



PŘÍRODOVĚDECKÁ FAKULTA  
UNIVERZITA PALACKÉHO V OLMOUCI

KATEDRA  
EXPERIMENTÁLNÍ FYZIKY

## Bakalářská práce

Využití Mössbauerovy  
spektroskopie pro charakterizaci  
ocelí

Autor	Filippos Georgiadis
Vedoucí práce	doc. RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Studijní obor	Nanotechnologie
Forma studia	Prezenční
Rok	2020

Jméno a příjmení autora	Filippos Georgiadis
Název práce	Využití Mössbauerovy spektroskopie pro charakterizaci ocelí
Typ práce	bakalářská
Pracoviště	Katedra experimentální fyziky
Vedoucí práce	doc. RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Rok obhajoby práce	2020
Počet stran	64
Počet příloh	0
Jazyk	český
Abstrakt	Tato bakalářská práce je zaměřena na studium přístupů analýzy dat z Mössbauerovy spektroskopie. Jsou zde uvedeny tři různé programy pro analýzu spekter. Cíl této bakalářské práce spočívá v rešerši možných způsobů analýzy dat a jejich vyhodnocení. Konkrétně je zaměřena na austenit a jeho charakterizaci v Mössbauerově spektru. Je také zaměřena na analýzu a vyhodnocení Hadfieldovy oceli, tedy vysokomanganové oceli, která byla důkladně studována. Dále je také zaměřena na analýzu alfa, delta-feritu a jejich rozlišení v Mössbauerově spektru. Závěrem je shrnutí naměřených hodnot a zpracovaných výsledků a doporučení pro praxi.
Klíčová slova	Mössbauerova spektroskopie, železo, ocel, fitování, MossA, MossWinn, Recoil, alfa-ferit, delta-ferit, austenit, austenitometr, Pandat, Fe-C diagram, Hadfieldova ocel, austenitická ocel

## BIBLIOGRAPHICAL IDENTIFICATION

Author's first name and surname	Filippos Georgiadis
Title	Mössbauer spectroscopy utilization for steel characterization
Type of thesis	bachelor
Department	Department of Experimental Physics
Supervisor	doc. RNDr. Jiří Pechoušek, Ph.D.
Year of presentation	2020
Number of pages	64
Number of appendices	0
Language	czech
Abstract	This bachelor thesis is focused on the study of approaches of data analysis from Mössbauer spectroscopy. There are three different programmes for Mössbauer spectrum analysis. Intention of this bachelor thesis is to find possible ways of data analysis and their evaluation. Specifically, it is focused on austenite and his characterization in the Mössbauer spectrum. It is also focused on high-manganese steel named Hadfield steel, that was thoroughly analysed, studied and evaluated in the Mössbauer spectrum. It is also focused on alpha, delta-ferrite analysis and their distribution in the Mössbauer spectrum. The conclusion is a summary of measured and processed results and recommendations for practice.
Keywords	Mössbauer spectroscopy, iron, steel, iron oxides, fitting, MossA, MossWinn, Recoil, alpha-ferrite, delta-ferrite, austenite, austenitemeter, Pandat, Fe-C diagram, Hadfield steel, austenitic stainless steel

# PROHLÁŠENÍ

*Prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením doc. RNDr. Jiřího Pechouška, Ph.D., a že jsem použil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.*

V Olomouci dne .....

.....  
podpis

Rád bych poděkoval doc. RNDr. Jiřímu Pechouškovi, Ph.D., za jeho čas, který mi věnoval v průběhu téměř celého bakalářského studia, za jeho rady, realizaci stáže v Itálii, exkurze do JINR v Rusku a hlavně za jeho vedení při psaní bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval Mgr. Petru Novákovi, Ph.D. za přínosné konzultace ohledně výsledků a za dodatečné proměření vzorků na transmisi. Také bych chtěl poděkovat Mgr. Tomáši Ingrovi za realizaci měření (prvkové mapování EDS, SEM, BSE). Mé poděkování patří i Mgr. Milanu Vůjtkovi, Ph.D., za vyřešení problémů v programu LaTeX a kontrolu celé bakalářské práce včetně stylistických úprav a prof. Fabiu Mianimu za jeho databázi do softwaru Pandat.

# Obsah

<b>1. Úvod</b>	<b>7</b>
<b>2. Teoretická část</b>	<b>8</b>
2.1. Mössbauerova spektroskopie	8
2.1.1. Mössbauerovo spektrum	8
2.1.2. Hyperjemné interakce	8
2.1.3. Isomerní posuv	8
2.1.4. Kvadrupólová interakce	8
2.1.5. Magnetická interakce	9
2.1.6. Transmisní geometrie v Mössbauerově spektroskopii	9
2.1.7. Mössbauerova spektroskopie v geometrii rozptylu	9
2.2. Fitovací softwary pro Mössbauerovu spektroskopii	10
2.2.1. MossA	10
2.2.2. MossWinn	10
2.2.3. Recoil	11
2.3. Pandat	11
2.3.1. Komponenty	12
2.4. Austenitometr	12
2.5. Skenovací elektronový mikroskop	13
2.6. Krystalografie	13
2.6.1. Krystalová mřížka	13
2.6.2. Ideální krystalová mřížka	13
2.6.3. Krystalografické struktury	15
2.6.4. Dendritické struktury	15
2.7. Železo	16
2.7.1. Úvod	16
2.7.2. Magnetické vlastnosti	16
2.8. Alotropické modifikace železa a Mössbauerova spektroskopie	16
2.8.1. $\alpha$ -železo	16
2.8.2. $\beta$ -železo	16
2.8.3. $\gamma$ -železo	17
2.8.4. $\delta$ -železo	17
2.8.5. $\epsilon$ -železo	17
2.9. Nerezové oceli	19
2.10. Hadfieldova ocel	21
<b>3. Experimentální část</b>	<b>25</b>
3.1. Materiály a metodika	25
3.1.1. Seznam použitých materiálů	25
3.1.2. Seznam použitých přístrojů	26
3.1.3. Seznam použitých fitovacích softwarů	26
3.2. Popis fitování	26
<b>4. Výsledky a diskuze</b>	<b>28</b>
4.1. Hadfieldova ocel	28
4.1.1. Vzorek R	28
4.1.2. Vzorek R291	39
4.2. Nerezová ocel	53
<b>5. Závěr</b>	<b>59</b>
<b>Seznam použitých zdrojů</b>	<b>60</b>
<b>Seznam tabulek</b>	<b>62</b>
<b>Seznam obrázků</b>	<b>63</b>
<b>Seznam použitých symbolů a zkratk</b>	<b>64</b>

## 1. Úvod

Mössbauerova spektroskopie jakožto měřicí metoda je velice užitečná na mnoha frontách, především při materiálovém výzkumu. Velice často je užívána na analýzu širokého spektra materiálů, které splňují podmínky měřitelnosti na Mössbauerově spektrometru. Před tím je ale potřeba se seznámit s Mössbauerovým spektrometrem. Je třeba také znát, jaký je vztah mezi Mössbauerovou spektroskopií a železem, konkrétně ocelí. Tento vztah je prezentován na Mössbauerově spektru, které je výsledkem měření. Toto spektrum je třeba důkladně zanalyzovat a vyhodnotit. Samotné spektrum bez znalosti vzorku nebo literatury, která vzorek a analýzu spektra popisuje, je možné vyhodnotit fitem, který bude odpovídat matematickému modelu. Tento fit můžeme fitovat, tak dlouho dokud nesnížíme chybu na minimum. Spektra pak mají minimální chybu fitu, ale narážíme zde na problém, jak tento hypoteticky komplexní fit interpretovat. Proto se zde setkává matematika s fyzikou, aby došly ke shodě nejlepšího matematického fitu a také k nejpravděpodobnější fyzikální interpretaci. V ideálních případech na jednoduchých spektrech tyto problémy prakticky mizí a fit je dle znalosti vzorku „dokonalý“. Důležitou roli hraje při fitování seznámení se s problematikou, a to nejlépe tam, kde už byla řešena.

V dnešní době se v průmyslu velice málo setkává Mössbauerova spektroskopie a metalurgie. To plyne z toho, že v metalurgii není Mössbauerova spektroskopie standardizovanou měřicí metodou a její potenciál není využíván. Tato práce se zabývá využitím Mössbauerovu spektroskopu, jak zpracovávat a vyhodnocovat data a jak je interpretovat. Každému proměřenému vzorku budu přiložit tabulka s hyperjemnými parametry, která je ve spoustě publikacích tak opomíjena. Budou zde uvedeny hodnoty získané ze dvou fitovacích softwarů, které budou popsány v řešeršní části této práce. Vzorky vysoko manganové oceli, tedy Hadfieldovy oceli, byly proměřeny Mössbauerovou spektroskopií. Kvůli lepšímu fitu, pro který je nutná znalost vzorku, byla provedena doplňující měření. Proběhlo měření na optickém mikroskopu, na skenovacím elektronovém mikroskopu, kde jeho součástí byla prvkové mapování. Podařilo se nám vzorky Hadfieldovy oceli důkladně prostudovat a vyhodnotit. Další vzorky austenitické nerezové oceli už byly studovány pouze Mössbauerovou spektroskopií.

Cílem bakalářské práce je vyhodnotit změřené vzorky a na základě literatury navrhnout model nejlepšího správného fitu, který se bude opírat hlavně o fyzikální interpretaci, ale i o podporu matematiky a to ve smyslu eliminování chyby fitu.

## 2. Teoretická část

### 2.1. Mössbauerova spektroskopie

Mössbauerova spektroskopie je experimentální metoda, která se užívá při zkoumání vlastností a složení různých pevných látek a materiálů. Velmi často se užívá ve fyzice, chemii, geologii a biologii. Jejím základem je využití jevu bezodrazové emise a také absorpce fotonu  $\gamma$  záření jádrem. Tento jev se také nazývá, Mössbauerův jev, kdy název získal po svém objeviteli, německém fyzikovi, jehož jméno je Rudolf Ludwig Mössbauer (1929 – 2011). Pomocí Mössbauerovy spektroskopie můžeme studovat symetrii látky, její fyzikální vlastnosti, valenční stav atomů a magnetické vlastnosti. Ty jsou důsledkem uspořádání elektronových obalů atomů v krystalu. Známe mnoho experimentálních technik, které jsou založeny na Mössbauerově jevu. Ty od sebe odlišujeme podle geometrického uspořádání, zdroje záření a typu detekovaného záření. Nejvíce užívanou metodou je transmisní Mössbauerova spektroskopie (TMS – angl. Transmission Mössbauer Spectroscopy). Dalšími často užívanými metodami jsou například povrchově citlivá Mössbauerova spektroskopie konverzních elektronů (CEMS – angl. Conversion Electron Mössbauer Spectroscopy) a Mössbauerova spektroskopie konverzního rentgenového záření (angl. CXMS – Conversion X-ray Mössbauer spectroscopy). Mezi významné metody patří emisní Mössbauerova spektroskopie (EMS – angl. Emission Mössbauer Spectroscopy). [1]

#### 2.1.1. Mössbauerovo spektrum

Atomová jádra využijeme jako lokální sondy ve studovaném materiálu. Díky Mössbauerovu jevu lze získat informace o elektronové struktuře jejího nejbližšího okolí. Izotop  $^{57}\text{Fe}$  je nejběžnější sondou v Mössbauerově spektroskopii s energií přechodu  $E_0 = 14,4$  keV s přirozeným zastoupením 2,14 %. Nejvíce užívaným mateřským izotopem jader  $^{57}\text{Fe}$  je izotop  $^{57}\text{Co}$ , který je také velice rozšířeným  $\gamma$ -zářičem. Energií  $\gamma$  kvant emitovaných zářičem  $E'_\gamma$  můžeme modulovat prostřednictvím Dopplerova jevu periodickým pohybem zářiče směrem ke vzorku a od něj rychlostí  $v$ :

$$E'_\gamma = E_\gamma \pm \left(\frac{v}{c}\right)E'_\gamma,$$

kde  $E_\gamma$  je energie vyzářeného  $\gamma$  kvanta při nulové rychlosti pohybu zářiče a  $c$  je rychlost světla ve vakuu. Intenzita naměřených absorpčních čar spektra je v závislosti na rychlosti pohybu zářiče  $v$ . Šířka absorpční křivky a její hyperjemná struktura a posun jsou dalšími základními parametry. [2]

#### 2.1.2. Hyperjemné interakce

Díky elektrické a magnetické interakci mohou jádra atomů interagovat se svým okolím. Tyto interakce dělíme na interakci s okolními atomy (ionty), interakci s vlastním elektronovým obalem a na působení na vnější elektromagnetické pole. Jako hyperjemné interakce (angl. hyperfine interaction) označujeme právě tyto příspěvky, kdy poslední z nich je nejvýznamnější. Jedním z projevů těchto interakcí může být například posun nebo štěpení energetických hladin jádra. Může jít i o štěpení základní i excitovaných hladin jádra a pomocí tohoto štěpení dostáváme významné informace o elektronové struktuře tj. o magnetickém uspořádání a rozložení iontů v krystalových podmřížkách, krystalové struktuře a valenčním stavu. [1]

#### 2.1.3. Isomerní posuv

Jednou z veličin, kterou můžeme pomocí Mössbauerova jevu studovat je isomerní posuv, jehož hodnota závisí na pravděpodobnostech výskytu  $s$ -elektronů v místě jádra, které se zpravidla účastní vazeb (valenční elektrony). Proto je citlivá na valenční stav studovaného atomu (iontu). Pravděpodobnost výskytu v místě jádra se změní, pokud se elektron účastní vazby a v tu chvíli dochází také k hybridizaci. [1]

#### 2.1.4. Kvadrupólová interakce

Spin jádra  $I$  a kvadrupólový moment  $Q$  se pro základní a excitovaný stav jádra se mohou lišit. V takové variantě dochází k jinému štěpení základní excitované hladiny. Toto platí například pro izotop  $^{57}\text{Fe}$ , kdy je spin základního stavu  $I_g = \frac{1}{2}$ . Protože energie kvadrupólové interakce závisí na druhé mocnině magnetického kvantového čísla  $m$ .



$$E_Q \sim m^2,$$

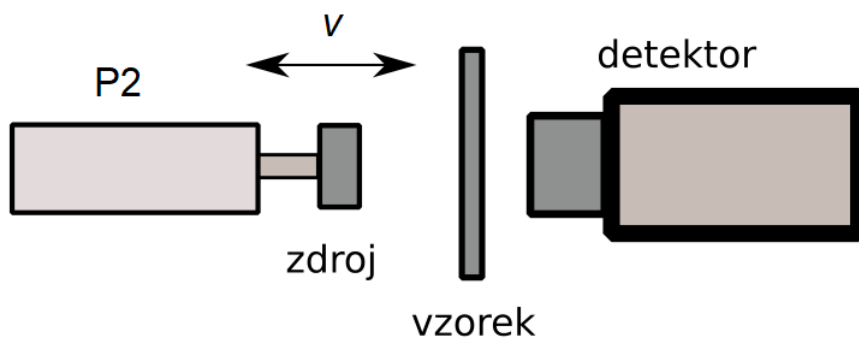
dochází ke štěpení energetické hladiny excitovaného stavu, který má spin  $I_e = \frac{3}{2}$ , neboť k jinému posunu hladiny dochází pro stavy s  $|m| = \frac{1}{2}$  a k jinému pro stavy s  $|m| = \frac{3}{2}$ . V tomto případě se excitovaný stav rozštěpí na dvě hladiny. V Mössbauerově spektroskopii pak sledujeme vždy přechod z některé hladiny excitovaného stavu do některé hladiny stavu základního. Prostřednictvím tohoto štěpení můžeme získat hodnotu gradientu elektrického pole v místě jádra a na základě jeho velikosti, případně směru, můžeme usuzovat na strukturní rozložení náboje kolem jádra nebo na elektronovou strukturu v nejbližším okolí jádra. [1]

### 2.1.5. Magnetická interakce

Počet spektrálních čar ve spektru není určen jen počtem energetických stavů v magnetickém poli, ale také výběrovými pravidly, pokud má jádro atomu v energetickém stavu  $E$  nenulový magnetický moment  $\vec{\mu}$  a pokud se nachází v časově konstantním magnetickém poli  $\vec{B}$ . Jsou povoleny pouze energetické přechody s  $\Delta m = 0, \pm 1$ . Spektrum se štěpí na šest spektrálních čar (jaderný Zeemanův efekt), pokud měření probíhá na jádrech  $^{57}\text{Fe}$ . Intenzitu těchto čar určuje pravděpodobnost příslušného přechodu. [3]

### 2.1.6. Transmisní geometrie v Mössbauerově spektroskopii

Podle [1] je nejčastější konfigurací Mössbauerovy spektroskopie tzv. transmisní geometrie. Na obr. 1 je schématicky znázorněno experimentální uspořádání pro transmisní Mössbauerovu spektroskopii. Zářič je umístěn na „transduceru“, což je zařízení sloužící k modulaci rychlosti pohybu zářiče. Emitované záření prochází přes nehybný absorbér, kterým je v tomto případě studovaný vzorek. Detektor umístěný za absorbérem zaznamenává počet prošlých fotonů s ohledem na aktuální rychlost pohybu zářiče vůči absorbéru. Transducerem je díky modulaci rychlosti pohybu zářiče vůči absorbéru měněna energie záření, jež je dána dopplerovským posunem. V případě, že energie emitovaného záření je stejná jako energie přechodu ze základního do excitovaného stavu, dochází k absorpci záření jádrem a následnému zpětnému vyzáření fotonů do všech směrů rovnoměrně. Tímto procesem dochází ke snížení intenzity detekovaného záření a ve spektru bude pozorováno minimum při dané rychlosti. Při experimentech transmisní Mössbauerovy spektroskopie studujeme závislost absorpce studovaného materiálu na energii dopadajícího záření. Výsledkem je tedy absorpční spektrum. [1]

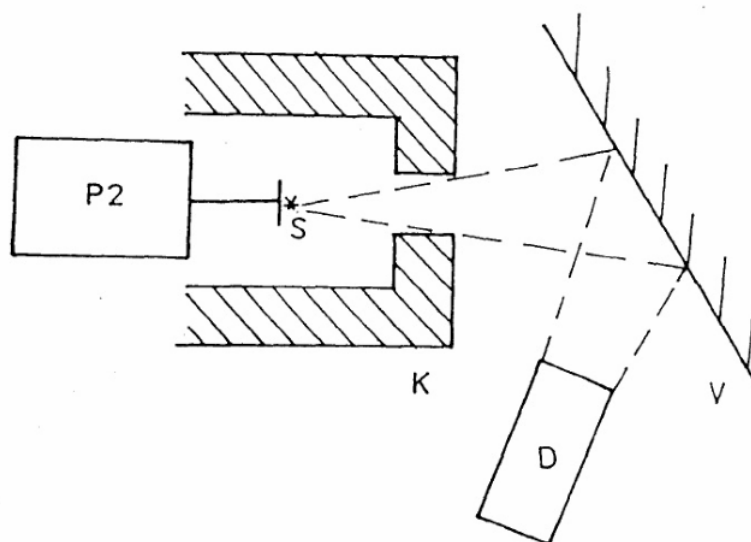


**Obrázek 1** | Schéma transmisní Mössbauerovy spektroskopie, kde P2 je pohybové zařízení. Převzato a upraveno z [1].

### 2.1.7. Mössbauerova spektroskopie v geometrii rozptylu

Podle [3] se Mössbauerovská měření (geometrie rozptylu) realizují na rozptýleném rezonančním záření. Narozdíl od transmisní absorpční varianty můžeme tato měření provádět i na masivních vzorcích. Metoda měření v geometrii rozptylu dovoluje aplikovat Mössbauerovu spektroskopii na studium vlastností povrchů. Konkurenční nerezonanční procesy nejsou poté tak důležité, jako při transmisní geometrii. Pravděpodobnost rezonančního rozptylu je o několik řádů větší než pravděpodobnost nerezonančního pružného rozptylu. Pokud je vysoká pravděpodobnost předání

energie excitovaného jádra elektronovému obalu, můžeme využít registrace konverzních elektronů nebo doprovázejícího rentgenovského záření pro měření Mössbauerova spektra. Měření Mössbauerova spektra z povrchových vrstev o různé tloušťce nám umožňuje detekce různých typů sekundárních záření. [3]



**Obrázek 2** | Schéma Mössbauerovy spektroskopie v geometrii rozptylu, kde P2 je pohybové zařízení, S – zářič, K – kolimátor, V – vzorek a D – detektor. Převzato z [3].

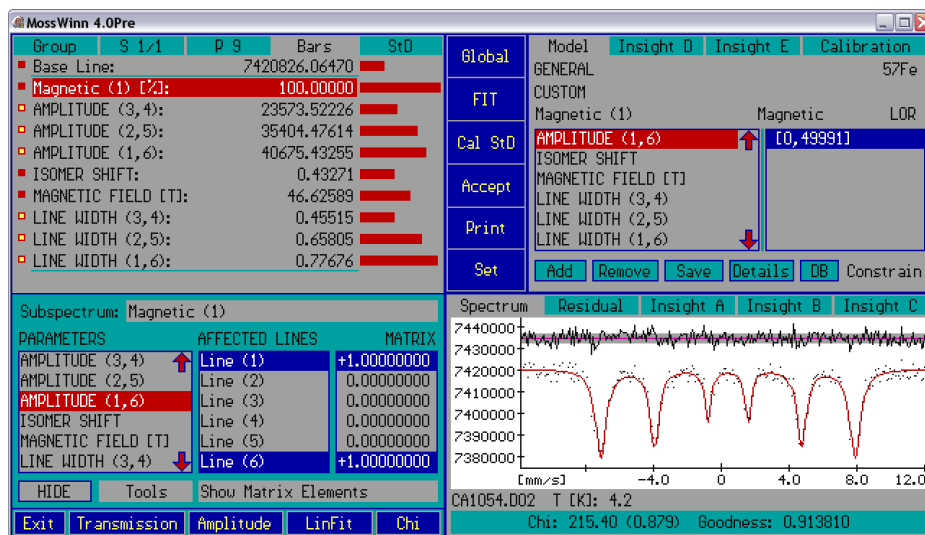
## 2.2. Fitovací softwary pro Mössbauerovu spektroskopii

### 2.2.1. MossA

Program MossA je založen na softwarovém balíčku MATLAB®. Aby bylo možné použít MossA jako samostatný spustitelný soubor, musí být nainstalován MATLAB Component Runtime (MCR). Program MossA poskytuje přístup k určení a fitování  $^{57}\text{Fe}$  konvenční a synchrotronové energetické domény Mössbauerových spekter. Složky spektra (subspektra) „Sites“ lze definovat jednoduše kliknutím myši a hyperjemné parametry mohou být omezeny na konstantní hodnoty v rámci specifických rozsahů a mohou být lineárně propojeny mezi různými subspektry. Součástí programu je „full transmission fit“ s Lorentzovským tvarem čáry (konvenční zdroj) nebo Lorentzovský čtvercový tvar čáry (synchrotroní zdroj). Proces fitování je graficky zobrazen v reálném čase a lze jej v průběhu fitování kdykoli přerušit. Zahrnutý jsou rozdělení gaussovského kvadrupólu pro rozdělení nemagnetických amorfních materiálů. MossA je navržen speciálně pro rychlou a komplexní analýzu Mössbauerových spekter. [4]

### 2.2.2. MossWinn

Program MossWinn je standardním referenčním PC softwar a který slouží k analýze spekter z Mössbauerovy spektroskopie. MossWinn kombinuje komplexní fyzikální teorie a výkonné matematické algoritmy s uživatelským rozhraním. MossWinn je jednoduchý a vhodný software pro odborníky zájímající se o Mössbauerovu spektroskopii. MossWinn poskytuje nástroje nezbytné k získání hlubokého vhledu do naměřených dat a podporuje vysokou produktivitu tím, že se stará o technickou část spektrální analýzy a zároveň umožňuje uživateli soustředit se na základy vědeckého problému. V MossWinnu je kladen důraz také na přesnost, univerzálnost, přizpůsobitelnost a robustnost provozu. [5]



Obrázek 3 | Ukázkový snímek programu MossWinn. Převzato z [6].

