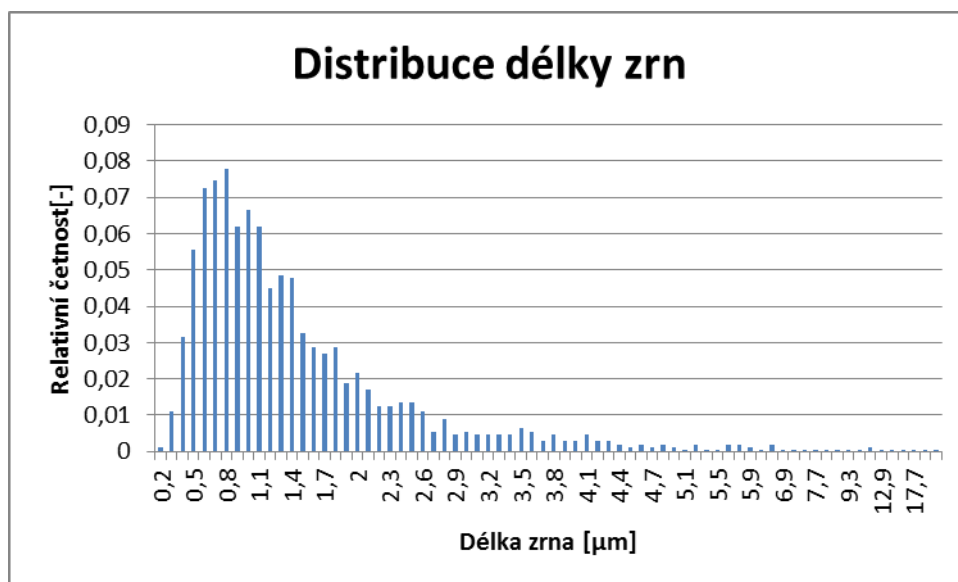


Obr. 4.21. Struktura po filtraci v programu imageJ

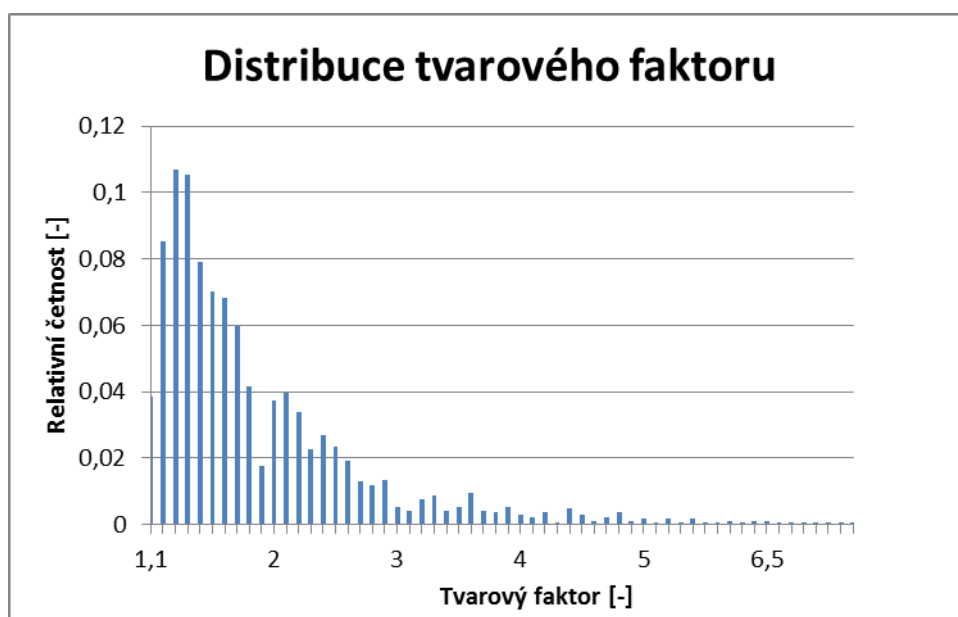


Obr. 4.22. Struktura po aproximaci zrn na elipsy

Cílem analýzy bylo především zjištění rozložení velikostí zrn (obr 4.23.), jejich morfologie pomocí poměru šířky a délky zkoumaných zrn. Tato morfologie byla označena jako tvarový faktor, jehož anglický ekvivalent je aspect ratio (obr 4.24.). Celková data byla vyhodnocena z analýz 3 snímků. Celkem bylo analyzováno 1711 zrn.



Obr. 4.23. Četnost výskytu délek jednotlivých zrn

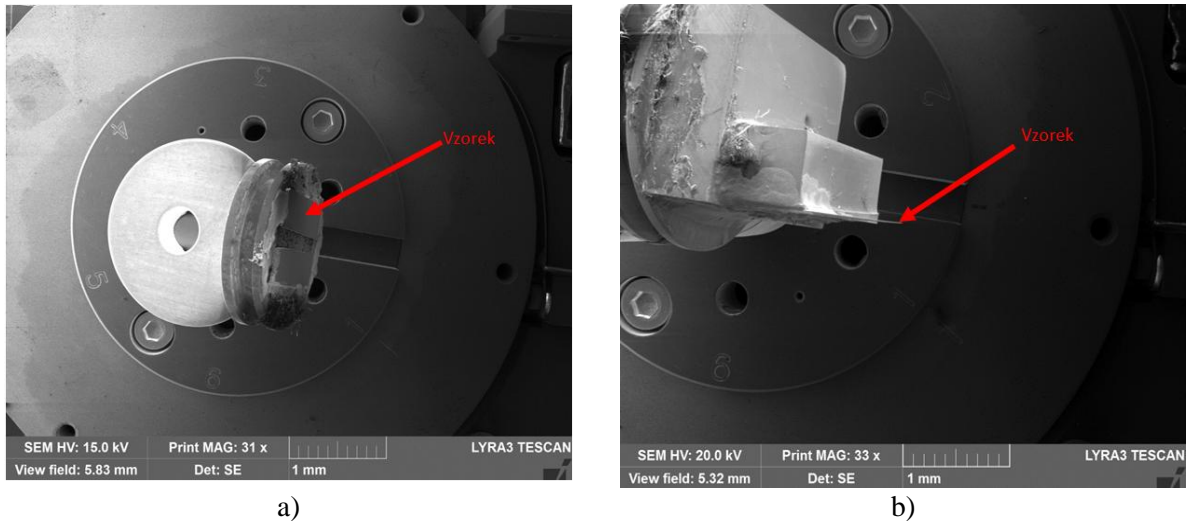


Obr 4.24. Četnost výskytu zrn o jednotlivých tvarových faktorech

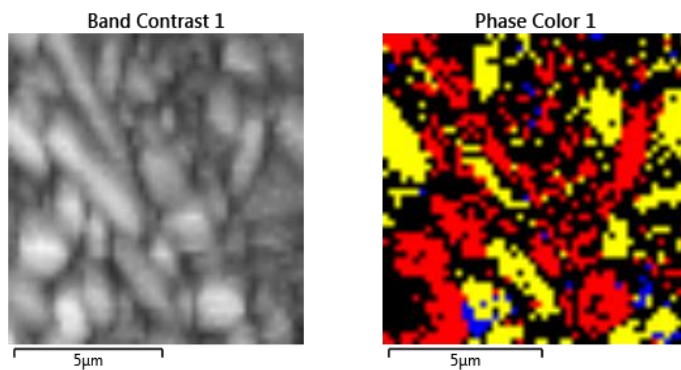
#### 4.2.2. EBSD metoda

Metoda EBSD byla prováděna na dvou typech vzorků: plochem vzorku (obr4.25 a) a folii (obr 4..25 b). Pro zobrazení ve 2D je dostačující použití obou typů vzorků, kdy výsledky jsou v podstatně totožné kvality. Ovšem pro následující kroky, které směřovaly k rekonstrukci 3D struktury je nutno podotknout, že plochý typ vzorku nebude vyhovující.

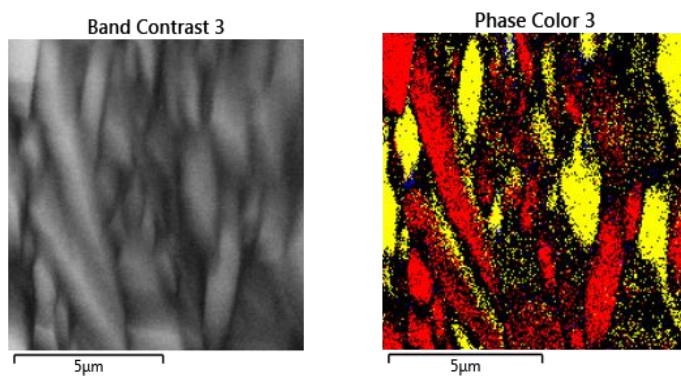
V této části práce byl také zkoumán vliv urychlovacího napětí, vliv intenzity primárního svazku, vliv výběru fáze z databáze a vliv pozlacení. Jednotlivé rozdíly je možné posoudit na obrázcích 4.26., až 4.29.



