

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

APLIKACE METODY DIFRAKCE ZPĚTNĚ ODRAŽENÝCH ELEKTRONŮ V MATERIÁLOVÉM INŽENÝRSTVÍ

APPLICATION OF ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION IN MATERIALS ENGINEERING

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. ONDŘEJ MAN

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. JIŘÍ ŠVEJCAR, CSc.

BRNO 2010

Abstrakt

Práce se zabývá principy a obecnými aplikacemi metody difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD). Jsou popsány praktické zkušenosti v aplikacích metody při studiu jednak vysoce deformované struktury mědi a její stability při tepelné expozici a dále při určování fázového složení oceli TRIP při různých úrovních vnesené deformace. Jsou diskutována omezení metody EBSD a je rozebírána její rozlišovací schopnost v porovnání s vybranými komplementárními analytickými metodami.

Abstract

The thesis deals with principles and common applications of the electron backscatter diffraction (EBSD) method. Some practical experience in application of the method to a study of highly deformed structure of copper and its thermal stability is described on one hand, and, on the other hand, to a study of phase composition of TRIP steel on various levels of imposed strain. The limitations of EBSD method are discussed along with its resolution in comparison with other complimentary techniques.

Klíčová slova

difrakce zpětně odražených elektronů; EBSD; ultrajemnozrné kovy; měď komerční čistoty; ECAP; teplotní stabilita struktury; ocel TRIP; fázové složení; plastická deformace

Keywords

electron backscatter diffraction; EBSD; ultra fine-grained metals; commercial purity copper; ECAP; temperature stability of microstructure; TRIP steel; phase composition; plastic deformation

Bibliografická citace dle ČSN ISO 690

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 Švejcar, CSc.

Prohlašuji, že jsem předkládanou práci vytvořil samostatně a na základě odkazovaných informačních zdrojů.

V Brně dne 30.4.2010

Ondřej Man

Na tomto místě bych rád vyjádřil poděkování všem mým blízkým, kolegům a spolupracovníkům, kteří svým dílem přispěli ke konečné podobě této práce. Za všechny chci jmenovat zejména mého školitele prof. Ing. Jiřího Švejcara, CsC. , kolegy Libora Pantělejeva, Pavlu Roupcovou a Zinu Pavlouškovou, což neznamena, že vděčnost nezasluhují i mnozí další.

Stejnou měrou náleží dík spolupracovníkům Petru Homolovi, Vadimu Davydovovi, Přemyslu Beranovi, Ludvíku Kunzovi, Šárce Mikmekové, Luďku Stratilovi a Lubomíru Fiedlerovi. Všem, které jsem opomněl vyjmenovat, se omlouvám, jejich zásluhy ovšem nezapomínám.

Zvláštní poděkování náleží mé přítelkyni Lence za jedinečné zázemí, které mi při psaní této práce vytvořila.

1 Obsah

| | | |
|-------------|--|-----------|
| 1 | OBSAH | 1 |
| 2 | ÚVOD | 3 |
| 3 | POPIS METODY EBSD | 5 |
| 3.1 | INTERAKCE PRIMÁRNÍHO ELEKTRONU S HMOTOU A UŽITEČNÉ SIGNÁLY | 5 |
| 3.2 | INTERAKCE VEDOUcí KE ZPĚTNÉMU ROZPTYLU ELEKTRONŮ | 6 |
| 3.3 | OBECNÉ VLASTNOSTI ZPĚTNĚ ROZPTYLENÝCH ELEKTRONŮ SE VZTAHEM K EBSD | 7 |
| 3.4 | FYZIKÁLNÍ MODELY EBSD | 8 |
| 3.4.1 | DVOJINTERAKČNÍ MODEL | 9 |
| 3.4.2 | KANÁLOVACÍ MODEL | 10 |
| 3.4.3 | SOUČASNÝ STAV A TRENDY V POZNÁNÍ MECHANISMU EBSD | 12 |
| 3.5 | INFORMAČNÍ OBSAH DIFRAKČNÍCH STOP | 13 |
| 3.6 | DETEKCE STOP EBSD | 14 |
| 3.6.1 | KONSTRUKCE DETEKTORU EBSD | 14 |
| 3.6.2 | GEOMETRICKÁ KONFIGURACE VZORKU A DETEKTORU | 17 |
| 3.6.3 | AUTOMATICKÉ ZPRACOVÁNÍ DIFRAKČNÍCH OBRAZCŮ EBSD..... | 17 |
| 3.7 | ANALYTICKÉ STRATEGIE EBSD | 25 |
| 3.7.1 | MANUÁLNÍ STRATEGIE..... | 25 |
| 3.7.2 | STRATEGIE PLNĚ AUTOMATICKÁ..... | 25 |
| 3.7.3 | FÁZOVÁ IDENTIFIKACE..... | 26 |
| 3.8 | PŘESNOST METODY | 26 |
| 3.8.1 | FAKTORY OVLIVŇUJÍCÍ PŘESNOST | 26 |
| 3.8.2 | PŘESNOST URČENÍ ORIENTACE | 27 |
| 3.8.3 | PROSTOROVÉ ROZLIŠENÍ METODY | 27 |
| 3.8.4 | SPOLEHLIVOST URČENÍ FÁZÍ | 29 |
| 3.9 | OBECNÉ POŽADAVKY NA VZOREK A METODY JEHO PŘÍPRAVY | 29 |
| 3.10 | POSTAKVIZIČNÍ ZPRACOVÁNÍ DAT EBSD | 30 |
| 3.10.1 | FILTRACE | 31 |
| 3.10.2 | DEFINICE VYBRANÝCH POJMŮ | 31 |
| 4 | ÚVOD K EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI | 37 |
| 4.1 | CÍLE PRÁCE | 37 |
| 4.2 | METODIKA | 37 |
| 4.3 | POUŽITÝ SYSTÉM EBSD | 37 |
| 4.3.1 | POPIS | 37 |
| 4.3.2 | NOMINÁLNÍ PARAMETRY..... | 38 |
| 5 | ULTRAJEMNOZRNNÁ MĚĎ | 39 |
| 5.1 | STRUČNÝ ÚVOD K ULTRAJEMNOZRNNÝM MATERIÁLŮM | 39 |
| 5.2 | MOTIVACE EXPERIMENTŮ | 40 |
| 5.3 | POUŽITÝ MATERIÁL | 40 |
| 5.4 | POPIS EXPERIMENTŮ | 41 |
| 5.4.1 | POSTUP..... | 41 |

| | | |
|------------|--|-----------|
| 5.4.2 | VZORKY | 41 |
| 5.5 | OVĚŘENÍ SPRÁVNOSTI DETEKCE NEJMENŠÍ STRUKTURNÍ JEDNOTKY | 42 |
| 5.5.1 | POSTUP MĚŘENÍ | 42 |
| 5.5.2 | VÝSLEDKY POROVNÁVACÍHO MĚŘENÍ A JEJICH ROZBOR..... | 44 |
| 5.6 | OVĚŘENÍ REPREZENTATIVNOSTI MĚŘENÍ PARAMETRŮ MIKROSTRUKTURY | 56 |
| 5.6.1 | POROVNÁVACÍ METODA..... | 56 |
| 5.6.2 | POSTUP MĚŘENÍ | 56 |
| 5.6.3 | VÝSLEDKY A JEJICH ROZBOR..... | 57 |
| 5.6.4 | SHRNUTÍ..... | 58 |
| 5.7 | APLIKACE EBSD: OVĚŘENÍ STRUKTURNÍ STABILITY UFG MĚDI PŘI ŽIHÁNÍ | 60 |
| 5.7.1 | MOTIVACE | 60 |
| 5.7.2 | POSTUP EXPERIMENTŮ..... | 60 |
| 5.7.3 | VÝSLEDKY | 62 |
| 5.7.4 | DISKUSE | 63 |
| 6 | OCEL TRIP..... | 65 |
| 6.1 | STRUČNÝ ÚVOD K OCELÍM S TRANSFORMAČNĚ INDUKOVANOU PLASTICITOU..... | 65 |
| 6.2 | MOTIVACE EXPERIMENTŮ | 65 |
| 6.3 | POUŽITÝ MATERIÁL | 66 |
| 6.4 | POPIS EXPERIMENTŮ..... | 67 |
| 6.4.1 | POSTUP..... | 67 |
| 6.4.2 | VZORKY..... | 67 |
| 6.4.3 | SROVNÁVACÍ METODY..... | 69 |
| 6.4.4 | DEFORMACE VZORKŮ..... | 69 |
| 6.4.5 | ANALÝZY EBSD | 70 |
| 6.5 | VÝSLEDKY A JEJICH ROZBOR | 72 |
| 6.5.1 | STRUKTURA FERITICKO – AUSTENITICKÁ (VZORKY „D“)..... | 72 |
| 6.5.2 | STRUKTURA FERITICKO – BAINITICKO – AUSTENITICKÁ (VZORKY „E“)..... | 76 |
| 6.6 | DISKUSE | 83 |
| 7 | ZÁVĚR | 85 |
| 8 | POUŽITÁ LITERATURA..... | 86 |
| 9 | SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ | 96 |
| 10 | PŘÍLOHY..... | 98 |

2 Úvod

V oblasti materiálových věd je obecně přijímána a do různé hloubky zkoumána souvislost mezi vnitřní stavbou materiálu, technologií jeho výroby a jeho užitnými vlastnostmi. Pro studium vnitřní stavby materiálů je v současnosti k dispozici mnoho experimentálních metod – od „prosté“ světelné mikroskopie až po sofistikované zobrazovací a analytické metody, využívající různé druhy elektromagnetického záření či proudů částic. Každá z oněch metod má své přednosti a omezení, přičemž takřka nelze nalézt metodu, která by se svými informačními možnostmi zcela kryla s jinou.

Mezi experimentální metody využívající elektromagnetického záření pro získání analytické informace patří i zde dále diskutovaná metoda difrakce zpětně odražených elektronů, známá pod zkratkou EBSD (z anglického Electron BackScatter Diffraction).

Metodika zkoumání materiálů s využitím EBSD se v širším měřítku rozvíjí zhruba od roku 1973 [1], i když samotný jev difrakce zpětně odražených elektronů byl popsán mnohem dříve – již roku 1933 Meibomem a Ruppem a 1937 Boerschem [1]. Díky tomu, že podoba difrakčních stop je shodná s těmi, pozorovanými ještě dříve Kikuchim (roku 1928) při průchodu elektronového svazku „tlustým“ preparátem v transmisním elektronovém mikroskopu [1; 2], bylo usuzováno na shodu i v mechanismu vzniku difrakčního jevu. Od toho stanoviska bylo však ustoupeno a obecně se prosazuje principiální analogie EBSD a stop kanálování elektronů (ECP) [3; 4].

Analytickou informací, kterou je schopna metoda EBSD poskytnout, je především typ krystalové mříže ve specifikovaném místě preparátu a její případné změny jak ve smyslu odlišnosti krystalové orientace, tak i co se týče typu či parametrů mříže. To dává, spolu se schopností komunikace se systémy pro lokální chemickou analýzu, nové možnosti v oblasti identifikace fází.

Systémy využívající difrakce zpětně odražených elektronů zaznamenávají v posledním desetiletí prudký rozmach, jak co se týče rozvoje uživatelských možností, tak i co do počtu provozovaných analytických jednotek. Nemalou zásluhu na tomto trendu má pokrok v oblasti výpočetní techniky a ve výrobě nábojově vázaných polovodičových struktur (CCD) pro snímače obrazu (klíčové součásti detektoru EBSD), který umožňuje stále zmenšovat časovou náročnost analýz a zároveň zvyšovat jejich informační obsah. EBSD se tak stává relativně běžným doplňkem rastrovacího elektronového mikroskopu (REM).

Na stejné úrovni s rozvojem polovodičových technologií co se týče zásluh o rozšíření techniky EBSD však stojí její, v současnosti již nezastupitelné, místo mezi experimentálními metodami, které je do jisté míry i výlučné: EBSD poskytuje znalosti o krystalické stavbě vzorku při nárocích na jeho přípravu značně menších, než je tomu u transmisní elektronové mikroskopie, když je přitom navíc analyzována nepoměrně rozsáhlejší oblast – řádově μm^2 až mm^2 . Na druhé straně je i při relativně širokém plošném záběru metody EBSD zachována souvislost mezi globální informací o krystalové orientaci a přesným místem, odkud tato na ploše preparátu pochází – lze tak sestřít podrobné mapy krystalové orientace. Posledně jmenovaná vlastnost tak zase odlišuje tuto techniku od rentgenové difraktometrie, u které je k dispozici pouze sumární informace z plochy vzorku o velikosti v řádech jednotek mm^2 .

Předkládaná práce přináší poznatky o limitech metody EBSD ve dvou mezních případech v charakteristických směrech její aplikace. Jedním z nich je mapování krystalové

orientace a jejích změn v ultrajemnozrných strukturách a druhým je identifikace fází ve strukturách podrobovaných plastické deformaci.

3 Popis metody EBSD

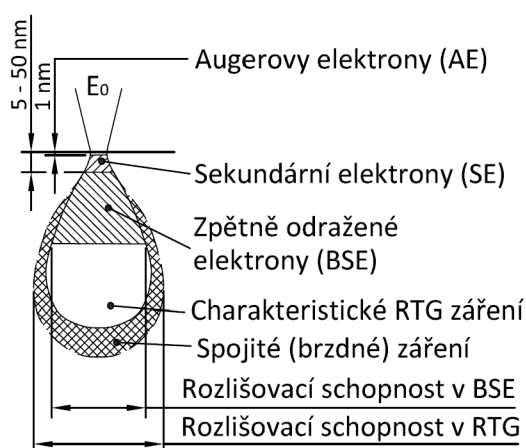
Jak už bylo naznačeno v úvodu, metoda EBSD využívá pro získání analytické informace o preparátu dějů, které nastávají při interakci dopadajícího elektromagnetického záření - v tomto případě se jedná o proud elektronů – s hmotou vzorku. Elektrony v REM vycházejí z vhodného zdroje a po urychlení a průchodu fokusační a rastrovací optikou dopadají na povrch preparátu, umístěného v komoře REM, jako primární elektrony (PE) a dále interagují s hmotou vzorku.

3.1 Interakce primárního elektronu s hmotou a užitečné signály

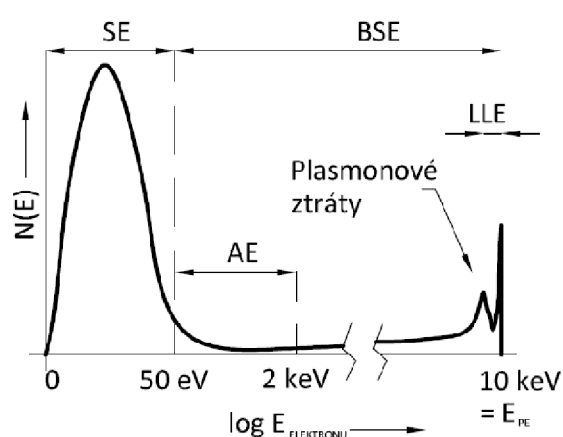
Při dopadu primárního elektronu na vzorek dochází k jeho průniku do jisté hloubky pod povrch, která je závislá na řadě faktorů, zejména na průměrném protonovém čísle materiálu vzorku a energii primárního elektronu. Zde pak nastává řada dějů, které mají za následek vznik detekovatelných signálů v podobě například (viz obr. 1):

- Sekundárních elektronů (SE) – nesou převážně informaci o morfologii povrchu preparátu; existuje u nich slabá závislost množství emitovaných elektronů na průměrném protonovém čísle vzorku.
- Zpětně odražených elektronů (BSE – z angličtiny Back Scattered Electron) – obsahují informace jak o morfologii, tak i o chemickém složení preparátu (kompozici) a o jeho krystalové stavbě v závislosti na způsobu detekce signálu a jeho zpracování.
- Augerových elektronů (AE) – nesou informaci morfologickou a zejména kompoziční.
- Kvant rentgenova záření (X) – jsou zdrojem čistě kompoziční informace.
- jiných (viditelné světlo – katodoluminiscence, u polovodičů proud indukovaný primárními elektrony a průchozí proud preparátem a jiné.) – nacházejí využití ve specializovaných aplikacích, jako je analýza geologických preparátů či polovodičových struktur.

Každý z uvedených signálů vzniká poněkud odlišným mechanismem a má také odlišnou penetrační schopnost při cestě k detektoru – informace každého z nich pochází z jiné hloubky a objemu pod povrchem (viz též obr. 1). Vzhledem k pozdějšímu využití se zaměříme podrobněji pouze na vznik a vlastnosti zpětně rozptýlených elektronů – BSE.



Obr. 1: Schéma interakčního objemu a vybrané druhy generovaných signálů. Podle [5].

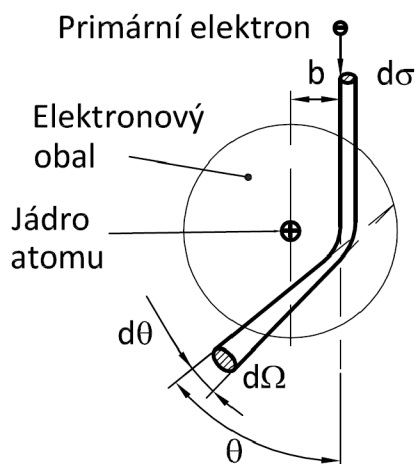


Obr. 2: Energiové spektrum emitovaných elektronů. Podle [4]. LLE = Low Loss Electrons = pružně rozptýlené BSE, E_{PE} = energie primárního elektronu.

3.2 Interakce vedoucí ke zpětnému rozptylu elektronů

Elektrony primárního svazku prochází řadou buď pružných (bezeztrátových), ale převážně nepružných (ztrátových) srážek s částicemi hmoty preparátu, při nichž dochází k různě rozsáhlému úbytku jejich kinetické energie v závislosti na počtu podstoupených kolizí.

Podle [4] a [6] je čistě pružná interakce pouze idealizací, neboť vždy k nějaké ztrátě energie elektronu dochází; tato je však u pružných srážek s malým úhlem rozptylu zanedbatelná (v řádech 10^{-2} eV) vzhledem k energii primárního elektronu, která je u standardních REM v rozsahu $10^2 - 10^4$ eV), přičemž pravděpodobnost pružné srážky s rostoucím úhlem rozptylu (viz obr. 3) klesá [4; 7].



Obr. 3: K definici úhlu rozptylu ϑ a diferenciálního účinného průřezu $d\sigma$. $d\vartheta$ – element úhlu rozptylu, $d\Omega$ – element prostorového úhlu, b – parametr srážky. Podle [4].

O pružné srážce se tedy hovoří v případě interakce primárního elektronu s jádrem atomu hmoty (přesněji s jeho elektrickým polem) prostřednictvím coulombovských sil, přičemž se buď uvažuje příspěvek elektronového obalu či nikoli - uvažováním Ruthefordova či Mottova diferenciálního účinného průřezu $d\sigma$, popřípadě užitím metody parciálních vln [6; 7]. Ztráty kinetické energie primárního elektronu z titulu pružné interakce se kompenzují nárůstem vnitřní energie atomu, která se dále odvádí v podobě fotonu. Vyzářený foton může nabývat energii ve spojitém rozsahu od 0 eV do energie primárního elektronu – odtud pojem „spojité (též brzdné) záření“ – ovšem pravděpodobnost vyzáření fotonu brzdného záření prudce klesá s jeho energií [4; 6].

V případě nepružných srážek se jedná o interakci primárního elektronu s elektronovým obalem atomu hmoty, nebo s elektronovým mrakem (volnými elektrony), jimž je předávána jistá část jeho kinetické energie. Popsaná energetická ztráta se v elektronovém obalu atomu projevuje v zásadě následujícími dvěma způsoby [4]:

- excitací plazmonu (plazmon - podélná vlna v rozložení nábojové hustoty valenčního nebo vodivostního pásu) anebo vnitro- či mezipásmovými přechody elektronů (potřebná energie je v obou případech v rozsahu 5 – 50 eV);
- excitací vnitřních slupek elektronového obalu s výsledným energetickým stavem nad Fermiho hladinou nebo až v rozsahu energií elektronového kontinua, vedoucí k ionizaci

atomu – „vyražení elektronu“ (potřebná energie např. pro K-slupku je v rozsahu 110 eV až 80 keV, v závislosti na konkrétním prvku).

První způsob interakce se projeví ve spektru energiových ztrát a může být využit ke studiu substruktury elektronového obalu atomu. Z principiálních důvodů je plazmonová interakce detekovatelná pouze v TEM metodou EELS – spektroskopii energiových ztrát elektronu. V obr. 2 lze vidět lokální pík, příslušející plazmonovým ztrátám – rozdíl energie tohoto píku a energie primárního elektronu je právě v rozsahu 5 – 50 eV.

Druhý způsob interakce, s ionizací, vede ke vzniku vakance v některé z vnitřních slupek. Vzniklá vakance na dané energiové hladině se zaplňuje buď elektrony z vyšších energiových hladin za současného vyzáření kvanta charakteristického rentgenova záření, nebo se vzniklý energiový rozdíl přenesou na některý elektron ve vnějších slupkách a tento je vyzářen jako Augerův elektron. To, zda ionizovaný atom deexcituje vyzářením fotonu nebo Augerova elektronu závisí na jeho atomovém čísle – pro prvky se Z v intervalu 3 až 14 je pravděpodobnost emise Augerova elektronu téměř jednotková, pro $Z > 14$ nastupuje zvýšená možnost zářivé deexcitace [8].

Výše popsané mechanismy interakce primárního elektronu s hmotou vzorku představují hrubý výčet způsobů, jimiž je primární elektron ovlivňován, neboli je měněna jeho trajektorie a v různé míře umenšována jeho kinetická energie. Každý vyjmenovaný typ interakce nastupuje s jinou pravděpodobností, výsledkem je pak celé spektrum energií elektronů emitovaných ze vzorku v REM, jak je zobrazeno na obr. 2. Z tohoto grafu mimo jiné vyplývá, že jako BSE jsou označovány elektrony, které vystupují ze vzorku s energií v rozsahu od 50 eV do energie primárního elektronu, kdy hranice 50 eV je stanovena konvencí [9] a zbylý rozsah energií je dán interakčními ztrátami.

V grafu na obr. 2 je v blízkosti energie primárního elektronu patrné lokální maximum, označené jako LLE, které značí oblast elektronů ochuzených jen o malou část své energie – nízkoztrátové BSE nebo též BSE pružně rozptýlené. Jak vyplývá již z jejich názvu, tyto elektrony si zachovaly téměř veškerou kinetickou energii, se kterou vstupovaly do hmoty vzorku a to díky výhradně pružné interakci s ním, popřípadě s jedinou velkouhlovou (nepružnou) interakcí [4]. Někdy se také hovoří o kvazielastické interakci jako původci LLE [10; 11]. Ve [4] se také uvádí, že ztráta energie elektronů LLE vůči energii PE činí obvykle 10 – 200 eV, v [12] je definována energie LLE jako rovna nebo větší 90 % energie PE. Již zde poznamenejme, že právě elektrony LLE nejvíce přispívají k užitečnému signálu EBSD [12; 13].

3.3 Obecné vlastnosti zpětně rozptýlených elektronů se vztahem k EBSD

Pro úvahy o vlastnostech zpětně rozptýlených (odražených) elektronů je účelné definovat výtěžek BSE pomocí koeficientu zpětného rozptylu (odrazu) η :

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}} \quad (3.1)$$

kde I_{BSE} je proud zpětně rozptýlených (odražených) elektronů a I_{PE} proud primárních elektronů [9].

Prvním výrazným rysem signálu BSE je jeho směrová anizotropie – myšlena je anizotropie koeficientu zpětného odrazu η , respektive jeho podílu vyzářeného do elementu prostorového úhlu $d\eta/d\Omega$, v závislosti na úhlu pozorování ζ při různém úhlu dopadu

primárního svazku na povrch vzorku ϕ . Distribuce $d\eta/d\Omega$ se řídí při úhlu dopadu $\phi = 0^\circ$ tzv. Lambertovým kosinovým zákonem [4]:

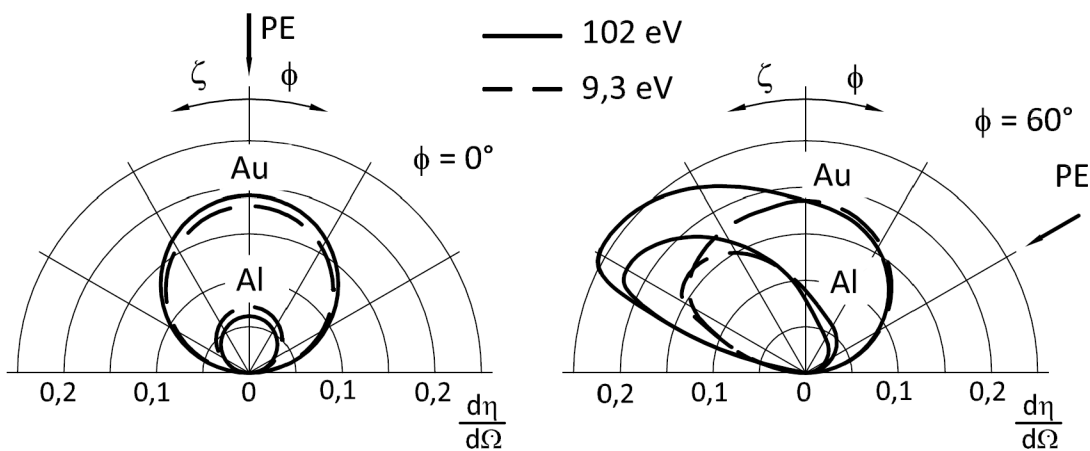
$$\frac{d\eta}{d\Omega} = \frac{\eta}{\pi} \cos \zeta \quad (3.2)$$

kde ζ je úhel od normály povrchu vzorku, ve kterém se snímá $d\eta/d\Omega$.

Lambertův kosinový zákon přestává přesně popisovat distribuci $d\eta/d\Omega$ při úhlu dopadu primárního svazku ϕ jiném než 0° . Tato skutečnost je ilustrována na obr. 4 vpravo, kde je vidět, že pro úhel dopadu $\phi = 60^\circ$ je maximální výtěžek BSE jednak vyšší než pro $\phi = 0^\circ$ a také, že směr, ve kterém je toto maximum zaznamenáno, se sklání k povrchu vzorku. Znázorněný tvar distribuce se tedy skládá z části, která se řídí Lambertovým zákonem (přivracené k primárnímu svazku) a jež je tvořena BSE vzniklými difuzním rozptylem PE a dále z části, která Lambertův zákon již nerespektuje (odvrácené od primárního svazku) a jež je tvořena BSE vzniklými „odrazem“ PE např. při převážně malouhlových srážkách v malé hloubce pod povrchem [4].

Zároveň lze pozorovat závislost $d\eta/d\Omega$ na protonovém čísle materiálu vzorku: platí, že čím vyšší je protonové číslo („těžší prvek“), tím vyšší je výtěžek BSE. Jak výrazný je tento nárůst je opět závislé na úhlech dopadu ϕ a pozorování ζ .

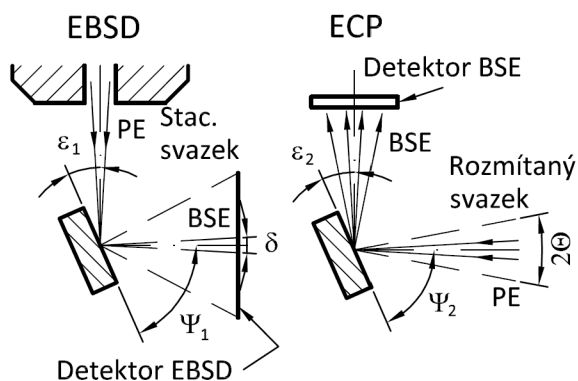
Další skutečnost, kterou lze z obr. 4 vyčíst, je závislost tvaru distribuce $d\eta/d\Omega$ na energii primárních elektronů. Zde platí, že čím vyšší je energie primárních elektronů, tím je vyšší i výtěžek $d\eta/d\Omega$.



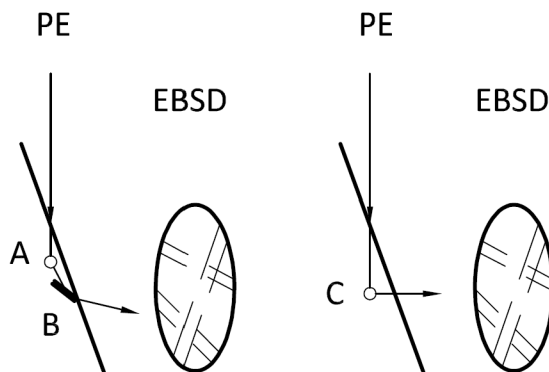
Obr. 4: Diagramy závislosti parametru $d\eta/d\Omega$ na úhlu snímání ζ pro dva případy úhlu dopadu primárního svazku $\phi = 0^\circ$ a $\phi = 60^\circ$, dvě varianty materiálu vzorku a dvě úrovně energie primárního elektronu. Podle [4; 9].

3.4 Fyzikální modely EBSD

Jak už bylo zmíněno v úvodu, mechanismus vzniku stop při difrakci zpětně rozptýlených elektronů se při hrubém srovnání zdá být identický s tím, kterým vznikají Kikuchiho obrazce při difrakci v TEM [2; 14]. Z toho důvodu se také někdy metoda EBSD označovala jako „Kikuchiho difrakce BSE“ nebo „pseudo-Kikuchiho difrakce“ a uváděla se zkratkou BKD („Backscattering Kikuchi Diffraction“) [1; 15].



Obr. 5: Schéma s definicí úhlových vztahů pro EBSD a ECP. ε_1 , ε_2 = úhel dopadu primárního svazku; Ψ_1 , Ψ_2 = střední úhel výstupního svazku; δ = úhlová šířka difr. pásu; Θ = úhel rozmítání prim. svazku. Podle [4].



Obr. 6: Schéma „dvojinterakčního“ (vlevo) a „kanálovacího“ (vpravo) modelu EBSD. A = inelastický difuzní rozptyl, B = braggovská difrakce, C = kanálovací interakce. Podle [3].

Podle [3] a novějších prací je výše uvedená představa principiální shody Kikuchiho difrakce v TEM a EBSD lichá, neboť na jejím základě se nedaří bezezbytku vysvětlit všechny charakteristické znaky difraktogramů EBSD. Jako přesnější je udáván model, založený na principu recipročního vztahu mezi EBSD a ECP [3; 4; 11], který je schematicky zachycen na obr. 5 a obr. 6. Na obr. 6 jsou vedle sebe položeny obě představy o vzniku difrakce EBSD: starší model, nadále nazývaný „dvojinterakční“ (z angl. „two-event“) a novější „kanálovací“ model (v angl. „channeling-in, channeling-out“). Obr. 5 ilustruje podrobněji vztahy mezi EBSD a ECP co se týče geometrického uspořádání experimentu.

3.4.1 Dvojinterakční model

Vznik stop EBSD podle tohoto modelu lze tedy rozdělit do dvou fází, o kterých předpokládáme, že se navzájem neovlivňují. Předpokládáme-li dále vzorek krystalické látky, pak se vznik difrakčních stop děje v následujících krocích (v souladu se značením v obr. 6):

- A) Primární elektrony proniknou do určité hloubky pod povrchem vzorku (typicky 10 – 50 nm [4; 13; 16]), kde nastává jejich rozptyl (pružný i nepružný, difuzní). Primární elektrony jsou rozptýleny do všech směrů od kolizní oblasti, přičemž přirozeně dochází k jisté ztrátě jejich energie. Ta však nesmí být pro účely EBSD příliš velká – uvádí se maximální energiová ztráta přibližně 100 eV [17] až 200 eV [15], eventuálně 3 – 10 % energie PE [12].
- B) Elektrony – nyní již BSE – difúzně rozptýlené v předchozí fázi, se nyní šíří hmotou vzorku a existuje vysoká pravděpodobnost, že naleznou vhodně orientované systémy krystalových rovin, na nichž bude v jejich směru pohybu splněna Braggova difrakční podmínka

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \Theta \quad (3.3)$$

kde n je řád difrakce, λ je vlnová délka elektronu, d_{hkl} je meziorovinná vzdálenost dané osnovy rovin a Θ je úhel, pod nímž dopadají elektrony na sledovanou osnovu rovin.

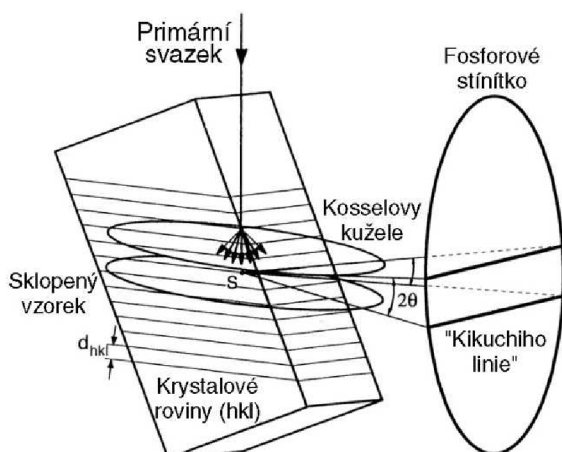
Po braggovské difrakci v druhé fázi vystupují elektrony ze vzorku po přímkových trajektoriích, které jsou površkami tzv. Kosselových kuželů – ty reprezentují všechny varianty prostorového rozložení dopadajícího a odraženého paprsku pro daný systém rovin d_{hkl} v

Braggově difrakci. Každé osnově rovin přísluší dvojice Kosselových kuželů, každý kužel představuje difrakci z jedné strany dané osnovy rovin [11; 14]. Postavíme-li jim do cesty rovinné stínítko, vzniká na něm pár difrakčních linií (ve skutečnosti se jedná o úseky hyperboly, ovšem se zanedbatelnou křivostí [4; 13; 15]), které reprezentují danou osnovu krystalových rovin. Tento vztah je uveden ve zjednodušeném schématu na obr. 7, které zároveň vystihuje možnosti popsaného modelu, tj. popsat:

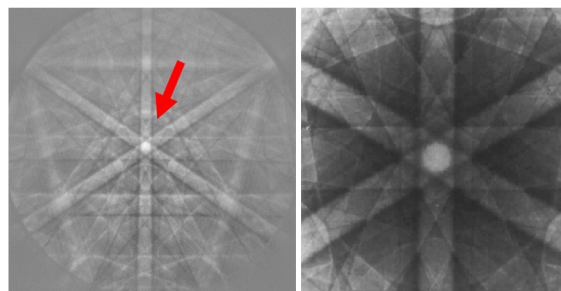
- polohu osy difrakčních pásů;
- šířku difrakčních pásů (rozteč difr. linií);
- úhly mezi difrakčními pásy.

Uvedené prvky jsou pro běžnou práci s EBSD dostačující a jsou to právě simulace na základě dvojinterakčního modelu spolu s kinematickou teorií difrakce, které jsou implementovány v obslužných programech EBSD, kde umožňují indexaci difraktogramů [11; 18].

Reálný difrakční obrazec ve vysokém rozlišení, který je uveden např. na obr. 8 vlevo, však obsahuje prvky, které nelze na základě tohoto modelu reprodukovat. Zejména jsou to Laueho zóny vyšších řádů (zkr. HOLZ – z angličtiny „Higher Order Laue Zone“), gradienty intenzity (jasu) uvnitř difrakčních pásů, či přebytekové („excess“) a únikové („defect“) linie. Uvedené prvky se daří výpočtově simulovat až na základě kanálovacího modelu EBSD [3; 4; 11].



Obr. 7: Principiální schéma difrakce BSE. Podle [1].



Obr. 8: Příklad difrakční stopy EBSD (vlevo) a ECP (vpravo) křemíku. Převzato z [19] a [20]. Šipka směřuje k okraji jedné Laueho zóny vyššího řádu („HOLZ“), která se nachází okolo osy zóny $[1\bar{1}1]$. Stopa ECP zachycuje okolí osy zóny $[111]$.

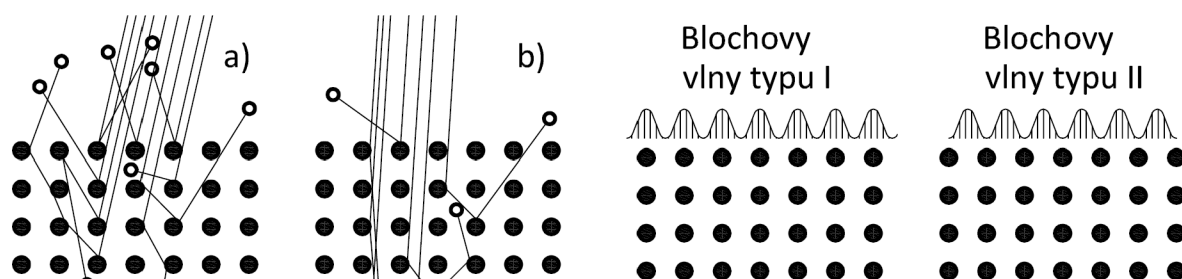
3.4.2 Kanálovací model

Kanálovací model EBSD je založen na tzv. teorému reciprocity mezi difrakcí zpětně rozptýlených elektronů a stopami kanálování elektronů (ECP). Tento teorém v prvním přiblížení říká, že EBSD i ECP lze popsat pomocí představy kanálování elektronů (viz obr. 9) pouze s tím rozdílem, že uvažujeme opačnou cestu elektronových paprsků – viz schéma na obr. 5.

Hustota pravděpodobnosti výskytu (primárního) elektronu v krystalické látce se s výhodou vyjadřuje pomocí superpozice dvou typů tzv. Blochových vln, jejichž typická podoba je znázorněna na obr. 10. Blochovy vlny typu I mají maxima v místech atomových

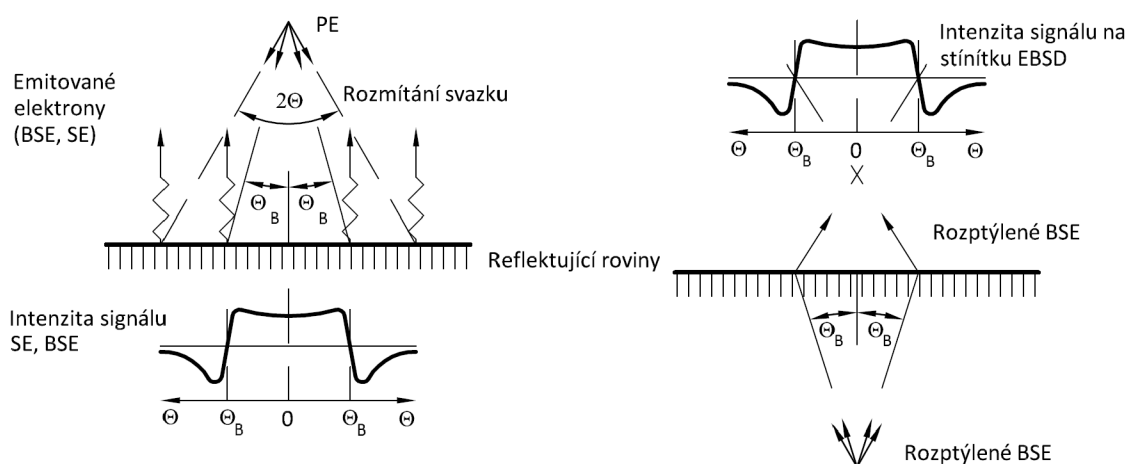
rovin, kdežto typ II má tato maxima v polovině mezirovinné vzdálenosti. Převládají-li vlny typu I, je zvýšená pravděpodobnost výskytu elektronu v blízkosti jader atomů látky a dojde tak přednostně k rozptylu (díky některému typu interakce). Naproti tomu převládají-li vlny typu II, vyskytne se elektron pravděpodobněji v mezirovinném prostoru a dojde spíše ke kanálování.

Pomocí jednoduché kinematické ilustrace na obr. 11 vlevo lze dospět k následujícímu zjednodušenému popisu vzniku ECP: Primární svazek je rastrován po povrchu vzorku v rozsahu úhlu 2Θ , přičemž se pro kvalitní ECP požaduje co nejmenší aperturní úhel svazku – v řádu 10^{-3} až 10^{-4} rad [21]. Sledujeme-li jednu osnovu vhodně orientovaných krystalových rovin, přes níž přebíhá primární svazek, bude vyjádření hustoty pravděpodobnosti pro každý úhel dopadu primárního svazku popsáno jinou kombinací Blochových vln. Pro úhly Θ větší než jistý úhel Θ_B (symetricky okolo bodu 0 v obr. 11) bude převládat typ I a pro $\Theta < \Theta_B$ převládne typ II. To se projeví poklesem, a v druhém případě nárůstem, intenzity snímaného signálu oproti jeho průměrné hodnotě. Při úhlu $\Theta = \Theta_B$ dojde de facto ke splnění Braggovy podmínky pro difrakci dovnitř krystalu.



Obr. 10: Dva typy Blochových vln – I a II. Převažuje-li při interakci vyjádření hustoty pravděpodobnosti výskytu elektronu v látce typem I, nastává spíše rozptyl (obr. 9a). Pokud převládá typ II, je pravděpodobnější kanálování (obr. 9b). Podle [21].

Obr. 9: Částicová představa zpětného odrazu (a) a kanálování (b). Podle [21].



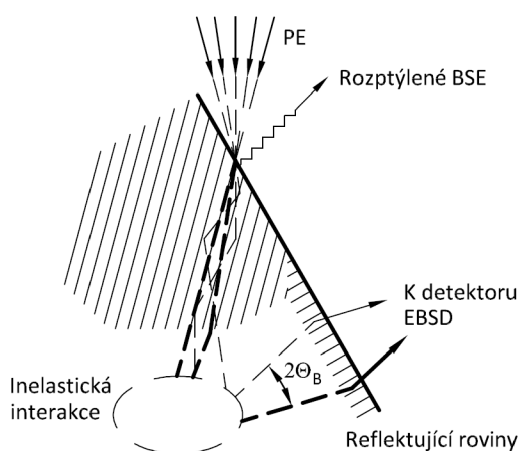
Obr. 11: Zjednodušená ilustrace teorému reciprocity mezi ECP (vlevo) a EBSD (vpravo). 2Θ = celkový úhel rozmítání (rastrování) „koherentního“ svazku PE; Θ_B = Braggův úhel.

Pro snímání ECP lze využít jak zpětně odražené elektrony, tak i sekundární; užitečné SE jsou v tomto případě buzeny pomocí BSE. Kvalitnější signál však poskytují čisté BSE, proto se někdy používá i energiová filtrace při detekci BSE [22]. Kanálovací stopa vzniká postupným načítáním řádků v synchronizaci s rozmítáním svazku po povrchu vzorku, při němž dochází ke kanálování i na ostatních vhodných systémech rovin. Příklad ECP je uveden na obr. 8 vpravo.

V obr. 11 vpravo je uvedeno jednoduché schéma ilustrující mechanismus vzniku EBSD při uvážení recipročního vztahu k ECP. V tomto případě přichází divergentní proud elektronů zevnitř vzorku a stejnou inverzí v zastoupení obou typů Blochových vln, jako v případě ECP, dochází k tvorbě kontrastu na stínítku detektoru EBSD. V tomto případě je ovšem celý difraktogram vytvořen najednou, v podobě jako na obr. 8 vlevo. Pomocí obr. 11 lze také ilustrovat přesnější definici teorému reciprocity: intenzita difraktované vstupní rovinné vlny v bodě snímání uvnitř krystalu je stejná, jako intenzita detekované rovinné vlny při difrakci kulové vlny z bodového zdroje uvnitř krystalu [4; 11].

Reciprocita EBSD a ECP platí jen od jisté úrovně zjednodušení, kdy například není detailně zkoumán mechanismus, jakým dochází k disperzi elektronů po průniku PE do vzorku [3]. Tato analogie nicméně umožňuje použít matematické formulace, odvozené pro popis ECP, i k modelování EBSD při použití vhodných korekčních faktorů.

V rámci kanálovacího modelu (obr. 12) se tedy EBSD chápe jako těsná a navzájem provázaná posloupnost kanálování primárního svazku dovnitř hmoty vzorku, inelastické interakce s ní a kanálování elektronů ven ze vzorku. Jednotlivé fáze procesu se přitom navzájem ovlivňují, přičemž kanálování je považováno za difrakční jev, kterým je modulována pravděpodobnost nepružných srážek s atomy krystalu [3; 11].



Obr. 12: Schéma kanálovacího modelu. PE vstupují do vzorku, podstupují nějaký druh inelastické interakce a opět vystupují za tvorby difrakčních linií o různé intenzitě na stínítku detektoru.

3.4.3 Současný stav a trendy v poznání mechanismu EBSD

V současné době se považuje za fyzikálně opodstatněný kanálovací model EBSD. Ačkoli v programovém vybavení akvizičních systémů EBSD je pracováno s dvojinterakčním modelem, tento je pro platnou indexaci difraktogramů (tj. pro odečtení krystalové orientace dané fáze, popř. pro rozlišení dvou výrazně jiných fází) postačující.