### 2.2.3. Recoil

Recoil je postaven na architektuře dokument/náhled: každá analýza odpovídá jinému „analyzovanému dokumentu“.

Ve výchozím nastavení se při spuštění analýzy otevírají dva náhledy: „Parameters View“, což je primární náhled. Ten uvádí parametry modelu (počet datových bodů, počet parametrů, zmenšení  $\chi^2$  atd.). Náhled „Plot View“ navíc zobrazuje pozorovaná a fitovaná spektra, včetně subspektrálních příspěvků a zbytků. Každý dokument může mít také „Report view“, což je textový soubor modelu a fitovaných parametrů, který lze vytisknout nebo uložit do souboru ASCII nebo Rich Text Format (udržuje formátování a lze jej importovat do libovolného textového souboru). V některých situacích je k dispozici také „Distribution View“ pro zobrazení rozdělení parametrů získaných z modelu.

Dalším užitečným konceptem používaným v programu Recoil je projekt. Projektový dokument je nadřazeným dokumentem každého vytvořeného dokumentu a lze jej použít ke správě skupin souborů, které spolu souvisejí. Zobrazení projektu zobrazuje všechny soubory v projektu v stromovém zobrazení (hierarchické zobrazení závislosti). Datové soubory se vyskytují jako nadřazené dráhy různých analytických dokumentů, které odpovídají každému datovému souboru. Tímto způsobem je snadné sledovat, jaké analýzy byly provedeny. Když je dokument otevřený, text jeho dráhy se zobrazí tučně pro snadnou identifikaci. [7]

### 2.3. Pandat

Software Pandat<sup>TM</sup> je integrovaný výpočetní nástroj vyvinutý na základě přístupu CALPHAD (CALculation of PHase Diagram) pro výpočet vícesložkových fázových diagramů a simulaci vlastností materiálů. Má robustní termodynamický výpočtový modul a flexibilní funkci editace tabulky po výpočtu, která umožňuje uživateli vykreslit různé typy diagramů. Tento software je navržen tak, aby vytvořil pracovní prostředí, které umožňuje integraci různých výpočetních modulů do stejného pracovního prostoru. V současné době zahrnuje čtyři moduly: PanPhaseDiagram (fázový diagram a výpočet termodynamických vlastností), PanPrecipitation (simulace atomových srážek), PanOptimizer (optimalizace vlastností) a PanDiffusion (difúzní simulace). Další moduly lze snadno integrovat do pracovního prostoru pro rozšířené aplikace.

Kromě funkcí, které poskytuje Pandat<sup>TM</sup> jako samostatný program, dále obsahuje výpočetní a optimalizační systém (PanPhaseDiagram, PanOptimizer a PanPrecipitation), který je vytvořen jako sdílené knihovny a umožňuje jejich integraci s širšími aplikacemi v oblasti materiálové vědy a strojírenství. PanGUI je uživatelské rozhraní pracovního prostoru Pandat<sup>TM</sup> a skládá se ze šesti komponent: Menus, Toolbars, Statusbar, Explorer window, Property window a Main display window. [8]

### 2.3.1. Komponenty

#### 1. Menus

Nabídky v Pandatu poskytují příkazy pro provádění operací v aktivním okně a dalších obecných operací, jako je otevření a uložení pracovního prostoru (\*.pndx) nebo zapnutí zobrazení panelu nástrojů. Nabídky jsou kontextově citlivé tzn., že se mění, jak se mění kontext v hlavním zobrazovacím okně Pandat<sup>TM</sup>. [8]

#### 2. Toolbars

Pandat<sup>TM</sup> poskytuje tlačítka na panelu nástrojů pro často používané příkazy nabídky. Stejně jako příkazy nabídky jsou tlačítka na panelu nástrojů také kontextově citlivá. [8]

#### 3. Statusbar

Stavový řádek v Pandat<sup>TM</sup> je umístěn ve spodní části pracovního prostoru. Pokud je kurzor na grafu, zobrazí se souřadnice ve stavovém řádku. [8]

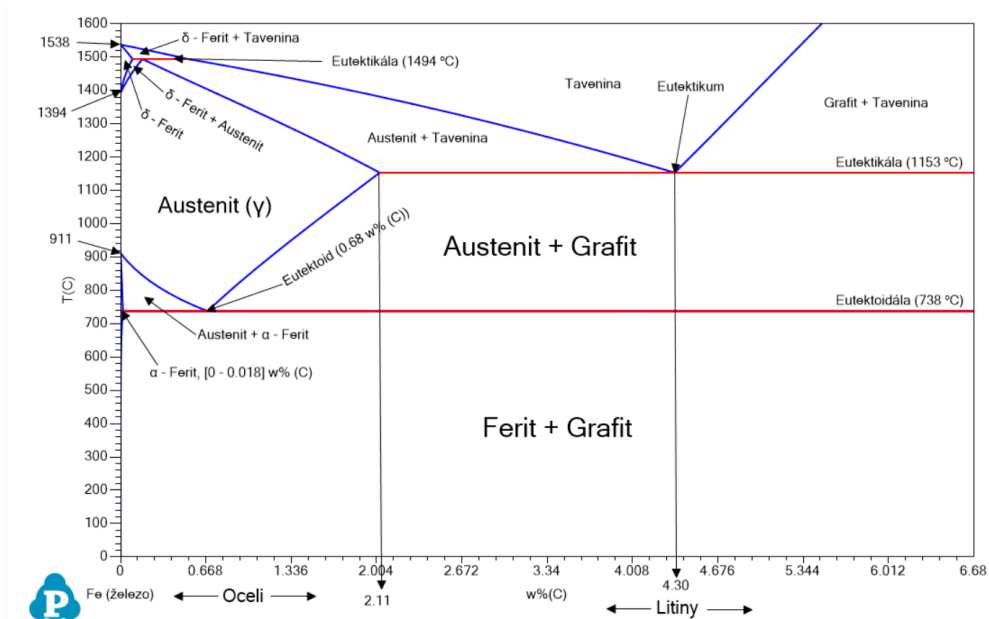
#### 4. Explorer window

V okně Průzkumníka je uveden obsah v aktuálním pracovním prostoru. Obsah je zobrazen ve stromové struktuře. Kliknutím na každý uzel se text, graf nebo tabulka zobrazí v hlavním okně Pandat<sup>TM</sup>. Uzel výsledku výpočtu může být manuálně odstraněn. [8]

#### 5. Main display window

Hlavní okno zobrazuje text, graf nebo tabulku, která odpovídá každému uzlu v okně Průzkumníka. Uživatel může tato okna pro své pohodlí přesunout do různých pozic. [8]

Na obr. 4 je uveden fázový diagram vytvořený v softwaru Pandat<sup>TM</sup>.



Obrázek 4

Fázový diagram železo – uhlík vytvořený v softwaru PanDat<sup>TM</sup>. Použitá data-báze pro načtení dat prvků Fe, C ze zdroje [9].

### 2.4. Austenitometr

Tento přístroj umožňuje rychlé a nedestruktivní stanovení strukturních, fázových a magnetických charakteristik železo obsahujících materiálů. Je to zařízení využívající Mössbauerovy spektroskopie a slouží ke stanovení zbytkového austenitu a také k určení dalších fází a struktur, jako

jsou ferit, perlit, martenzit, atd. Přístroj neanalyzuje materiál v jednom konkrétním bodě, ale integrálně na větší ploše, čímž je možno získat relevantnější výsledky o složení materiálu. Austenitometr umí snímat vzorek na povrchu a do hloubky cca 10 mikrometrů, takže lze studovat i tenké filmy apod. Austenitometr lze také využít k popisu korozních procesů. [10]

## 2.5. Skenovací elektronový mikroskop

Skenovací elektronový mikroskop neboli SEM slouží ke generování snímků s vysokým rozlišením a pro prvkové mapování. Získávají se prvkové mapy a nebo probíhá bodové mapování pomocí EDS. Pomocí BSE se také rozlišují různé fáze. Pomocí CL (detektor katodoluminescence) se získávají kompoziční mapy, které jsou založeny na rozdílech v „aktivátorech“ stopových prvků. SEM se dále užívá k identifikaci fází, kterou jsou založeny na kvalitativní chemické analýze nebo krystalické struktuře. Pomocí SEM se provádí měření velmi malých objektů o velikosti pod 50 nm. V vzorcích se také používá metoda BSE, která detekuje elektrony se zpětným rozptýlením. SEM může také obsahovat detektory difrakčně zpětně rozptýlených elektronů (EBSD) a toto můžeme využít při zkoumání krystalografické orientace v mnoha materiálech. [11]

## 2.6. Krystalografie

Podle skupenství dělíme všechny látky na kapaliny, plyny a pevné látky. Plazma se někdy uvádí jako čtvrté skupenství. Podle prostorového uspořádání pak dělíme pevné látky na amorfní, polykrystalické a krystalické. [12]

### 2.6.1. Krystalová mřížka

Periodické uspořádání atomů, které je pravidelné na velkou vzdálenost, nazýváme krystal. Jeho strukturu definujeme pomocí mřížky a báze atomů. V každé bázi elementární buňky i samotného krystalu můžeme chápat jako periodické opakování jedné elementární buňky. Ta je daná třemi elementárními translačními vektory  $\vec{a}_1|\vec{a}_2|\vec{a}_3$ . Objem značíme  $V_c=|\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)|$ . Elementární buňka s nejmenším objemem je primitivní buňka, místo které se pro kubické krystaly často používá buňka elementární. Její objem je celistvým násobkem objemu primitivní buňky. Někdy se zavádí Wignerova-Seitzova buňka, která má jednoznačnou definici, protože volba elementární buňky krystalu jednoznačná není. [12, 20]

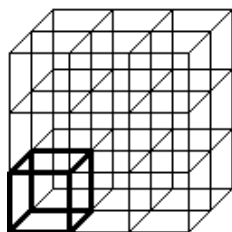
### 2.6.2. Ideální krystalová mřížka

Krystalické látky vykazují pravidelnost, proto při zkoumání pevných látek začínáme právě od nich. Trojrozměrná soustava rovnoběžek rozděluje prostor na shodné rovnoběžnostěny. Vzhledem k tomu je vhodné udávat polohu částic, z nichž se krystal skládá. Mezi ty nejjednodušší řadíme pravoúhlé rovnoběžnostěny, ze kterých je nejjednodušší krychle. Základní (elementární) buňka se nazývá základní krychle, která je určitým způsobem obsazena částicemi. Posouváním základní krychle podél jejích prodloužených hran (obr. 5) dostaneme mřížku, tak se v prostoru vytvoří soustava pravidelně rozložených částic pevné látky. Tu nazýváme ideální krystalová mřížka. Stavba krystalu jako celku je určena, známe-li délku hrany krychle a rozmístění částic v ní.

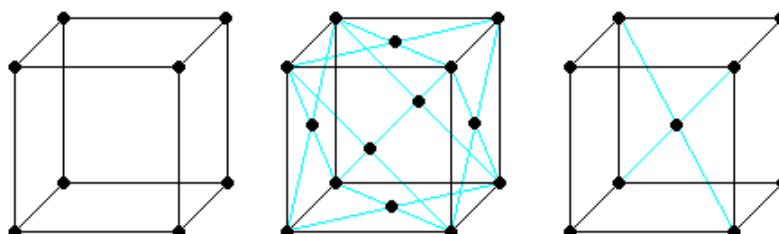
**Kubická** (krychlová) základní buňka může být plošně centrovaná, prostorově centrovaná nebo prostá (obr. 6). Mřížkový parametr (mřížková konstanta)  $a$  je délka hrany základní buňky. [13]

Počet atomů, který připadá na jednu základní buňku jednotlivých typů kubických mřížek:

- Prostá mřížka (P = SC) - na jednu základní buňku připadá  $8 \cdot \frac{1}{8} = 1$  atom (každý vrchol základní buňky má jeden atom, v prostoru ani v ploše atomy nejsou tudíž se nezapočítávají) [12, 13, 14]
- Plošně centrovaná mřížka (F = FCC) - na jednu základní buňku připadají  $8 \cdot \frac{1}{8} + 6 \cdot \frac{1}{2} = 4$  atomy (každý vrchol buňky je společný osmi buňkám, každá stěna dvěma buňkám) [12, 13, 14]
- Prostorově centrovaná mřížka (I = BCC) - na jednu základní buňku připadají  $8 \cdot \frac{1}{8} + 1 = 2$  atomy (každý vrchol buňky je společný osmi buňkám, „prostřední“ atom náleží pouze k dané buňce) [12, 13, 14]

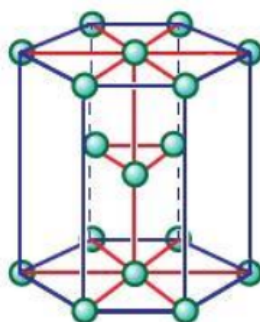


**Obrázek 5** | Posuvem základní buňky podél jejich prodloužených hran získáme periodickou krystalovou strukturu. Převzato z [13].



**Obrázek 6** | Nalevo máme základní kubickou buňku prostou, uprostřed plošně centrovanou a napravo prostorově centrovanou. Převzato z [13].

**Nejtěsnější šesterečná buňka (HCP)** (obr. 7) má prostor v HCP je vyplněn ze 74 %. O něco méně dokonalé vyplnění prostoru, 68 %, poskytuje prostorově centrované krychlové uspořádání částic v krystalové mřížce. Dle obr. 8 je zřejmé, že se mezi kovy nejčastěji vyskytují struktury s prostorově centrovanou mřížkou (BCC) anebo s hexagonální strukturou s nejtěsnějším uspořádáním (HCP). Obě struktury zajišťují atomům kovů vysoká koordinační čísla (až 12) a tím i značný počet vazeb, kterými jsou atomy spolu svázány. [15]



**Obrázek 7** | Prostorové rozložení atomů pro HCP. Převzato z [16].

Li	Be														
bcc	hcp														
Na	Mg												Al		
bcc	hcp												fcc		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga			
bcc	fcc	hcp	hcp	bcc	bcc	bcc	bcc	hcp	fcc	fcc	hcp	<sup>b</sup>			
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn		
bcc	fcc	hcp	hcp	bcc	bcc	hcp	hcp	fcc	fcc	fcc	hcp	<sup>b</sup>	<sup>b</sup>		
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	
bcc	bcc	hcp	hcp	bcc	bcc	hcp	hcp	fcc	fcc	fcc	-	hcp	fcc	<sup>b</sup>	

**Obrázek 8** | Krystalové struktury kovů, kde *b* je jiná struktura. Převzato z [15].

### 2.6.3. Krystalografické struktury

Tabulka 1 shrnuje 7 krystalografických soustav. Mřížky v některých soustavách mají několik variant, takže započtením všech variant dostaneme 14 Bravaisových mřížek, které popisují všechny možné varianty uspořádání pravidelného třírozměrného krystalu. U ortorombické mřížky máme pouze jeden typ:

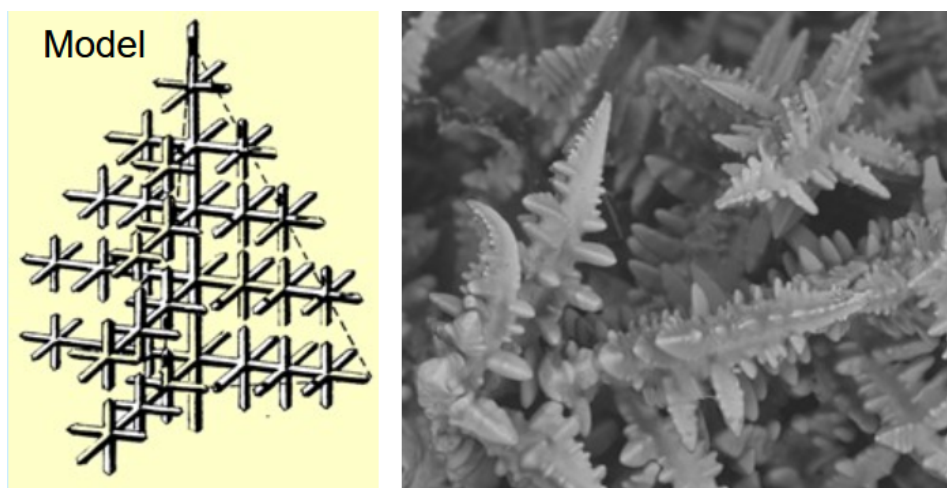
- Bazálně centrovaná mřížka (C)

Soustava	Počet mřížek	Jednotlivé typy	Strany	Úhly
Kubická (krychlová)	3	P, I, F	$a, b, c$	$\alpha, \beta, \gamma$
Tetragonální (čtverečná)	2	P, I	$a$	$90^\circ$
Ortorombická (kosočtverečná)	4	P, C, I, F	$a, a, c$	$90^\circ$
Trigonální (klencová)	1	P	$a, b, c$	$90^\circ$
Hexagonální (šesterečná)	1	P	$a$	$\alpha$
Monoklinická (jednoklonná)	2	P, C	$a, a, c$	$90^\circ, 90^\circ, 120^\circ$
Triklinická (trojklonná)	1	P	$a, b, c$	$\alpha, \beta, \gamma$

**Tabulka 1** | Parametry čtrnácti typů prostorových mřížek v sedmi krystalografických soustavách včetně velikostí stran a úhlů elementárního rovnoběžnostěnu. U kubické mřížky budeme používat anglické zkratky typů mřížek: (P = SC), (I = BCC) a (F = FCC). Převzato z [12].

### 2.6.4. Dendritické struktury

Pokud rostoucí krystaly nemají stejný poměr elementárních kovů a na soustavu při ochlazení nepůsobí souměrně dostatečná difuze, tak tavenina tuhne nepravidelně. Ze zárodků krystalu vyrůstají v jednom směru prodloužené krystaly. Na tyto krystaly se kolmo připojují další větve a tvoří tzv. dendrity. Takovýmto procesem vznikne heterogenní dendritická struktura. [17] Největší rychlost růstu je v hrotech tohoto útvaru. Značně menší rychlostí se vyplňuje prostor mezi těmito rychle rostoucími hroty. Krystalizace tohoto druhu se nazývá dendritická krystalizace. Častý výskyt dendritických struktur je v dutinách odlitků. Dendrity nesou také název po svém objeviteli „Černovovy krystaly“. Při tuhnutí za běžných podmínek jsou dendritické struktury značně omezeny. Prorůstají mezi sebou a tvoří nepravidelné struktury. Při úplné krystalizaci dojde k vytvoření nepravidelné struktury podobající se nepravidelnému síťoví, které je tvořeno různě velkými polyedry. Při rovnoměrném rozložení zárodečných zrn se stejnou krystalizační rychlostí by došlo ke vzniku zrn, která by byla pravidelný polyedr. [19, 20] Na obr. 9 je zobrazen model dendritické struktury a jeho reálná podoba.



**Obrázek 9** | Dendritická struktura. Převzato a upraveno z [18].

## 2.7. Železo

### 2.7.1. Úvod

Železo (chemická značka Fe, latinsky Ferrum) je nejrozšířenější přechodný kovový prvek. [21] Má atomové číslo 26 a relativní atomovou hmotnost 55,85 a je tvořen směsí dvou izotopů 54 a 56. Poměr těchto izotopů je asi 1:20. Teplota tavení se udává  $1539 \pm 3$  °C. Vysoce legované oceli mají rozdílnou tepelnou roztažnost. Nejmenší elektrickou vodivost má čisté železo a s klesající teplotou se jeho elektrický odpor zmenšuje a při zvýšení teploty naopak narůstá. [20]

### 2.7.2. Magnetické vlastnosti

Z magnetických vlastností je v první řadě důležitý feromagnetismus železa. Se vzrůstající nečistotou klesá permeabilita. Pomocí legování a různým tepelným zpracováním slitiny železa lze získat velmi rozmanité magnetické vlastnosti. Železo patří mezi polymorfní kovy a má dvě odlišné modifikace  $\alpha$  a  $\gamma$ . V Curieově bodě (768 °C) se  $\alpha$ -železo mění z feromagnetického na paramagnetické. Někdy bývá toto železo s paramagnetickými vlastnostmi označováno jako  $\beta$ -železo. [20]

## 2.8. Alotropické modifikace železa a Mössbauerova spektroskopie

Jsou známy nejméně čtyři alotropické modifikace železa (různá uspořádání atomů v pevné látce), obvykle označovaná jako  $\alpha$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  a  $\epsilon$  (obr. 10). První tři formy jsou pozorovány při běžných tlacích. Když roztavený tuhý roztok Fe - C zchladíme okolo bodu tuhnutí 1538 °C, krystalizuje do alotropické formy  $\delta$ -železa. Tato alotropická modifikace tuhého roztoku Fe - C má kubickou prostorově centrovanou krystalovou strukturu (bcc). Když dále ochlazujeme na 1394 °C, změní se na  $\gamma$ -železo neboli austenit. Tento alotrop má kubickou plošně centrovanou krystalovou strukturu (fcc). Při teplotě 912 °C a nižší se krystalová struktura opět stává kubickou prostorově centrovanou (bcc) a vzniká alotrop  $\alpha$ -železo. Fyzikální vlastnosti železa při velmi vysokých tlacích a teplotách byly také rozsáhle studovány. Při přibližně 10 GPa a teplotách několika stovek kelvinů nebo méně se  $\alpha$ -železo mění na jinou hexagonální strukturu s těsným uspořádáním (hcp), která je známá také jako  $\epsilon$ -železo. Fáze  $\gamma$  se s vyšší teplotou také mění na  $\epsilon$ -železo, ale pouze při vyšším tlaku. Některé kontroverzní experimenty říkají, že existuje stabilní alotrop železa  $\beta$  a to pouze při tlacích nad 50 GPa a teplotách nejméně 1500 K. Má se jednat o ortorombickou nebo dvojitou strukturu hcp. Někdy tato terminologie  $\beta$ -železa může být zavádějící, protože tak bývá často označován alotrop  $\alpha$ -železa, který nad Curieovou teplotou (768 °C) nabývá paramagnetických vlastností (z feromagnetických na paramagnetické). [20, 22]

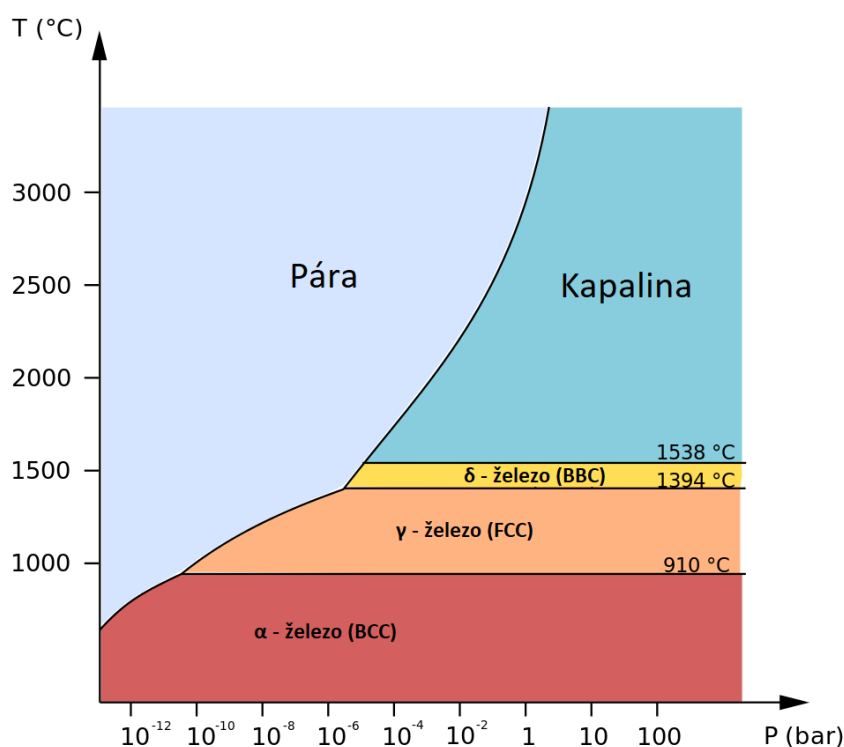
### 2.8.1. $\alpha$ -železo

Pod 912 °C má železo kubickou prostorově centrovanou (BCC) krystalovou mřížku a je známé jako  $\alpha$ -železo neboli ferit. Je to termodynamicky stabilní a poměrně měkký kov.  $\alpha$ -Fe může být vystaven tlaku až cca 15 GPa než dojde k transformaci na jeho vysokotlakou formu  $\epsilon$ -železo, které má nejtěsnější šesterečnou krystalovou mřížku (HCP). [23]  $\alpha$ -železo je schopno rozpouštět pouze malé koncentrace uhlíku. Protože ocel je slitina železa a uhlíku, pak ocel, která je vyrobena z  $\alpha$ -železa, je nízkouhlíková ocel. Tento typ oceli je tažný a používá se v drátech. Pokud je železo ochlazen na teplotu nižší než 770 °C, tak začíná vykazovat magnetismus. [20]

