

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Petr Lukáš

Studium rozdělení disperzních částic v nerovnovázně utužených hliníkových slitinách

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.
Studijní program: Fyzika, Obecná fyzika

2009

Na tomto místě bych rád poděkoval doc. Cieslarovi za pomoc při vedení této práce a dále také za cenné rady, které mi poskytnul. Dále patří obrovský dík RNDr. Uhlířovi za pomoc při měření a získávání potřebných dat a také za perfektní představení elektronového mikroskopu FEI Quanta 200F. V neposlední řadě bych chtěl také vyjádřit svůj vděk paní Čepové, která připravila vzorky pro měření. Díky jejím zkušenostem byly vzorky výborně zpracované a mohl jsem dosáhnout velmi dobrých výsledků. Nakonec bych rád vzpomněl na moji vedoucí při práci na elektronovém mikroskopu v Panenských Březanech RNDr. Slámovou, která bohužel nešťastně zemřela v lednu tohoto roku.

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce a jejím zveřejňováním.

V Praze dne 20. 5. 2009

Petr Lukáš

Obsah

1	Motivace	5
2	Teoretický úvod	6
2.1	Řádkovací elektronový mikroskop	6
2.2	Krystalografické minimum	6
2.3	Metoda EDS	9
2.4	Metoda EBSD	10
3	Výsledky měření	11
3.1	Materiálové složení a příprava vzorků	11
3.2	Sledované fáze	12
3.3	Vlastní měření	12
3.3.1	Materiál AW-3003	13
3.3.2	Materiál AW-8006	19
4	Diskuze	24
4.1	Srovnání metod EDS a EBSD	24
4.2	Srovnání slitin AW-3003 a AW-8006	25
4.3	Navržená metodika	25
5	Závěr	28
	Literatura	29

Název práce: Studium rozdělení disperzních částic v nerovnovážně utužených hliníkových slitinách

Autor: Petr Lukáš

Katedra (ústav): Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.

e-mail vedoucího: Miroslav.Cieslar@mff.cuni.cz

Abstrakt: Pozorování částic jiných fází pomocí transmisní elektronové mikroskopie neumožňuje dělat dostatečně průkaznou kvantitativní statistiku jejich výskytu. V současné době lze však tuto statistiku udělat pomocí moderních řádkovacích elektronových mikroskopů vybavených technikou EBSD. V této práci je srovnávána metoda EDS s metodou EBSD.

Klíčová slova: řádkovací elektronový mikroskop, EDS, EBSD, identifikace částic

Title: Distribution of dispersoids in fast solidified aluminium alloys

Author: Petr Lukáš

Department: Department of Metal Physics

Supervisor: Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.

Supervisor's e-mail address: Miroslav.Cieslar@mff.cuni.cz

Abstract: Observation of particles of different phases with transmission electron microscope do not allow to do quantitative statistics of their appearance. In the present day, we can do this statistics with modern scanning electron microscopes equipped with EBSD technique. In my work EDS method is compared with EBSD one.

Keywords: scanning electron microscope, EDS, EBSD, identification of particles

Kapitola 1

Motivace

Slitiny Al-Fe-Mn-Si jsou hojně využívány v automobilovém průmyslu, zejména pak v tepelných výměnících. Mají nízkou hustotu a dobrou tepelnou vodivost. Cílem řady projektů a vědeckých prací je optimalizovat složení těchto slitin tak, aby co nejlépe splňovaly požadavky průmyslu na mechanické a tepelné vlastnosti. Na veškeré vlastnosti těchto slitin mají velký vliv příměsové atomy a jejich přítomnost v částicích druhých fází, které se v těchto slitinách vytvářejí. Pro jejich tvorbu, umístění a stavbu je důležité, jak byl daný materiál připravován. Záleží především na teplotě zpracování, na dynamice zahřívání [1] a předdeformaci použitého materiálu [2].

Pro vysvětlení procesů, které se v materiálu odehrávají, jsou důležité statistické údaje o výskytu částic. Umožňují srovnat údaje získané přímo měřením s daty získanými pomocí matematického modelování. Pomocí transmisního elektronového mikroskopu (Transmission electron microscopy – TEM), který se pro určení částic běžně používá, není možné rychle identifikovat dostatečné množství částic pro statistické použití. Vyvstává tedy otázka, jakým způsobem zrychlit či zautomatizovat identifikaci částic. Podstatně rychlejší identifikaci částic než na TEM lze provést pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu (Scanning electron microscope – SEM).

Nejčastěji se využívají dvě techniky spojené se SEM - energiově disperzní rentgenové spektroskopie (Energy dispersive X-ray spectroscopy – EDS) nebo difrakce zpětně odražených elektronů (Electron backscatter diffraction – EBSD). Předmětem této práce je vytvořit metodiku studia částic hliníkových slitin pomocí EBSD a srovnat výsledky EBSD s daty z EDS.

Kapitola 2

Teoretický úvod

2.1 Řádkovací elektronový mikroskop

Tento typ elektronového mikroskopu zkoumá speciálně upravený povrch vzorku pomocí svazku elektronů o vysoké energii 5–30 keV. Se svazkem elektronů v elektronovém mikroskopu se podle Eckertové [3] pomocí elektromagnetických čoček zachází podobně jako v optickém mikroskopu se svazkem fotonů pomocí normálních čoček. Elektrony ve svazku dopadají na vzorek a interagují s ním. Díky těmto interakcím můžeme získat informace o topografii, složení vzorku, krystalické struktuře a dalších vlastnostech.

Tyto informace se získávají pomocí detekce sekundárně emitovaných elektronů (secondary electrons – SE), zpětně odražených elektronů (back scattered electrons – BSE) a detekce rentgenových γ kvant (charakteristického rentgenového záření – characteristic x-ray). Elektronový mikroskop FEI Quanta 200F ve výzkumném ústavu kovů v Panenských Břežanech, na kterém bylo prováděno měření, je vyfotografován na obrázku 2.1.

2.2 Krystalografické minimum

Z kvantové teorie vyplývá dvojí pohled na každý hmotný objekt. Jedná se o pohled částicový (korpuskulární) a vlnový. Dle Hallidaye a Resnicka [4] z de Broglieho zákona a ze speciální teorie relativity vyplývá, že elektron o energii E má vlnovou délku λ určenou následujícím vztahem:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_{e,0}E}} \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{E}{2m_{e,0}c^2}}}, \quad (2.1)$$



Obrázek 2.1: Řádkovací elektronový mikroskop FEI Quanta 200F se systémem EDAX Trident (EDS detektor je vidět nalevo od hlavního tubusu v horní části) a EBSD systémem EDAX-TSL s kamerou DigiView II (kamera má černou barvu a je vidět nalevo od komory se vzorkem). Nad kamerou EBSD je infra kamera, která umožňuje bezpečnou manipulaci se vzorkem v komoře (vizuální kontrola při naklápění a posunování vzorku).

kde $m_{e,0}$ je klidová hmotnost elektronu, c rychlost světla a h Planckova konstanta.

