

# 4 ZKOUŠENÍ A ANALÝZA MIKROSTRUKTURY

## 4.1 Mikrostruktura stavebních hmot

### 4.1.1 Úvod

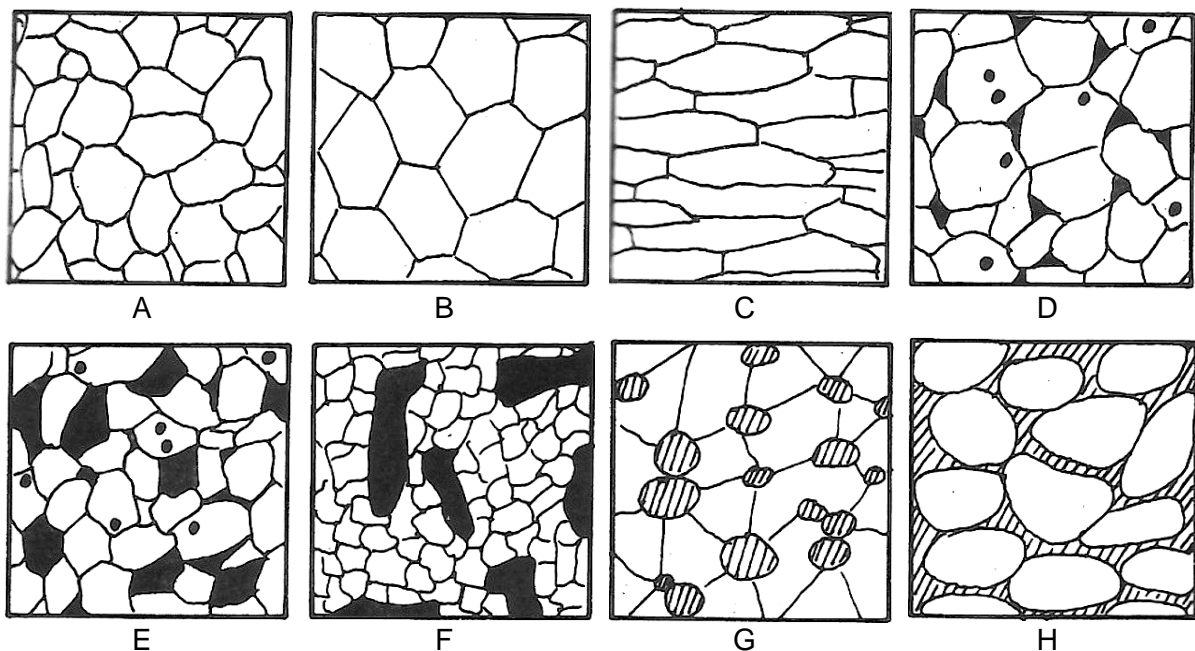
Vlastnosti pevných látek, tak jak se jeví při makroskopickém zkoumání, jsou obrazem vnitřní struktury materiálu. Vnitřní strukturu lze popsat jako prostorové uspořádání stavebních kamenů, ze kterých je látka tvořena a povahy sil, které mezi nimi působí.

Stavební látky jsou převážně heterogenní, obvykle polykrystalické povahy, takže jejich vlastnosti a makroskopicky pozorovatelné projevy a chování souvisí s jejich vnitřním uspořádáním, tedy mikrostrukturou.

Tuto mikrostrukturu je zapotřebí poznat a prozkoumat a poznat tak faktory, které ve svém důsledku ovlivňují jejich chování.

### 4.1.2 Základní definice

Mikrostruktura je skladebné uspořádání heterogenních látek ze zrn stejného nebo různého složení za nebo bez přítomnosti pórů. Toto uspořádání je charakterizováno velikostí, tvarem, množstvím, orientací a vzájemným rozložením zrn a pórů.



Obrázek 4.1: Příklady idealizovaných mikrostruktur:

A – polykrystalická mikrostruktura o různě velkých zrnech;

B – polykrystalická mikrostruktura se stejně velkými zrny;

C – polykrystalická mikrostruktura s orientovanými zrny;

D – mikrostruktura s malými póry;

E – mikrostruktura s póry velikosti zrna;

F – mikrostruktura s póry většími než je velikost zrna;

G – mikrostruktura o dvou fázích, krystalická a skelné (čárkovaná);

H – mikrostruktura o dvou fázích, krystalická a skelné, ale krystalická fáze není přímo provázána.