### 2.8.2. $\beta$ -železo

Při Curieho teplotě feromagnetická fáze  $\alpha$ -železa ztratila svou magnetizaci a to znamená, že fáze má nulovou magnetizaci a již není feromagnetická, ale paramagnetická. Od Curieho teploty a výš je stabilní fáze, která je označena jako  $\beta$ -železo, což není nic jiného než  $\alpha$ -železo se stejnou krystalickou strukturou (BCC), ale místo feromagnetismu má paramagnetismus. [20] Při teplotě 912 °C existuje přechod označený  $\beta / \gamma$ , kde mohou existovat dvě fáze ( $\beta$ -železo a  $\gamma$ -železo) v rovnováze mezi sebou. Takové přechodové teploty splňují Gibbsovo rovnovážné fázové pravidlo. Při zahřívání  $\alpha$ -železa dochází k postupnému nárůstu tepelné kapacity, která dosahuje svého maxima při dosažení Curieho teploty (768 °C). Při překročení Curieho teploty tepelná kapacita klesá bez uvolnění tepelné energie a také proběhne kontinuální ztráta magnetizace. [24]





**Obrázek 10** | Fázový diagram železa. Převzato a upraveno z [22]

### 2.8.3. $\gamma$ -železo

Když se železo zchladí při 1394 °C, jeho krystalická struktura se změní na plošně centrouvanou krystalickou mřížku (FCC). V této podobě se nazývá  $\gamma$ -železo nebo austenit.  $\gamma$ -železo v sobě může rozpustit podstatně více uhlíku (až 2,04 % hmotnostního procenta při 1146°C) [20]. Tato  $\gamma$  forma železa, nasycená uhlíkem je známá jako nerezová ocel. Schopnost  $\gamma$ -železa tvořit taveniny s uhlíkem je důležitá při výrobě oceli.[23] Ocel byla pravděpodobně nejprve vyrobena náhodně, uhlík pocházející z uhlí v ohni sloužil k roztavení železa. Dnes jsme schopni kontrolovat kolik uhlíku je rozpuštěno v železe a jak se mění pevnost a tažnost oceli.  $\gamma$ -železo může v sobě rozpouštět nejvyšší množství uhlíku, a tak vytvářet vysoce uhlíkové oceli a litinu. Oceli s vysokým obsahem uhlíku také běžně obsahují jiné sloučeniny, jako je mangan. Příkladem manganové oceli může být tzv. Hadfieldova ocel viz kap. 2.10. [25]

### 2.8.4. $\delta$ -železo

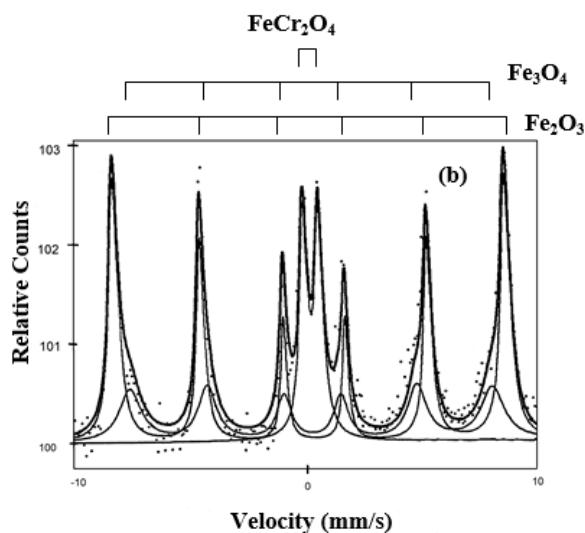
Když se roztavené železo ochladí, ztuhne při 1538 °C a transformuje se na  $\delta$ -železo, které má kubickou prostorově centrovanou krystalickou strukturu (BCC).[23, 20] Pod touto teplotou je přechod na  $\gamma$ -železo, které je paramagnetické (schopné být pouze slabě magnetizováno a pouze za předpokladu, že je přítomno magnetizační pole). [26]

### 2.8.5. $\epsilon$ -železo

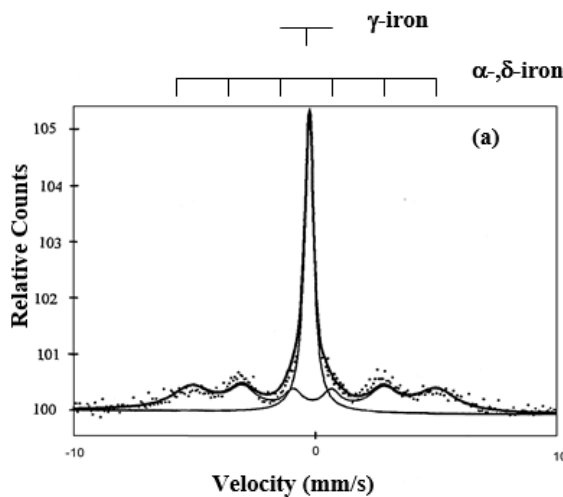
Při tlacích nad přibližně 10 GPa a teplotách několika stovek kelvinů nebo méně se  $\alpha$ -železo mění na nejtěsnější šesterečnou krystalovou buňku (HCP), která je známá také jako  $\epsilon$ -železo nebo hexaferrum. Při vysokých teplotách a tlacích se  $\gamma$ -železo také změní na  $\epsilon$ -železo. Ve slitinách  $\epsilon$ -Fe s Mn, Os a Ru byl pozorován antiferomagnetismus. [23, 25]

**Mössbauerova spektroskopie a  $\alpha$ ,  $\delta$ -železo** V článku [27] se autoři zabývají studiem vzorku oceli AISI 304 (18 % Cr, 8 % Ni, 1,5 % Mn, 1 % Si), který je podle [28] označen ČSN 17 240 a je to nejpoužívanější nerez ocel, která je odolná proti vodě a slabým kyselinám. Spadá pod austenitickou chrom-niklovou ocel (potravinářská nerez) a může u silnějších profilů disponovat zbytko-

vým magnetismem. Vzorek AISI 304 podle autorů projde čištěním ultrazvukem v alkoholu, kdy se z povrchu část materiálu oddělila (šupinky). Tento vzorek autoři měřili pomocí Mössbauerova spektroskopu konverzních elektronů (CEMS). Měřili substrát (látka, na které byly šupinky zachyceny) a také samotné šupinky oceli. Z měření zjistili, že šupinky obsahují hematit, magnetit a  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ . Tyto komponenty byly ve spektru nařítovány dvěma sextety (hematit, magnetit) a jedním dubletem ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ) viz obr. 11. Dále změřená spektra (obr. 12) šupinek oceli obsahovala  $\gamma$ -železo, které bylo nařítováno jedním singletem, a  $\alpha$ ,  $\delta$ -železo, které bylo nařítováno pomocí jednoho sextetu. Jsou zde uvedeny obě možné varianty, protože samotná Mössbauerova spektroskopie není schopná rozlišit tyto alotropy, jelikož obě disponují stejnou krystalickou mřížkou, viz kap. 2.8.1 a 2.8.4. V tabulce 2 jsou uvedeny hyperjemné parametry, které se vztahují k obr. 11 a obr. 12. Tyto parametry mohou sloužit jako referenční parametry pro určování řítovaných Mössbauerových spekter.



**Obrázek 11** | Spektrum získané pomocí CEMS pro šupinky oceli. Převzato z [27].



**Obrázek 12** | Spektrum získané pomocí CEMS pro substrát. Převzato z [27].

	I.S. (mm·s <sup>-1</sup> )	Q.S. (mm·s <sup>-1</sup> )	H (T)	Plocha spektra (%)
<b>Šupinky</b>				
Hematit	0,27 ± 0,01	-0,19 ± 0,01	52,3 ± 0,6	57 ± 4
Magnetit	0,23 ± 0,05	-0,08 ± 0,06	47,6 ± 0,5	25 ± 7
FeCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	0,28 ± 0,01	0,64 ± 0,02	-	18 ± 2
<b>Zbytek</b>				
Hematit	0,25 ± 0,01	-0,17 ± 0,01	50,9 ± 0,5	100
<b>Substrát</b>				
γ - železo	-0,12 ± 0,01	0,00	-	82 ± 6
α, δ - železo	-0,02 ± 0,03	0,04 ± 0,03	25,0 ± 3,01	18 ± 5

**Tabulka 2** | Hyperjemné parametry pro šupinky oceli a pro substrát, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení, H = Hyperjemné magnetické pole. Hodnoty převzaty z [27].

## 2.9. Nerezové oceli

Nerezová ocel je odolná vůči korozi a má dlouhou životnost. Je hodně tvrdá, hygienická, přízpůsobivá a recyklovatelná. V současné době je nerezová ocel používána ve velmi široké škále použití. [32] Kterákoli nerezová ocel z řady legovaných ocelí obvykle obsahuje 10 až 30 % chromu. Chrom ve spojení s nízkým obsahem uhlíku propůjčuje odolnost vůči korozi a teplotu. Mohou být přidány další prvky, jako je nikl, molybden, titan, hliník, niob, měď, dusík, síra, fosfor nebo selen, aby se zvýšila korozivzdornost ve specifickém prostředí. Existuje více než 100 jakostí nerezové oceli. Většina je v rodině nerezových ocelí rozdělena do pěti hlavních skupin:

- **Austenitické oceli**

Obsahují 16–26 % chromu a až 35 % niklu. Mají obvykle nejvyšší odolnost proti korozi. Nejsou kalitelné tepelným zpracováním a jsou nemagnetické. Typické aplikace zahrnují letectví a potravinářský průmysl.

- **Feritické oceli**

Obsahují 10,5–27 % chromu a neobsahují nikl. Vzhledem k jejich nízkému obsahu uhlíku (méně než 0,2 %) nejsou tepelně zpracovatelné a používají se na méně kritické antikorozi aplikace.

- **Martenzitické oceli**

Obsahují 11,5–18 % chromu a až 1,2 % uhlíku (občas přidávají nikl). Jsou kalitelné tepelným zpracováním, mají menší odolnost proti korozi a používají se například v přístrojích, chirurgických nástrojích, klíčkách a turbínách.

- **Duplexní oceli**

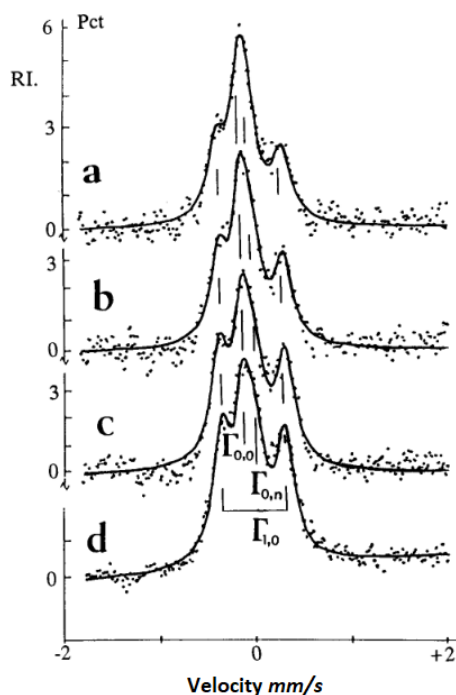
Jsou kombinací austenitických a feritických nerezových ocelí ve stejném množství. Obsahují 21–27 % chromu, 1,35–8 % niklu, 0,05–3 % mědi a 0,05–5% molybdenu. Jsou silnější a odolnější vůči korozi než austenitické a feritické nerezové oceli, což je činí užitečnými například při konstrukci skladovacích nádrží, při chemickém zpracování a na kontejnery pro přepravu chemikálií.

- **Kalené oceli**

Vytvrzená ocel se díky kalení vyznačuje vysokou pevností, která pramení z přidání hliníku, mědi a niobu do slitiny v množství menším než 0,5 % z celkové hmotnosti slitiny. S ohledem na odolnost proti korozi je srovnatelná s austenitickou nerezovou ocelí a obsahuje 15–17,5 % chromu, 3–5 % niklu a 3–5 % mědi. Používá se například při konstrukci dlouhých šachet. [33]

V článku [31] autoři pomocí Mössbauerovy spektroskopie změřili vzorky austenitické oceli (obr. 13) a martenzitické oceli. Měřené vzorky austenitické oceli mají různý obsah uhlíku viz tabulka 3. Spektra byla fitována dvěma singlety a jedním dubletem. Ve spektru můžeme nalevo vidět singlet, který je podle autora označen  $\Gamma_{0,0}$ . Pro tento singlet atom železa nesousedí s prvním ani druhým atomem uhlíku. Dále zde máme kvadrupólový dublet, který je označen  $\Gamma_{1,0}$  pro atom

železa, který má první nejbližší atom uhlíku. Na pravo máme singlet označen jako  $\Gamma_{0,n}$ , kde  $n$  je v rozmezí od 1–4 možných atomů uhlíku. V tabulce 4 a 5 můžeme vidět změnu isomerního posuvu při zvýšení obsahu uhlíku ve vzorku.



**Obrázek 13** Konverzní elektronová Mössbauerova spektra čtyř vzorků austenitů s různým obsahem uhlíku, které byly měřeny při pokojové teplotě, které odpovídají hyperjemným parametrům v tabulce 3, 4 a 5. Spektrum a) je pro 0,0683 % C, b) pro 0,0717 % C, c) pro 0,0817 % C a d) pro 0,0850 % C. Převzato z [31].

Obsah C (%)	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	Plocha spektra (%)
0,0683	-0,10	39
0,0717	-0,10	36
0,0817	-0,10	33
0,0850	-0,10	30

**Tabulka 3** Hyperjemné parametry pro nerezové oceli o rozdílném množství uhlíku pro singlet  $\Gamma_{0,0}$  z obr. 13, kde I.S. = Isomerní posuv. Hodnoty převzaty z [31].

Obsah C (%)	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	Plocha spektra (%)
0,0683	-0,018	20
0,0717	0,007	21
0,0817	0,027	18
0,0850	0,029	19

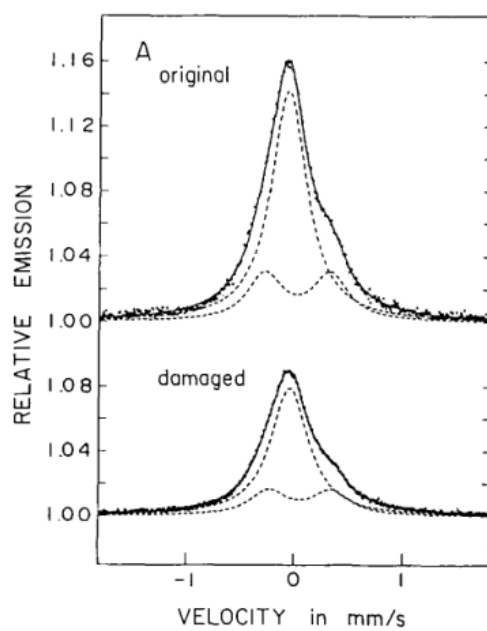
**Tabulka 4** Hyperjemné parametry pro nerezové oceli o rozdílném množství uhlíku pro singlet  $\Gamma_{0,n}$  z obr. 13, kde I.S. = Isomerní posuv. Hodnoty převzaty z [31].

Obsah C (%)	I.S. (mm·s <sup>-1</sup> )	Q.S. (mm·s <sup>-1</sup> )	Plocha spektra (%)
0,0683	-0,007	0,655	41
0,0717	-0,003	0,655	43
0,0817	-0,006	0,67	49
0,0850	-0,004	0,67	51

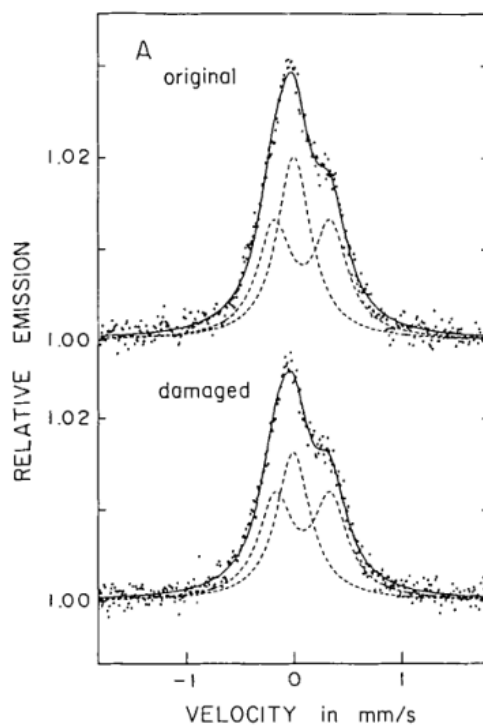
**Tabulka 5** | Hyperjemné parametry pro nerezové oceli o rozdílném množství uhlíku pro dublet  $\Gamma_{1,0}$  z obr. 13, kde I.S. = Isomerní posuv a Q.S. = Kvadrupólové štěpení. Hodnoty převzaty z [31].

## 2.10. Hadfieldova ocel

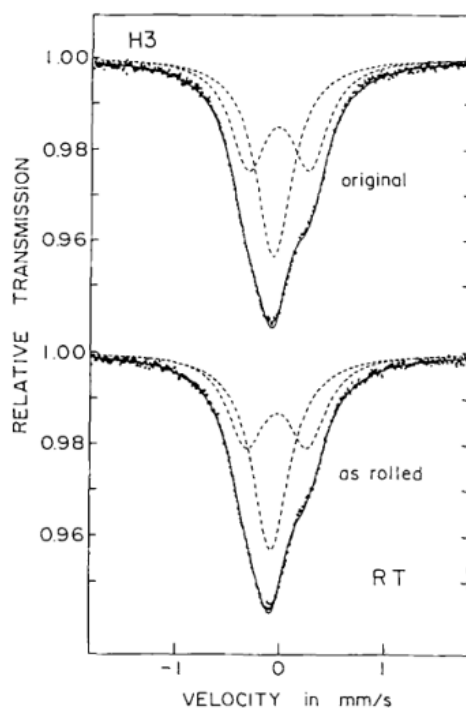
V článku [29] je uváděno, že Hadfieldova ocel je ocel s vysokým obsahem manganu (12–14 wt. %) a uhlíku (0,8–1,2 %) a má plošně centrovanou krystalickou mřížku (FCC) (austenitická ocel). Tato ocel je otěruvzdorná, protože prošla procesem kalení. V článku proběhla měření dvou rozdílných vzorků. Vzorek označen jako A obsahoval 12,2 wt.% Mn a 1,1 % C a měl tloušťku 0,5 mm. Vzorek označen jako H3 obsahoval 13,25 wt. % Mn a 0,82 wt. % C a měl tloušťku 11 mm. Před povrchovou úpravou byly výše uvedené vzorky rozděleny na více částí. Byla provedena povrchová úprava pískováním a měření proběhlo při pokojové teplotě. Při měření Mössbauerovým spektrometrem konverzních elektronů (CEMS) vzorku A jak před, tak i po úpravě bylo změřeno spektrum (obr. 14), které obsahovalo dvě komponenty. Jeden singlet, který odpovídá FCC železu, které ve svém okolí nemá atom uhlíku a jeden dublet, který odpovídá atomu železa spolu s atomem uhlíku. Nebyla zde pozorována  $\alpha$ -martenzitická struktura (hyperjemné magnetické pole/sextet), která mohla být vytvořena povrchovou úpravou. Vlastnosti vzorku A před a po deformaci byly nezměněny. To znamená, že při povrchové úpravě nedošlo k žádnému významnému vytvoření karbidů. Stejně měření proběhlo na Mössbauerově spektrometru v odrazové geometrii (BXMS) a opět nebyl změřen žádný sextet (obr. 15). Z toho plyne, že při povrchové úpravě nedošlo k žádnému vytvoření další komponenty. Při měření se ukázala metoda BXMS efektivnější než CEMS, protože zasahuje hlouběji do vzorku. Toto se projevilo hlavně na rozdílné velikosti plochy singletu a dubletu, kde byla u BXMS daleko zřetelnější a více odpovídala správným hodnotám intenzit. Při povrchové úpravě došlo k dekarbonizaci (odebrání uhlíku). Vzorek H3 byl měřen Mössbauerovým spektrometrem v transmisní geometrii při pokojové teplotě, který byl také žíhán na 15 minut při teplotě 1323 K a poté schlazen vodou, vykazuje kompletní austenitickou fázi (obr. 16), která neukazuje žádný rozdíl mezi spektry z BXMS. Obdobně vzorek H3, který prošel těžkou deformací (ztenčování za studena) nevykazoval žádnou transformaci způsobenou deformací (obr. 16). Při měření při teplotě 20 K stejných vzorků H3 se objevila nemagnetická komponenta v deformovaném vzorku (obr. 17) dole. Tato nemagnetická komponenta by měla být přisuzována  $\epsilon$ -martenzitu a její existence by měla být zapříčiněna kalením. Díky těmto měřením můžeme vyloučit existenci  $\alpha'$ -martenzitu a naznačit možnou dekarbonizaci na povrchu materiálu.



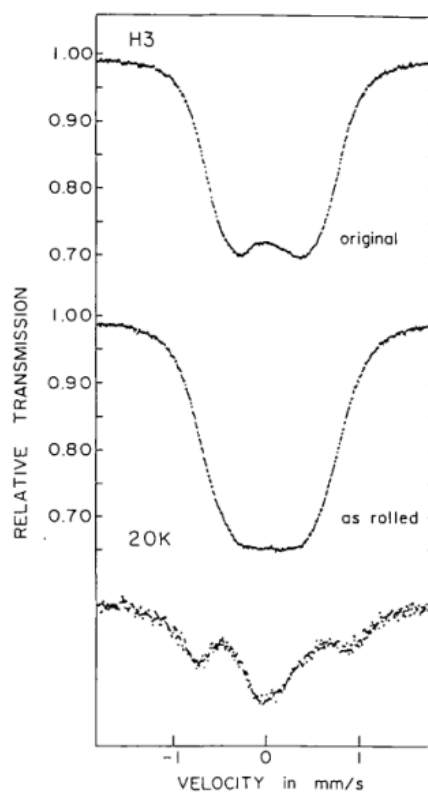
**Obrázek 14** | Mössbauerovo spektrum Hadfieldovy oceli získané pomocí CEMS vzorku A. Horní spektrum před deformací, spodní spektrum po deformaci. Převzato z [29].



**Obrázek 15** | Mössbauerovo spektrum Hadfieldovy oceli získané pomocí BXMS vzorku A. Horní spektrum před deformací, spodní spektrum po deformaci. Převzato z [29].



**Obrázek 16** | Mössbauerovo spektrum Hadfieldovy oceli získané v transmisní geometrii vzorku H3. Horní „original“ vzorek H3 byl žhán na 15 minut při teplotě 1323 K a poté schlazen vodou. Spodní „as rolled“ vzorek H3 prošel těžkou deformací (ztenčování za studena). Převzato z [29].