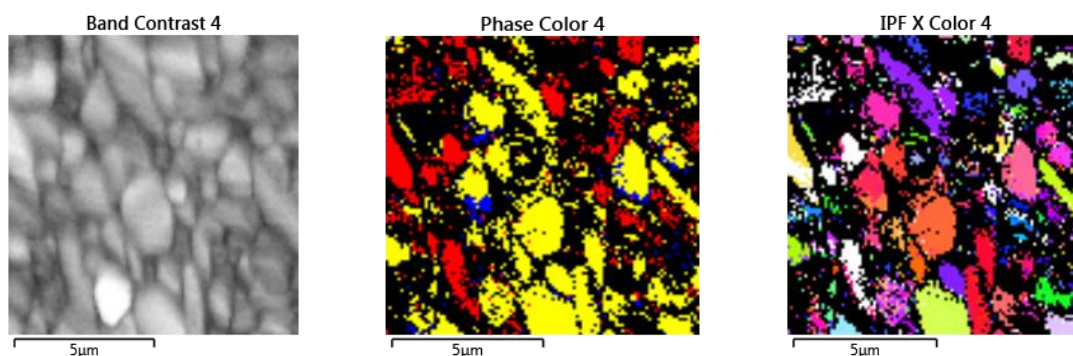
a) b)  
Obr. 4.25. Umístění vzorku v komoře a) plochý vzorek b) folie



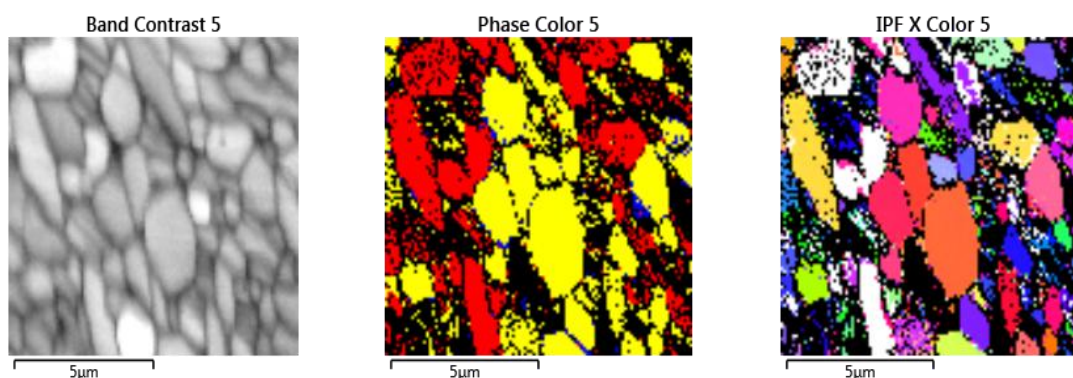
Obr. 4.26. Struktura při následujících podmínkách: doba snímání 40 min, výtěžnost 45%, rychlost 1Hz a krok 0,2 µm



Obr. 4.27. Struktura při následujících podmínkách: doba snímání 80 min, výtěžnost 40%, rychlost 2,5 Hz a krok 0,05 µm.



Obr. 4.28. struktura při následujících podmínkách: urychlovací napětí 30kV, doba snímání 40 min, výtěžnost 40%, rychlost 4Hz a krok 0,1  $\mu\text{m}$



Obr. 4.29. struktura při následujících podmínkách: urychlovací napětí 20kV, doba snímání 80 min, výtěžnost 55%, rychlost 2Hz a krok 0,1  $\mu\text{m}$

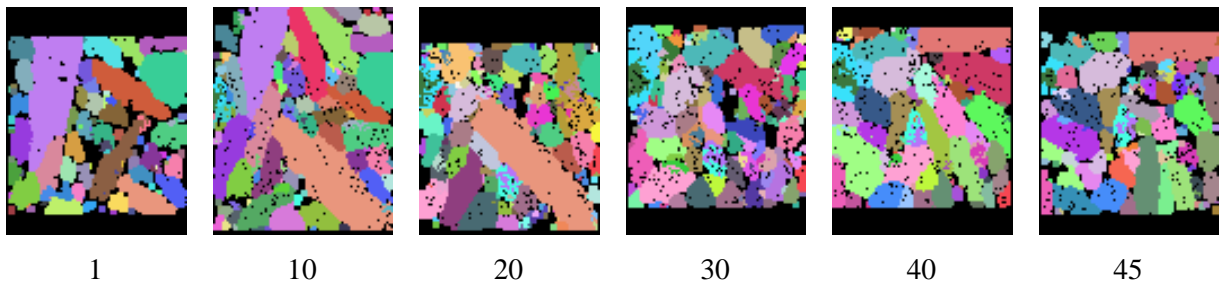
### 4.2.3. 3D EBSD

Ke kompletnímu porozumění a pro přesnější představu o struktuře materiálu je potřeba zrekonstruovat kompletní objemovou strukturu. V této fázi bylo použito metody 3D EBSD, kdy byly poskládány jednotlivé 2D snímky do 3D obrazce.

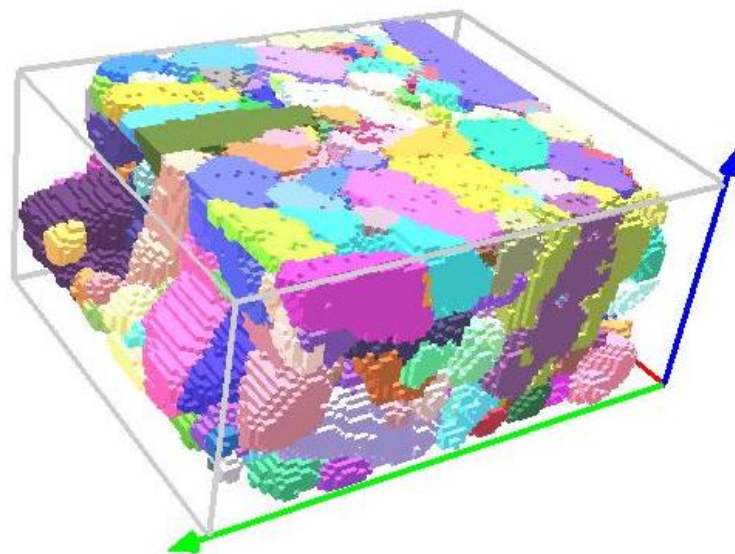
Tento proces je znázorněn na třech rekonstrukcích 3D struktury, které se liší především počtem pořízených 2D snímků a úspěšností indexace při snímání EBSD map..

#### Rekonstrukce 1

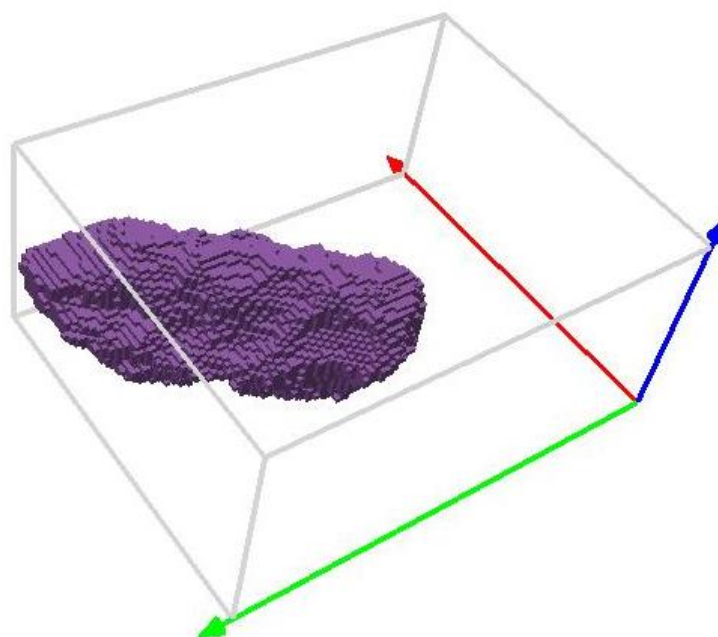
Na obr. 4.30. jsou pro pochopení ukázky snímků, které byly složeny do konečného 3D obrazce pomocí HKL 3D viewer (obr. 4.31.) a Dream3D (obr. 4.33.). Celkově bylo pořízeno 45 snímků a byly od sebe vzdáleny 0,1  $\mu\text{m}$  a dosahovaly úspěšnosti indexace 46%. Výhodou těchto rekonstrukcí je možnost prohlížení jednotlivých zrn. Na obr. 4.32. je zobrazeno největší zrna této rekonstrukce, jehož délka je 4,27  $\mu\text{m}$ . Z těchto rekonstrukcí byla získána data pro vyhodnocení distribuce velikosti zrn (obr. 4.34.) a tvarového faktoru (obr. 4.35.).



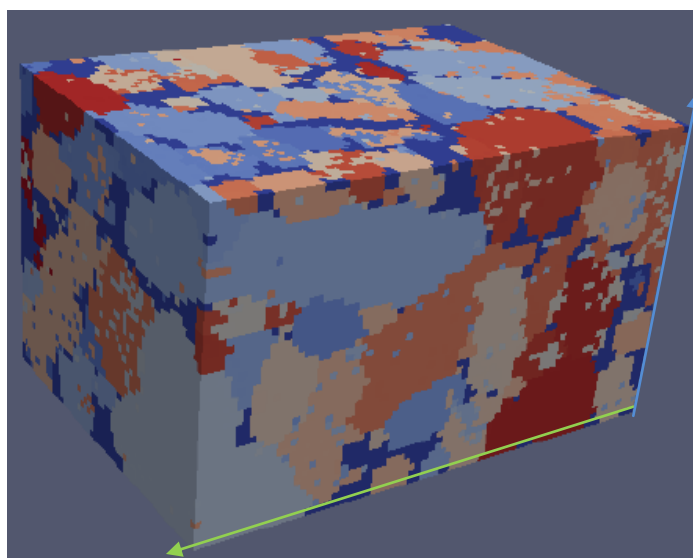
Obr. 4.30. Ukázky snímků použitých k rekonstrukci 3D struktury (snímky č. 1, 10, 20, 30, 40, 45)



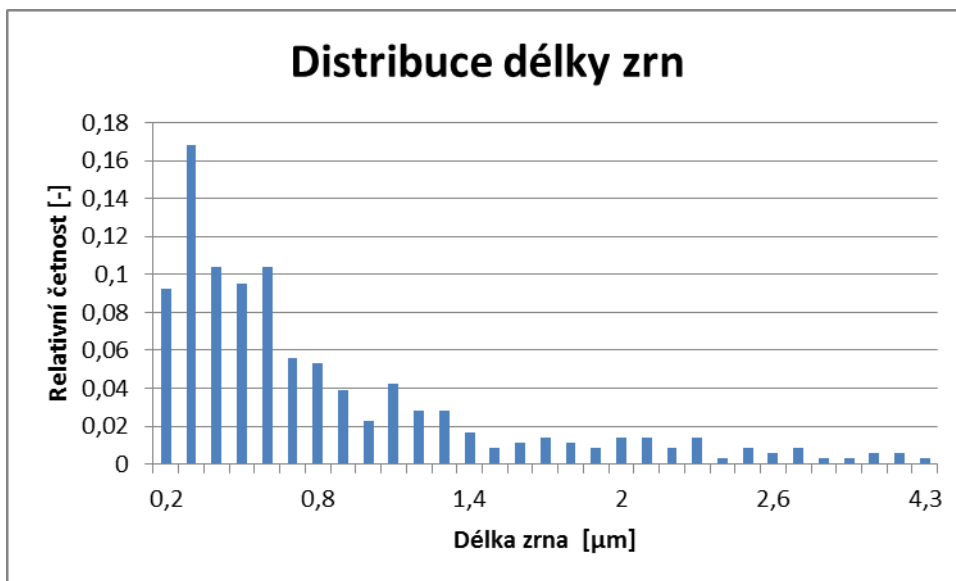
Obr. 4.31. Výsledná 3D Rekonstrukce č. 1 pomocí HKL 3D viewer: Červená osa x: 8  $\mu\text{m}$ , zelená osa y: 10,1  $\mu\text{m}$ , modrá osa z: 4,5  $\mu\text{m}$



