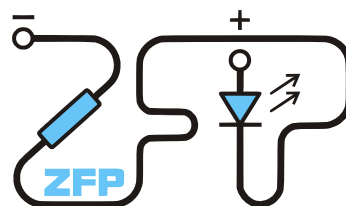


Kabinet výuky obecné fyziky, UK MFF

Fyzikální praktikum IV



Atomovka



Úloha č. A18

Název úlohy: Určení strukturních parametrů krystalických látek
metodami scanovací elektronové mikroskopie (SEM)

Jméno: Josef Iosephus Kučera

Datum měření: 20. 10. 2021

Připomínky opravujícího:

No... bakalarku ale píše už naozaj normalne. Toto Vam u mňa prechádza len preto, že vidím že od cias P-II ste to písanie protokolov o poznanie zlepšil. Mate tam aj nejake nezrovanlosti okrem jazykovej stránky, vid text.

	Možný počet bodů	Udělený počet bodů
Theoretická partita	0–2	2
Výsledky a obrobka měřeníhož	0–9	7
Diskuse výsledkův	0–4	4
Uzávěř	0–1	1
Použitá knižstvo	0–1	1
Celkem	max. 17	15

Posuzoval: **Minarik**

dne:

Pracovní oukol

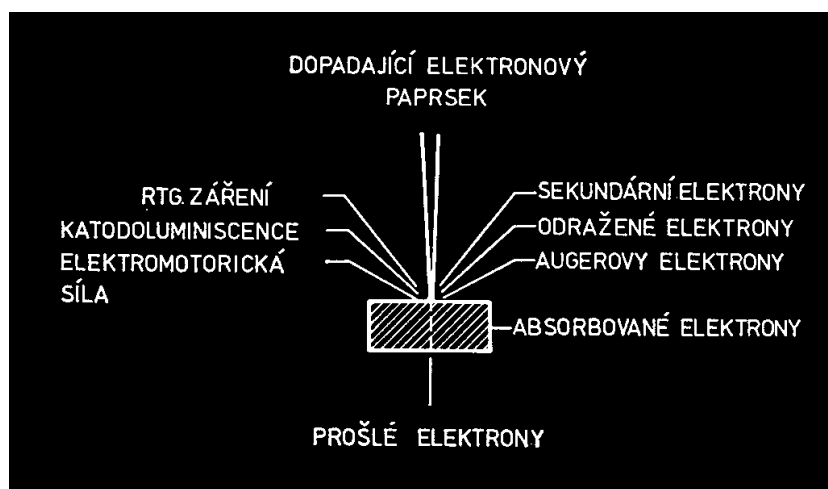
1. Studium lomových ploch pomocí SEM.
2. Měření střední velikosti zrna polykrystalického vzorku. K vyhodnocení snímku ze scanovacího elektronového mikroskopu použijte kruhovou metodu.
3. Určení frakčního objemu dané fáze ve vícefázovém materiálu. Použijte specializované programové vybavení pro obrazovou analýzu.

Theoretická parita

Ouvod

Scanovací (řádkovací) elektronový mikroskop (SEM) jest vynález, anžto postupně vytváří zvětšený obraz vzorku nikoliv optikou světelných paprsků, ale s využitím ostře fokusovaného svazku elektronů.

Elektrony běžící se z mikroskopu interagují se speciemenem a dochází k spektakulárnímu vzniku signálů.



Schaema 1: Elektronové hemžení, upraveno z [1]

To umožňuje nám zkoumati topologické vlastnosti povrchu materiálů pomocí tzv. metody sekundárních elektronů, viz. Schaema 1. Primární elektrony ze zdroje narážejí do atomů na povrchu a vytloukají z jejich obalů původní elektronové obyvatele, kteří nemají na výběr, než emigrovati a býti pak lapeni v detektorech, a proto je nazýváme sekundárními elektrony.

— (1. oukol)

Sekundární elektrony mají velký rozptyl, tedy můžeme vyhotovovati oprášky ve 2 ouhlech. V nízkém (blízko povrchu, oprášek působí dojemem 3D) případně ve vysokém (zkoumáme plochu povrchu), který můžeme složití se signálem ze zpětně odražených elektronů a provést sjednocení zobrazovacích národův.