**Obrázek 17** | Mössbauerovo spektrum Hadfieldovy oceli získané v transmisní geometrii vzorku H3 při 20 K. Objevila se zde nemagnetická komponenta v deformovaném vzorku. Tato nemagnetická komponenta by měla být přisuzována  $\epsilon$ -martenzitu a její existence by měla být zapříčiněna kalením. Převzato z [29].

V článku [30] vzorky nejsou přímo autory nazývány jako Hadfieldova ocel, ale také obsahují vysoké procento manganu a oproti tomu měly menší obsah uhlíku (Mn 16, 23, 30 at. %, C 0–0,05 at. %). Použili jiné povrchové úpravy a širokou škálu stupňů deformace. Cílem bylo přeměnit  $\gamma$  fázi železa na  $\epsilon$  a  $\alpha$ -martenzit. V jejich měřeních se ukázaly martenzitické struktury ( $\epsilon$ ,  $\alpha$ ), které jsou charakteristické svou magnetizací a byly nafiťované třemi sextety. V spektrech se jim také ukázalo  $\gamma$ -železo, které bylo fitováno jedním singletem. Podle měření je velká pravděpodobnost, že atomy železa sousedí s více než jedním atomem manganu.



## 3. Experimentální část

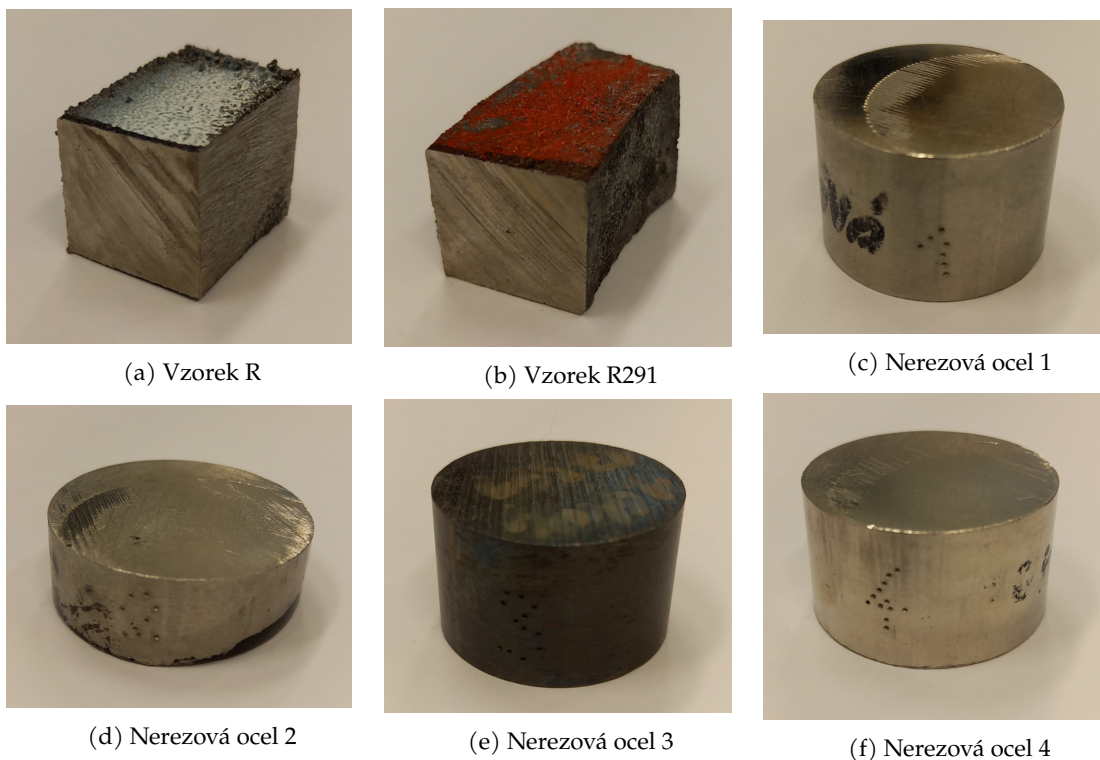
### 3.1. Materiály a metodika

#### 3.1.1. Seznam použitých materiálů

Následující vzorky ocelí byly zkoumány a studovány. Níže uvedené vzorky byly měřeny za pokojové teploty a za standardních podmínek.

- Austenitická manganová ocel (Hadfieldova ocel)  
Složení: 1,3–1,5 % C, 12–14 % Mn, 0,7–1,2 % Cr, max. 0,7 % Si  
Bez tepelného zpracování
- Nerezová ocel, chrom niklová austenitická nestabilizovaná (automatová)  
Složení: 17–19 % Cr, Ni 8–10 % Ni,  $0 \leq 0,1$  % C, 0,15–0,35 % S  
Vlastnosti: nemagnetická, nekalitelná, sklon ke zpevňování při studeném tváření, při třískovém obrábění tvoří drobnou třísku, zbytkový magnetismus, korozní odolnost
- Nerezová ocel, chrom niklová austenitická nestabilizovaná (potravinářská, 17240)  
Složení: 17–19,5 % Cr, 8–10,5 % Ni,  $0 \leq 0,07$  % C  
Vlastnosti: nemagnetická, nekalitelná, sklon ke zpevňování za studena při tažení, nebo při třískovém obrábění nevhodnými řeznými podmínkami, částečná magnetovatelnost, korozní odolnost
- Nerezová ocel, chrom niklová, austenitická nestabilizovaná molybdenová nízkouhlíkatá (chemická, 17349)  
Složení: 16,5–18,5 % Cr, 10–12 % Ni,  $0 \leq 0,03$  % C, 2–2,5 % Mo  
Vlastnosti: nemagnetická, nekalitelná, sklon ke zpevňování za studena při tváření, nebo při třískovém obrábění nevhodnými řeznými podmínkami, odolná proti důlkové korozi v přítomnosti chloridů, odolnost proti korozi v průmyslovém prostředí, není náchylná k mezikrystalické korozi v oblastech tepelného ovlivnění
- Nerezová ocel, chrom niklová austenitická stabiliz. molybdenová (chemická + Ti, 173455 )  
Složení: 16,5–18,5% Cr, 10,5–13,5% Ni,  $0 \leq 0,08$ % C, 2–2,5% Mo, 0,4–0,7% Ti  
Vlastnosti: nemagnetická, nekalitelná, sklon ke zpevňování za studena při tažení a nevhodnými řeznými podmínkami při třískovém obrábění, částečná magnetovatelnost, korozní odolnost ve středně silných kyselinách a loužích vyjm. kyseliny dusičné a nitrosních plynů, odolná proti mezikrystalické korozi v oblasti tepelného ovlivnění

Na obr.18 jsou uvedeny vzorky, na kterých proběhlo měření.



**Obrázek 18** | Snímky jednotlivých použitých vzorků, na kterých bylo uskutečněno měření.

### 3.1.2. Seznam použitých přístrojů

- Mössbauerova spektroskopie [10]
  - BXMS - Mössbauerova spektroskopie zpětně odraženého rentgenového záření (angl. Backscatering X-ray Mössbauer spectroscopy)
  - TMS - Mössbauerova spektroskopie v transmisní geometrii (angl. Transmisson Mössbauer spektroskopie)
- Optický mikroskop KEYENCE: Digital Microscope VHX-5000
- Skenovací elektronový mikroskop VEGA 3 LMU (SEM) s XFlash detector 410-M
- Prvkové mapování EDS součástí skenovacího elektronového mikroskopu VEGA 3 LMU (SEM) s XFlash detector 410-M

### 3.1.3. Seznam použitých fitovacích softwarů

- MossWinn 4.0
- MossA 1.01g

## 3.2. Popis fitování

Jednotlivá spektra, která jsou analyzována v sekci „Výsledky a diskuze“ byla fitována pomocí modelů v řešeršní části. V experimentální části ke každému fitovanému spektru byly uvedeny hyperjemné parametry, které mohou napomoci k zpětné realizaci fitu na nezpracovaných datech a ověření jejich pravosti. Všechna měření pomocí Mössbauerovy spektroskopie probíhala na 512 kanálech, hodnoty isomerního posunu jsou vztaženy ke kalibračnímu vzorku  $\alpha$ -železa při pokojové teplotě. Chyba, která je uváděná v jednotlivých tabulkách hyperjemných parametrů, je převzata z reportu z programu MossWinn 4.0 - jedná se vždy o nejvyšší hodnotu u jednotlivých komponent, aby případně pokryla i chybu měřicí soustavy vztažena k aktuálnímu intervalu rychlostí např.  $\pm 2$

mm/s nebo  $\pm 10$  mm/s. Vzhledem k tomu, že program MossWinn 4.0 vykazuje pouze statistickou (matematickou) chybu musíme vzít v potaz to, že čím delší měření by proběhlo, tím nižší by chyba byla. Chyby zde uvedené jsou čistě statistického charakteru bez započítání chyby měřicí soustavy. Chyby byly zaokrouhleny na dvě desetinná místa. Oproti tomu program MossA nepočítá chyby hyperjemných parametrů jednotlivých spektrálních složek a uvedené výsledné představují tzv. přístrojovou chybu (rozsah rychlostního intervalu podělený počtem kanálů).

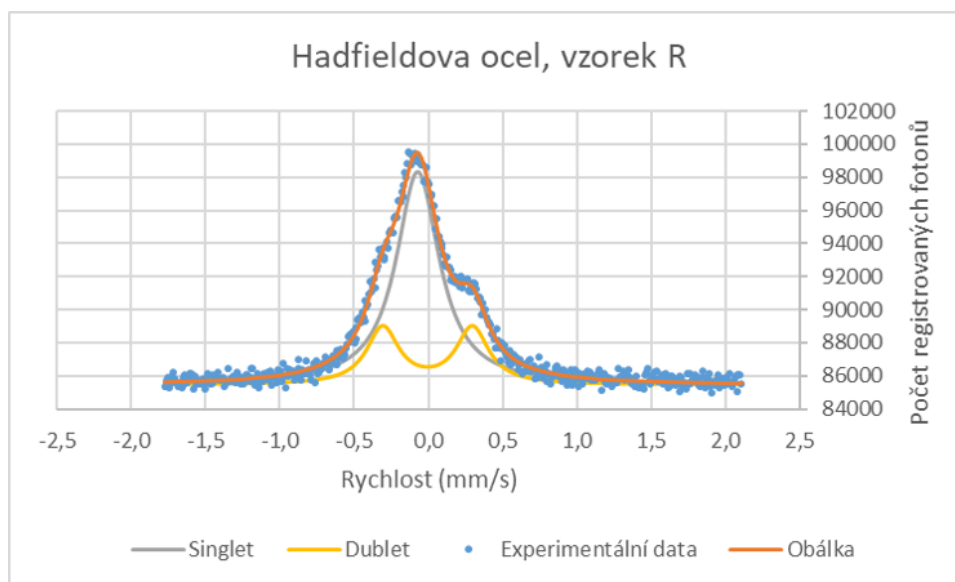
Všechna transmisní spektra Hadfieldovy oceli byla měřena na 1024 rychlostních kanálů, tudíž je „přístrojová chyba“ o polovinu menší než u ostatních spekter, která byla měřena na 512 rychlostních kanálů. Tuto chybu však neuvádíme z důvodu jednotnosti výsledků.

## 4. Výsledky a diskuze

### 4.1. Hadfieldova ocel

#### 4.1.1. Vzorek R

V této sekci se budeme věnovat analýze Hadfieldovy oceli. Máme zde analyzovaný vzorek R pomocí Mössbauerovy spektroskopie (BXMS, TMS). Dále kvůli detailnější analýze byly pořízeny snímky z optického mikroskopu a ze SEM a uskutečnilo se měření prvkového mapování (EDS).



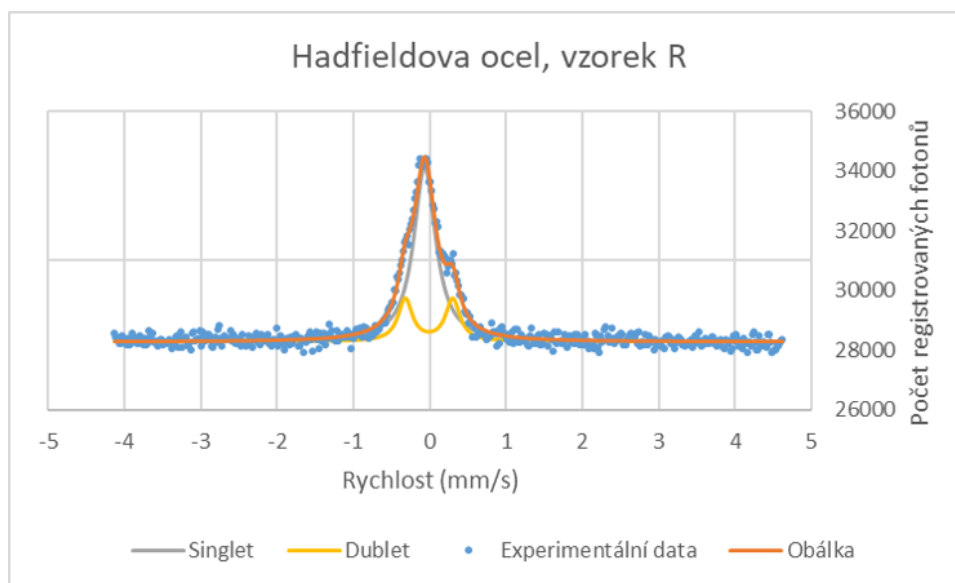
Obrázek 19

Mössbauerovo spektrum (BXMS) získané u vzorku R. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,07	-	0,35	72
Dublet	-0,01	0,60	0,26	28

Tabulka 6

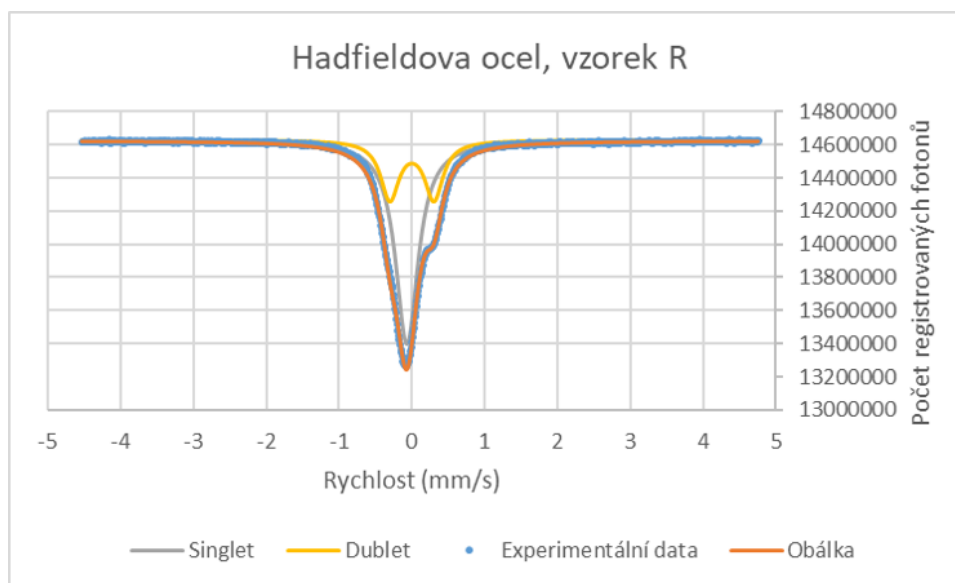
Hyperjenné parametry spektra z obr. 19 vzorku R, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.



**Obrázek 20** | Mössbauerovo spektrum (z BXMS) získané u vzorku R. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,02$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,07	-	0,35	76
Dublet	-0,01	0,62	0,22	24

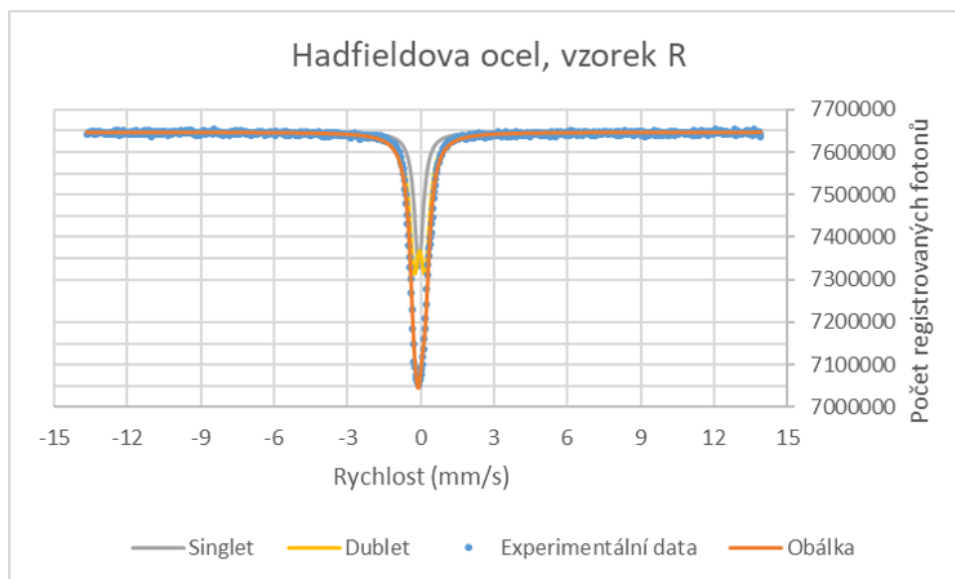
**Tabulka 7** | Hyperjemné parametry spektra z obr. 20 vzorku R, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.



**Obrázek 21** Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,06	-	0,37	68
Dublet	-0,01	0,60	0,30	32

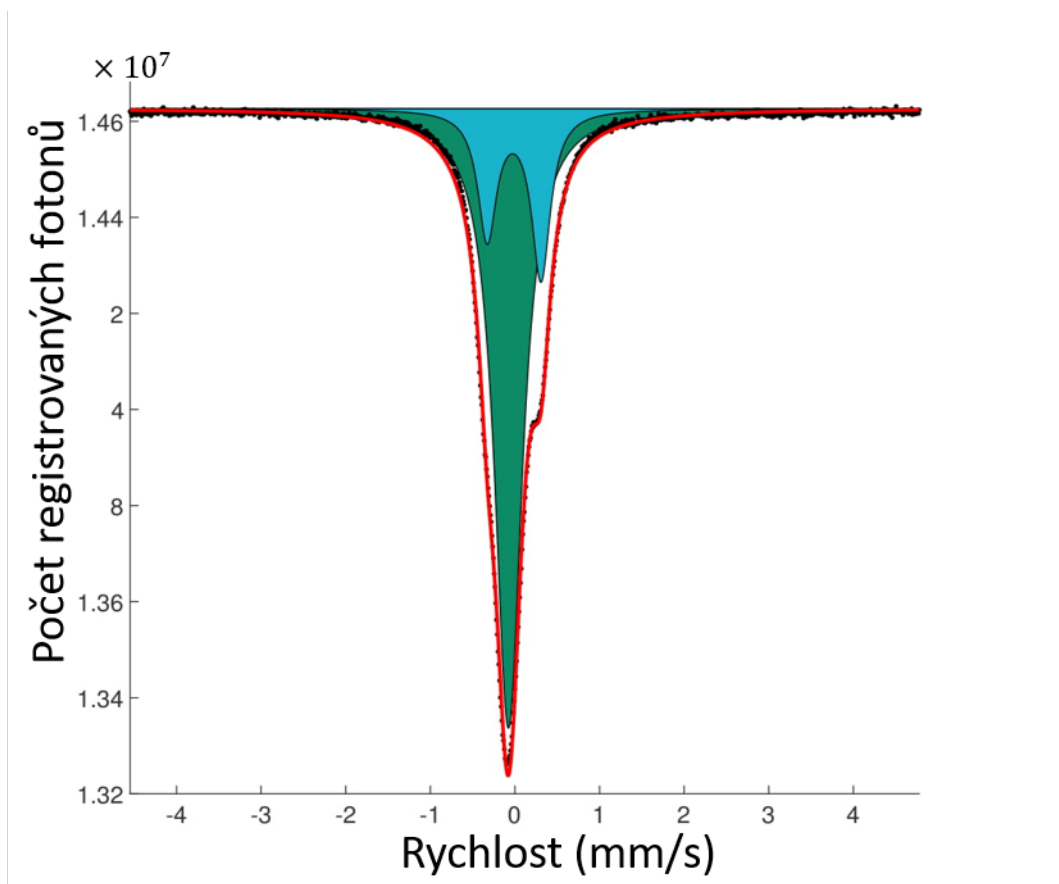
**Tabulka 8** Hyperjemné parametry spektra z obr. 21 vzorku R, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.



**Obrázek 22** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,02$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,08	-	0,43	35
Dublet	-0,05	0,45	0,46	65

**Tabulka 9** | Hyperjemné parametry pro spektra z obr. 22 vzorku R, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.

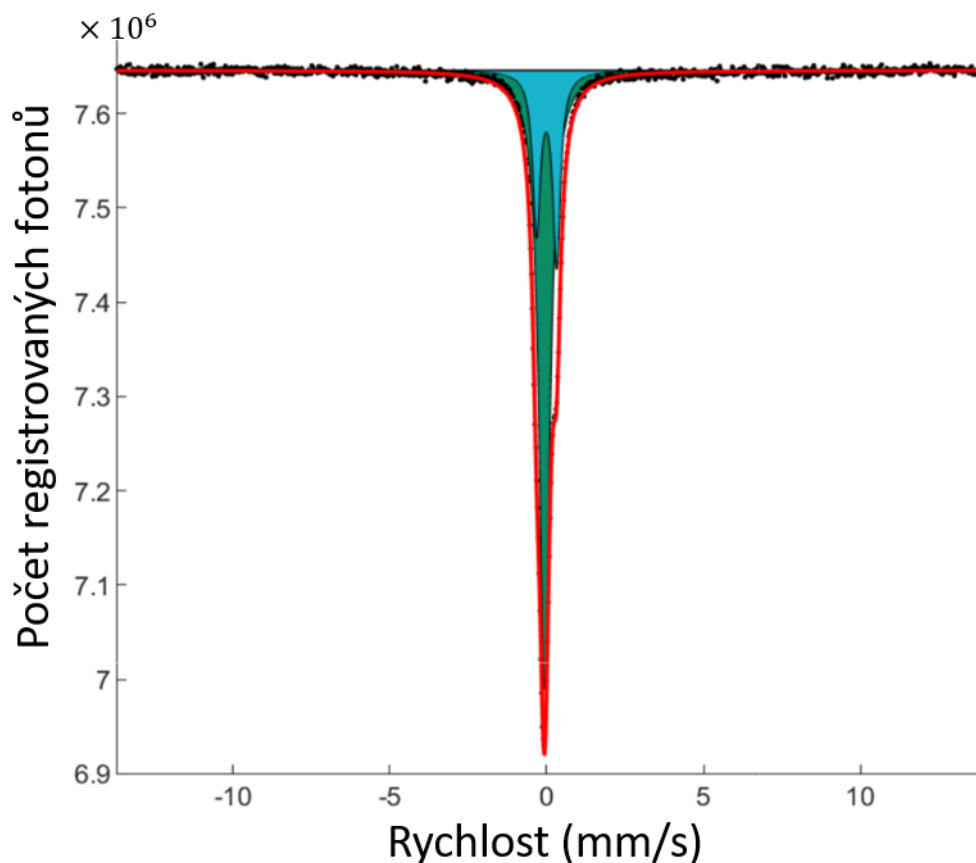


**Obrázek 23** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R. Fitováno programem MossA dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,08	-	0,40	75
Dublet	-0,01	0,64	0,27	25

**Tabulka 10** | Hyperjemné parametry pro spektra z obr. 23 vzorku R, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.