Zásadním zákonem pro krystalografii je Braggův zákon difrakce, který určuje úhel θ , při kterém dochází ke konstruktivní interferenci částic s vlnovým charakterem, v našem případě elektronů, na monokrystalu [5]. Ve vztahu pro Braggovu difrakci dále hraje roli mezivrstevná vzdálenost v krystalu d , vlnová délka λ elektronu určená dle vztahu 2.1 a přirozené číslo n :

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta. \quad (2.2)$$

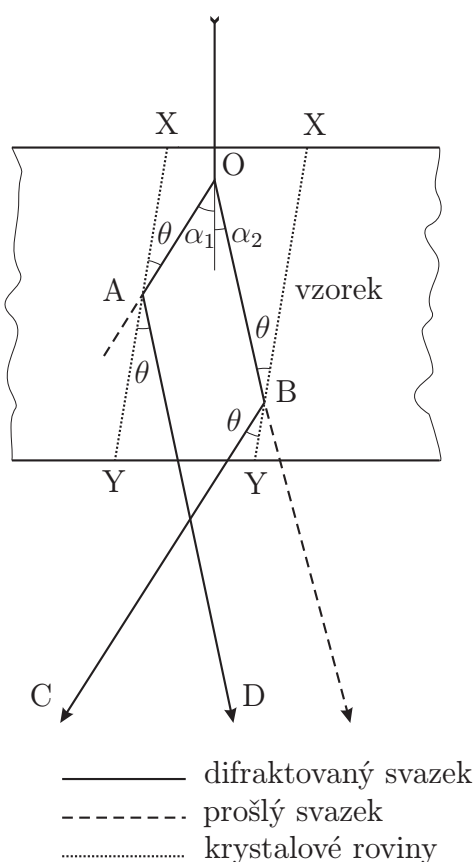
Kromě standardních difrakcí vycházejících přímo ze vztahu 2.2, můžeme při sledování v elektronovém mikroskopu zaznamenat také páry rovnoběžných světlých a tmavých linií, které nazýváme Kikuchiho liniemi.

Vznik Kikuchiho linií je spojen s nepružným rozptylem elektronů v krystalu do všech možných směrů. Vlnová délka takto nepružně rozptýlených elektronů se však příliš neliší od jejich původní vlnové délky. Vznik Kikuchiho linií je znázorněn na obrázku 2.2. Jelikož jsou Kikuchiho linie a mechanismus jejich vzniku důležité pro předkládanou práci, v následujícím odstavci je stručně popsán mechanismus jejich vzniku. Bližší informace lze najít např. v [6].

Po dopadu elektronového svazku na vzorek dojde k částečnému neelastickému rozptylu do všech směrů, avšak počet elektronů rozptýlených do určitého směru klesá s rostoucím úhlem jejich rozptylu α . Označme I intenzitu, s jakou se elektrony rozptylují pod úhlem α . Nechť se pod úhlem α_1 elektrony rozptylují s intenzitou I_1 a pod úhlem α_2 s intenzitou I_2 . Dle výše zmíněného předpokladu klesající intenzity v závislosti na úhlu rozptylu tedy platí, že $I_1 < I_2$. Intenzita I tedy určuje, jakou intenzitu dopadajících elektronů naměříme na stínítku v závislosti na úhlu α .

Jestliže je nyní orientace krystalu taková, že v rovině XY je splněna pro oba rozptýlené svazky OA a OB Braggova podmínka 2.2 s úhlem θ , dochází v bodech A a B k Braggovské reflexi. Intenzita I' reflektovaného svazku je přímo úměrná intenzitě dopadajícího svazku, přičemž můžeme dle [6] předpokládat, že konstanta úměrnosti k je v prvním přiblížení shodná pro podobné úhly ($I' = kI$). Dostáváme tedy, že $I'_1 = kI_1$ a $I'_2 = kI_2$.

Celková intenzita I_{OA} elektronů zachycených na stínítku ve směru OA je tedy $I_{OA} = I_1 - I'_1 + I'_2$. Pro celkovou intenzitu I_{OA} platí tedy $I_{OA} > I_1$. Ve směrech blízkých OA bude však intenzita rovna I_1 . Ve směru OA vidíme tedy



Obrázek 2.2: Vznik Kikuchiho linií

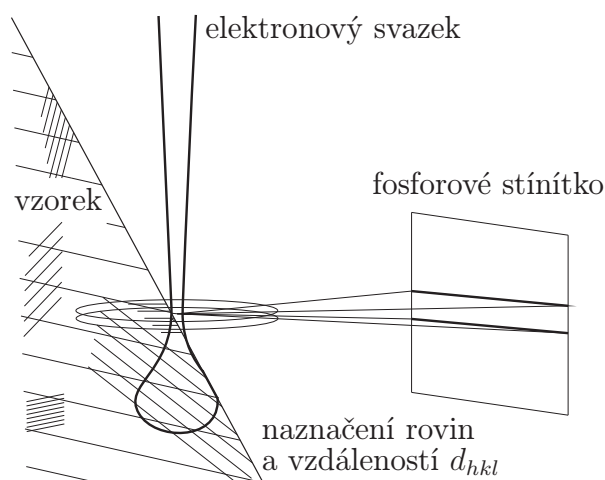
na stínítku světlou linií. Analogicky pro komplementární směr OB bychom dostali $I_{OB} = I_2 - I'_2 + I'_1 < I_2$. Na stínítku se tedy ve směru OB vytvoří linie tmavší než její okolí. Tyto páry linií nazýváme Kikuchiho liniemi. Je možné je vidět na obrázku 2.4. V našem případě jsme uvažovali prozatím plošný řez vzorkem. Jestliže bychom uvažovali krystal ve 3D, Kikuchiho linie by bylo možné spatřit pro všechny směry hlavních krystalových rovin.

2.3 Metoda EDS

EDS je technika používaná pro chemickou analýzu vzorku. Je založena na tom, že při dopadu urychlených elektronů na vzorek dochází v atomech vzorku k emitování γ kvant (takzvaného charakteristického rentgenového záření), která jsou zachycena detektorem EDS a analyzována. Spektrum charakteristického rentgenového záření je pro daný chemický prvek jednoznačné. Je dáno stavbou atomu daného prvku, respektive energetickými hladinami elektronů v jeho obalu.

Abychom stimulovali emisi charakteristického rentgenového záření ze vzorku, použijeme vysokoenergetického svazku nabitých částic, v našem případě elektronů. V klidu atom obsahuje elektrony rozdělené do diskrétních energetických hladin. Dopadající svazek elektronů může způsobit vyražení elektronu z vnitřní slupky atomu a tvorbu neobsazené pozice. Tato neobsazená pozice je pak zaplněna elektronem ze slupky o vyšší energii. Rozdílová energie je pak emitována ve formě γ kvanta.

Počet a energie γ kvant generovaných vzorkem jsou pak měřeny pomocí EDS spektrometru. To nám dovoluje přibližně určit bodové chemické složení na určeném místě povrchu vzorku. Dle [7] se charakteristické rentgenové záření generuje v baňkovité oblasti podobné té z obrázku 2.3, která má v průměru asi $1 \mu\text{m}$.



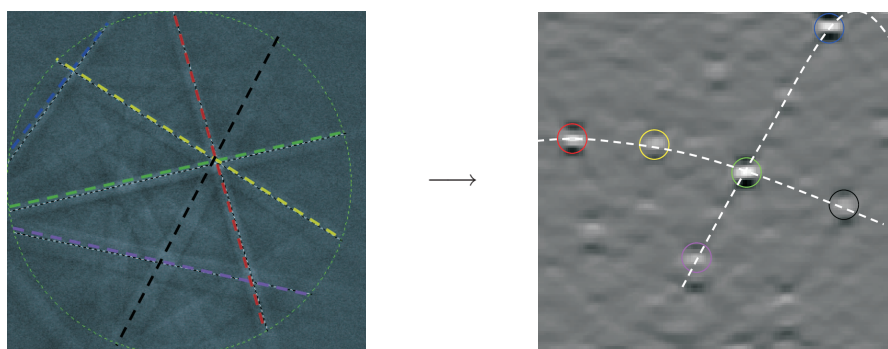
Obrázek 2.3: Náskres techniky EBSD

2.4 Metoda EBSD

EBSD je technika, která umožňuje získat informaci o krystalografické struktuře a orientaci částic různých fází pomocí SEM. Za pomoci této technologie lze vytvořit mapu fází podle jejich krystalografické struktury.