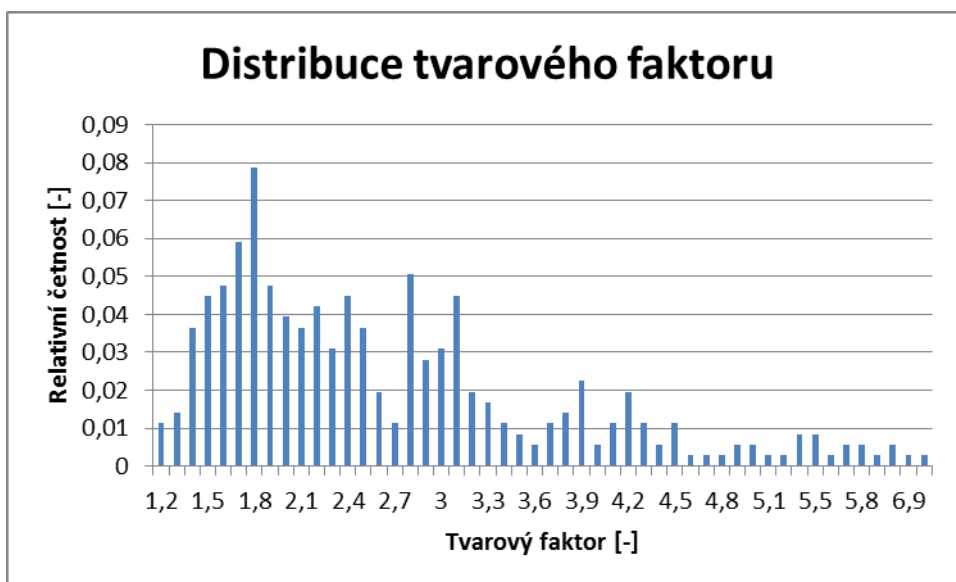
Obr. 4.32. Zobrazení největšího zrna z rekonstrukce 2. Červená osa x: 8  $\mu\text{m}$  , zelená osa y: 10,1  $\mu\text{m}$ , modrá osa z: 4,5  $\mu\text{m}$



Obr. 4.33. Rekonstrukce 1 pomocí Dream3D: Červená osa x: 8  $\mu\text{m}$ , zelená osa y: 10,1  $\mu\text{m}$ , modrá osa z: 4,5  $\mu\text{m}$



Obr. 4.34. Graf četnosti výskytu zrn o různých velikostech



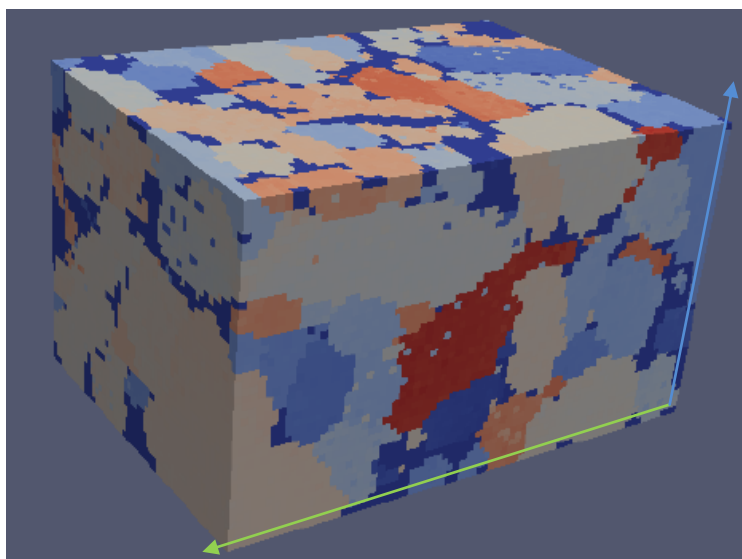
Obr. 11 Graf četnosti výskytu zrn o jednotlivých tvarových faktorech

## Rekonstrukce 2

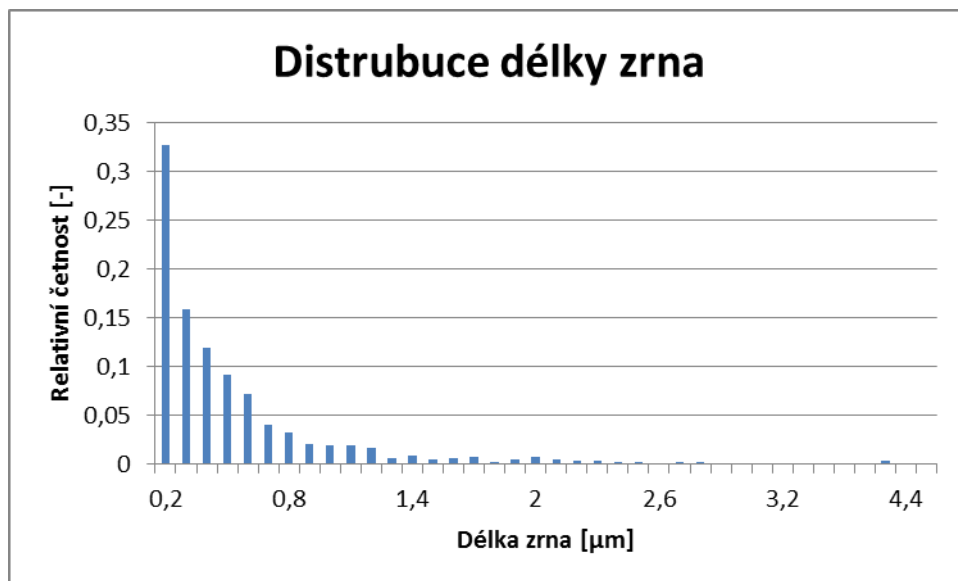
Rekonstrukce č.2 byla provedena stejným způsobem, jako rekonstrukce číslo 1 a to v programu HKL 3D viewer (obr. 4.36.) a Dream3D (obr. 4.37. ). Opět bylo pořízeno 45 snímků, při úspěšnosti indexace do 35%. Ze získaných hodnot byla vyhodnocena distribuce délky zrna (obr. 4.38) a tvarového faktoru (obr. 4.39).



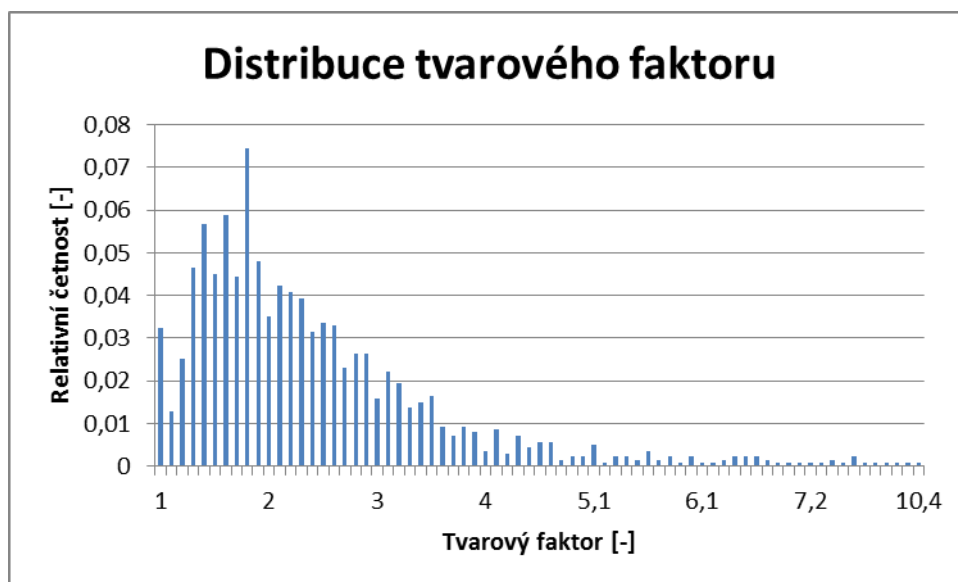
Obr. 4.36. Výsledná 3D Rekonstrukce č. 2. Červená osa: 10  $\mu\text{m}$  , zelená osa y: 11  $\mu\text{m}$ , modrá osa z: 4,4  $\mu\text{m}$



Obr. 4.37. Rekonstrukce 2 pomocí Dream3D Červená osa x: 10  $\mu\text{m}$ , zelená osa y: 11  $\mu\text{m}$ , modrá osa z: 4,4 $\mu\text{m}$