— (2. oukol)

A pak zde máme 3. možnost měření, a toť jest zaměřiti se přímo na měření zpětně odražených elektronův. Takto se dá studovati chemické složení vzorkův, neboť elektrony tíhnou k zakřivení své dráhy, jak se potloukajíž atomovým prostředím. Čím více protonů obsahuje atomové jádro prvku materiálu, tím spíše dráhu elektronu zakříví a tím spíše se nám tito dobří holubi vrátí zpátky.



Schaema 2: Dobří holubi se vracejí, 1988, přejato z [2]

To se následně projevuje na obrazu z detektoru tak, že některá místa jsou světlejší (těžší prvek, více navrátivších se elektronů) a některá naopak tmavší (lehčí prvek, více zbabělých elektronů).

— (3. oukol)

Troška informatiky & matematiky

Pro exaktní měření zadaných oukolů na opráscích, které nám velice laskavě poskytl uctivý mistr **RNDr. Peter Minárik, Ph.D.**, bylož nám porazeno použití možností počítačových, jmenovitě programu ImageJ.

V oukolu 2 jali jsme se měřiti u slitiny inconel střední velikost zrna (nikoliv obilí, ale kystalu) d kruhovou metodou podle vzorce z [1]

$$d = \frac{3\pi D}{2 n} \quad (1)$$

kde D je průměr kružnic, n je počet profatých zrn

V oukolu 3 jsme určovali frakční objem sekundární fáze v cín-olovnaté pájce změřením podílu jejich plochy na snímku a vyhodnocením monochromatického barevného prahu v programu ImageJ. Cín a olovo se totiž spolu nespájají. Jsou jako olej a voda, nebo jako já a politická korektnost.

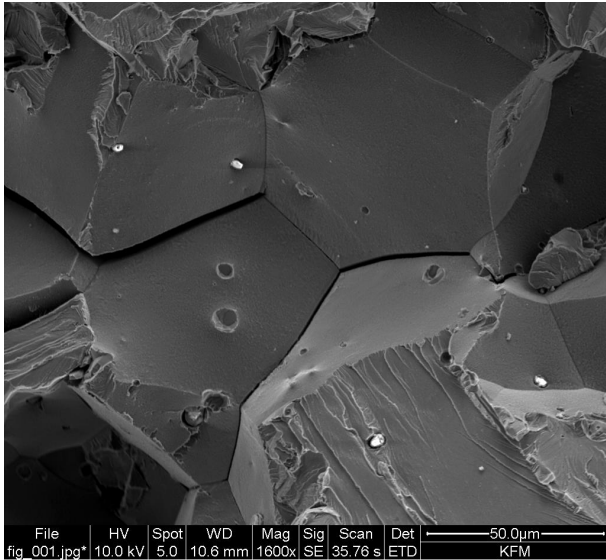
Jejich frakční podíl jsme určili dle vzorce:

$$n = \frac{\text{olovo}\%}{\text{cín}\%} \quad (2)$$

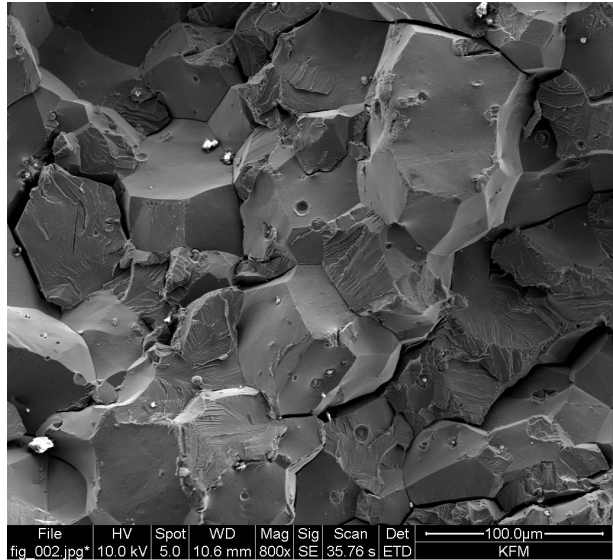
Výsledky a obroba měřeníhož

1) Zkoumání mikroskopických deformací slitiny Fe_3Al v závislosti na její teplotě

A) Nejprve jsme zkoumali pod SEM aparaturem jakou paseku zanechá deformace tahem na slitině, pokud její teplota jest rovna pokojové teplotě. Zjistili jsme, že lom jest rovný, jako kdybychom ho řali kosou. Případný nevěřící Tomáš se může přesvědčiti na opráscích 1 a 2, anžto pořizeny byly v přiblíženích 50 též 100 μm .