Abychom mohli tuto techniku využít, potřebujeme SEM vybavený zařízením detekujícím difraktované zpětně odražené elektrony. Toto zařízení se skládá z kamery, která je namířena na fosforové stínítko. Na něm se objevují Kikuchiho linie. Difrakce zpětně odražených elektronů samozřejmě splňuje Braggovy zákony. Abychom dosáhli co nejvyšší intenzity, je vzorek v komoře při využití této technologie naklopen, aby se zmenšil úhel dopadu. Tím se totiž více zpětně odražených elektronů dostane ze vzorku [5]. Tato technika je zachycena na obrázku 2.3. Dle [7] se BSE generují v baňkovité oblasti z obrázku 2.3, která má v průměru asi 300 nm a méně.

Stejně jako při rentgenové difrakci můžeme jednotlivé krystalové roviny ve sledované fázi označit Millerovými indexy. Při práci s indexováním se využívá Houghovi transformace, která převádí přímky, v našem případě Kikuchiho linie, na body. Technika EBSD je relativně nová technika, poprvé byla komerčně využita až v devadesátých letech minulého století [8]. Malé stáří této techniky souvisí s výpočetní náročností, kdy pro každý sledovaný bod musí být automaticky vyhodnocena fotografie z fosforového stínítka pomocí Houghovy transformace. Jak tato transformace vypadá v praxi je vidět níže na obrázku 2.4.



Obrázek 2.4: Houghova transformace (vlevo je systém Kikuchiho linií, vpravo je ztransformován pomocí Houghovi transformace)

Kapitola 3

Výsledky měření

3.1 Materiálové složení a příprava vzorků

Dvě slitiny Al-Fe-Mn-Si, které jsem zkoumal, se lišily ve svém složení. Měřil jsem vzorky typu AW-8006 a AW-3003. Údaje o přibližném chemickém složení těchto vzorků lze nalézt ve standardových tabulkách [9] a uvádím je i v tabulce 3.1 níže.

<i>slitina</i>	<i>nominální složení</i>	<i>Si</i>	<i>Fe</i>	<i>Mn</i>	<i>Zn</i>	<i>Al</i>
AW-3003	AW-Al Mn1	0,6	0,7	1,0-1,5	0,1	ost.
AW-8006	AW-Al Fe1,5Mn	0,4	1,2-2,0	0,3-1,0	0,1	ost.

Tabulka 3.1: Chemické složení slitin

Prvním měřeným vzorkem je vzorek ze slitiny AW-3003. Tento vzorek byl po odlití vyválcován a žíhán na vysoké teplotě 450 °C dvě hodiny. Je to teplota, při které dojde podle Cieslara a dalších [1] k maximálnímu nahrubnutí částic. Díky poměrně velkému objemu těchto částic jsou pak při pozorování blízké svému stechiometrickému složení, a dají se tedy dobře zařadit.

Dalším měřeným vzorkem je vzorek ze slitiny AW-8006. Tento vzorek byl připravován podobně jako vzorek ze slitiny AW-3003.

Vzorky byly upevněny ve stejném držáku a před vlastním měřením byly společně vyleštěny pohromadě. Leštění probíhala na metalografické brusce DAP-2 firmy STRUERS na lapovacích papírech. Finální doleštění bylo provedeno pomocí diamantových suspenzí a přípravku MasterPrep od firmy

Buehler. Na obrázcích 3.6 a 3.12 z SE jsou patrné ještě zbytky leštících přípravků, které je nutno pro další zpracování eliminovat.

3.2 Sledované fáze

V obou vzorcích se vyskytuje několik druhů fází. Podle literárních pramenů [10] se ve studovaných materiálech s největší pravděpodobností vyskytují fáze, které jsou uvedeny níže v tabulce 3.2. Dle [11] také dochází ve fázích často k záměně manganu a železa (zapisujeme tento fakt jako Mn_XFe_{1-X}).

č.	chemické složení	soustava	prostorová grupa	číslo	mřížové parametry
1	Al	fcc	Fm3m	225	a = 1,402 nm
2	Al ₁₅ (Mn,Fe) ₃ Si ₂	fcc	Im3	204	a = 1,25 nm
3	Al ₁₅ (Mn,Fe) ₃ Si ₂	hcp	Pm3m	221	a = 1,24 nm, c = 2,62 nm
4	Al ₆ (Mn,Fe)	ortho.	CmCm	63	a = 0,76 nm, b = 0,65 nm, c = 0,89 nm
5	Si	diam. (fcc)	Fd3m	227	a = 0,543 nm

Tabulka 3.2: Fáze ve vzorcích

Procesy, které vedly k vytvoření právě těchto fází, jsou popsány například v [11]. Nadále budeme srovnávat výsledky, které jsme dostali pomocí různých metod sledování obou slitin, a také obě slitiny mezi sebou.

3.3 Vlastní měření

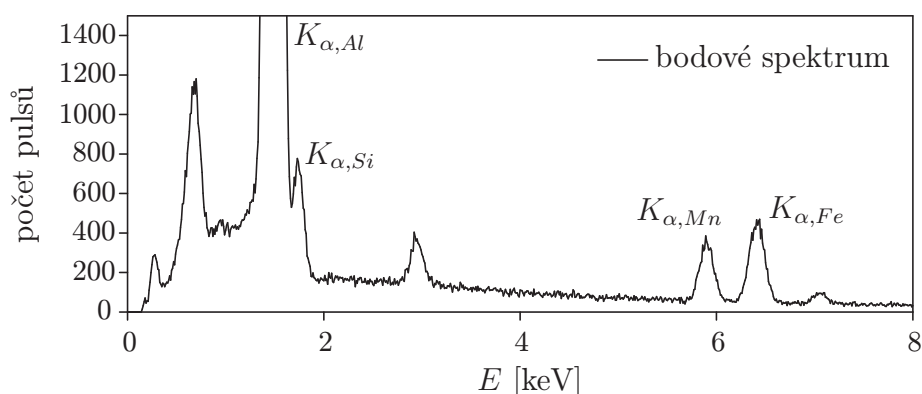
Měření probíhalo na řádkovacím elektronovém mikroskopu FEI Quanta 200F, který můžete vidět na obrázku 2.1. Tento mikroskop je standardně vybaven detektory BSE a SE. Dále je součástí elektronového mikroskopu systém EDS EDAX Trident, jehož součástí je i systém WDS (Wavelength Dispersive X-Ray Spectrometry - vlnově disperzní spektrometrie), který ve své práci nevyužívám. Dalším systémem, kterým tento řádkovací elektronový mikroskop disponuje, je systém EBSD, konkrétně se jedná o systém EDAX-TSL s kame-

rou DigiView II, která snímá fosforové stínítko. Měření probíhala při napětí 15 kV a při průměru dopadajícího elektronového svazku 4 nm.

Postup sledování vzorku byl vždy stejný. Nejprve jsme náhodně vybrali místo na ploše vzorku. Poté byl na tomto místě proveden noční scan EBSD. Dále bylo provedeno důkladné naskenování celého tohoto místa pomocí BSE a SE (rozdělení do čtyř kvadrantů kvůli lepšímu rozlišení). Poté byl proveden bezstandardový důkladný scan EDS, ze kterého jsme obdrželi mapy chemických prvků. Na závěr byla naměřena bodová spektra EDS částic, které byly vybrány na základě měření EBSD.

3.3.1 Materiál AW-3003

Na obrázku 3.2 vidíme mapu získanou prostřednictvím BSE, vedle této mapy je na obrázku 3.3 pro srovnání uvedena mapa částic jiných fází z EBSD. Fáze jsou číslovány dle tabulky 3.2.