Obr. 4.38. Graf četnosti výskytu zrn o různých velikostech



Obr. 4.39. Graf četnosti výskytu zrn o jednotlivých tvarových faktorech

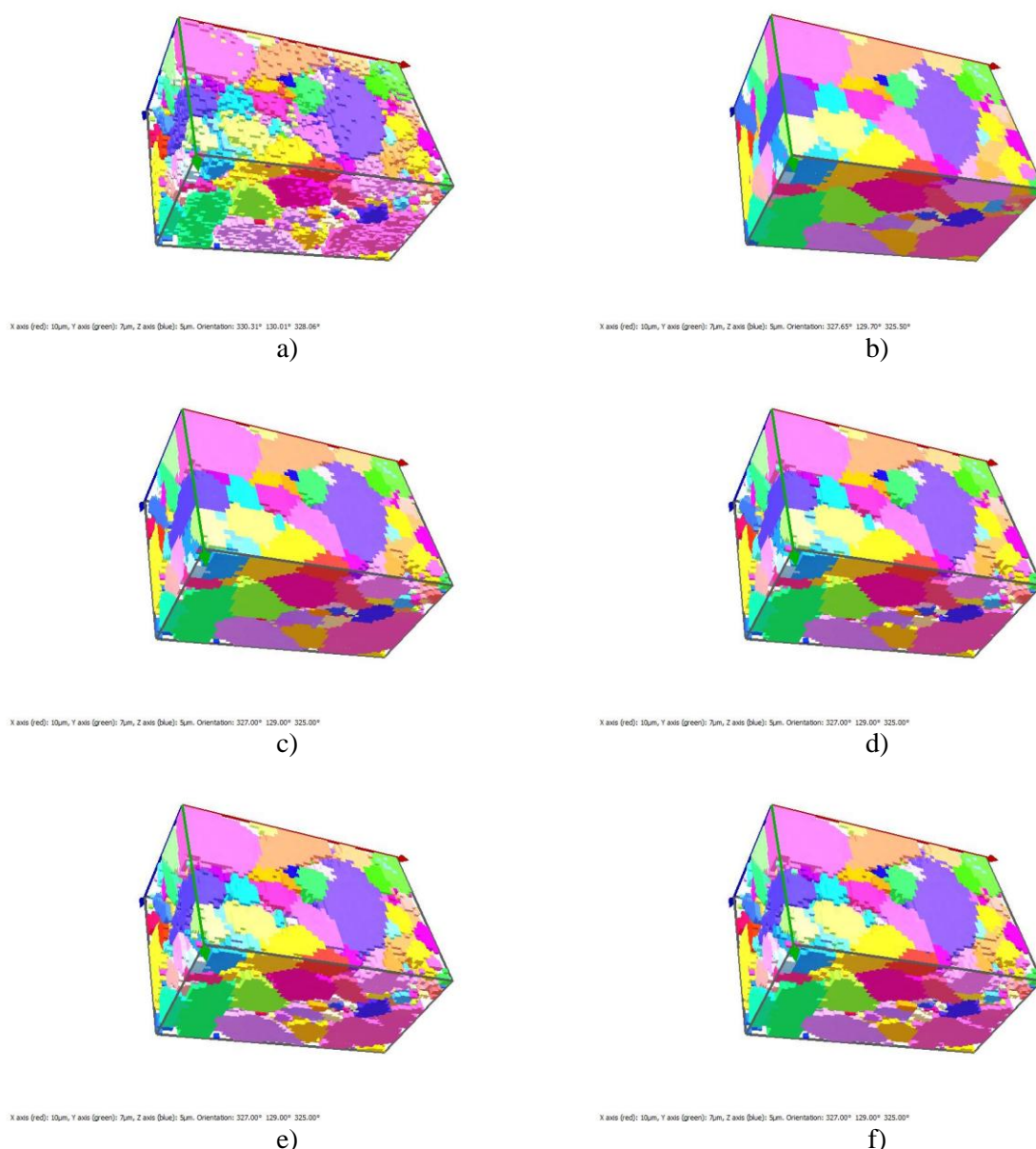
### Rekonstrukce 3

U rekonstrukce č. 3, při které bylo pořízeno 49 snímků, při úspěšnosti indexace do 55%, Při nastavování této rekonstrukce proběhlo ke změně krystalografických parametrů, kdy stávající parametry v databázi byly nahrazeny parametry novými, kde hrany krystalografické mřížky fáze  $\beta$  nabývaly těchto hodnot:

Tab. 2 Porovnání parametrů krystalografické mřížky fáze  $\beta$

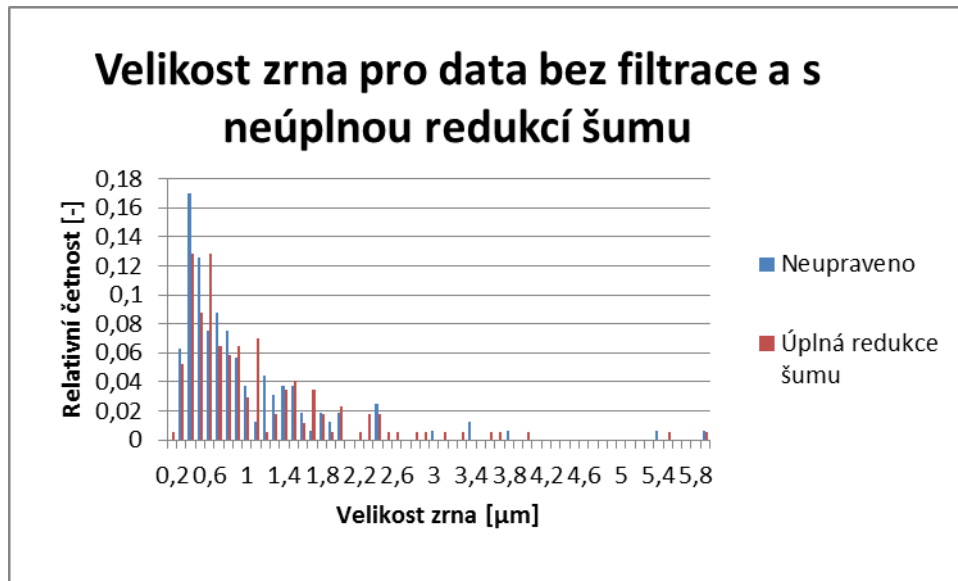
Parametry pro rekonstrukce č. 1 a 2	Parametry pro rekonstrukci č. 3
a=0,76277198791503 nm	a = 0,76018271446228 nm
c=0,29187490940094 nm	c = 0,29071331024169 nm

Na příkladu téhle rekonstrukce proběhlo srovnání pro grafické výsledky při různém stupni redukce šumu a dále byly srovnány statisticky výsledky pro různé druhy typy snímky v závislosti na typu úpravy. Grafické srovnání probíhalo na rekonstrukcích prováděných pomocí programu HKL 3D viewer. Po spojení dat do jednoho datasetu byla vytvořena rekonstrukce a) (obr. 4.40a), dále byl tento dataset upravován . Minimální velikost zrna byla stanovena na 8 pixelů a minimální úhel odchylky mezi zrny na 8°. Bylo generováno dalších 5 rekonstrukcí s redukcí šumu (obr. 4.40b – f). Na obrázcích s malým snížením redukce šumu je možné pozorovat vyplnění větší části rekonstruovaného prostoru (při snížení 0 se jedná o vyplnění celého objemu rekonstruovaného prostoru).

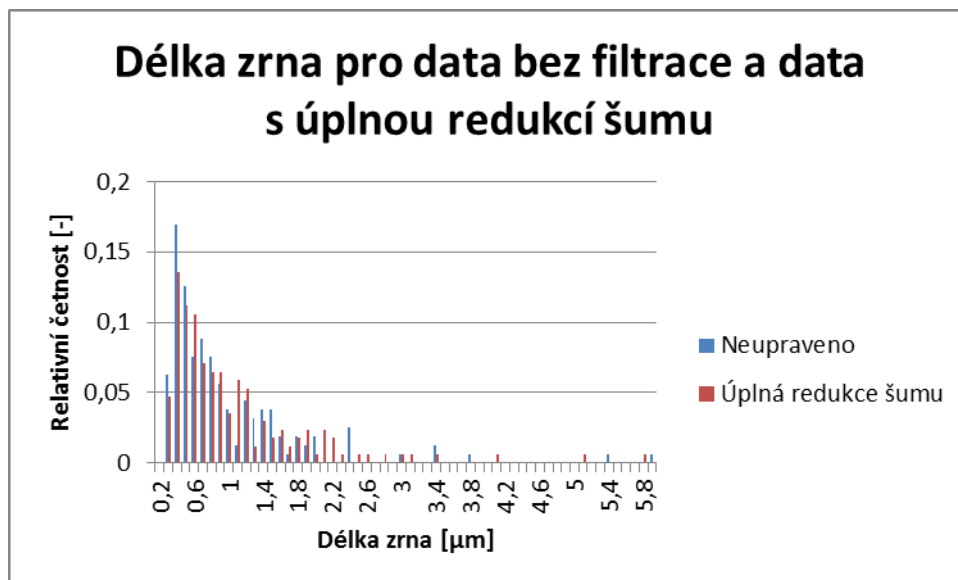


Obr.4.40. Grafické srovnání 3D rekonstrukcí pro různé snížení šumu: a) Data bez redukce šumu b) 0% c) 3% d) 6% e) 11% f) 15%

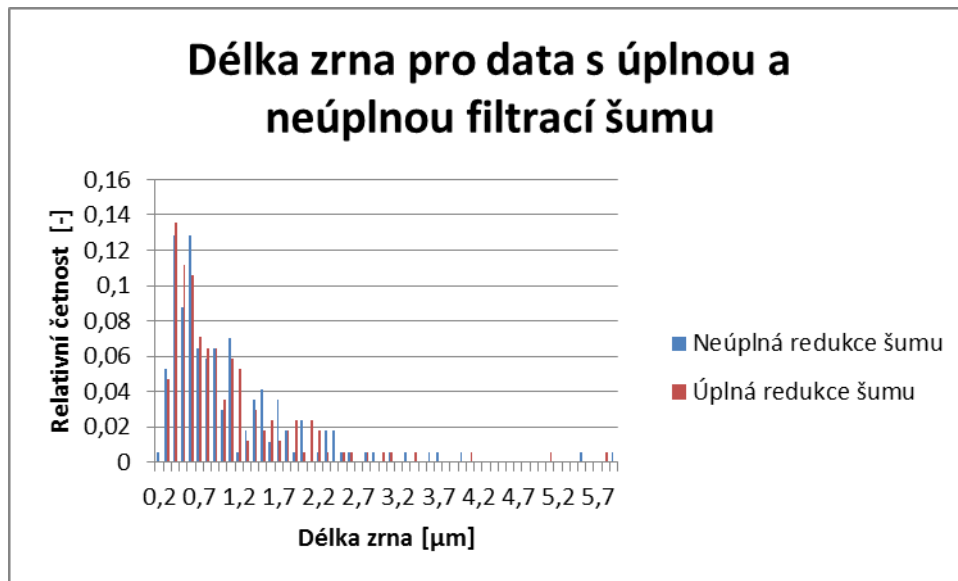
Dále byly statisticky porovnány čtyři získané datasety po různých typech úprav. Díky těmto úpravám se měnil především počet zkoumaných zrn, kdy neupravená rekonstrukce čítala 159 zrn, rekonstrukce s neúplnou filtrací šumu 170 zrn a 170 zrn bylo rekonstruováno i u rekonstrukce s plnou redukcí šumu. Jednotlivé redukce se však lišily distribucí velikosti zrn. Byly srovnány rozdíly pro distribuci zrna neupraveného datasetu s daty s neúplnou redukcí šumu (obr. 4.41.) a s úplnou redukcí šumu (obr. 4.42.). Dále byly taky srovnány upravené data mezi sebou (obr. 4.43.).