Winkelmann a kolektiv se v současnosti zabývají možností aplikace kanálovacího modelu pro přesnou simulaci difraktogramů EBSD s využitím dynamické teorie difrakce a

mnohosvazkové konfigurace. Postupně dospěli k dostatečně věrné reprodukci distribuce kontrastu v difraktogramu, HOLZ kruhů, přebytkových a zánikových linií a také inverze kontrastu při změně úhlu dopadu primárního svazku [11; 23; 24]. Cílem těchto prací je umožnit zejména zpřesnění fázové identifikace pomocí EBSD a ověřit možnost zobrazování mřížkových defektů.

Michael a kol. ověřili s částečným úspěchem možnost využití HOLZ kruhů ve stopě EBSD k ověřování fázové identity pomocí stanovování mezivzdálenosti v reciprokém prostoru a provedli srovnání se simulacemi na základě dynamické teorie difrakce. Uvádějí, že pro lehké prvky lze tuto metodu použít, pokud bude snímání difraktogramů s přítomnými HOLZ kruhy provedeno na několika (minimálně dvou) energiích PE. U těžkých prvků předpokládají velkou chybu díky vlivu extinkce [25]. Problém s určováním přesného průměru HOLZ kruhu, nastíněný Baba-Kishim [15; 26], obcházejí využitím korekce na gnómonickou projekci (viz kap. 3.6).

Went a kol. dospěli měřením profilu energiových ztrát napříč difrakčním pásem od rovin (022) křemíku k zjištění, že nejvíce se na kontrastu difrakčních linií podílejí elektrony, které prodělaly ideálně žádnou, maximálně pak 3 inelastické interakce typu excitace plasmonu (s předpokladem, že tyto interakce se uskutečňují až na cestě elektronu ven ze vzorku) [10]. Tyto výsledky nebyly dosaženy na běžném detektoru, ale na nově zkonstruovaném „vysokoenergiovém (e, 2e) spektrometru“, jehož popis je v [27].

Bhattacharyya, Deal a kol. použili energiový filtr v podobě jednoduché elektrostatické soustavy s rozlišením 10 eV, který předradili stínítku běžného detektoru EBSD. Dospěli k obdobnému zjištění, jako Went a kol., že totiž většinu užitečné intenzity v difraktogramu přináší nízkoztrátové (LLE) elektrony s energií okolo 97 % energie PE. Nicméně i elektrony s energií nižší než 80 % E_{PE} jsou stále schopny difrakce, ovšem díky již značně odlišné vlnové délce přispívají pouze k intenzitě difuzního pozadí. Autoři zároveň navrhují energiovou filtrací zvýšit rozlišovací schopnost EBSD, neboť úniková hloubka nízkoztrátových elektronů je z celého spektra nejnižší a tudíž informace, kterou přináší, bude nejvíce lokalizovaná [12; 28; 29]

3.5 Informační obsah difrakčních stop

Na různých místech předchozího textu již bylo uvedeno, jak lze některé prvky difrakčního obrazce interpretovat ve vztahu ke krystalografii zkoumaného materiálu. Zde následuje výčet prvků, přítomných v ideálně exponované difrakční stopě, jako je např. na obr. 8, a jejich interpretace:

1. Úhly mezi difrakčními pásy – s uvážením korekce na gnómonickou projekci (kap. 3.6) odpovídají přímo úhlům mezi osnovami zdrojových rovin [4; 13; 18; 30].
2. Šířka difrakčních pásů – s uvážením korekce na gnómonickou projekci jsou úměrné převrácené hodnotě mezivzdálenosti ve zdrojové osnově rovin. Lze ji využít k odhadu mřížkových konstant [13].
3. Gradient jasu na hranici difrakčních pásů (ostrost hranice) – je dáván do souvislosti s elastickou napjatostí mřížky [31]. Ovlivňuje hodnotu parametru IQ (viz kap. 3.6) [32].
4. Průsečíky difrakčních pásů (osy zón) – slouží k zjišťování Laueho bodových grup symetrie a prostorových grup symetrie krystalu [15; 16; 26; 33]. Jsou základním

prvkem při čtení difraktogramu. Změny jejich vzdáleností jsou využívány jako měřítko elastických pnutí v mřížce či distorzí mřížky [32; 34-36].

5. Celkový kontrast difrakčních pásů vůči pozadí – je měřítkem hustoty dislokací v materiálu. Manifestuje se zejména změnou hodnoty parametru IQ [18; 19; 30]. Je využíván například k určování rekrystalizovaného podílu v tvářených kovech [37; 38]. K použití parametru IQ je ale obecně třeba přistupovat značně opatrně, neboť jeho velikost závisí na mnoha okolnostech jak na straně zkoumaného vzorku, tak i na straně analytického systému [39; 40].
6. Laueho zóny vyšších řádů (HOLZ) – jejich průměr je závislý na meziatomové vzdálenosti podél směru osy zóny. Jemná struktura hranic HOLZ je citlivá na změny mřížkových parametrů [11; 25].
7. Přítomnost difrakčních pásů vyšších řádů (difrakcí od rovin s vyššími Millerovými indexy) – je měřítkem plastického přetvoření materiálu, tj. hustoty dislokací v něm. Difrakce vyšších řádů s narůstajícím přetvořením rychle zanikají [32; 36].
8. Asymetrie intenzity v rámci páru difrakčních linií některých rovin – indikují výjimku z tzv. Friedelova zákona, kdy [41]:

$$I_{hkl} \neq I_{\overline{hkl}} \quad (3.4)$$

neboli intenzita difrakce od rovin s indexy hkl není stejná jako intenzita difrakce od rovin s indexy \overline{hkl} . Ta je způsobena změnou ve vrstvení atomových rovin, například připojením víceatomové báze k mřížkovému bodu, kdy dojde ke ztrátě středové symetrie reciproké mříže. Tohoto jevu lze využít k určování polarizace krystalu [15; 26; 42].

3.6 Detekce stop EBSD

3.6.1 Konstrukce detektoru EBSD

Difrakční obrazec EBSD je obrazem úhlových vztahů mezi atomovými rovinami v krystalu. Díky metodě jeho záznamu na plochý detekční prvek – stínítko či film – je difraktogram gnómonickou projekcí těchto vztahů, jak je schematicky naznačeno na obr. 13. Na něm je schematicky uvedeno zdůvodnění tohoto tvrzení: zdroj zpětně rozptýlených elektronů ztotožníme s bodem O, do něhož zároveň umístíme střed kulové plochy, která se v bodě N dotkne stínítka detektoru. Vzdálenost $|ON|$ je nazývána pracovní vzdáleností detektoru a ovlivňuje zorný úhel snímání.

Difrakční stopy jsou nezkresleně promítány pouze na povrch projekční koule o poloměru $r = |ON|$. V blízkosti bodu N tak je gnómonické zkreslení minimální, při větších úhlech průvodiče τ dochází k „natažení“ vzdáleností $|NP|$ díky vztahu [13; 16]:

$$|NP| = |ON| \tan \tau \quad (3.5)$$

a je tak nutno počítat s jistým zkreslením.

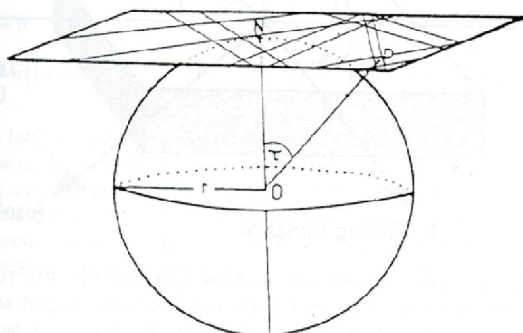
Při popisu obecných vlastností BSE nehrál roli konkrétní typ detektoru pro snímání difrakčních obrazců: na běžném typu detektoru BSE (pro zobrazování) dochází k sumaci příspěvků jednotlivých elementárních konverzí elektron-foton (u Robinsonova detektoru), popř. elektron – vodivostní pár (u polovodičového detektoru), na jeho dopadové ploše a lze

tak získat dostatečnou úroveň výstupního signálu takřka ve všech úhlech snímání a při relativně širokém rozsahu energií dopadajících elektronů [9].

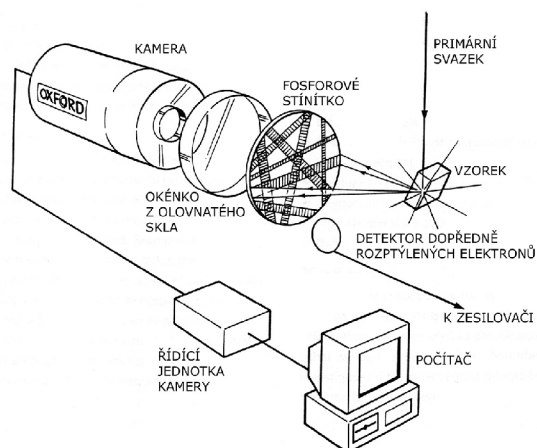
Podstatou EBSD však je detekce difrakčních stop, tj. zachycení distribuce jasu na ploše stínítka, na niž dopadají difraktované elektrony. Na detektoru tak vzniká obraz difrakčních linií a je třeba jej jako obraz snímat v celku – každý bod, v němž dochází k elementární konverzi, je tak zpracováván samostatně a tvoří jeden pixel difrakčního obrazce.

Z tohoto faktu vyplývá několik skutečností:

1. Je nutné zajistit, aby energie dopadajících elektronů byla dostatečně vysoká k vybuzení kvant viditelného světla o dostatečné intenzitě v každém bodě dopadové plochy stínítka, popřípadě fotografického filmu; použití filmu je ale zdlouhavé a v současnosti již neopodstatněné. Pro příklad: běžný luminofor P47 vyžaduje pro detekovatelný signál dopadovou energii elektronu alespoň 3,5 keV [43].
2. Zajistit snímání a přenos obrazů: nejlépe v digitální formě do počítače k dalšímu zpracování, přičemž je třeba vzít v potaz velmi nízký jas i kontrast snímaných obrazů a současně zajistit pokud možno krátké expoziční časy v zájmu urychlení analýzy.



Obr. 13: Stopy EBSD jako gnómonická projekce difrakčních pásů. O = střed projekční koule; N = dotykový bod stínítka detektoru a projekční koule; τ = úhel průvodiče; r = poloměr projekční koule; P = osa zóny promítnutá na stínítka detektoru. Převzato z [13].



Obr. 14: Schéma přístrojového řetězce pro snímání a zpracování difrakčních stop.

Reálné experimentální uspořádání ukazuje obr. 14: difrakční obrazce jsou snímány CCD kamerou z detekčního stínítka, vytvořeného vrstvou luminoforu (zatím převážně P47 s tenkou zvodivující vrstvou hliníku) na skleněné destičce, a posílána do počítače ke zpracování. Kamera a pohyb primárního svazku je programově ovládán z počítače prostřednictvím řídicí jednotky.

Stínítka s podložným sklem je namontováno na jednom konci tubusu detektoru a na druhém CCD kamera; mezi těmito prvky se nachází další průhledná přepážka z olovnatého skla, tvořící vakuové rozhraní a zároveň zábranu průniku rentgenovských kvant na snímací prvek. Detektor EBSD má možnost posuvu směrem ke vzorku a zpět (motoricky nebo ručně), aby jej bylo možno přibližovat při analýze a oddalovat v době nečinnosti. Někdy bývá možnost volit všechny mezilehlé polohy detektoru od zcela vysunutého po maximálně zasunutou, jelikož se tak nechá ovlivňovat prostorový zorný úhel detekce.

Vakuová těsnost je zajištěna buď kluznými O-kroužky (starší konstrukce firem Oxford a HKL) popřípadě pláštěm v podobě nerezového vlnovce (konstrukce firmy TSL, Brukker a nově HKL).

Koncepce snímací kamery je volena taková, aby umožnila snímání obrazů při malé intenzitě světla s dostatečným rozlišením a snímací frekvencí. Tento požadavek vyplývá z faktu, že užitečný signál pro EBSD je tvořen zhruba pětiprocentním zvlněním, namodulovaným na základní průběh křivky distribuce $d\eta/d\Omega$ pro daný úhel dopadu primárního svazku ϕ (obr. 4) [4; 18]. Vznikající obraz difrakční stopy tak postrádá kontrast a je naopak zatížen silným pozadím, které je navíc často gradientní, tj. není tvořeno jasově homogenní plochou.

Ke snímání difrakčních stop je nyní k dispozici celá škála kamer, od v minulosti využívaných kamer SIT („Silicon Intensified Target“ - de facto běžná analogová TV kamera s vyšší citlivostí, odvozená od „superortikonu“) až po dnešní vysoce citlivé kamery pro nízké úrovně osvětlení, založené na bázi CCD snímačů. Jsou to zejména následující skupiny [44]:

1. chlazené nábojově-integrační CCD kamery klasické koncepce;
2. kamery s násobičem elektronů „EM-CCD“ – „Electron Multiplication CCD“;
3. kamery s urychlením elektronů „EB-CCD“ – „Electron Bombardment CCD“;
4. CCD kamery se zesilovačem obrazu (mikrokanálovou deskou) „ICCD“ – „Intensified CCD“.

Pro EBSD jsou z hlediska citlivosti při nízké úrovni osvětlení využitelné v zásadě kamery všech vyjmenovaných typů, pokud jejich spektrální citlivost odpovídá vlnové délce emise použitého luminoforu. Pokud je požadavkem i rychlost snímání, jako v případě automatizované analýzy EBSD (kap. 3.6.3), připadají v úvahu pouze kamery typu 1 a 2. Kamery obou těchto typů jsou vybaveny chladícím elementem na bázi Peltierova termoelektrického článku, který zajišťuje temperování CCD čipu na teplotu -30°C až -50°C , při které je dostatečně potlačen tepelný šum CCD struktury.

Pro zvýšení frekvence snímání difrakčních stop bývá u všech detektorů možnost slučování pixelů kamery – tzv. „binning“. Dosahuje se tak znásobení intenzity signálu, ale za cenu snížení rozlišení. Nejpoužívanější slučovací matice jsou 2×2 až 10×10 [45], které vedou ke čtyřnásobnému až 100násobnému zvýšení úrovně signálu proti plnému rozlišení. Uvedené zvýšení úrovně se děje bez nárůstu šumu, což naopak neplatí o jiné možnosti zvýšení citlivosti, kterou snímací kamery rovněž disponují, a to je analogové zesílení.

Využití obou postupů zvyšování zisku kamery má svá omezení a řídí se zhruba těmito pravidly:

- 1) Pokud analyzujeme jednofázový vzorek a hodláme maximalizovat analyzovanou plochu, pak je z hlediska potřebného času optimální zvolit binning 8×8 až 10×10 , krátkou expozici a ve spojitosti s ní co nejnižší úroveň analogového zesílení. Snížení rozlišení není v tomto případě omezující, neboť nepotřebujeme rozlišovat více fází, naopak pokud možno nízké analogové zesílení umožní dobrou funkci automatických algoritmů pro detekci difrakčních linií díky malému šumu. Velikost analogového zesílení není v tomto případě ovšem kritická.
- 2) Požadujeme-li co nejlepší rozlišení mezi více fázemi nebo pokud hodláme identifikovat fázi zcela neznámou, je nejlépe volit maximální rozlišení kamery

(pokud možno zcela vyřadit binning), dlouhou expozici a opět co nejnižší analogové zesílení ve spojitosti s akceptovatelnou expoziční dobou. V těchto případech je vysoké rozlišení difraktogramu nutno pro možnost přesného odečítání polohy zonálních os a šířek difrakčních pásů. Úroveň šumu je nutno také minimalizovat.

Jen pro upřesnění budiž na tomto místě poznamenáno, že pojem „binning“ používaný zde v souvislosti se snímacím členem v detektoru EBSD, není totožný s tímtéž termínem, užitým v souvislosti s postexpozičním zpracováním difraktogramů. V tomto druhém případě se jedná o další stupeň redukce rozlišení.

Někdy se také provádí průměrování několika snímků difraktogramů za sebou – typický počet je 64 [45]. Účelem je eliminace šumu v případě, že bylo nutno použít zvýšené analogové zesílení při expozici stop.

Jako užitečný doplněk lze na tubus detektoru EBSD namontovat ještě běžný polovodičový detektor BSE (obr. 14), který tak bude snímat obraz povrchu vzorku primárně v topografickém kontrastu (to plyne z pozice v nízkém úhlu snímání [9]). Takto umístěný detektor se často označuje zkratkou FSD („Forward-Scattered electron Detector“) a může být také ve vícesegmentovém provedení, zpravidla dvou až šesti. Pokud lze fixovat tubus detektoru EBSD i v jiné, než zcela zasunuté poloze, pak je možno pomocí FSD vyvolávat všechny typy kontrastu od topografického přes orientační až po kompoziční [46; 47].

3.6.2 Geometrická konfigurace vzorku a detektoru

Na obr. 7 je vidět, že vzorek je pro EBSD skloněn pod ostrým úhlem vůči primárnímu svazku. Důvodem je nutnost zajistit difraktovaným elektronům dostatečně krátkou únikovou trasu ze vzorku a zamezit tak případným nepružným srážkám, což je vedeno mimo jiné potřebou přivést na detekční stínítko elektrony o dostatečné energii pro vyvolání konverze elektron-foton.

Při uvážení vlastností BSE, popsaných v kapitole 3.3, tj. zejména směrové anizotropie výtěžku zpětně rozptýlených elektronů $d\eta/d\Omega$, vychází jako nejvýhodnější úhel sklonu 60° až 75° (uvádí se i 85° [18]), podle možností mikroskopu. V této poloze je detektor v oblasti maxima $d\eta/d\Omega$ a je dosahováno nejvyššího poměru signálu k šumu, který však při klasickém uspořádání nepřesahuje hodnotu 0,1; pozadí (šum) je zde tvořeno jednak BSE rozptýlenými bez difrakční interakce a dále difraktovanými BSE, které však prošly další nepružnou interakcí a tedy ztratily část energie [12; 15; 28; 29].

Jelikož jak celkový výtěžek difraktovaných elektronů, tak i poměr signálu k šumu je funkcí geometrického uspořádání v komoře mikroskopu, tj. především úhlů ϵ_1 a ψ_1 podle obr. 5, je třeba tyto úhly optimalizovat. Na základě zkušeností se nejlépe osvědčila kombinace úhlu ϵ_1 od 5° do 30° a úhel ψ_1 v rozmezí 40° až 75° (ev. 85°), při vzdálenosti mezi vzorkem a stínítkem (tedy vzdálenosti $|ON|$ na obr. 13) cca 40 mm a průměru stínítka 50 mm [15]. Někteří autoři doporučují jako optimální polohu s parametry $\epsilon_1 = 30^\circ$ a úhel $\psi_1 = 40^\circ$, i když zde již dochází k zastínění spodní části difraktogramu okrajem vzorku [48; 49].

3.6.3 Automatické zpracování difrakčních obrazců EBSD

Zpracováním difrakčních obrazců se zde myslí především postupy numerického zpracování digitálního obrazu od okamžiku expozice až po čtení informace, kterou obsahuje. Cílem takového zpracování je především umožnit odečtení krystalové orientace a eventuálně

fázové identity analyzovaného bodu na vzorku. Zůstaneme-li u těchto dvou veličin, což je v současnosti nejběžnější, je možné celou proceduru zpracování stop EBSD automatizovat pomocí počítačového programu. Chceme-li ovšem odečítat i jiné prvky (například průměr Laueho zón (HOLZ) či gradienty jasu uvnitř difrakčních pásů), které také mají fyzikální interpretaci, popřípadě některou z již vyjmenovaných informací zpřesňují, jsme odkázáni buď na manuální postup, nebo na složitější specializované programy.

V případě současných komerčních systémů pro EBSD se tedy aplikují níže popsané kroky zpracování difrakčních obrazců, které následují po jejich expozici a přenesení do počítače:

1. Odečtení pozadí s úpravou jasu a kontrastu
2. Redukce rozlišení obrazu („binning“)
3. Detekce difrakčních pásů pomocí Houghovy (Radonovy) transformace
4. Indexace difraktogramu na základě zvoleného počtu identifikovaných pásů
5. Ranking.

3.6.3.1 Odečtení pozadí s úpravou jasu a kontrastu

Nekontrastní hrubý obraz difrakčních pásů s gradientním pozadím lze zlepšit sejmutím obrazu samostatného pozadí při přeběhu svazku televizní frekvencí a odečtením od exponovaného obrazu stop EBSD, popřípadě vydělením exponované stopy obrazem pozadí [45]. V některých případech nelze dosáhnout zobrazení čistého pozadí pouze zvýšením rychlosti přeběhu:

- 1) Vyskytují-li se v analyzované ploše vzorku rozsáhlejší oblasti velmi dobře difrakčujících zrn. V tom případě i při rychlém přeběhu – pokud je kamera nastavena na vysokou citlivost s krátkou expoziční dobou – zůstávají stále patrné úseky difrakčních pásů, které by tak při pozdější analýze z obrazu vypadly. V tomto případě se pozadí načítá při rychlém přeběhu a navíc rozostřeném primárním svazku, popřípadě je vhodné zvětšit zorné pole.
- 2) Pokud hodláme analyzovat malé částice výrazně odlišné emisivity v BSE od okolní matrice. V případě, že emisivita částice je nižší než u okolní matrice, by expozice pozadí při přeběhu přes okolní matici vedla k nadhodnocení jasu pozadí a z difraktogramu by po odečtu pozadí vypadly nebo byly utlumeny celé souvislé oblasti. V opačném případě by rovněž nastala degradace v celých oblastech difraktogramu, tentokrát díky podhodnocení úrovně pozadí, které by po korekci vedlo k přesycení částí obrazu. V těchto případech také pomáhá rozostření svazku, popřípadě kombinované s umělým rozostřením hrubého obrazu difrakčních stop numerickým filtrem (gaussovským, mediánovým atp.).

Obraz pozadí se pro vyhlazení případných zbytků difrakčních pásů a k získání čistého gradientu jasu průměruje z více snímků – obvykle 4 až 8 [19]. Pro běžné situace, kdy se jas stop EBSD výrazně nemění při přeběhu přes oblast zájmu na vzorku, stačí provádět tzv. statický odečet pozadí, tj. ode všech difraktogramů v analyzované oblasti je odečten stejný obraz pozadí. V situacích, kdy se jas difrakčních obrazců silně mění v různých místech analyzované oblasti, lze aplikovat tzv. dynamický odečet pozadí. Při něm je obraz pozadí získáván synteticky pomocí numerických rozostřovacích filtrů (viz předchozí odstavec) pro každý analyzovaný bod zvlášť. To samozřejmě prodlužuje čas zpracování obrazu.

Kontrast a jas se po korekci na pozadí dále zvýší běžným postupem úpravy jasového histogramu, tedy vyrovnáním úrovní (poměrným rozšířením původní distribuce jasů na celou bitovou hloubku obrazu, tj. 256 úrovní šedi) nebo jejich normalizací (namodulováním gaussoidy na původní distribuci jasů a přesunem průměrné hodnoty jasu ke střední hodnotě škály v dané bitové hloubce) [45].

3.6.3.2 Redukce rozlišení obrazu („binning“)

Jak již bylo upozorněno v kap. 3.6.1, pojem „binning“ v této části výkladu se týká již softwarové fáze zpracování obrazu a provádí se pro urychlení následujícího kroku detekce pásů.

Obraz s rozlišením až 1300 x 1030 pixelů je v tomto kroku redukován na rozlišení 240 x 240 pixelů až 32 x 32 pixelů. Aby byla zaručena funkce algoritmu následujícího kroku, musí být rozměry obrazu násobky 2. Redukce se provádí průměrováním jasové hodnoty bloku zpravidla 5 x 5 pixelů a přiřazením této nové hodnoty jedinému pixelu [19; 50]. Je tím jednak redukována výpočetní náročnost následujícího kroku, ale také zlepšen kontrast a odstraněn případný šum v obraze.

3.6.3.3 Detekce difrakčních pásů pomocí Houghovy (Radonovy) transformace

Historicky se pro automatickou detekci difrakčních linií uvažovalo zejména se dvěma algoritmy: Burnsovým a modifikovanou Houghovou transformací.

Burnsův algoritmus je obecně využíván k detekci hran v obraze. Spočívá ve výpočtu lokálního gradientu intenzity, nalezení směrové orientace lokálního gradientu a spojování bloků se stejnou orientací gradientu do linií [51]. Jeho výsledkem je tak nalezení okrajů difrakčních pásů. Pro poněkud lepší schopnost detekce difrakčních pásů u nekvalitních stop EBSD se však přešlo od Burnsova algoritmu k použití Houghovy transformace a jejím modifikacím [52].

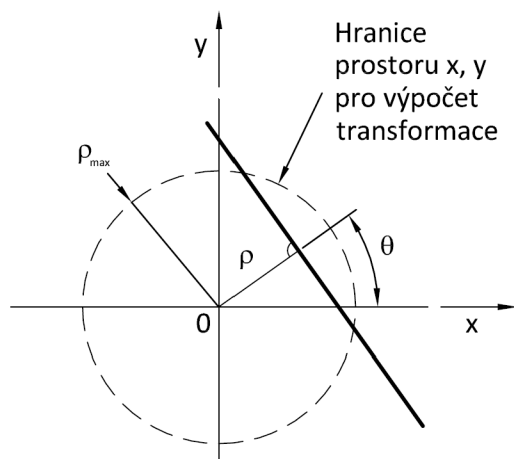
Houghova transformace je vcelku běžný postup detekce přímkových útvarů v obrazech. Matematicky je definována vzorcem [19; 50]:

$$\rho = x \cos \vartheta + y \sin \vartheta \quad (3.6)$$

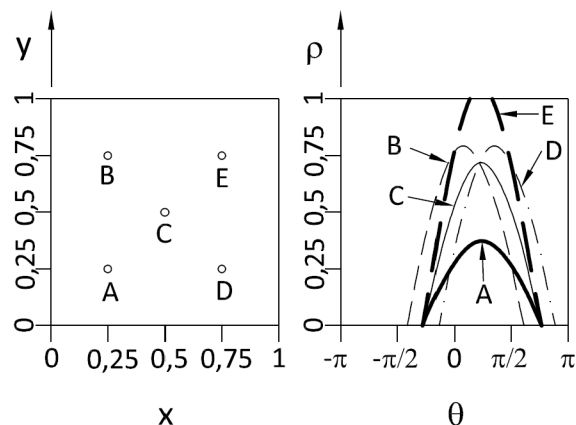
kde x a y mají význam dle obr. 15: jsou to souřadnice v kartézském souřadném systému (šířka a výška obrazu), ρ je euklidovská vzdálenost přímky v rovině x, y a ϑ je úhel mezi průvodičem ρ a osou x . Význam spočívá v transformaci přímky v rovině x, y do bodu v polárních souřadnicích v rovině θ, ρ . S ohledem na reálný algoritmus výpočtu Houghovy transformace ji lze spíše popsat jako transformaci bodu v rovině x, y na křivku v Houghově rovině, neboli bod roviny x, y je definován jako průsečík všech přímek, které jím mohou procházet. Na obr. 16 je ilustrována klíčová vlastnost Houghovy transformace a to, že protínají-li se křivky reprezentující body v rovině x, y , pak tyto body leží na jedné přímce o vzdálenosti ρ od počátku souřadnic, měřené na úsečce se sklonem θ od osy x .

Houghova transformace, striktně vzato, slouží ke zpracování binárních obrazů (obsahujících pouze dvě barvy, zpravidla černou a bílou) a nikoli reálných obrazů ve stupních šedi [19; 50; 53]. Pro tento případ se používá jiná varianta transformace přímkových útvarů, tzv. Radonova transformace. Ta je definována vztahem [54; 55]:

$$R(\vartheta, \rho) = \iint f(x, y) \cdot \delta(\rho - x \cos \vartheta - y \sin \vartheta) dx dy \quad (3.7)$$



Obr. 15: K definici Houghovy/Radonovy transformace: přímka v kartézském systému x, y je převedena na bod v polárním (Houghově) prostoru ϑ, ρ .



Obr. 16: Repräsentace bodu v rovině x, y (vlevo) jako křivky v Houghově rovině (vpravo): protínají-li se křivky, reprezentující různé body, pak tyto body leží na jedné přímce. Podle [50].

kde $R(\vartheta, \rho)$ je hodnota Radonovy transformace v Radonově (Houghově) prostoru, $f(x, y)$ označuje jas pixelu o souřadnicích x, y , δ je Diracova funkce ($\delta=1$, je-li argument roven 0, ve všech ostatních případech je $\delta=0$) a ϑ a ρ mají stejný význam jako u Houghovy transformace.

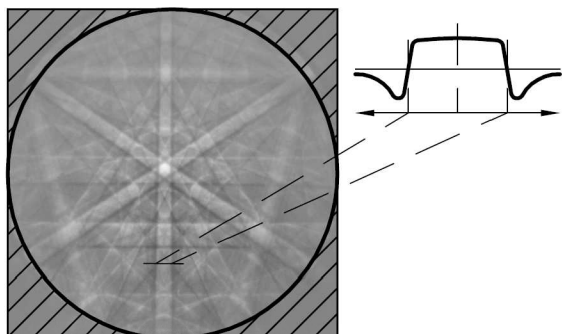
Praktické provedení Radonovy transformace spočívá (ve zjednodušené formě) v tom, že každému pixelu o souřadnicích x_i, y_i a úrovni jasu $I(x_i, y_i)$ v difraktogramu, je přiřazena sinusovka v prostoru θ, ρ a každému jejímu pixelu je připsána hodnota jasu $I(x_i, y_i)$ pixelu x_i, y_i . Tím je v prostoru θ, ρ získána soustava sinusovek o různé intenzitě, jejichž počet odpovídá počtu pixelů redukovaného obrazu – tj. při minimální redukci na 240×240 pixelů se jedná o 57 600 křivek, při nejvyšší redukci na 32×32 pixelů to bude 1 024 křivek. Každá křivka nese informaci o jasu původního pixelu a v průsečících se tato sčítá – vznikají lokální maxima, která odpovídají jednotlivým difrakčním pásům.

Jelikož výška těchto maxim (píků) je kromě aktuálního jasu pixelů, které tvoří daný pás ve zdrojovém obraze, daná také délkou tohoto pásu, mohou, při zdrojovém obraze čtvercového formátu, vznikat například falešně nadhodnocená maxima u nevýrazných pásů v úhlopříčné poloze a překrýt tak píky od intenzivních pásů, ale v okrajových polohách. Proto se zdrojový obraz omezuje kruhovou maskou (viz obr. 15 a obr. 17), která uvedený efekt omezí pouze na gradient jasu v souřadnici ρ . Ten se vyrovná tak, že se od obrazu Radonovy transformace zdrojového obrazu odečte pozadí, které odpovídá Radonově transformaci hladkého obrazu o homogenní intenzitě rovné průměrnému stupni šedi u aktuálně vyhodnocovaného difraktogramu [52], nebo obrazu o jednotkovém jasu všech pixelů, popřípadě ještě může následovat normalizace [56].

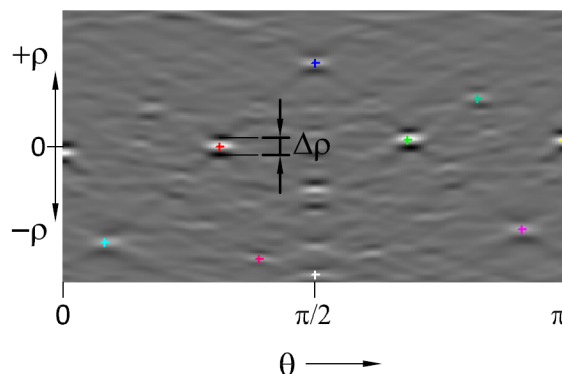
Po předchozích krocích je obraz v prostoru θ, ρ sice tvořen píky, které odpovídají difrakčním pásům, které jsou ale stále zasazený na pozadí s poměrně významnou modulací jasu od transformačních sinusovek jak od nevýrazných pásů, tak i od úseků homogenního pozadí difraktogramu. Detekce píků v Houghově prostoru se proto zlepšuje obvykle použitím filtru s konvoluční maskou typu „motýl“ [45; 53]. Na obr. 18 je příklad Radonovy transformace difraktogramu z obr. 17 po aplikaci výše vyjmenovaných kroků (redukce z 1030×1030 na 240×240 pixelů) a s detekovanými píky. Vhodnou velikost konvoluční masky je třeba přizpůsobit aktuální šířce difrakčních pásů, které mají být detekovány, což snižuje univerzálnost a také přesnost této metody [57]. V [56] Lassen navrhuje metodu tzv.

zpětného mapování Houghových píků a její využití pro přesnou detekci polohy a šířky difrakčního pásu bez využití konvoluce s vynikající úspěšností.

Radonovou transformací je převeden problém nalezení difrakčních pásů o různé úrovni jasu v reálném obraze x, y na vyhledání lokálních maxim v Houghově (Radonově) prostoru. Výsledkem tohoto kroku je soubor nalezených difrakčních pásů - pro omezení výpočetní náročnosti se uvažuje jen zvolený počet těch nejvýraznějších, tj. těch, kterým přísluší nejvyšší píky v Houghově prostoru.



Obr. 17: Difraktogram Si s profilem intenzity napříč jedním difrakčním pásem. Vyšrafována redukční maska.



Obr. 18: Houghova (Radonova) transformace difraktogramu na obr. 17 po aplikaci konvolučního filtru.

Ačkoli se jedná o poněkud rozdílný přístup ke zpracování obrazu, je Radonova a Houghova transformace v literatuře, zabývající se EBSD, často zaměňována. Situaci dále znepřehledňuje existence několika modifikací Houghovy transformace, které mají za cíl zohlednit jasovou hodnotu detekovaných pásů i při použití Houghova algoritmu. Výsledkem je formálně diskretní Radonova transformace, ačkoli se výstupy této modifikované Houghovy transformace a korektní formy diskretní transformace Radonovy liší [56]. Radonova transformace je v současnosti pro EBSD využívána nejčastěji, v obslužných softwarech však lze zpravidla nalézt i některé modifikace transformace Houghovy jako volitelnou alternativu [18; 19; 45; 53].

V obr. 17 je vložen profil intenzity jednoho difrakčního pásu ve stopě EBSD křemíku. Tento průběh jasu je pro stopy EBSD při běžné geometrii snímání nejobvyklejší. Jde tedy o pás s vyšší intenzitou, ohraničený tmavými liniemi, od nichž dále se úroveň jasu opět zvedá. Tento profil se zachová i po Radonově transformaci a projeví se jako dvojice tmavých „údolí“, která ve směru ρ lemují jasný pík v Houghově prostoru. Tohoto uspořádání se s výhodou využívá pro určování šířky difrakčního pásu, která tak lze měřit pomocí rozteče „údolí“ $\Delta\rho$ – viz obr. 18 [30; 53].

Již ve fázi detekce difrakčních pásů se stanovuje první parametr, který lze fyzikálně interpretovat, a to parametr kvality difrakčních stop, nejčastěji označovaný jako IQ („Image Quality“) nebo PQ („Pattern Quality“). Je definován například jako [19; 31; 53; 57]:

$$IQ = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n R(\vartheta_i, \rho_i) \quad (3.8)$$

tedy jako průměrná výška n nejintenzivnějších píků v Radonově (Houghově) prostoru. V [38] je tento parametr definován poněkud komplikovaněji pomocí analýzy Fourierova spektra buď přímo difrakčního obrazce, nebo jeho Radonovy transformace. Wilkinson [58]

použil jako měřítko kvality stopy EBSD koeficienty Fourierova rozkladu profilu intenzity jednoho vybraného difrakčního pásu. Někdy se také pro vyčíslení kvality difrakční stopy používá ostrost hran difrakčních pásů, tedy de facto gradient jasů v profilu intenzity [53].

Interpretace parametru IQ byla naznačena v kap. 3.5, zejména jeho souvislost s podílem mřížkových defektů a lokálními distorzemi mřížky různého původu ve zkoumaném materiálu. Parametr IQ však nelze považovat za absolutní míru obsahu defektů či jiných nedokonalostí mříže a to z toho důvodu, že jeho velikost závisí kromě těchto vlivů i na řadě faktorů externích, jako jsou [18; 26; 30]:

- 1) Uvažovaný počet píků v Houghově prostoru zejména, pokud je IQ definován rovnicí (3.8);
- 2) Celkový jas a kontrast difrakční stopy. Ten ovlivňuje například:
 - a) Kontaminace povrchu vzorku ať už uhlovodíkovými zbytky v komoře REM, nebo kontaminací v procesu přípravy vzorku;
 - b) Způsob přípravy vzorku, tj. rozsah odstranění případného povrchového zhmoždění;
 - c) Nastavení proudu svazku a tím i jeho průměru;
 - d) Nastavení velikosti urychlovacího napětí;
 - e) Nastavení expozice kamery detektoru;
- 3) Orientace konkrétního místa na vzorku – pásy o vysokém jasů (tedy od rovin s vysokým strukturním faktorem) a v pozici, kdy zaujímají většinu obrazové plochy, dají vyšší IQ než v orientacích, kdy do obrazu zasahují jen okrajově [39; 57].

Poměrně novým přístupem k vyhodnocování kvality difrakčních stop je definice parametru IQ pomocí statistických operací přímo s pixely difraktogramu, jejichž výsledkem je například:

- a) Střední hodnota intenzity – „MI“:

$$MI = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n I_{ij} \quad (3.9)$$

- b) Směrodatná odchylka intenzity – „SDI“:

$$SDI = \sqrt{\frac{1}{n^2 - 1} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n (I_{ij} - MI)^2} \quad (3.10)$$

- c) Entropie intenzity – „EI“:

$$EI = - \sum_{k=0}^{255} P_k \ln P_k \quad (3.11)$$

$$P_k = \frac{I_{ij}}{255n^2} \quad (3.12)$$

Kde I_{ij} je intenzita (jas) pixelu v i -tém sloupci a j -tém řádku obrazové matice difraktogramu, n je celkový počet pixelů v řádcích a sloupcích redukovaného obrazu a P_k je pravděpodobnost výskytu k -té úrovně šedi. Parametr IQ podle definice rovnicí (3.9) poskytuje při vykreslení do mapy obraz prakticky shodný s obrazem v BSE v topografickém kontrastu s mírným podílem fázového kontrastu. Definice IQ podle (3.10) poskytuje kontrast

blízký fázovému s podílem topografické složky. Definice ad (3.11) poskytuje obdobný obraz jako podle (3.10), ale s posílenou složkou topografickou [45; 57].

3.6.3.4 Indexace difraktogramu na základě zvoleného počtu identifikovaných pásů

Provádí se obvykle s využitím tzv. „hlasovacího schématu“ [18; 19; 30]. Jeho základem je tzv. „náhledová tabulka“, která pro každou ve vzorku potenciálně přítomnou fázi shrnuje všechny varianty úhlů mezi difrakčními pásy, vzniklými difrakcí na nejsilněji reflektujících přípustných rovinách (dáno výpočtem strukturního faktoru pro dané podmínky difrakce). Příklad takové náhledové tabulky je v tab. 1.

Uvažujeme-li pro jednoduchost jednofázový materiál, probíhá indexace tak, že se ze sady nalezených pásů (obr. 19 vlevo) vyberou všechny možné kombinace trojic pásů (tabulka vpravo v obr. 19, první sloupec) a jejich mezipásové úhly jsou porovnány s náhledovou tabulkou. Sekvenčním výběrem kombinací $(hkl)_i$ a $(hkl)_j$ z náhledové tabulky (včetně jejich symetrických ekvivalentů) je vytvořena množina pravděpodobných indexačních řešení, tj. orientací mřížky – v tabulce v obr. 19 například o deseti prvcích. Je-li pro danou zkoušenou orientaci nalezena shoda mezipásových úhlů v rámci zvolené tolerance (např. 5° [18; 19]), je dané kombinaci pásů připsán „hlas“ – viz opět příslušná tabulka v obr. 19. Jako nejpravděpodobnější řešení indexace je pak to, u něhož bylo dosaženo největšího počtu „hlasů“, tj. to, které zahrnuje největší počet přípustných kombinací trojic pásů – v jednoduchém příkladu na obr. 19 je to řešení „3“ se čtyřmi hlasy.

V soudobých komerčních softwarech [19; 45] se počet hlasů zahrnuje do vyhodnocení správnosti daného řešení jako vstupní veličina do procedury „ranking“, kde figuruje spolu s dalšími parametry, jako jsou: „confidence index“, „Fit“ a „ d_{fit} “.

Prvním parametrem, který lze stanovit již v tomto kroku, je tzv. index spolehlivosti „CI“ (Confidence Index). Ten se definuje například jako [18; 19; 45]:

$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{IDEAL}} \quad (3.13)$$

kde V_1 a V_2 jsou počty hlasů pro první (nejpravděpodobnější) indexační řešení a řešení druhé v pořadí a V_{IDEAL} je celkový počet možných hlasů, nejčastěji na základě počtu detekovaných pásů (používá se i hodnota, odvozená od nastaveného maximálního počtu pásů při Radonově/Houghově transformaci). CI nabývá hodnot mezi 0 a 1, difraktogramům, které nelze indexovat (malý počet nalezených pásů atd.), je přiřazena hodnota -1. Je třeba vzít v úvahu, že $CI = 0$ bude mít i řešení, u něhož platí $V_1 = V_2$ a které tak může být indexováno správně. Jak je patrné, CI slouží k odhadu správnosti indexace, ovšem s jistým omezením. Na základě porovnávání automaticky a manuálně indexovaných řešení u FCC mřížky bylo odvozeno, že řešení s $CI > 0,1$ jsou z 95 % indexována správně [16; 18; 19; 30].

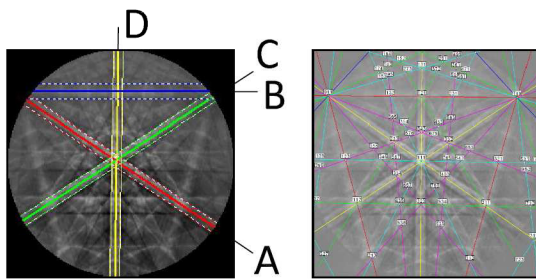
V případě vícefázového materiálu se postup výpočtu CI nejpravděpodobnějšího řešení indexace modifikuje tak, že V_1 reprezentuje počet hlasů nejpravděpodobnějšího řešení pro danou fázi a V_2 počet hlasů druhého řešení bez ohledu na konkrétní fázi.

Dalším parametrem pomocného charakteru, který vystihuje přesnost indexace, je tzv. „Fit“. Je definován jako průměrná úhlová odchylka detekovaných pásů od jejich teoretické polohy, vypočítané na základě nejpravděpodobnějšího řešení.

Uvedené procedury a parametry jsou implementovány v software firmy TSL [19; 45], ale v určitých modifikacích jsou součástí všech používaných programů pro akvizici EBSD dat.

Tab. 1: Příklad náhledové tabulky meziovinných úhlů pro FCC mřížku. Podle [18].

| Úhel [°] | (hkl) ₁ | (hkl) ₂ | Úhel [°] | (hkl) ₁ | (hkl) ₂ | Úhel [°] | (hkl) ₁ | (hkl) ₂ |
|----------|--------------------|--------------------|----------|--------------------|--------------------|----------|--------------------|-------------------------|
| 25,2 | 200 | 311 | 54,7 | 111 | 200 | 80,0 | 111 | $3\bar{1}\bar{1}$ |
| 29,5 | 111 | 311 | 58,5 | 111 | $3\bar{1}\bar{1}$ | 84,8 | 311 | $\bar{1}\bar{3}\bar{1}$ |
| 31,5 | 220 | 311 | 60,0 | 220 | 202 | 90,0 | 111 | $\bar{2}\bar{2}\bar{0}$ |
| 35,1 | 311 | $3\bar{1}\bar{1}$ | 63,0 | 311 | $1\bar{3}\bar{1}$ | 90,0 | 200 | 020 |
| 35,3 | 111 | 220 | 64,8 | 220 | $3\bar{1}\bar{1}$ | 90,0 | 200 | 022 |
| 45,0 | 200 | 220 | 70,5 | 111 | $1\bar{1}\bar{1}$ | 90,0 | 200 | $\bar{1}\bar{1}\bar{3}$ |
| 50,5 | 311 | $3\bar{1}\bar{1}$ | 72,5 | 200 | 131 | 90,0 | 200 | $\bar{2}\bar{2}\bar{0}$ |



Obr. 19: Schéma postupu indexace. Vlevo – difraktogram s detekovanými pásy, uprostřed – indexovaná stopa EBSD, tabulka vpravo – hlasovací schéma. Podle [18].

| Kombinace pásů: | Varianty indexace: | | | | |
|-----------------|--------------------|---|---|-----|----|
| | 1 | 2 | 3 | ... | 10 |
| ABC | X | | | | X |
| ABD | X | | | | X |
| BCD | | | X | | X |
| ACD | | X | | | X |
| Σ | 2 | 1 | 1 | ... | 4 |
| Počty hlasů | | | | | |

3.6.3.5 Ranking

Tento krok se provádí vždy, ale hlavní význam má v případě analýzy vícefázových materiálů. Spočívá v seřazení všech nalezených indexačních řešení podle parametru „Rank“. Rank je číselný parametr, sloužící k rozpoznání správného řešení indexace mezi množinami řešení pro všechny potenciálně přítomné fáze – jejich výběr je prováděn před započítáním analýzy. Výpočet ranku se provádí podle následujícího vzorce [19]:

$$R_i = A \left(\frac{V_i}{V_{max}} \right) + B \left(\frac{CI_i}{CI_{max}} \right) + C \left(\frac{Fit_{min}}{Fit_i} \right) + D \left(\frac{(d_{fit})_{min}}{(d_{fit})_i} \right) \quad (3.14)$$

kde R_i je rank i-té fáze, V_i je počet hlasů nejpravděpodobnějšího řešení v rámci i-té fáze, V_{max} je maximální dosažitelný počet hlasů u nejpravděpodobnějšího řešení bez ohledu na fáze, CI_i označuje CI nejpravděpodobnějšího řešení v rámci i-té fáze, CI_{max} je nejvyšší CI z množiny CI nejpravděpodobnějších řešení bez ohledu na fáze, Fit_{min} je minimální dosažená hodnota parametru Fit (bez ohledu na fázi), Fit_i je hodnota Fit pro řešení v rámci i-té fáze, $(d_{fit})_{min}$ je minimální dosažená hodnota parametru „d_{fit}“ (definovaného jako průměrný rozdíl mezi šířkou detekovaných pásů a šířkou pásů vypočítaných na základě nejpravděpodobnějšího řešení) bez ohledu na fáze a $(d_{fit})_i$ je hodnota parametru d_{fit} nejpravděpodobnějšího řešení u i-té fáze. Koficienty A až D slouží jako váhy jednotlivých členů a jsou volitelné v intervalu 0 až 1.