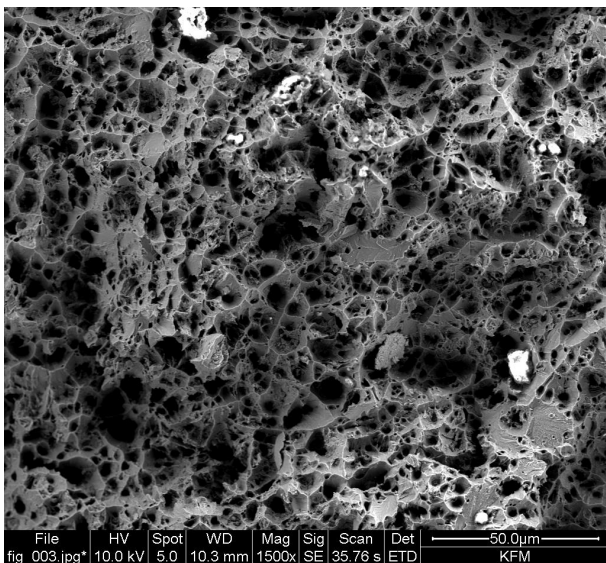
Obr.1: Větší rozlišení



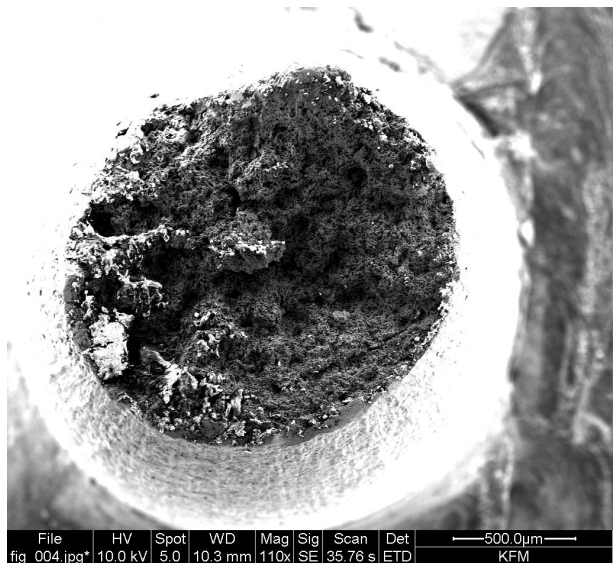
Obr.2: Menší rozlišení

Přiblížení jest tak monstrosní, že viděti můžeme jednotlivá materiálová zrna, resp. jejich různě orientované viditelné plošky. Můžeme si též povšimnouti výše, že některé lomy jsou hladké jako dětská tvář (interkrystalický lom), zatímco jiné schodovitě vlniti se ráčí (transkrystalický lom).

B) Ale tím naše žertování neskončilo a hned ku zkoumání dalších zlomů přikročiliž jsme. Jmenovitě jsme nyní zkoumali, co se stane, když opět budeme působiti brutálním tahem na kýženou slitinu zahřátou na circa 800°C.