## 4.2 Metody pro zkoušení a analýzu mikrostruktury

### 4.2.1 Rentgenová difrakční analýza (XRD)

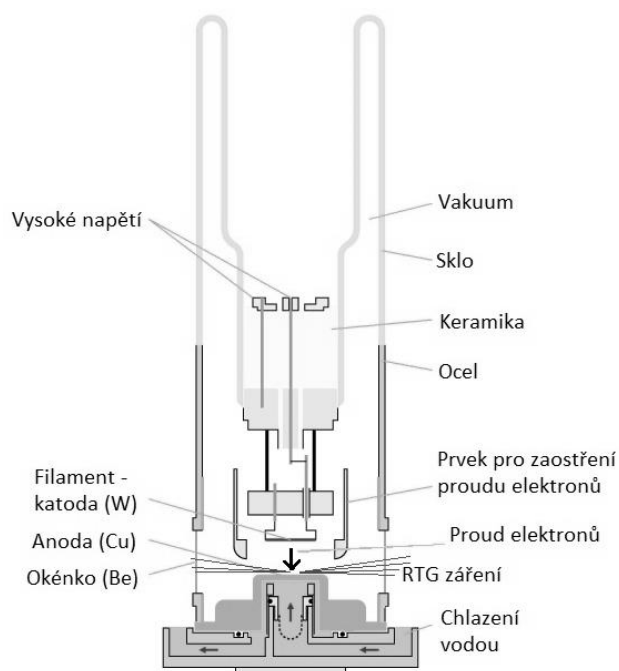
Metoda rentgenové difrakční analýzy se používá ke stanovení mineralogického (fázového) složení látek, a to kvalitativně a v omezené míře i kvantitativně. Vychází z principu krystalografického uspořádání látek a interakce rentgenového záření s částicemi, které tvoří krystalickou mřížku látek.

#### Rentgenové záření

Rentgenové záření (RTG) představuje část elektromagnetického spektra. Vzniká při prudkém zbrzdění rychlého toku elektronů na hmotné překážce. Nejběžnějším zdrojem RTG záření jsou rentgenové lampy. Rentgenová lampa je skleněná trubce se zatavenými elektrodami, mezi kterými je vysoké napětí. Z katody jsou emitovány elektrony, které jsou urychlovány vysokým napětím (30 – 60 kV) a dopadají na anodu z různých kovů (Cu, Co, Ag) a přitom produkují dva typy záření:

- **spojité záření** - vzniká zbrzděním dopadajících elektronů v elektrickém poli jader neboli ionizací atomů
- **charakteristické záření** - vzniká vyražením elektronu z některé z vnitřních energetických hladin elektronového obalu atomu na hladinu vyšší a jeho následným přechodem zpět na uvolněnou hladinu.

Metoda XRD využívá charakteristické záření.



Obrázek 4.2: Schéma RTG lampy.



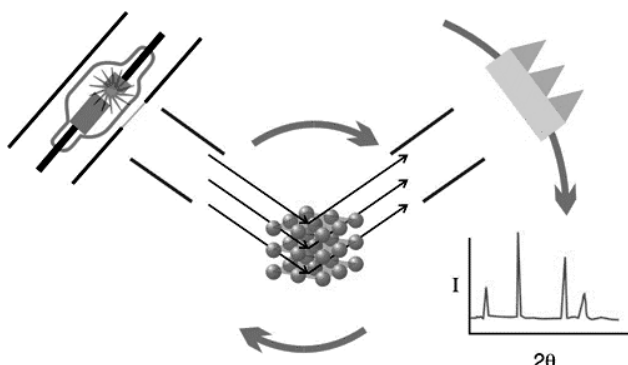
Obrázek 4.3: RTG lampa ([www.panalytical.com](http://www.panalytical.com)).