Obr. 4.41. Srovnání dat pro rekonstrukce bez filtrace a s neúplnou redukcí šumu



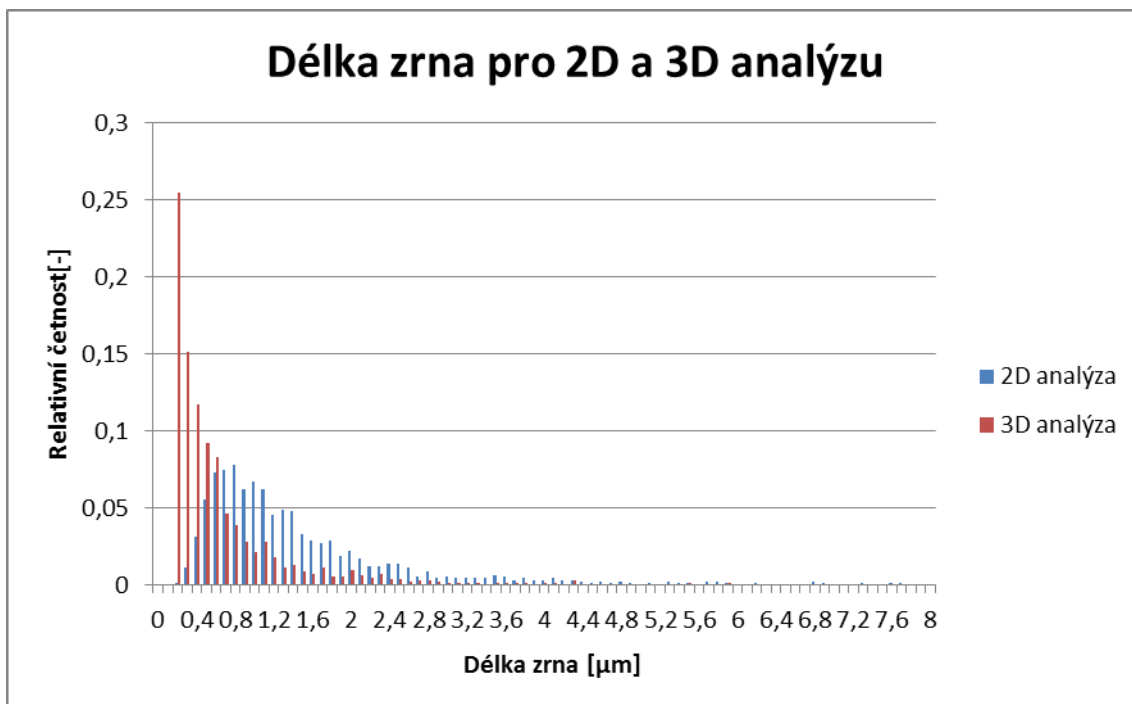
Obr. 4.42. Srovnání dat pro rekonstrukci bez filtrace a rekonstrukci s úplnou redukcí šumu



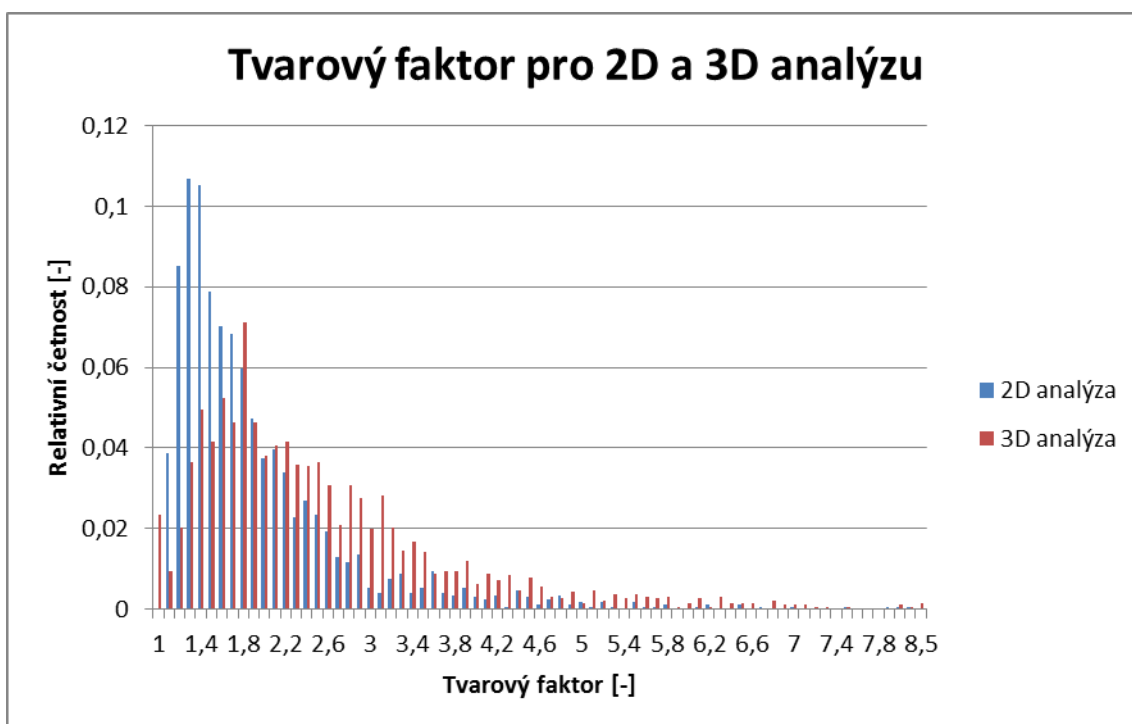
Obr. 4.43. Srovnání délky zrna pro data s úplnou a neúplnou filtrací šumu

#### 4.2.4. Porovnání 2D a 3D výsledků

V této fázi výsledků byly porovnány výsledky z 2D a 3D analýzy. Celkově bylo hodnoceno přes 3000 zrn. Počet zrn se samozřejmě liší podle stupně filtrace u 3D rekonstrukcí. Data z 2D rekonstrukce byla vyhodnocena pro 1711 zrn na 3 pozorovaných snímcích podle kapitoly 4.2.1. Pro 3D data byly použity výsledky z předchozích tří rekonstrukcí, kdy při nefiltrovaných snímcích se počítá s 1922 zrny.



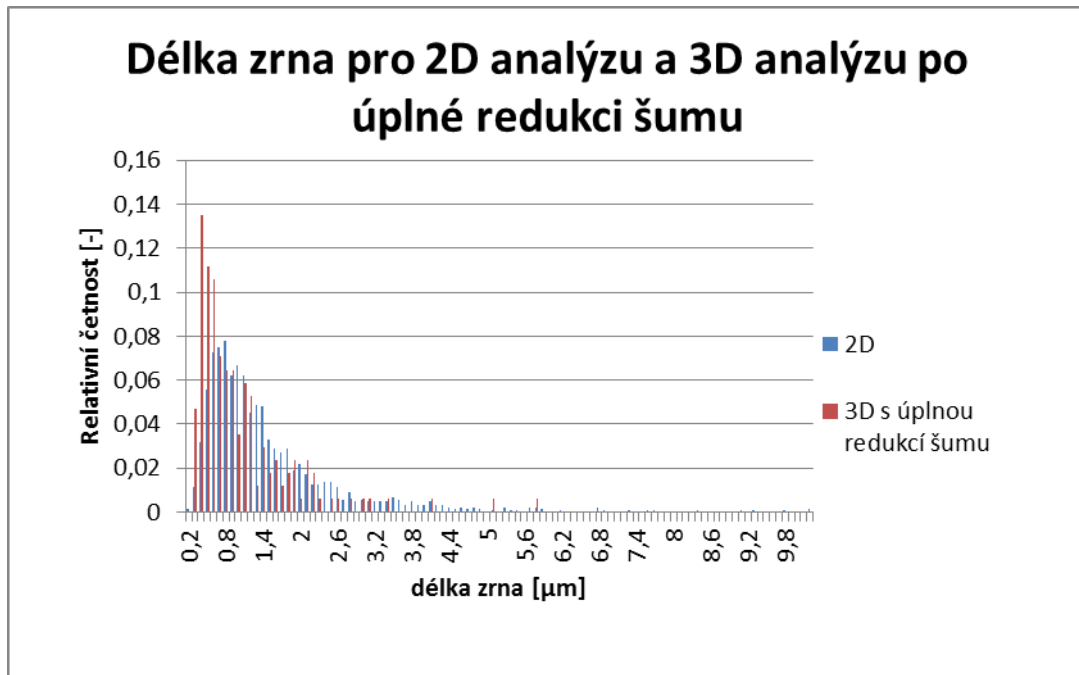
Obr. 4.44. Srovnání délky zrna pro 2D a 3D analýzy