Řešení s nejvyšší hodnotou ranku reprezentuje nejlépe odpovídající řešení z množiny přípustných řešení od daných fází. Ranking umožňuje při analýze vícefázových materiálů rozlišit difrakční stopy od různých fází a zároveň stanovit jejich orientaci.

Je patrné, že již v této fázi je analýza EBSD značně automatizována, lze však zajít dále a to zavedením zpětné vazby do řídicího systému mikroskopu, která umožní ovládat pohyb primárního svazku. Pak se kroky, popsané v kapitolách 3.6.3.1 až 3.6.3.5 opakují v každém analyzovaném bodě. Dále lze využít spojení s energiově disperzními analyzátory (EDS), je-li dostupné, a snímat v průběhu expozice a zpracování difraktogramů i pulzy ve zvolených energiových oknech EDS spektra.

3.7 Analytické strategie EBSD

Způsob zpracování difrakčních obrazců, popsaný v kap. 3.6.3, je v současnosti plně implementován v softwarovém vybavení analytických systémů pro EBSD a díky tomu je nyní běžné provádět analýzy ve velkém počtu bodů, či s možností prohledávání rozsáhlých krystalografických databází. Z hlediska požadavků na interakci operátora s analytickým systémem lze přistupovat k analýze EBSD podle těchto „strategií“:

1. Manuální
2. Plně automatická
3. Fázová identifikace

3.7.1 Manuální strategie

Přemisťování primárního svazku je na operátorovi, difrakční obrazce se zpravidla zpracovávají postupem dle kap. 3.6.3 s případnou ruční korekcí. Cílem této strategie je zpravidla stanovení krystalové orientace v jednotlivých bodech jedno- i vícefázového vzorku. Fáze přítomné ve vzorku jsou známy a databázové záznamy jejich mřížkových dat jsou aktivovány. Počet analyzovaných bodů se zpravidla pohybuje v jednotkách až desítkách.

Typickou aplikací je analýza orientace jednotlivých zrn nebo jejich částí, využitá například v [59] k určování aktivního skluzového systému.

3.7.2 Strategie plně automatická

Operátor zvolí rozměry popřípadě i tvar analyzované oblasti, krok, s jakým má být oblast prohledána, a typ rastru, v jakém se má při prohledávání postupovat (je-li tato volba k dispozici). Přítomné fáze jsou opět známy a jejich krystalografická data aktivována. Cílem této strategie je zmapování krystalové orientace a případně fázového složení zvolené oblasti vzorku. K analytickému posouzení lze využít i celou škálu parametrů, které přímo nesouvisí s krystalovou orientací, jako je IQ a CI (kap. 3.6.3). Využívanou možností je simultánní sběr pulzů EDS, které lze zahrnout i do procedury postakvizičního vyhledávání správného indexačního řešení u vícefázového materiálu [46; 60].

V případě vysokého počtu chybně indexovaných bodů z důvodu nesprávně stanovené množiny potenciálně přítomných fází, lze zpravidla provést reindexaci bez nutnosti nového sběru difrakčních dat. To je umožněno, pokud se spolu s orientačními daty uchovávají i souřadnice θ, ρ uvažovaných píků v Houghově prostoru [19; 45].

Počty prohledaných bodů mohou být ve stovkách až stovkách tisíců. Díky možnosti vytváření orientačních map si výrobci analytických systémů EBSD zavedli vlastní obchodní

názvy, jako například „Orientation Imaging Microscopy“ – OIM od firmy TSL, popřípadě „Automatic Crystal Orientation Mapping“ – ACOM, nebo též prostě „EBSD mapping“, pod kterými se rozumí právě jen plně automatizovaná analýza EBSD.

Tato strategie je v současnosti nejtypičtějším využitím EBSD

3.7.3 Fázová identifikace

Samostatná manuální strategie, která je podmíněna komunikací s EDS analyzátořem. Přemístování primárního svazku je ruční, zpracování difraktogramů probíhá automatizovaně s velkým podílem operátora na posuzování skutečné shody detekovaných a simulovaných difrakčních pásů. Kandidátské fáze se vyhledávají v databázích krystalografických dat, jako například ICDD nebo uživatelem vytvořených, na základě zaznamenaných prvků v EDS spektru, které slouží k omezení počtu prohledávaných záznamů v databázi. Cílem je určení druhu přítomných fází pomocí měření v jednotlivých bodech, jako například v [33; 61-63].

3.8 Přesnost metody

3.8.1 Faktory ovlivňující přesnost

Přesnost měření krystalové orientace pomocí EBSD je závislá především na těchto vlivech [30]:

1. Kalibrace systému, tj. přesné nalezení středu difraktogramu („Pattern Center“), neboli bodu „N“ v obr. 13. Pečlivou kalibrací lze docílit absolutní přesnosti určení orientace cca $0,5^\circ$ a relativní cca $0,2^\circ$.
2. Gradient jasu a rozlišení obrazu – gradient jasu může způsobit zhoršení rozlišitelnosti difrakčních pásů v části obrazu. Je vlastností geometrického uspořádání a lze podstatně zlepšit korekcí na pozadí. Rozlišení exponovaného hrubého obrazu přímo určuje přesnost dalších kroků jeho zpracování (kap. 3.6.3).
3. Gnómonický charakter projekce v difraktogramu – způsobuje zkreslení při okrajích obrazu a tím pádem nesprávné odečítání úhlů; lze výpočtově korigovat za předpokladu přesné znalosti polohy středu difraktogramu, průměru projekční koule (tj. vzdálenosti bodu dotyku „N“ a stínítka detektoru) a pracovní vzdálenosti.
4. Detekce difrakčních pásů – úroveň rozlišení Houghova algoritmu ovlivňuje přesnost určení polohy a šířky detekovaných pásů. Je dána nutnou úrovní diskretizace (redukci rozlišení obrazu) v zájmu přijatelných výpočetních dob. V případě manuálních strategií EBSD lze nastavit minimální redukci a tím zlepšit přesnost detekce.
5. Indexace – chyby při automatické indexaci vyplývají z nastavených úrovní tolerance shody simulovaných a experimentálních difrakčních pásů. Uvedené chyby se do jisté míry zmenšují tak, že se vypočítá průměr ze všech orientací u zvoleného indexačního řešení, které přísluší těm tripletům (tj. kombinacím difrakčních pásů), které obdržely v průběhu indexace hlas. Indexace se dále zpřesňuje uvážením vyššího počtu difr. pásů.
6. Mechanická přesnost – zahrnuje přesnost ustavení preparátu na stolku mikroskopu nebo v přípravku, přesnost nastavení požadovaného úhlu sklonu, přesnost pojezdu při polohování vzorku a přesnost vychylování primárního svazku do určených bodů. Tyto vlivy limitují prostorové rozlišení metody a také v různé míře snižují přesnost stanovení orientace.

7. Geometrická konfigurace detektoru a vzorku – má vliv na celkový výtěžek BSE a tím na kvalitativní parametry obrazu difrakčních pásů. Vzdálenost stínítka detektoru od vzorku určuje zorný úhel detektoru a tím pádem ovlivňuje pozorovaný výsek projekce krystalografických vztahů – čím je tato vzdálenost menší, tím větší je zorný úhel a tím více prvků difrakčních stop je zaznamenáno (např. os zón), naopak při větších vzdálenostech je těchto prvků méně, ale jsou zobrazeny v podrobnějším měřítku.

3.8.2 Přesnost určení orientace

Podle [30] lze pod souhrnným vlivem faktorů, vyjmenovaných v předchozí kapitole, docílit absolutní přesnosti měření orientace 1° - 2° , při speciálních opatřeních co do omezení vlivu ad 4 až 6 i $0,5^{\circ}$. Relativní přesnost dosahuje běžně $0,5^{\circ}$, lze ji však analogickým postupem také zlepšit.

Jsou-li aplikovány speciální postupy, lze dosáhnout citlivosti při měření relativní orientace v řádech $10^{-2^{\circ}}$ [36].

Podle [15; 64; 65] je třeba brát ohled na konkrétní typ krystalové mřížky, jejíž orientaci určujeme. U každého typu mřížky existují její prostorová natočení, která se v difraktogramu EBSD projevují nejednoznačně – mluví se o takzvané pseudosymetrii. Tento problém se týká hlavně plně automatické strategie, kdy může popsanou nejednoznačnost ještě komplikovat přítomnost více fází ve vzorku. Omezení negativního dopadu těchto skutečností spočívá zejména ve zvýšení minimálního počtu detekovaných difrakčních pásů (zvyšuje výpočetní náročnost a může vést ke zvýšení počtu bodů s malým CI), nebo ve zvětšení zorného úhlu detektoru, je-li to možné, a tím ke zvětšení počtu snímaných difrakčních pásů.

3.8.3 Prostorové rozlišení metody

Pokud posuzujeme prostorové rozlišení při analýzách EBSD, musíme vzít v úvahu tvar a rozměry interakčního prostoru pod primárním svazkem, viz obr. 20, které jsou determinovány [16; 65; 66]:

1. použitým zdrojem elektronů;
2. protonovým číslem materiálu analyzovaného vzorku;
3. urychlovacím napětím primárního svazku;
4. úhlem sklopení vzorku;
5. průměrem primárního svazku.

Prostorové rozlišení, založené na geometrii interakčního objemu, lze charakterizovat pomocí hodnot δx , δy a δz (viz obr. 20) například na základě simulací rozptylu elektronů v pevné látce metodou Monte Carlo. Z obr. 20 je také patrné, že rozlišení podél osy sklopení vzorku δx je asi třetinové oproti rozlišení v kolmém směru δy .

Pro praxi však má význam spíše tzv. efektivní rozlišení, které vykazuje zpravidla menší hodnoty a to díky schopnosti software rozpoznat překrývající se stopy od dvou sousedních „krystalitů“, pokud mezi nimi existuje rozdíl jasů [66; 67]. Příklady typických hodnot efektivního rozlišení podél osy sklopení vzorku, uváděných v literatuře, ukazuje tab. 2.

Pokud by se posuzovalo prostorové rozlišení EBSD na základě velikosti interakčního objemu, mělo by například podle obr. 22 platit, že čím nižší urychlovací napětí zvolíme, tím lepšího rozlišení dosáhneme. To neodpovídá realitě, jelikož je třeba vzít v potaz i účinnost

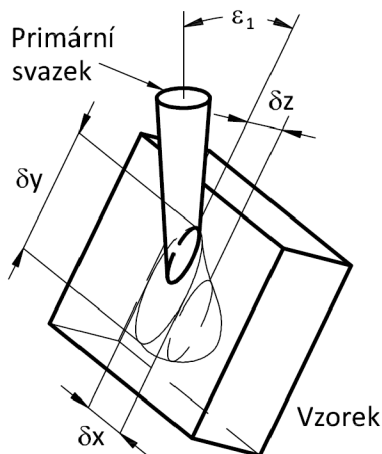
detekce difraktovaných elektronů, která je vyšší pro BSE s vyšší energií – uvádí se, že optimum detekční účinnosti po fosforová stínítka se dosahuje při urychlovacích napětích okolo 20 kV [26].

Tab. 2: Typické hodnoty efektivního rozlišení EBSD pro vybrané materiály a typy elektronových trysek. Zdroj [66].

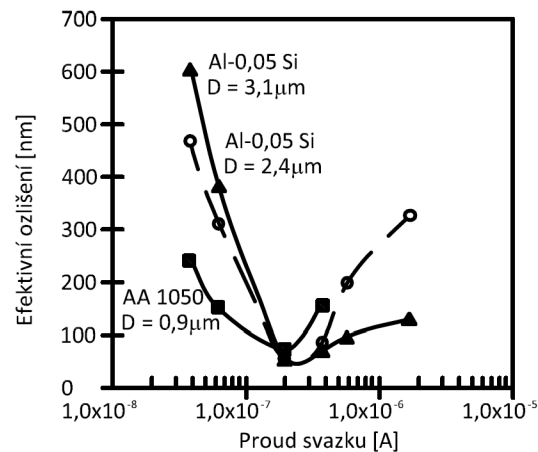
| Materiál: | Zdroj elektronů: | Efektivní rozlišení ve směru x [nm]: |
|---------------|------------------|--------------------------------------|
| Al | Termoemisní | 60 |
| | FEG | 20 |
| Mosaz | Termoemisní | 25 |
| | FEG | 9 |
| α - Fe | Termoemisní | 30 |
| | FEG | 10 |

Podobný trend by bylo nasnadě předpokládat i v případě vlivu velikosti proudu svazku – čím by byl proud svazku nižší, tím lepší by mělo být prostorové rozlišení. Toto tvrzení opět není pravdivé, jak dokazuje obr. 21. Na něm je jasně vidět, že existuje jistá kompromisní hodnota proudu svazku, při které se vyváží účinek snižování proudu svazku (a tím i průměru stopy) a pokles citlivosti detekčního řetězce [16; 68].

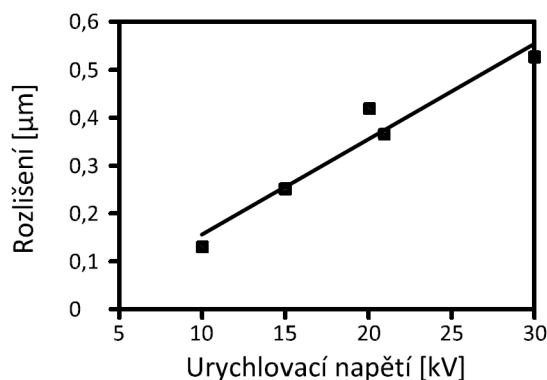
Snížení prostorového rozlišení z titulu velikosti interakčního prostoru lze podle [69] omezit tím, že se vzorek pro EBSD ztenčí do takové míry, aby elektrony, které nemohou díky ztrátám energie přispět k užitečnému signálu na stínítku detektoru, ale stále mají dostatek energie k penetraci do hmoty vzorku, raději prošly vzorkem skrz a byly odvedeny uzemněním. Toho se dosáhne při tloušťkách vzorku blízkých δz dle obr. 20.



Obr. 20: Interakční prostor pod primárním svazkem ve skloněném vzorku pro EBSD. Podle [16].



Obr. 21: Závislost efektivního rozlišení na proudu svazku pro zdroj elektronů typu FEG a několik vzorků Al-slitiny s různou střední velikostí zrna. Podle [68].



Obr. 22: Závislost rozlišení δx v niklu na urychlovacím napětí pro termoemisní zdroj elektronů. Podle [16].

3.8.4 Spolehlivost určení fází

Spolehlivost, s jakou je možno identifikovat fáze přítomné ve vzorku, je třeba posuzovat odděleně pro případ plně automatizované analytické strategie a při bodové identifikaci fází.

V prvním případě hrají roli všechny vlivy zhoršující kvalitu difrakčního obrazce a zavádějící nepřesnosti do procesu detekce difrakčních pásů, tedy faktory ad 1 až 6 z kapitoly 3.8.1. Pro zlepšení spolehlivosti rozlišení fází platí stejná opatření, jako v případě zlepšování přesnosti určení orientace [70].

V případě strategie fázové identifikace má již vliv na spolehlivost výsledku i operátor. Na něm leží posoudit, zda navrhované řešení z kandidátských fází je správné, posuzuje platnost záznamů v krystalografických databázích a vylučuje duplicity či pochybná data. Z metodického hlediska je nemožné za běžných podmínek rozlišit fáze o stejném typu mřížky ale s malými rozdíly v mřížkových parametrech. Uvádí se, že například mřížku tetragonální s tetragonalitou do 2% nelze například spolehlivě odlišit od mřížky kubické [65].

3.9 Obecné požadavky na vzorek a metody jeho přípravy

Požadavky na vzorek pro analýzy metodou EBSD se odvíjí od všeobecných omezení, platných pro preparáty pozorované v REM s některými zpřísněními:

1. Vzorek musí být dostatečně vodivý – jedná-li se o izolant (typicky keramika), je nutné aplikovat speciální postupy analýzy, které omezí nepříznivé vlivy nabíjení preparátu [71]: velmi krátké expoziční časy, snížené urychlovací napětí (omezeno zdola účinností fosforového luminoforu), velmi tenké vodivé povlaky apod.
2. Povrch vzorku nesmí být příliš reliéfní – výrazné odchylky od kalibrovaného úhlu sklonu vedou k nepřesnostem v určování orientace, nebo mohou vystupující partie reliéfu zastínit zčásti či zcela difrakční obrazec, což má za následek selhání detekčních algoritmů.
3. Povrchové vrstvy preparátu nesmí být zhmožděné vlivem přípravy vzorku – úniková hloubka difraktovaných elektronů je v řádech desítek nm (uvádí se typicky 20 - 50 nm [18; 67; 72]). Zvýšená hustota dislokací při povrchu degraduje difrakční obrazec, nehledě na nereprezentativnost výsledků vzhledem k objemu vzorku.

4. Povrch vzorku by neměl být nijak kontaminován – některé postupy přípravy vzorků mají za následek deponované vrstvy zplodin, nemělo by se jich tedy užívat nebo je třeba zplodiny vhodným způsobem odstranit. Stejně nepříznivě působí oxidace delší dobu připravených preparátů. Uhlovodíková kontaminace v průběhu analýzy také působí nepříznivě, nicméně její efekt není do takové míry degradující, aby znehodnotil výsledky analýzy při jednom přeběhu svazku [73].

Postupy přípravy vzorků musí zohledňovat zejména body 2 až 4 předchozího výčtu. U kovových materiálů se proto volí běžné metalografické postupy broušení a leštění s tím, že po leštění je třeba nějakým způsobem odstranit zhmožděnou vrstvu. V omezeném počtu případů lze volit leptání, zpravidla tak lze učinit u čistých kovů, popřípadě jednofázových slitin, pokud tím nevznikne nadměrný reliéf. Obvykle je lépe doleštit chemicko-mechanickou cestou na koloidních disperzích ať už SiO_2 nebo Al_2O_3 .

Popsaný postup postačuje u materiálů vyšší tvrdosti (oceli jiné než hlubokotažné, slitiny těžkých kovů). U materiálů měkkých (některé čisté kovy, slitiny lehkých kovů, hlubokotažné oceli) je na výběr mezi:

1. Elektrolytickým leštěním - spolehlivě funguje u čistých kovů, je ovšem riziko vzniku kontaminačních vrstev, leptových důlků a jiných artefaktů. U vícefázových materiálů je sklon ke tvorbě výrazného reliéfu díky selektivnímu rozpouštění přítomných fází. Volba správného elektrolytu a pracovních podmínek pro daný materiál je otázkou zkušenosti, odhadu a zkoušek.
2. Iontovým odprášením - lze aplikovat na většinu materiálů, je ovšem třeba nastavit vhodné parametry procesu, jako energie iontového svazku a úhel jeho dopadu. Nevhodnou kombinací parametrů může dojít k implantaci iontů procesního média do povrchu vzorku a tím opět k degradaci difrakčních obrazců.

V případě keramiky zpravidla není problém s povrchovým zhmožděním díky vysoké tvrdosti, ale spíše s její nevodivostí. Proto pro přípravu vzorků z ní vystačíme se zavedenými metalografickými metodami.

3.10 Postakvizitní zpracování dat EBSD

V předchozím textu byl naznačen fyzikální princip metody EBSD a naznačena v současnosti obvyklá metodika měření. Výstupem z něj je soubor dat, ve kterém jsou zejména zaznamenány tyto údaje:

- 1) Souřadnice pixelu v rámci analyzované oblasti;
- 2) Orientace daného pixelu ve formě Eulerových úhlů;
- 3) Přiřazená fáze;
- 4) Confidence index – CI;
- 5) Polohy a intenzity píků v Houghově prostoru;
- 6) Pomocné parametry (IQ, Fit, d_{fit} , pulzy EDS ve zvolených oknech, aj.).

Údaje ad 1 až 4 se zaznamenávají vždy, ostatní parametry lze volit podle dalšího záměru analýzy.

Data v popsané formě lze použít buď přímo k zobrazení v některé z obvyklých podob, nebo jsou předtím podrobena filtraci k odstranění chybně indexovaných bodů. Filtraci je vhodné provést ve většině případů, neboť – byť ojedinělý – výskyt chybných bodů je téměř pravidlem. Důvod pro tento fakt lze hledat v lokálním zhoršení kvality stopy a tím v jen

minimálním počtu detekovaných pásů ve stopě, nebo například v pseudosymetrii v dané stopě [64; 74].

3.10.1 Filtrace

K filtraci dat EBSD se využívá několika základních postupů:

- 1) Průměrování některého parametru v rámci „zrna“ – typicky např. orientaci pixelů, které tvoří „zrno“, lze zprůměrovat a „zrno“ reprezentovat jednou hodnotou;
- 2) Rekonstrukce hodnoty nějakého parametru na základě jeho hodnot v sousedních bodech – například orientace chybného bodu může být rekonstruována na základě orientace toho ze sousedních pixelů, který má nejvyšší CI;
- 3) Dilatace „zrn“ – zavedená operace obrazové analýzy, v rámci EBSD se využívá stejným způsobem;
- 4) Speciální algoritmy, kontrolující například vzájemný orientační vztah mezi sousedními pixely na riziko chyby indexace díky pseudosymetrii, nebo na možnost výskytu krystalografických dvojčat.

Po filtraci jsou data připravena k dalším výpočtům a interpretaci pomocí map a histogramů.

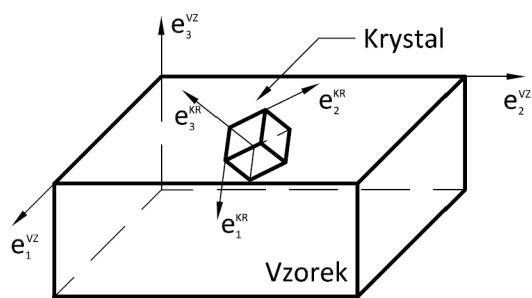
3.10.2 Definice vybraných pojmů

Pojem „zrno“ byl v předchozím odstavci uváděn v uvozovkách, neboť jeho definice na podkladě dat EBSD nabývá poněkud specifické podoby oproti zavedenému chápání. Pojmů, které si zasluhují podrobnější komentář v zájmu dalšího výkladu, je více a jedná se zejména o tyto:

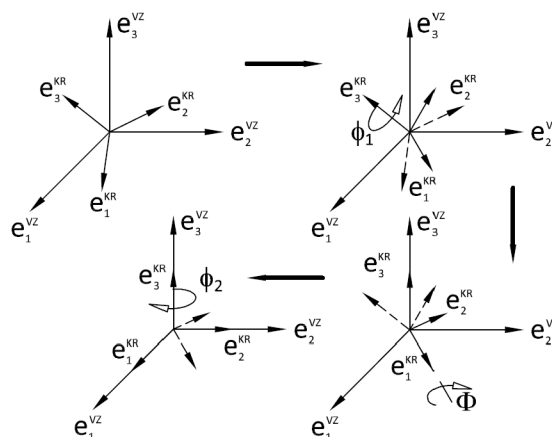
- 1) Orientace;
- 2) Deorientace;
- 3) Zrno;
- 4) Inverzní pólový obrazec (IPF);
- 5) Mapa IPF (také „orientační mapa“);
- 6) Značení souřadných os
- 7) Parametr KAM.

3.10.2.1 Orientace

Doposud byl pojem orientace používán bez upřesnění, pouze s nepsaným odkazem na přirozenou představu. V kontextu EBSD se orientace definuje prvotně pomocí trojice Eulerových úhlů, vyjadřujících potřebné rotace kolem různých souřadných os, které vedou ke sjednocení souřadného systému vzorku a systému spojeného se základní (krystalografickou) buňkou – viz schéma na obr. 23. V systémech EBSD nejpoužívanější notaci Eulerových úhlů podle Bungeho spolu s jejich významem popisuje obr. 24. Jedná se o trojici rotací, které se uskutečňují okolo os e_1 a e_3 spojených s krystalem o úhly ϕ_1 , Φ a ϕ_2 . Vyjádření orientace pomocí Eulerových úhlů slouží primárně pro výpočty, neboť potřebný matematický aparát je pro tento účel vypracován právě na jejich základě. Navíc se toto vyjádření nejnázne převádí na ostatní používaná, jako je orientační matice, Rodriguezův vektor, kvaterniony, popřípadě páry rovina-směr či osa-úhel [16; 75; 76].



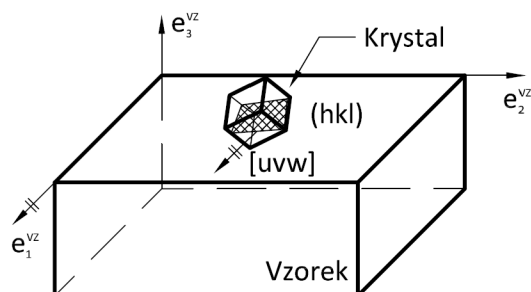
Obr. 23: Souřadné systémy vzorku (VZ) a krystalu (KR).



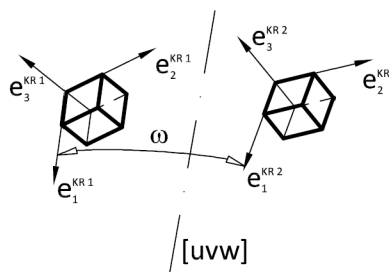
Obr. 24: Definice trojice Eulerových úhlů podle Bungeho.

Z hlediska materiálového inženýrství je přirozenější vyjadřování krystalové orientace pomocí notace rovina-směr. Ta je zavedena zejména pro popis přednostní orientace a spočívá v udání Millerových indexů krystalové roviny rovnoběžné s povrchem vzorku a indexů směru rovnoběžného s významnou osou externího (makroskopického) souřadného systému nebo významným směrem, např. se směrem válcování. V obr. 25, ilustrujícím tento způsob zápisu orientace, je jako vztažný směr volena osa e_1^{VZ} .

Obecně vzato, hovoří-li se o orientaci, má se na mysli úhlový vztah mezi nějak natočenou krystalovou mřížkou v analyzovaném bodě a vnějším referenčním souřadným systémem, spojeným s makroskopickou podobou vzorku.



Obr. 25: Vyjádření orientace pomocí páru rovina-směr.



Obr. 26: Vyjádření dezorientace pomocí páru osa-úhel.

3.10.2.2 Dezorientace

Dezorientace je definována velmi podobně jako orientace, ale za referenční systém je v tomto případě volen krystalový souřadný systém jiného (sousedního, definované vzdáleného, apod.) datového bodu. Lze využít identickou množinu deskriptorů jako v případě orientace, nicméně zavedenou notací pro tento případ je pár osa-úhel, kdy se stanoví Millerovy indexy směrového vektoru $[uvw]$ prostorově obecně orientované osy, okolo které se provádí rotace o úhel ω za účelem sjednocení dvou souřadných systémů. Geometrický význam těchto parametrů ilustruje obr. 26. Aby byl zápis osa-úhel jednoznačný, stanovuje se

podmínka, že se ze všech možností prostorového umístění osy rotace a korespondujícího úhlu rotace volí taková, při níž je úhel ω minimální.

Ostatní zápisy dezorientace jsou také používány, ale jsou pro přímé vyjádření krystalografických vztahů méně vhodné.

Pojem dezorientace je tedy používán v situacích, kdy je třeba popsat vzájemnou krystalografickou orientaci dvou míst v analyzované oblasti. Často se také údaje o poloze osy rotace vynechávají, nejsou-li pro daný případ důležité (např. nespeciální hranice zrn).

3.10.2.3 Zrno

Při definici zrna se vychází z faktu, že data EBSD mají podobu sítě obrazových či datových bodů – pixelů o známé krystalové orientaci. Jednotlivé pixely se sdružují do zrn, pokud jsou splněny následující dvě podmínky [19; 45]:

- 1) Dezorientace dvou sousedních pixelů uvnitř zrna nepřekračuje zvolenou mez;
- 2) Počet pixelů, které tvoří zrno je vyšší než stanovené minimum.

Takováto definice zrna má například ten důsledek, že dezorientace těsně sousedících pixelů uvnitř zrna sice nepřekračuje zvolenou mez (například $\omega < 15^\circ$ – poloha osy rotace zde nehraje roli), ale dezorientace mezi pixely např. při protějších hranicích téhož zrna mohou tuto mez výrazně překračovat.

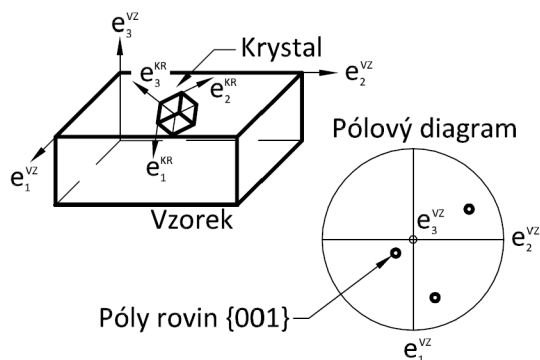
Z kontroly podmínky 1) lze velmi jednoduchým postupem vyloučit např. dvojčatové hranice, neboť tyto jsou definovány specifickým orientačním vztahem – například žíhací dvojčata v kovech s plošně středěnou mřížkou kubickou mají charakteristickou dezorientaci v podobě rotace o 60° okolo osy $\langle 111 \rangle$.

Podmínka 2) se zavádí z toho důvodu, aby výpočet velikosti zrna nebyl příliš citlivý na jednotlivé chybně indexované body a nevnášel do statistiky chybu nadhodnocením „jednopixelových zrn“. Počet pixelů, který se stanoví jako minimální, je závislý mimo jiné také na rozteči analyzovaných bodů v oblasti, jíž je dána i velikost pixelu v rozměrových jednotkách.

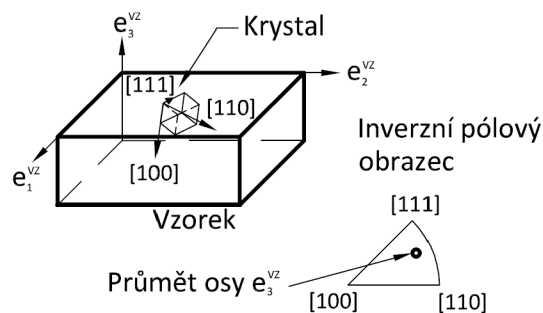
Velikost zrna lze stanovovat několika způsoby, nejběžnější je výpočet průměru zrna jako průměru kruhu o shodné ploše, jako zrno.

3.10.2.4 Inverzní pólový obrazec

Inverzní pólový obrazec je antipodem pólovému obrazci (diagramu), běžně užívanému ke znázorňování krystalové orientace. Pólový obrazec vyjadřuje, s využitím nějakého druhu projekce (nejčastěji stereografické), vztah zvoleného krystalografického směru vůči souřadnému systému vzorku – viz obr. 27. Inverzní pólový obrazec naproti tomu znázorňuje vztah zvoleného směru v souřadném systému vzorku (nejčastěji přímo některé ze souřadných os) k významným směrům dané krystalové soustavy. Tento vztah se zakresluje do základního stereografického trojúhelníka, jak je znázorněno na obr. 28.



Obr. 27: Vztah normál rovin {001} soustavy kubické k souřadnému systému vzorku a jeho znázornění pólovým obrazcem.

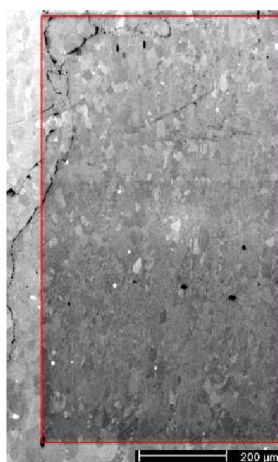


Obr. 28: Vztah zvoleného směru v souřadném systému vzorku a významných směrů. Zakreslen v základním stereografickém trojúhelníku krystalové soustavy kubické.

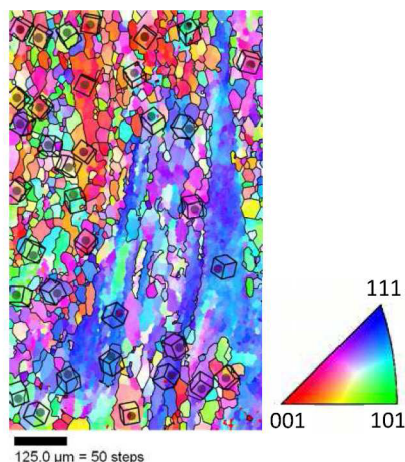
3.10.2.5 Mapa inverzního pólového obrazce

Pokud přiřadíme různým částem plochy základního stereografického trojúhelníka, vycházejícím z jeho vrcholů a středů stran, vhodně volené kontrastní barvy, pak lze každému pixelu v analyzované oblasti přisoudit takovou barvu, která je jedinečná podle polohy průmětu sledovaného makroskopického směru v inverzním pólovém obrazci. Provedením tohoto barevného kódování u všech analyzovaných bodů vzniká dvoudimenzionální „orientační mapa“, neboli „mapa inverzního pólového obrazce“. Tato mapa se tedy vždy sestavuje pro jeden konkrétní sledovaný makroskopický směr.

Pojmenování „mapa inverzního pólového obrazce“ vznikl překladem z anglického „Inverse Pole Figure Map“ (zkr. „IPF“). Byť nevyjadřuje příliš elegantně svůj obsah, bude v dalším textu používán, zvláště ve zkrácené formě „mapa IPF“, jako synonymum k přílehlavějšímu pojmenování „orientační mapa“. Vysvětlující příklad podoby mapy IPF pro směr normály k povrchu vzorku, tj. pro souřadnou osu e_3^{VZ} v obr. 28 obsahuje obr. 30.



Obr. 29: Snímek povrchu vzorku hliníku v sekundárních elektronech s ohraničenou oblastí analýzy EBSD.



Obr. 30: Mapa IPF (vlevo) s vloženými simulovanými polohami základní buňky a příslušný barevný klíč (vpravo) oblasti z obr. 29.

3.10.2.6 Značení souřadných os

V průběhu vývoje metody EBSD se ustálily některé konvence, které vyplývají z někdejší nejčastější aplikace metody a to při zjišťování míry přednostní či náhodné orientace, tj. při analýzách textury, ve tvářených materiálech. Notace souřadných os byla převzata z aparátu rentgenovské texturní analýzy a z toho titulu se makroskopické souřadné osy uvnitř programů pro analýzu dat EBSD označují v souladu s významnými směry ve tvářených materiálech:

$e_1^{VZ} = RD = \text{„Rolling direction“}$ – směr válcování;

$e_2^{VZ} = TD = \text{„Transverse direction“}$ – příčný směr;

$e_3^{VZ} = ND = \text{„Normal direction“}$ – normálový směr.

Orientace jednotlivých os vůči vzorku je patrná ze schématu na obr. 23. V analytickém software se implicitně předpokládá osa RD totožná se směrem spádu povrchu vzorku při natočení do pracovní polohy, osa TD totožná s osou, okolo které natočení probíhá, a osa ND je normálou povrchu vzorku.

3.10.2.7 Parametr KAM

V dalším textu je poměrně často využíváno parametru „KAM“, což je zkratka pro „Kernel Average Misorientation“, neboli průměrnou dezorientaci na jádře.

Výpočet parametru „Kernel Average Misorientation“ je rozšířením „klasické“ dezorientace na širší okolí (jádro, „kernel“) sledovaného pixelu (středu jádra). „Klasická“ dezorientace je definována (obr. 31) jako soubor šesti samostatných hodnot (v šestiúhelníkové síti), které určují úhlovou odchylku mezi krystalografickými orientacemi n-tého pixelu v síti a jeho šesti nejbližšími sousedy. Slabina takto definované dezorientace již byla zmíněna v kapitole 3.10.2.3 a dá se stručně popsat jako krátký geometrický dosah této veličiny, která neumožňuje zjistit úhlové změny krystalografické orientace na delším úseku, než je jedna rozteč pixelů v síti. Hodnota dezorientace (přesněji pouze úhlu dezorientace) je de facto vlastností segmentu hranice mezi pixely.

Naproti tomu parametr KAM je právě s ohledem na výše uvedené okolnosti definován jako hodnota, přiřazená pixelu ve středu jádra, která je rovna průměrnému úhlu dezorientace mezi tímto pixelem a všemi sousedy, kteří leží na kružnici o poloměru jádra, tedy na jeho perimetru. Poloměr jádra se udává jako pořadové číslo ekvidistantní množiny pixelů, které tvoří perimetr jádra.

Pro ilustraci je na obr. 32 uvedeno schéma zachycující případ, kdy se zjišťuje KAM na jádře o poloměru 2, neboli k výpočtu jsou brány sousední ekvidistantní pixely druhé v pořadí od středu jádra. Je tedy vypočítáno 12 úhlů dezorientace a ty jsou poté zprůměrovány do hodnoty KAM.

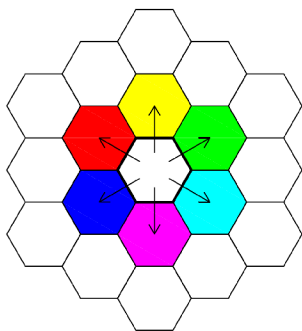
Aby do výpočtu parametru KAM nevstupovaly například velkoúhlové hranice zrn, volí se maximální úhel dezorientace, který je ještě přípustný jako vstupní hodnota pro průměrování. Čili – pokud v daném perimetru narazíme na pixely, jejichž dezorientace vůči středu jádra přesahuje daný maximální úhel, jsou tyto pixely vyřazeny z výpočtu a do hodnoty KAM pro aktuální střed jádra nepřispívají.

Velikost poloměru jádra je volitelná již od 1, tj. lze počítat průměrnou dezorientaci i vzhledem k těsným sousedům. Shora bývá poloměr omezen až několika desítkami pixelů.

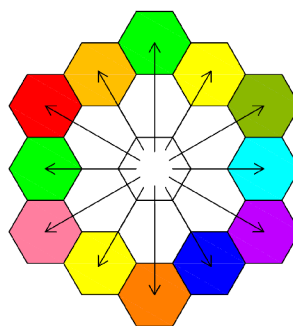
Volbou poloměru jádra se volí geometrický dosah parametru KAM a je třeba při ní brát do úvahy rozteč pixelů v síti.

V poslední době se začíná používat i rozšířená definice KAM, kdy se uvažuje nejen dezorientace mezi perimetrem a středem jádra, ale i mezi středem jádra a všemi sousedními pixely až po perimetr [77].

Význam parametru KAM tkví především ve schopnosti zachytit míru distorze krystalové mřížky, přičemž citlivost detekce se nechá ovlivňovat volbou poloměru jádra, případně i maximálním úhlem dezorientace.



Obr. 31: Schéma výpočtu dezorientace mezi nejbližšími sousedy.



Obr. 32: Schéma výpočtu průměrné dezorientace na jádře s perimetrem definovaným druhými nejbližšími sousedními pixely.

4 Úvod k experimentální části

4.1 Cíle práce

Jak bylo již naznačeno v úvodu, pro tuto práci byly vytčeny dva hlavní cíle:

- 1) Ověřit vhodnost dostupného zařízení EBSD pro analýzu struktury ultrajemnozrnných materiálů, konkrétně mědi, a aplikovat ji poté na sledování strukturních změn daného materiálu při tepelné expozici;
- 2) Ověřit spolehlivost metody EBSD při určování fázového složení a to při aplikaci na určování podílu zbytkového austenitu v oceli TRIP při rostoucí plastické deformaci.

4.2 Metodika

Oba výše uvedené body v sobě zahrnují ověření některé složky rozlišovací schopnosti metody EBSD. Pro tento účel byly zvoleny vždy dvě jiné experimentální metody, vůči kterým bylo provedeno srovnání. V případě bodu 1) to byly:

- A) EBSD na zařízení s elektronovým zdrojem typu FEG;
- B) mapování velké oblasti metodou SLEEM.

V případě bodu 2) byly voleny tyto srovnávací metody.

- A) rentgenová prášková difraktometrie;
- B) neutronová difrakce, opět na práškovém difraktometru.

Ve všech případech se jednalo o experimenty, u nichž byl volen přístup „site specific“ – tedy takový, při němž jsou srovnávány analýzy provedené různými metodami ale z identického místa vzorku. Tento přístup samozřejmě nebylo možné dodržet vždy a to z principiálních důvodů, kterými byly buďto velké rozdíly interakčních objemů různých metod, nebo samotný cíl analýzy, pokud šlo o ověřování reprezentativnosti.

Jelikož konkrétní metodika se u obou bodů liší a je mimo jiné odvislá od experimentálního materiálu, který byl pro daný cíl zvolen, bude v dalším textu použito členění právě podle něj – tedy na část věnovanou experimentům na ultrajemnozrnné mědi a na oceli TRIP. V každé z těchto kapitol bude věnována pozornost i poněkud podrobnějšímu popisu konkrétních zvolených srovnávacích experimentálních metod.

4.3 Použitý systém EBSD

4.3.1 Popis

Analytický komplex využitý v této práci je nainstalován jako příslušenství k rastrovacímu elektronovému mikroskopu „Philips XL 30“ s termoemisním zdrojem elektronů a vakuovou soustavou tvořenou turbomolekulární a rotační vývěvou, bez možnosti řízeného zvýšení pracovního tlaku v komoře.

Systém sestává z detektoru EBSD osazeného CCD kamerou „DigiView 1612“, vybavenou chlazením CCD čipu Peltierovým článkem. Osa tubusu detektoru je v rovině kolmé na primární svazek směřována kolmo na osu sklápění stolku mikroskopu, jímž se realizuje potřebný pracovní sklon, který činí 75°. V rovině kolmé na osu sklápění stolku je detektor instalován v depresi 10° od vodorovného směru. Průměr fluorescenčního stínítka činí 40 mm.

Obraz difrakčních stop je z kamery přenášen paralelní sběrníci do video karty „Matrox Meteor II“, instalované v samostatné pracovní stanici standardu PC. Ta je vybavena ovládacím softwarem „OIM Data Collection 3.54“ pro mapování orientací a „OIM Delphi 2.0“ pro fázovou identifikaci a dále vyhodnocovacím programem „OIM Analysis“ verzí 3.08 (od roku 2009 i 5.31), vše výrobce TSL.

Zpětná vazba k ovládacím obvodům mikroskopu je realizována pomocí sériového rozhraní RS232 mezi pracovní stanicí a externí ovládací jednotkou „MSC 2200“ (TSL). Mezi touto jednotkou a mikroskopem pak probíhá komunikace po dvou kanálech rozhraní SCSI – jedním se přenáší vychylovací napětí na vnější vstupy konzoly mikroskopu, druhým se opačným směrem přenáší obrazová data z detektorů SE/BSE z ovládacího počítače mikroskopu. Z jednotky MSC2200 je také ovládán motorický výsuv detektoru z- a do pracovní pozice pomocí druhé linky RS232. Přenos požadavku na odžhavení zdroje elektronů není umožněn.

Pulzy z analyzátoru EDS („Sapphire LEAP“ výrobce EDAX) jsou pro ovládací programy EBSD přístupné přes běžné síťové rozhraní z ovládacího počítače mikroskopu, na kterém je nainstalován, kromě programového balíku EDAX, i pomocný komunikační skript „EDAX Remote Server“. Komunikace s vlnově disperzním analyzátozem není zřízena.

Popsaný celek je umístěn v laboratoři Odboru strukturní a fázové analýzy Ústavu materiálových věd a inženýrství Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně.