Obrázek 3.1: Příklad bodového spektra z EDS – AW-3003, částice 1

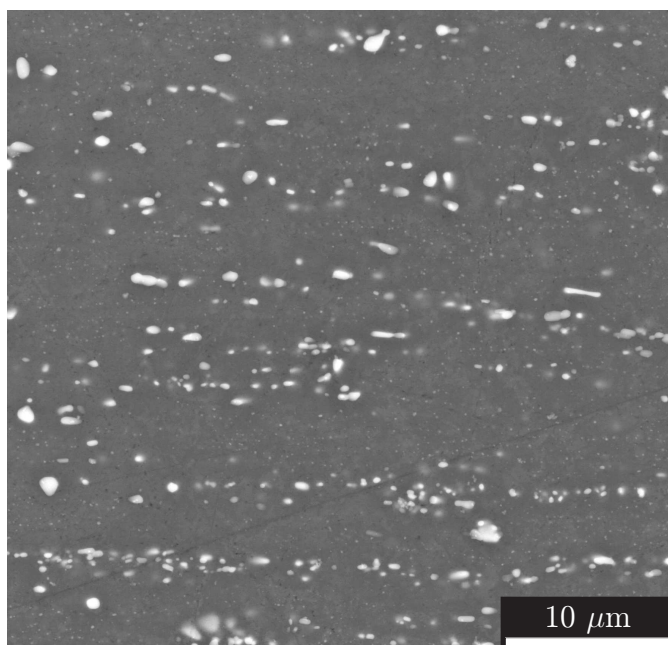
Dále na obrázku 3.4 jsou uvedeny výstupní mapy z bezstandardové EDS, pro srovnání znovu uvádím obrázky z BSE a EBSD. Jedná se v podstatě o mapy chemických prvků. Na obrázku 3.5 vidíme místa vybraná pro bodovou analýzu EDS a v tabulce 3.3 je pak vidět vyhodnocení těchto bodových spekter pro jednotlivé částice. Narozdíl od EBSD musíme počítat stechiometrické složení, abychom zjistili, o kterou fázi jde. Údaje v tabulce byly získány prostřednictvím analýzy K_{α} čáry ve spektru daného chemického prvku. Jeden z

grafů takového bodového spektra (tento graf bodového spektra je pro částici 1 (dle tabulky 3.3 a obrázku 3.5) uvádím na obrázku 3.1. Naměření každého bodového spektra v této kvalitě trvá asi 5 minut.

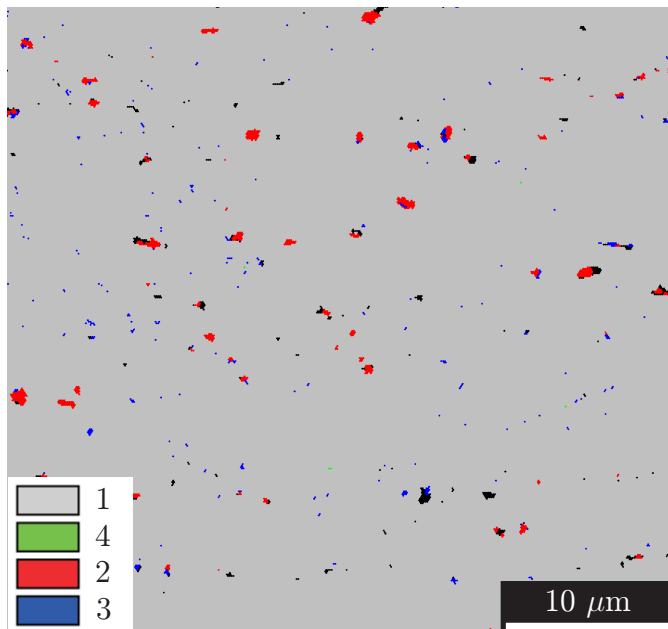
Čistě pomocí map z EDS bez započítání bodových spekter je obtížné určovat jednotlivé fáze. Nicméně odhady lze provést na základě různých hustot teček na mapách. Hustoty teček jsou přímo úměrné koncentraci chemického prvku v tomto místě. V posledním sloupci tabulky 3.3 uvádím, o jakou fázi se jednalo podle EBSD. Jak je vidět z obrázku 3.5, který přísluší právě tabulce 3.3, bodová spektra byla sebrána nejen pro částice jiných fází, ale i pro hliníkovou matici.

Získat pomocí EDS informace o morfologii vzorku (tj. informace o rozdělení na zrna, informace o natočení zrn a částic) je nemožné, oproti tomu pomocí EBSD je možné jednoduše získat mapu zrn, kterou je možné pro vzorek ze slitiny AW-3003 vidět na obrázku 3.7. Tato mapa zrn zobrazuje natočení jednotlivých zrn a pro každou fázi, tedy krystalografickou strukturu, musí být zvláštní legenda. Jelikož se v námi sledovaných materiálech vyskytuje především hliníková matrice, nemá velký význam dívat se na jinou legendu než na tu pro fázi 1 (což je právě fáze hliníkové matrice).

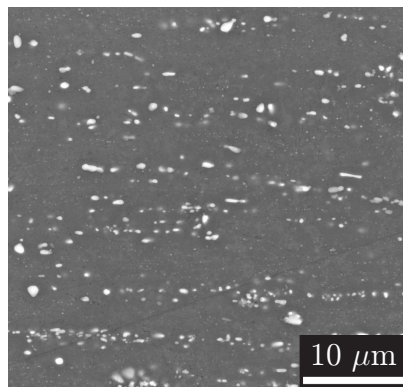
Pro úplnost uvádím také na obrázku 3.6 mapu z SE a její porovnání s mapou z BSE. Na mapě z SE jsou dobře viditelné zbytky leštidla, které lze ovšem díky jejich malým rozměrům a kulovému tvaru využít k přesnému zaostření a nastavení mikroskopu.



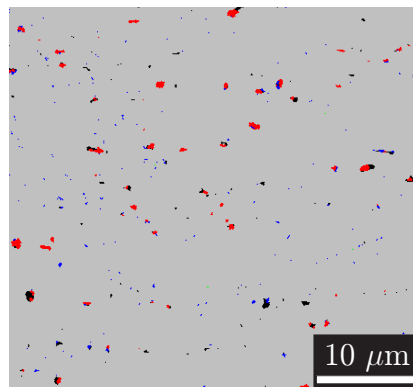
Obrázek 3.2: AW-3003 – BSE



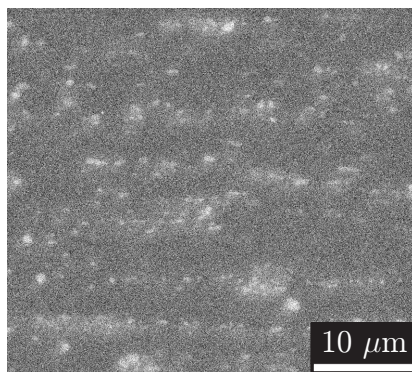
Obrázek 3.3: AW-3003 – fáze (očíslované dle tabulky 3.2), stejná oblast jako u předchozího obrázku 3.2