#### Difrakce RTG záření na krystalech

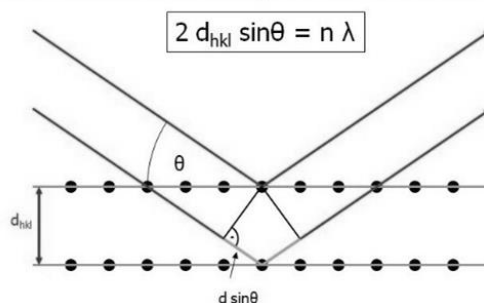
Při dopadu RTG záření na krystalickou látku dochází k rozptylu záření na jednotlivých atomech, které tvoří krystalickou mřížku. Atomy se sami stávají zdrojem RTG záření se stejnou vlnovou délkou. Paprsky, které takto vznikají navzájem interferují a produkují difraktované záření, které má odlišný směr než paprsky dopadající. Difrakci je pak možné chápat jako odraz RTG záření na rovinách krystalové mřížky.

Na trojrozměrné periodické struktuře může k difrakci RTG záření dojít při splnění geometrické podmínky mezi svazkem dopadajícího RTG záření a orientací struktury krystalu. Splnění této podmínky jde vyjádřit například Braggovou rovnicí. Pomocí Braggovy rovnice lze vypočítat

takzvanou mezimřížkovou vzdálenost  $d_{HKL}$ , jde o kolmou vzdálenost dvou rovin v krystalech. Každý minerál lze pak pomocí kombinace těchto rovin poměrně přesně určit. Metoda je vhodná pro studium procesů, které probíhají v materiálech, a to jak procesů spojených s tuhnutím a tvrdnutím tak procesů spojených s degradací materiálu.



Obrázek 4.4: Princip RTG difrakce (www.chempoint.cz).



Obrázek 4.5: Braggův zákon.

#### 4.2.2 Rentgenová výpočetní tomografie (CT)

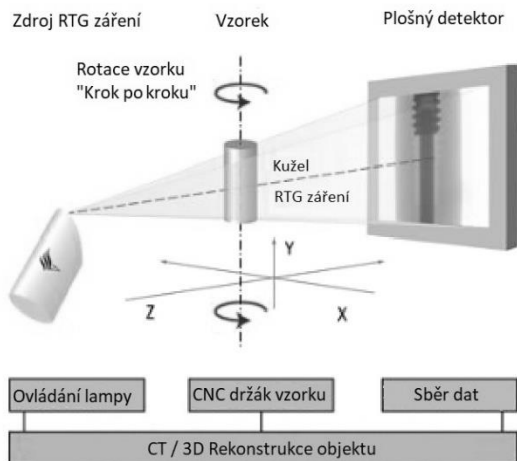
Vysoké nároky na současné metody nedestruktivního testování (NDT – non-destructive testing) zahrnují mnohdy požadavky na provedení analýzy vnitřní struktury materiálů a ověření vlastností daného materiálu (pórovitost, obsah materiálu ve vzorku, defekty atd.). Rentgenová výpočetní tomografie (Computed Tomography, CT, někdy také nesprávně počítačová tomografie) je progresivní metodou, která se dnes využívá právě k těmto účelům.

Výpočetní tomografie je zobrazovací metoda, která umožňuje za použití rentgenového záření zobrazit objekt v sérii řezů. Výsledný obraz vzniká matematickou rekonstrukcí z řady (až několik stovek) rentgenových projekcí, které jsou postupně získány z různých úhlů. Zásadní pro odlišení jednotlivých fází je různá hustota fází.

První oblastí, kde se výpočetní tomografie (CT – computed tomography) v první polovině 70. let minulého století uplatnila, bylo lékařství. Zde se osvědčila jako jedinečný diagnostický nástroj, a teprve o dvacet let později došlo s rozvojem technologií k rozšíření této metody i do oblasti průmyslu. Zde od té doby slouží zejména k inspekci průmyslových obrobků, k analýze dutin, vad materiálů. Základním rozdílem mezi lékařskými a průmyslovými tomografií je koncepce skenování. V lékařských CT je pacient (vzorek) pevně fixován a skeny z různých úhlů jsou pořizovány tak, že se X-ray trubice otáčí kolem pacienta, tento postup je jistě pro pacienta komfortní ovšem za cenu mírného snížení přesnosti. V průmyslových CT jsou trubice i detektor pevně fixovány a otáčí se vzorek.