Obr.3: Větší rozlišení

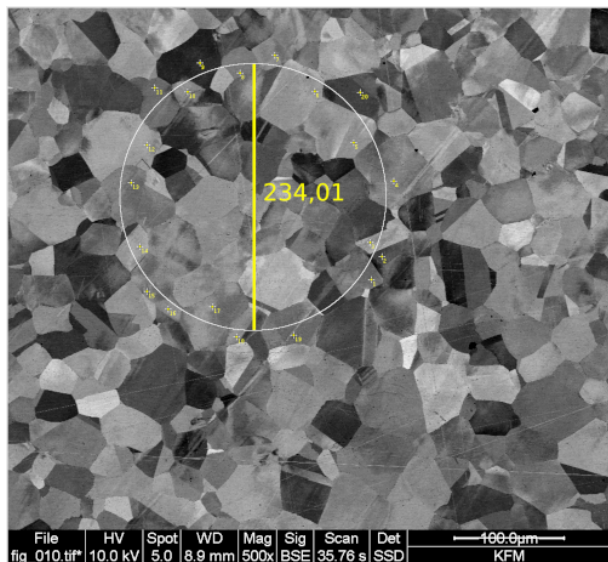


Obr.4: Menší rozlišení

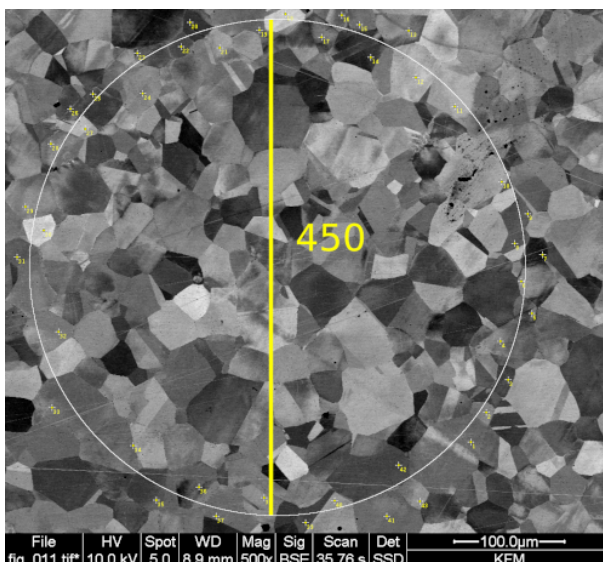
A na opráscích 3 i 4 v provedeních 50 též 500 μm zjistiti můžemež, že zlom jest nyní podoben svou konsistencí houbě na tabuli. Takovýto druh lomu nazýváme tzv. plastickým lomem a často se využívá na plastické chirurgii.

2) Měření střední velikosti krystalického zrna slitiny inconel

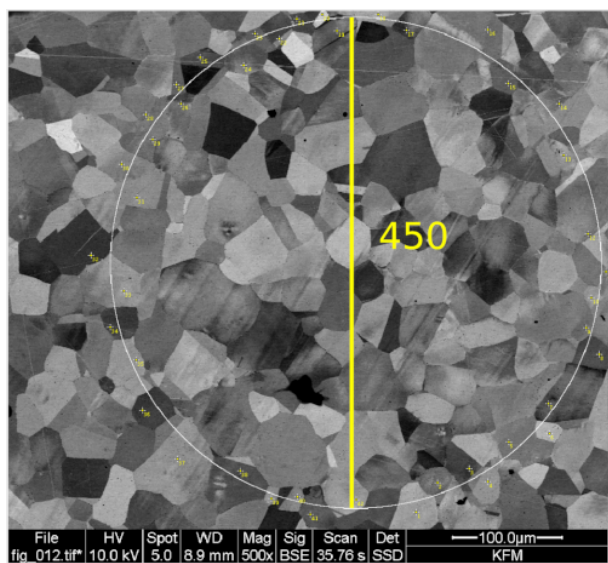
Naše dábelkové plány (změření krystalického zrna) jsme uskutečnili v této části měření hned na 5 nevinných vzorcích. Snímky s označenými průměry $D[\mu m]$ můžeme obhlédnouti na opráscích 5-9:



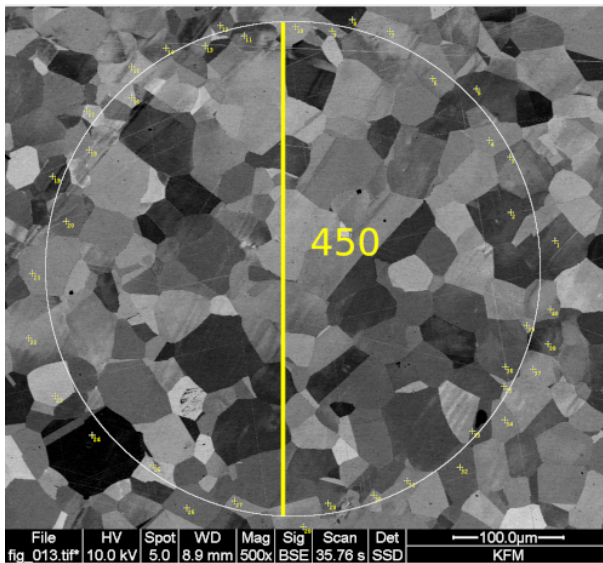
Obr.5: Zrníčka 1



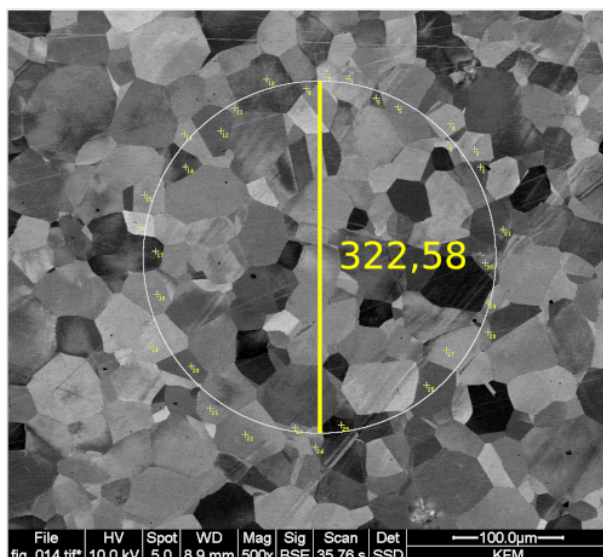
Obr.6: Zrníčka 2



Obr.7: Zrníčka 3



Obr.8: Zrníčka 4



Obr.9: Zrníčka 5

Dle rovnice (1) můžeme vypočítati průměrnou střední velikost zrna pro 5 snímků. Výsledky jsou v Tabulce 1:

D [μm]	±æ [μm]	n	±æ	d [μm]	±æ [μm]
234	2	20	2	24,5	2,5
450	2	43	2	22,8	1,0
450	2	42	2	22,4	1,1
450	2	40	2	23,6	1,2
323	2	31	2	21,8	1,4
				22,8	1,4

Tabulka 1: Výpočet střední velikosti zrna

Kde chybu každého d jsme určili pomocí vzorce pro chybu nepřímého měření:

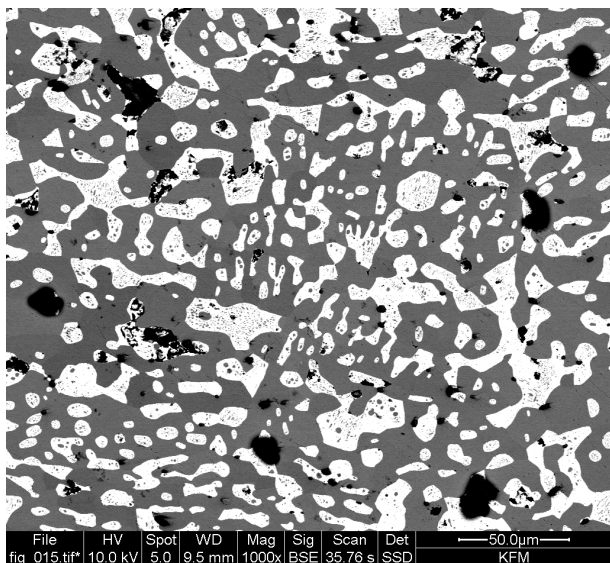
$$\delta_d = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial D}\right)^2 \Delta_D^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial n}\right)^2 \Delta_n^2}$$

A výsledná hodnota i chyba jest pak dána aritmetickými průměry těchto hodnot (žlutý rámeček).

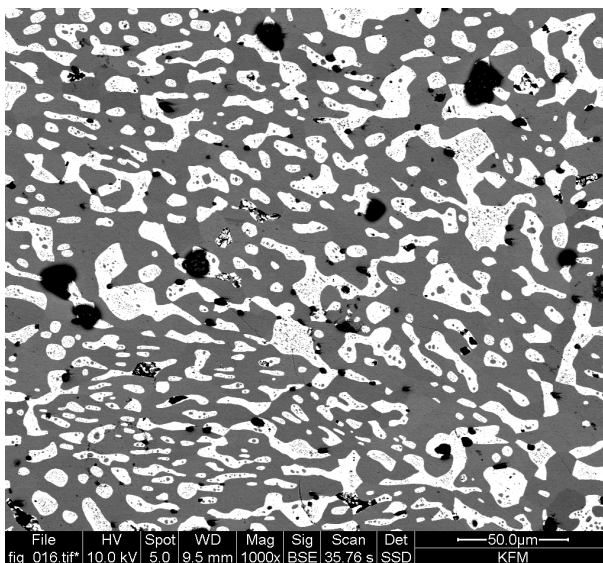
Z měření daného vzorku vyplývá, že jeho střední průměrná velikost zrna činí $(22,8 \pm 1,4) \mu\text{m}$