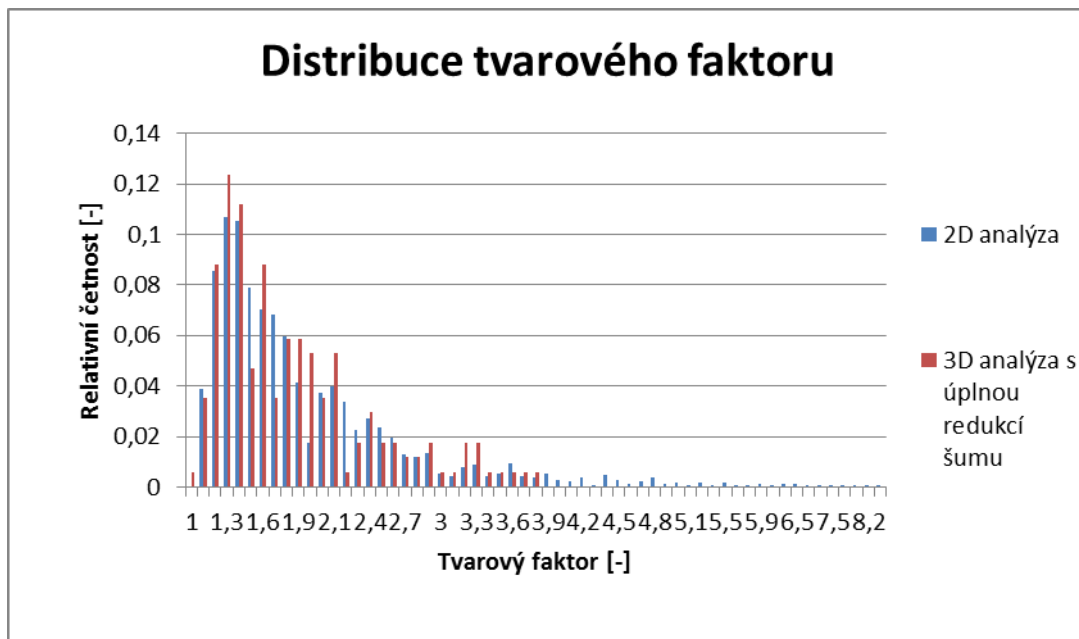
Obr. 4.45. Srovnání tvarového faktoru pro 2D a 3D analýzu

Z předešlých grafů je patrný vysoký výskyt zrn o malé délce, který nebyl předpokládán. Po analýze grafické rekonstrukce bylo dosaženo závěru, že drtivá většina zrn o délce 0, 2 μm je špatně vyhodnocený šum. Tento jev se vyskytoval především u rekonstrukcí č.1 a 2,

kteřá nebyla v dalším srovnání zahrnuta a proběhlo srovnání s rekonstrukcí č.3 s úplným odstraněním šumu (obr. 4.46. a 4.47.).



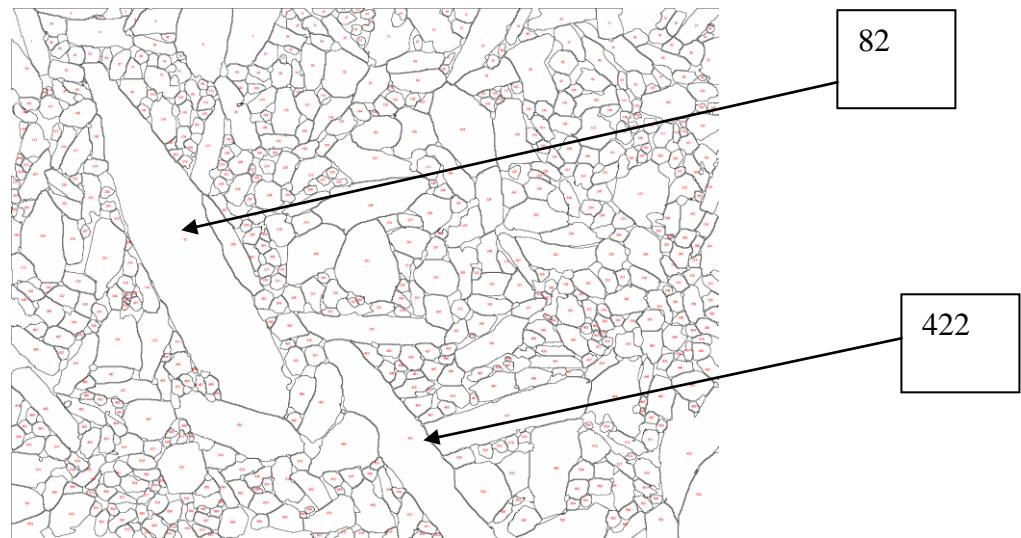
Obr. 4.46 Srovnání délky zrna pro analýzu ve 2D a 3D s úplnou redukcí šumu



Obr. 4.47. Srovnání délky zrna pro analýzu ve 2D a 3D s úplnou redukcí šumu

### 4.3. Diskuze výsledků

Práce měla za úkol poukázat na spojitosti a logickou návaznost mezi 2D a 3D zobrazováním a popisem mikrostruktury zkoumaného materiálu. V první fázi byla vyhodnocena struktura pomocí SEM a obrazové analýzy, tyto výsledky sloužily především k pozdějšímu porovnání mezi touto klasickou metodou a novou, pokročilejší metodou 3D rekonstrukce s využitím EBSD.



Obr. 4.48. Obrázek struktury pro 2D analýzu s označenými čísly zrn

Kapitola 4.3.1. se zabývá hodnocením 2D výbrusů pomocí obrazové analýzy. V této části byly hodnoceny celkem 3 výbrusy s celkovým počtem 1711 zrn. Toto číslo by na první pohled mělo poskytovat dostatečný statistický vzorek pro zjištění velikosti zrn a díky výskytu prodloužených beta zrn  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve struktuře, také tvarového faktoru. Nejčastěji se vyskytovala velikost zrna  $0,8 \mu\text{m}$ , takových zrn bylo v pozorovaných výbrusech struktury celkem 141, což odpovídá jeho zastoupení ve struktuře z asi 8,2%. Na obrázcích je možné pozorovat některá protažená zrna, která jsou typická pro mikrostrukturu keramiky  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Jedná se především o zrna 82 a 422 (obr. 4.48.). Délka nejdelšího zrna č. 82 je  $19,2 \mu\text{m}$  a zrna č. 422 je  $12,9 \mu\text{m}$ . Tvarový faktor byl zastoupen nejčastěji hodnotou 1,2 a pak průběh jeho výskytu vykazoval klesavou tendenci. Největší naměřený tvarový faktor dosahoval hodnoty 8,5, tyto hodnoty potvrzují, že se ve struktuře jednoznačně vyskytují protáhlá zrna fáze  $\beta$ . Problémem stanovení správné délky protáhlého zrna z řezu na výbrusu je jeho neznámá orientace. V práci [26] se autoři sice snažili na základě predikce projekce ideálního zrna vypočítat reálné rozměry zrna, přesto délka zrna zůstává obtížně odhadnutelnou. Složitost geometrické transformace spolu s existencí neideálních (zdeformovaných vlivem okolí) zrn činí možnost stanovení mikrostrukturních parametrů jako velmi obtížnou úlohu.

V kapitole 4.3.2. byla věnována pozornost optimalizaci snímání pomocí EBSD metody. Výsledná výtěžnost (tj. úspěšnost detekce orientace jednotlivých bodů mapy) EBSD map je závislá na jednotlivých podmínkách pozorování jako je urychlovací napětí, které bylo nastavováno na 20 kV, nebo 30 kV, době snímání, rychlosti snímání a délce jednotlivého kroku a také na obsahu pórů a amorfní fáze ve struktuře materiálu. Jak je ze získaných

výsledků patrné kvalita obrázků se liší na první pohled. Na obrázku 4.27. je možné pozorovat výrazný posun svazku elektronů během snímání tzv. drift. Obecně lze říci, že míře výtěžnosti napomáhá delší doba snímání a urychlovací napětí na úrovni 20kV, kde dochází k optimálnímu stavu na povrchu nevodivého vzorku. V kapitole je především vysvětleno správné nastavení podmínek snímání EBSD pro 3D rekonstrukce v kombinaci s FIB. Jedno z klíčových zjištění bylo, že je potřeba pozlacení celého vzorku před pozorováním, jinak dochází k nabíjení pozorovaného povrchu a v podstatě ke znemožnění jakékoliv smysluplné analýzy. V této části experimentu došlo také k navržení nového tvaru vzorku ve srovnání s doporučeným tvarem výrobcem zařízení, kterým je tenká folie (příprava viz kap. 4.14.). Tento typ vzorku byl vyhodnocen jako optimálnější především pro další využití během 3D EBSD metody pro keramické materiály. Důvodem je zejména menší náročnost při přípravě oblasti vhodné k pozorování, jelikož u keramických materiálů iontové odprašování vyžaduje cca 10x delší časy, než je běžné u kovů.

Kapitola 4.2.3. byla věnována samotným 3D rekonstrukcím, které byly důležitou částí diplomové práce. Tuto část lze rozdělit do 3 dílčích částí podle vstupujících dat pro rekonstrukce tj. č.1, až 3. Jednotlivé rekonstrukce se liší především počtem získaných snímků a úspěšností indexace EBSD map, které mají hlavní vliv na celkovou kvalitu generovaného výstupu. V rekonstrukci č.1 byly názorně ukázány rozdíly ve výsledcích při generaci programy HKL 3D Viewer a Dream3D. Rozdíl nespočívá pouze v různém grafickém výsledku, ale především v různém postupu u provádění samotné rekonstrukce. Jelikož HKL 3D Viewer je software dodávaný na míru pro použití se zařízením, které bylo pro rekonstrukce využíváno, tak samotná rekonstrukce probíhá plynule v uživatelsky přívětivém prostředí. Hlavní nevýhodou tohoto programu je nutnost zakoupení licence a díky nutnosti použití hardwarového klíče také jeho nesnadná přenositelnost na jiný počítač, proto byl využit i program Dream3D, který je volně stažitelný na základě „open-source license“. Tento program nabízí široké možnosti úpravy pořízených dat a jejich 3D rekonstrukci. Původně bylo zamýšleno pracovat s pouze s EBSD mapami, které byly nasnímány v průběhu rekonstrukce. Bylo však zjištěno, že není možné plně vynechat práci s programem 3D HKL Viewer, který musí být využit ke komplementaci snímků a ke generaci souboru ve formátu .ctf. Lze samozřejmě použít k základnímu zpracování i jiné programy, např. již zmiňovaný ImageJ, ale to už nebylo možné v rámci diplomového projektu důkladně prozkoumat. Tento typ souboru je dále možno využívat v programu Dream3D podle popisu v kapitole 4.1.9. Celkově byl tento program mnohem náročnější na pochopení a vyžadoval mnohem větší časový rámec pro uvedení operátora do problematiky, jelikož má jinou logiku práce s daty a umožňuje nastavit více parametrů jednotlivých kroků, což na jedné straně pro zkušeného operátora je výhodou, ale pro začátečníka nalezení vhodných parametrů může být kritické. Pro vizualizaci konečných výsledků z programu Dream3D je nutné využít externích programů, jako např. ParaView, který byl v této práci použit k zobrazení grafické podoby struktury, což lze označit za další komplikaci. Na druhou stranu je nutné podotknout, že tento program poskytuje nepřehledné množství možností, jak upravovat rekonstruovanou. Proto je vhodný spíše pro analýzy, které vyžadují důkladnější provedení a pokud je problematické zajištění licence pro počítačovou jednotku využívanou pro rekonstrukce.