V dalším textu bude používána terminologie zavedená výrobcem představeného analytického systému EBSD, firmou TSL. Jiní výrobci prosazují pro některé veličiny či postupy vlastní označení – jejich definice a přesné znění však většinou nejsou autorovi v současné chvíli dostupné.

4.3.2 Nominální parametry

Nominální zobrazovací rozlišení mikroskopu Philips XL 30 v sekundárních elektronech je 3,5 nm při urychlovacím napětí 30 kV.

Prostorové rozlišení při analýze EBSD není výrobcem mikroskopu ani EBSD systému deklarováno. EBSD systém disponuje maximální snímací frekvencí 64 Hz (neboli 64 snímků za sekundu) při ideálních podmínkách, tj. nejmenším rozlišení kamery, velkém proudu svazku a z toho vyplývající krátké expoziční době a také při hrubém rozlišení Houghovy transformace s minimálním počtem detekovaných pásů nezbytných k indexaci stop. Maximální rozlišení kamery detektoru činí 1300x1030 pixelů.

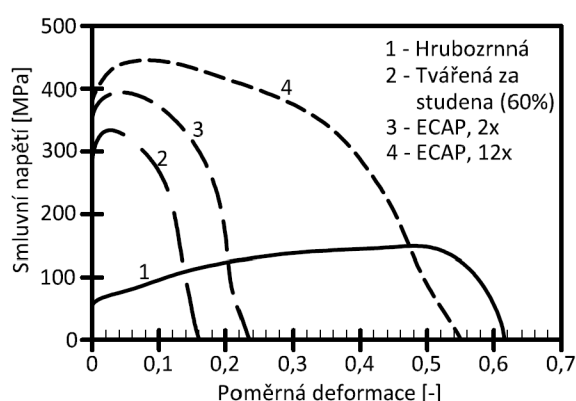
Systém EBSD je kalibrován v rozsahu pracovních vzdáleností (tj. vzdáleností bodu dopadu primárního svazku na vzorek od pólového nástavce) 10 až 30 mm. Kolmá vzdálenost stínítka detektoru a bodu dopadu (vzdálenost |ON| dle obr. 13) se v kalibrovaném rozsahu pracovních vzdáleností pohybuje od cca 21,1 mm do cca 18,6 mm.

5 Ultrajemnozrná měď

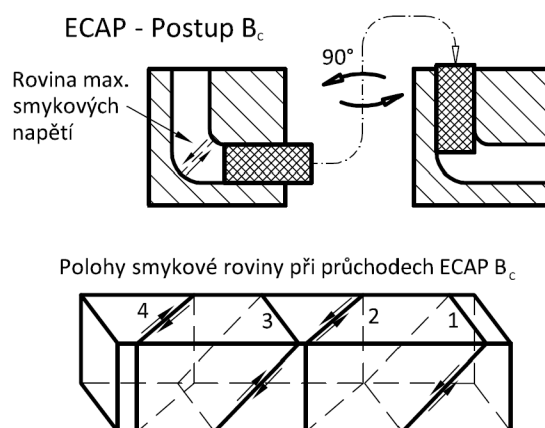
5.1 Stručný úvod k ultrajemnozrným materiálům

V průběhu posledních přibližně dvaceti let se dostaly do popředí zájmu materiálových vědců materiály s – v ideálním případě – nanokrystalickou strukturou, jelikož poskytují unikátní kombinaci mechanických vlastností, zejména tažnosti a pevnosti [78]. Řada z nich je potenciálně velmi vhodná k superplastickému tváření s rychlostí deformace mnohdy až o řád vyšší, než je tomu u materiálů s konvenční velikostí zrna [79]. Superplasticitu lze zjemněním zrna vyvolat i u materiálů, u nichž je za jiných okolností neobvyklá, jako u slitin hořčíku [80-82].

Zmíněnou výhodnou kombinaci tažnosti a pevnosti ilustruje obr. 33 na příkladu mědi, která při konvenční velikosti zrna vykazuje sice velkou tvárnost, ovšem za cenu nízké pevnosti. Tato nevýhoda se dá odstranit zjemněním zrna, kupříkladu některým „SPD“ procesem, tedy procesem využívajícím extrémní plastické deformace (Severe Plastic Deformation). SPD techniky získaly oblibu díky tomu, že umožňují vytvářet jemnozrné struktury u objemných vzorků materiálu bez rizika pórovitosti, jako je tomu u metod práškové metalurgie, a navíc disponují potenciálem k průmyslovému rozšíření [78]. Jelikož výstupem SPD technik není obvykle materiál nanokrystalický, ale spíše velmi jemně zrnitý v řádu zlomků mikrometrů, vžilo se pro tuto kategorii označení „ultrajemnozrná“, se zkratkou „UFG“ z angl. Ultra-Fine Grained.



Obr. 33: Porovnání tahových diagramů mědi s různým zpracováním. Podle [83].



Obr. 34: Schéma metody ECAP, postupu B_c (nahore) a smykové roviny, využitě při čtyřech následujících průchodech (dole). Podle [79].

V našem případě UFG mědi je oním použitým SPD procesem metoda ECAP – „Equal Channel Angular Pressing“. Metoda ECAP je jedna z mnoha SPD technik, kterými se dá zjemňovat mikrostruktura zejména kovů. Její princip je v jedné z variant schematicky uveden na obr. 34. Základem metody ECAP je vnášení plastické deformace pomocí protlačování „biletu“ materiálu skrze zalomený kanál zápusťky, přičemž velikost vnesené deformace lze řídit jednak geometrickými parametry zápusťky (úhel mezi vstupní a výstupní částí kanálu, poloměry zaoblení jejich přechodů) ale zejména počtem průchodů. Opakované průchody zápusťkou ECAP jsou umožněny nezměněným průřezem vstupního a výstupního kanálu.

Průchod zápusťkou při technice ECAP lze uskutečnit několika základními způsoby, označovanými A až C, které lze dále kombinovat [79]. Někteří autoři tak sestavením

komplexnějších deformačních cest rozlišují postupy ECAP až k symbolu E [84]. Pro účely navazujícího výkladu bude popsán pouze postup, označovaný jako B_C . Ten se uskutečňuje tak, že bilet materiálu je po každém průchodu zápustkou ECAP otočen kolem své podélné osy o 90° v jednom smyslu. Tímto postupem se dosáhne protváření materiálu smykovou deformací ve dvou různých rovinách, podle toho jak je bilet při aktuálním průchodu natočen vůči rovině maximálních smykových napětí, která leží v rovině napojení obou částí kanálu ECAP zápustky – viz obr. 34 nahoře.

Díky tomu, že se po každém průchodu provádí otáčení o 90° v jednom smyslu, je při každém druhém průchodu na řadě stejná smyková rovina, ale v opačném smyslu deformace – obr. 34 dole. Postup B_C je tak z množiny známých způsobů průchodu zápustkou ECAP jeden z těch, u kterých dochází k takzvané redundantní deformaci. Redundance zde spočívá v tom, že smyková deformace se uskutečňuje v dané rovině střídavě v jednom a opačném smyslu, dochází tedy teoreticky k rušení jejich účinků.

Představa vynulování deformace je ovšem založena na jednoduchých modelech deformace krychlového elementu izotropního kontinua při průchodu zápustkou, které neberou v úvahu deformační chování reálných materiálů, tj. existenci přednostních skluzových systémů. V [79] je zároveň s prezentací této představy doloženo, že postup B_C vedl (po čtyřech průchodech) ze všech zkoušených jako jediný ke struktuře tvořené téměř rovnoosými zrny při pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM).

5.2 Motivace experimentů

Ultrajemnozrný materiál je mimořádně vhodným prostředkem pro experimenty jejichž účelem je ověření rozlišovací schopnosti EBSD. Díky zjemněné struktuře je důvodný předpoklad výskytu krystalických oblastí o velikosti na mezi detekovatelnosti pro zařízení, které je k dispozici. Navíc v případě mědi je možnost srovnání i s literárními údaji, neboť měď byla jedním z prvních kovů, na kterém byly postupy SPD zkoušeny a její mikrostrukturní parametry proto byly zkoumány již několika různými metodami včetně EBSD [85-90].

Měď není sice příliš široce technicky zajímavý materiál, nicméně v minulosti posloužila jako velmi vhodná modelová materie ke zkoumání některých základních degradačních procesů (například únava v celém průběhu Wöhlerovy křivky včetně asymetrií [91; 92], aj.) a je tak o ní známo dostatečné množství experimentálních dat. Uvedené tvrzení se ovšem týká především prací na mědi s konvenční velikostí zrna, v oboru UFG je množství dostupných dat poněkud menší a některá zjištění jsou i rozporná. Zejména se to týká literatury, zabývající se tepelnou stabilitou UFG struktur vytvořených procesy SPD. Jejím rozbořením se dospělo k závěru, že stabilita UFG struktury bude silně záviset na konkrétním chemickém složení daného materiálu a také na podmínkách jeho SPD zpracování.

5.3 Použitý materiál

Materiálem použitým k experimentům byla UFG měď, připravená SPD procesem ECAP a to osmi průchody postupem B_C . Materiál byl získán prostřednictvím spolupráce Ústavu fyziky materiálu (ÚFM) AVČR s prof. R. Z. Valievem z Institutu fyziky pokročilých materiálů Státní letecké technické univerzity v Ufě, kde bylo prováděno protlačování ECAP.

Chemické složení použitého materiálu je uvedeno v tab. 3, ze které vyplývá, že se jednalo o měď komerční čistoty 99,92 %. Na konci procesu ECAP měla podobu válcového biletu o průměru 20 mm a délce 120 mm, který byl poté obroben na průměr 16 mm a délku

100 mm, v kterýchžto rozměrech byl dodán. Mechanické vlastnosti, zjištěné zkouškou tahem (provedena na ÚFM AVČR), byly: mez pevnosti 387 ± 5 MPa a mez kluzu 375 ± 4 MPa.

Tab. 3: Chemické složení UFG mědi.

| Cu, nejméně | Maximální obsah nečistoty (10^{-3} hm. %) | | | | | | | | | | |
|-------------|--|----|----|----|----|----|----|---|----|----|----|
| | Bi | Sb | As | Fe | Ni | Pb | Sn | S | O | Zn | Ag |
| 99,9 hm. % | 1 | 2 | 2 | 5 | 2 | 5 | 2 | 4 | 50 | 4 | 3 |

5.4 Popis experimentů

5.4.1 Postup

Experimentální práce na UFG mědi byly rozděleny do tří fází:

- 1) Ověření správnosti detekce na dolní mezi rozměrové škály strukturních jednotek – tzn. zrn, subzrn, buněk či krystalitů.
- 2) Ověření reprezentativnosti měření mikrostrukturních parametrů pomocí EBSD na „rozumně velké“ ploše ve vztahu k celkové ploše vzorku.
- 3) Po ověření přístrojových předpokladů následovalo „rutinní“ využití EBSD ke sledování strukturních změn UFG mědi při tepelné expozici – žíhání v peci s ochrannou atmosférou argonu.

5.4.2 Vzorky

Pro všechny tři výše zmíněné body byly z biletu UFG mědi (obr. 35), jehož část byla k dispozici, vyrobeny vzorky s tvary a rozměry podle obr. 36. Vzorky pro žíhací experimenty vznikly oddělováním kruhových přířezů o tloušťce cca 5 mm a jejich rozdělením na tři přibližně stejně široké díly. Dělení probíhalo na pomaloběžné metalografické pile s diamantovým kotoučem, přičemž bylo dbáno na zachování povědomí o poloze smykové roviny při posledním průchodu ECAP záпустkou. U vzorků, které pocházely z okrajových částí přířezů, bylo provedeno zploštění oblé části a kolmé sražení jedné z ostrých hran pro lepší manipulaci a možnost vrtání otvoru (viz dále).

Vzorek pro porovnávací měření měl tvar a rozměry přizpůsobeny snadné manipulaci a jednoduché adjustaci na standardní podložky pro elektronovou mikroskopii. Preparovaná plocha byla tvořena podélným řezem biletu, stejně jako u vzorků žíhacích.

Žíhací vzorky byly zality zastudena do akrylátové pryskyřice a plochy pro analýzy byly vyleštěny běžným metalografickým postupem, tj. broušením zamokra na brusných papírech a mechanickým leštěním na diamantových pastách do velikosti zrna $1 \mu\text{m}$, poté následovalo vyjmutí z pryskyřice. Dále byla do žíhacích vzorků vyvrtána mělká díra o průměru 1,5 mm a hloubce cca 2 mm jako šachta pro teplotní sondu, po čemž byly vyprány v ultrazvukové lázni v izopropylalkoholu.

Porovnávací vzorek byl připraven ručně, shodným metalografickým postupem jako vzorky ostatní. Broušení probíhalo v přípravku pro paralelní upnutí vzorků, aby byla zajištěna rovnoběžnost broušené plochy se zadní stěnou vzorku. Leštění již probíhalo z ruky.

Dokončovací operací u všech vzorků bylo elektrolytické leštění v elektrolytu sestávajícím z kyseliny fosforečné, ethanolu, izopropylalkoholu a destilované vody. Leštění probíhalo v externí cele, zřízené z laboratorní kádinky o objemu 800 ml, do níž byla vsunuta plochá katoda z plechu z korozi vzdorné oceli, pod kterou bylo vloženo teflonové míchací

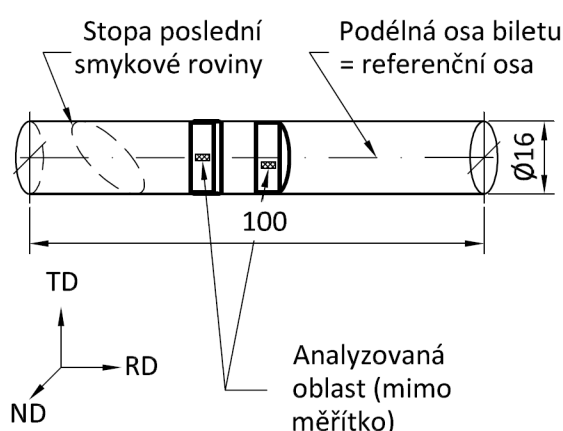
tělíska. Celek byl umístěn na desku magnetického míchadla a pomocí laboratorního stojanu byl do lázně proti katodě do vzdálenosti cca 8 až 10 mm umístěn vzorek upnutý v pinzetě, na níž byl přiveden kladný pól zdroje napětí. Teplota lázně byla kontrolována laboratorním teploměrem s rozlišením 1°C.

Leštění probíhalo za následujících podmínek:

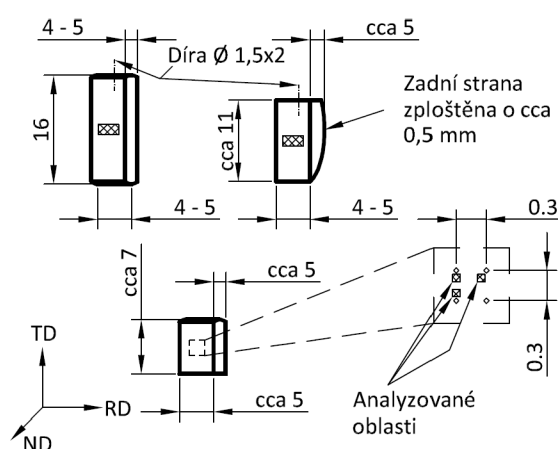
- Napětí mezi vzorkem a katodou = 10 V
- Teplota elektrolytu = 10 až 14°C
- Čas leštění = 60 s
- Elektrolyt promícháván magnetickým míchadlem při otáčkách cca 800 až 1000 min⁻¹

Po leštění následovalo znovu praní v ultrazvukové lázni v izopropylalkoholu.

Žíhací vzorky byly před založením do mechanického upínacího přípravku a do mikroskopu pro orientaci označeny rýhami ostrým hrotem.



Obr. 35: Geometrie biletu a typické umístění odebíraných vzorků spolu s orientací analyzovaných oblastí vůči makroskopickým souřadným osám.



Obr. 36: Geometrie vzorků k problému tepelné stability (horní řada) a pro experiment ověřující rozlišení (dole). Vlevo dole platný makroskopický souřadný systém.

5.5 Ověření správnosti detekce nejmenší strukturní jednotky

Pro získání představy o vhodnosti či nevhodnosti analytického zařízení, jež je k dispozici, k charakterizaci UFG mědi bylo zvoleno srovnání s etalonovým zařízením vybaveným zdrojem elektronů typu FEG. Takové zařízení disponuje dle tab. 2 typickým efektivním prostorovým rozlišením cca o 60 % lepším, než REM se zdrojem termoemisioním.

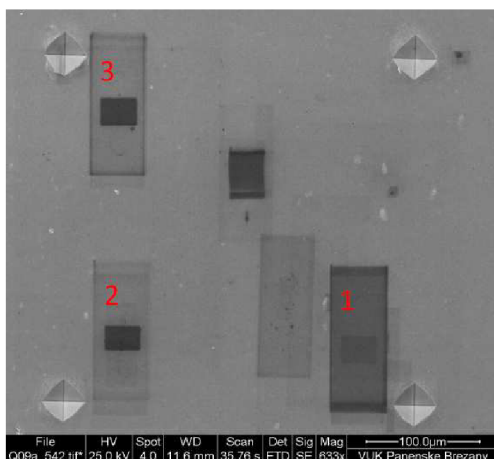
5.5.1 Postup měření

Etalonovým analytickým komplexem byl rastrovací elektronový mikroskop „Quanta 200 - FEG“ s emitorem FEG výrobce FEI. Jeho výbavu tvoří, mimo jiné, EBSD komplex výrobce TSL, založený na detektoru s kamerou „DigiView II“ a obslužným programem „OIM Data Collection 5.31“. Ten je integrovaný, spolu s vlnově a energiově disperzními analyzátoři pro lokální chemickou analýzu, do balíku s obchodním názvem „Trident“ výrobce EDAX. Obrazové rozlišení v SE při 30 kV je nominálně lepší než 2 nm. Podrobnější popis konkrétního zařízení je k dispozici v [93].

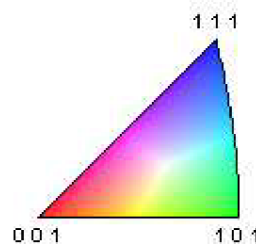
Pro porovnávací měření byl zvolen přístup „site-specific“, tj. měření na etalonovém a ověřovaném zařízení bylo prováděno na stejném místě vzorku UFG mědi. Měření byla prováděna v oblastech, situovaných uvnitř čtvercové zóny o hraně 0,3 mm, ohraničené vtisky indentoru Vickersova mikrotvrdoměru (obr. 36 dole). Vzorek byl upevněn pomocí uhlíkové lepicí pásky na unifikovanou podložku Philips/FEI o průměru 12,5 mm.

Jako první bylo provedeno měření na etalonovém zařízení. Místa analýzy byla volena tak, aby nedocházelo ke zkreslení vlivem plastického toku materiálu a s ním spojenou elevací povrchu v blízkosti tvrdoměrných vtisků. Celkem byly analyzovány tři oblasti při parametrech uvedených v tab. 9 a tab. 11 v přílohách. Vlivem postupu přípravy vzorku byly na jeho povrchu adsorbovány zbytky uhlovodíků, které způsobovaly během analýz vznik kontaminačních stop, jež ovšem usnadnily opětové zaměření analyzované oblasti.

Na porovnávaném „domácím“ zařízení se podařilo úspěšně reanalyzovat pouze dvě z oblastí, změřených na etalonovém systému, dále označované 2 a 3 (obr. 37). Problémy způsoboval zejména drift vzorku patrně ve spojitosti s kontaminací. Ta sice ještě nebrání vzniku dostatečně kvalitních difrakčních stop, nicméně nabíjení kontaminační vrstvy může ovlivnit dráhu primárního i difraktovaného svazku.



Obr. 37: Oblasti úspěšně analyzované na etalonovém systému (1 až 3) a zároveň na porovnávaném (2 a 3).

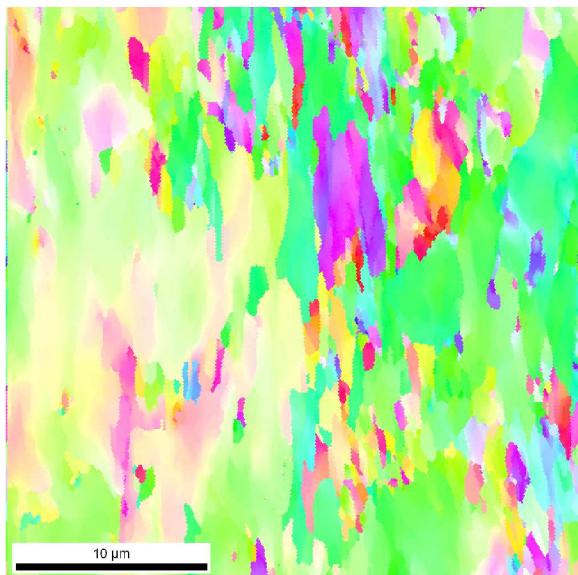


Obr. 38: Základní stereografický trojúhelník s barevným klíčem orientací k mapám IPF. Barevný klíč je shodný u všech uvedených map IPF.

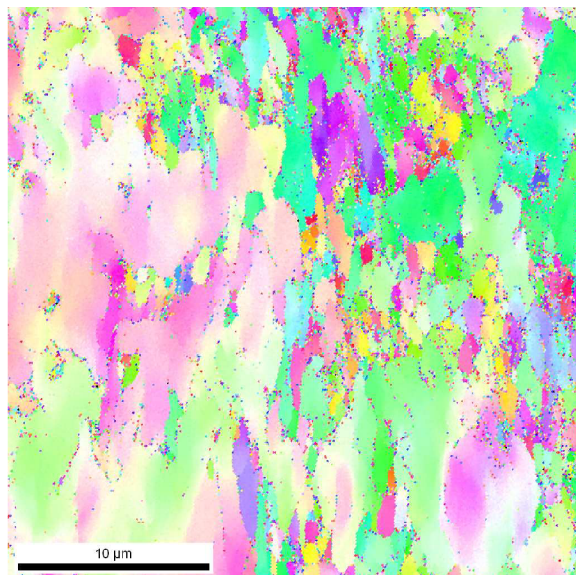
Nastavení domácího systému při úspěšných analýzách je uvedeno v přílohách v tab. 12 a tab. 13. Parametry analýz byly již při etalonovém měření voleny s ohledem na možnosti porovnávaného systému. Ten z titulu řádově menšího proudu primárního svazku nenabízí využití maximálního rozlišení kamery detektoru, protože by se tím neúměrně prodlužoval čas analýzy s rizikem přepálení vlákna zdroje. Z těchto důvodů byl v obou případech volen maximální binning na CCD čipu tj. 8 x 8 pixelů, přičemž nastavení přístrojů se mezi oblastmi 2 a 3 liší pouze v urychlovacím napětí, které zároveň určuje nutný expoziční čas. Analýza oblasti 2 tak na domácím systému při 15 kV trvala cca 4,5 hodiny proti 2,7 hodinám u oblasti 3 při 25 kV.

5.5.2 Výsledky porovnávacího měření a jejich rozbor

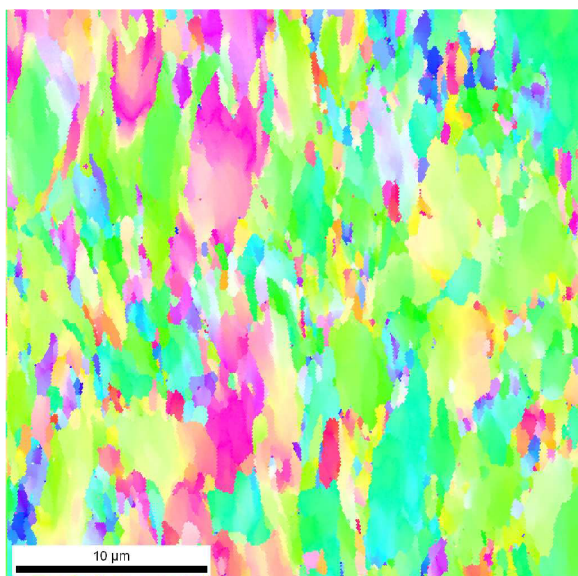
Obr. 39 a obr. 40 obsahují orientační mapy (mapy IPF) z oblasti 2 pro vztažný směr totožný s osou biletu, tj. „RD“, a obr. 41 s obr. 42 ukazují totéž pro oblast 3. Barevné kódování orientací se řídí klíčem na obr. 38. Ve všech případech se jedná o hrubá, tj. nefiltrovaná data.



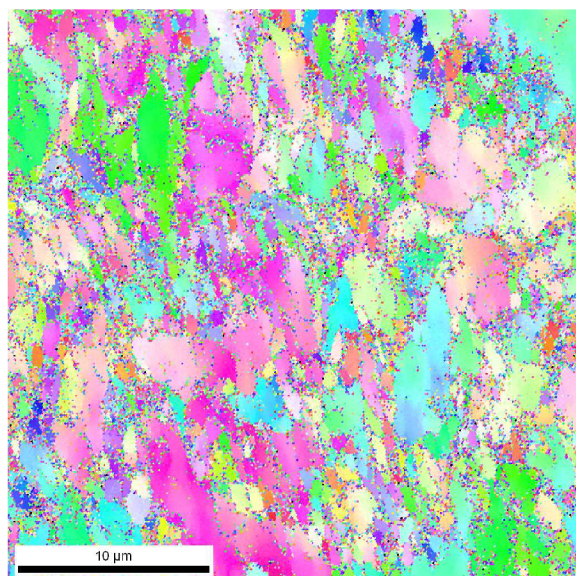
Obr. 39: Mapa IPF pro směr „RD“ z oblasti 2, etalonové zařízení, 15 kV. Data bez filtrace.



Obr. 40: Mapa IPF pro směr „RD“ z oblasti 2, domácí zařízení, 15 kV. Data bez filtrace.



Obr. 41: Mapa IPF pro směr „RD“ z oblasti 3, etalonové zařízení, 25 kV. Data bez filtrace.



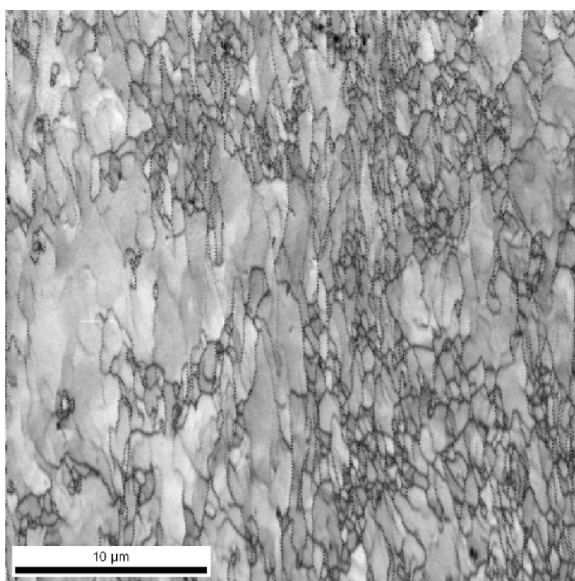
Obr. 42: Mapa IPF pro směr „RD“ z oblasti 3, domácí zařízení, 25 kV. Data bez filtrace.

Srovnáním obou párů obrázků vyplyne několik rozdílů:

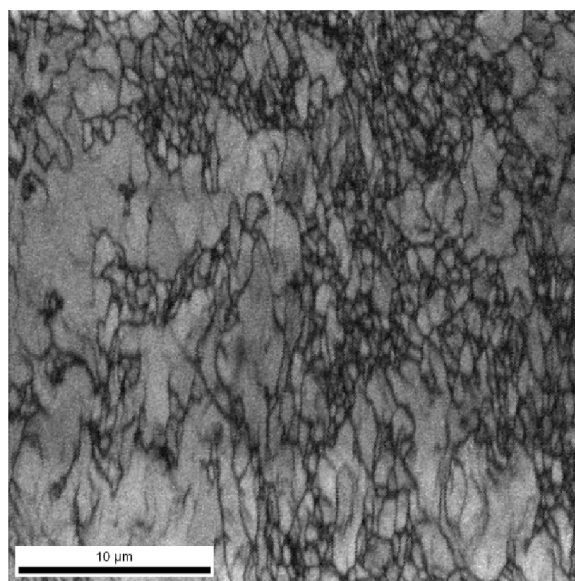
- 1) Mapy z domácího systému vykazují vysoký podíl šumu a indikují tak nutnost filtrace;
- 2) Mezi mapami z domácího systému, získanými při různém urychlovacím napětí, existuje rozdíl v hladině šumu – mapa při 25 kV vykazuje vyšší zašumění;

- 3) Mapy z obou systémů se navzájem liší geometrickou distorzí odpovídajících oblastí („zrn“) – jeden či oba systémy zkreslují;
- 4) Tvarově si odpovídající oblasti v jednotlivých mapách v páru jsou kódovány jinou barvou, což by mělo indikovat rozdílnou orientaci.

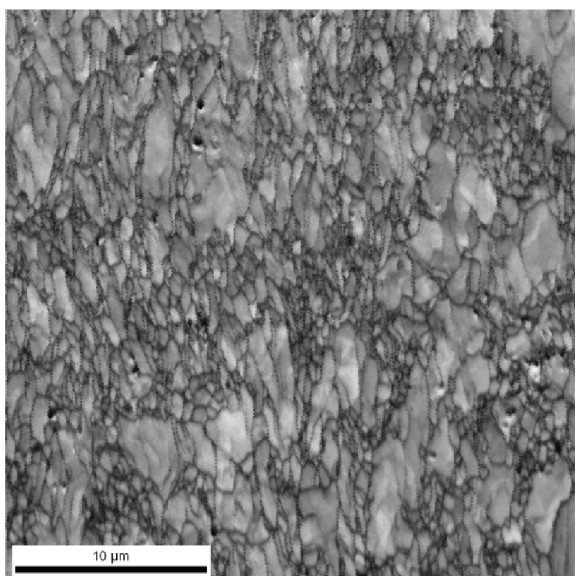
Z bodů 1 a 2 vyplývá jednoznačná penalizace domácího systému při analýzách UFG materiálů a tou je samotný termoemisní zdroj elektronů. Z něj se odvozuje poměrně velká stopa svazku (při obdobném nastavení kondenzoru na domácím i etalonovém mikroskopu – viz nastavení parametru „spot“ v tab. 9 až tab. 13 v přílohách), která zapříčiňuje při přechodu hranic strukturních jednotek difrakci z obou sousedních krystalitů a tím vznik nejednoznačných difrakčních stop.



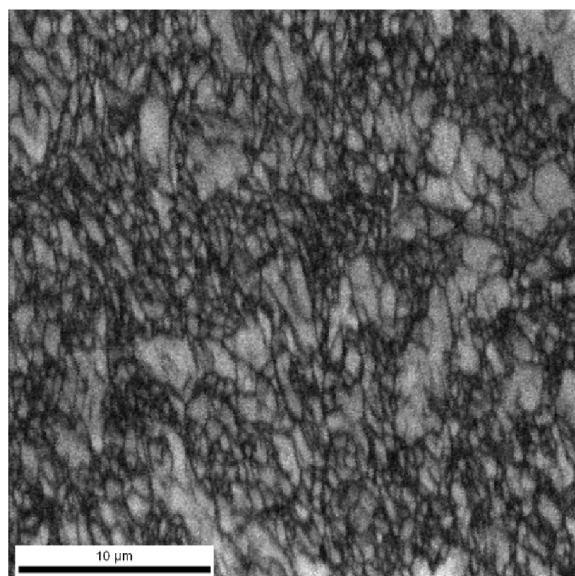
Obr. 43: Mapa parametru IQ oblasti 2, etalonové zařízení, 15 kV.



Obr. 44: Mapa IQ oblasti 2, domácí zařízení, 15 kV.



Obr. 45: Mapa parametru IQ oblasti 3, etalonové zařízení, 25 kV.



Obr. 46: Mapa IQ oblasti 3, domácí zařízení, 25 kV.

Rozdíl ve velikostech stop a tím i v interakčních objemech lze kvalitativně posoudit již z difuzivity či ostroty hranic krystalitů, které se projevují na mapách parametru IQ (obr. 43 až obr. 46) jako místa s nízkou úrovní jasů. Na uvedených obrázcích lze vidět rozdíl mezi výsledky domácího systému při 15 kV a 25 kV: mapy IQ při menším urychlovacím napětí vykazují lepší ostrot, odvozenou opět z redukovaného interakčního objemu vlivem snížení energie primárních elektronů. Mapy IQ z etalonového systému vykazují obdobnou závislost, ale v daleko menší míře. Srovnáním polohy šumových dat v mapách IPF a IQ z domácího systému zjistíme, že tato připadají zejména na místa s nízkými hodnotami parametru IQ. Zvětšení interakčního objemu při 25 kV u etalonového systému zapříčinilo zcela zanedbatelný podíl šumových dat.

Aby bylo možné využívat domácí systém pro práce na UFG materiálech, je třeba najít postup, kterým se zašuměná orientační data přiblíží co nejlépe referenční podobě, jakou představují měření na etalonovém systému. Podařilo se sestavit filtrační sekvenci (podrobněji popsanou v kapitole 5.5.2.1), kterou se takového stavu nechá dosáhnout. Výstupy ze dvou variant nastavení zmíněné filtrační sekvence obsahuje obr. 47 až obr. 52. Mapy IPF jsou v nich upraveny tak, aby bylo možno přímo porovnávat tvary a velikosti zrn mezi referenčním měřením a filtrovanými daty. Úpravy spočívaly v oříznutí map tak, aby následující kroky analýzy zahrnovaly pouze oblasti pokryté měření oběma systémy. Mapy z etalonového měření byly dále pro prezentaci anizotropicky zmenšeny v ose Y, aby bylo kompenzováno geometrické zkreslení, které je podrobněji rozebráno v kapitole 5.5.2.2, jinak nebyly manipulovány.

5.5.2.1 Filtrace dat

Šum v orientačních mapách vzniká díky stopám s nízkou kvalitou, u kterých dochází k chybné indexaci. Zpravidla se takové body dají identifikovat pomocí parametru CI (confidence index) a na základě něj lze provést filtraci. Filtrace může sestávat z jednoho či několika kroků a může buď původní orientační popřípadě fázová data zachovávat (nedestruktivní), nebo manipulovat (destruktivní). Volba jednotlivých filtračních metod a jejich parametrů je silně individuální a záleží na konkrétních výchozích podmínkách [71; 77]

V dané situaci se nejlépe osvědčila filtrační sekvence sestávající z těchto tří kroků:

- 1) Normalizace parametru CI v rámci jednotlivých zrn procedurou „Grain CI standardization“;
- 2) Restaurace orientačních dat algoritmem „Neighbour CI correlation“;
- 3) Jedna iterace dilatace zrn.

Ad 1 – Grain CI standardization:

Normalizace parametru CI v rámci jednoho zrna procedurou „grain CI normalization“ vyžaduje určení limitní hodnoty dezorientace na hranici zrna a minimální velikosti zrna v pixelech. Tento algoritmus nezmění orientaci jednotlivých chybných datových bodů (je tedy nedestruktivní), pouze přiřadí průměrný CI všem bodům, které splňují definici zrna. Schematické znázornění funkce tohoto algoritmu je na obr. 53. Uskutečňuje se ve dvou fázích, v první jsou datové body seskupeny do zrn podle zadaných kritérií, poté jsou vypočteny průměrné hodnoty CI v rámci jednotlivých zrn a přiděleny všem pixelům jednoho zrna.

Primárním účelem tohoto algoritmu je korekce nízkých hodnot CI u jinak správně indexovaných datových bodů, což se děje v případě, kdy se počty hlasů dvou následujících

variant indexace liší jen málo - viz kap. 3.6.3.4. Jednapixelová „zrna“ nejsou eliminována, není jim však uměle zvyšována úroveň CI.



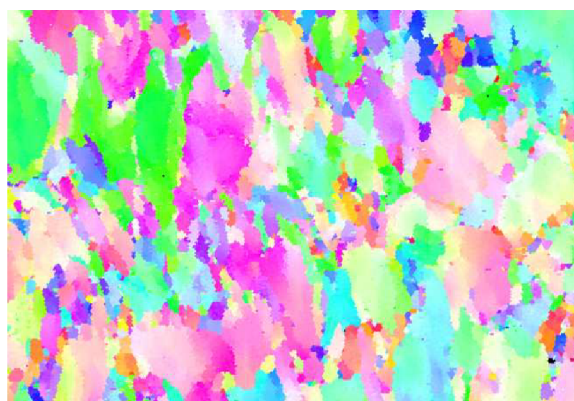
Obr. 47: Mapa IPF pro směr RD oblasti 2 po korekci na drift. Etalonové zařízení, 15 kV.



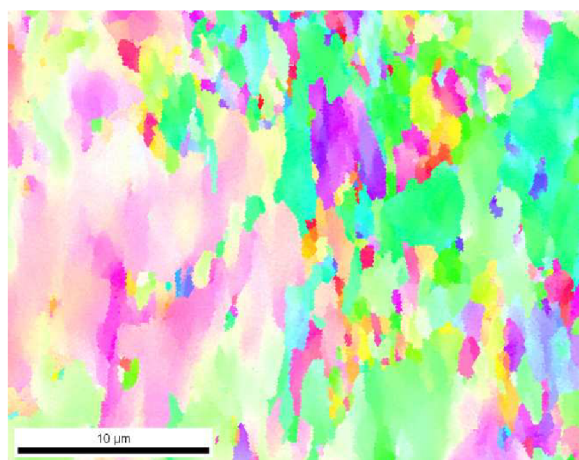
Obr. 48: Mapa IPF pro směr RD oblasti 3 po korekci na drift. Etalonové zařízení, 25 kV.



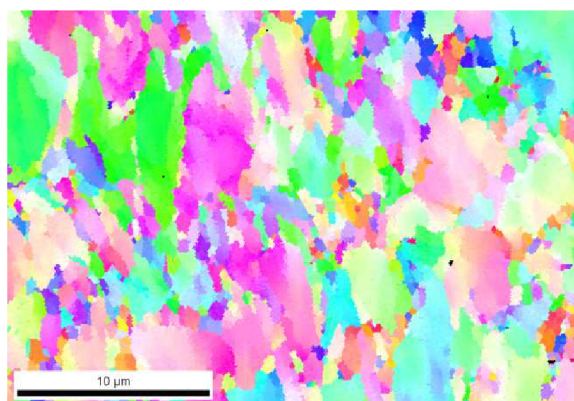
Obr. 49: Mapa IPF pro směr RD oblasti 2 po filtraci dle verze 1. Domácí zařízení, 15 kV.



Obr. 50: Mapa IPF pro směr RD oblasti 3 po filtraci dle verze 1. Domácí zařízení, 15 kV.



Obr. 51: Mapa IPF pro směr RD oblasti 2 po filtraci dle verze 2. Domácí zařízení, 15 kV.



Obr. 52: Mapa IPF pro směr RD oblasti 3 po filtraci dle verze 2. Domácí zařízení, 25 kV.

Měřítka je společné pro všechny obrázky na stránce.

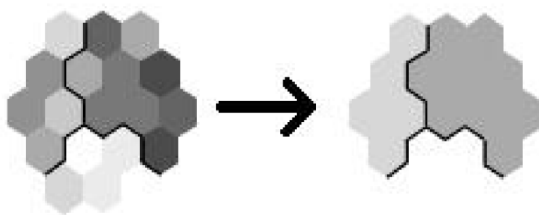
Nevýhodou tohoto postupu je nutnost volby limitní dezorientace na hranici zrna a jeho minimální velikosti již v tomto kroku předpřípravy orientačních dat, kdy nemusí být ještě zcela jasné, jaká hodnota bude posléze nejlépe charakterizovat mikrostrukturu daného materiálu. Vodítkem pro volbu minimální velikosti zrna může být úvaha, že při rafinaci zašuměných dat u UFG materiálů spíše hrozí nadhodnocení počtu velmi malých (jednopixelových) zrn a také, že minimální velikost zrna by měla být v realistické korelaci se zvoleným krokem sítě při sběru dat. Význam uvedeného tvrzení je ten, že v hrubých sítích může malé zrno představovat i jeden datový bod, kdežto v jemných sítích je třeba spojovat více bodů. Obecně se uvažuje, že pro správnou identifikaci zrna s tolerancí k chybám měření je třeba slučovat alespoň 3 nebo lépe 5 pixelů (datových bodů) [16; 68].

Pro všechny analýzy byla volena minimální hranice 5 pixelů na zrno, čímž se zavádí spodní práh detekce velikosti strukturní jednotky. Jeho hodnotu D_{min} lze odvodit ze známých parametrů analýzy pomocí vztahu:

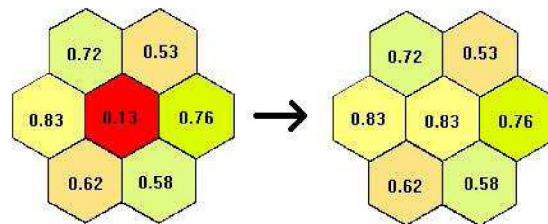
$$D_{min} = \sqrt{\frac{4p(\frac{XY}{N})}{\pi}} \quad (5.1)$$

kde p je zvolený minimální počet pixelů na zrno (voleno 5), X a Y jsou rozměry analyzované oblasti ve směru x a y (v daném případě jsou výchozí hodnoty $X = Y = 30 \mu\text{m}$) a N je počet bodů v analyzované oblasti (104 274 pixelů). Uvažuje se zde plocha připadající na daný limitní počet pixelů a ta je položena jako rovna ploše kruhu o průměru D_{min} .

Pro uvedené parametry vychází minimální ekvivalentní průměr zrna $D_{min} = 0,23 \mu\text{m}$.



Obr. 53: Schéma efektu algoritmu „Grain Cl standardization“. Úrovně šedi zastupují hodnoty Cl. Převzato z [77].



Obr. 54: Schéma funkce algoritmu „Neighbour Cl correlation“. Převzato z [77].

Méně jednoznačná je otázka volby správné velikosti limitní dezorientace na hranici zrna. Je třeba brát ohled na zachování reálných malých zrn (zpravidla definovaných malou dezorientací hranice), ale zároveň nezavádět do map artefakty, které vzniknou nejsnáze volbou příliš nízké limitní dezorientace. Z tohoto důvodu byla zkoušena dvě nastavení limitní dezorientace („grain tolerance angle“ zkr. GTA) při filtraci. Porovnávány byly varianty nastavení GTA na 15° (označená jako verze 1) a 5° (verze 2).

Další faktor, který byl ověřován, je teoretická možnost volby jednoho minimálního počtu pixelů a jedné hraniční dezorientace v průběhu filtrace dat a jiných hodnot při samotné interpretaci filtrovaných dat. Mohlo by zjednodušit analýzu dat EBSD, pokud by bylo možné nastavit jisté mezní parametry při filtraci a posléze teprve volit vhodné parametry – zejména hraniční dezorientaci (GTA) – až v průběhu zpracování, tj. bez nutnosti nové filtrace s novými parametry. Proto byly výsledky filtrace v obou verzích vždy interpretovány jednou při definici zrna pomocí GTA a minimálního počtu pixelů shodným s nastavením dané verze filtrace a podruhé s nastavením odlišným, odpovídajícím nastavení

dle druhé verze filtrace. Uvedené kombinace vystihuje tab. 4 spolu s odkazy na grafy v obr. 55.

Obr. 55 obsahuje pro analyzované oblasti 2 a 3 histogramy velikosti zrna na konci filtrace oběma verzemi a ve vyjádření pomocí hraniční dezorientace pro definici zrna 5° a 15° versus jejich počty v daných velikostních třídách. Díky ořezům analyzovaných oblastí na přesně se překrývající plochy je vyjádření v počtech zrn dané kategorie srovnatelné.