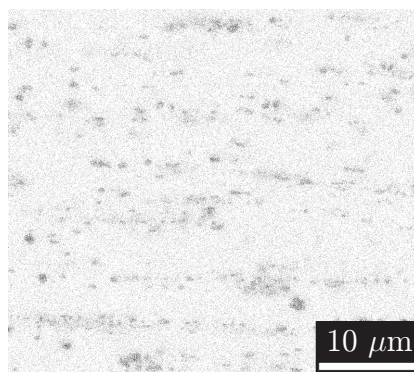
BSE



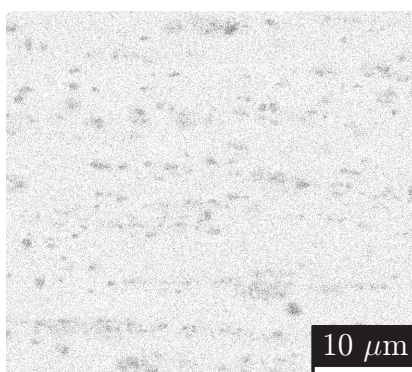
EBSD



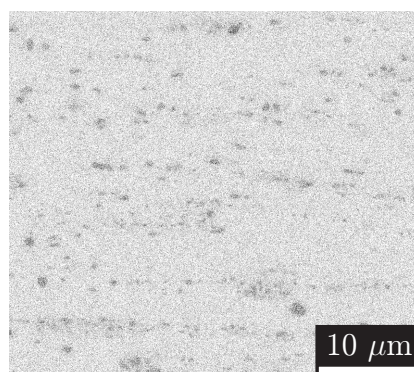
a) Al



b) Fe

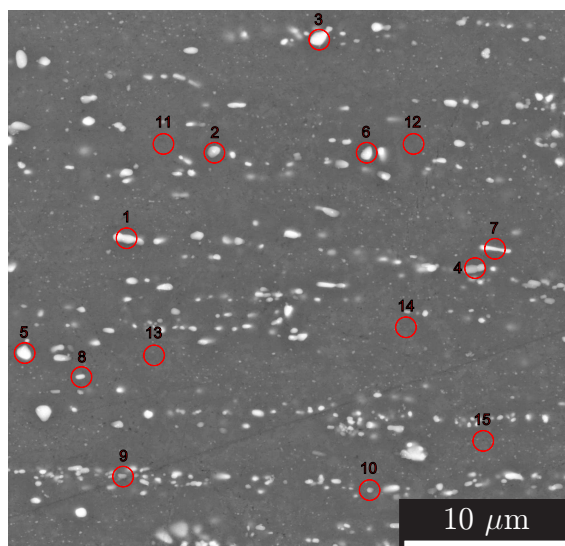


c) Mn



d) Si

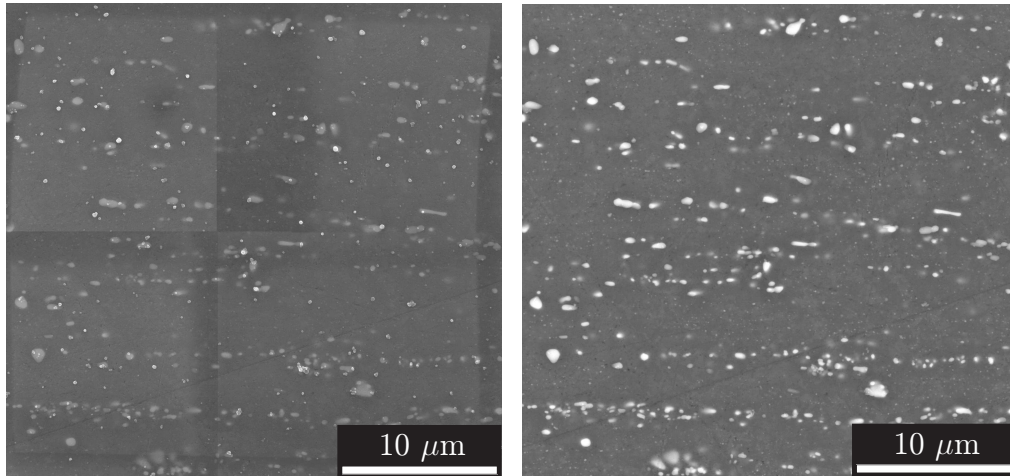
Obrázek 3.4: AW-3003 – rozložení prvků dle EDS, srovnání s EBSD a BSE



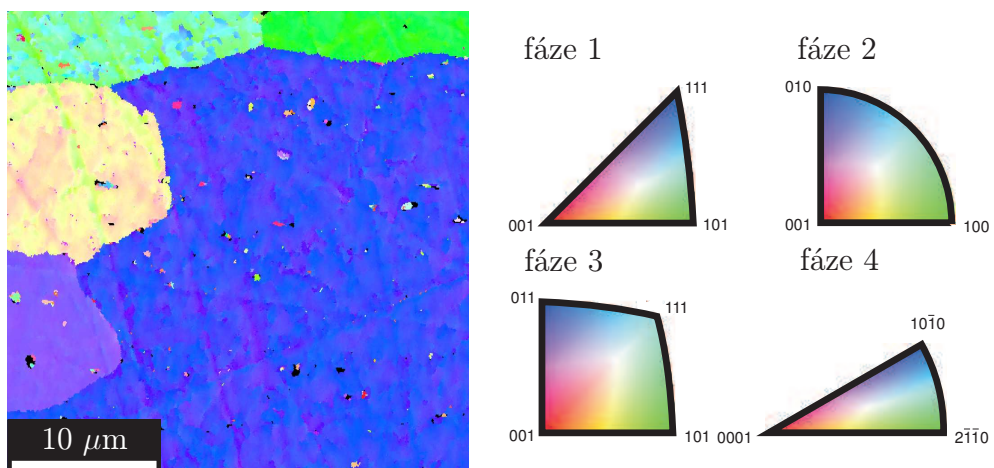
Obrázek 3.5: AW-3003 – částice pro bodovou analýzu EDS, obrázek z BSE

částice číslo	Al		Si		Mn		Fe		dle EBSD
	Wt.	At.	Wt.	At.	Wt.	At.	Wt.	At.	
1	84,72	90,88	2,26	2,32	4,96	2,61	8,07	4,18	2
2	88,22	92,94	2,05	2,07	3,52	1,82	6,21	3,16	2
3	78,23	86,42	3,56	3,78	9,39	5,09	8,82	4,71	2
4	90,78	94,76	1,13	1,13	3,40	1,74	4,69	2,37	2
5	80,96	88,48	2,72	2,86	5,56	2,99	10,76	5,68	2
6	84,03	90,36	2,53	2,61	5,08	2,68	8,37	4,35	3
7	85,80	91,58	2,08	2,13	4,92	2,58	7,19	3,71	3
8	88,14	93,11	1,58	1,60	4,92	2,55	5,37	2,74	3
9	91,69	95,28	1,04	1,04	3,25	1,66	4,02	2,02	3
10	92,53	95,90	0,66	0,66	3,12	1,59	3,69	1,85	3
11	99,01	99,51	0,00	0,00	0,68	0,34	0,31	0,15	1
12	99,10	99,56	0,00	0,00	0,56	0,28	0,34	0,16	1
13	99,10	99,56	0,00	0,00	0,64	0,32	0,25	0,12	1
14	99,22	99,62	0,00	0,00	0,51	0,25	0,27	0,13	1
15	99,12	99,54	0,07	0,06	0,56	0,28	0,25	0,12	1

Tabulka 3.3: Bodová analýza částic pomocí EDS, slitina AW-3003. At. označuje atomová procenta, Wt. označuje hmotnostní procenta. Poslední sloupec udává, o jakou fázi jde dle EBSD - viz tabulka 3.2