3) Měření frakčního podílu cínu v cín-olovnaté pájce

Poslední úder jsme nepříteli zasadili, když jsme prozkoumali frakční podíl cínu v ukořistěné cín-olovnaté pájce. Fotky z rabování jsou dostupné ve 2 vyhotoveních (opráska 10, 11):

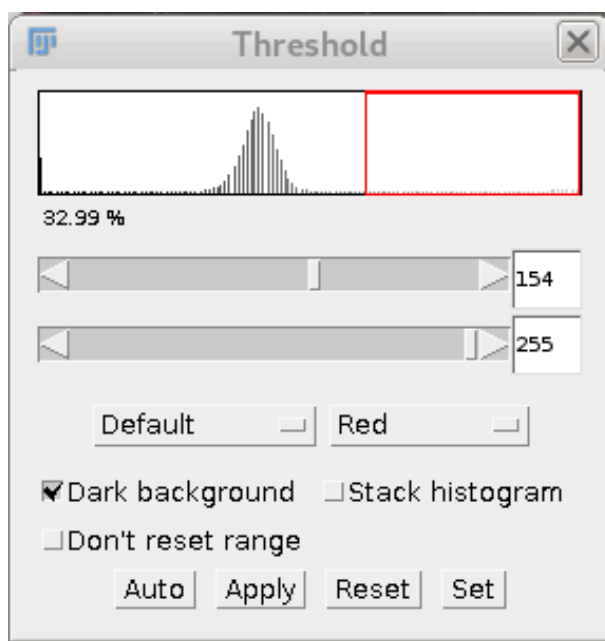


Obr.10: Frakční podíl 1



Obr.11: Frakční podíl 2

V programu ImageJ jsme měřili prahovou hodnotu šedé škály pomocí funkce Práh:



Obr.12: Určení prahu

Hodnoty naměřené jsme pak vynesli do tabulky 2:

SNÍMEK	bordel (%)	$\pm \text{æ} \%$	olovo (%)	$\pm \text{æ} \%$	cín (%)	$\pm \text{æ} \%$
1	4,4	1,0	29,8	1,0	65,8	1,0
2	4,2	1,0	29,8	1,0	66,0	1,0
3	4,9	1,0	27,5	1,0	67,6	1,0
SNÍMEK	olovo (%)	$\pm \text{æ} \%$	cín (%)	$\pm \text{æ} \%$	PODÍL	$\pm \text{CHYBA}$
1	32,0	2,0	68,0	2,0	0,47	0,02
2	31,9	2,0	68,1	2,0	0,47	0,02
3	30,0	2,0	70,1	2,0	0,47	0,02

Tabulka 2: Frakční podíly

Jelikož na obrázku 12 vidíme, že prahová hodnota daných barev opisuje Gaussovu křivku, určení chyby jest spíše okometrické. Protož jsme stanovili nejprve chybu všech 3 frakcí (bordel, cín, olovo) jakož 1% a dále jsme už počítali bez bordelu tak, že jsme jej přičetli po půlích k olovu a cínu a chybu jejich měření jsme zdvojnásobili (lineární závislost).

Diskuse výsledků

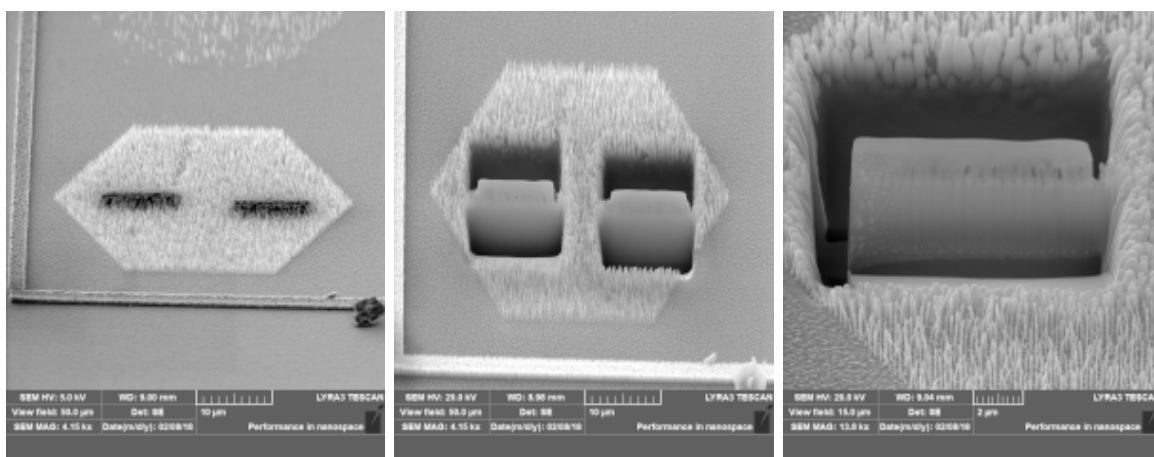
U měření **oukolu 2** jest chyba změření poloměru kruhu D zanedbatelná oproti chybě lidského experimentátorského blba Josefa Kučery, který měřil počet zrn n , ta jest zhruba desetinasobná.