**Obrázek 24** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R. Fitováno programem MossA dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,07	-	0,42	71
Dublet	-0,01	0,64	0,30	29

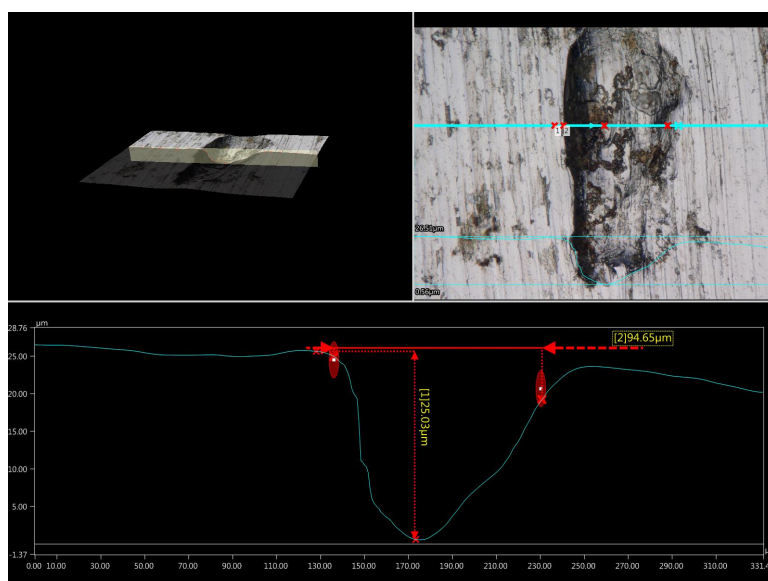
**Tabulka 11** | Hyperjemné parametry pro spektrum 24 vzorku R, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.

Všechny výše uvedené fity byly vyhodnocovány podle modelu z článku [29]. U všech fitů vzorku R byl použit jeden singlet, který můžeme přisuzovat austenitu a jeden dublet, který odpovídá podle článku atomu železe, kde se v jeho blízkosti nachází atom uhlíku, který jej ovlivňuje. V žádném naměřeném a fitovaném spektru se nenachází sextet, který by mohl být přisuzován možným karbidům nebo nedostatečné transformaci při zpracování.



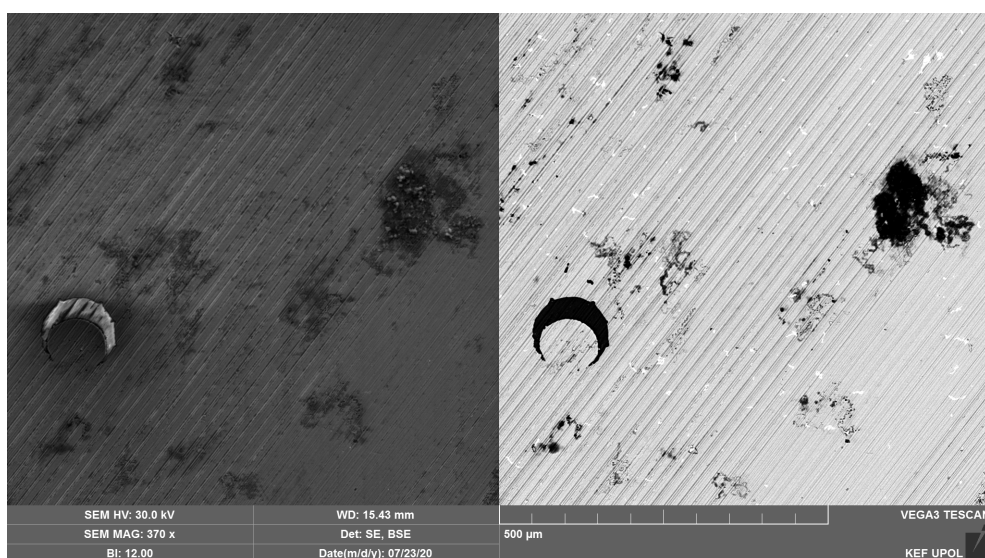
**Obrázek 25** Snímek nerovnosti na povrchu vzorku R je pořízený z optickým mikroskopem. Tento snímek pochází ze strany, kde proběhlo měření pomocí BXMS a jedná se o detailní snímek nerovnosti na povrchu.

Na obrázku 25 z optického mikroskopu můžeme vidět nerovnost povrchu. Tato nerovnost mohla být způsobena při řezání vzorku a tvrdší struktura (příkladem může být karbid) se mohla oddělit a zanechat po sobě prohlubeň.



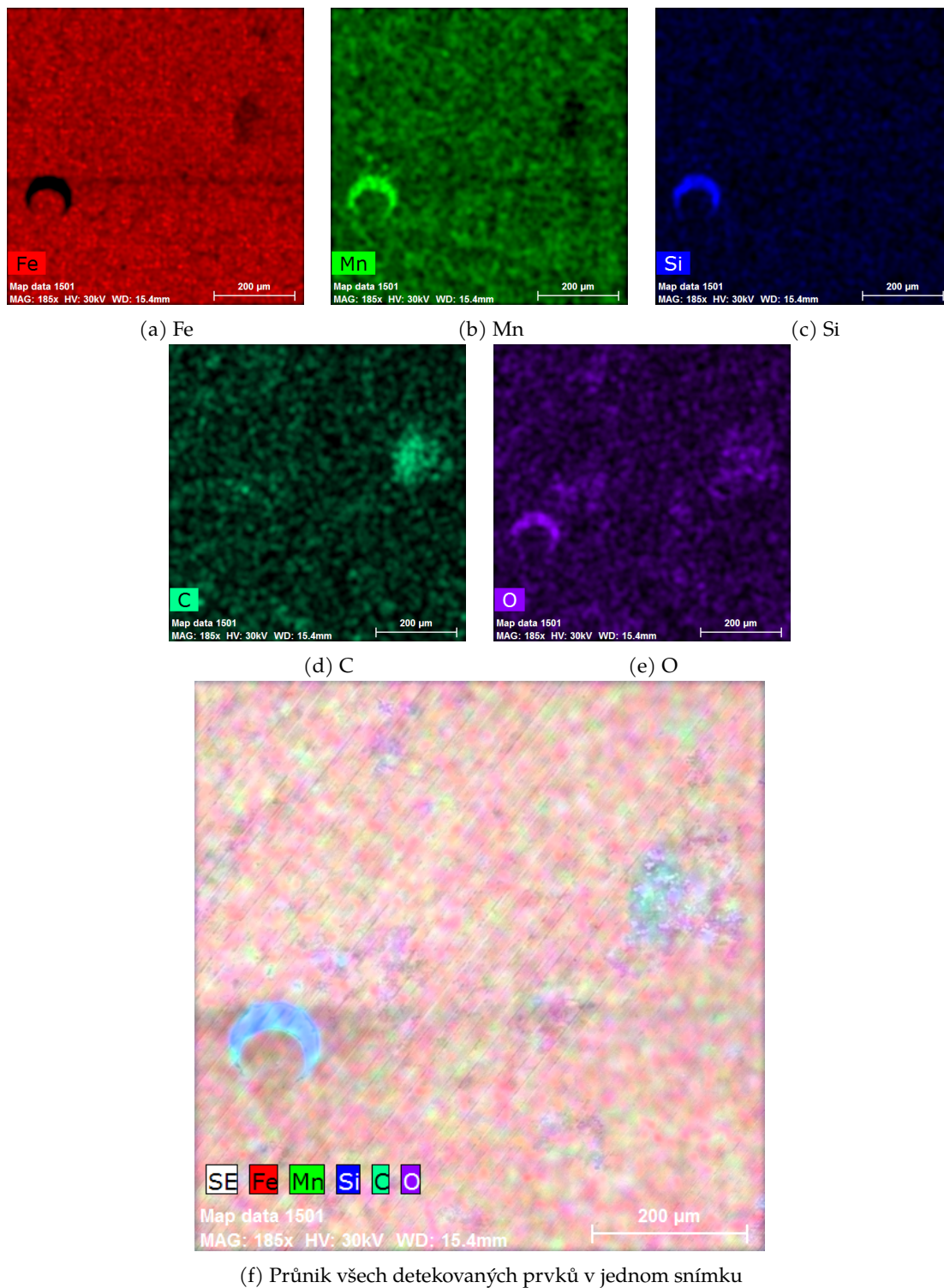
**Obrázek 26** Snímek 25 byl upraven v programu (název programu), kde byla změřena hloubka této nerovnosti. Tento snímek pochází ze strany, kde proběhlo měření pomocí BXMS. Jedná se o snímek plochy vzorku.

Na obr. 26 jsme pomocí programu z optického mikroskopu zpracovali obr. 25, kde jsme analyzovali, jak je tato nerovnost hluboká a široká. Hloubka této nerovnosti se pohybuje okolo 25 mikrometrů a šířka činí přibližně 95 mikrometrů.



**Obrázek 27** | Snímky jsou pořízeny ze SEM nalevo v režimu SE a napravo v režimu BSE. Tento snímek pochází ze strany, kde proběhlo měření pomocí BXMS. Jedná se o snímek plochy vzorku.

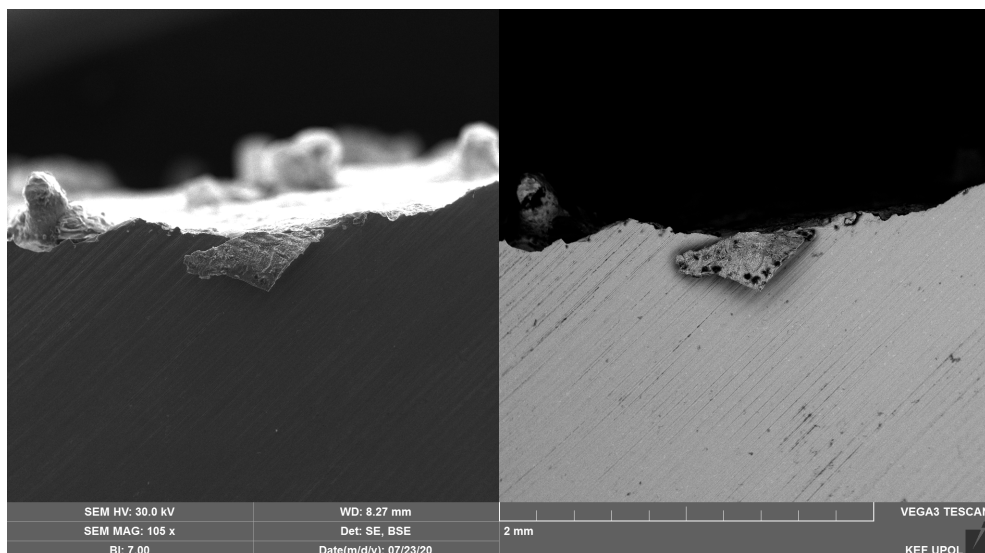
Na obr. 27 můžeme vidět kruhovou nečistotu a také nečistoty v oblasti na pravé straně snímku, kde je výrazná skvrna.



(f) Průnik všech detekovaných prvků v jednom snímku

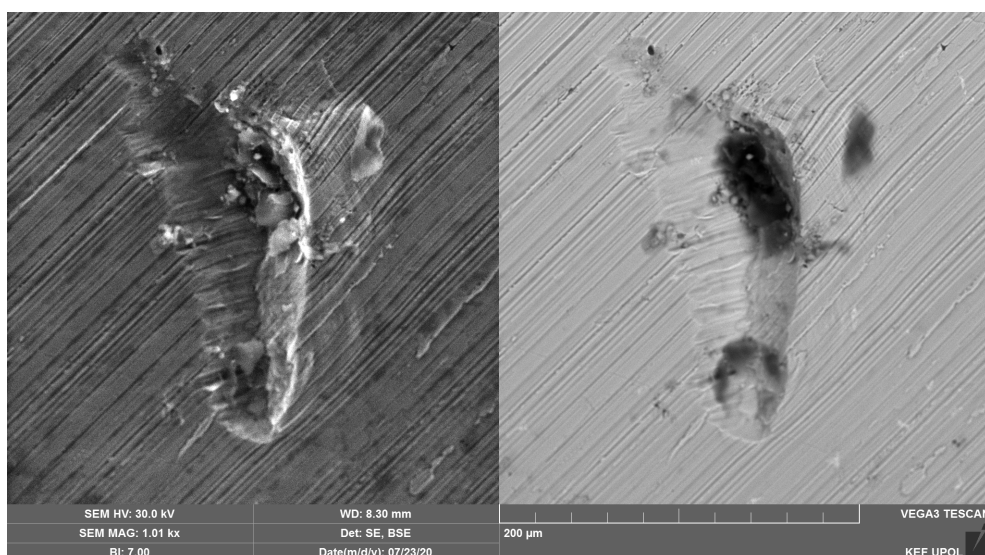
**Obrázek 28** | Snímky z EDS pro zastoupení jednotlivých prvků.

Na obr. 28 vidíme výsledek měření pomocí EDS (prvkové mapování). Z obr. 27 vidíme podivné povrchové struktury včetně spousty bílých teček (pravděpodobně znečištění). Po EDS analýze zjišťujeme, že na povrchu vzorku se nachází vysoké množství nečistot. Na snímcích z EDS vidíme srpovitou nečistotu. Tato nečistota mohla být do povrchu implementována řezným kotoučem při řezání vzorku.



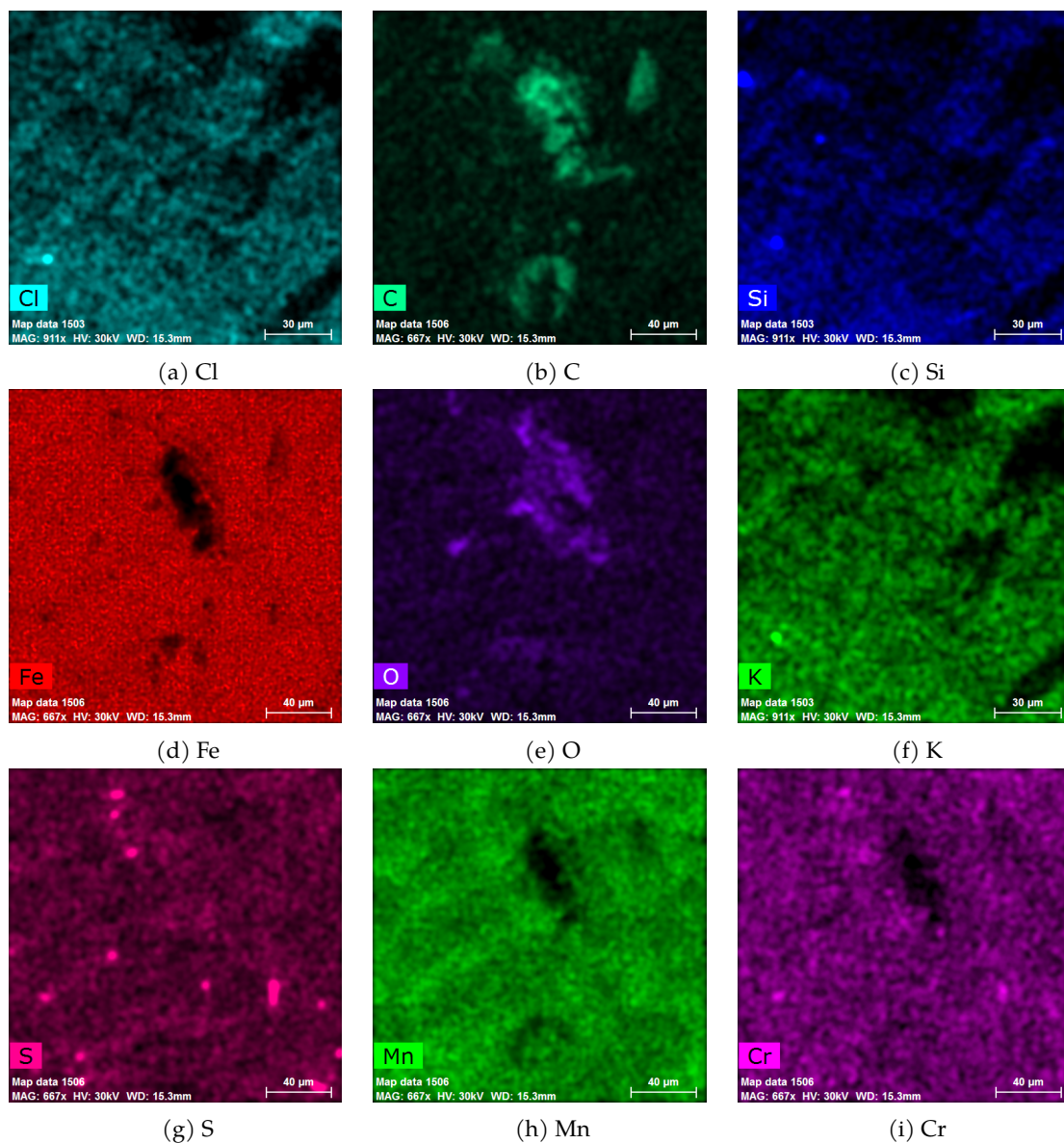
**Obrázek 29** | Snímky jsou pořízeny ze SEM nalevo v režimu SE a napravo v režimu BSE. Tento snímek pochází ze strany, kde proběhlo měření pomocí BXMS. Jedná se o snímek hrany vzorku.

Na obr. 29 můžeme na vzorku vidět objekt, který je součástí materiálu. Tento objekt se může jevit jakožto nečistota.



**Obrázek 30** | Snímky jsou pořízeny ze SEM nalevo v režimu SE a napravo v režimu BSE. Tento snímek pochází ze strany, kde proběhlo měření pomocí BXMS.

Na obr. 30 vidíme zřetelný defekt na povrchu vzorku, který mohl být způsoben při řezání. Tento defekt můžeme označit jako zábrus kotouče, kvůli kterému mohlo dojít k zanesení nečistot na měřenou plochu. V okolí zábrusu můžeme pozorovat, jakým směrem byl řezán (z levého horního rohu směrem do pravého dolního rohu).

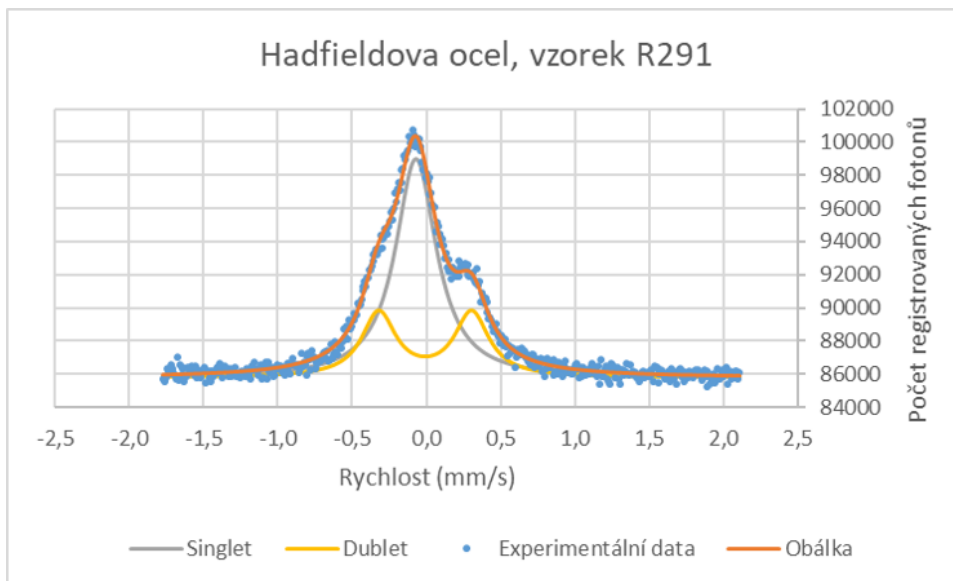


**Obrázek 31** | Snímky z EDS pro zastoupení jednotlivých prvků.

Na obr. 31 vidíme prvkové mapování EDS. Na jednotlivých snímcích od (a)-(i) máme rozložení jednotlivých detekovaných prvků. U železa (obr. 31d), manganu (obr. 31h) a křemíku (obr. 31c) máme silný signál. U komponenty železo a mangan takto silný signál očekáváme, ale u křemíku vzhledem ke složení nikoliv. Tento křemík spolu s ostatními prvky byl pravděpodobně zanesen pomocí řezného kotouče (pravděpodobně s obsahem karbidu křemíku), kterým byl vzorek uříznut. Toto poměrně silné znečištění povrchu může způsobovat fluktuace na Mössbauerově spektru a to v podobě silnějšího šumu.

#### 4.1.2. Vzorek R291

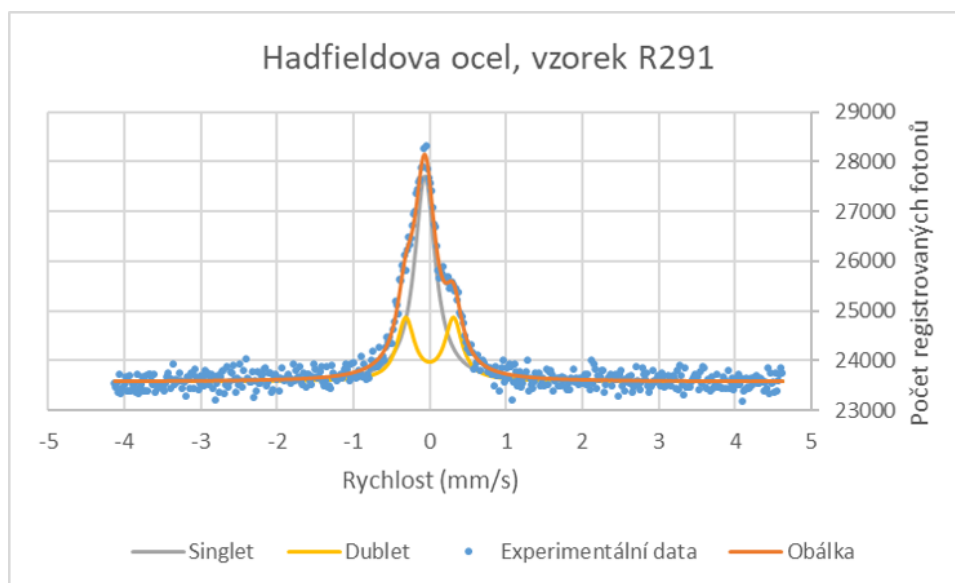
V této sekci se budeme věnovat analýze Hadfieldovy oceli. Máme zde analyzovaný vzorek R291 pomocí Mössbauerovy spektroskopie (BXMS, TMS). Dále kvůli detailnější analýze byly pořízeny snímky z optického mikroskopu a uskutečnilo se měření prvkového mapování (EDS).