#### Princip průmyslové CT

Trojrozměrný obraz vzniká numerickou rekonstrukcí (výpočtem) z rentgenových snímků, nasnímaných během otáčení objektu kolem jedné osy. Metoda CT využívá rovněž charakteristické RTG záření.

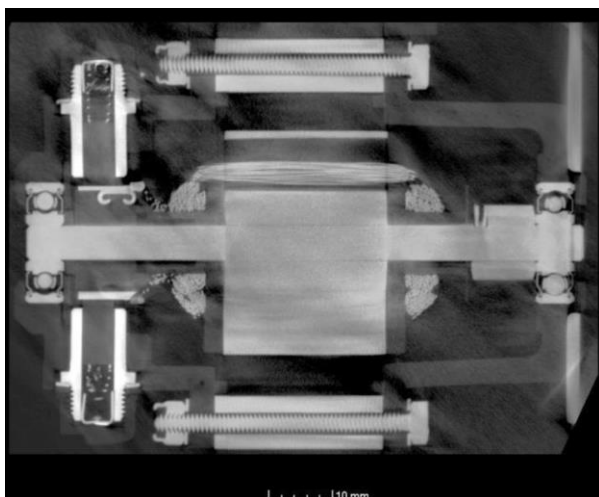


Obrázek 4.6: Princip CT.

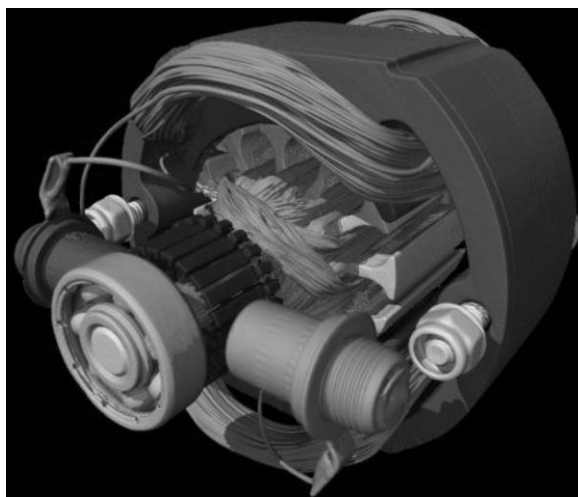


Obrázek 4.7: Rentgenová trubice a umístění vzorku v zařízení V TOMEX 300.

Obraz může být interpretován jako série řezů nebo trojrozměrný objekt. Stavební jednotkou obrazu je voxel, 3D ekvivalent 2D pixelu. Detekcí kontrastních hran následně získáme vektorová data pro vytvoření 3D modelu, kontrolu rozměrů a vzájemných poloh jednotlivých částí vzorku. Jednotlivé objemy můžeme zobrazovat samostatně, obarvovat je apod.



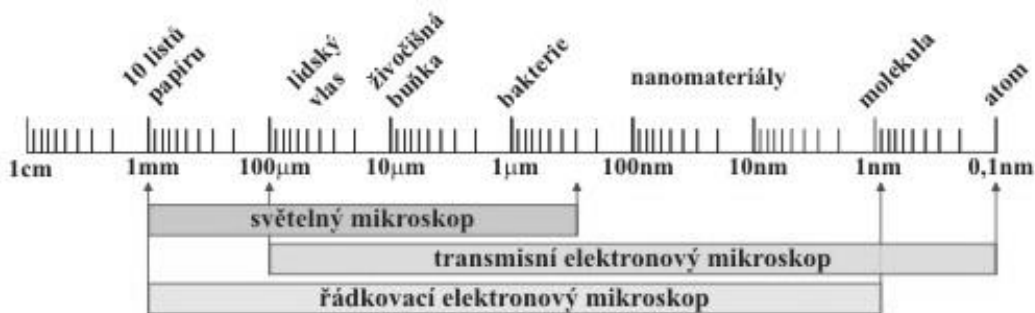
Obrázek 4.8: Příklad řezu alternátorem (CEITEC).



Obrázek 4.9: Příklad 3D rekonstrukce (CEITEC).