Korekce na geometrické zkreslení pomocí ořezu oblastí vedlo k tomu, že překryté plochy dané oblasti byly na referenčním systému vlivem intenzivnějšího zkreslení (viz kap. 5.5.2.2) zanalyzovány rastrem v ose y hustším než na systému domácím. Velikosti zrn v kterémkoli dostupném vyjádření (počty pixelů, ekvivalentní průměr, plocha atd.) nejsou navzájem přímo porovnatelné díky tomu, že identická zrna jsou pokaždé zastoupena jiným počtem pixelů. Byl proto zvolen přepočítání na relativní hodnotu nazvanou „normovaná velikost zrna“ - D_i^{NORM} , vztaženou na celkový počet pixelů, který připadá na danou analyzovanou oblast při měření na tom kterém systému po ořezu:

$$D_i^{NORM} = \frac{n_i}{N_{celk}} \quad (5.2)$$

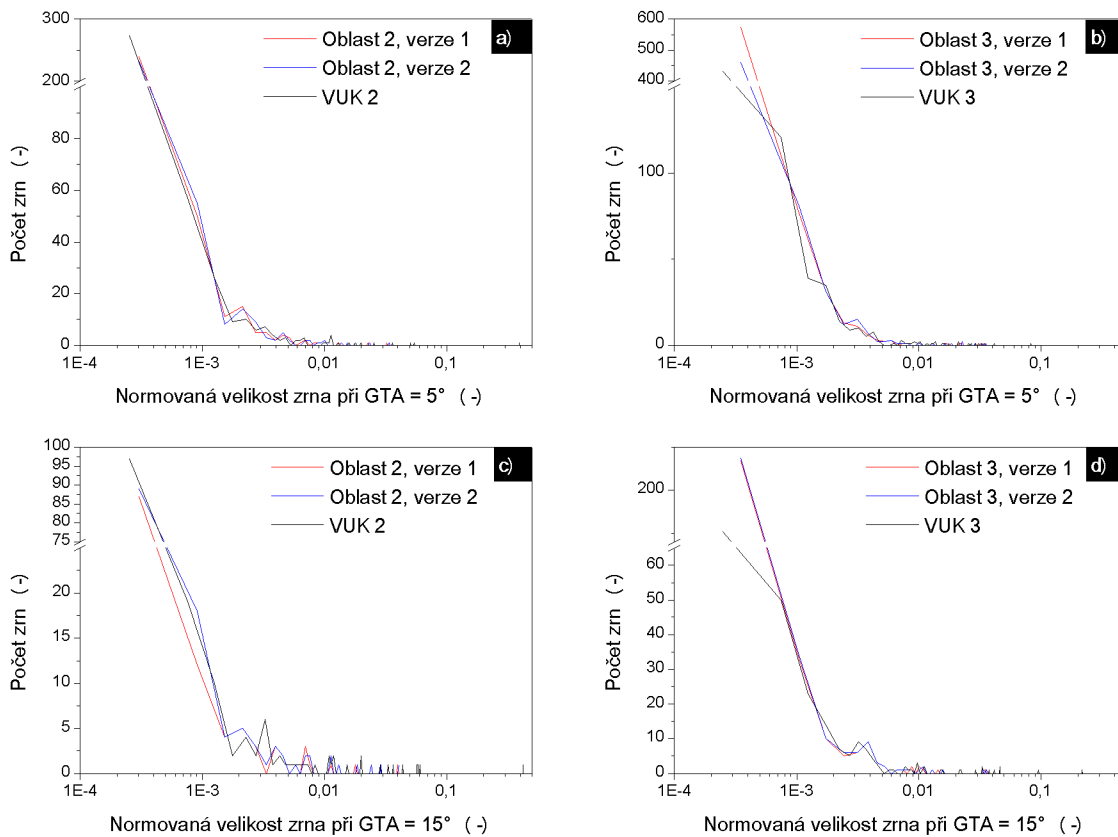
kde n_i představuje počet pixelů, reprezentující střední velikost zrna v i -té třídě a N_{celk} značí celkový počet pixelů v dané oblasti po ořezu (pro obě oblasti 2 a 3 dva různé počty podle konkrétního analytického systému, viz tab. 4).

Fakt, že došlo ke geometrickým zkreslením při analýzách jak na domácím zařízení, tak i na referenčním, měl vliv zpětně i na volbu minimálního počtu pixelů, který představuje zrno. Aby byla dodržena shodná velikost minimální detekovatelné strukturní jednotky u měření na obou systémech, byl minimální počet pixelů na zrno u analýz na etalonovém zařízení korigován tak, aby byl zachován poměr p/N_{celk} pro každé měření.

Tab. 4: Shrnutí nastavených parametrů při filtraci a interpretaci dat.

| Oblast: | 2 | | | | | | 3 | | | | | |
|---|---------|---------|----|------------|----|-----|---------|---------|----|------------|----|-----|
| Systém: | domácí | | | referenční | | | domácí | | | referenční | | |
| Celkový počet pixelů po ořezu (N_{celk}): | 82 337 | | | 99 009 | | | 71 581 | | | 100 457 | | |
| Minimální počet pixelů na zrno (p): | 5 | | | 6 | | | 5 | | | 7 | | |
| GTA při filtraci: | Verze 1 | Verze 2 | | - | | | Verze 1 | Verze 2 | | - | | |
| | 15° | 5° | | | | | 15° | 5° | | | | |
| Limitní hodnota parametru CI: | 0,02 | | | - | | | 0,02 | | | - | | |
| GTA při interpretaci: | 5° | 15° | 5° | 15° | 5° | 15° | 5° | 15° | 5° | 15° | 5° | 15° |
| Graf v obr. 55: | a | c | a | c | a | c | b | d | b | d | b | d |

Jak je vidět v obr. 55, srovnání obou verzí filtrace a interpretace není zcela jednoznačné. V oblasti 2 se zdá, že nastavení hodnoty GTA na 5° při filtraci umožňuje pracovat ex-post s definicí zrna pomocí GTA = 15° při vyhovující aproximaci referenční distribuce. Na druhou stranu v oblasti 3 se lépe osvědčuje nastavení GTA při filtraci i interpretaci na stejnou hodnotu; i v této oblasti vychází lépe nastavení GTA při filtraci na 5°.



Obr. 55: Srovnání výsledků filtrační sekvence prostřednictvím histogramů normované velikosti zrna pro dvě různá nastavení parametru GTA – 5° („verze 1“) a 15° („verze 2“) – s referenční distribucí z etalonového systému („VUK“) pro oblasti 2 a 3. Nastavení GTA pro určování velikosti zrna bylo 5° u grafu a) a b) a 15° u grafu c) a d).

Ad 2 – Neighbour CI correlation:

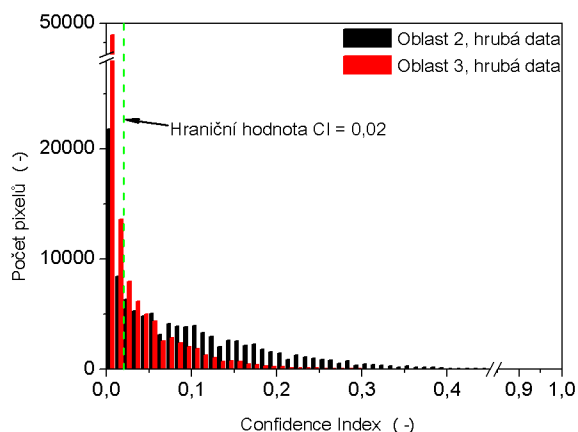
V druhém kroku následuje destruktivní procedura „neighbour CI correlation“, která manipuluje s daty nedosahujícími jisté hraniční hodnoty CI, bez ohledu na to, patří-li potenciálně k zrnům či nikoli. Manipulace pixelu spočívá ve vyhledání bodu s maximálním CI mezi šesticí nejbližších sousedů (v případě zde použité hexagonální sítě) a přiřazení jeho orientace bodu manipulovanému. Pixely s CI větším, než zadaná hranice nejsou měněny. Výsledkem je eliminace bodů s nízkým indexem spolehlivosti a zároveň jednopixelových „zrn“, pokud samy nedisponují vysokým CI. Schéma popsané procedury je na obr. 54.

Pro tuto proceduru je nutno zvolit horní hraniční hodnotu CI, již se vymezí pixely, u nichž dojde k rektifikaci orientace. Volba hraniční hodnoty CI opět není jednoznačně předepsána, ze zkušenosti se jako optimální jeví taková hodnota CI, při které dochází v histogramu CI poprvé k vyrovnávání křivky distribuce, jak je naznačeno v obr. 56. Pro obě oblasti vychází shodně hraniční velikost CI = 0,02.

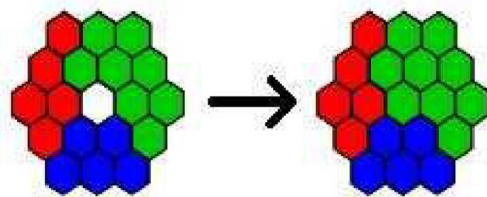
Ad 3 – dilatace zrn:

Posledním krokem filtrační sekvence je morfologická operace zvětšení zrna – dilatace. Dilatace zrna v mapách EBSD se provádí poněkud jiným způsobem, než např. v obrazové analýze. Opět se pracuje s limitní hodnotou dezorientace na hranici zrna (GTA) a minimální velikostí zrna v pixelech. Použity jsou identické hodnoty, jako v prvním kroku, tj. GTA = 5° popřípadě 15° a minimální velikost zrna 5 pixelů.

Dilatační algoritmus vyhledá na základě zadaných parametrů zrna, přičemž díky nastavené minimální velikosti zrna 5 pixelů zbudou v mapách ostrůvky o velikosti 1 až 4 pixely, které nebudou přiřazeny k žádnému zrně. Tyto ostrůvky jsou potom přiřazeny k tomu ze sousedních zrn, které disponuje nejvyšším CI, což se děje změnou orientace přiřazovaných pixelů. Jedná se tedy o destruktivní postup, díky čemuž se doporučuje provádět pouze omezený počet iterací tohoto algoritmu [77]. V popisované sekvenci byla použita iterace jediná.



Obr. 56: Profil (histogram) parametru CI a zvolená horní hraniční hodnota pro filtraci „neighbour CI correlation“.



Obr. 57: Schéma funkce algoritmu dilatace zrna. Zelené zrně disponuje nejvyšším CI z trojice sousedních. Převzato z [77].

Shrnutí:

Grafy na obr. 55 potvrzují přirozený předpoklad, že hraniční dezorientační úhly, zadávané jako parametr pro algoritmus „grain CI standardization“ a při dilataci zrn, by se pokud možno měly shodovat s hraniční dezorientací při další interpretaci dat, aby bylo dosaženo nejmenší chyby. Je však přípustné provádět filtraci při nastavení GTA na nižší hodnotu a interpretovat data v případě potřeby při hodnotě GTA vyšší – v případě kvalitnějších výchozích dat (oblast 2) to vede k zanedbatelné odchylce, u více zašuměných dat (oblast 3) je chyba stále menší, než při opačné volbě GTA.

Vzhledem k tomu, že parametry analýzy oblasti 3 vedou ke kratším dobám načítání dat, byla pro další práce zvolena hodnota GTA pro algoritmus „grain CI standardization“ a dilatace zrn podle verze 2, tedy 5°.

5.5.2.2 Geometrické distorze

Zkreslení tvaru a velikosti zrn, které lze pozorovat na obr. 39 až obr. 42, může mít několik příčin [94-96]:

- A) geometrické zkreslení vlivem chybného ustavení vzorku na podložce, tj. nenulové úhly τ a ϵ dle obr. 58;
- B) chybné nastavení sklonu stolku pro EBSD, tj. odchylku od kalibrovaného úhlu χ dle obr. 58;
- C) trapézovité zkreslení díky nedokonalé kompenzaci úhlu sklonu rastrovací soustavou;
- D) driftem primárního svazku vlivem nabíjení vzorku popřípadě i stínítka detektoru;
- E) mechanickým driftem vzorku při velkém sklonu, tj. ujížděním zejména těžších vzorků adjustovaných pouze na lepící pásku.

Ad A:

Chybné ustavení vzorku může způsobit významné zkreslení jak geometrického tvaru zrn, tak i naměřené orientace. Tyto chyby nelze zcela vyloučit, nicméně při přípravě i ustavení vzorku bylo dbáno na minimalizaci tohoto rizika: vzorek byl broušen v paralelním přípravku, takže pozorovací a upínací plocha byly maximálně rovnoběžné; dále pro upnutí byla použita oboustranná uhlíková páska na ploše nové standardní podložky typu Philips/FEI. Z uvedeného plyne, že chyby ustavení lze považovat za zanedbatelné.

Ad B:

Přesnost nastavení úhlu sklonu stolku se vzorkem v komoře REM byla u domácího systému kontrolována pomocí kalibrovaného sklonoměru (Moore & Wright „Digital Mini Mag Level 570-01“ s přesností $\pm 0,2^\circ$) a byla shledána lepší než $0,5^\circ$. Přesnost sklonu stolku u etalonového systému ověřována nebyla, nicméně díky faktu, že oba systémy mají stejného výrobce, je vcelku oprávněný předpoklad, že budou po mechanické stránce vykazovat obdobné vlastnosti.

Ad C:

Trapézovité zkreslení bývá dle [94; 95] způsobeno nedokonalostí procedur korekce na sklon pozorované plochy, které neberou v úvahu středový typ projekce při rastrování primárního svazku po povrchu vzorku. Nicméně se v uvedené literatuře také uvádí, že trapézovité zkreslení zatěžuje především mapy snímané při malém zvětšení a klesá pod 2 % již při zvětšení 400x. V našem případě, kdy byly analýzy EBSD prováděny při zvětšení 2000x, již je vliv tohoto typu zkreslení zanedbatelný.

Ad D:

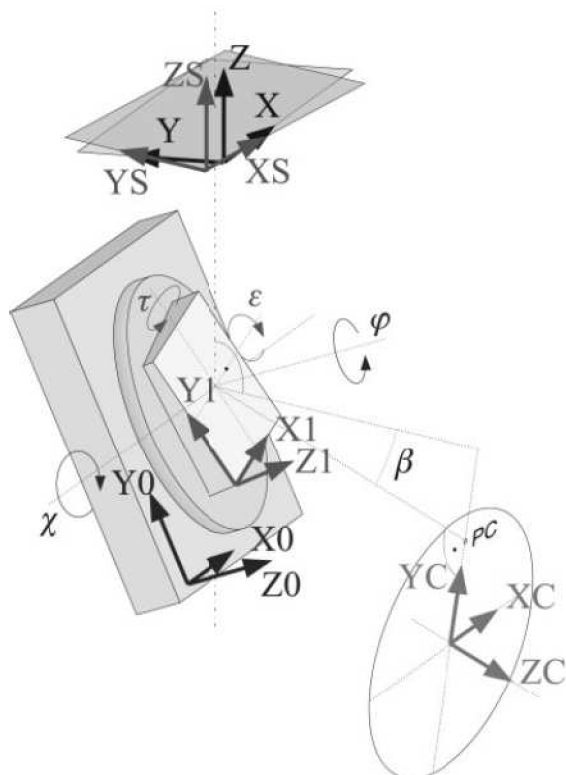
Vliv driftu primárního svazku lze považovat za pravděpodobnou příčinu zkreslení a to zejména u map z etalonového systému. Obr. 59 a obr. 60 obsahují snímky kontaminačních stop po analýzách EBSD v etalonovém systému oblastí 2 a 3. Ačkoli by měly vyplňovat čtverec o straně 30 μm , ukazují obdélník o vodorovné straně přibližně odpovídající 30 μm , zato svislá strana zaujímá pouze cca 24 μm u oblasti 2 a cca 21 μm u oblasti 3. Při analýzách na domácím systému se drift neprojevoval v takové míře, nicméně i tak činil odpovídající rozměr kontaminační stopy 24,5 μm u oblasti 2 a 26,7 μm u oblasti 3.

Vysvětlení rozdílu driftu primárního svazku mezi domácím a etalonovým systémem lze částečně hledat v mírně rozdílných vakuových podmínkách: etalonový systém pracoval při vakuu v komoře 1,4 až $1,6 \times 10^{-4}$ Pa, kdežto domácí systém při vakuu cca $1,5 \times 10^{-3}$ Pa, tj. téměř o řád horším. Ačkoli uvedené rozdíly v úrovni vakua mohou hrát roli v disipaci povrchového náboje na vzorku, nelze jejich vliv přímo srovnávat se situacemi, uvedenými v [96; 97], v nichž bylo vakuum v komoře záměrně snižováno pro omezení vlivu nabíjení, ovšem až na úroveň $10^1 - 10^2$ Pa.

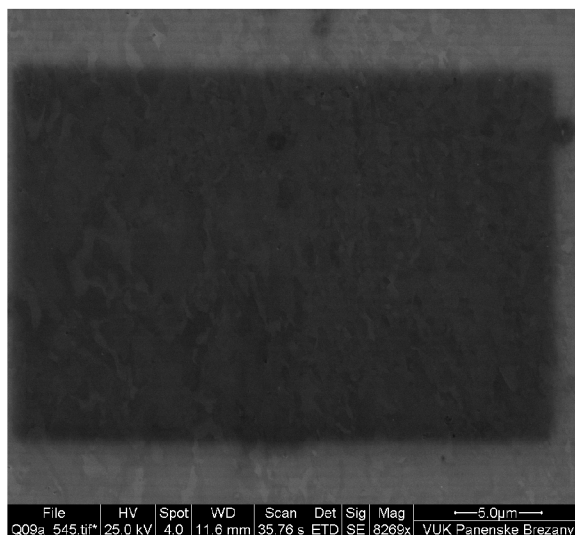
Vliv eventuální špatné vodivosti uhlíkové pásky a tím nedokonalého uzemnění vzorku je další faktor, který je třeba vzít v potaz. Rozdíl v úrovni driftu mezi etalonovým a domácím systémem by tak mohl být způsoben rozdílem v proudu primárního svazku, který u domácího systému činí 25 až 40 % emisního proudu etalonového systému.

Jako poslední prvek akvizičního řetězce, který je citlivý na povrchový náboj, přichází v úvahu stínítko detektoru EBSD. Jeho luminiscenční vrstva je sice potažena vrstvičkou (nejčastěji) hliníku, nicméně kvalitu odvodu náboje ovlivňuje kontakt této vodivé vrstvy

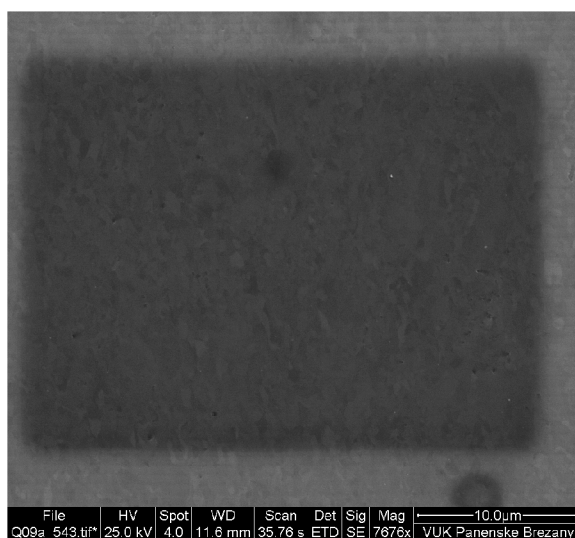
s uzemněným tubusem detektoru. Ten je u obou systémů konstrukčně vyřešen pomocí duralové objímky upevněné na tubus stavěcími šrouby, u níž je teoretická možnost ztráty kontaktu za nějaký čas provozu. U domácího systému byla před měřením provedena kontrola dotažení, zde lze tedy nabíjení stínítka téměř vyloučit. U etalonového systému je nabíjení stínítka rovněž nepravděpodobné díky absenci typických projevů, tj. zhoršení kvality difrakčních stop.



Obr. 58: Situace v komoře REM při špatném ustavení vzorku. $XOYOZO$ – souřadný systém stolku REM, $X_1Y_1Z_1$ – souř. sys. pozorované plochy vzorku, $X_sY_sZ_s$ – souř. sys. rastrovacího systému, $X_cY_cZ_c$ – souř. sys. stínítka detektoru EBSD. Úhel ϵ značí rotaci kolem osy X_1 , τ okolo osy Y_1 , ϕ kolem osy Z_1 ; χ je úhel sklonu vzorku, tj. rotace okolo osy X_0 a β je úhlová odchylka středu difraktogramu (PC). Převzato z [95].



Obr. 59: Snímek kontaminační stopy po analýze EBSD oblasti 2 na etalonovém systému.



Obr. 60: Snímek kontaminační stopy po analýze EBSD oblasti 3 na etalonovém systému.

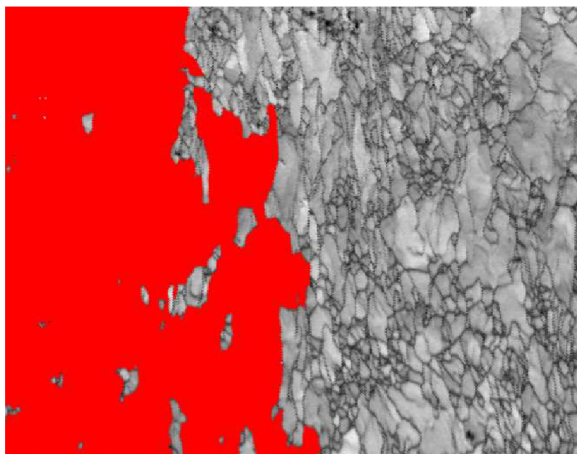
Ad E:

Mechanický drift vzorku vlivem nedostatečné adheze je v poměru k hmotnosti vzorku málo pravděpodobný, neboť hmotnost vzorku (cca 1,6 g) je v poměru k upínací ploše asi 35 mm² zanedbatelná.

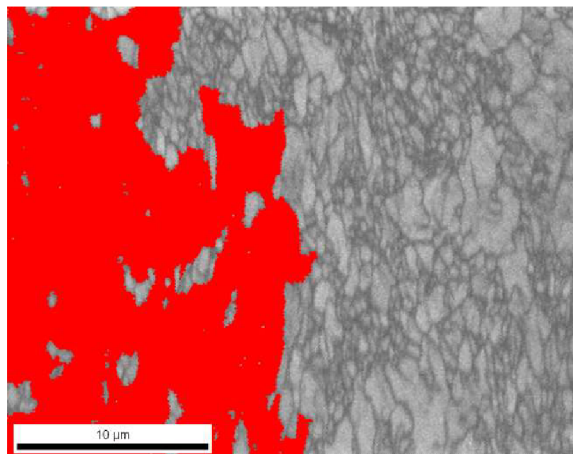
Z mechanických vlivů ještě přichází do úvahy vůle v posuvových mechanismech stolků mikroskopů, které se sklopením na maximální úhel mohou vymezit a zavést tak do měření nevyčíslenou chybu zejména v úhlu sklonu χ . Tento typ ovlivnění nelze zcela vyloučit u žádného z analytických systémů.

5.5.2.3 Symetricky ekvivalentní orientace

V odpovídajících si oblastech v mapách IPF z etalonového a domácího systému, například v obr. 39 a obr. 40 při jejich levém okraji, v nichž se orientace navzájem liší, ačkoli by se měla zcela shodovat, se projevuje nejednoznačnost indexace difrakčních stop EBSD. Ta vzniká v případě, že je krystalová mřížka (zvláště u soustav s vysokým stupněm symetrie) v daném bodě natočena takovým způsobem, že vznikající difraktogram může být v rámci dané tolerance indexován více správnými způsoby. Tato možnost vzniká díky omezenému výseku orientačního prostoru, který je na stínítku detektoru EBSD zachycen, popřípadě je omezen nastavením modulu Houghovy transformace, zejména pokud je pro indexaci zvolen nízký minimální počet difrakčních pásů. Jiným zdrojem chyb tohoto typu mohou být méně kvalitní difrakční stopy, u nichž je zhoršená přesnost odečítání mezipásových úhlů.

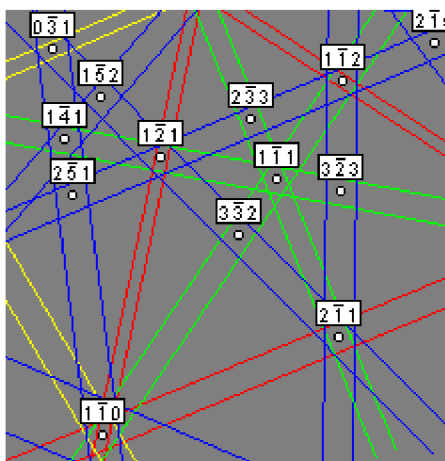


Obr. 61: Mapa parametru IQ oblasti 2, etalonové zařízení. Vybarvena oblast o průměrné orientaci indexované v mapě IPF symetricky ekvivalentně k obdobné oblasti porovnávacího měření. Korigováno na drift.

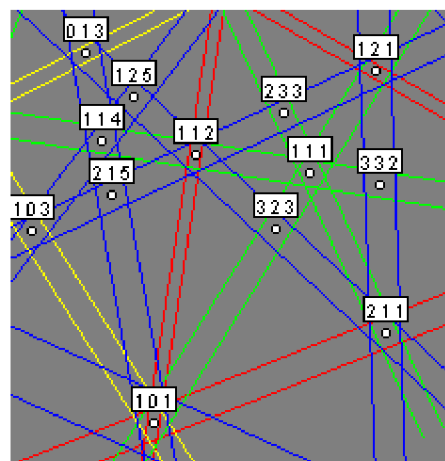


Obr. 62: Mapa parametru IQ oblasti 2, domácí zařízení. Vybarvena oblast o průměrné orientaci indexované v mapě IPF symetricky ekvivalentně k obdobné oblasti referenčního měření.

Pokud je zdrojem rozdílů v barevném kódování mezi shodnými oblastmi map IPF nejednoznačná indexace, měl by mezi průměrnými orientacemi daných oblastí v mapě z referenčního a domácího systému existovat speciální vztah tzv. symetrické ekvivalence. Například oblast zvýrazněná v obr. 61 má průměrnou orientaci, vyjádřenou v Eulerových úhlech dle Bungeho, (190,1°; 39,1°; 199,5°), oblast na obr. 62 pak (35,3°; 50,2°; 247,1°) a mezi nimi existuje dezorientace 5,9° okolo osy $\langle 16\ 13\ -22 \rangle$. Jak je vidět na simulovaných difrakčních stopách, uvedených na obr. 63 a obr. 64, difraktogramy odpovídající průměrným orientacím se liší jen málo a spíše jen polohou motivu v rámci zorného pole, než mezipásovými úhly, které jsou klíčové pro indexaci difrakčního obrazce.



Obr. 63: Simulovaná difrakční stopa odpovídající průměrné orientaci zvýrazněné oblasti dle obr. 61.



Obr. 64: Simulovaná difrakční stopa odpovídající průměrné orientaci zvýrazněné oblasti dle obr. 62.

V daném případě byly oba systémy nastaveny zcela shodně pro detekci co nejvyššího rozumného počtu difrakčních pásů, konkrétně na minimum 8 a maximum 13 pásů. Takový počet by měl dle [64] dávat pouze zanedbatelnou nejistotu stanovení orientace. Jediný parametr, ve kterém se podmínky analýz v obou systémech lišily, je kvalita difrakčních stop, která je u domácího systému nižší. Je tedy pravděpodobné, že neshoda v orientacích, změřených oběma systémy a nesoucí znaky symetrické ekvivalence, je způsobena právě rozdílem v kvalitě stop.

5.5.2.4 Shrnutí

Nastíněný postup restaurace orientačních dat domácího systému EBSD pomocí filtrace vede k akceptovatelné míře shody s výsledky dosaženými na zařízení se zdrojem elektronů typu FEG a tím obvykle až o 60 % vyšší rozlišovací schopností při EBSD. Minimální rozměr zrna, stanovený jako průměr kruhu ekvivalentního ploše 5 pixelů, byl stanoven na 0,23 μm . Je dán omezeními, platnými při daném kroku rastru nezávisle na rozlišení systému při akvizici dat EBSD. Zvolený počet 5 pixelů odpovídá doporučeným minimálním hodnotám, aby nedocházelo k záměnám malých zrn s šumovými daty.

Výrazně se projevil vliv driftu primárního svazku, patrně zejména díky nedostatečně vodivému kontaktu vzorku s podložkou a s tím spojeným nabíjením preparátu. V tomto světle se tedy adjustace vzorků pomocí uhlíkové lepící pásky ukázala jako nadále nevhodná a pro další práce bude lépe volit buď mechanické upnutí, nebo adjustaci stříbrným lakem.

Projevy driftu v domácím systému byly poněkud méně rozsáhlé, než u referenčního systému, což může mít paradoxní vysvětlení v řádově horších vakuových podmínkách a tím i vyšší koncentraci ionizovatelných plynů a par, schopných odvést povrchový náboj preparátu.

Kontaminace povrchu preparátu se projevovала stejnou měrou v etalonovém i domácím analytickém systému, jejím zdrojem tedy patrně jsou zejména adsorbované uhlovodíkové zbytky (izopropylalkohol od oplachu, atd.) na povrchu vzorku. Jako sekundární zdroj nečistot připadají v úvahu plyny a páry adsorbované na povrchu komory REM. Na základě údajů v [98] je však pravděpodobnější převládající vliv nečistot adsorbovaných přímo na vzorku.

Ačkoli kontaminace poněkud zhoršuje kvalitu difrakčních stop, není žádoucí se jí zcela zbavovat (například plazmovým čištěním), poněvadž poslouží jako daleko přesnější značka pro opětovné ustavení vzorku v mikroskopu, než značení tvrdoměrnými vtisky. To má zejména význam při analýzách „site specific“, které vyžadují mezi následnými analýzami téhož místa vyjmutí vzorku z upínacího přípravku.

5.6 Ověření reprezentativnosti měření parametrů mikrostruktury

U UFG materiálů se setkávají dva protichůdné požadavky na metody stanovení velikostních a dalších kvantitativních parametrů mikrostruktury:

- použitá metoda by měla být schopná detekovat strukturní jednotky co nejmenší;
- zároveň by měla být schopna analyzovat dostatečně velké plochy, jelikož UFG materiály vykazují strukturní nehomogenity (hrubozrné oblasti), vyskytující se s periodou jednotek až desítek mikrometrů.

Oba uvedené body nelze naplnit beze zbytku současně. Požadavek detekce co nejmenších detailů implikuje použití jemné sítě datových bodů, kterou je nejlépe rozvrhovat v malé ploše, kdežto požadavek zachycení nehomogenit většího rozsahu diktuje velké oblasti analyzované třeba v relativně hrubém rastru. Splnění obou požadavků současně by znamenalo velkoplošné analýzy v jemném rastru, z čehož by vyplynuly – i při současných schopnostech detektorů EBSD – mnohahodinová měření s úměrně narůstající pravděpodobností výskytu rušivého elementu.

Ze zkušeností s domácím analytickým systémem plyne, že maximální čas analýzy, při kterém je ještě malá pravděpodobnost například přepálení vlákna emitoru či nepříjemného poklesu proudu ve stopě, činí zhruba 4 hodiny. Při obvyklých načítacích frekvencích u UFG mědi (0,1 Hz) a kroku 0,1 μm to umožňuje analyzovat čtvercovou oblast o straně cca 35 μm . Vystává tedy otázka, zda je oblast analýzy o této velikosti dostatečná i pro zachycení nehomogenit mikrostruktury v hrubším měřítku.

5.6.1 Porovnávací metoda

Jako porovnávací metoda, kterou byla zjišťována distribuce velikosti zrna, byla vybrána metoda rastrovací mikroskopie pomalými elektrony, známá pod anglickou zkratkou SLEEM, ve spojení s obrazovou analýzou. Vhodnost metody SLEEM pro daný účel spočívá v tom, že je principem vzniku kontrastu velmi citlivá na změny orientace krystalové mřížky a to tím více, čím nižší je dopadová energie primárního elektronu [99-101].

Snížení dopadové energie se ve SLEEM nejčastěji dosahuje pomocí tzv. katodové čočky, což je elektrostatický optický element, vyvozující v okolí pozorovaného vzorku brzdné pole. Tím se zachovávají dobré podmínky pro tvorbu a modulaci elektronového svazku v tubusu mikroskopu, tj. dostatečně vysoká energie a rychlost částic pro fokusaci a rastrování na krátké dráze, a přitom na povrch vzorku dopadají elektrony již decelerované na požadovanou energii.

5.6.2 Postup měření

Snímání zdrojových obrazů pro analýzu bylo provedeno v Ústavu přístrojové techniky AVČR (ÚPT) na rastrovacím elektronovém mikroskopu „Tescan VEGA TS 5130 MM“ [102] s adaptací na SLEEM dosazením katodové čočky a částečně také na vysokovakuovém mikroskopu UHV SLEEM konstrukce ÚPT, taktéž s katodovou čočkou. Mikroskop Tescan byl

využit pro snímání mikrostruktury ve velké ploše, kdežto UHV SLEEM posloužil pro lokální srovnávací studie a ověření citlivosti kontrastu na variace v krystalové orientaci.

Vzorek pro tato měření byl stejný, jako v kap. 5.5. Popisované analýzy fakticky následovaly po ověřování detekce nejmenší strukturní jednotky, díky čemuž bylo nutno před vložením vzorku do UHV SLEEM odstraňovat – alespoň na omezené plošce – zejména uhlovodíkovou kontaminaci pomocí odprašování ionty argonu.

Snímkování v mikroskopu Tescan probíhalo při dopadové energii 7 keV oproti 1 keV v UHV SLEEM. Vyšší dopadová energie v SLEEM Tescan byla volena pro omezení negativního vlivu zbytkové i nově vzniklé kontaminace, která je pro pomalé elektrony neprostupná a která se vyskytovala celoplošně, kromě očištěné zóny. Zvýšení dopadové energie mělo za následek zhoršení orientačního kontrastu a z toho vyplývající obtíže při prahování při obrazové analýze.

Získané snímky byly podrobeny obrazové analýze v programu „NIS elements 2.30 AR“, jejímž výsledkem jsou distribuce ekvivalentního průměru zrna v plošných zlomcích.

5.6.3 Výsledky a jejich rozbor

Typický snímek z mikroskopu UHV SLEEM je na obr. 65, který jasně dokazuje vysoký orientační kontrast, kterého lze technikou SLEEM ve vysokém vakuu dosáhnout.

Celková plocha, snímaná pomocí SLEEM Tescan, byla $64\,398\ \mu\text{m}^2$ a v UHV SLEEM činila $1646\ \mu\text{m}^2$. Výsledné distribuce velikosti zrna jsou vyneseny do grafu na obr. 67 spolu s distribucemi, získaných metodou EBSD v oblastech 2 a 3 při porovnávacím měření v kap. 5.5 a to pro dva limitní úhly dezorientace na hranici zrn.

Ze srovnání distribucí v uvedeném grafu plyne, že nejvýraznější módy distribucí získaných na snímcích ze SLEEM Tescan a UHV SLEEM se shodují co do polohy na ose průměrů zrna a zároveň, že distribuce ze SLEEM Tescan obsahuje další módy (píky) u vyšších průměrových tříd. Distribuce naměřené pomocí EBSD za použití hraniční dezorientace 5° zapadají polohou modu do trendu a s jistou rezervou jej respektují i data s hraniční dezorientací 15° .

Extrémní velikostní třídy jsou obsazeny pouze v distribuci naměřené pomocí SLEEM Tescan, což lze jednoduše zdůvodnit jednak mnohonásobně větší plochou, která byla analyzována v porovnání s plochou snímanou v UHV SLEEM a dále vyřazováním nekompletních zrn z měření pomocí EBSD, což nastává u zrn protínajících okraj analyzované oblasti. Důsledkem posledního faktu je omezení maximální měřitelné velikosti zrna při analýze EBSD, které ovšem vyplývá z dané velikosti analyzované oblasti.

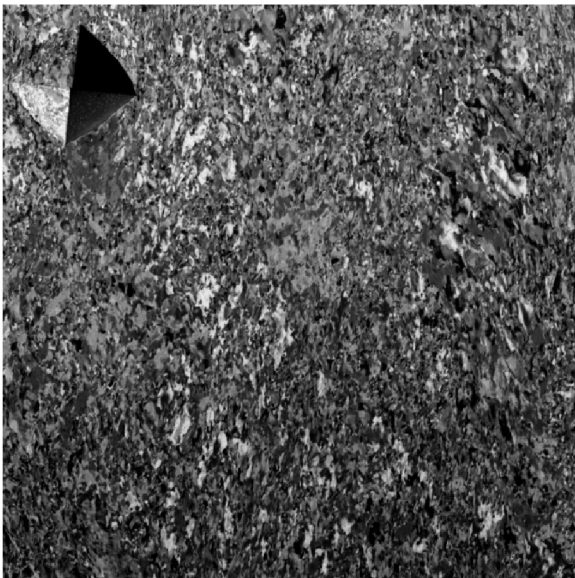
Pravděpodobnější vysvětlení zastoupení extrémních velikostí zrna pouze v měření na snímcích ze SLEEM Tescan je to, že vlivem nutného zvýšení dopadové energie primárních elektronů a z toho vyplývajícího zhoršení orientačního kontrastu, docházelo ke slévání jemně dezorientovaných mikrostrukturních oblastí do velkých „zrn“ (obr. 66). Tento efekt není přítomen v datech a snímcích z UHV SLEEM, neboť zde byl k dispozici maximální kontrast a podobně je tomu u dat EBSD.

5.6.4 Shrnutí

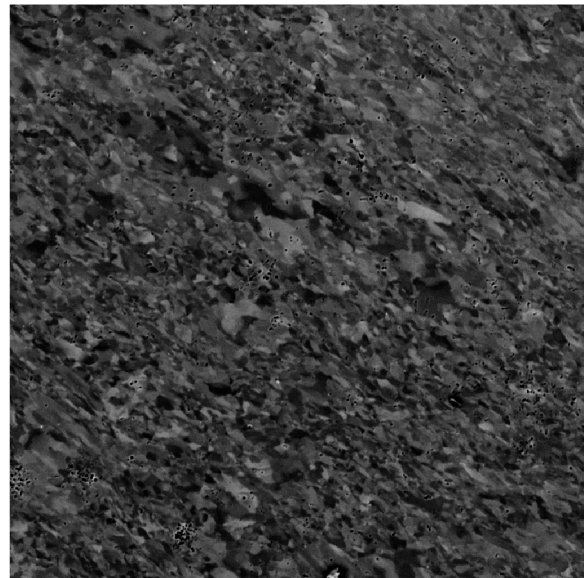
Pomocí velkoplošných měření velikosti zrna na snímcích s vysokým orientačním kontrastem se podařilo získat statisticky relevantní distribuci ekvivalentního průměru zrna. Extrémní hodnoty (průměry vyšší než cca 12 μm), přítomné v datech na základě snímků SLEEM Tescan, nejsou dostatečně důvěryhodné.

Při zanedbání těchto extrémů spolu distribuce UHV SLEEM a Tescan rozložením souhlasí a dobře do tohoto trendu zapadá i distribuce velikosti zrna, definovaná v podmínkách EBSD hraniční dezorientací 5°. To může implikovat, že kontrast ve snímcích UHV SLEEM reaguje na změny krystalové orientace menší než 5°.

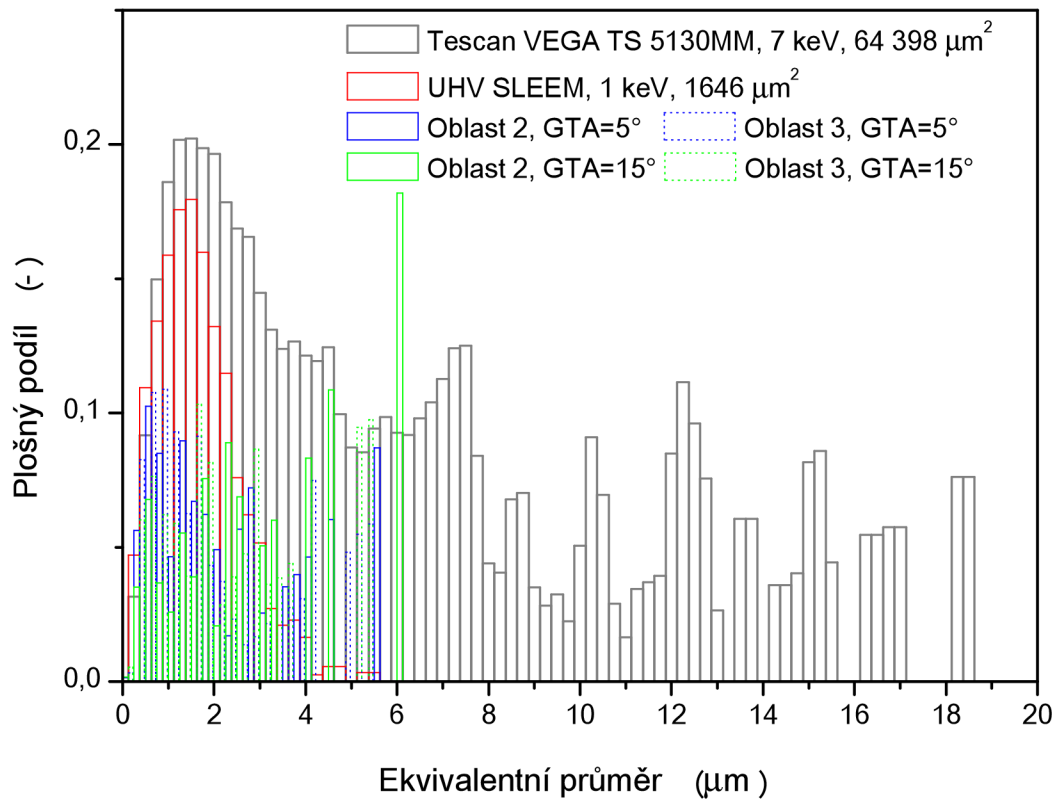
Distribuce velikostí zrna, získané na základě dat EBSD, jsou do značné míry v souladu s globálním trendem v pozorovaném vzorku. Při vyhodnocování dat EBSD je však třeba brát v úvahu existující omezení měřitelné velikosti zrna shora, které je dáno již volbou rozměrů analyzované oblasti, a s ohledem na to analyzovat plochu co možná největší, popřípadě více suboblastí.



Obr. 65: Typický snímek mikrostruktury UFG mědi získaný mikroskopem UHV SLEEM. Úhlopříčka tvrdoměrného vtisku je pro srovnání 38,4 μm .



Obr. 66: Typický snímek mikrostruktury UFG mědi z mikroskopu Tescan TS 5130 MM.



Obr. 67: Porovnání distribucí velikosti zrna získaných analýzou obrazů SLEEM a pomocí EBSD.

5.7 Aplikace EBSD: ověření strukturní stability UFG mědi při žihání

5.7.1 Motivace

Při výzkumu v rámci autorského kolektivu Kunz, L., Pantělejev, L., Man, O., Navrátilová, L., který se věnuje zkoumání odezvy UFG mědi o složení dle tab. 3 na cyklické zatěžování, vyplynuly některé rozpory s literárními údaji. Zejména se jednalo o tvrzení, že únavová expozice za jistých podmínek způsobí u UFG mědi markantní zhrubnutí zrna [103], což nebylo experimentálně potvrzeno [104].

Jako důležitý parametr při snaze o principiální vysvětlení uvedených rozporů se jeví úroveň tepelné stability UFG struktury daného experimentálního materiálu, která odráží energetickou náročnost rozpadu UFG struktury a je také funkcí deformační energie vnesené při procesu ECAP [105].

Z dosavadních prací vyplývá, že schopnost udržet si UFG strukturu u mědi velmi citlivě závisí na čistotě – i rozdíl jednotek ppm v případě kyslíku a stovek ppm u fosforu a olova dokáže posunout kritickou teplotu zhrubnutí při krátkodobém žihání (10 min) o 120 °C výše ve prospěch méně čistého materiálu [106].

Literatura se někdy značně rozchází v kritické teplotě a času pro rozpad UFG struktury. V [107] se uvádí začátek rekrytalizace po 30 min při 155 °C oproti [105], kde se uvádí začátek rekrytalizace již po cca 3 min při 150 °C. Studie provedené na jiných kovech, konkrétně hliníku čistoty 99,5 %, udávají stabilitu UFG struktury až 2 hodiny při 150 °C [108], či 1 hod při 170 °C [109]. Uvedené prameny používají měď rozdílné čistoty, což lze vyhodnotit jako rozhodující okolnost při vysvětlování rozdílů v udávaných kritických časech a teplotách.

Motivací pro žihací experimenty tedy byla snaha zhodnotit konkrétní experimentální materiál z hlediska jeho tepelné stability a získat tak podklad pro úvahy o jeho sklonu či odolnosti k zhrubnutí zrna při únavovém zatěžování.

5.7.2 Postup experimentů

Vzorky, připravené dle postupu uvedeného v kapitole 5.4.2, byly analyzovány metodou EBSD ve výchozím stavu při upnutí v mechanickém přípravku. Parametry analýzy shrnuje tab. 14 v příloze. Orientace na vzorku byla v první fázi umožněna dvěma kolmými vrypy ostrým hrotem, při následné analýze po žihání pak podle kontaminační stopy.

Poté byly vzorky žihány v trubkové peci v atmosféře argonu při průtoku krycího plynu 0,5 l.min⁻¹, při teplotách 180 °C až 300 °C a časech od 10 min do 5 hod – viz tab. 5.