**Obrázek 32** Mössbauerovo spektrum (BXMS) získané u vzorku R291. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,07	-	0,34	67
Dublet	-0,01	0,63	0,28	33

**Tabulka 12** Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.

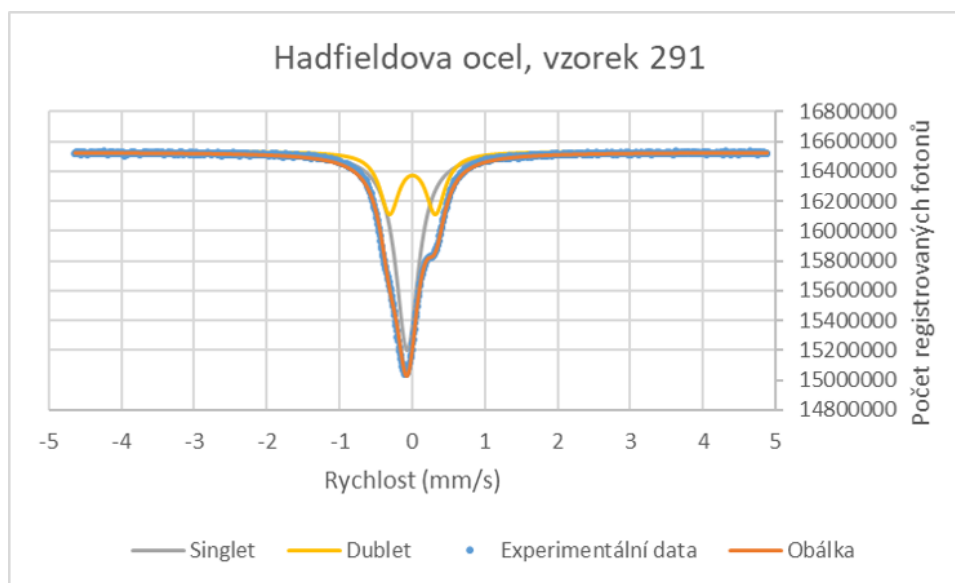


**Obrázek 33** | Mössbauerovo spektrum (BXMS) získané u vzorku R291. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,02$	Plocha spektra (%) $\pm 1\%$
Singlet	-0,07	-	0,33	67
Dublet	-0,01	0,63	0,27	33

**Tabulka 13** | Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.

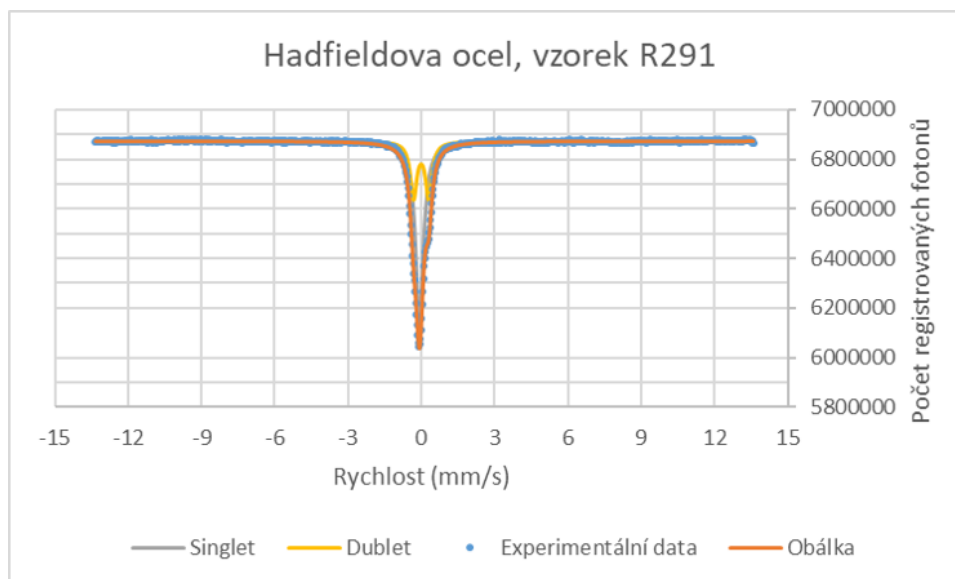




**Obrázek 34** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R291. Fitováno programem MossWinn dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1\%$
Singlet	-0,07	-	0,38	67
Dublet	-0,01	0,63	0,31	33

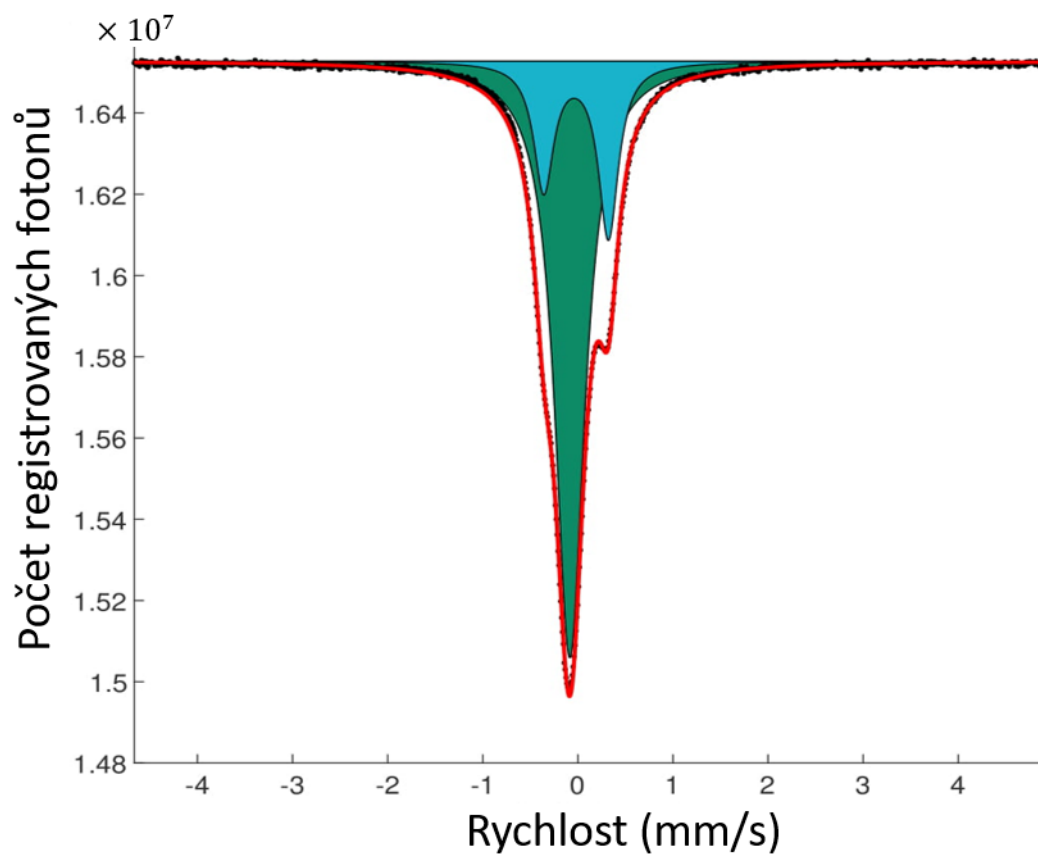
**Tabulka 14** | Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry



**Obrázek 35** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R291. Fitováno dle programem MossWinn [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1\%$
Singlet	-0,07	-	0,39	67
Dublet	-0,01	0,62	0,32	33

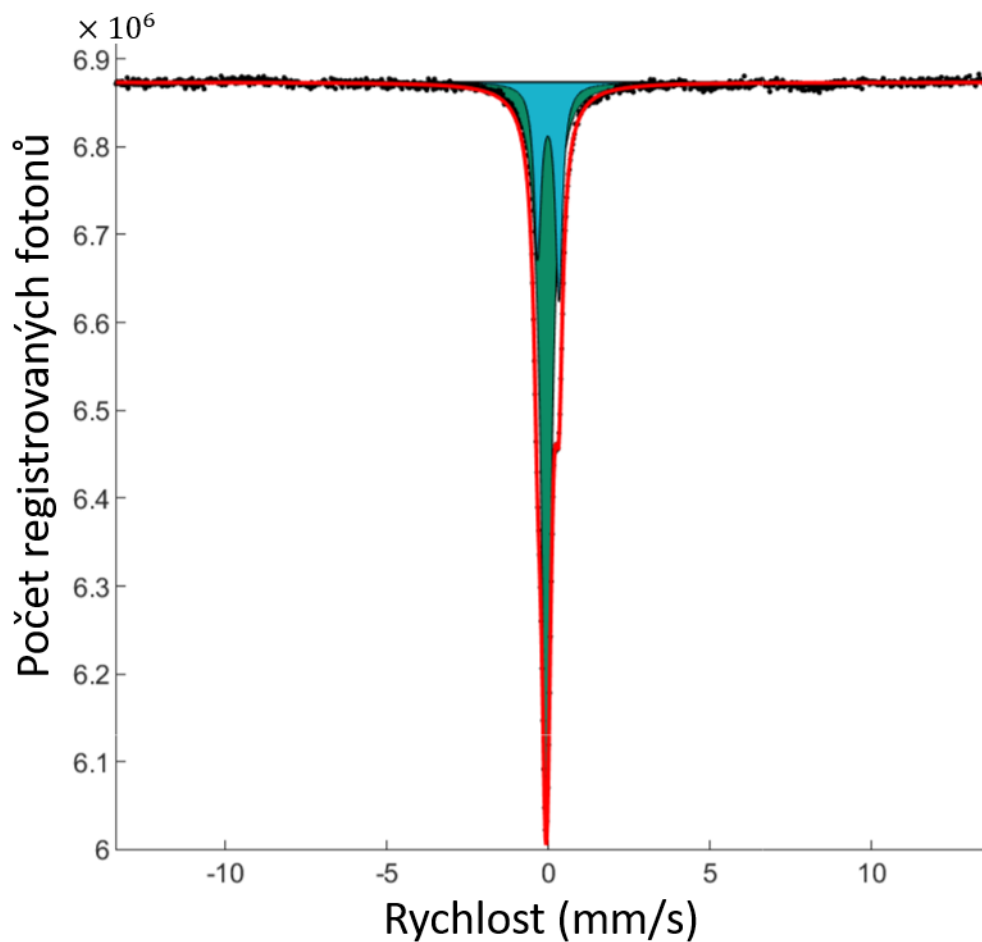
**Tabulka 15** | Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.



**Obrázek 36** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R291. Fitováno programem MossA dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1\%$
Singlet	-0,09	-	0,38	74
Dublet	-0,02	0,68	0,26	25

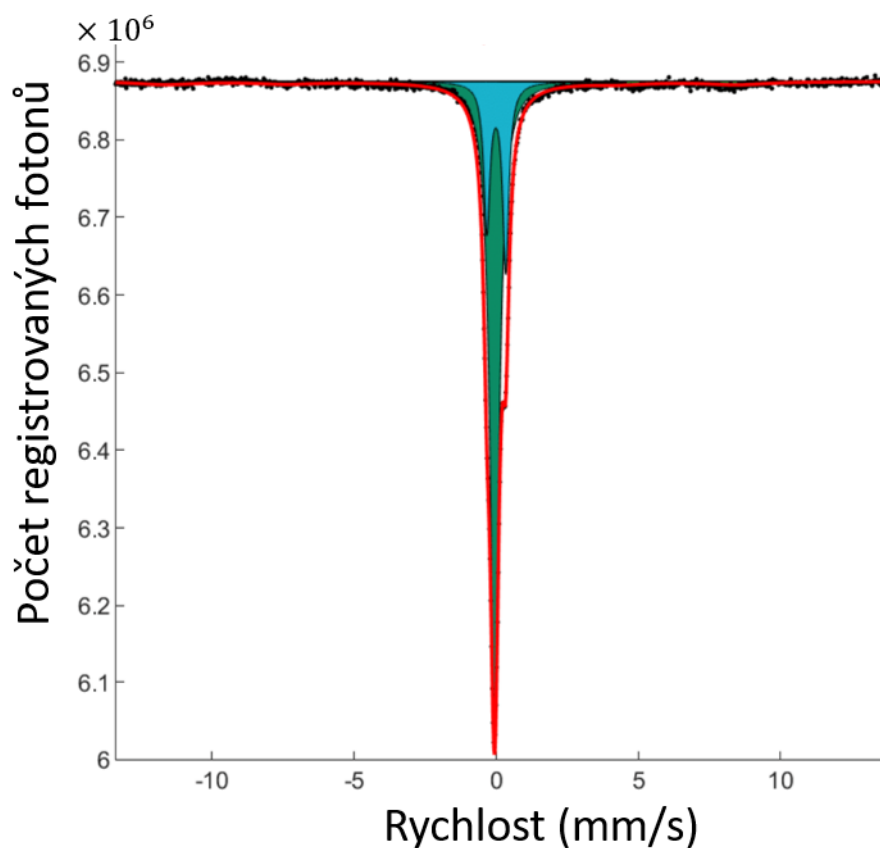
**Tabulka 16** | Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.



**Obrázek 37** | Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R291. Fitováno programem MossA dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,07	-	0,39	73
Dublet	-0,01	0,66	0,27	27

**Tabulka 17** | Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení a L.W. je šířka čáry.



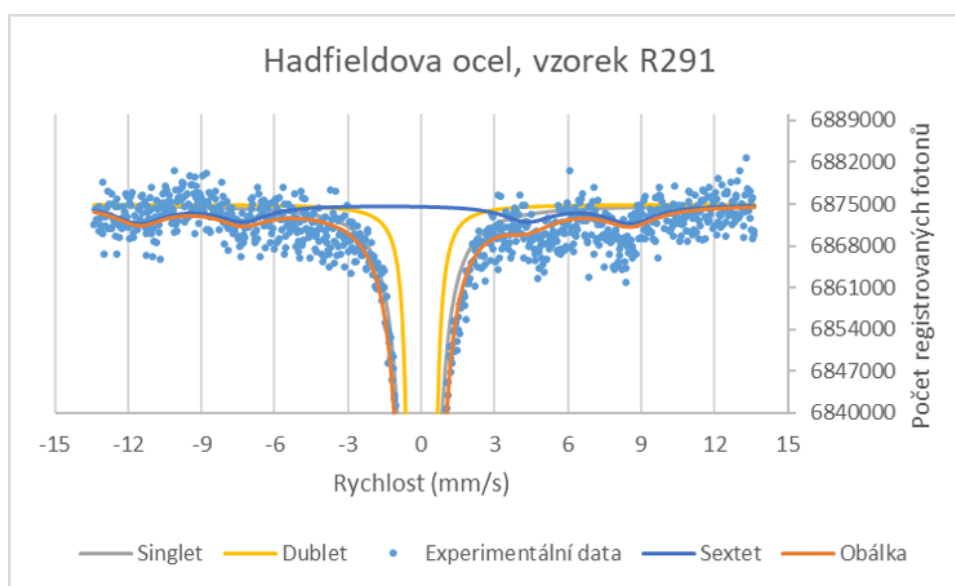
**Obrázek 38**

Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R291. Fitováno programem MossA dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C. Sextet je zde přidán hlavně z matematického hlediska pro získání „kvalitnějšího“ fitu. Z fyzikálního hlediska můžeme předpokládat, že se jedná o stopový oxid z povrchu vzorku, který vykazuje magnetismus.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Q.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	BHF (T) $\pm 1$	Plocha spektra (%) $\pm 1$ %
Singlet	-0,08	-	0,39	-	68
Dublet	-0,01	0,62	0,27	-	25
Sextet	-1,6	-	2,37	62	7

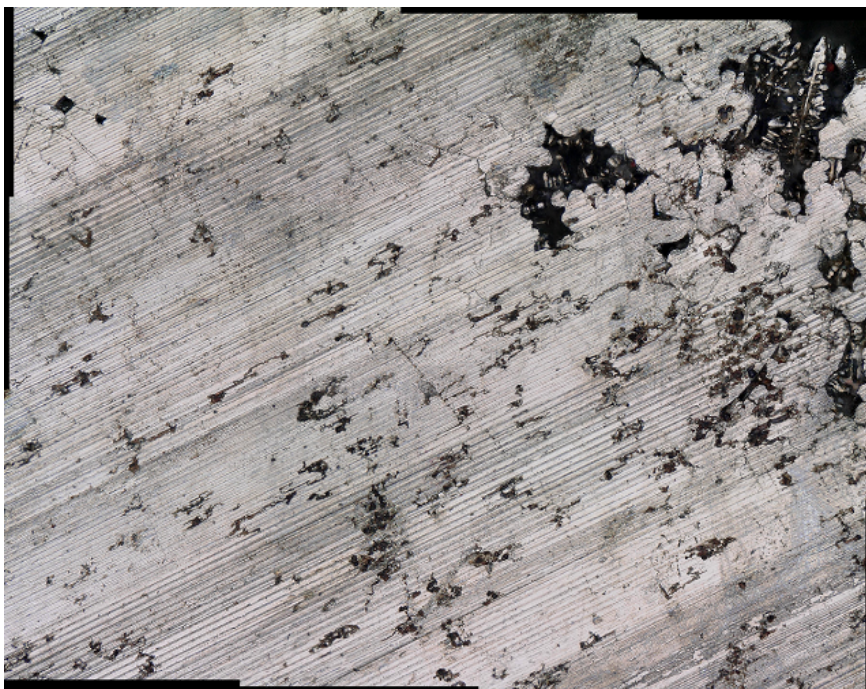
**Tabulka 18**

Hyperjemné parametry pro vzorek R291, kde I.S. = Isomerní posuv, Q.S. = Kvadrupólové štěpení, BHF = Hyperjemné magnetické pole a L.W. je šířka čáry.

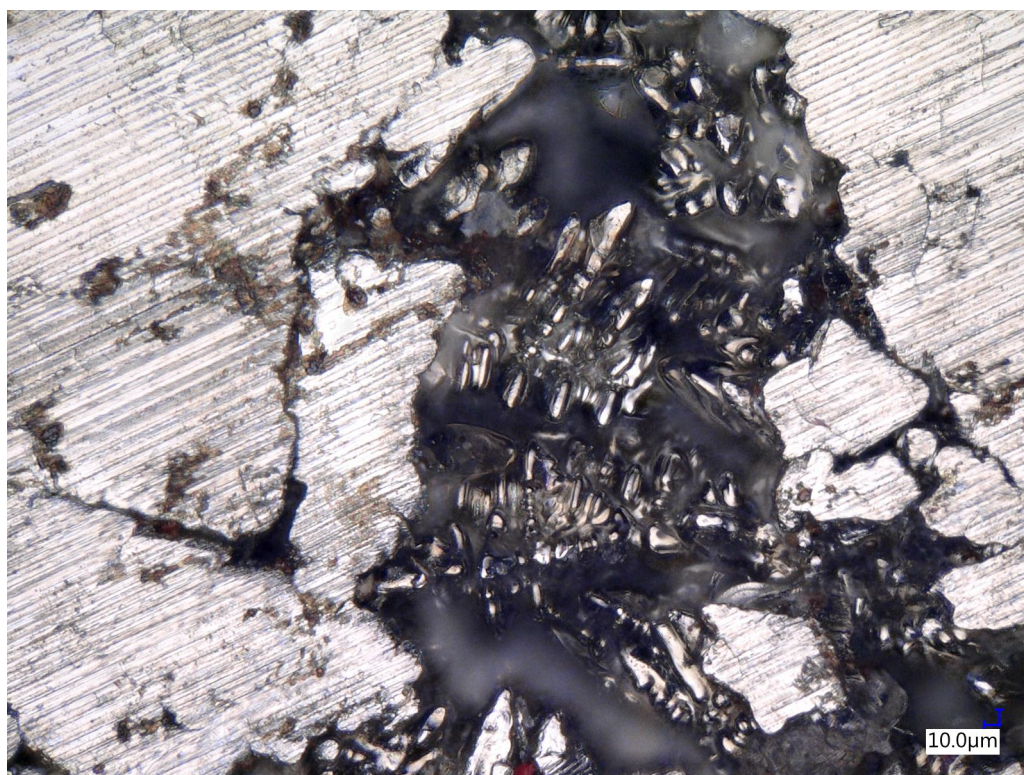


**Obrázek 39**

Mössbauerovo spektrum (TMS) získané u vzorku R291, které bylo manuálně přiblíženo z obr. 38 na interval, kde lze sextet pozorovat. Fitováno dle [29], kde singlet odpovídá železu s krystalovou mřížkou FCC (austenit), kde v jeho okolí není žádný atom C, který by ovlivňoval atom Fe a dublet odpovídající atomu Fe, který je ovlivňován blízkým sousedem atomem C. Sextet je zde přidán hlavně z matematického hlediska pro získání „kvalitnějšího“ fitu. Z fyzikálního hlediska můžeme předpokládat, že se jedná o stopový oxid z povrchu vzorku, který vykazuje magnetismus. Tento magnetismus vykazuje vysokou hodnotu ( $62 \pm 1$ ) T, kterou nelze přímo přiřadit. Můžeme jen diskutovat, zda je tato komponenta relevantní či nikoliv.



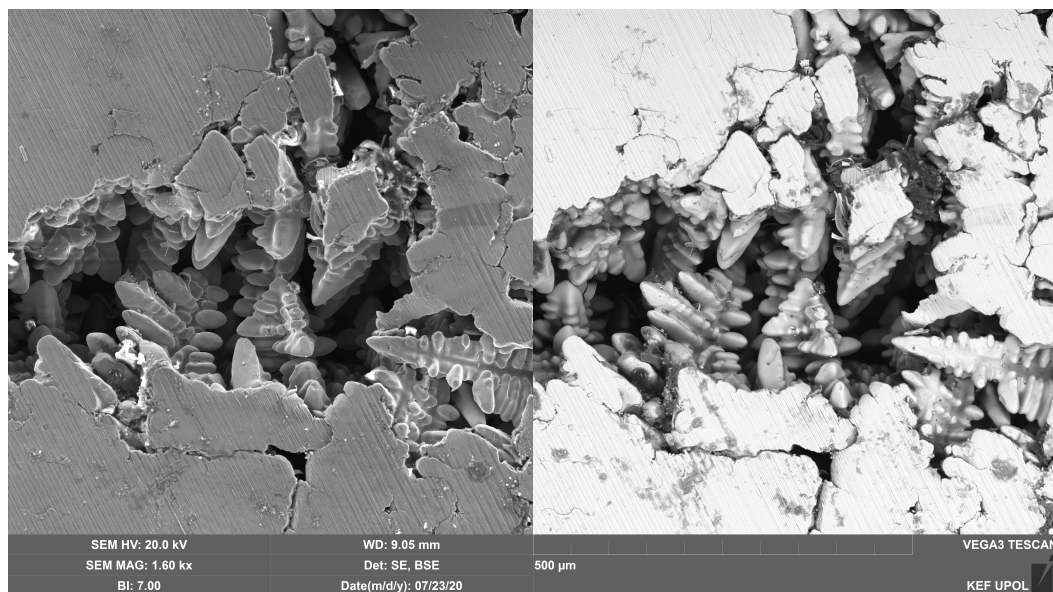
**Obrázek 40** | Snímek pořízený z optického mikroskopu, kde můžeme vidět směr řezu a značně velké trhliny v materiálu. Tyto trhliny nám umožňují pohlédnout dovnitř struktury viz obr. 41.



**Obrázek 41** | Snímek pořízený z optického mikroskopu, kde je detail obr. 40. Můžeme vidět dendritickou strukturu krystalů a usoudit, že materiál je porézní.