Obrázek 3.6: AW-3003 – nalevo mapa SE, napravo pro srovnání mapa BSE

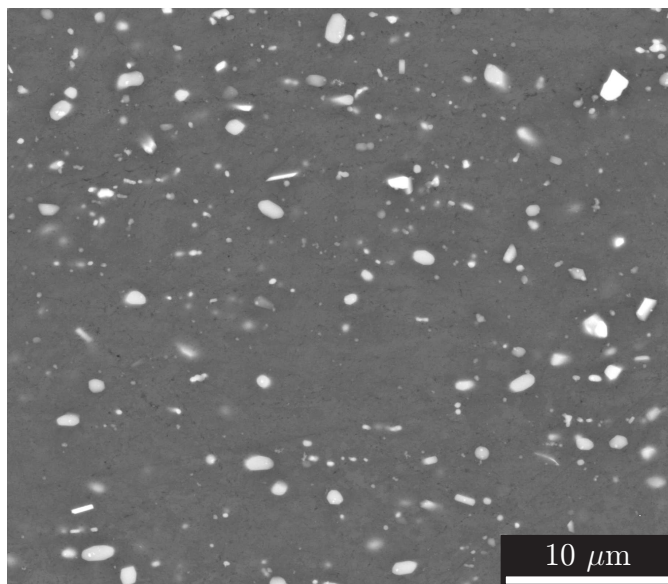


Obrázek 3.7: AW-3003 – natočení zrn, čísla fází odpovídají tabulce 3.2

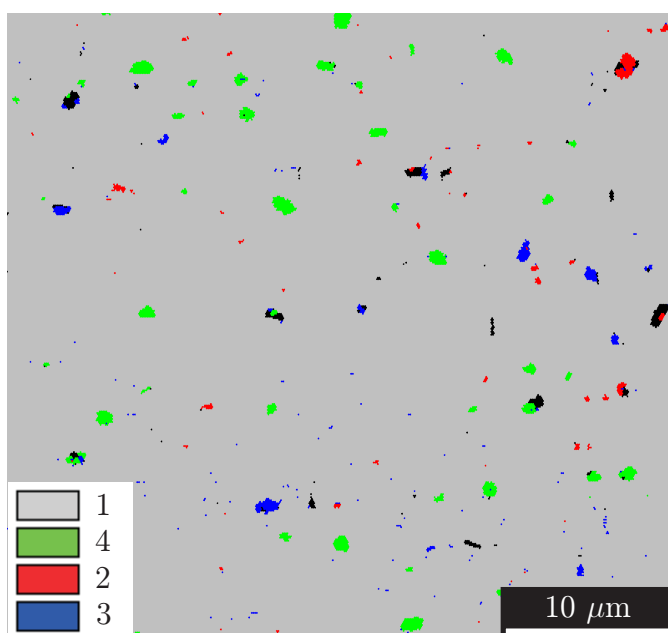
3.3.2 Materiál AW-8006

Na obrázku 3.8 vidíme opět mapu získanou prostřednictvím BSE a vedle této mapy je na obrázku 3.9 pro srovnání uvedena mapa částic jiných fází z EBSD. Vzorek ze slitiny AW-8006 obsahuje menší množství křemíku než AW-3003. I malá změna v množství křemíku však může vést k vytvoření jiných fází.

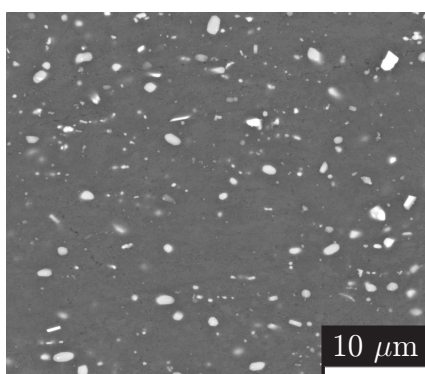
Dále na obrázku 3.10 jsou uvedeny výstupní mapy z bezstandardové EDS, pro srovnání znovu uvádím obrázky z BSE a EBSD. Na obrázku 3.11 vidíme místa vybraná pro bodovou analýzu EDS a v tabulce 3.4 je vidět vyhodnocení těchto bodových spekter pro jednotlivé částice.



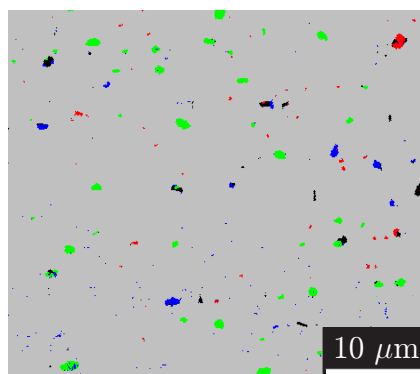
Obrázek 3.8: AW-8006 – BSE



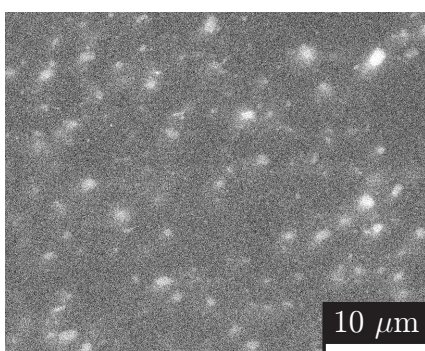
Obrázek 3.9: AW-8006 – fáze (očíslované dle tabulky 3.2), stejná oblast jako u předchozího obrázku 3.8)



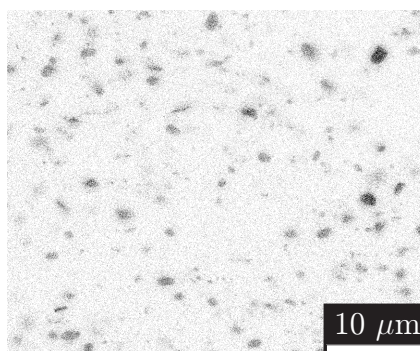
BSE



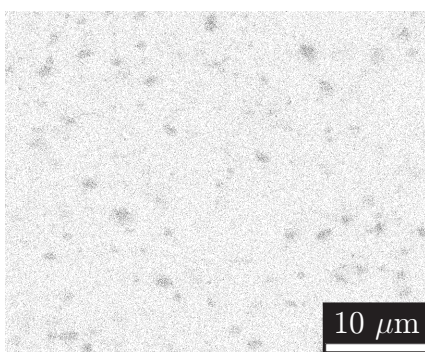
EBSD



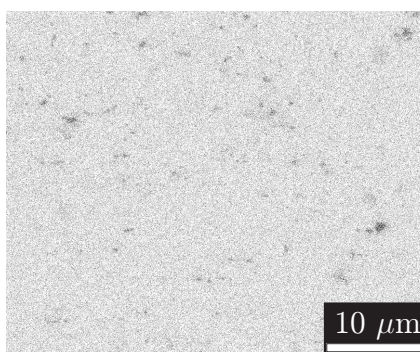
a) Al



b) Fe

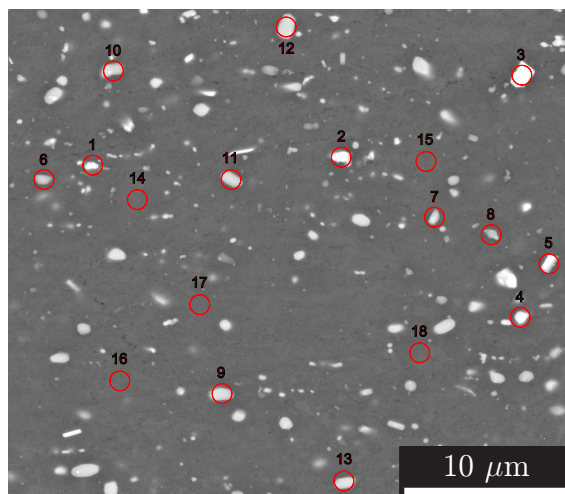


c) Mn



d) Si

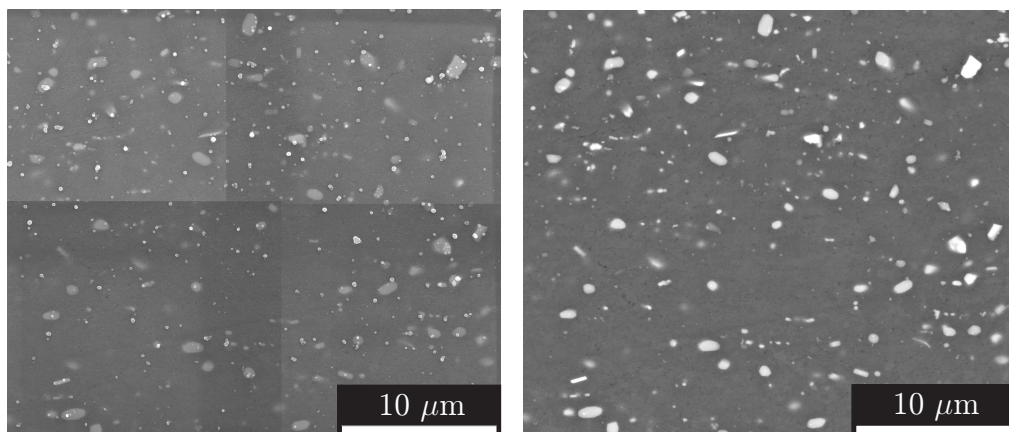
Obrázek 3.10: AW-8006 – rozložení prvků dle EDS, srovnání s EBSD a BSE