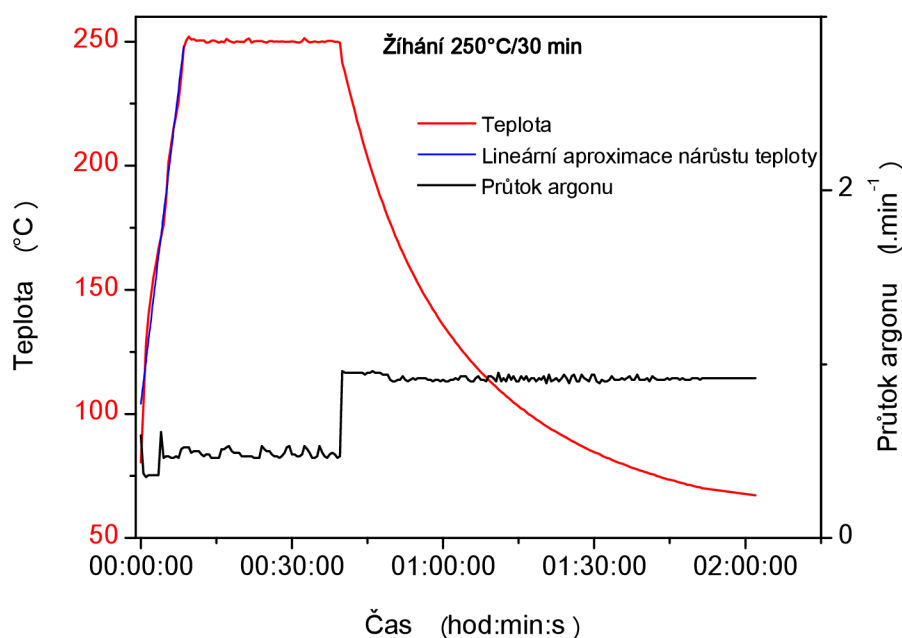
Tab. 5: Zvolené kombinace teplot a časů při žihacích experimentech.

| * Provedeno - Vynecháno | | Teploty [°C] | | | | |
|----------------------------|-----|--------------|-----|-----|-----|-----|
| | | 180 | 200 | 225 | 250 | 300 |
| Časy [min] | 10 | * | * | * | * | - |
| | 30 | * | * | * | * | - |
| | 45 | - | * | - | - | - |
| | 60 | * | * | * | * | * |
| | 120 | * | - | - | - | * |
| | 300 | - | - | - | * | - |

Teplota vzorku byla snímána kalibrovanou miniaturní sondou typu Pt100 o průměru 1 mm, zapuštěnou do připravené díry ve vzorku, a byla také během žhání zaznamenávána dataloggerem „Almemo 2590-3S“. Typický průběh teploty spolu s průtokem krycí atmosféry, regulovaným průtokovým regulátorem „Omega FMA-5524“, ukazuje graf v obr. 68.

Vzorek byl při žhání upnut v přípravku konstrukce dle výkresu na obr. 116 v příloze. Ohřev vzorku se s ohledem na co nejrychlejší nástup na teplotu žhání uskutečňoval v přehřáté topené zóně pece, přičemž jemné nastavení teploty se odehrávalo vysouváním a zasouváním přípravku se vzorkem z a do topené zóny při současném poklesu přehřátí topené zóny na hospodárnou velikost. Ohřev se ve většině případů podařilo realizovat s rychlostí okolo $140\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$.

Čas žhání byl odpočítáván od momentu prvního dosažení požadované teploty. Po uplynutí doby žhání byl vzorek vysunut kompletně mimo topenou zónu a ochlazován zvýšeným průtokem argonu až do teploty cca $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, kdy byl vyjmut a znovu adjustován do mechanického upínacího přípravku k analýze EBSD, která následovala s co nejmenší prodlevou. Vzorky čekající na analýzu byly uchovávány ve vakuu.



Obr. 68: Typický průběh teploty a průtoku krycího plynu při žhání. Zde při žhání na $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 30 min. Vzrůstová část grafu teploty proložena přímkou, z jejíž směrnice odvozená rychlost ohřevu činí $136\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$.

Závěrečná analýza EBSD byla provedena za zcela identických parametrů, jako před žháním. Parametry analýz (tab. 14 přílohy) se však liší od těch, použitých při srovnávacích experimentech, a to zejména hrubším krokem a větší analyzovanou oblastí. Důvody pro takovou volbu byly následující:

- 1) Spodní detekční limit na úrovni desetin mikrometru lze zachovat i při analýze v mírně hrubším rastru a to volbou menšího limitního počtu pixelů na zrno – konkrétně lze tento parametr snížit z 5 pixelů na 3;
- 2) Pro zlepšení statistické relevance a zachycení i hrubších variací v mikrostruktuře, s nimiž lze zejména při žhání počítat, byla volena dvojnásobná analyzovaná plocha, tj. $30 \times 60\text{ }\mu\text{m}$ namísto $30 \times 30\text{ }\mu\text{m}$ u srovnávacího experimentu.

Ve většině případů se zdařilo po žíhání zaměřit analyzovanou oblast s dostatečnou přesností a nebylo nutno přistupovat k ořezu na překrytou plochu s jedinou výjimkou, kterou tvoří měření před a po žíhání na 180 °C/30 min, kdy byla zhruba polovina plochy mapy ve výchozím stavu s nevyhovující kvalitou, a bylo tak nutno měření ve vyžíhaném stavu zredukovat na překrytou plochu zhruba 30 x 38 μm .

5.7.2.1 Postakvizitní analýza dat

Načtená data EBSD obou stavů byla zpracovávána filtrační sekvencí, odvozenou v kapitole 5.5.2.1, s naznačenou modifikací parametrů, tj. minimální počet pixelů na zrn bylo volen 3 a hraniční dezorientace na úrovni 5°, což vedlo s využitím rovnice (5.1) k $D_{\min} = 0,27 \mu\text{m}$, při $X = 30 \mu\text{m}$, $Y = 60 \mu\text{m}$, $N = 92\,631$ pixelů. Parametr CI byl při filtraci nastavován v rozmezí 0,01 až 0,02.

Filtrovaná data byla dále využita k výpočtu řady parametrů, které posloužily k charakterizaci mikrostrukturního stavu před a po žíhání:

- 1) Distribuce velikosti zrna;
- 2) Distribuce velikostí zrn s vynecháním dvojčatových hranic
- 3) Distribuce úhlů dezorientace;
- 4) Distribuce parametru „Kernel average misorientation“ (KAM) včetně map.

Význam tvorby distribucí velikosti zrna s a bez uvážení dvojčatových hranic jako hranic zrn tkví zejména v porovnání těchto distribucí navzájem a mezi žíhaným a nežíhaným stavem, čímž poskytují přehled o podílu dvojčatových hranic ve struktuře.

Parametr KAM byl vypočítáván jako průměrná dezorientace vůči druhým nejbližším sousedům bez uvážení mezilehlých pixelů, s maximální přípustnou hodnotou rovnou 3°. Toto nastavení spolu s použitým krokem rastru o velikosti 0,15 μm dává maximální detekovanou distorzi 10 $^{\circ} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

5.7.3 Výsledky

Na obr. 117 až obr. 207 v přílohách jsou uvedeny souhrnné grafy distribucí velikostí zrna se započtením a s vyloučením dvojčatových hranic, parametru KAM a úhlů dezorientace pro žíhací experimenty.

Jak je vidět z distribucí velikostí (průměrů) zrna, neprojevuje se žádná výrazná změna až do žíhání při 250 °C po dobu 60 minut (výrazněji až po 300 minutách), kdy se začínají obsazovat vyšší velikostní třídy histogramů. Zhruba do téže kombinace teploty a času není též výrazný rozdíl mezi distribucemi velikosti zrna s a bez dvojčatových hranic, což implikuje do té doby nulový vznik žíhacích dvojčat.

Nejvýraznější změny nastávají v tomto směru až při žíhání na 300 °C, kdy se výrazně mění obsazení velikostních tříd v obou typech histogramů. Je i výrazný rozdíl mezi distribucí s a bez vyloučení dvojčat, kdy velikosti zrn očištěné od vlivu dvojčatových hranic vycházejí téměř dvojnásobné v extrémních případech (srov. grafy v obr. 204 a obr. 205). Do teplot 250 °C se sice sporadicky objevují obsazené i vyšší velikostní třídy, ovšem s číselným zlomkem v řádu 10⁻³, což nezakládá představu o trendu.

První markantní změny v distribuci úhlů dezorientace nastaly při žíhání na 250 °C po dobu 30 min, kdy se mírně zvýšilo obsazení tříd s úhlem dezorientace 60°. Tento trend dále

pokračoval i u vyšších teplot a znamená pravděpodobný nárůst podílu dvojčatových hranic, neboť tyto jsou charakterizovány rotací právě o 60° okolo některé osy systému <111>.

Uvedené trendy lze pozorovat i v orientačních mapách (mapách IPF), uvedených na obr. 117 až obr. 153, které zároveň obsahují síť hranic zrn pro GTA = 5°. U map pro žihání na 250 °C/300 min (obr. 147), 300 °C/600 min (obr. 151) a 300 °C/120 min (obr. 153) jsou přidány i verze sítí hranic s vyloučením dvojčat, které dostatečně ilustrují jejich vliv na měřenou velikost zrna.

Odkazované mapy také dobře dokumentují zmiňovanou heterogenitu UFG mědi již před žihacími experimenty.

Neobvyklý vývoj vykazují distribuce parametru KAM. Předpokládaný trend při žihání byl posun modu distribuce k menším hodnotám KAM s rostoucím časem na jedné teplotě a zároveň s rostoucí teplotou žihání. Namísto toho nebyla při žihání na 180 °C a 200 °C do času 60 min pozorována žádná změna kromě mírného přeuspořádání obsazení tříd a až při zmíněných 60 min nastal posun, ovšem k hodnotám vyšším.

Z tohoto pohledu zlomová je teplota žihání 225 °C, kdy se distribuce před a po žihání pro vyšetřované časy shodují. Při 250 °C nastává tento anomální posun již po 10 min žihání, při 30 min není detekován a opakuje se velmi výrazně při 60 min; po 300 min nastává očekávaný posun hlavního modu k nižším hodnotám, kde se navíc vynořuje další lokální maximum – vzniká bimodalita v parametru KAM. Až žihání při 300 °C po dobu 60 a 120 min naplňuje očekávaný vývoj v distribucích KAM.

Srovnáním prostorové distribuce KAM v mapách (obr. 154 až obr. 187 v přílohách) pro kombinace teplot a časů, které vykazují nejsilnější odchylku od předpokládaného trendu v sumárních distribucích KAM, docházíme ke zjištění, že nejsilnější nárůst výskytu oblastí s vysokými hodnotami KAM nastává ve velkých zrnech (při definici zrna pomocí GTA = 5°), která navíc zůstávají uchována v nezměněné velikosti i po žihání. Tato zrna jsou také v nežíhaném stavu rozdělena sítí lokálních maxim KAM, která se žiháním ještě zvýrazní.

5.7.4 Diskuse

Z výše uvedených výsledků žihacích experimentů zasluhuje zvýšenou pozornost zjištěný anomální trend ve vývoji parametru KAM, který se jeví daleko citlivější na změny v mikrostruktuře UFG mědi, než „konvenční“ charakteristiky jako velikost zrna či úhly dezorientace. Popsaný překvapivý vývoj parametru KAM při žihacích experimentech dosud nebyl v literatuře zaznamenán. Pokud je autorovi známo, parametr KAM nebyl ani doposud k charakterizaci rekrystalizačních pochodů využit.

Skutečnost, že výchozí struktura UFG mědi zpracované variantou Bc metody ECAP, obsahuje lokálně zrna o velikosti řádově hrubší, než jejich blízké okolní, je v literatuře popsána, např. [86; 110]. Tento jev je přisuzován dynamické rekrystalizaci v průběhu procesu ECAP, zapříčiněné velikostí vrstevné chyby mědi, přičemž se má za to, že zhrublá zrna jsou ve více méně rekrystalizovaném stavu. To by při analýzách EBSD mělo vyústit v nízké hodnoty parametru KAM v těchto oblastech, který by se v průběhu žihání neměly měnit.

Uplatněním mapování parametru KAM a metodiky „site specific“ bylo však zjištěno, že (v daném měřítku) rozlehlé oblasti, obehnané hranicemi s dezorientací od 5°, vykazují v některých případech ve výchozím stavu nižší hodnoty KAM než ve stavu po žihání. To se dá interpretovat například těmito dvěma způsoby:

- jako popření předpokladu o dokonale rekrystalizovaném výchozím stavu hrubozrnných oblastí, v nichž tak dochází žíháním k redistribuci dislokací a tím k lokálnímu nárůstu distorzí mřížky, zachycenému jako zvýšení hodnot parametru KAM;
- jako uplatnění redistribuce vnitřních pnutí v okolních zjemněných zrnech usnadněné zvýšenou teplotou a vedoucí k novému napětovému působení na dříve rekrystalizované zrno.

Na základě údajů v [111; 112], se zdá pravděpodobnější varianta první. V citovaných zdrojích jsou uvedeny výsledky studia tepelné stability UFG mědi, připravené metodou „High pressure torsion“ (HPT), pomocí pozitronové anihilační spektroskopie. Ačkoli tyto výsledky nejsou beze zbytku přenositelné na materiál připravený metodou ECAP, vyplývá z nich, že právě do teploty cca 250 °C se mírně snižuje intenzita absorpce pozitronů na mikrodefektech (shlucích vakancí), kdežto absorpce na dislokacích v deformovaných oblastech mírně vzrůstá, popřípadě zůstává konstantní. Až od zmíněné teploty okolo 250 °C nastává drastický nárůst podílu neabsorbovaných pozitronů, což je vykládáno jako znak nárůstu podílu rekrystalizovaného objemu, když ten se začínal objevovat již od 190 °C.

Citovaná literární data ve spojitosti se zjištěním, že velká zrna jsou již ve výchozím stavu rozdělena sítí lokálně zvýšených hodnot KAM, vedou k domněnce, že v průběhu žíhání do teplot 250 °C dochází v rámci těchto zrn k difuzi mřížkových defektů do míst zvýšeného KAM a k jejich koalescenci, kterou se vytváří nové hranice subzrn, jež se manifestují nárůstem dezorientace a zprostředkovaně i vzrůstem hodnoty KAM.

Od 250 °C výše je již v uvedených zdrojích dokumentován normální růst zrn při rekrystalizaci. Ten byl ovšem při popsáných experimentech zaznamenán až při 300 °C.

6 Ocel TRIP

6.1 Stručný úvod k ocelím s transformačně indukovanou plasticitou

Efekt takzvané transformačně indukované plasticity – TRIP („Transformation Induced Plasticity“) – se využívá zejména pro zlepšení užitečných a technologických vlastností tvářených výrobků z ocelí, uzpůsobených k tomu legováním. Podstata jevu TRIP tedy spočívá v deformačně indukované transformaci vhodným způsobem stabilizovaného austenitu na martenzit [113], která umožňuje dosáhnout výhodné kombinace tažnosti za studena a pevnosti. Deformace při zkoušce tahem je přitom homogenní, tj. bez tvorby krčku [113-115].

Uvedených vlastností se s výhodou využívá zejména v automobilovém průmyslu při lisování hlavně nosných podvozkových a karosářských dílů. Ty mohou být zároveň lehčí díky vysoké pevnosti spolu s houževnatostí, což zaručuje dostatečnou tuhost karosérie vyrobené přitom z tenkých plechů [116; 117].

Postupným vývojem a zejména pod ekonomickým tlakem na snižování obsahu legujících prvků se nejvíce rozšířily vícefázové TRIP oceli s obsahem 0,15 – 0,4 % uhlíku, 1,5 – 2,5 % křemíku a 1 – 2,5 % manganu. V některých případech se část obsahu křemíku nahrazuje hliníkem (okolo 0,3 %), popřípadě se ještě dodávají malá množství Nb, V či Ti (jako mikrolegury) pro zjemnění zrna a další prvky jako Cr, P a Mo [114; 118].

Optimální fázové složení oceli TRIP sestává ze 40 – 60 % feritu, 20 – 40 % bainitu a 5 – 20 % zbytkového austenitu [114; 116]. Tohoto poměru se dosahuje vhodným termomechanickým zpracováním, kdy je například plech z TRIP oceli válcován v interkritickém rozmezí teplot (A_1 – A_3) a pak je řízeně ochlazován do oblasti bainitické přeměny, kde je jistou dobu temperován a posléze svinován.

Zbytkový austenit může být ve struktuře oceli TRIP vyloučen v několika formách [119]:

- jako samostatná zrna;
- jako tenké lamely mezi deskami bainitu;
- jako izolované jemné acikulární ostrůvky ve feritické matici.

6.2 Motivace experimentů

Ocel TRIP je ideálním materiálem pro ověření schopnosti metody EBSD rozlišit dvě krystalograficky rozdílné fáze – ferit a austenit. Morfologie a velikost částic austenitu se dá měnit v širokých mezích postupem termomechanického zpracování a tím připravit různé náročné podmínky pro uplatnění metod fázové identifikace.

Jelikož obvyklým požadavkem při zkoumání TRIP ocelí je znalost vývoje jejich fázového složení v závislosti na aplikované deformaci, komplikuje se problém určování fází ještě dále přítomností deformačních dislokačních struktur a vznikem martenzitu.

O metodě EBSD lze předpokládat, že poskytuje lepší přehled případné morfologické nebo orientační podmíněnosti TRIP efektu na rozdíl od globálních metod, jako je rentgenová či neutronová difrakce, popřípadě že poskytne lokálně specifickou informaci o orientačních vztazích s lepší statistickou relevancí než transmisní elektronová mikroskopie díky většímu plošnému záběru.

Použití metody EBSD k mapování fázového složení TRIP ocelí, ať už v průběhu deformace zastudena nebo v čerstvě tvářeném stavu, bylo již několikrát publikováno [120-125]. Publikovaná data ovšem většinou nejsou získána ze souvislé řady deformačních kroků

na jednom typu oceli. Navíc se s výjimkou [120] jedná o konvenční experimenty ex-situ bez důrazu na vyloučení případných nehomogenit struktury (ačkoli ty nebývají výrazné), ale hlavně bez důrazu na experimentální prokázání pořadí, v jakém jednotlivé typy zbytkového austenitu transformují na martenzit.

Cílem experimentů s ocelí TRIP tedy bylo ověřit schopnost metody EBSD, provozované na REM s termoemisním zdrojem elektronů, rozlišit v oceli TRIP v nedeformovaném stavu zbytkový austenit od granulárního, popřípadě bainitického, feritu a to ve dvou typech výchozích struktur:

- Feriticko – austenitické s feritickou maticí a jemnými zrny zbytkového austenitu;
- Feriticko – bainiticko – austenitické s feritickou maticí, deskovou morfologií bainitu, se zbytkovým austenitem ve formě solitérních zrn a lamel mezi bainitickými deskami.

Dále pak ověřit, do jaké míry bude tato rozlišovací schopnost zachována při rostoucí plastické deformaci, aplikované na oba typy struktur.

Aby bylo možné zasadit hodnoty podílu zbytkového austenitu naměřené pomocí EBSD do širšího rámce, bylo účelné provést v jednotlivých deformačních fázích srovnávací měření fázového složení také jinými metodami.

6.3 Použitý materiál

Experimentálním materiálem byla ocel TRIP, poskytnutá prostřednictvím prof. Jozefa Zrníka, Ph. D., firmou Comtes FHT Dobřany ve formě protvářených plochých biletů o rozměrech cca 38 x 13 x 70 mm. Chemické složení oceli je uvedeno v tab. 6, ze kterého je zřejmé, že se jednalo o TRIP ocel na bázi křemíku, bez mikrolegování Nb či jinými prvky.

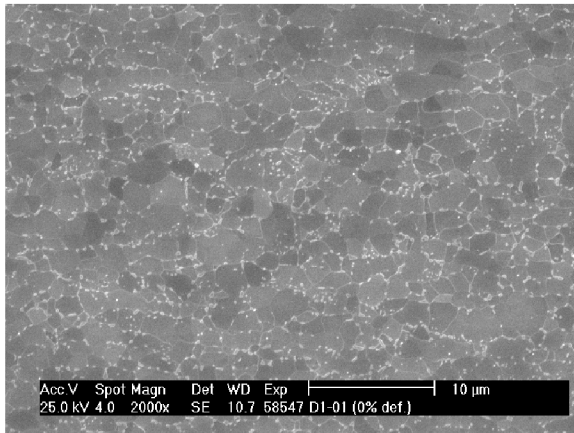
Tab. 6: Chemické složení experimentálního materiálu – oceli TRIP.

| Fe | Nominální obsah prvků (hm. %) | | | | | | | | |
|--------|-------------------------------|------|-----|-------|-------|------|------|------|-------|
| | C | Mn | Si | P | S | Cr | Ni | Mo | Al |
| základ | 0,21 | 1,43 | 1,9 | 0,017 | 0,008 | 0,06 | 0,05 | 0,01 | 0,036 |

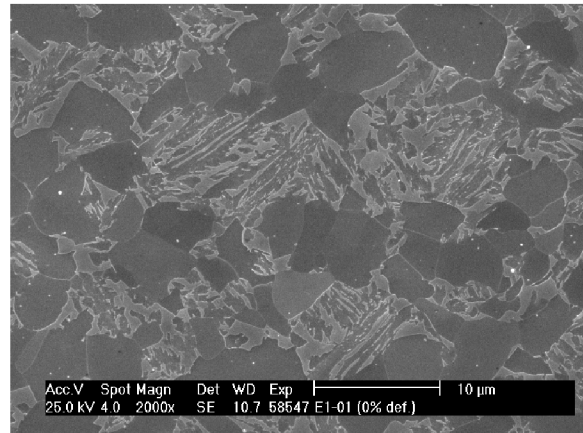
Deformační část termomechanického zpracování je zachycena ve schématu na obr. 71. Vstupním materiálem byl přířez z tyče o průměru 25,5 mm a délce cca 70 mm, který byl deformován na výšku cca 13,5 mm v jednom směru, poté postaven na kolmo a deformován znovu na stejnou výšku.

Jelikož cílem termomechanického zpracování bylo dosažení dvou rozdílných konečných struktur, byly tomuto cíli podřízeny i tepelné režimy, jejichž průběhy jsou znázorněny v diagramech na obr. 72 a obr. 73. Režim označovaný jako „D“, byl charakterizován výchozí tvářecí teplotou 850 °C a těsným sledem obou deformací, kdežto režim „E“ se vyznačoval výchozí teplotou 1000 °C a půlminutovou prodlevou mezi deformačními kroky. Izotermické prodlevy na 750 °C a 420 °C byly aplikovány v obou případech stejně jako krátké chladicí sekvence vodou a na vzduchu.

Výsledkem režimu „D“ byla struktura feriticko – austenitická, v případě režimu „E“ pak feriticko – austeniticko – bainitická. Typická výsledná morfologie obou režimů termomechanického zpracování je na obr. 69 a obr. 70.



Obr. 69: Typická mikrostruktura oceli TRIP po zpracování režimem „D“ v dodaném stavu.



Obr. 70: Typická mikrostruktura oceli TRIP po zpracování režimem „E“ v dodaném stavu.

6.4 Popis experimentů

6.4.1 Postup

Experimentální práce s využitím oceli TRIP probíhaly v následujícím pořadí:

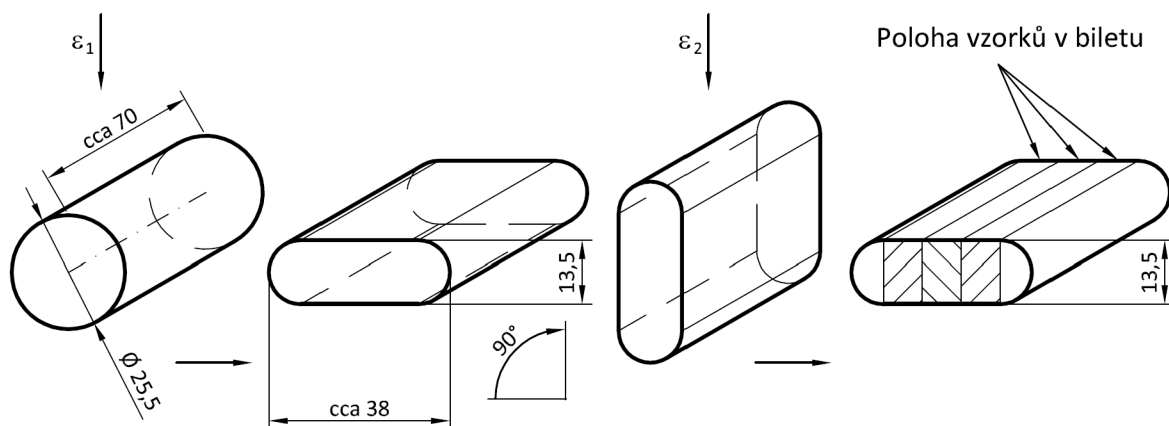
1. Měření fázového složení srovnávacími metodami na vzorcích připravených nahrubo, tj. pouze zkušebně elektrolyticky vyleštěných a zbavených tak alespoň části deformace vnesené při mechanickém leštění;
2. Dokončení přípravy vzorků (mechanické a elektrolytické přeštěnění) a analýzy EBSD výchozího stavu;
3. Deformace vzorků na zvolené úrovni plastického přetvoření;
4. Analýzy EBSD deformovaného stavu;
5. Měření fázového složení srovnávacími metodami v deformovaném stavu.

Důvodem pro volbu takového postupu byla nutnost provádět analýzy EBSD výchozího a deformovaného stavu pokud možno v těsném sledu, aby nedošlo k degradaci připravených vzorků korozi. Ostatní použité experimentální metody nejsou na povrchovou kontaminaci tolik citlivé.

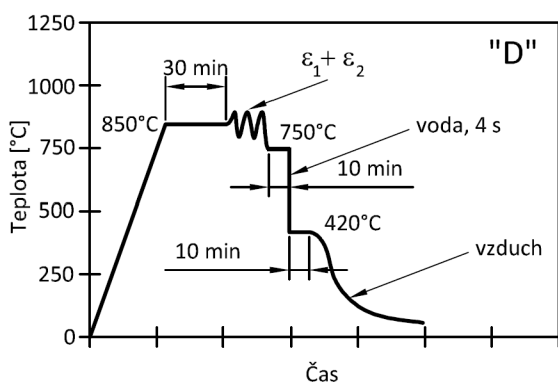
Na závěr bylo provedeno měření topografie povrchu deformovaných vzorků v analyzovaných oblastech pomocí konfokálního mikroskopu („Olympus LEXT 3000“).

6.4.2 Vzorky

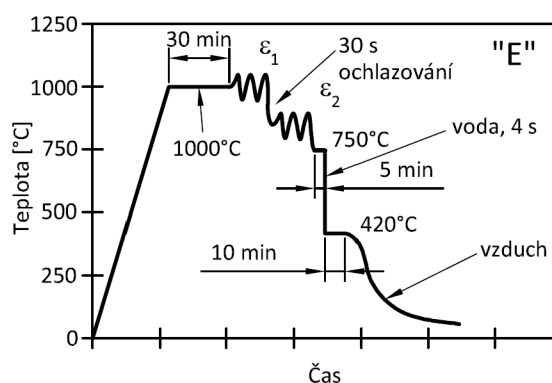
Z obou biletů (D a E) bylo vyrobeno po třech plochých vzorcích pro zkoušku tahem o rozměrech dle výkresu na obr. 74. Všech šest vzorků bylo na jedné straně celoplošně vybroušeno zamokra a vyleštěno metalografickým způsobem na diamantových pastách až do zrnitosti 1 μm. Ve vyznačené oblasti bylo poté provedeno elektrolytické leštění na přístroji „Struers Lectropol“ přes masku s odpovídajícím oválným otvorem o rozměrech 24 x 4 mm. Elektrolytem byla směs kyseliny octové a chloristé o teplotě 27 – 28 °C. Leštění probíhalo po dobu 60 s při maximálním průtoku elektrolytu a s přiloženým napětím o velikosti 60 V. Mezi jednotlivými kroky přípravy a na závěr byly vzorky prány v ultrazvukové pračce v lázni ethanolu.



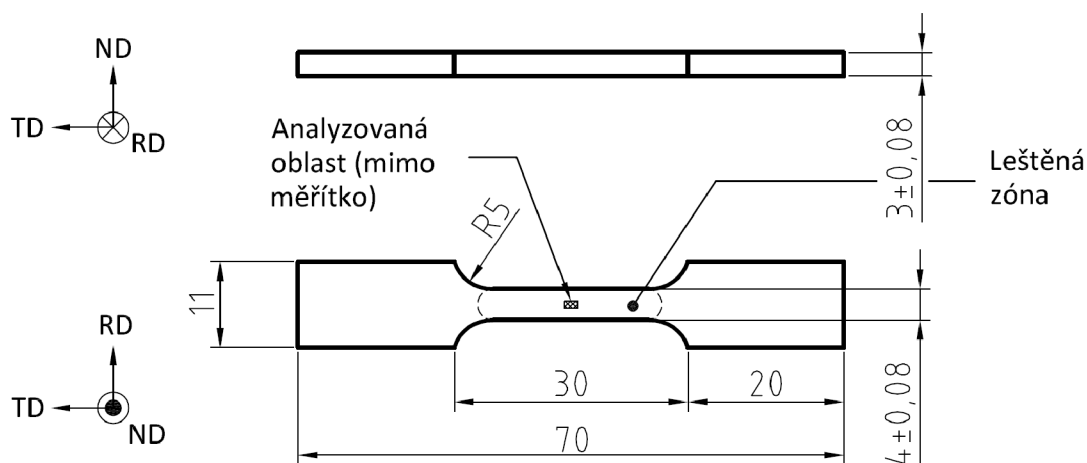
Obr. 71: Výchozí tvar polotovaru a průběh tvářecích operací při termomechanickém zpracování.



Obr. 72: Diagram termomechanického zpracování biletu „D“.



Obr. 73: Diagram termomechanického zpracování biletu „E“.



Obr. 74: Výkres zkušebního tělesa. Vyznačeno místo, kde byla upravena plocha pro analýzy EBSD, přibližné místo analýz a platný souřadný systém.

Vzorky byly nakonec opatřeny vždy dvěma vtisky mikrotvrdoměru co nejbližší podélné osy vzorku a středu leštěné oblasti. Tyto vtisky sloužily pro orientaci v ploše vzorku v průběhu analýz EBSD. Přibližná poloha oblasti analyzované pomocí EBSD je vyznačena také na obr. 74.

6.4.3 Srovnávací metody

Jako srovnávací byly voleny následující metody:

- Rentgenová difrakce;
- Neutronová difrakce.

Rentgenová difrakce:

Tato metoda byla volena jakožto nejbližší alternativa k EBSD. Je také metodou, která poskytuje informaci o složení povrchových vrstev materiálu, na rozdíl od EBSD ale průměruje plošnou distribuci fází přes ozářenou oblast, která je také několikanásobně větší.

Měření rentgenovou difrakcí bylo prováděno na běžném difraktometru „Philips X'pert“ pomocí záření K_{α} kobaltu buzeného urychlovacím napětím 45 kV a proudem 30 mA. Difraktované záření bylo načítáno detektorem „X'celerator“, primární svazek procházel přes β -filtr. Základní zpracování spekter bylo prováděno v programu „High Score Plus“ s využitím krystalografických databází ICSD a pdf2. Kvantifikace podílu fází byla prováděna metodou dle Rietvelda s použitím vnějšího standardu křemíku.

Odhadovaná chyba v určení fázového složení činí ± 5 hm. %, detekční práh cca 2 hm. %.

Neutronová difrakce:

Technika neutronové difrakce poskytuje, na rozdíl od EBSD i rentgenové difrakce, informace o průměrném fázovém složení v celém ozářeném objemu vzorku.

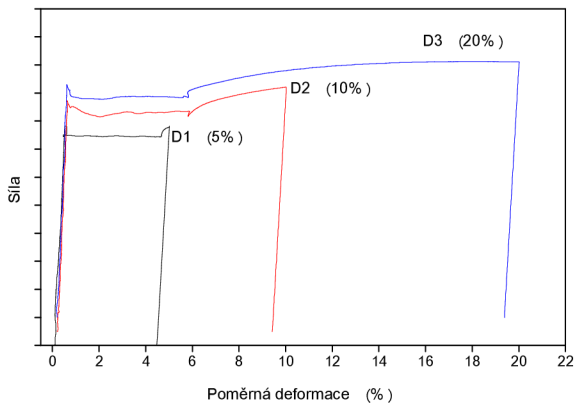
Měření neutronovou difrakcí bylo uskutečněno na práškovém difraktometru „MeReDit“, osazeném na šestém kanále lehkovodního jaderného reaktoru v Ústavu jaderného výzkumu (ÚJV) v Řeži u Prahy [126]. K měření výchozího stavu byly využity neutrony o vlnové délce 1,274 Å, získané reflexí na rovinách 422 ohýbaného monokrystalu křemíku jako monochromátoru. Úhlový krok činil 0,1°. Deformovaný stav byl analyzován neutrony o vlnové délce 1,46 Å, získanými reflexí na rovinách 220 mozaikového monochromátoru z mědi. Úhlový krok i zde činil 0,1°. Průměrný tok neutronů byl 576,4 n.s⁻¹. K analýze difrakčních spekter bylo využito programu „FullProf“, přičemž byla zavedena korekce podle Rietvelda.

6.4.4 Deformace vzorků

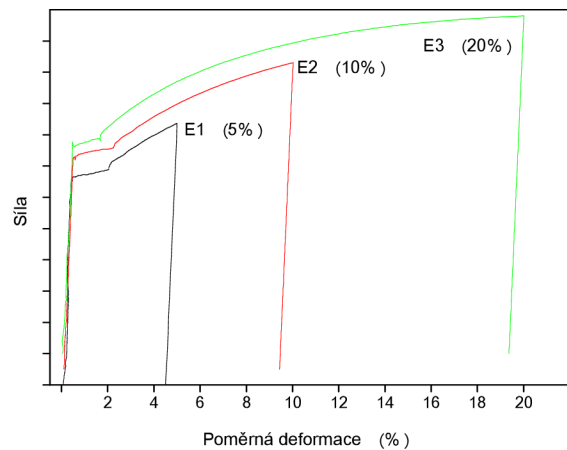
K vnášení definovaného množství plastické deformace do materiálu byl využit univerzální zkušební stroj „Zwick Z 020“, vybavený předpínacími samosvornými čelistmi na ploché vzorky. Prodloužení vzorků bylo snímáno přiloženým extenzometrem, u něhož musela být díky malým rozměrům vzorků volena základní délka pouze 10 mm. Rychlost posuvu příčnicku činila 1 mm.min⁻¹. Teplota se při zatěžování pohybovala okolo 20 °C.

Vždy první vzorek z dané sady byl deformován na celkovou deformaci 5 %, druhý na 10 % a třetí na 20 %. Obr. 75 a obr. 76 ukazují tahové diagramy všech šesti vzorků, vytvořené v průběhu deformace.

Po odečtení hookovské části tahové křivky činily plastické složky deformace 4,5 %, 9,4 % a 19,4 % v tomto pořadí.



Obr. 75: Záznam závislosti síla-deformace pro vzorky „D“. Jednotlivé křivky jsou pro přehlednost posunuty v ose y.



Obr. 76: Záznam závislosti síla-deformace pro vzorky „E“. Jednotlivé křivky jsou pro přehlednost posunuty v ose y.

6.4.5 Analýzy EBSD

6.4.5.1 Akvizice dat

Z předchozích zkušeností s použitým typem oceli TRIP vyplynulo, že pro oba typy mikrostruktur nelze použít zcela shodné nastavení analytického systému [127]. Mikrostruktura „D“ vyžaduje jemnější krok sítě než typ „E“. Z těchto požadavků vyplynuly i „rozumné“ velikosti analyzovaných oblastí, kdy u vzorků „D“ tato činila 15 x 15 μm a u vzorků „E“ pak 30 x 30 μm . Souhrn parametrů, nastavovaných při akvizici dat pro obě sady vzorků, je v přílohách v tab. 15 a tab. 16. Celkový čas načítání dat činil u vzorků „D“ cca 1,5 až 2 hod, u vzorků „E“ pak cca 2,5 až 3 hodiny.

Byl opět volen přístup „site specific“ se sledováním jednoho konkrétního místa před a po deformaci. Velikost a tvar analyzované oblasti byly voleny konstantní, se zanedbáním prodloužení ve směru „TD“ a naopak smrštění ve směru „RD“.

Jako přípustné fáze pro indexaci byl zadán pouze ferit a austenit. Důvodem, proč nebyl zahrnut do této množiny i martenzit, je malý rozdíl v typu a parametrech krystalografické mřížky martenzitu a feritu. Ten se v difraktogramech EBSD obtížně detekuje, jak ukázala již předchozí práce s ocelmi TRIP [127].

6.4.5.2 Postakviziční zpracování dat

Difrakční data z obou sad vzorků si díky rozdílným morfologiím vyžádala i rozdílný přístup k dalšímu zpracování:

Vzorky „D“:

Jelikož srovnávacími metodami se nepodařilo u vzorků „D“ vůbec austenit detekovat, byla data EBSD z těchto vzorků zkušebně reindexována několika kombinacemi fází:

1. Ferit a cementit;
2. Ferit a austenit;
3. Ferit, austenit a cementit;
4. Pouze ferit.

Přitom bylo dosaženo nepatrně lepších průměrných hodnot parametru CI v oblastech indexovaných jako cementit, než když byla zhruba tatáž místa indexována jako austenit. Nicméně rozdíl nebyl natolik průkazný, aby bylo možno tvrdit, že se v daných vzorcích zbytkový austenit vůbec nenachází. Pro zpětné ověření přesnosti indexace byly pro všechny kombinace vypočítány distribuce parametrů CI a Fit ve všech uvažovaných fázích a to pro kombinace 1 až 3.

Nakonec bylo přistoupeno pouze k reindexaci dat v původní kombinaci fází ferit – austenit, ale na základě novějších verzí databázových souborů krystalografických parametrů. Filtrace dat nebyla prováděna, pouze u deformovaného vzorku „D3“ byla aplikována následující filtrační sekvence:

1. „Grain CI standardization“ s parametrem GTA = 5° a při minimální velikosti zrna rovné dvěma pixelům;
2. „Neighbour phase correlation“ s účinkem na body s CI ≤ 0,015.

Filtrace algoritmem „Neighbour phase correlation“ je destruktivní, když nahrazuje fázovou identitu a orientaci bodu o nízkém CI za odpovídající parametry těch z těsně sousedících bodů, kterých je většina. Pokud jsou jejich počty vyrovnány, je fázová identita a orientace převzata od některého náhodně zvoleného souseda.

Vzorky „E“:

Data vzorků „E“ byla upravena všechna jednotně pomocí následující filtrační sekvence:

1. „Grain CI standardization“ s parametrem GTA = 5° a při minimální velikosti zrna rovné dvěma pixelům;
3. „Neighbour phase correlation“ s účinkem na body s CI ≤ 0,015;
2. Dilatace zrn při nastavení GTA = 5° a minimální velikosti zrna 2 pixely.

U obou sad vzorků byly dále počítány distribuce parametru KAM. Průměrné dezorientace na jádře byly vypočítávány proti sousedům druhým v pořadí, přičemž nebyly uvažovány mezilehlé pixely. Maximální přípustná hodnota dezorientace byla zadána 3°, když tato vyplynula z předběžných zkoušek.

Rozlišení feritu bainitického a granulárního – vzorky „E“:

K rozlišení mezi feritem, který se nachází v bainitických lamelách, a tím, který je vyloučen ve formě polygonálních zrn, bylo použito postupu podle Zaefferera a kolektivu, popsaného v [122]. Ten je založen na jednoduché úvaze, že ferit v bainitických lamelách bude vykazovat vyšší stupeň distorze mřížky, nežli ferit granulární. Jestliže je prostřednictvím parametru KAM možno mapovat rozložení těchto distorzí, je také možno lépe kvantifikovat podíl bainitu ve struktuře.

Řečená vyšší distorze mřížky v bainitickém feritu se v distribucích KAM projeví v ideálním případě bimodalitou. V nedeformovaném stavu bude modus s nižší dezorientací příslušet granulárnímu feritu a modus s dezorientací vyšší pak bainitickému.

6.5 Výsledky a jejich rozbor

6.5.1 Struktura feriticko – austenitická (vzorky „D“)

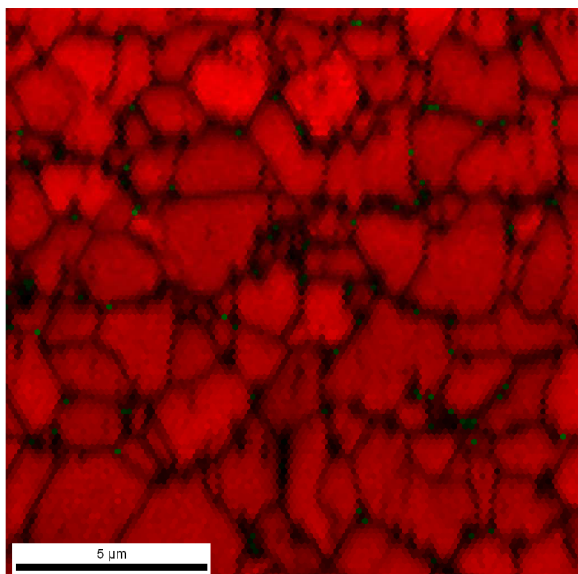
Souhrn výsledků stanovení podílu zbytkového austenitu ve vzorcích sady „D“ je uveden v tab. 7. Je na první pohled zřejmé, že množství zbytkového austenitu ve výchozím stavu je velmi malé, což způsobilo nemožnost jeho spolehlivé detekce jak neutronovou difrakcí, tak i difrakcí rentgenovou. Ani měření pomocí EBSD nebylo zcela spolehlivé, jak lze usoudit ze srovnání polohy pixelů, indexovaných jako austenit (viz mapy na obr. 77 až obr. 82), a světlých částic ve struktuře, o nichž je předpoklad, že sestávají z austenitu, jak jsou zachyceny na snímcích analyzovaných oblastí na obr. 83 až obr. 88.

Tab. 7: Výsledky analýz fázového složení sady vzorků „D“ všemi užitými metodami. Uveden pouze obsah zbytkového austenitu, dopočet do 100 % je tvořen nerozlišeným feritem.

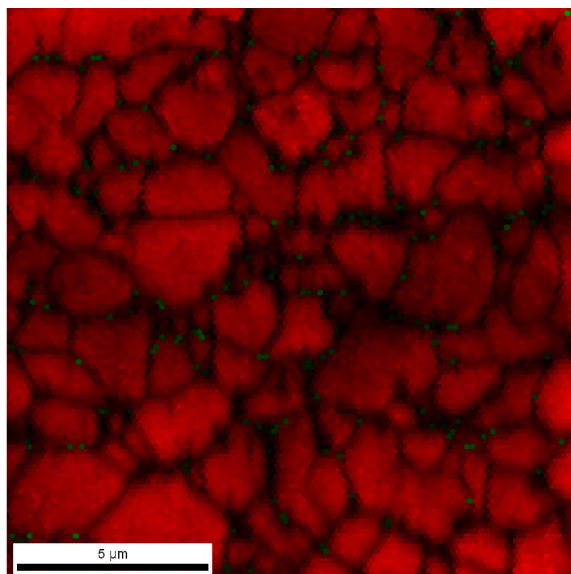
| Vzorek | Podíl zbytkového austenitu (obj. %), ND = nedetekován | | | | | |
|--------|---|-----|------|------------------|-----|------|
| | Výchozí stav | | | Deformovaný stav | | |
| | Neutrony | RTG | EBSD | Neutrony | RTG | EBSD |
| D1 | ND | ND | 0,86 | ND | ND | 1,84 |
| D2 | ND | ND | 0,66 | ND | ND | 2,41 |
| D3 | ND | ND | 0,6 | ND | ND | 2,83 |

Snímky analyzovaných oblastí v deformovaném stavu zachycují útvary, evokující tvarem povrchové trhlinky. Ze srovnání s vrstvou zachycující distribuci parametru IQ v kompozitních mapách oblastí na obr. 78, obr. 80 a obr. 82 ale nevyplývá, že by se jednalo skutečně o masivní reliéfní prvky. Ve zmíněné distribuci parametru IQ by se vznik trhlin měl projevit místy s nulovou hodnotou IQ, což se nestalo.

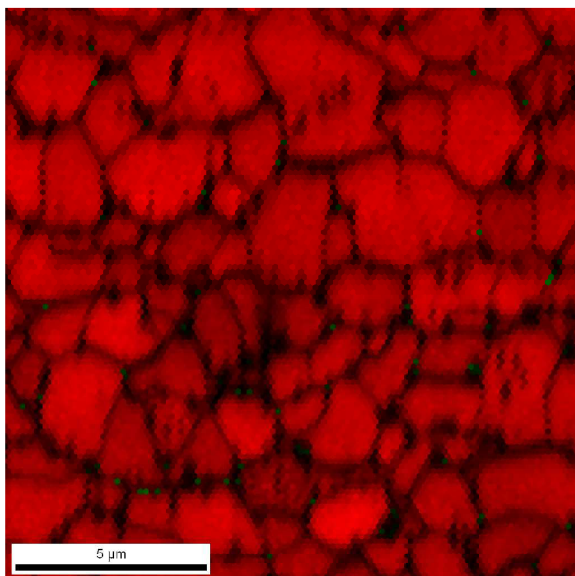
Další okolností, která existenci trhlin v materiálu zpochybňuje, je pak skutečnost, že nikde jinde mimo analyzované oblasti se tyto útvary nenacházejí.