V rekonstrukci č.2 byly provedeny rekonstrukce pomocí programů uvedených výše. U této rekonstrukce nebylo použito filtrace pro odstranění šumu, ani žádné jiné úpravy dat. Jedná se tedy o surová data, což je zřejmé z prvního pohledu na rekonstruovanou strukturu, tak i na grafické vyjádření distribuce zrn. U této distribuce se vyskytují zrna o délce 0,2  $\mu\text{m}$ . Rozlišení

jednoho pixelu je  $0,2 \times 0,2 \mu\text{m}$ . Po zvážení této informace a kontrole jednotlivých „zrn“ byla tato rekonstrukce později vyhodnocena za nedostačující. V další části práce byl tedy zkoumán vliv úprav 3D obrazu na konečné výsledky. Dalším velkým faktorem ovlivňujícím nedostatečnost této rekonstrukce pro použití dalších výsledků je nízká hodnota úspěšnosti indexace EBSD map v tomto případě, zřejmě způsobena nestabilitou iontového svazku při přípravě pozorovaného povrchu.

V rekonstrukci č. 3 byla provedena změna v nastavení parametrů krystalografické mřížky fáze  $\beta$  na základě RTG analýzy provedené přímo na studovaném materiálu. Původně byly vybrány parametry fáze z databáze struktur přístupné přímo ve snímacím programu. Tato změna měla za následek k nárůstu úspěšnosti indexace EBSD (oproti rekonstrukci č. 1 minimálně o 10%).

Během třetí rekonstrukce byla věnována pozornost především rozdílům při různé redukci šumu obsaženého v nasnímaných datech. Šum, neboli neoindexované body, v tomto případě pocházely z různých zdrojů. Nejdříve jde o póry a amorfní fázi obsaženou v materiálu, kde nelze stanovit krystalovou orientaci. Následuje šum vzniklý detekcí hranic zrna v neposlední řadě i chybně určenou orientací díky kvalitě signálu v daném místě. Bylo pořízeno celkem 6 grafických rekonstrukcí: data bez redukce šumu, data s plnou redukcí šumu a dále neúplnou redukcí šumu sníženou o 0, 3, 6, 11 a 15%. Tyto výsledky slouží pouze pro celkovou představu o možnostech práce s redukcí šumu. Jak je možné pozorovat na obr. 4.40b, tak při plné redukci šumu je zrna vyplněn celý objem zkoumaného prostoru rekonstrukce a vyplnění tohoto prostoru se snižuje s rostoucím snížením redukce šumu, což na jednu stranu poskytuje vizuálně přitažlivější výsledek, ale jde proti reálné struktuře, kde se zcela nepochybně vyskytují póry a amorfní skelná fáze.

V rámci této rekonstrukce byly porovnány výsledky pro neupravený dataset, po neplné redukci šumu a po úplné redukci šumu. Při porovnání neupraveného datasetu a datasetu s neúplnou redukcí šumu bylo možné pozorovat snížení počtu menších zrn o délkách 0,3, až  $0,5 \mu\text{m}$ , což značí odstranění šumu způsobeného např. driftem, či spojení větších zrn, které v neupravené verzi byly vyhodnoceny jako jednotlivá zrna z důvodu malé úspěšnosti indexace EBSD. Redukce šumu má tedy zdánlivě menší hodnoty rozptylu v pozorované struktuře, čímž se více přiblíží k reálnému obrazu struktury. Zanedbání existence pórů a amorfní skelné fáze nevede k výraznému nadhodnocení velikosti zrn. Při vysoké redukci šumu je ztotožnění s reálnou strukturou na vysoké úrovni.

V další fázi proběhlo srovnání 2D a 3D výsledků analýz dané struktury. V první fázi byla porovnávána všechna data získaná 3D analýzou. U rekonstrukcí č.1 a 2 byly výsledné údaje získané o mikrostruktuře ovlivněny výše popsaným způsobem a to zejména díky vývoji optimální metodiky pro získání 3D rekonstrukcí. Z těchto důvodů nebylo možné stanovit jednoznačné a transparentní závěry a to i kvůli rozdílné úpravě dat u těchto 3D rekonstrukcí. Proto byl vybrán nejtransparentnější dataset č.3, a to s plnou redukcí šumu, který byl srovnán s 2D výsledky obrazové analýzy. Na první pohled je zřejmý trend, kdy distribuce v 2D analýze vykazuje četnější výskyt větších zrn. Tato skutečnost je dána několika příčinami. Jednak analyzovaný objem v 3D poskytuje informaci o cca 10 násobně menším počtu zrn než 2D analýza. Druhou příčinou může být fakt, že pokud je zrno rovnoměrné, provedený řez jednoznačně nadhodnotí minimální rozměr zrna a při vhodné orientaci může nadhodnotit i maximální délku zrna. Dalším srovnávaným parametrem byl tvarový faktor pro 2D a 3D při porovnávání 2D výsledku s upravenými 3D výsledky není viditelný velký rozdíl v distribuci tvarového faktoru, protože díky šikmému řezání se domněle nezvětšuje pouze jedna strana

zrna, ale i ostatní strany, což kompenzuje radikální rozdíly mezi hodnocením pomocí 3D EBSD metody a hodnocením pomocí obrazové analýzy. Na druhou stranu je nutné zmínit, že není možné považovat zvětšení domnělých stran u 2D analýzy za jakkoliv poměrné vůči reálným 3D zrnům, takže celkově nelze považovat aplikaci 2D analýzy za dostatečnou pro náročnější analýzu struktury a případně pro vstupy do numerických modelů simulujících chování daného materiálu.

Metodu 3D EBSD lze porovnat s metodou rekonstrukce mikrostruktury uvedenou v literatuře [26], které je věnována zevrubně kapitola 2.5.3.. V autory navržené metodě je počítán tvarový faktor na základě hodnocení 2D parametrů jednotlivých zrn. Tato metoda je náročná v porovnání s metodou 3D EBSD, protože je nutné analyzovat geometrické parametry jednotlivých zrn, což je v případě hodnocení statisticky obsáhlejšího vzorku velice zdlouhavé, a navíc ani u této metody není možné přesně stanovit délku jednotlivých zrn. Výhodou oproti metodě 3D EBSD jsou nižší náklady na pořízení zařízení potřebného pro takovou analýzu.

## 5. Závěry

V teoretické části byl věnován prostor seznámení s používanými metodami pro vyhodnocování struktury materiálu, především pak velikosti zrna. V logické návaznosti pokračovala práce v představení technik příbuzných s metodou 3D EBSD použitou v rámci experimentální části této práce. Pozornost byla také věnována vyvíjenému materiálu  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a jeho specifickým.

Na základě formulace cílů práce byla vyvinuta metodika získání 3D informací o struktuře zkoumaného materiálu pomocí techniky EBSD. Získané poznatky lze shrnout do následujících závěrů:

- Byla provedená mikrostrukturní analýza zkoumaného materiálu pomocí standardních keramografických technik. Distribuční funkce velikosti zrn a tzv. tvarového faktoru byly vypočteny na základě obrazové analýzy SEM snímků výbrusů.
- Byl navržen vhodný tvar vzorku, tj. obdélníkové fólie ztenčené na jednom rohu na tloušťku blízkou se 10  $\mu\text{m}$ . Tento tvar umožňuje jednak aplikaci odprašování vrstev materiálu pomocí FIBu a následně snímání difrakčních map bez nutnosti mechanického pohybu vzorku. Navržená konfigurace zajišťuje také minimalizaci redepozice materiálu při jeho odprašování. V neposlední řadě zkracuje samotnou dobu odprašování.
- Byly popsány základní parametry elektronového a iontového svazku vhodné k provádění jednotlivých operací počínaje hrubým odprašováním základní geometrie, následující depozicí vodivé vrstvy na místo zájmu, jemné doleštění povrchu, snímání EBSD a odprašování jednotlivých vrstev. Vše bylo voleno s ohledem na nejvyšší míru efektivity vzhledem k požadované vysoké kvalitě a nízké časové náročnosti.
- Byly provedeny 3D rekonstrukce zkoumaného  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materiálu pomocí 3D EBSD metody a následně vyhodnoceny základní mikrostrukturní parametry.
- K vyhodnocení 3D dat byl použit jednak standardní komerční program HKL Viewer dodávaný s EBSD kamerou, tak i volně dostupný program Dream3D. V práci byl naznačen postup zpracování naměřených dat pomocí obou programů. Byly srovnány výhody a nevýhody, které každé řešení přináší z hlediska uživatele.
- Na základě výsledků 2D a 3D analýz mikrostruktury studovaného materiálu byly porovnány obě metody. Bylo zjištěno, že i sebesložitější 2D analýza nemůže poskytnout dostatečné informace o mikrostruktuře  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materiálu obsahujícího protáhlé beta zrna.