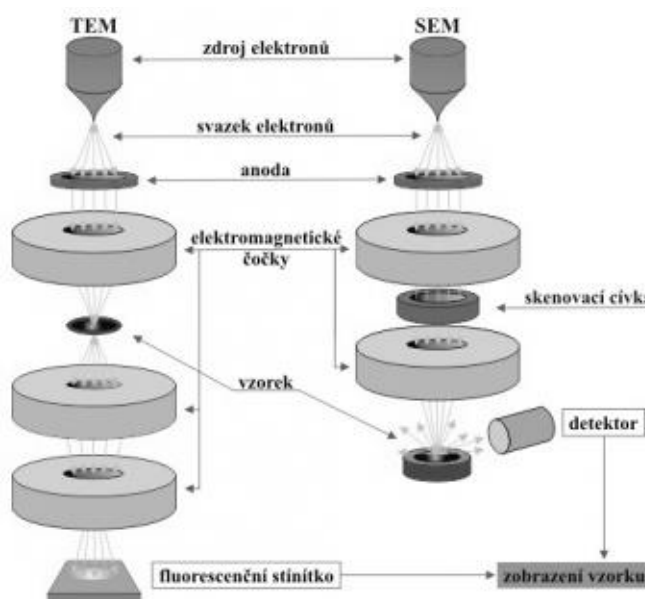
#### 4.2.3 Elektronová mikroskopie (SEM)

Pro pochopení práce elektronového mikroskopu se nabízí srovnání s klasickým světelným mikroskopem. Elektronové mikroskopy jsou také optické přístroje, které však místo světelného svazku používají elektrickým polem urychlené elektrony a místo skleněných čoček jsou použity čočky elektromagnetické. Aby nebyla dráha letících elektronů ovlivněna interakcí s atmosférou, je uvnitř elektronového mikroskopu udržováno vakuum. Oproti světelnému má elektronový mikroskop celou řadu výhod, přičemž tou základní je jeho mnohem větší mezní rozlišovací schopnost, která je úměrná vlnové délce použitého záření. Elektronové záření s podstatně kratší vlnovou délkou (0,01-0,001nm), než má viditelné světlo (400-700nm), umožňuje dosáhnout mnohem většího rozlišení.

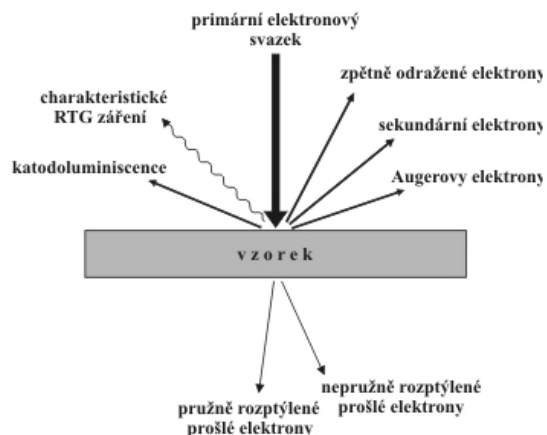


Obrázek 4.10: Porovnání možností světelného a dvou základních typů elektronového mikroskopu.

Elektronové mikroskopy dělíme na dva základní typy. Rastrovací, nebo též řádkovací elektronový mikroskop (scanning electron microscope, SEM) a transmisní elektronový mikroskop (transmission electron microscope, TEM). TEM mají výhodu ve větší rozlišovací schopnosti, a využívají se převážně pro studium vnitřní struktury vzorku a zobrazení jednotlivých atomů. Nevýhodou je složitější příprava vzorku, který musí být dostatečně tenký (několik desítek až stovek nanometrů) na to, aby jím svazek elektronů prošel skrz. Výhodou SEM je jeho větší variabilita. Umožňuje pozorovat složité povrchy a analyzovat jejich složení. Při dopadu elektronů na povrch vzorku dochází k vzájemné interakci a vzniká množství různých signálů, charakteristických pro každý materiál. K jejich zachycení může být mikroskop vybaven širokým spektrem specializovaných detektorů. Obraz je skládán postupně, bod po bodu, řádek po řádku. Každému bodu je při tom přiřazena hodnota ve stupních šedi, odpovídající intenzitě získaného signálu. Výsledkem je tedy černobílý obraz.



Obrázek 4.11: Princip TEM a SEM.