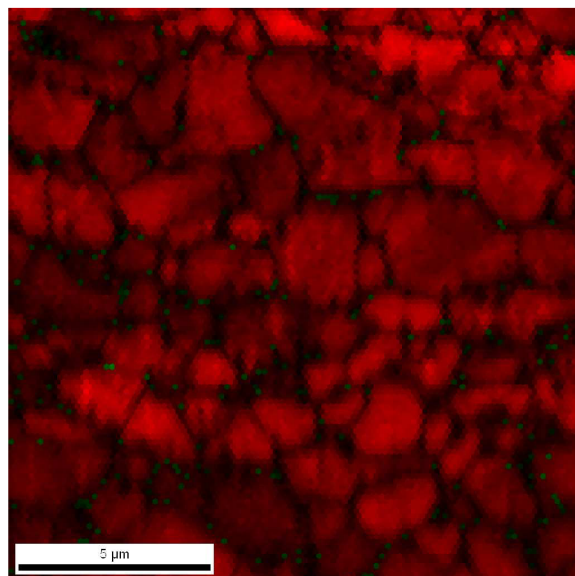
Obr. 77: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek D1, výchozí stav.
Legenda: ferit, austenit.



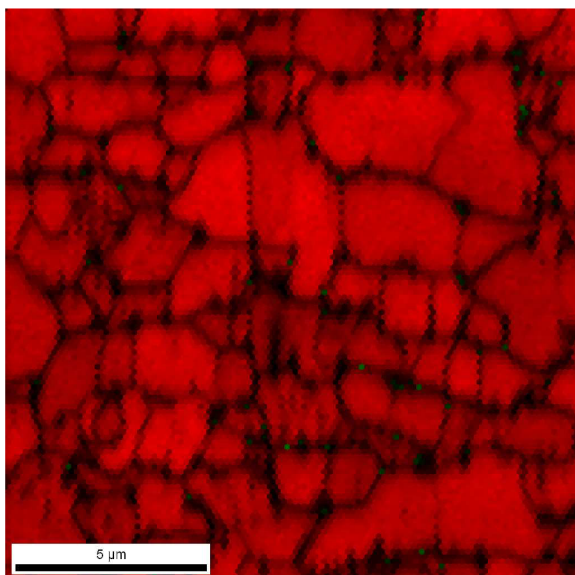
Obr. 78: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek D1, deformace 4,5%.
Legenda: ferit, austenit.



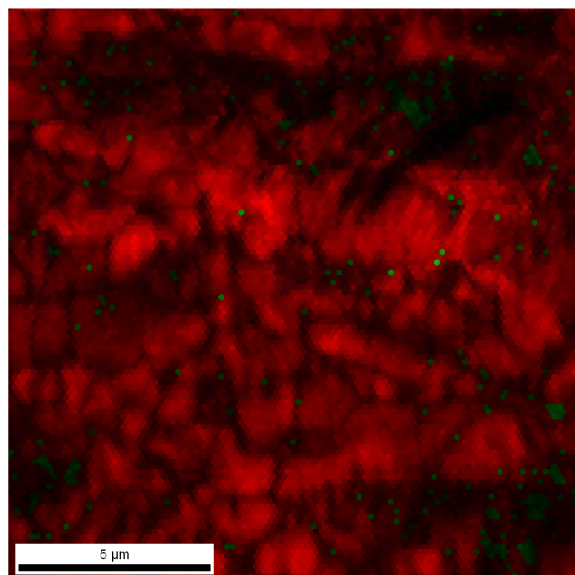
Obr. 79: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek D2, výchozí stav.
Legenda: ferit, austenit.



Obr. 80: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek D2, deformace 9,4 %.
Legenda: ferit, austenit.



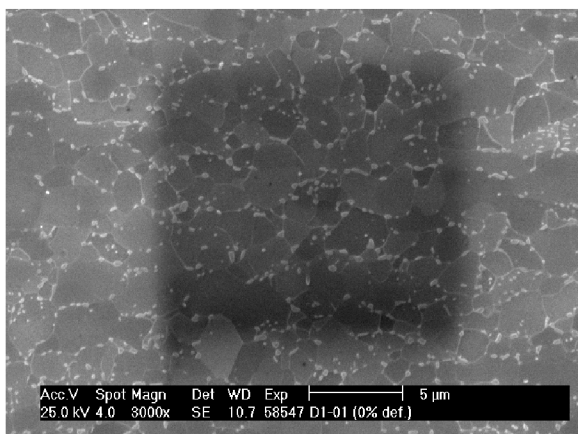
Obr. 81: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek D3, výchozí stav.
Legenda: ferit, austenit.



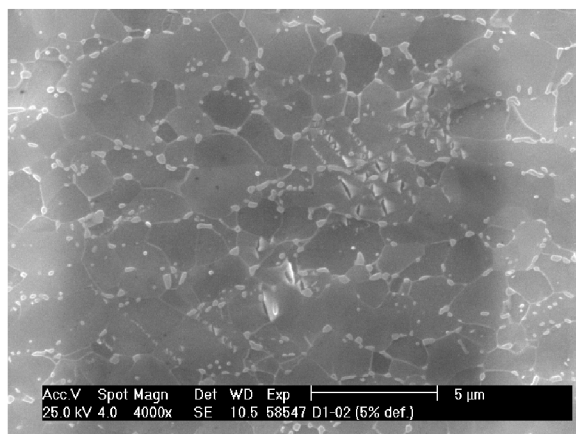
Obr. 82: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek D3, deformace 19,4 %.
Legenda: ferit, austenit.

Pravděpodobně jde tedy sice o trhlinky, ovšem nikoli v povrchu materiálu jako takového, ale ve vrstvě kontaminace, vzniklé na jeho povrchu při analýze EBSD výchozího stavu. Světlé „stíny“ těchto trhlínek pak zřejmě tvoří neodvedený náboj, který se hromadil na odchlípnutých částech kontaminačního povlaku, který je jinak pro elektrony BSE dostatečně prostupný.

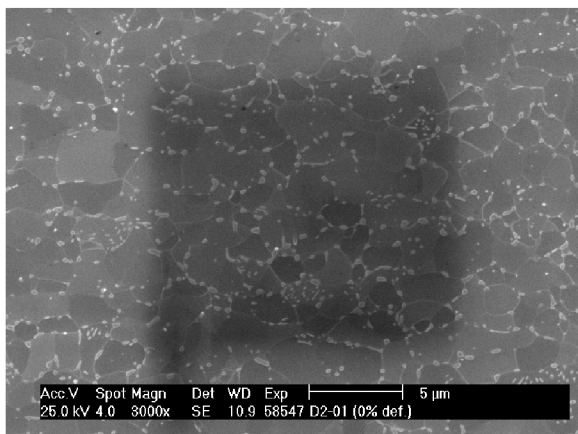
Zjištěné podíly zbytkového austenitu a jeho změny v závislosti na deformaci jsou shrnuty v grafu na obr. 89. Je z něj jasně patrný zářezující trend, zachycený pomocí měření EBSD, a to nárůst podílu austenitické fáze s rostoucí deformací. Ve všech případech se jedná pravděpodobně o artefakt, způsobený vnesenou deformací a také postupně se zvyrazňujícím deformačním reliéfem – viz obr. 222 až obr. 224 v přílohách.



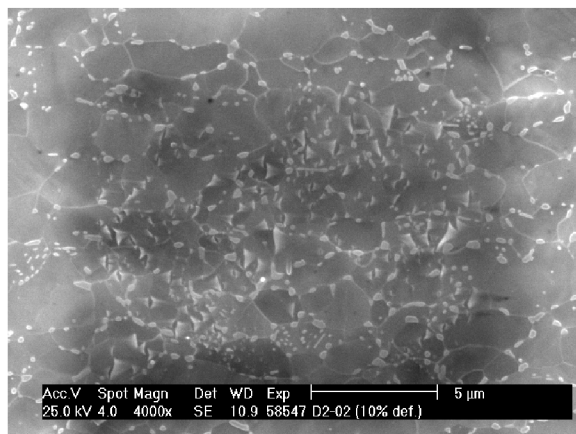
Obr. 83: Analyzovaná oblast vzorku D1 ve výchozím stavu.



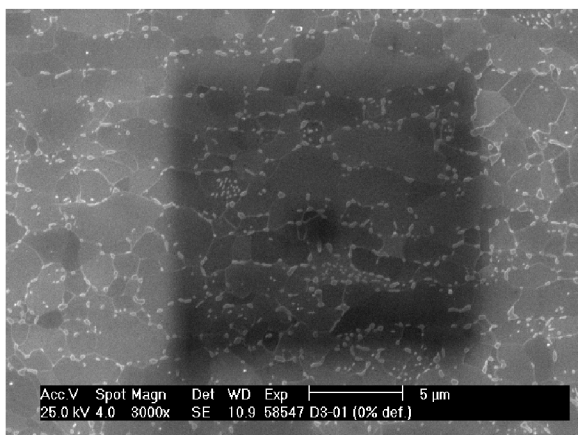
Obr. 84: Analyzovaná oblast vzorku D1 po deformaci 4,5 %.



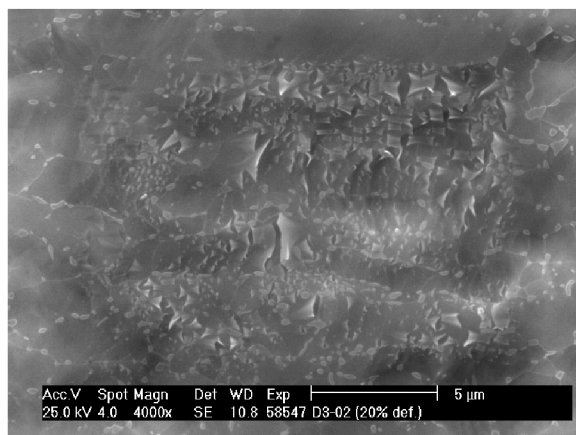
Obr. 85: Analyzovaná oblast vzorku D2 ve výchozím stavu.



Obr. 86: Analyzovaná oblast vzorku D2 po deformaci 9,4 %.



Obr. 87: Analyzovaná oblast vzorku D3 ve výchozím stavu.



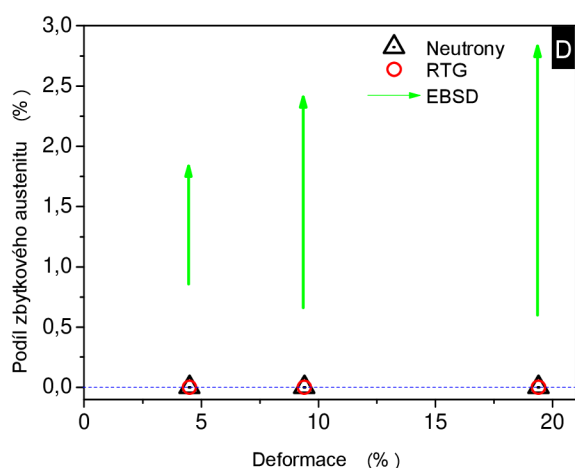
Obr. 88: Analyzovaná oblast vzorku D3 po deformaci 19,4 %.

Pro to, že se jedná o artefakt, hovoří mimo jiné též srovnání polohy pixelů, indexovaných jako austenit, mezi stavy před a po deformaci. S rostoucí deformací totiž roste podíl pixelů austenitu, které se vynořují v oblastech, kde ve výchozím stavu nebyly, což odporuje logice.

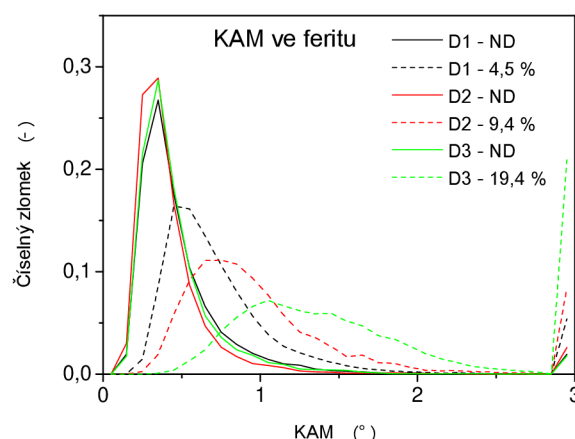
Částečné vysvětlení lze spatřovat v rostoucí vnesené deformaci, která způsobuje plastické přetvoření mřížky feritu a z něj vyplývající elastická pnutí, která se projevují jednak změnou parametru mřížky, čímž se zhoršuje rozlišitelnost mezi mřížkou feritu a austenitu, a sekundárně také distorzí mřížky v rámci zrn feritu, kterou lze zachytit pomocí parametru KAM.

Distribuce KAM je uvedena v grafu na obr. 90, ze kterého je zřejmý trend, který vykazuje modus parametru KAM v závislosti na rostoucí deformaci. Ten se od základní hodnoty, společné pro všechny tři vzorky ve výchozím stavu (cca $0,4^\circ$), přesouvá postupně k vyšším hodnotám ($0,5^\circ - 0,7^\circ - 1,1^\circ$) a zároveň se zvyšuje obsazení třídy maximálních hodnot KAM, tj. 3° .

Plošné rozložení hodnot parametru KAM je znázorněno v mapách KAM na obr. 210 až obr. 215 v přílohách. Z nich je patrné, že pixely nově indexované jako austenit, se zpravidla nacházejí v sousedství feritických oblastí s maximálními hodnotami KAM. Odtud lze vyvodit, že v daných místech již distorze mřížky feritu neumožňuje spolehlivou indexaci difrakčních stop a dochází k chybnému určení fázové identity.



Obr. 89: Grafické znázornění vývoje podílu zbytkového austenitu v závislosti na deformaci, zjištěného všemi třemi metodami.



Obr. 90: Distribuce parametru KAM ve feritu před a po deformaci u všech tří vzorků „D“. ND = nedeformován.

Nízké zjištěné podíly zbytkového austenitu vedly k domněnce, že ne všechny pozorované částice v dané oblasti jsou austenitické. Pro posouzení této teorie lze využít parametry, vyjadřující spolehlivost indexace difrakčních stop, jako jsou „confidence index“ CI a Fit. Jejich distribuce pro ověřované varianty při reindexaci jsou uvedeny v přílohách v grafech na obr. 208 a obr. 209 spolu s gaussovskými proloženími experimentálních bodů ke zlepšení přehlednosti.

Z obou uvedených grafů je vidět, že ve všech variantách indexace (1 až 3, viz výše) dosahuje ferit nejvyšší spolehlivosti, následuje cementit a nejspornější je zbytkový austenit. Jak lze ovšem posoudit z obr. 209, nelze při kombinaci ferit, austenit a cementit prohlásit, že některá z uvedených fází je indexována zcela chybně a neměla by být uvažována.

6.5.2 Struktura feriticko – bainiticko – austenitická (vzorky „E“)

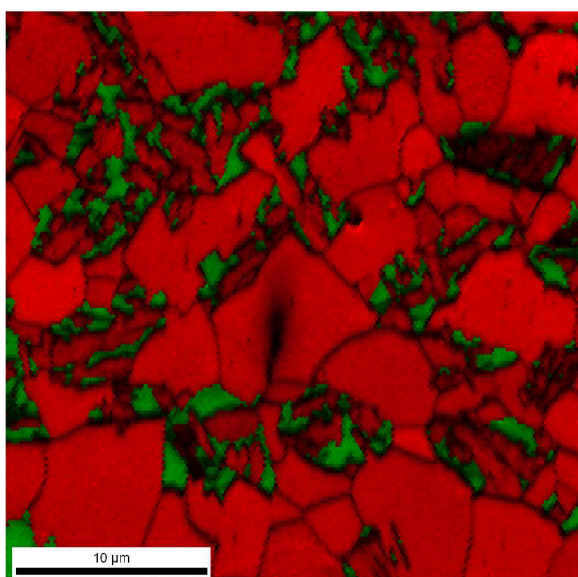
6.5.2.1 Podíl zbytkového austenitu

Množství zbytkového austenitu, stanovené všemi metodami, které byly užity, je uvedeno v tab. 8. V tomto případě již došlo k zachycení zbytkového austenitu všemi metodami, tedy včetně neutronové a rentgenové difrakce. Ze všech tří uvedených metod vykazuje při určování podílu zbytkového austenitu ve výchozím stavu největší rozptyl rentgenová difrakce, ačkoli průměrnou hodnotou se velmi blíží výsledkům neutronové difrakce, která vykazuje naopak rozptyl nejmenší. Pomocí EBSD byl v průměru naměřen nejvyšší obsah austenitu při druhé nejmenší směrodatné odchylce.

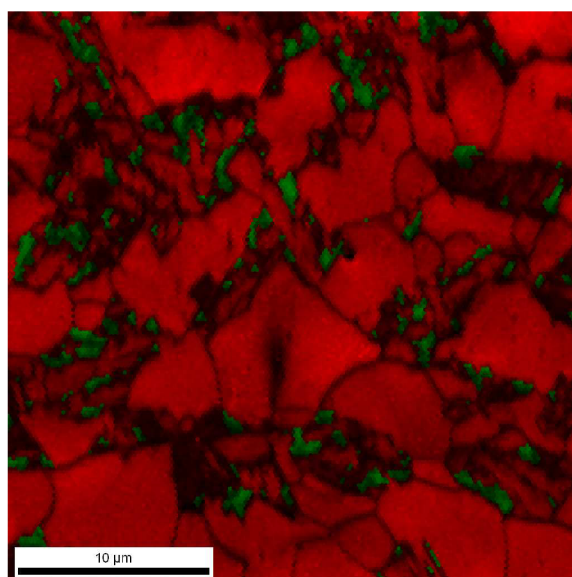
Ve výsledcích z neutronové difrakce pro vzorek „E1“ se opět vyskytuje paradox ve formě vyššího obsahu zbytkového austenitu po deformaci, nežli před ní. Vzhledem k tomu, že se jedná o ojedinělý jev a všechna ostatní měření sledují předpokládaný trend, bude se patrně jednat o náhodnou souhru případných chyb při měření a vlivu vnesené deformace.

Tab. 8: Výsledky analýz fázového složení sady vzorků „E“ všemi užitými metodami. Uveden pouze obsah zbytkového austenitu, dopočet do 100 % je tvořen nerozlišeným feritem.

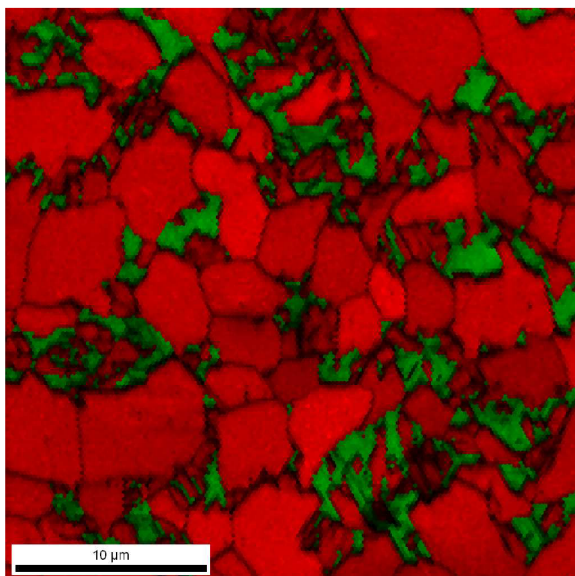
| Vzorek | Podíl zbytkového austenitu (obj. %) | | | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|------------|------------|------------------|------|------|
| | Výchozí stav | | | Deformovaný stav | | |
| | Neutrony | RTG | EBSD | Neutrony | RTG | EBSD |
| E1 | 8,08 | 8,32 | 12,69 | 12,57 | 4,91 | 6,56 |
| E2 | 12,39 | 5,41 | 15,91 | 10,39 | 1,50 | 2,55 |
| E3 | 11,89 | 17,44 | 9,54 | 8,16 | 2,91 | 1,36 |
| Průměr ± směrodatná odchylka | 10,79±2,36 | 10,39±6,27 | 12,71±3,19 | - | - | - |



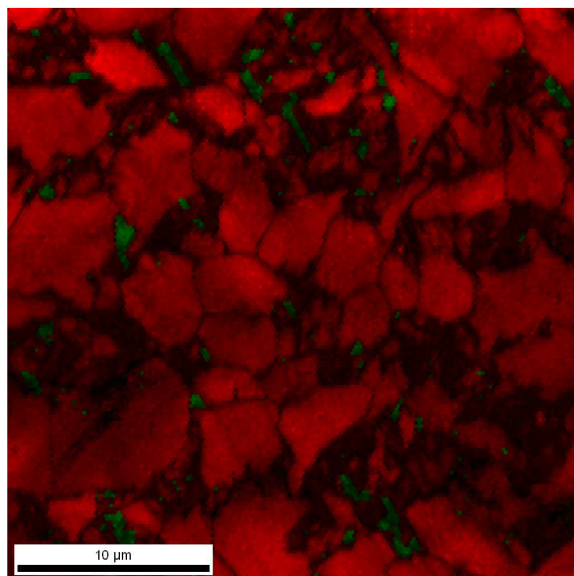
Obr. 91: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek E1, výchozí stav. Legenda: ferit, austenit.



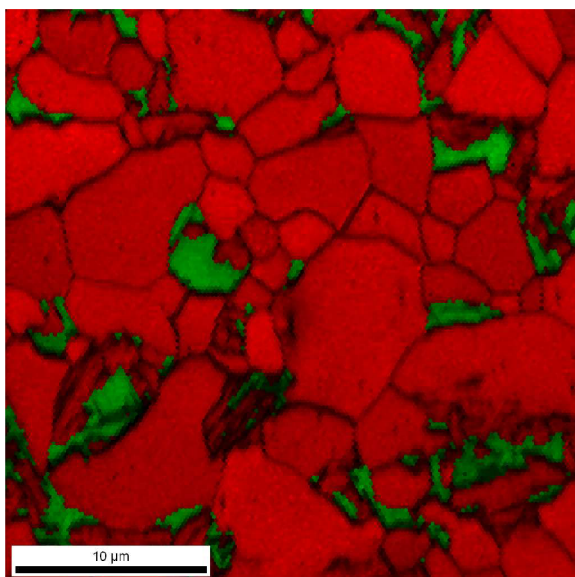
Obr. 92: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek E1, deformace 4,5 %. Legenda: ferit, austenit.



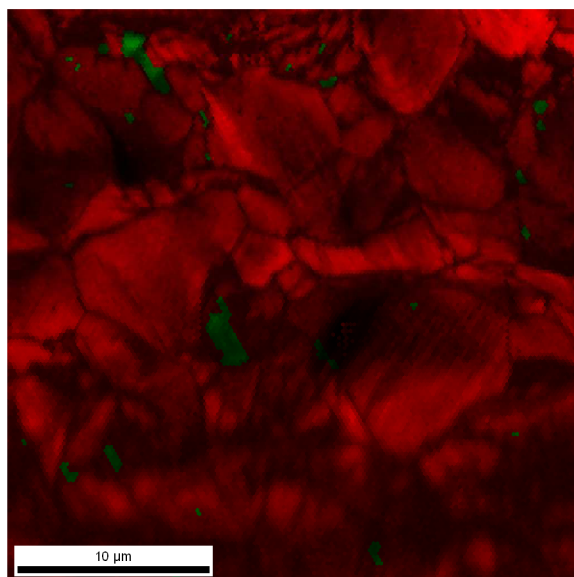
Obr. 93: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek E2, výchozí stav.
Legenda: ferit, austenit.



Obr. 94: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek E2, deformace 9,4 %.
Legenda: ferit, austenit.



Obr. 95: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek E3, výchozí stav.
Legenda: ferit, austenit.

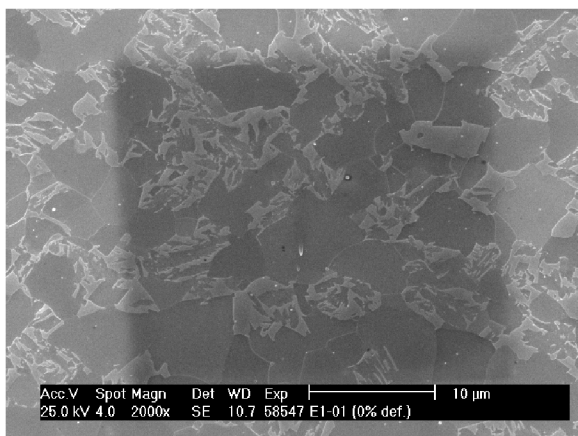


Obr. 96: Kompozitní mapa parametru IQ a fázového složení. Vzorek E3, deformace 19,4 %.
Legenda: ferit, austenit.

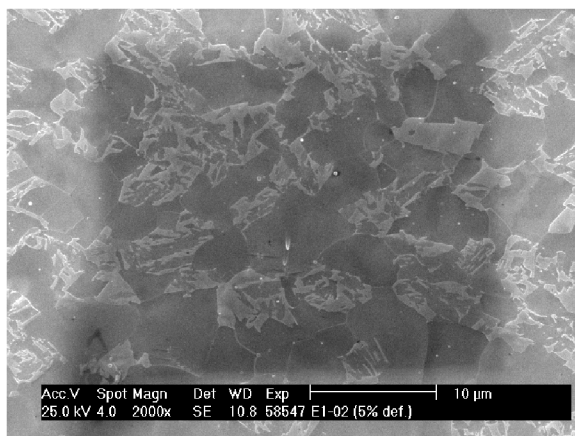
Graficky jsou výsledky měření podílu zbytkového austenitu všemi metodami shrnuty na obr. 103, kde jsou zároveň uvedeny průměrné hodnoty podílu austenitu zjištěné různými metodami ve výchozím stavu.

Obr. 91 až obr. 96 obsahuje kompozitní mapy parametru IQ a rozlišení fází – feritu a austenitu. Je z nich patrné, že na rozdíl od vzorků „D“ se nyní zbytkový austenit nachází v poměrně masivních částicích, což velmi usnadnilo indexaci difraktogramů, neboť nedocházelo v takové míře ke zhoršení kvality difrakčních stop v důsledku přechodu přes strukturní rozhraní.

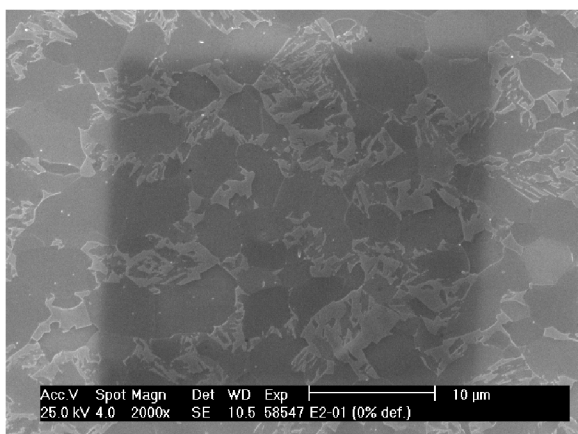
Vrstva IQ v uvedených mapách pro deformovaný stav také indikuje vzrůstající podíl pixelů s nízkou hodnotou IQ. Nezvykle se v této souvislosti choval vzorek „E1“, u kterého vizuálním porovnáním vrstvy IQ ve výchozím a deformovaném stavu není pozorovatelné markantní zhoršení IQ ve feritických zrnech.



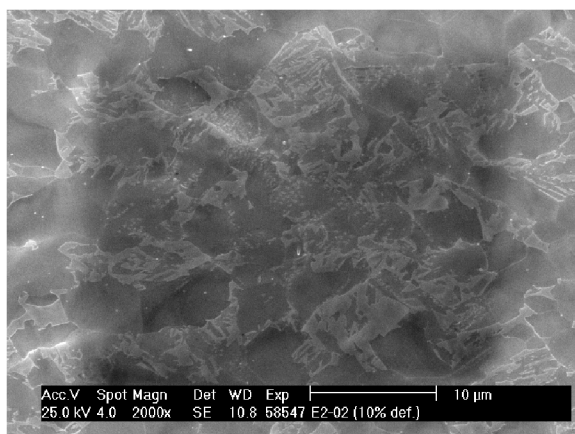
Obr. 97: Analyzovaná oblast vzorku E1 ve výchozím stavu.



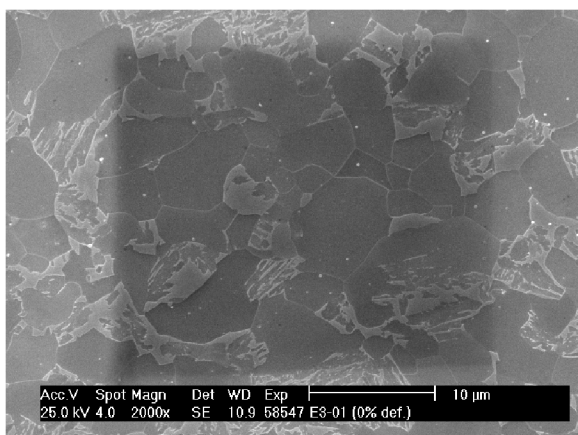
Obr. 98: Analyzovaná oblast vzorku E1 po deformaci 4,5 %.



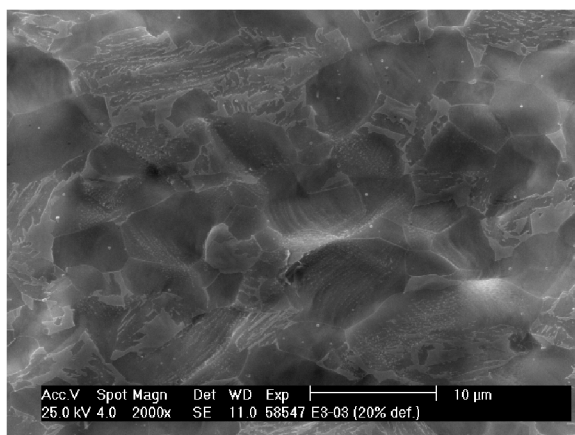
Obr. 99: Analyzovaná oblast vzorku E2 ve výchozím stavu.



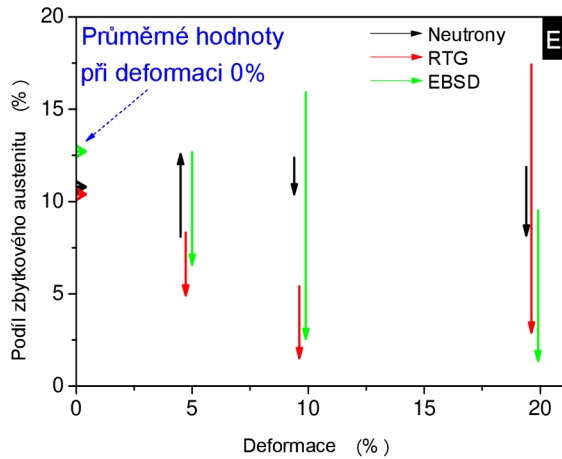
Obr. 100: Analyzovaná oblast vzorku E2 po deformaci 9,4 %.



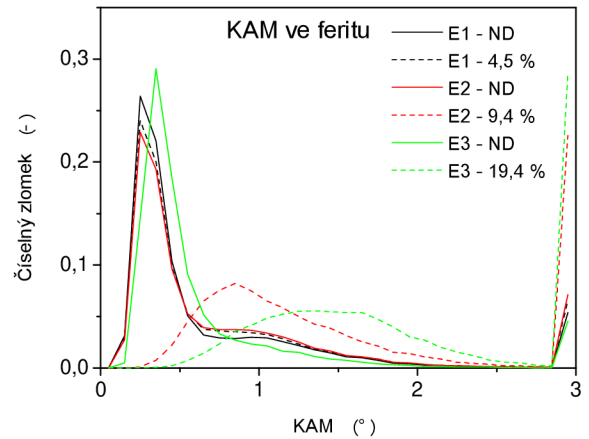
Obr. 101: Analyzovaná oblast vzorku E3 ve výchozím stavu.



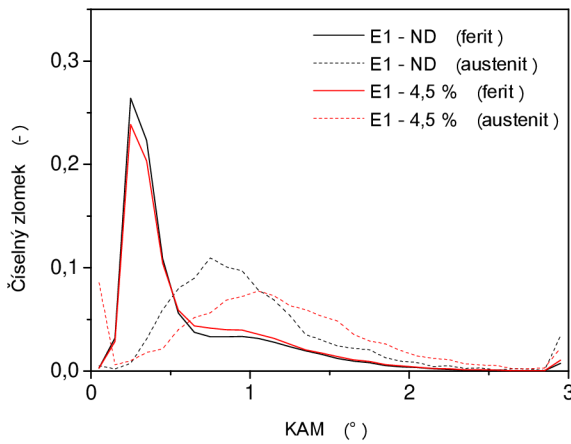
Obr. 102: Analyzovaná oblast vzorku E3 po deformaci 19,4 %.



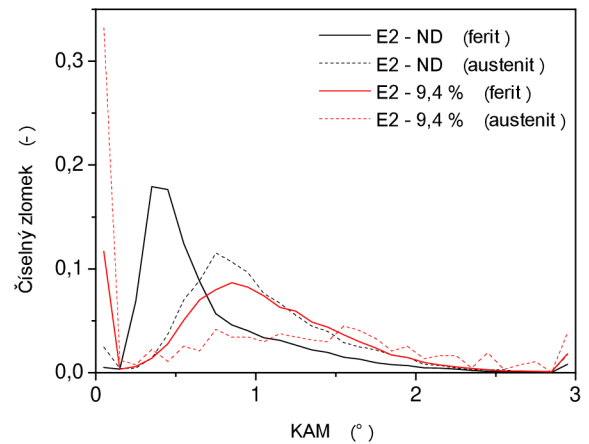
Obr. 103: Grafické znázornění vývoje podílu zbytkového austenitu v závislosti na deformaci, zjištěného všemi třemi metodami, u vzorků „E“.



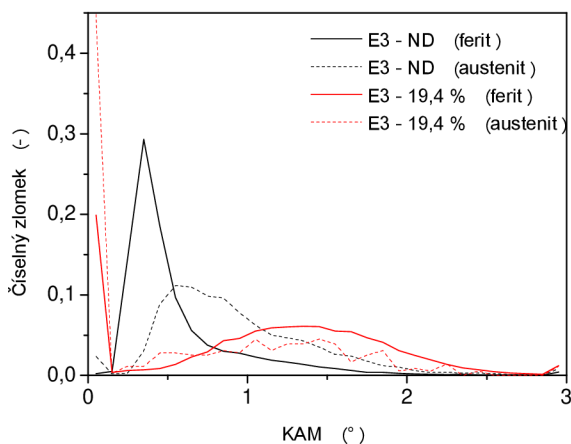
Obr. 104: Distribuce parametru KAM ve feritu před a po deformaci u všech tří vzorků „E“. ND = nedeformován.



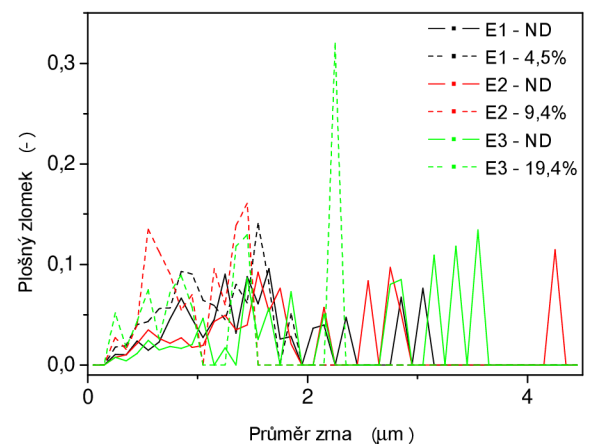
Obr. 105: Distribuce parametru KAM ve feritu a austenitu samostatně před a po deformaci vzorku „E1“. ND = nedeformován.



Obr. 106: Distribuce parametru KAM ve feritu a austenitu samostatně před a po deformaci vzorku „E2“. ND = nedeformován.



Obr. 107: Distribuce parametru KAM ve feritu a austenitu samostatně před a po deformaci vzorku „E3“. ND = nedeformován.



Obr. 108: Distribuce velikosti zrna austenitu před a po deformaci u všech tří vzorků „E“. Parametry definující zrna: GTA = 5° a min. počet pixelů = 2. ND = nedeformován.

Uvedené zhoršení hodnot IQ ve feritických zrnech by bylo na místě za předpokladu, že by se plastická deformace akomodovala také, ev. pouze, ve feritu. Porovnáním distribuce KAM ve feritu pro výchozí a deformovaný stav (obr. 104) lze konstatovat, že u vzorku „E1“ nedošlo k žádné výrazné změně na rozdíl od obou zbývajících vzorků.

Pokud se soustředíme na distribuci KAM ve feritu i austenitu tak, jak jsou uvedeny na obr. 105 až obr. 107, docházíme ke zjištění, že markantní posun modu distribuce vlivem deformace se v případě vzorku „E1“ odehrává pouze v austenitu. Ve zbylých dvou případech již dochází k posunům u obou fází.

Pohledem na obr. 108, obsahující distribuční křivky velikostí částic austenitu před a po deformaci pro všechny tři vzorky, zjistíme, že vlivem deformace se vyklizují vyšší rozměrové třídy, tedy že průměrná velikost částic klesá.

Uvedená zjištění se dají v rámci analyzované oblasti interpretovat tak, že plastická deformace se v daném typu oceli TRIP odehraje nejprve v austenitu a to především ve velkých zrnech, která posléze deformačně transformují na martenzit. Při dalším zatěžování dojde k plastizaci i v zrnech feritu, což se projeví posunem modu v distribucích KAM pro ferit i austenit.

Rostoucí distorze mřížky se i v tomto případě projevila výskytem chybně indexovaných pixelů austenitu v místech, kde ve výchozím stavu byl pouze ferit. V tomto typu mikrostruktury se však takové chyby vyskytly pouze ojedinele.

Obr. 97 až obr. 102 obsahují snímky povrchu vzorků sady „E“ ve výchozím stavu a po deformaci. Je z nich patrné, že došlo k chybám v ustavení vzorků v upínacím přípravku před analýzou EBSD, které se projevují geometrickým zkreslením tvaru analyzované oblasti, jež se dá odvodit z tvaru kontaminační stopy.

Chyby v upnutí vzorku vnášejí nepřesnosti i do určení krystalografické orientace. Jelikož však v rámci těchto analýz nebylo třeba stanovovat orientační vztahy strukturních jednotek vůči vnějšímu souřadnému systému ale pouze určovat fázové identity částic, není vliv tohoto zkreslení významný. Jedinou veličinou, která by mohla být těmito nepřesnostmi dotčena, je parametr KAM. Ten se ovšem vypočítává jako veličina relativní, čímž jsou vlivy chyb v ustavení vzorku, tj. nedefinované přidané úhly vůči makroskopickému souřadnému systému, opět minimalizovány. Stejná úvaha platí v průběhu filtrace dat pro dezorientace vymezující zrna.

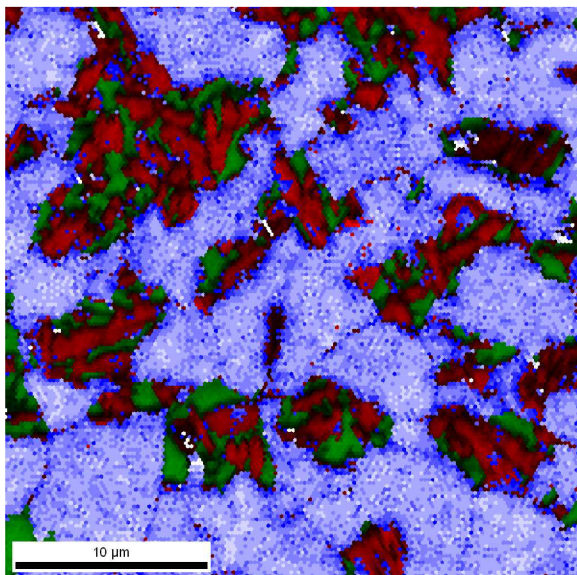
6.5.2.2 Rozlišení feritu bainitického a granulárního

K rozlišení mezi feritem bainitickým a granulárním bylo využito bimodality v distribuci parametru KAM, vypočtené pro feritickou fázi. Uvedené znamená, že v histogramu KAM lze nalézt takovou hodnotu, která jej rozdělí na dvě části. Z nich ta, již přísluší modus s nižší hodnotou KAM, vystihuje ferit granulární, tj. s malou počáteční distorzí mřížky. Naopak ta část distribuce, do níž spadá modus s vyšší hodnotou KAM, popisuje ferit bainitický.

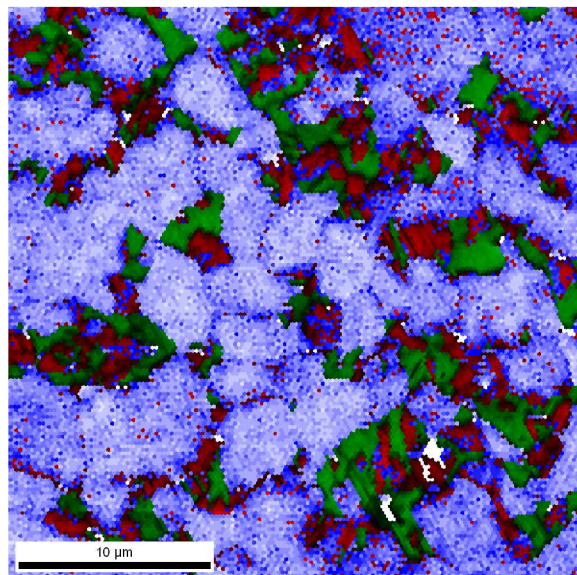
Nalezení hraniční hodnoty KAM je třeba provádět interaktivně, tj. využívat možnosti analytického softwaru zvýraznit v mapě pixely, které spadají do vybraných tříd v histogramu, neboť v okolí odhadované hraniční hodnoty se zpravidla překrývají marginální hodnoty KAM obou strukturních typů feritu a je tedy třeba hledat kompromis. Ideální dělící hodnota byla v popisovaném případě stanovena na základě morfologické shody, tj. požadavku, aby částice

zbytkového austenitu sousedily s lamelami bainitického feritu a dohromady tvořily ucelené kolonie.

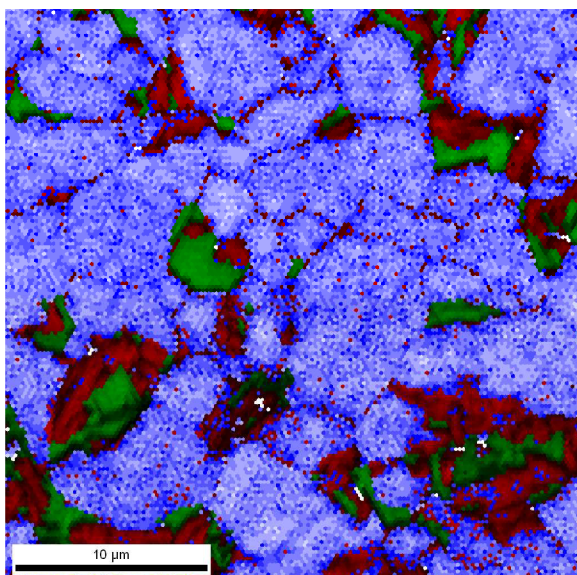
Obr. 109 až obr. 111 ukazuje mapy fázového složení vzorků „E“ ve výchozím stavu, přes které je v místech granulárního feritu překryta nová barevná vrstva. Použité hraniční hodnoty KAM jsou znázorněny v distribuci KAM pro ferit v obr. 112 a činí $0,7^\circ$ pro vzorky „E1“ a „E3“ a 1° pro vzorek „E2“.



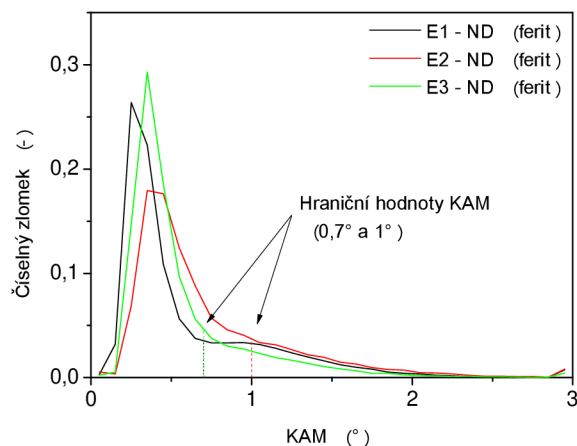
Obr. 109: Mapa fázového složení vzorku „E1“ ve výchozím stavu s vyznačeným podílem granulárního feritu. Legenda: **bainitický ferit**, **austenit**, = granulární ferit.



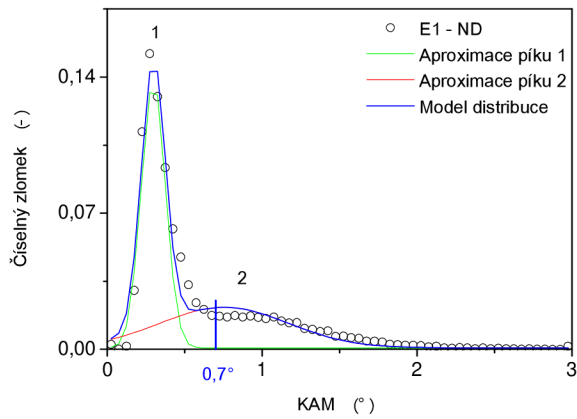
Obr. 110: Mapa fázového složení vzorku „E2“ ve výchozím stavu s vyznačeným podílem granulárního feritu. Legenda: **bainitický ferit**, **austenit**, = granulární ferit.