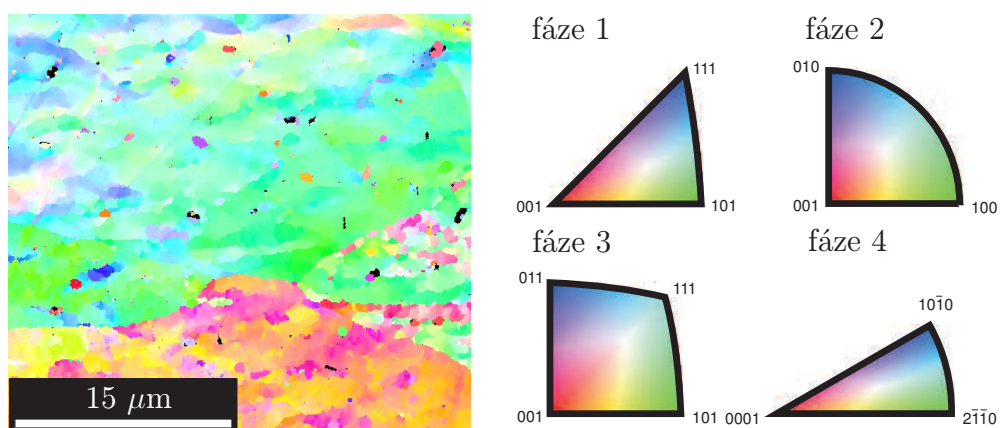
Obrázek 3.11: AW-8006 – částice pro bodovou analýzu EDS, obrázek z BSE

částice číslo	Al		Si		Mn		Fe		dle EBSD
	Wt.	At.	Wt.	At.	Wt.	At.	Wt.	At.	
1	81,92	89,13	2,57	2,68	3,56	1,90	11,96	6,28	2
2	77,13	87,46	0,00	0,00	0,98	0,54	21,89	12,00	2
3	69,97	82,81	0,00	0,00	1,65	0,96	28,38	16,23	2
4	78,06	86,41	3,43	3,65	4,78	2,60	13,73	7,35	2
5	84,90	92,08	0,00	0,00	0,88	0,47	14,22	7,45	2
6	90,77	95,30	0,00	0,00	1,90	0,98	7,32	3,72	3
7	89,62	94,69	0,00	0,00	0,62	0,32	9,76	4,98	3
8	91,81	95,86	0,00	0,00	0,78	0,40	7,41	3,74	3
9	84,67	91,92	0,00	0,00	3,70	1,97	11,63	6,10	3
10	86,86	93,16	0,00	0,00	3,30	1,74	9,84	5,10	4
11	87,50	93,52	0,00	0,00	2,81	1,48	9,69	5,01	4
12	82,73	90,81	0,00	0,00	3,85	2,07	13,42	7,12	4
13	86,16	92,78	0,00	0,00	2,92	1,54	10,92	5,68	4
14	99,61	99,81	0,00	0,00	0,23	0,11	0,17	0,08	1
15	99,52	99,75	0,04	0,04	0,26	0,13	0,19	0,09	1
16	99,39	99,69	0,04	0,03	0,32	0,16	0,25	0,12	1
17	98,06	99,02	0,05	0,05	0,70	0,35	1,19	0,58	1
18	99,30	99,66	0,00	0,00	0,25	0,12	0,45	0,22	1

Tabulka 3.4: Bodová analýza částic pomocí EDS, slitina AW-8006. At. označuje atomová procenta, Wt. označuje hmotnostní procenta. Poslední sloupec udává, o jakou fázi jde dle EBSD - viz tabulka 3.2



Obrázek 3.12: AW-8006 – nalevo mapa SE, napravo pro srovnání mapa BSE



Obrázek 3.13: AW-8006 – natočení zrn, čísla fází odpovídají tabulce 3.2

Kapitola 4

Diskuze

4.1 Srovnání metod EDS a EBSD

Jak je vidět i z obrázků 3.4 a 3.10, tak metoda EDS je v našem případě velmi nepřesná ve smyslu zobrazení jasných informací (rozostření map jednotlivých prvků je samo o sobě velmi značné), nicméně při použití lepších metod pro zpracování naměřených dat bychom dosáhli zřejmě lepšího a názornějšího obrázku. Toto rozostření je způsobeno i tím, že γ kvanta, která přenášejí informace o bodovém spektru v daném bodě, se dle [7] generují z většího objemu než je tomu při použití jiných technik řádkovacího elektronového mikroskopu. Tvar tohoto objemu pro generování γ kvant je podobný baňce na obrázku 2.3.

Naproti tomu metoda EBSD je v tomto smyslu přesnější. Jedinou nevýhodou je její mírně nižší rychlost při stejném rozlišení. V budoucnu by však mohla metoda EBSD být potenciálně mnohem rychlejší, jelikož úzkým hrdlem není rozdíl od EDS doba sebrání dostatečného počtu gamma kvant detektorem (tzv. pulsů), která nelze nijak výrazně zrychlit, ale pouze matematické zpracování obrazce z fosforového stínítka. S použitím výkonnějšího počítače nebo lepšího algoritmu můžeme tedy měření EBSD značně urychlit. V případě, že by počítač byl již dostatečně rychlý, mohli bychom dále analýzu zrychlit použitím lepší kamery snímající fosforové stínítko.

4.2 Srovnání slitin AW-3003 a AW-8006

Přostřednictvím EDS je velmi obtížné zjistit, které fáze z tabulky 3.2 se v daném materiálu nacházejí. Ani bodová analýza nám nedá dostatečně přesnou odpověď. Jednotlivé fáze, přestože mají odlišnou krystalovou strukturu, jsou totiž svým chemickým složením velmi podobné. Srovnání slitin AW-3003 a AW-8006 lze proto lépe provést prostřednictvím EBSD. Na obrázku 4.2 jsou uvedeny výstupy z EBSD pro oba sledované vzorky vedle sebe.

V tabulce 4.1 pak uvádím statistiku plošného zastoupení jednotlivých fází v obou slitinách. Vyhodnocení bylo provedeno v programu Lucie. Procentuální zastoupení slitin v tabulce 4.1 je uváděno jako % z plochy vzorku. Černou barvou jsou zobrazeny neznámé fáze, které nejsou v tabulce 3.2, a také místa, pro která nelze určit jednoznačně, o kterou z fází jde. Toto může nastat například v místě, kde se fáze překrývají. Z obrázku 4.2 je vidět, že i malá změna v množství křemíku může vést k vytvoření jiných fází, přednostně k vytvoření fáze $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$. Toto se projevilo přítomností zelené barvy na obrázku 4.2.

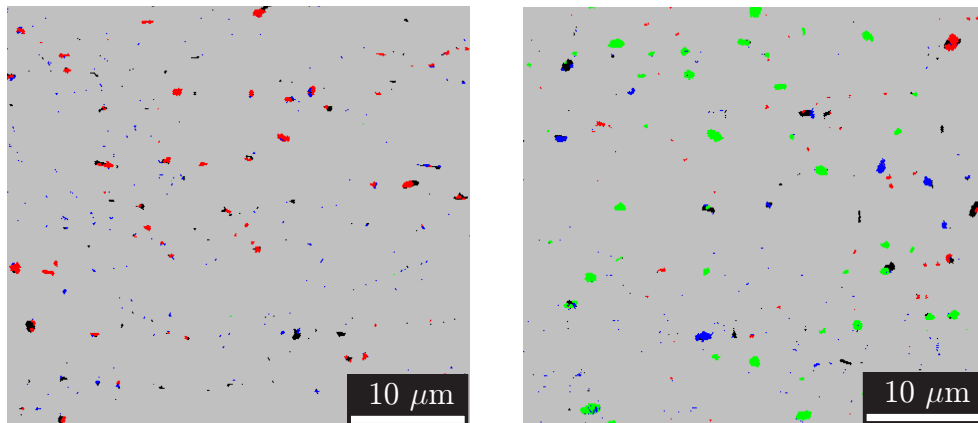
slitina vzorku	Fáze 1	Fáze 2	Fáze 3	Fáze 4	neurčeno
AW-3003	98,67	0,62	0,28	0,003	0,39
AW-8006	97,84	0,28	0,41	1,12	0,35