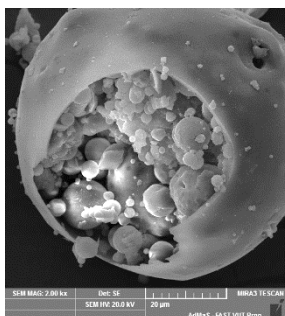


Obrázek 4.12: Schéma interakcí uvnitř SEM.

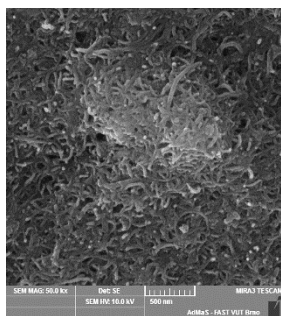
Detektory běžně používané v rastrovacích elektronových mikroskopech

- SE detektor – detektor sekundárních elektronů.
- BSE detektor – detektor zpětně odražených elektronů.
- TE detektor – detektor prošlých elektronů.
- EDS / WDS – detekce charakteristického RTG záření, používá se pro analýzu chemického složení vzorků. Metoda dokáže zjistit jaké prvky a v jakém množství se nacházejí ve vzorku.
- EBSD – difrakce zpětně odražených elektronů, používá se pro krystalografickou analýzu vzorků. Metoda dokáže přesně zjistit orientaci krystalové mřížky ve studovaném vzorku.

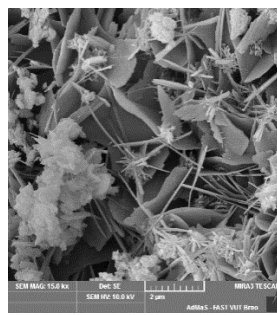
K zobrazení povrchu preparátu se v SEM využívají nejčastěji sekundární elektrony. Vzhledem k nízké energii sekundárních elektronů se z vyvýšenin na povrchu preparátu dostane do detektoru více elektronů a výsledkem je vyšší intenzita signálu z detektoru a tedy světlé místo na obrazovce, z prohlubenin je tomu naopak, tím je získán topografický kontrast, který umožňuje zobrazit v mnohonásobném zvětšení povrch vzorku. Produkce zpětně odražených elektronů, závisí na středním atomovém čísle vzorku. Jako světlé oblasti se budou na obrazovce jevit místa s vyšším středním atomovým číslem, tedy tvořená těžšími prvky, naopak, oblasti tvořené lehkými prvky se budou jevit jako tmavá.



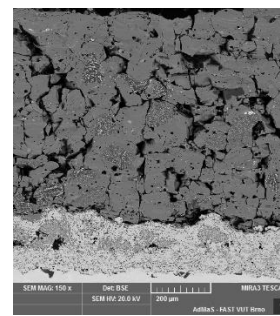
*Elektrárenský  
Popílek*



*C - Nanotrubičky*



*Krystaly tobermoritu*



*Keramický povlak na  
Al substrátu*

*Obrázek 4.13: Příklady materiálů pozorovaných pomocí SEM.*

Protokol <b>ZKOUŠENÍ A ANALÝZA          MIKROSTRUKTURY</b>	<b>A1</b>
Vyučující:	

### VÝPOČETNÍ TOMOGRAFIE (CT)

Jaký typ přístroje jsme používali ve cvičení? .....

Jaké nejvyšší urychlovací napětí na našem CT lze použít? .....

Určete vnitřní složení / obsah demonstračního vzorku pomocí CT:

Popis vzorku: .....

Uvnitř demonstračního vzorku se nachází: Můj odhad: .....

Skutečnost: .....

### PRÁŠKOVÁ DIFRAKČNÍ ANALÝZA (XRD)

Jaký typ přístroje jsme používali ve cvičení? .....

Cílem experimentu je určit mineralogické složení neznámého vzorku.

Nastavení přístroje pro experiment (kV/mA)? .....

Makroskopický popis vzorku: .....

Výsledek mineralogické analýzy: .....

### ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE (SEM)

Jaký typ přístroje jsme používali ve cvičení? .....

Jaké teoretické zvětšení lze na použitém SEM dosáhnout? .....

Cílem experimentu je demonstrovat možnosti SEM.

Makroskopický popis vzorků: .....

.....

.....

Lze na použitém SEM provést prvkovou analýzu? .....