I proto nám mimochodem vyšel tak velký rozptyl hodnot velikostí zrna. Na tomto měření jest i krásně viděti, jak zvolení menšího poloměru D a tedy i menšího n zvyšuje výslednou chybu.

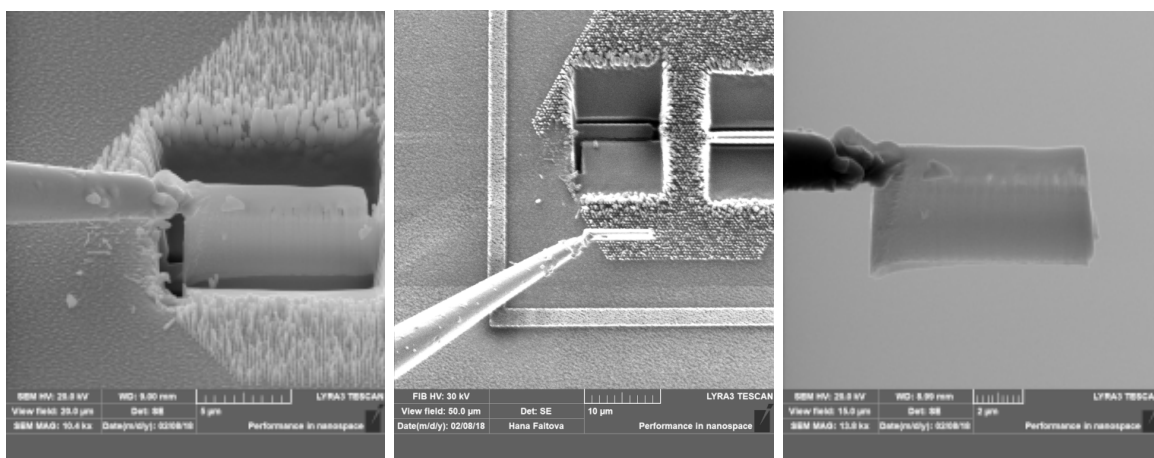
U měření **oukolu 3** napáchal opět nejvíce chyb Josef Kučera, když nějak odhadoval barevný práh. U tohoto úkolu se špatně počítá i chyba, musela být více méně odhadnuta.

Ale tak hlavní jest, že jsme si to užili! Nezáleží na tom vyhrát měření, ale zúčastnit se jej.

Aby tato stránka nebyla tak prázdná, přikládáme obdobné měření se SEM uskutečněné na ÚFE (Ústav fotoniky a elektroniky):



Obr.13: Substrát nanotyčinek ZnO, **Obr.14:** Hloubení schodů, **Obr.15:** Obřezání vzorku



Obr.16: Připájení hrotu pacičky, **Obr.17:** Vyzvednutí vzorku, **Obr.18:** Finální foto vzorku

Uzávěr

Prozkomali jsme pod SEM rozdíl mezi deformací slitiny Fe_3Al za pokojové teploty a při teplotě cca $800^{\circ}C$. V prvním případě jest lom interkrystalický příp. transkrystalický. Při vysokých teplotách jest lom naopak plastický a vypadá jako houba. Pro 5 různých fotografií povrchu

stejného vzorku z Inconelu jsme změřili střední velikost kdystalického zrna. Aritmetickým průměrem jsme pak experimentálně stanovili průměrnou střední velikost krystalického zrna jako:

$$d = (22,8 \pm 1,4)\mu m$$

Pro 3 různé fotografie cín-olovnaté pájky jsme vypočítali frakční podíly olova/cínu:

$$c = (0,43 - 0,47) \pm 0,02$$

Reference

- [1] https://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_418.pdf
- [2] <https://www.kafe.cz/celebrity/dobri-holubi-se-vraceji-film-30001103.html>