## 6. Literatura

- [1] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-720-4283-1.
- [2] MACEK, Karel a Josef STEIDL. *Nauka o materiálu: STRUKTURA A VLASTNOSTI MATERIÁLU A JEJICH ZKOUŠENÍ*. In: [Http://umi.fs.cvut.cz/](http://umi.fs.cvut.cz/) [online]. 2012 [cit. 2014-05-12]. Dostupné z: [http://umi.fs.cvut.cz/files/3-1\\_makrostruktura-a-mikrostruktura.pdf](http://umi.fs.cvut.cz/files/3-1_makrostruktura-a-mikrostruktura.pdf)
- [3] METODY STUDIA STRUKTURY. In: VODÁREK, Vlastimil. *Vsb.cz* [online]. 2012 [cit. 2014-05-8]. Dostupné z: <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/MSS/Metody%20studia%20struktury.pdf>
- [4] Electron Microscopy in Materials Science. In: KRUPP, Ulrich. *www.mb.uni-siegen.de* [online]. 2008 [cit. 2014-05-2]. Dostupné z: [http://www.mb.uni-siegen.de/lmw/downloads\\_prints/elektronenmikroskopie/em\\_skript.pdf](http://www.mb.uni-siegen.de/lmw/downloads_prints/elektronenmikroskopie/em_skript.pdf)
- [5] KRAUS, Ivo a FIALA, Jaroslav. *Elementární fyzika pevných látek*. 1. vyd. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2011, 230 s. ISBN 978-80-01-04931-0.
- [6] LODINI, Alain. *Analysis of Residual Stress by Diffraction Using Neutron and synchrotron* London: CRC Press, 2003. 349 s ISBN 02-036-0899-2.
- [7] DENDISOVÁ, Marcela. RAMANOVA SPEKTROMETRIE. In: *www.vscht.cz* [online]. 2009 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z: <http://www.vscht.cz/anl/lach2/RAMAN.pdf>
- [8] AFM (Atomic Force Microscope). In: *www.uni-greifswald.de/* [online]. 2008 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z: <http://www3.physik.uni-greifswald.de/method/afm/eafm.htm>
- [9] HENDRYCH, A, R VŮJTEK a M KUBÍNEK. Mikroskopie magnetických sil. In: *www.upol.cz* [online]. 2008 [cit. 2014-05-7]. Dostupné z : <http://atmilab.upol.cz/texty/SPM-teorie.pdf>
- [10] ČSN 42 0462. *Zkoušení kovů. Stanovení velikosti zrna ocelí a neželezných kovů*. Praha: Československý normalizační institut, 1983
- [11] SCHWARTZ, Adam J. *Electron backscatter diffraction in materials science*. 2. vyd. New York: Springer, 2009, 403 s. ISBN 978-0-387-88135-5.
- [12] OXFORD INSTRUMENTS. *EBS*D [online]. 2013 [cit. 2014-05-15]. Dostupné z: [www.ebsd.com](http://www.ebsd.com)

- [13] MAN, O. *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 129 s. Vedoucí dizertační práce prof. Ing. Jiří Švejcár, CSc.
- [14] 3D EBSD: Tomographic orientation microscopy in a FIB SEM. In: ZAEFFERER, Stefan. [Http://www.mpie.de](http://www.mpie.de) [online]. 2010 [cit. 2014-05-1]. Dostupné z: <http://www.mpie.de/fileadmin/pics/MU-pics/lectures/conferences/E-MRS/2010/3D-EBSD-Strasbourg.pdf>
- [15] Tomographic orientation microscopy ( 3D EBSD ) using a joint FIB SEM technique. In: [www.mpie.de](http://www.mpie.de) [online]. 2009 [cit. 2014-04-28]. Dostupné z: <http://www.mpie.de/index.php?id=1056&type=1>
- [16] GIANNUZZI, Lucille. *Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques, and practice*. New York: Springer, 2005, 357 s, ISBN 03-872-3313
- [17] ORLOFF, Jon, SWANSON Lynwood a UTLAUT Mark. *High resolution focused ion beams: FIB and its applications : the physics of liquid metal ion sources and ion optics and their application to focused ion beam technology*. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2003, 10, 303 s. ISBN 03-064-7350
- [18] REYNT, Jens. PUERS Robert. *A review of focused ion beam applications in microsystem technology: treaties and international agreements registered or filed and recorded with the Secretariat of the United Nations. Journal of Micromechanics and Microengineering*. 2001-07-01, roč. 11, číslo 4, s. 287-300. DOI: 10.1088/0960-1317/11/4/301. Dostupné z: <http://stacks.iop.org/0960-1317/11/i=4/a=301?key=crossref.eb603166dc8f0b0b38252c5fc2f55f3c>
- [19] FALTÝNEK, P. *Modifikace tenkých vrstev fokusovaným iontovým svazkem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 30 s. Vedoucí Ing. Jan Čechal, Ph.D.
- [20] Introduction to FIB - SEM. In: REUTELER, Joakim . [Http://www.nonmet.mat.ethz.ch/](http://www.nonmet.mat.ethz.ch/) [online]. 2013 [cit. 2014-05-28]. Dostupné z: [http://www.nonmet.mat.ethz.ch/Infrastructure/FIB/FIB-SEM\\_Introduction\\_JR.pdf](http://www.nonmet.mat.ethz.ch/Infrastructure/FIB/FIB-SEM_Introduction_JR.pdf)
- [21] Computed Tomography. NDT RESOURCE CENTRE. [Http://www.ndt-ed.org/](http://www.ndt-ed.org/) [online]. 2009 [cit. 2014-04-27]. Dostupné z: [http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Radiography/AdvancedTechniques/computed\\_tomography.htm](http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Radiography/AdvancedTechniques/computed_tomography.htm)

- [22] CHARLES S., Barrett. *Advances in X-ray analysis*. New York: Plenum Press, 1988. ISBN 03-064-2932-2
- [23] SNIGIREV, A., SNIGIREVA, I. *On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation* Review of Scientific Instruments. 1995, vol. 66, issue 12, s. 5486. DOI: 10.1063/1.1146073.  
Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/aip/journal/rsi/66/12/10.1063/1.1146073>
- [24] BARUCHEL, José. CLOETENS, Peter. HÄRTWIG Jürgen. *Phase imaging using highly coherent X-rays: radiography, tomography, diffraction topography*. *Journal of Synchrotron Radiation*. 2000, vol. 7, issue 3, s. 196-201. DOI: 10.1107/S0909049500002995. Dostupné z: <http://scripts.iucr.org/cgi-bin/paper?S0909049500002995>
- [25] LIU, LIU, J. SHARON A. a HUANG X.. Three-Dimensional Orientation Mapping in the Transmission Electron Microscope. *Science*. 2011-05-12, vol. 332, issue 6031, s. 833-834. DOI:10.1126/science.1202202.  
Dostupné z: <http://www.sciencemag.org/cgi/doi/10.1126/science.1202202>
- [26] BJÖRKLUND, Håkan, Jonas WASÉN a Lena K. L. FALK. Quantitative Microscopy of  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*. 1997, vol. 80, issue 12, s. 3061-3069. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1997.tb03233.x.  
Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1997.tb03233.x>
- [27] SWAN Michael, *Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment. Volume 11. Structure and Properties of Ceramics*. 1. Aufl. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1994, 841 s. ISBN 35-272-6824-3.
- [28] HEIMANN Robert. *Classic and Advanced Ceramics From Fundamentals to Applications*. Weinheim: Wiley-VCH, 2010. ISBN 978-352-7630-189.
- [29] RAINFORTH, William. *Ceramic microstructures*. 1. ed. London. Chapman, 1994. ISBN 978-041-2431-401
- [30] VELEZ, Mike. Silicon Nitride Ball Bearings. In: *Wright State University* [online]. 2008 [cit. 2014-04-28]. Dostupné z: <http://cecs.wright.edu/~smukhopa/Mike-Silicon%20Nitride%20Ball%20Bearings.pdf>
- [31] PARK, Hyoungjoon, Hyoun-Ee KIM a Koichi NIIHARA. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> with Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as a Sintering Additive. *Journal of the American Ceramic Society*. 1997, vol. 80, issue 3, s. 750-756. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1997.tb02892.x. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1997.tb02892.x>

[32] KLEEBE, H.-J., E. MEISSNER a G. ZIEGLER. Influence of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> interface chemistry on both grain morphology and fracture resistance. *Le Journal de Physique IV*. 1993, vol. 03, C7, C7-1393-C7-1397. DOI: 10.1051/jp4:19937213. Dostupné z: <http://www.edpsciences.org/10.1051/jp4:19937213>

[33] SANTOS, C, K STRECKER, S.A BALDACIM, O.M.M DA SILVA a C.R.M DA SILVA. Influence of additive content on the anisotropy in hot-pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics using grain orientation measurements. *Ceramics International*. 2004, vol. 30, issue 5, s. 653-659. DOI: 10.1016/j.ceramint.2003.07.011. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884203001810>

[34] KAVALÍR, V, *Řezná keramika a její efektivní využití*. Bno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009, 56 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Anton Humár, CSc.

[35] ALLIED. *Alliedhightech* [online]. 2014 [cit. 2014-05-7]. Dostupné z: <http://www.alliedhightech.com/industries>

[36] ZXSQ [online]. 2013 [cit. 2014-05-20]. Dostupné z: <http://www.zxsq.com.cn>

## 7. Seznam zkratek a symbolů

2D	Dvourozměrné
3D	Trojrozměrné
3D EBSD	Trojrozměrná difrakce zpětně odražených elektronů
3D-OMiTEM	Trojrozměrné mapování orientace pomocí transmisního elektronového mikroskopu
CVD	Chemická depozice v plynné fázi
$D$	Průměr
$d_m$	Jmenovitý střední průměr zrna
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů
FIB	Svazek fokusovaných iontů
$G$	Velikostní číslo zrna
$g$	Plynná fáze
GIS	Systém vstřikování plynu
HIP	Izostatické lisování za tepla
HIPSN	Nitrid křemíku připravený izostatickým lisováním za tepla
HPSN	Nitrid křemíku lisovaný za vysokých teplot
$L$	Délka úsečky
$l$	Kapalná fáze
LMIS	Kapalný zdroj kovových iontů
$m$	Počet zrn na $1 \text{ mm}^2$
$n$	Počet zrn ve vytyčeném obrazci
$n_{100}$	Počet zrn ve vytyčeném obrazci při zvětšení 100x
RBSN	Reakčně vázaný nitrid křemíku
$s$	Pevná fáze
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
SRBSN	Slinutý reakčně vázaný nitrid křemíku
SSN	Slinutý nitrid křemíku
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie
$Z$	Zvětšení
$\Delta G$	Změna Gibbsovy energie