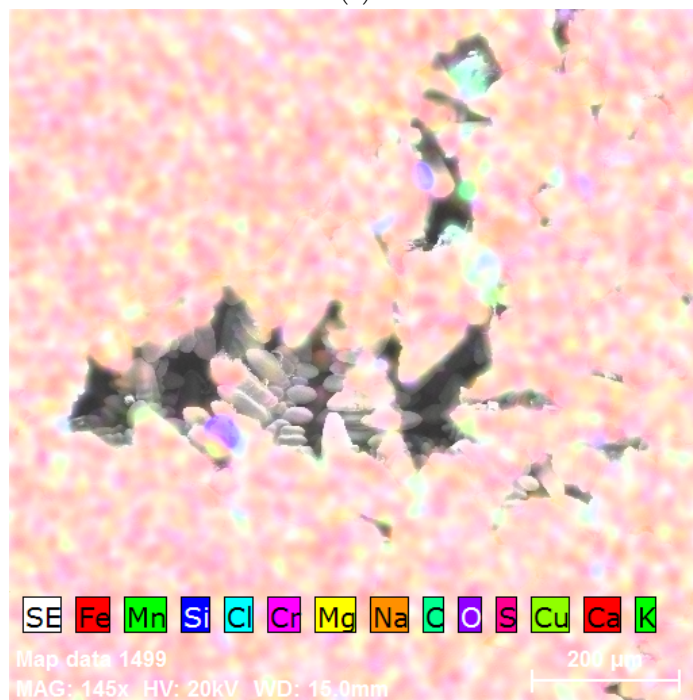
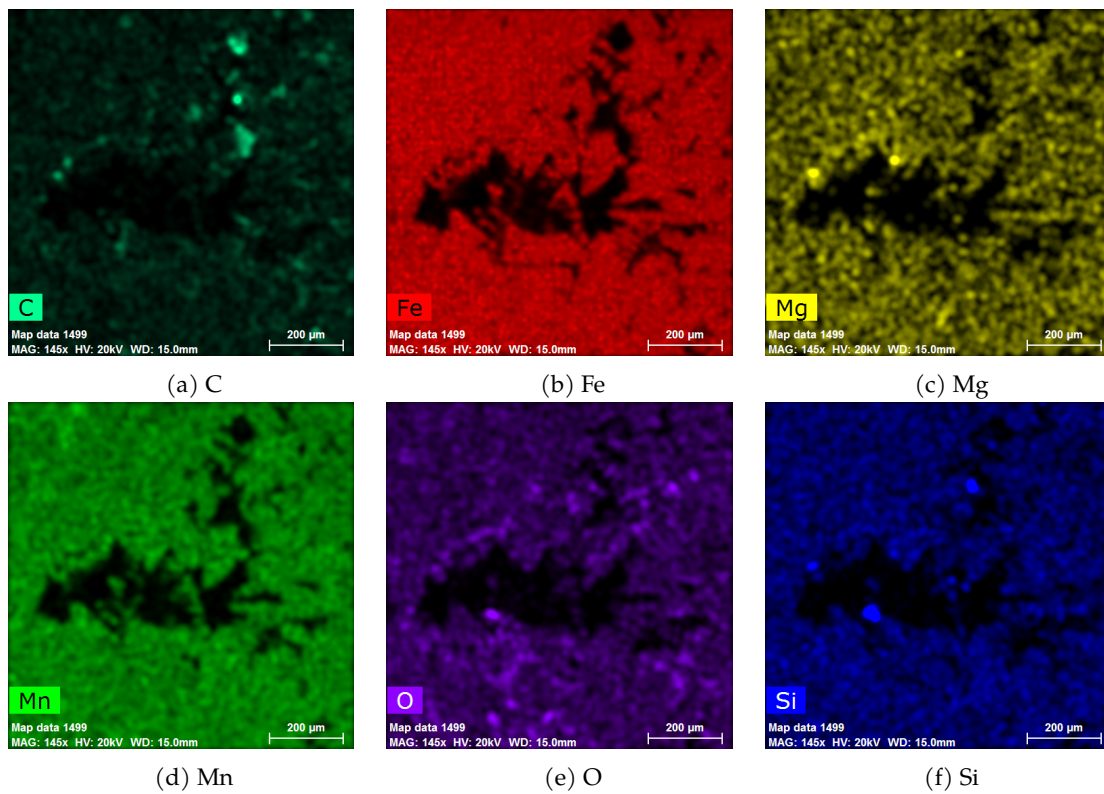


**Obrázek 42** | Snímek pořízený ze SEM. Na tomto snímku vidíme povrch materiálu včetně trhliny.



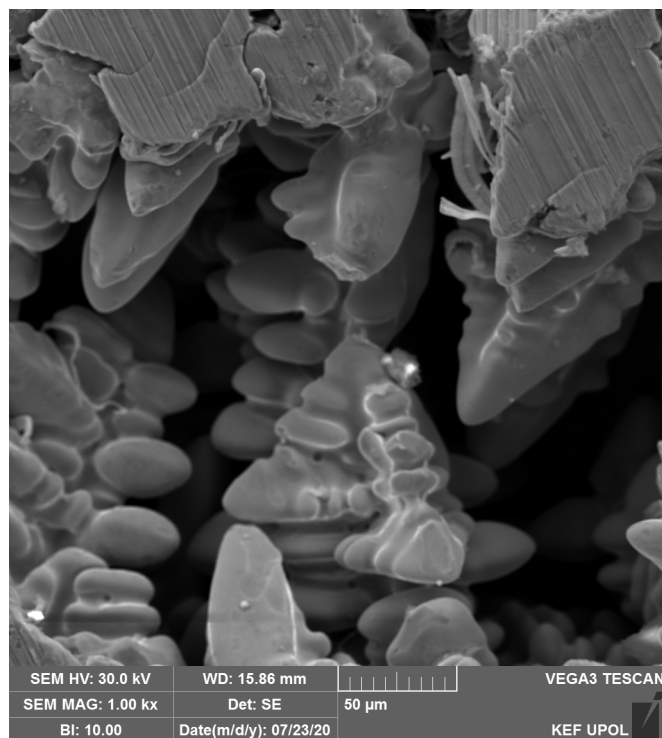
**Obrázek 43** | Snímek pořízený ze SEM a BSE, kde máme v detailu trhlinu z obr. 42.





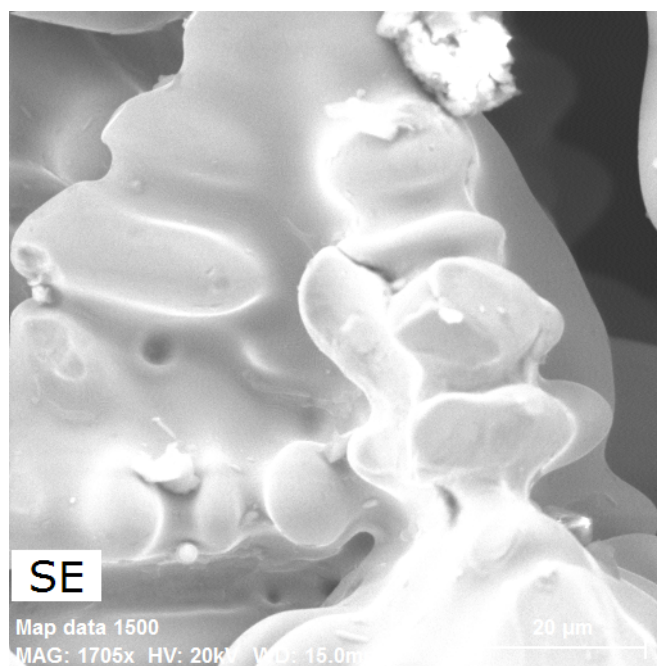
(g) Průnik všech prvků v jednom snímku

**Obrázek 44** | Snímky z EDS pro zastoupení jednotlivých prvků v trhlině ze vzorku R291.



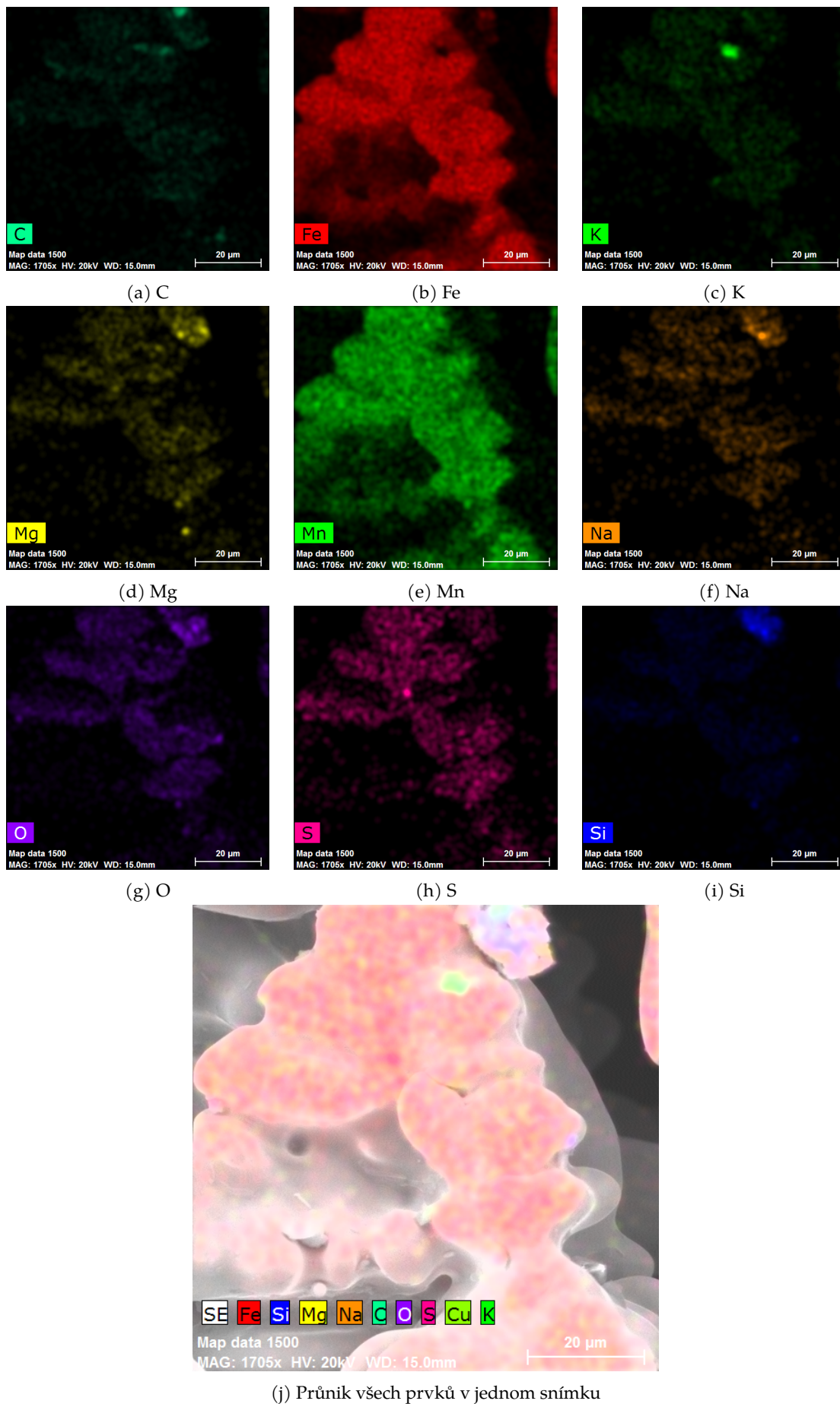
**Obrázek 45**

Snímek pořízený ze SEM. Na tomto snímku vidíme přiblížení krystalů v trhlině z obr. 43. Tuto krystalickou strukturu lze přiřadit dendritické struktuře viz 9.

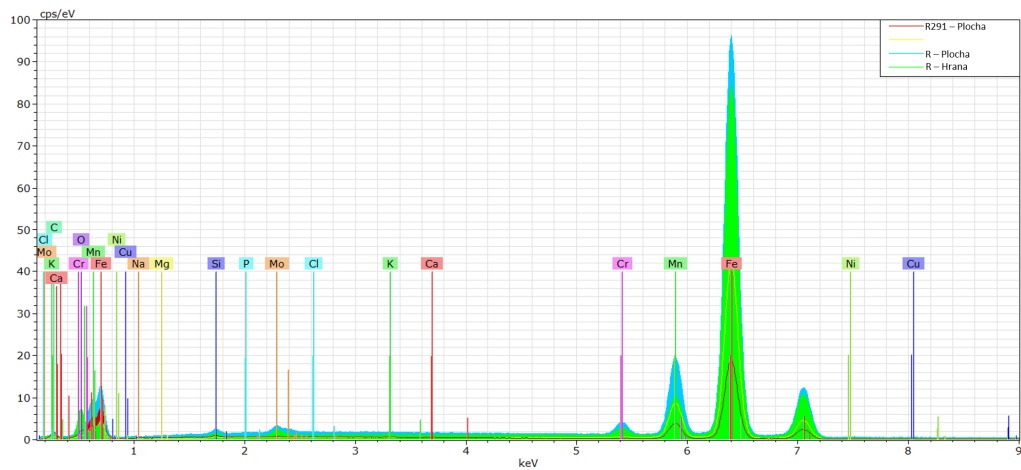


**Obrázek 46**

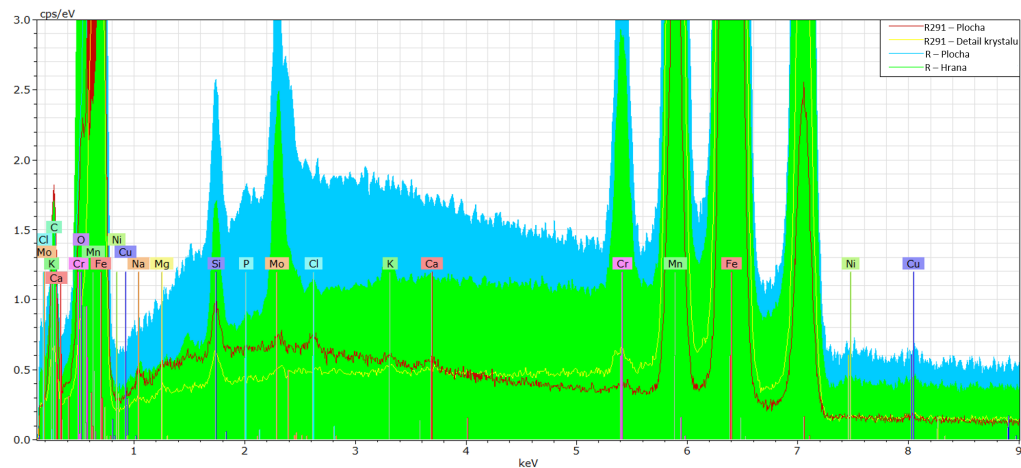
Snímek pořízený ze SEM. Na tomto snímku vidíme v detailu jeden z krystalů nacházející se v trhlině z obr. 43.



**Obrázek 47** | Snímky z EDS pro zastoupení jednotlivých prvků v trhlíně ze vzorku R291.



**Obrázek 48** Snímek z EDS. Tento snímek je tzv. „mapping“, kde na ose  $x$  jsou energie prvků a na ose  $y$  intenzity. Tento snímek je na celém intenzitním intervalu a můžeme pozorovat, jaké signály jsou silné a jaké slabé (zbytkové). Červený signál je pro vzorek R291 na celé ploše viz obr. 40, žlutý signál je pro vzorek R291 v detailu na krystaly v trhlině viz obr. 46, tyrkysový signál je pro vzorek R na celé ploše a zelený signál je pro vzor R v detailu na hranu viz obr. 29.



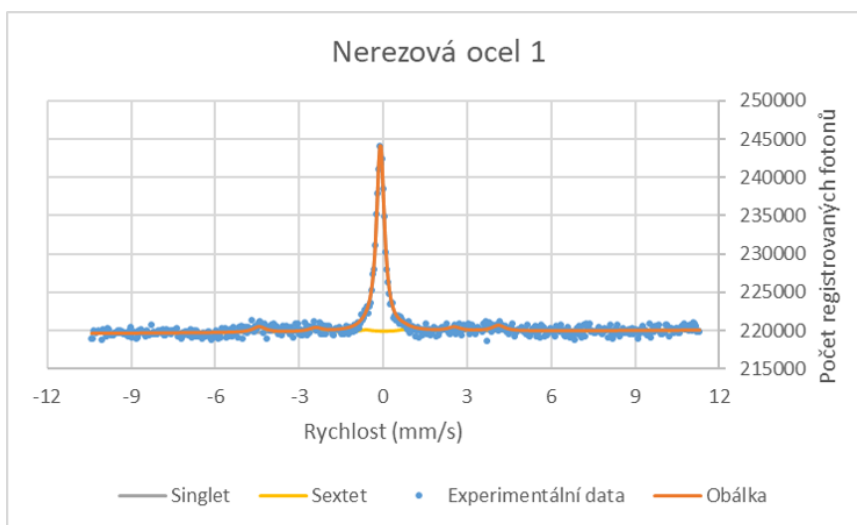
**Obrázek 49** Snímek z EDS. Tento snímek je tzv. „mapping“, kde na ose  $x$  jsou energie prvků a na ose  $y$  intenzity. Tento snímek je na nižším intenzitním intervalu a můžeme detailněji pozorovat, jaké signály jsou silné a jaké slabé (zbytkové). Červený signál je pro vzorek R291 na celé ploše viz obr. 40, žlutý signál je pro vzorek R291 v detailu na krystaly v trhlině viz obr. 46, tyrkysový signál je pro vzorek R na celé ploše a zelený signál je pro vzor R v detailu na hranu viz obr. 29.

U obou vzorků byl použit model fitování z řešeršní části práce, kde obdobně jako u [29] jsme použili fit jednoho singletu a jednoho dubletu. Vzhledem k literární opoře jsme si mohli dovolit provést přímé řešení fitování těchto dvou vzorků. Kvůli zlepšení odchylky fitu jsme mohli použít na fit tři singlety. Matematicky by to byl daleko obstojnější výsledek, ale nikoliv fyzikálně, protože by se nám těžko interpretovaly dva další singlety.

V porovnání se spektrem na obr. 15 můžeme vidět rozdíl šířky čáry, který může být způsoben rozdílným měřením povrchem. Toto můžeme pozorovat pouze v porovnání našeho spektra a spektra z článků, protože nemáme k dispozici hyperjemné parametry, na kterých bychom rozdíl viděli daleko lépe. Naše měřená plocha byla pravděpodobně uříznuta kotoučovou bruskou, která obsahovala křemík a to by vysvětlovalo obsah křemíku na povrchu. Při řezání se kvůli zvyšující teplotě povrch vzorku transformuje a mohou vznikat nové povrchové fáze. Naše měření neprokázalo výskyt karbidů ani v jednom z měřených vzorků (R a R291).

## 4.2. Nerezová ocel

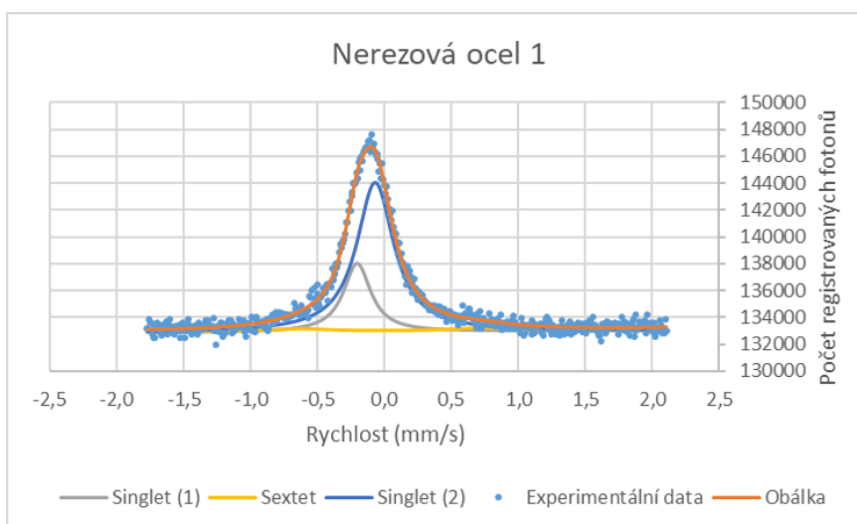
V této sekci se budeme věnovat analýze austenitické nerezové oceli. Máme zde 4 vzorky nerezové oceli, které byly měřeny pomocí Mössbauerovy spektroskopie (BXMS). Kvůli dostatečnému popisu vzorku, který nám byl předán, se nemuselo dělat žádné další měření, aby jsme zjistili další informace, které by nám pomohly k interpretaci nabitovaných komponentů.



**Obrázek 50** Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 1 při rychlosti do 10 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlet může být austenitická fáze a sextet je zbytkový magnetismus.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,05$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,1$	BHF (T) $\pm 0,3$	Q.S. $\pm 0,1$ ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	Plocha spektra (%) $\pm 2$ %
Singlet	-0,11	0,34	-	-	84
Sextet	-0,06	0,55	27	-0,06	16

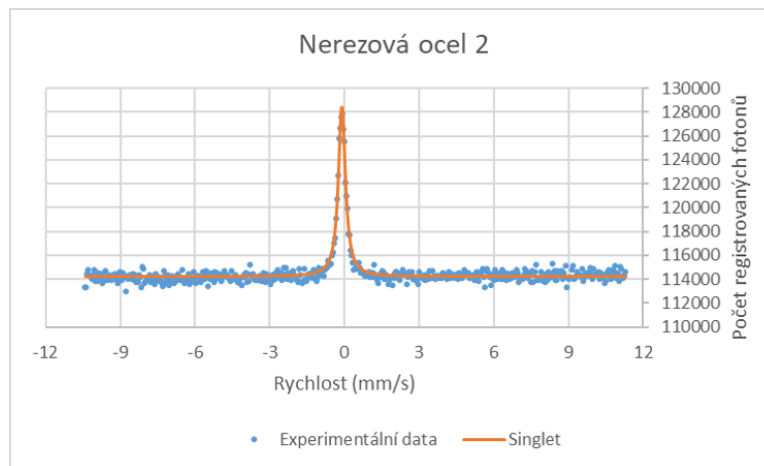
**Tabulka 19** Hyperjenné parametry u vzorku nerezové oceli 1 při rychlosti do 10 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv, L.W. = Šířka čáry, BHF = Hyperjenné magnetické pole a Q.S. = Kvadrupólové štěpení.



**Obrázek 51** Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 1 při rychlosti do 2 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlet (1,2) může být austenitická fáze a část viditelného sextetu je zbytkový magnetismus

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,05$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,1$	BHF (T) $\pm 0,3$	Q.S. $\pm 0,1$ ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ )	Plocha spektra (%) $\pm 2\%$
Singlet (1)	-0,21	0,25	-	-	19
Sextet	-0,06 $\pm$ Fixed	0,55 $\pm$ Fixed	27 $\pm$ Fixed	-0,21 $\pm$ Fixed	23
Singlet (2)	-0,07	0,34	-	-	58

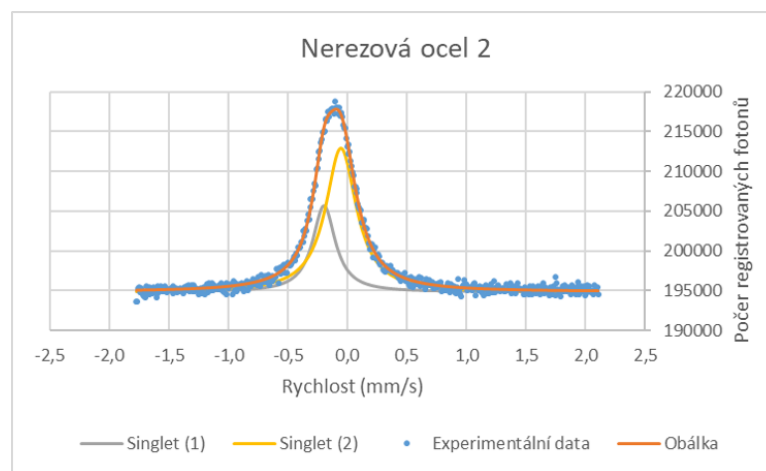
**Tabulka 20** | Hyperjemné parametry u vzorku nerezové oceli 1 při rychlosti do 2 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv, L.W. = Šířka čáry, BHF = Hyperjemné magnetické pole a Q.S. = Kvadrupólové štěpení.



**Obrázek 52** | Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 2 při rychlosti do 10 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlet může být austenitická fáze.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%)
Singlet	-0,11	0,33	100

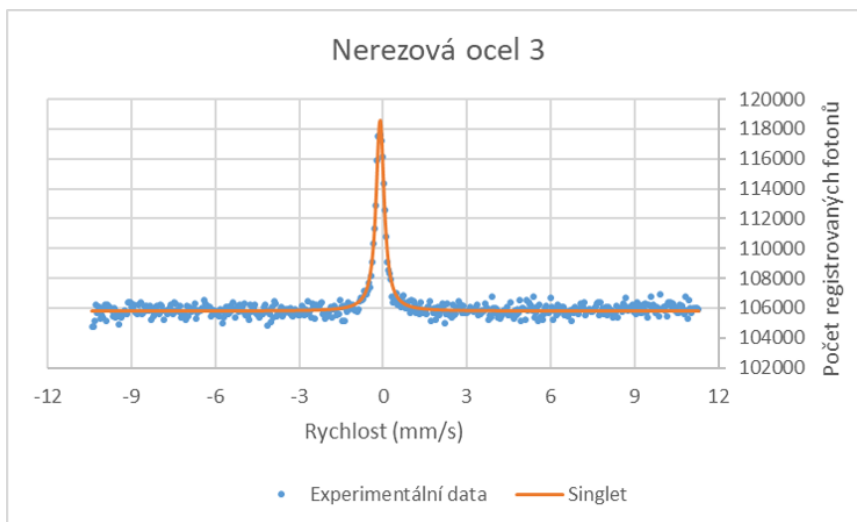
**Tabulka 21** | Hyperjemné parametry u vzorku nerezové oceli 2 při rychlosti do 10 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv a L.W. = Šířka čáry.