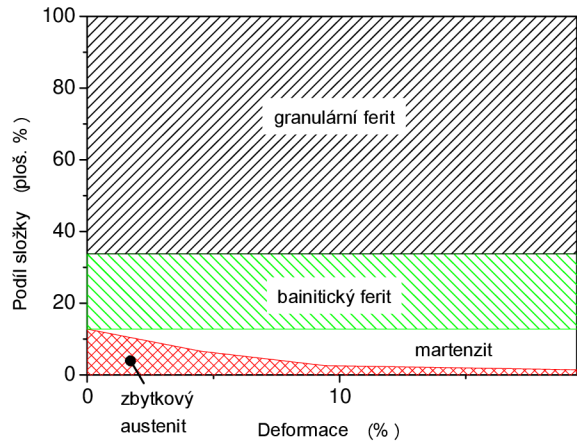
Obr. 111: Mapa fázového složení vzorku „E3“ ve výchozím stavu s vyznačeným podílem granulárního feritu. Legenda: **bainitický ferit**, **austenit**, = granulární ferit.



Obr. 112: Distribuce KAM ve feritu pro vzorky „E“ ve výchozím stavu. Vyznačeny hraniční hodnoty KAM pro rozlišení mezi feritem v bainitu a v samostatných zrnech.



Obr. 113: Příklad modelu experimentální distribuce KAM výchozího stavu vzorku „E1“ pomocí součtu dvou gaussovských distribucí.



Obr. 114: Výsledný vývoj podílu strukturních složek v závislosti na plastické deformaci.

Jak lze usoudit z distribucí KAM ve feritu pro deformované stavy vzorků „E“ (obr. 104), s rostoucí deformací se bimodalita rozdělení ztrácí a nelze ji proto pro rozlišování obou strukturních typů feritu využít.

Pro odhad, do jaké míry zkresluje volba hraniční hodnoty KAM podíly jednotlivých strukturních typů feritu, bylo provedeno na jedné z experimentálních distribucí KAM v nedeformovaném stavu její jednoduché modelování. To spočívalo v odhadu polohy obou modů distribuce a jejich aproximaci pomocí dvou gaussovských rozdělání.

Jeden z možných výsledků je i se součtovou křivkou uveden v grafu na obr. 113, kde je také vyznačena zvolená hraniční hodnota KAM 0,7°. Koeficient determinace znázorněně aproximace je 0,97. Pík 1 přísluší granulárnímu feritu, pík 2 feritu bainitickému.

Z tvaru a polohy píku 1 vyplývá, že ferit v polygonálních zrnech nedosahuje hodnot KAM větších, než 0,45°. Díky takto úzké distribuci KAM a z ní plynoucí velmi malé distorzi mřížky lze tvrdit, že granulární ferit se u vzorku „E1“ nachází v téměř rekrystalizovaném stavu.

Pík 2, odpovídající bainitickému feritu, je v dané aproximaci naopak značně více disperzní, s vrcholem na hodnotě KAM = 0,76°. Velká šířka distribuce se dá vysvětlit různou šířkou bainitických lamel v pozorované oblasti. Ferit v užších lamelách je sevřen okolními strukturními složkami a díky tomu se elastické pnutí projevuje velkými úhlovými distorzemi mřížky, indikovanými velkými hodnotami KAM, kdežto u lamel širších, kde se může celkové zakřivení mřížky rozložit na delší dráze, vyjdou hodnoty KAM nižší.

6.5.2.3 Podíl strukturních složek v závislosti na deformaci

Za několika přirozených předpokladů lze sestavit obraz postupné změny podílu strukturních složek s rostoucí deformací. Zmíněné předpoklady jsou následující:

- podíl bainitu a granulárního feritu se nemění;
- výchozí podíl martenzitu je nulový a roste pouze transformací zbytkového austenitu.

Graficky je vývoj podílu strukturních složek zachycen na obr. 114.

6.6 Diskuse

Z výsledků získaných na vzorcích v sadě „D“, jejichž struktura sestává z drobných částic, rozptýlených po hranicích a v objemu zrn feritu, vyplývá, že schopnost rozlišovat fáze s mřížkou kubickou prostorově a plošně středěnou, popřípadě ještě ortorombickou a tetragonální, je u analytického systému EBSD, připojeného k REM s termoemisním zdrojem elektronů, do značné míry ovlivněna kombinací zvoleného kroku rastru a velikosti minoritních částic. V popsaném případě je průměrná velikost částic cca 0,2 μm [127], což je i vzhledem k zvolenému velmi malému kroku rastru (0,15 μm) mezní hodnota, díky níž se v mapách vyskytovalo velké množství jednopixelových zrn, která jsou za běžných okolností odstraňována filtrací.

I v daném případě, kdy nebyla filtrace aplikována, byl obsah zbytkového austenitu vždy nižší, než činí plošný podíl kandidátských částic zjištěný obrazovou analýzou, který se pohybuje okolo 8 % (plošných) [127]. Pokud by všechny pozorované částice ve struktuře vzorků „D“ byly austenitické, pohybovalo by se jejich množství již nad obvyklými detekčními limity obou srovnávacích metod, které jsou okolo 2 hm. %. To si lze vysvětlovat v zásadě dvojím způsobem:

- Austenitické částice mohou tvořit jen zhruba 1 % z objemu (plochy), jak bylo zanalyzováno pomocí EBSD, a zbylých 7 % částic je pak tvořeno pravděpodobně karbidy (cementitem).
- I pro neutronové a rentgenové difrakční metody nastává nevhodná kombinace submikronové velikosti částic austenitu a jejich rozptýlení v relativně hrubozrnné struktuře (odhadovaná průměrná velikost zrn feritu je cca 3 μm) takovým způsobem, že na nich nedochází k dostatečně intenzivnímu koherentnímu rozptylu.

Jelikož v daném typu oceli TRIP a při daném režimu termomechanického zpracování podle [114], dochází k tvorbě právě cca 8 % zbytkového austenitu, zdála by se z obou vyjmenovaných možností pravděpodobnější ta druhá. V citované literatuře je uvedeno, že toto množství zbytkového austenitu bylo naměřeno pomocí rentgenové difrakce, ovšem neuvádí se, zda se jednalo o malé disperzní částice, jako v diskutovaném případě, nebo o částice masivnější. Uvážíme-li zároveň fakt, zjištěný pomocí EBSD, že nelze zcela vyloučit přítomnost cementitu popřípadě podobných karbidů, neztrácí relevanci ani první z předložených vysvětlení.

Skutečné množství zbytkového austenitu ve vzorcích „D“ tak patrně bude o něco vyšší, než změřené 1 %, ale nejspíše nebude dosahovat celých osmi procent obsahu minoritních částic, čímž zůstává i případný cementit pod detekčním prahem srovnávacích metod.

Nepříznivý vliv řádového rozdílu ve velikostech částic obou (všech tří) fází, popřípadě kombinovaný ještě s předpokladatelným usměrněním v matici, na detekční limit rentgenové a neutronové difrakce je znám ([128; 129]) a lze jej považovat za příčinu jejich selhání. U neutronové difrakce ještě přistupuje možnost nedostatečného objemu vzorku, který by měl činit pro ideální experiment 3 – 4 cm^3 [126], což v tomto případě splněno nebylo (0,12 cm^3 v měrné délce.) Konečný závěr o druhu pozorovaných minoritních částic by bylo možné učinit při analýze například fólií v TEM.

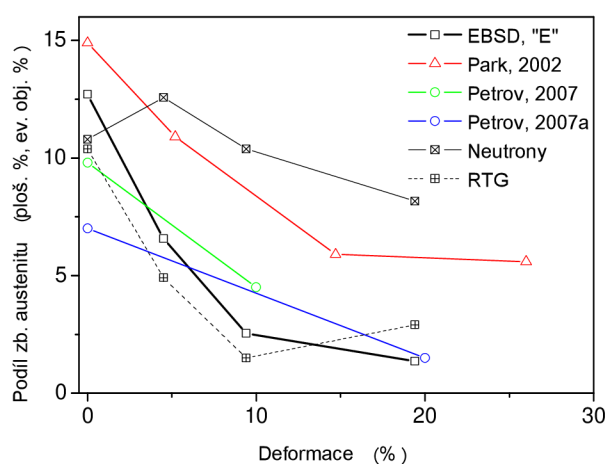
Analýzy podílu zbytkového austenitu v deformovaných vzorcích „D“ prokazují jednoznačně nepříznivý vliv deformace na spolehlivost fázové identifikace pomocí EBSD, neboť pozorovaný trend ke zvyšování podílu zbytkového austenitu je zcela nereálný.

Povrchový reliéf u vzorků „D“ není ani po deformaci natolik výrazný, aby významně zhoršil schopnost akvizičního programu indexovat správně difrakční stopy.

U sady vzorků „E“ se podařilo metodou EBSD naměřit kompletní vývoj podílu zbytkového austenitu v závislosti na deformaci. Ze srovnávacích metod se ukázala neutronová difrakce jako poněkud více náchylná ke zkreslení vlivem deformace, když indikuje v jednom případě zvýšení podílu austenitu proti výchozímu nedeformovanému stavu, což je považováno za artefakt. Data EBSD a rentgenové difrakce vykazují vesměs společný trend, ačkoli jsou navzájem posunuta asi o 1 – 2 %. To je nicméně v souladu s údaji v [130], které dokazují, že metoda EBSD ve srovnání s rentgenovou difrakcí (a jinými technikami určování podílu zbytkového austenitu) poskytuje hodnoty systematicky nižší.

Srovnání výsledků ze sady vzorků „E“ s dostupnými literárními daty je uvedeno na obr. 115. Z něho je zřejmé, že s uvážením rozptylu experimentálních dat jsou tato zcela v souladu s výsledky jiných autorů, dosažené rovněž metodou EBSD, byť na REM se zdrojem elektronů typu FEG ([124; 125]). Vysvětlením může být fakt, že ve strukturách feriticko – bainiticko – austenitického typu s obdobnou morfologií, jako byla v sadě „E“, není prostorová rozlišovací schopnost REM limitujícím faktorem, neboť všechny zajímavé strukturní součásti mají dostatečnou velikost.

Vliv povrchového deformačního reliéfu na spolehlivost indexace ani u vzorků „E“ nepřevýšil negativní vliv plastické deformace a elastických pnutí.



Obr. 115: Porovnání změřených podílů zbytkového austenitu v sadě vzorků „E“ v závislosti na deformaci s dostupnými literárními daty. Park, 2002 = [120], Petrov, 2007 = [125], Petrov, 2007a = [124].

7 Závěr

Výsledky, prezentované v této práci, lze shrnout do následujících bodů:

- 1) Byla nalezena vhodná filtrační sekvence, kterou lze restaurovat orientační data získaná na REM s termoemisním zdrojem do takové podoby, že jsou využitelná pro analýzy ultrajemnozrnných materiálů. Spodní detekční limit velikosti zrna byl při daných parametrech analýzy stanoven na 0,23 μm .
- 2) Byla ověřena reprezentativnost analýz EBSD na omezené ploše co do charakterizace celé škály velikostí zrn, přičemž bylo konstatováno, že existuje omezení shora, dané akceptovatelnou velikostí analyzované oblasti.
- 3) Byla úspěšně odzkoušena metodika „site specific“ při žíhacích experimentech na UFG mědi, která umožnila odhalit anomální chování výchozích hrubých zrn při teplotách do 250 °C. Přitom bylo odzkoušeno využití průměrné dezorientace v jádře (parametru KAM), která odráží míru lokální distorze krystalové mřížky. Jako vysvětlení uvedeného anomálního chování byla navržena difuze mřížkových poruch na krátkou vzdálenost do míst s lokálně zvýšenou distorzí, která se tím ještě dále zvyšuje za vzniku hranice subzrn.
- 4) Bylo zjištěno, že spolehlivost identifikace minoritních fází v TRIP oceli metodou EBSD, provozovanou na REM s termoemisním zdrojem, je silně podmíněna dostatečnou velikostí částic. Analýzy struktury s obsahem částic o průměrné velikosti 0,2 μm vykazují velkou chybu. Naproti tomu analýzy struktur s minoritními fázemi o velikosti v řádech mikrometrů jsou úspěšné a v korelaci s výsledky rentgenové a částečně i neutronové difrakce.
- 5) Použití parametru KAM bylo ověřeno i pro rozlišení granulárního a bainitického feritu v jednom typu oceli TRIP. Za předpokladu, že martenzit není ve výchozím stavu přítomen a vzniká pouze na úkor zbytkového austenitu, se podařilo sestavit graf vývoje podílu mikrostrukturních složek v závislosti na deformaci. Bylo ověřeno, že k největšímu poklesu podílu zbytkového austenitu dochází při celkové deformaci do 10 %. Bylo také zjištěno, že při celkové deformaci do 5 % se téměř veškerá plastická deformace odehrává v masivních austenitických částicích.

8 Použitá literatura

- [1] DINGLEY, D. D. The Development of Automated Diffraction in Scanning and Transmission Electron Microscopy. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 1-18. ISBN 0-306-46487-X.
- [2] EDINGTON, J. W. *Electron Diffraction in the Electron Microscope*. Eindhoven: N. V. Philips, Gloeilampenfabrieken, 1975. ISBN ISBN 333 18292 8.
- [3] WELLS, O. C. Comparison of different models for the generation of electron backscattering patterns in the scanning electron microscope. *Scanning*, 1999, vol. 21, no. 6, s. 368-371. ISSN: 1932-8745.
- [4] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo: Springer-Verlag, 1985. 457 s. ISBN 0387135308.
- [5] PTÁČEK, L., et al. *Nauka o materiálu I*. Brno: CERM, 2000. 505 s. ISBN 80-7204-193-2.
- [6] STARÝ, V. Simulace interakce elektronů s látkou pomocí metody Monte-Carlo v elektronové mikroskopii a mikroanalýze. In *Fyzikální interakce v elektronové mikroskopii a mikroanalýze, 15. - 19.10.1990, Stará Lesná*. V. Hulínský (editor): Česká spektroskopická společnost, 1990. s 36 - 53
- [7] KRÁL, J., et al. *Metody analýzy povrchů: iontové, sondové a speciální metody*. J. Král; L. Frank (editoři). Praha: Academia, 2002. 489 s. ISBN 80-200-0594-3.
- [8] DELONG, A., et al. *Metody analýzy povrchů: elektronová mikroskopie a difrakce*. L. Eckertová; L. Frank (editoři). Praha: Academia, 1996. 375 s. ISBN 80-200-0329-0.
- [9] AUTRATA, R. Detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii. In *Podzimní škola základů elektronové mikroskopie, 15.10.2003, Brno*. Brno: ÚPT AVČR, 2003. s 96
- [10] WENT, M. R. - WINKELMANN, A. - VOS, M. Quantitative measurements of Kikuchi bands in diffraction patterns of backscattered electrons using an electrostatic analyzer. *Ultramicroscopy*, 2009, vol. 109, no. 10, s. 1211-1216. ISSN: 0304-3991.
- [11] WINKELMANN, A., et al. Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns. *Ultramicroscopy*, 2007, vol. 107, no. 4-5, s. 414-421. ISSN: 0304-3991.
- [12] DEAL, A. - HOOGHAN, T. - EADES, A. Energy-filtered electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 2008, vol. 108, no. 2, s. 116-125.
- [13] RANDLE, V. Theoretical Framework for Electron Backscatter Diffraction. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 19-30. ISBN 0-306-46487-X.
- [14] MORNIROLI, J.-P. *Large-angle Convergent Beam Electron Diffraction (LACBED): Applications to crystal defects*. Paris: Société Francaise des Microscopies, 2002. 426 s. ISBN 2-901483-05-4.

- [15] DINGLEY, D. J. - BABAKISHI, K. Z. - RANDLE, V. *Atlas of Backscatter Diffraction Kikuchi Patterns*. B. Cantor; F. J. Corninge (editoři). Bristol: Institute of Physics Publishing, 1995. 134 s. ISBN 0-7503-0212-7.
- [16] RANDLE, V. - ENGLER, O. *Introduction to texture analysis : macrotexture, microtexture and orientation mapping*. London: Taylor & Francis, 2000. 388 s. ISBN 9056992244.
- [17] MATTESON, T. L., et al. Electron backscattering diffraction investigation of focused ion beam surfaces. *Journal of Electronic Materials*, 2002, vol. 31, no. 1, s. 33-39. ISSN: 0361-5235.
- [18] WRIGHT, S. I. Fundamentals of Automated EBSD. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 51-64. ISBN 0-306-46487-X.
- [19] *OIM Data Collection 3.51*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2002. Vyžaduje Windows XP.
- [20] MARTHINSEN, K. - HØIER, R. Determination of crystal symmetry from electron channelling patterns. *Acta Crystallographica Section A*, 1988, vol. 44, no. 5, s. 693-700. ISSN: 1600-5724.
- [21] JOY, D. C. - NEWBURY, D. E. - DAVIDSON, D. L. Electron Channeling Patterns in the Scanning Electron Microscope. *Journal of Applied Physics*, 1982, vol. 53, no. 8, s. R81-R122. ISSN: 0021-8979.
- [22] WINKELMANN, A. - SCHRÖTER, B. - RICHTER, W. Dynamical simulations of zone axis electron channelling patterns of cubic silicon carbide. *Ultramicroscopy*, 2003, vol. 98, no. 1, s. 1-7. ISSN: 0304-3991.
- [23] WINKELMANN, A. Dynamical effects of anisotropic inelastic scattering in electron backscatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 2008, vol. 108, no. 12, s. 1546-1550. ISSN: 0304-3991.
- [24] WINKELMANN, A. - NOLZE, G. Analysis of Kikuchi band contrast reversal in electron backscatter diffraction patterns of silicon. *Ultramicroscopy*, 2009. ISSN: 0304-3991.
- [25] MICHAEL, J. R. - EADES, J. A. Use of reciprocal lattice layer spacing in electron backscatter diffraction pattern analysis. *Ultramicroscopy*, 2000, vol. 81, no. 2, s. 67-81. ISSN: 0304-3991.
- [26] BABA-KISHI, K. Z. Review Electron backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis. *Journal of Materials Science*, 2002, vol. 37, no. 9, s. 1715-1746.
- [27] VOS, M. - CORNISH, G. P. - WEIGOLD, E. High-energy (e, 2e) spectrometer for the study of the spectral momentum density of materials. *Review of Scientific Instruments*, 2000, vol. 71, no. 10, s. 3831-3840. ISSN: 1089-7623.
- [28] DEAL, A. - EADES, A. Energy-dependence of an EBSD Pattern. *Microscopy and Microanalysis*, 2005, vol. 11, no. S02, s. 524-525. ISSN: 1431-9276.
- [29] BHATTACHARYYA, A. - EADES, J. A. Use of an energy filter to improve the spatial resolution of electron backscatter diffraction. *Scanning*, 2009, vol. 31, no. 3, s. 114-121. ISSN: 1932-8745.

- [30] KATRAKOVA, D. *Anwendungen der Orientierungsabbildenden Mikroskopie zur Gefügecharakterisierung kristalliner Werkstoffe*. Saarbrücken: Universität des Saarlandes, Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät III Chemie, Pharmazie und Werkstoffwissenschaften, 2002. 202 s. Vedoucí práce F. Mücklich; J. Breme.
- [31] KELLER, R. R., et al. EBSD measurements of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers. *Microelectronic Engineering*, 2004, vol. 75, no. 1, s. 96-102. ISSN: 0167-9317.
- [32] WILKINSON, A. J. Measuring Strains Using Electron Backscatter Diffraction. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 231-246. ISBN 0-306-46487-X.
- [33] MICHAEL, J. R. Phase Identification Using Electron Backscatter Diffraction in the Scanning Electron Microscope. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 75-90. ISBN 0-306-46487-X.
- [34] WILKINSON, A. J. - MEADEN, G. - DINGLEY, D. J. High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 2006, vol. 106, no. 4-5, s. 307-313. ISSN: 0304-3991.
- [35] WILKINSON, A. J. A new method for determining small misorientations from electron backscatter diffraction patterns. *Scripta Materialia*, 2001, no. 44, s. 2379-2385.
- [36] WILKINSON, A. J. Measurement of elastic strains and small lattice rotations using electron back scatter diffraction. *Ultramicroscopy*, 1996, vol. 62, no. 4, s. 237-247. ISSN: 0304-3991.
- [37] TARASIUK, J. - GERBER, P. - BACROIX, B. Estimation of recrystallized volume from EBSD data. *Acta Materialia*, 2002, no. 50, s. 1467-1477. ISSN: 1359-6454.
- [38] LASSEN, N. C. K. - JENSEN, D. J. - CONRADSEN, K. Automatic Recognition of Deformed and Recrystallized Regions in Partly Recrystallized Samples Using Electron Back Scattering Patterns. *Materials Science Forum*, 1994, vol. 157-162, s. 149-158. ISSN: 0255-5476.
- [39] CLAVES, S. R. - DEAL, A. Orientation Dependence of EBSD Pattern Quality. *Microscopy and Microanalysis*, 2005, vol. 11, no. S02, s. 514-515. ISSN: 1431-9276.
- [40] SMALL, J. A. - MICHAEL, J. R. - BRIGHT, D. S. Improving the quality of electron backscatter diffraction (EBSD) patterns from nanoparticles. *Journal of Microscopy*, 2002, vol. 206, no. 2, s. 170-178. ISSN: 1365-2818.
- [41] KRAUS, I. *Úvod do strukturní rentgenografie*. 1. Praha, 1985. 236 s.
- [42] BABA-KISHI, K. Z. Electron Backscatter Kikuchi Diffraction and Scanning Electron Reflection Microscopy in the SEM. In *IX Conference on Electron Microscopy of Solids, 6-9 May 1996, Kraków-Zakopane*. A. Czyrska-Filemonowicz, et al. (editoři). Fotobit, 1996. s 191-194. ISBN 83-904805-3-0.
- [43] *Catalog Nr. 7*. Old Harlow, Essex: Agar Scientific Ltd., 2005. 302 s.
- [44] *High Sensitivity Cameras: Principle and Technology* [online]. [cit. 4.4.2008]. Dostupné z: http://jp.hamamatsu.com/resources/products/sys/pdf/eng/e_dctn1.pdf.

- [45] *OIM Data Collection 5.31*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2008. Vyžaduje Windows XP.
- [46] *TSL Crystallography* [online]. Poslední revize 2008 [cit. 2008-03-10]. Dostupné z: http://www.edax.com/products/sku.cfm?ProductCategory_Id=4248&Product_Id=1296&SKU_Id=1742.
- [47] NordlysF+ : New generation EBSD detector with high sensitivity. [online]. 2008, [cit. 27.12.2009]. Dostupné z: <http://www.oxford-instruments.com/products/microanalysis/ebSD/detectors/Documents/NordlysF+%20Flyer.pdf>.
- [48] DEAL, A. - EADES, A. Optimizing the EBSD Signal. *Microscopy and Microanalysis*, 2005, vol. 11, no. S02, s. 526-527. ISSN: 1431-9276.
- [49] DEAL, A. - TAO, X. - EADES, A. EBSD geometry in the SEM: simulation and representation. *Surface and Interface Analysis*, 2005, vol. 37, no. 11, s. 1017-1020. ISSN: 1096-9918.
- [50] QUIU, P. *Image processing and jump regression analysis*. D. J. Baiding, et al. (editoři). Hoboken: John Wiley & Sons, 2005. 305 s. ISBN 0-471-42099-9.
- [51] BURNS, J. B. - HANSON, A. R. - RISEMAN, E. M. Extracting Straight Lines. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence (PAMI)*, 1986, vol. 8, no. 4, s. 425-455. ISSN: 0162-8828.
- [52] KUNZE, K., et al. Advances in Automatic EBSP Single Orientation Measurements. *Textures and Microstructures*, 1993, vol. 20, no. 1-4, s. 41-54. ISSN: 1687-5400.
- [53] SCHWARZER, R. A. Automated Electron Backscatter Diffraction: Present State and Prospects. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s. 105-122. ISBN 0-306-46487-X.
- [54] WINTHER, G., et al. Critical comparison of dislocation boundary alignment studied by TEM and EBSD: technical issues and theoretical consequences. *Acta Materialia*, 2004, vol. 52, no. 15, s. 4437-4446. ISSN: 1359-6454.
- [55] HURLEY, P. J. - BATE, P. S. - HUMPHREYS, F. J. An objective study of substructural boundary alignment in aluminium. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, no. 16, s. 4737-4750. ISSN: 1359-6454.
- [56] LASSEN, N. C. K. Automatic high-precision measurements of the location and width of Kikuchi bands in electron backscatter diffraction patterns. *Journal of Microscopy*, 1998, vol. 190, no. 3, s. 375-391. ISSN: 1365-2818.
- [57] WRIGHT, S. I. - NOWELL, M. M. EBSD image quality mapping. *Microscopy and Microanalysis*, 2006, vol. 12, no. 1, s. 72-84. ISSN: 1431-9276.
- [58] WILKINSON, A. J. - DINGLEY, D. J. Quantitative deformation studies using electron back scatter patterns. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 1991, vol. 39, no. 12, s. 3047-3055. ISSN: 0956-7151.
- [59] MAN, J., et al. Extrusions and intrusions in fatigued metals. Part 2. AFM and EBSD study of the early growth of extrusions and intrusions in 316L steel fatigued at room

- temperature. *Philosophical Magazine*, 2009, vol. 89, no. 16, s. 1337 - 1372. ISSN: 1478-6435.
- [60] NOWELL, M. M. - WRIGHT, S. I. Phase differentiation via combined EBSD and XEDS. *Journal of Microscopy*, 2004, vol. 213, no. 3, s. 296-305. ISSN: 1365-2818.
- [61] KRAL, M. V. A crystallographic identification of intermetallic phases in Al-Si alloys. *Materials Letters*, 2005, vol. 59, no. 18, s. 2271-2276. ISSN: 0167-577X.
- [62] PARANSKY, Y. M., et al. Phase Recognition in AlN-Ti System by Energy Dispersive Spectroscopy and Electron Backscatter Diffraction. *Microchimica Acta*, 2000, vol. 134, no. 3, s. 171-177. ISSN: 0026-3672.
- [63] SMALL, J. A. - MICHAEL, J. R. Phase identification of individual crystalline particles by electron backscatter diffraction. *Journal of Microscopy*, 2001, vol. 201, no. 1, s. 59-69. ISSN: 1365-2818.
- [64] NOWELL, M. M. - WRIGHT, S. I. Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns. *Ultramicroscopy*, 2005, no. 103, s. 41-58.
- [65] DEMIREL, M. C., et al. Studies on the Accuracy of Electron Backscatter Diffraction Measurements. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 65-74. ISBN 0-306-46487-X.
- [66] HUMPHREYS, F. J. Characterization of fine-scale microstructure by electron backscatter diffraction. *Scripta Materialia*, 2004, no. 51, s. 771-776.
- [67] ISABELL, T. C. - DRAVID, V. P. Resolution and sensitivity of electron backscattered diffraction in a cold field emission gun SEM. *Ultramicroscopy*, 1997, vol. 67, no. 1-4, s. 59-68. ISSN: 0304-3991.
- [68] HUMPHREYS, F. J., et al. Electron backscatter diffraction of grain and subgrain structures - resolution considerations. *Journal of Microscopy-Oxford*, 1999, vol. 195, s. 212-216. ISSN: 0022-2720.
- [69] FIELD, D. P. Improving the Spatial Resolution of EBSD. *Microscopy and Microanalysis*, 2005, vol. 11, no. S02, s. 52-53. ISSN: 1431-9276.
- [70] SCHWARZER, R. Phase discrimination by automated BKD. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2002, vol. 374, no. 4, s. 699-702. ISSN: 1618-2642.
- [71] *A Collection of OIM™ Applications*. S. Wright (editor). Draper: EDAX Inc., 2005. 106 s.
- [72] FARRER, J. K. - MICHAEL, J. R. - CARTER, C. B. EBSD of Ceramic Materials. In *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000. s 299-318. ISBN 0-306-46487-X.
- [73] COCLE, J., et al. Evaluation of the SEM-EBSD System Stability and Hydrocarbon Contamination Effects on EBSD Band Contrast Response. *Microscopy and Microanalysis*, 2007, vol. 13, no. S02, s. 946-947. ISSN: 1431-9276.
- [74] VAUDIN, M. D. Pseudosymmetry in EBSD Patterns. *Microscopy and Microanalysis*, 2005, vol. 11, no. S02, s. 510-511. ISSN: 1431-9276.

- [75] MORAWIEC, A. *Orientations and rotations: computations in crystallographic textures*. Berlin Heidelberg New York: Springer, 2004. 200 s. ISBN 3-540-40734-0
- [76] KOCKS, U. F., et al. *Texture and anisotropy: preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties* U. F. Kocks; C. N. Tomé; H.-R. Wenk (editoři). New York: Cambridge University Press, 1998. 676 s. ISBN 0521465168.
- [77] *OIM Analysis 5.31*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2008. Vyžaduje Windows XP.
- [78] VALIEV, R. Z. The new SPD processing trends to fabricate bulk nanostructured materials. In *High Pressure Technology of Nanomaterials*. Zurich: Trans Tech Publications, 2006. s 7-18. ISBN 1012-0394.
- [79] VALIEV, R. Z. - LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 2006, vol. 51, no. 7, s. 881-981. ISSN: 0079-6425.
- [80] MABUCHI, M., et al. Low temperature superplasticity in an AZ91 magnesium alloy processed by ECAE. *Scripta Materialia*, 1997, vol. 36, no. 6, s. 681-686. ISSN: 1359-6462.
- [81] MOHRI, T., et al. Microstructural evolution and superplasticity of rolled Mg-9Al-1Zn. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2000, vol. 290, no. 1-2, s. 139-144. ISSN: 0921-5093.
- [82] MABUCHI, M., et al. Low temperature superplasticity of AZ91 magnesium alloy with non-equilibrium grain boundaries. *Acta Materialia*, 1999, vol. 47, no. 7, s. 2047-2057. ISSN: 1359-6454.
- [83] VALIEV, R. Z. Recent developments of SPD processing for fabrication of bulk nanostructured materials. In *Thermec'2003, Pts 1-5*. Zurich: Trans Tech Publications, 2003. s 237-244. ISBN 0255-5476.
- [84] NIENDORF, T., et al. On the Microstructural Stability of Ultrafine-Grained Interstitial-Free Steel under Cyclic Loading. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2007, vol. 38, no. 9, s. 1946-1955. ISSN: 1073-5623.
- [85] CIZEK, J., et al. Spatial distribution of defects in ultra-fine grained copper prepared by high-pressure torsion. *Physica Status Solidi A*, 2003, vol. 195, no. 2, s. 335-349. ISSN: 1862-6300.
- [86] ETTER, A. L., et al. Microstructural and textural characterization of copper processed by ECAE. *Materials Characterization*, 2006, vol. 56, no. 1, s. 19-25. ISSN: 1044-5803.
- [87] VINOGRADOV, A., et al. Structure and mechanical properties of submicrocrystalline copper produced by ECAP to very high strains. In *3rd International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, 22-26th September 2005, Fukuoka, JAPAN*. [online]. Z. Horita (editor): Trans Tech Publications, 2006. s 971-976. Dostupné z: <http://www.scientific.net/MSF.503-504.971>.
- [88] SKROTZKI, W., et al. Texture gradient in ECAP copper measured by synchrotron radiation. In *2nd International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals, JUL 07-09, 2004, Metz, FRANCE*. [online]. C. Esling, et al. (editoři). New Brunswick:

Transaction Publishers, 2005. s 327-332. Dostupné z: <http://www.scientific.net/SSP.105.327>.

- [89] UNGAR, T., et al. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution x-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis. *Acta Materialia*, 1998, vol. 46, no. 10, s. 3693-3699. ISSN: 1359-6454.
- [90] GUBICZA, J., et al. Dislocation structure and crystallite size in severely deformed copper by X-ray peak profile analysis. *Materials Science and Engineering A*, 2005, vol. 400-401, s. 334-338. ISSN: 0921-5093.
- [91] KLESNIL, M. - LUKÁŠ, P. *Fatigue of Metallic Materials*. 3. vyd., 2. upravené vydání. Prague: Academia, 1992. 270 s. ISBN 80-200-0314-2.
- [92] SURESH, S. *Fatigue of materials*. Second edition. Cambridge: Cambridge University Press, 1991. 679 s. ISBN 0-521-57847-7.
- [93] *VÚK Panenské Břežany a.s.: Zkušebny a laboratoře* [online]. Poslední revize c2008 [cit. 25. 12. 2009]. Dostupné z: http://www.vukpb.cz/zkusebny_a_laboratore.php.
- [94] NOLZE, G. Image distortions in SEM and their influences on EBSD measurements. *Ultramicroscopy*, 2007, vol. 107, no. 2-3, s. 172-183. ISSN: 0304-3991.
- [95] NOLZE, G. Geometrically caused image distortion effects and their influence on interpretation of EBSD measurements. *Materials Science and Technology*, 2006, vol. 22, s. 1343-1351. ISSN: 0267-0836.
- [96] KUNZE, K., et al. Benefits of Low Vacuum SEM for EBSD Applications. In *EMC 2008 14th European Microscopy Congress 1–5 September 2008, Aachen, Germany*. [online]. M. Luysberg; K. Tillmann; T. Weirich (editoři). Berlin: Springer, 2008. Volume 1: Instrumentation and Methods, s 575-576. Dostupné z: http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-85156-1_288. ISBN 978-3-540-85156-1.
- [97] FARYNA, A. - SZTWIERTNIA, K. - SIKORSKI, K. Simultaneous WDXS and EBSD investigations of dense PLZT ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2006, vol. 26, no. 14, s. 2967-2971. ISSN: 0955-2219.
- [98] ROEDIGER, P., et al. Evaluation of chamber contamination in a scanning electron microscope. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 2009, vol. 27, s. 2711-2717. ISSN: 1071-1023.
- [99] BAUER, E. LEEM basics. *Surface Review and Letters*, 1998, vol. 5, no. 6, s. 1275-1286. ISSN: 0218-625X.
- [100] MÜLLEROVÁ, I. Contrast mechanisms in low voltage SEM. In *IX Conference on Electron Microscopy of Solids, 6-9 May 1996, Kraków-Zakopane*. A. Czyska-Filemonowicz, et al. (editoři). Fotobit, 1996. s 93-96. ISBN 83-904805-3-0.
- [101] MÜLLEROVÁ, I. Imaging of specimens at optimized low and very low energies in scanning electron microscopes. *Scanning*, 2001, vol. 23, no. 6, s. 379-394. ISSN: 1932-8745.
- [102] ÚSTAV PŘÍSTROJOVÉ TECHNIKY AV ČR, V. V. I. *Tescan VEGA TS 5130MM* [online]. Poslední revize 2. 11. 2009 [cit. 15. 12. 2009]. Dostupné z: <http://www.isibrno.cz/lem/tescan.html>.

- [103] KIMURA, H., et al. Fatigue Damage Mechanism of Nanocrystals in ECAP-Processed Copper Investigated by EBSD and AFM Hybrid Methods. In *8th Asia-Pacific Symposium on Engineering Plasticity and Its Applications (AEPA 2006), 25-29th September 2006, Nagoya Univ, Nagoya, JAPAN*. [online]. N. Ohno; T. Uehara (editoři). Zurich - Uetikon: Trans Tech Publications, 2007. s 943-948. Dostupné z: <http://www.scientific.net/KEM.340-341.943>.
- [104] KUNZ, L. - LUKAS, P. - SVOBODA, A. Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2006, vol. 424, no. 1-2, s. 97-104. ISSN: 0921-5093.
- [105] MOLODOVA, X., et al. Thermal stability of ECAP processed pure copper. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2007, vol. 460, s. 204-213. ISSN: 0921-5093.
- [106] LEE, S.-H. - HAN, S. Z. - LIM, C. Y. Difference in Annealing Characteristics of Nanostructured Copper Alloys Processed by Accumulative Roll Bonding. *Solid State Phenomena*, 2007, vol. 124-126, s. 1373-1376.
- [107] NOWELL, M. M., et al. In-situ EBSD investigation of recrystallization in ECAE processed copper. In *Recrystallization and Grain Growth, Pts 1 and 2*. Zurich: Trans Tech Publications, 2004. s 1401-1405. ISBN 0255-5476.
- [108] CAO, W. Q., et al. EBSP study of the annealing behavior of aluminum deformed by equal channel angular processing. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2003, vol. 360, no. 1-2, s. 420-425. ISSN: 0921-5093.
- [109] YU, C. Y., et al. Evolution of microstructure during annealing of a severely deformed aluminum. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2004, vol. 366, no. 2, s. 310-317. ISSN: 0921-5093.
- [110] HUANG, W. H., et al. The effect of strain path and temperature on the microstructure developed in copper processed by ECAE. *Materials Science and Engineering A*, 2004, vol. 366, no. 2, s. 221-228. ISSN: 0921-5093.
- [111] CIZEK, J., et al. Thermal stability of ultra fine grained copper prepared by high pressure torsion using various pressures. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, 2003, vol. 17, s. 37-44. ISSN: 1422-6375.
- [112] CIZEK, J., et al. Ultra fine-grained metals prepared by severe plastic deformation: A positron annihilation study. *Acta Physica Polonica A*, 2005, vol. 107, no. 5, s. 745-752. ISSN: 0587-4246.
- [113] GRÄSSEL, O., et al. High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development - properties - application. *International Journal of Plasticity*, 2000, vol. 16, no. 10-11, s. 1391-1409. ISSN: 0749-6419.
- [114] SUGIMOTO, K., et al. Effects of Volume Fraction and Stability of Retained Austenite on Ductility of Trip-Aided Dual-Phase Steels. *Isij International*, 1992, vol. 32, no. 12, s. 1311-1318. ISSN: 0915-1559.

- [115] MATSUMURA, O., et al. Effect of Retained Austenite on Formability of High-Strength Sheet Steels. *Isij International*, 1992, vol. 32, no. 10, s. 1110-1116. ISSN: 0915-1559.
- [116] STEJSKAL, O., et al. Vliv termomechanického zpracování na vývoj TRIP jevu v Si-Mn oceli. In *METAL 2005, Hradec nad Moravicí*. [CD ROM]. Ostrava: TANGER, 2005. Dostupné z: E:/2005/CD/papers/186.pdf.
- [117] ŽÁČEK, O. - KLIBER, J. - MAN, O. Hodnocení vlivu parametrů termomechanického zpracování na mikrostrukturní vlastnosti TRIP ocelí. In *Metal 2005, 24. - 26. 5. 2005, Hradec nad Moravicí*. [CD ROM]. Ostrava: Tanger, 2005. s 43
- [118] SUGIMOTO, K. I. Fracture strength and toughness of ultra high strength TRIP aided steels. *Materials Science and Technology*, 2009, vol. 25, s. 1108-1117. ISSN: 0267-0836.
- [119] SUGIMOTO, K., et al. Effects of 2nd Phase Morphology on Retained Austenite Morphology and Tensile Properties in a Trip-Aided Dual-Phase Steel Sheet. *Isij International*, 1993, vol. 33, no. 7, s. 775-782. ISSN: 0915-1559.
- [120] PARK, K. K., et al. In situ deformation behavior of Retained Austenite on TRIP steel. In *13th International Conference on Textures of Materials, 26-30th August 2002, Seoul, SOUTH KOREA*. [online]. D. N. Lee (editor) Zurich - Uetikon: Trans Tech Publications, 2002. s 571-576. Dostupné z: <http://www.scientific.net/MSF.408-412.571>.
- [121] ZAEFFERER, S. - OHLERT, J. - BLECK, W. A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed TRIP steel. *Acta Materialia*, 2004, vol. 52, no. 9, s. 2765-2778. ISSN: 1359-6454.
- [122] ZAEFFERER, S. - ROMANO, P. - FRIEDEL, F. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels. *Journal of Microscopy-Oxford*, 2008, vol. 230, no. 3, s. 499-508. ISSN: 0022-2720.
- [123] WENDROCK, H. - RICHTER, J. - GUTH, A. The determination of small areas of retained austenite in TRIP-Steels using high resolution electron back scattering diffraction. *Praktische Metallographie-Practical Metallography*, 2001, vol. 38, no. 6. ISSN: 0032-678X.
- [124] PETROV, R. - KESTENS, L. - HOUBAERT, Y. Microstructure and microtexture evolution of a TRIP-assisted steel after small deformation studied by EBSD technique. *Fundamentals of Deformation and Annealing*, 2007, vol. 550, s. 265-270. ISSN: 0255-5476.
- [125] PETROV, R., et al. Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2007, vol. 447, no. 1-2, s. 285-297. ISSN: 0921-5093.
- [126] BERAN, P. *MeReDit - powder diffractometer* [online]. Poslední revize 4. 1. 2010 [cit. 25. 12. 2009]. Dostupné z: <http://neutron.ujf.cas.cz/meredit/news.php>.
- [127] PEŠINA, Z. *Analýza deformačně indukovaných změn fázového složení oceli TRIP metodou EBSD*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 50 s. Vedoucí práce O. Man.

- [128] CONNOLLY, J. R. Sample Preparation and Systematic Diffractometer Errors. [online]. 2009, [cit. 10.4.2010], s. 17. Dostupné z: <http://epswww.unm.edu/xrd/xrdclass/07-Errors-Sample-Prep.pdf>.
- [129] CONNOLLY, J. R. Introduction: Quantitative X-Ray Diffraction Methods. [online]. 2010, [cit. 10.4.2010], s. 14. Dostupné z: <http://epswww.unm.edu/xrd/xrdclass/09-Quant-intro.pdf>.
- [130] JACQUES, P. J., et al. On measurement of retained austenite in multiphase TRIP steels results of blind round robin test involving six different techniques. *Materials Science and Technology*, 2009, vol. 25, s. 567-574. ISSN: 0267-0836.

9 Seznam použitých zkratek a symbolů

| | | | |
|--------------|---------------------------------------|----------------------|--|
| $A_1, A_3,$ | Kritické teploty přeměn | ND | „Normal direction“ |
| B_C | Jedna ze sekvencí ECAP | n_i | Počet členů i-té třídy |
| CCD | „Charge Coupled Device“ | PE | Primární elektrony |
| CI | „Confidence Index“ | P_k | Pravděpodobnost výskytu k-té úrovně šedi |
| d_{fit} | Parametr shody šířky difr. pásů | $R(\vartheta, \rho)$ | Radonova transformace |
| d_{hkl} | Mezirovinná vzdálenost | RD | „Rolling direction“ |
| D_i^{NORM} | Normovaná velikost zrna | REM | Rastrovací elektronový mikroskop (mikroskopie) |
| D_{min} | Minimální rozlišitelná velikost zrna | R_i | Rank i-té fáze |
| $d\sigma$ | Element účinného průřezu | SDI | Sěrodatná odchylka intenzity |
| EBSD | „Electron backscatter diffraction“ | SE | Sekundární elektrony |
| ECAP | „Equal channel angular pressing“ | SLEEM | „Scanning low energy electron microscope (microscopy)“ |
| ECP | „Electron channelling pattern“ | SPD | „Severe plastic deformation“ |
| EDS | „Energy dispersive spectroscopy“ | TD | „Transverse direction“ |
| EELS | „Electron energy loss spectroscopy“ | TEM | Transmisní elektronová mikroskopie; Transmisní elektronový mikroskop |
| EI | Entropie intenzity | TRIP | „Transformation-induced plasticity“ |
| FEG | „Field emission gun“ | UFG | „Ultra fine-grained“ |
| Fit_i | Úhlová shoda difr. pásů | V | Počet hlasů celkem |
| FSD | „Forward scattered detector“ | V_i | Počet hlasů |
| GTA | „Grain tolerance angle“ | ζ | Úhel snímání |
| HOLZ | „Higher-order Laue zones“ | η | Výtěžek zpětně odražených elektronů |
| HPT | „High pressure torsion“ | ϑ | Úhel průvodiče (v Houghově/Radonově transformaci) |
| I_{BSE} | Proud elektronů BSE | θ | Úhel dopadu záření |
| I_{ij} | Intenzita pixelu o souřadnicích [i,j] | λ | Vlnová délka |
| I_{PE} | Proud primárních elektronů | ρ | Euklidovská vzdálenost (v Houghově/Radonově transformaci) |
| IPF | „Inverse pole figure“ | τ | Úhel průvodiče (v gnómonické projekci) |

| | | | |
|------------|---|----------|--|
| MI | Přůměrná intenzita | ϕ | Úhel dopadu primárního svazku; Eulerův úhel |
| KAM | „Kernel average misorientation“ | Φ | Eulerův úhel |
| N | Obecně počet; počet pixelů | ω | Úhel dezorientace |
| N_{celk} | Obecně celkový počet; celkový počet pixelů v oblasti | | |