Tabulka 4.1: Zastoupení jednotlivých fází ve vzorcích AW-3003 a AW-8006 v [%]. Fáze jsou očíslovány podle tabulky 3.2

4.3 Navržená metodika

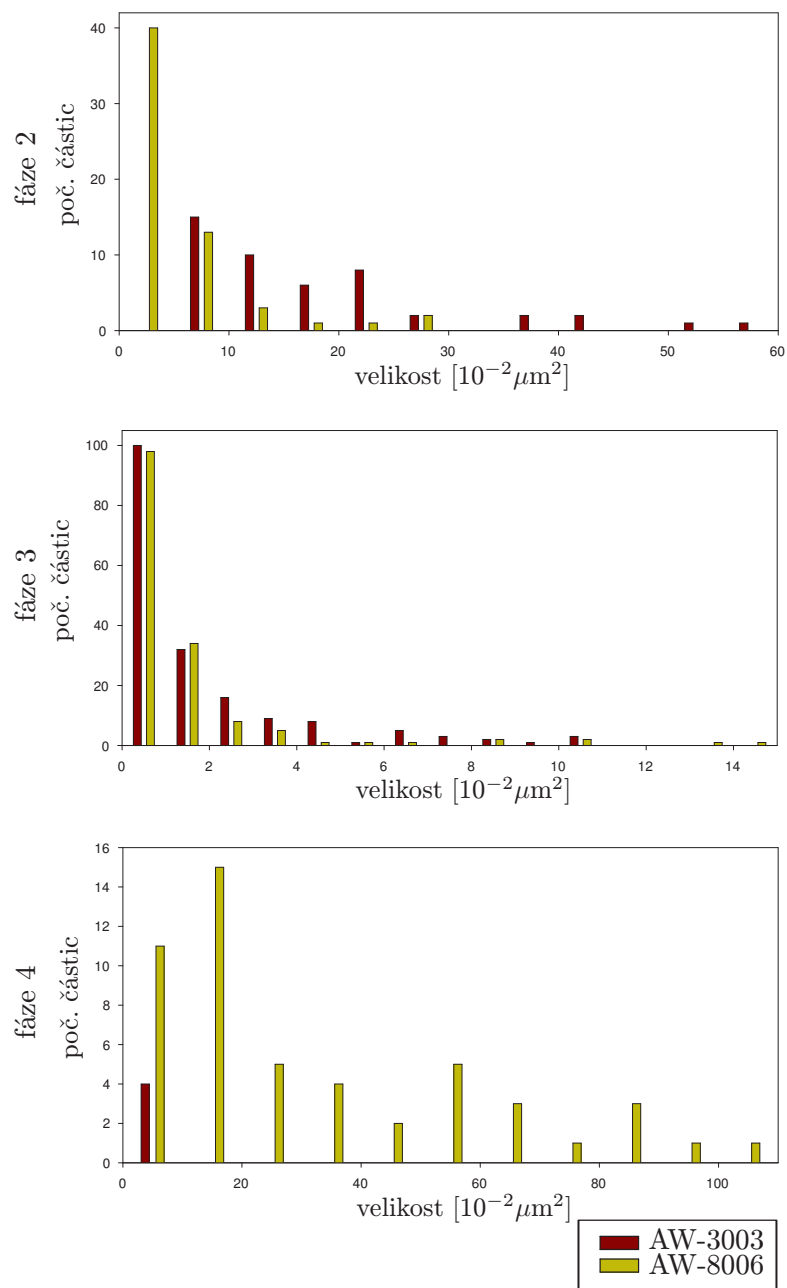
Jak je vidět z přiložených obrázků, přesnější informaci než pomocí EDS lze o vyskytujících se fázích získat pomocí EBSD. Podmínkou pro to je však znalost vyskytujících se fází. Jestliže bychom tedy přesně nevěděli, které fáze se v daném materiálu vyskytují, nemělo by velký smysl dělat mapu částic fází pomocí EBSD (natočení zrn a různé deformace by však bylo možno s přítomností odpovídajícího softwaru i tak zaznamenat).

Možným postupem je tedy nejprve pomocí transmisního elektronového mikroskopu zjistit, které fáze se ve studovaném materiálu vyskytují (tzn. kvalitativní analýza vyskytujících se částic různých fází pomocí EDS, elektronové difrakce a Kikuchiho linií na TEM), a poté teprve provést měření na



Obrázek 4.1: Srovnání částic vyskytujících se ve slitinách, nalevo je mapa EBSD materiálu AW-3003, napravo AW-8006. Jedná se o zmenšené obrázky 3.3 a 3.9.

řádkovacím elektronovém mikroskopu, tedy kvantitativní analýzu výskytu již daných fází pomocí EBSD. V praxi však první část tohoto procesu provádět již nemusíme, jelikož fáze, které se v různých slitinách vyskytují, jsou již zpravidla literárně zdokumentovány.



Obrázek 4.2: Rozdělení velikosti a četnosti částic jiných fází v obou sledovaných materiálech

Kapitola 5

Závěr

Srovnal jsem měření dvěma různými metodami, EDS a EBSD. Mým cílem bylo vytvořit metodiku pro studium fází v hliníkových slitinách, aby se dále mohla v praxi využívat. Tuto práci lze brát jako úvodní studii k tomu, jak se částice jiných fází v Al slitinách vyvíjejí při žíhání a dalších procesech (především ze statistického pohledu). Zatím jsem se však soustředil jen na to, jak lze efektivně identifikovat částice různých fází v těchto slitinách.

Možným řešením je provádět kvalitativní analýzu jednotlivých fází na TEM, případně vyhledat potencionálně se vyskytující fáze v literatuře, a následně provést kvantitativní analýzu na SEM pomocí techniky EBSD. Jak je vidět i v tabulce 4.1, získané statistické údaje z EBSD lze dále velmi dobře zpracovávat.

Literatura

- [1] Slámová, M.; Janeček, M.; Cieslar, M.: *Effect of low temperature stabilisation on the precipitation of a continuously cast Al–Mg–Si alloy*, Materials Science and Engineering A 462, 2007, strana 375–379.
- [2] Cieslar, M.; Slámová M.; Hájek, M.; Veselý, J.: *Effect of Thermomechanical Pretreatment on Mechanical Properties of Modified Al–Mn–Fe–Si Based Alloys*, Materials Science Forum 567-568, 2008, strana 325–328.
- [3] Eckertová, L.; Frank, L.: *Elektronová mikroskopie a difrakce*, Academia, 1996.
- [4] Halliday, David; Resnick, Robert: *Fundamentals of Physics*, John Wiley & Sons, 1960–2007, Chapter 9.
- [5] Däbritz, S.; Langer, E.; Hauffe, W.: *Kossel and pseudo Kossel CCD pattern in comparison with electron backscattering diffraction diagrams*, Applied Surface Science 179, 2001.
- [6] Kittel, Ch.: *Úvod do fyziky pevných látek*, Academia, Praha, 1985, strana 46–50.
- [7] Jeol: *Instruktažní prezentace k elektronovému mikroskopu*, 2002, odstavec 2.
- [8] Schwarzer, R. A.; Huot, A.: *The study of microstructure on a mesoscale by ACOM.*, Crystal Research and Technology 35, 2000, strany 851–862.
- [9] Hatch, J. E. (ed.): *Aluminium, Properties and Physical Metallurgy*, ASM, 1984.
- [10] Villars, P.: *Pearson's handbook : crystallographic data for intermetallic phases*, ASM International, 1997.

- [11] Mondolfo, L. F.: *Aluminium Alloys, Structure and Properties*, Butterworth, 1976.