**Obrázek 53** | Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 2 při rychlosti do 2 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlety (1) a (2) můžou být austenitická fáze.

	<b>I.S.</b> ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	<b>L.W.</b> ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	<b>Plocha spektra</b> (%) $\pm 2$ %
Singlet(1)	-0,20	0,23	31
Singlet(2)	-0,06	0,31	69

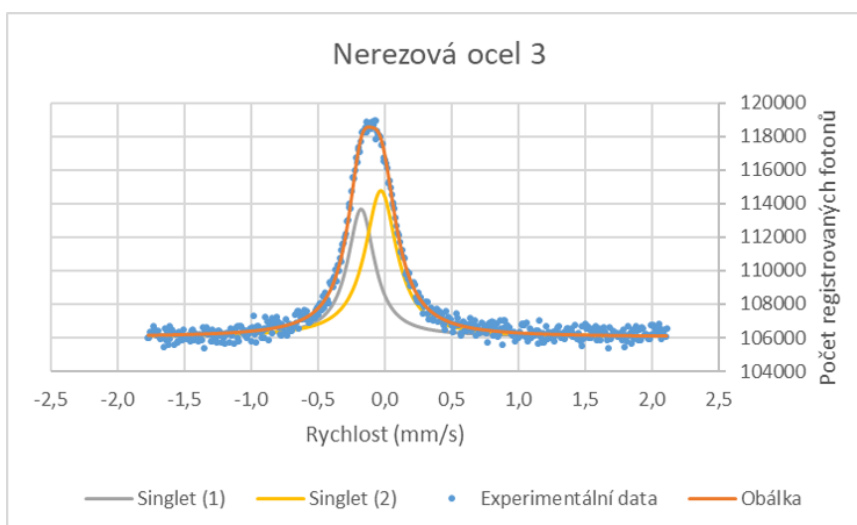
**Tabulka 22** | Hyperjemné parametry u vzorku nerezové oceli 2 při rychlosti do 2 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv a L.W. = Šířka čáry.



**Obrázek 54** | Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 3 při rychlosti do 10 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlet může být austenitická fáze.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%)
Singlet	-0,10	0,34	100

**Tabulka 23** | Hyperjenné parametry u vzorku nerezové oceli 3 při rychlosti do 10 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv a L.W. = Šířka čáry.

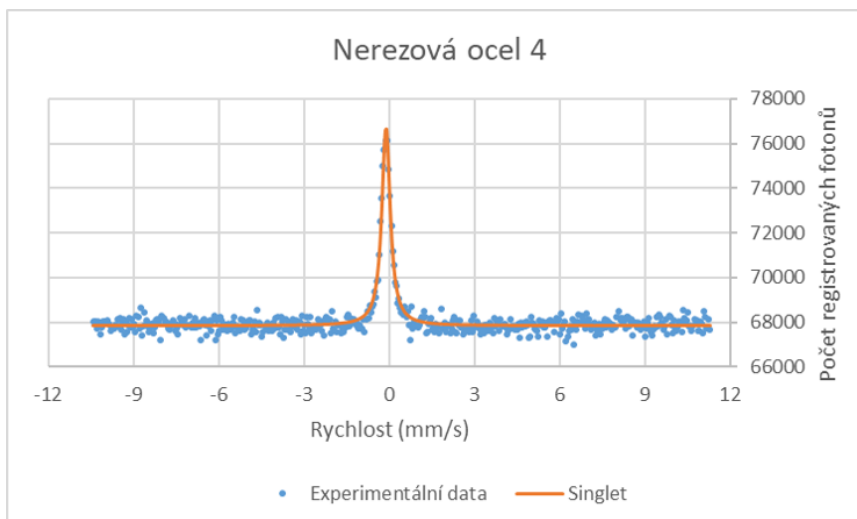


**Obrázek 55** | Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 3 při rychlosti do 2 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlet (1,2) může být austenitická fáze.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 2\%$
Singlet (1)	-0,18	0,25	42
Singlet (2)	-0,03	0,29	58

**Tabulka 24** | Hyperjenné parametry u vzorku nerezové oceli 3 při rychlosti do 2 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv a L.W. = Šířka čáry.

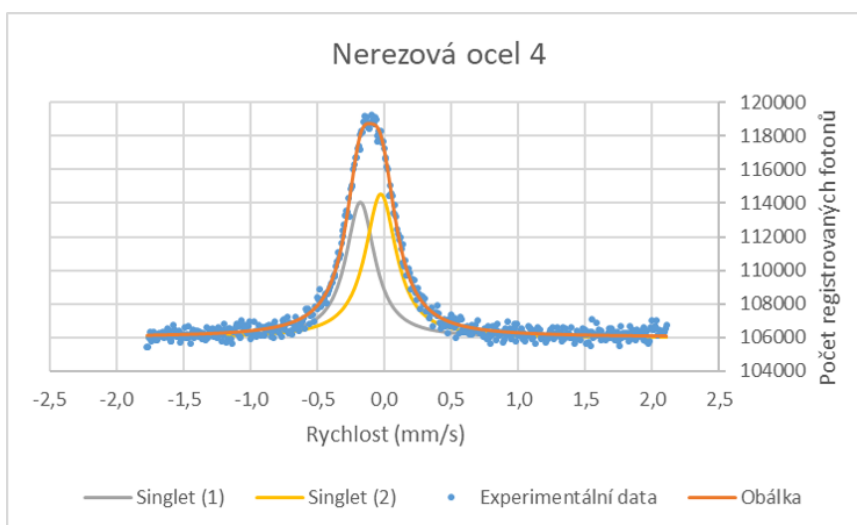




**Obrázek 56** | Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 4 při rychlosti do 10 mm/s. Fitováno programem MossWinn dle [31], kde singlet může být austenitická fáze.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%)
Singlet	-0,11	0,37	100

**Tabulka 25** | Hyperjenné parametry u vzorku nerezové oceli 4 při rychlosti do 10 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv a L.W. = Šířka čáry.



**Obrázek 57** | Mössbauerovo spektrum získané u vzorku nerezové oceli 4 při rychlosti do 2 mm/s. Fitováno dle programem MossWinn [31], kde singlety (1) a (2) mohou být austenitická fáze.

	I.S. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	L.W. ( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) $\pm 0,01$	Plocha spektra (%) $\pm 2 \%$
Singlet (1)	-0,18	0,26	47
Singlet (2)	-0,03	0,29	53

**Tabulka 26** | Hyperjenné parametry u vzorku nerezové oceli 4 při rychlosti do 2 mm/s, kde I.S. = Isomerní posuv a L.W. = Šířka čáry.

Všechna naše měřená spektra vzorků, která odpovídají jednotlivým popiskům v části „Seznam použitých materiálů“, byla fitována podle [31] dvěma singlety. V našich spektrech oproti článku

[31] máme absenci dubletu. Tato absence může být způsobena rozdílnou přípravou vzorků, kde atom železa nemá nejbližší sousedící atom uhlíku. Tato velice podobná spektra vyjma na obr. 50 a dále i v detailu na obr. 51 se výrazně liší isomerním posuvem singletu (1). Toto může být zapříčiněno odlišnou koncentrací legovacích prvků (Cr, Ni), ale také odlišnou koncentrací velice nízkého procenta uhlíku. Když si všimneme z [31] i malé změny koncentrace uhlíku mají jistý vliv na isomerní posuv zkoumaného vzorku. Za předpokladu nedostatku informací o vzorcích bychom mohli přistoupit k fitování pomocí jednoho singletu, ale na zbytku (residuuum) bychom mohli vidět jistou míru chybovosti, která by nás nabádala k zamyšlení, zda zde není jedna komponenta navíc. Mohli bychom provést fitování čistě matematické a to tak, aby nám vycházel co nejlépe. Pro příklad bychom místo dvou singletů fitovali pomocí 3–5 singletů a nebo jedním dubletem a třemi singlety. Matematicky by fit byl velice čistý, ale fyzikálně bychom pro ně neměli odůvodnění, pokud by z analýzy vzorku nebylo řečeno jinak.

## 5. Závěr

Hlavním cílem této bakalářské práce bylo rešeršní šetření o zpravování Mössbauerových spekter na Hadfieldovy a austenitické oceli. Byly zde uvedeny tři různé fitovací softwary, z toho v této práci byly využity dva MossWinn a MossA. Dalším cílem bylo uvést zde nejdůležitější známé alotropické modifikace železa s uhlíkem a stanovit základy pro experimentální část hlavně týkající se Hadfieldovy oceli a austenitické nerezové oceli. Z rešeršního šetření bylo zjištěno, že optimální analýza Mössbauerova spektra pro Hadfieldovu ocel je jeden singlet a jeden dublet. V experimentální části na vzorcích R a R291, u kterých neznáme jejich historii, bylo ověřeno, že opravdu optimální fit pro tento typ oceli o podobném složení je jeden singlet a jeden dublet. Z průběhu analýzy vyplývá, že je důležité mössbauerovská měření dělat na dvou rychlostních intervalech, optimální na  $\pm 10$  mm/s a na  $\pm 4$  mm/s (případně na  $\pm 2$  mm/s). Při měření na  $\pm 10$  mm/s jsme schopni určit výskyt sextetu, tedy například zbytkového magnetismu a na 4 mm/s zpřesnit kvalitu fitu austenitu. Při fitaci vzorku R v transmisní geometrii MS (obr. 22) mohly být použity dva singlety, ale opět se dostáváme do sporu s fyzikou, kde nemáme žádnou literaturu, ze které by data podpořila fyzikální význam druhého singletu. V spektru dublet není až tak výrazný a bylo by ho možné fitovat i dvěma singlety, což je v rozporu s rešerší. Proto bylo provedeno fitování na nižším rychlostním intervalu a to na  $\pm 4$  mm/s, kde je jasně vidět, že podle [29] je na místě fitovat pomocí jednoho singletu a jednoho dubletu. Dále prvkové mapování EDS podpořila naše informace o vzorcích R a R291. Na žádném nebyla zjištěna přítomnost karbidů železa. Fluktuace ve spektrech, případný náznak sextetu viz obr. 38 a obr. 39 mohou být způsobené nečistotami jak na povrchu, tak i v povrchu vzorku. Tyto výsledky podporují mínění o tom, že na vzorcích neproběhla žádná povrchová úprava/ošetření a zároveň nám to nastiňuje, že řez na měřené straně byl proveden z vrchu dolů pomocí řezačky s kotoučem, který mohl obsahovat karbidy křemíku, kvůli značnému množství křemíku na povrchu viz obr. 47i a obr. 28c. Povrch řezu nebyl nijak upravován.

Podle [31] jsme postupovali při fitování vzorků austenitických nerezových ocelí. Nerezová ocel 1 měla v popisu vzorku zbytkový magnetismus. Po změření se ve spektru v rychlostním intervalu  $\pm 10$  mm/s vyskytoval sextet v malém zastoupení viz obr. 50, který je charakteristický pro zbytkový magnetismus a jeden singlet. Po přiblížení na menší rychlostní interval  $\pm 2$  mm/s, viz obr. 51, se potvrdil přístup zpřesnění fitu austenitu dvěma singlety. Následně tedy proběhl fit pomocí dvou singletů, kde oba singlety pravděpodobně představují dvě různé fáze austenitu. Jev zbytkového magnetismu se vyskytoval pouze u vzorku nerezové oceli 1 viz obr.50 a obr. 51. V ostatních vzorcích se zbytkový magnetismus nevyskytoval. Při fitování všech nerezových ocelí na rychlostním intervalu  $\pm 10$  mm/s byl zapotřebí pouze jeden singlet. Tudíž 100% zastoupení jednoho singletu a jedné fáze austenitu. Při měření na nižším intervalu  $\pm 2$  mm/s se ukázalo, že je potřeba fit provést dvěma singlety, protože jeden nestačí.

Na základě těchto nově nabytých znalostí a zkušeností by bylo přínosné v tomto tématu pokračovat na navazující práci.

## Seznam použitých zdrojů

- [1] V. Procházka, *Neobvyklá Mössbauerova spektroskopie*, Univerzita Palackého v Olomouci, 2014
- [2] L. Kubíčková, *Relaxivita magnetických nanočástic*, Univerzita Karlova v Praze, Matematicko-fyzikální fakulta, 2015,  
<http://docplayer.cz/38047070-Univerzita-karlova-v-praze-matematicko-fyzikalni-fakulta-bak.html>, [19.08.2020]
- [3] M. Mašláň, *Mössbauerova spektroskopie*, Univerzita Palackého v Olomouci, 1992
- [4] C. Prescher, C. McCammon, L. Dubrovinsky, 2012. *MossA: a program for analyzing energy-domain Mössbauer spectra from conventional and synchrotron sources*. J. Appl. Crystallogr. 45, 329–331.  
<http://scripts.iucr.org/cgi-bin/paper?S0021889812004979>, [19.08.2020]
- [5] <http://www.mosswinn.com/english/mwabout.htm>, [19.08.2020]
- [6] <https://d1w82f5xc78wju.cloudfront.net/uploads/targetware/image/file/16545/mosswinn.master.gif>, [19.08.2020]
- [7] [https://www.researchgate.net/publication/278411239\\_Recoil\\_User\\_Manual\\_-\\_Mossbauer\\_spectral\\_analysis\\_software\\_for\\_Windows](https://www.researchgate.net/publication/278411239_Recoil_User_Manual_-_Mossbauer_spectral_analysis_software_for_Windows), [19.08.2020]
- [8] <https://computherm.com/docs/documentations/software-manual>, [19.08.2020]
- [9] <http://www.gotrawama.eu/databases/femiani2018.txt>, [19.08.2020]
- [10] <https://www.austenitemeter.com/>, [19.08.2020]
- [11] [https://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/SEM.html](https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html), [19.08.2020]
- [12] <http://jointlab.upol.cz/~soubusta/PL/epl.pdf>, [19.08.2020]
- [13] <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/623-idealni-krystalova-mrizka>, [19.08.2020]
- [14] T. Bhima, G.S. Kumar, G. Prasad, *Applied Physics*, Department of Physics, Osmania University, Hyderabad, 2005
- [15] F. Jursík, *Anorganická chemie kovů*, Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2002,  
[http://147.33.74.135/knihy/uid\\_isbn-80-7080-504-8/pdf/010.pdf](http://147.33.74.135/knihy/uid_isbn-80-7080-504-8/pdf/010.pdf), [19.08.2020]
- [16] [https://elearning.tul.cz/pluginfile.php/146275/mod\\_resource/content/2/kovy-01\\_Struktura\\_vlastnosti\\_a\\_zpracovani.pdf](https://elearning.tul.cz/pluginfile.php/146275/mod_resource/content/2/kovy-01_Struktura_vlastnosti_a_zpracovani.pdf), [19.08.2020]
- [17] <https://ptc.zshk.cz/vyuka/vlastnosti-kovu-a-slitin.aspx>, [19.08.2020]
- [18] <https://slideplayer.cz/slide/2756853/>, [19.08.2020]
- [19] A. Cottrell, *An Introduction to Metallurgy*, Jesus College, Cambridge, 1975
- [20] P. Ryš, M. Cenek, *Nauka o materiálu I.*, Československá akademie věd, Praha, 1957
- [21] <https://cs.wikipedia.org/wiki/%C5%BDlezo>, [19.08.2020]
- [22] <https://en.wikipedia.org/wiki/Iron#Allotropes>, [19.08.2020]
- [23] [https://en.wikipedia.org/wiki/Allotropes\\_of\\_iron](https://en.wikipedia.org/wiki/Allotropes_of_iron), [19.08.2020]
- [24] <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s11669-018-0638-z.pdf>, [19.08.2020]
- [25] <https://study.com/academy/lesson/allotropes-of-iron-types-density-uses-facts.html>, [19.08.2020]
- [26] <https://www.britannica.com/science/iron-chemical-element#ref93307>, [19.08.2020]

- [27] F.B. Waanders, S.W. Vorster, A. Engelbrecht, *Mössbauer and SEM characterisation of the scale on type 304 stainless steel*, School of Chemical and Minerals Engineering, PU for CHE, Potchefstroom, South Africa Columbus Stainless, Box 133, Middelburg, South Africa, 2000
- [28] <https://www.inerez.cz/jakosti-nerezovych-materialu/>, [19.08.2020]
- [29] S. Nasu, H. Tanimoto, F.E. Fujita, *Mössbauer study of the deformed surface of high-manganese steel*, Department of Material Physics, Faculty of Engineering Science, Osaka University, Toyonaka, Osaka 560, Japan, 2009
- [30] F. Gauzzi, B. Verdini, G. Principi, B. Badan, *The martensitic transformation in cold-worked Fe-Mn alloys studied by Mössbauer spectroscopy*, Istituto di Metallurgia, Università di Roma, Via Eudossiana 18, Roma, Italy and Istituto di Chimica Industriale, Università di Padova, Via Marzolo 9, Padova, Italy, 1983
- [31] O.N.C. Uwakweh, J.Ph. Bauer, J.-M.R. Genin, *Mössbauer study of the distribution of carbon interstitials in iron alloys and the isochronal kinetics of the aging of martensite: the clustering-ordering synergy*, Metallurgical Transactions A, 1990,  
<https://link.springer.com/article/10.1007/BF02671931>, [19.08.2020]
- [32] N.R. Baddoo, *Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities*, The Steel Construction Institute, Silwood Park, Ascot, Berkshire SL5 7QN, United Kingdom, 2008
- [33] <https://www.britannica.com/technology/stainless-steel>, [19.08.2020]

## Seznam tabulek

1.	Krystalografická soustava . . . . .	15
2.	Hyperjemné parametry Waanders . . . . .	19
3.	Hyperjemné parametry Uwakweh 1 . . . . .	20
4.	Hyperjemné parametry Uwakweh 1 . . . . .	20
5.	Hyperjemné parametry Uwakweh 1 . . . . .	21
6.	Hyperjemné parametry R 2mm/s BXMS . . . . .	28
7.	Hyperjemné parametry R 4mm/s BXMS . . . . .	29
8.	Hyperjemné parametry R 3,5mm/s TMS . . . . .	30
9.	Hyperjemné parametry R 10mm/s TMS . . . . .	31
10.	Hyperjemné parametry R 3,5mm/s TMS . . . . .	32
11.	Hyperjemné parametry R 10mm/s TMS . . . . .	33
12.	Hyperjemné parametry R291 2mm/s BXMS . . . . .	39
13.	Hyperjemné parametry R291 4mm/s BXMS . . . . .	40
14.	Hyperjemné parametry R291 3,5mm/s TMS . . . . .	41
15.	Hyperjemné parametry R291 10mm/s TMS . . . . .	42
16.	Hyperjemné parametry R291 3,5mm/s TMS . . . . .	43
17.	Hyperjemné parametry R291 10mm/s TMS . . . . .	44
18.	Hyperjemné parametry R291 10mm/s+ BXMS . . . . .	45
19.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 1 10mm/s . . . . .	53
20.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 1 2mm/s . . . . .	54
21.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 2 10mm/s . . . . .	54
22.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 2 2mm/s . . . . .	55
23.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 3 10mm/s . . . . .	56
24.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 3 2mm/s . . . . .	56
25.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 4 10mm/s . . . . .	57
26.	Hyperjemné parametry nerezové oceli 4 2mm/s . . . . .	57

## Seznam obrázků

1.	Transmisní geometrie . . . . .	9
2.	Emisní geometrie . . . . .	10
3.	MossWinn . . . . .	11
4.	Fázový diagram Fe-C . . . . .	12
5.	Posun základní buňky získáme periodický krystal . . . . .	14
6.	Kubické krystalové struktury - P, I, F . . . . .	14
7.	Krystalová struktura - HCP . . . . .	14
8.	Krystalové struktury kovů . . . . .	14
9.	Dendritická struktura . . . . .	15
10.	Fázový diagram železa . . . . .	17
11.	Spektrum Waanders Šupinky . . . . .	18
12.	Spektrum Waanders Substrát . . . . .	18
13.	Spektrum Uwakweh CEMS . . . . .	20
14.	Spektrum Nasu Hadfield CEMS A . . . . .	22
15.	Spektrum Nasu Hadfield BXMS A . . . . .	22
16.	Spektrum Nasu Hadfield Transmise H3 . . . . .	23
17.	Spektrum Nasu Hadfield Transmise H3 20K . . . . .	24
18.	Snímky jednotlivých použitých vzorků, na kterých bylo uskutečněno měření. . . . .	26
19.	BXMS Spektrum 2mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R . . . . .	28
20.	BXMS Spektrum 4mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R . . . . .	29
21.	TMS Spektrum 3,5mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R . . . . .	30
22.	TMS Spektrum 10mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R . . . . .	31
23.	TMS Spektrum 3,5mm/s MossA Sýkora Hadfieldova ocel R . . . . .	32
24.	TMS Spektrum 10mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R . . . . .	33
25.	Optický mikroskop Hadfieldova ocel R - nerovnost . . . . .	34
26.	Optický mikroskop Hadfieldova ocel R - hloubka nerovnosti . . . . .	34
27.	SEM/BSE Hadfieldova ocel R plocha . . . . .	35
28.	EDS Hadfieldova ocel R plocha . . . . .	36
29.	SEM/BSE Hadfieldova ocel R hrana . . . . .	37
30.	SEM/BSE Hadfieldova ocel R zábrus . . . . .	37
31.	EDS Hadfieldova ocel R zábrus . . . . .	38
32.	BXMS Spektrum 2mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	39
33.	BXMS Spektrum 4mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	40
34.	TMS Spektrum 3,5mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	41
35.	TMS Spektrum 10mm/s Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	42
36.	TMS Spektrum 3,5mm/s MossA Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	43
37.	TMS Spektrum 10mm/s MossA Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	44
38.	BXMS Spektrum 10mm/s+ Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	45
39.	BXMS Spektrum 10mm/s+detail Sýkora Hadfieldova ocel R291 . . . . .	46
40.	Optická mikroskopie Hadfieldova ocel R291 plocha . . . . .	47
41.	Optická mikroskopie Hadfieldova ocel R291 trhlina . . . . .	47
42.	SEM Hadfieldova ocel R291 plocha . . . . .	48
43.	SEM/BSE Hadfieldova ocel R291 trhlina . . . . .	48
44.	EDS Hadfieldova ocel R291 trhlina . . . . .	49
45.	SEM Hadfieldova ocel R291 krystaly . . . . .	50
46.	SEM Hadfieldova ocel R291 detail krystaly . . . . .	50
47.	EDS Hadfieldova ocel R291 trhlina . . . . .	51
48.	EDS celkový mapping . . . . .	52
49.	EDS celkový mapping v detailu . . . . .	52
50.	Spektrum nerezová ocel 1 10mm/s . . . . .	53
51.	Spektrum nerezová ocel 1 2mm/s . . . . .	53
52.	Spektrum nerezová ocel 2 10mm/s . . . . .	54
53.	Spektrum nerezová ocel 2 2mm/s . . . . .	55
54.	Spektrum nerezová ocel 3 10mm/s . . . . .	56
55.	Spektrum nerezová ocel 3 2mm/s . . . . .	56
56.	Spektrum nerezová ocel 4 10mm/s . . . . .	57
57.	Spektrum nerezová ocel 4 2mm/s . . . . .	57

## Seznam použitých symbolů a zkratek

SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
BSE	Detektor zpětně odražených elektronů
CL	Detektor katodoluminiscence
EDS	Prvkové mapování
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů
BCC	angl. Body-centered cubic
FCC	angl. Face-centered cubic
HCP	angl. Hexagonal closest packed
MS	angl. Mössbauer Spectroscopy
TMS	angl. Transmission Mössbauer Spectroscopy
CEMS	angl. Conversion Electron Mössbauer Spectroscopy
BXMS	angl. Backscattering X-ray Mössbauer Spectroscopy
MES	angl. Mössbauer Emission Spectroscopy