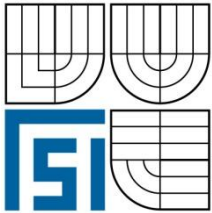


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

ANALÝZA DEFORMAČNĚ INDUKOVANÝCH ZMĚN
FÁZOVÉHO SLOŽENÍ OCELI TRIP METODOU EBSD
ANALYSIS OF STRAIN-INDUCED VARIATIONS OF PHASE COMPOSITION OF THE TRIP STEEL
USING EBSD METHOD

DIPLOMOVÁ PRÁCE
DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

ZBYNĚK PEŠINA

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. ONDŘEJ MAN

BRNO 2008

Abstrakt:

Diplomová práce pojednává o měření fázového složení oceli TRIP metodou EBSD. Ocel byla dodána ve dvou variantách termomechanického zpracování. Fázové složení oceli bylo sledováno při různých stupních plastické deformace a to v rozsahu 0 až 10,99%. U jedné varianty termomechanického zpracování bylo dosaženo dobré shody s literárními údaji a to jak co se týče změřeného podílu zbytkového austenitu (15,6%), tak i jeho úbytku s deformací (na 8,9% při maximální aplikované deformaci). U vzorků druhé varianty nebylo dosaženo shody ani v jednom z těchto hledisek.

Abstract:

The diploma thesis deals with phase composition measurement of the TRIP steel, using EBSD method. The steel was delivered as thermo-mechanically treated via two different routes. The phase composition of the steel was examined during gradual plastic deformation in the range 0 to 10.99%. One route of thermo-mechanical treatment exhibited good agreement with the literature in terms of measured fraction of the retained austenite (15.6%) as well as its decrease during the deformation (to 8.9% at the maximum imposed strain). The samples of the second route did not show any agreement in either of the parameters spoken.

Klíčová slova:

TRIP oceli, EBSD, deformace, fázové složení, zbytkový austenit

Keywords:

TRIP steel, EBSD, deformation, phase composition, retained austenite

Bibliografická citace dle ČSN ISO 690:

PEŠINA, Z. *Analýza deformačně indukovaných změn fázového složení oceli TRIP metodou EBSD*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 50 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Ondřej Man.

Prohlášení:

Prohlašuji, že tato diplomová práce byla vypracována samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedené zdroje jsou správně citovány.

Zbyněk Pešina

V Brně dne 9.6. 2008

Poděkování:

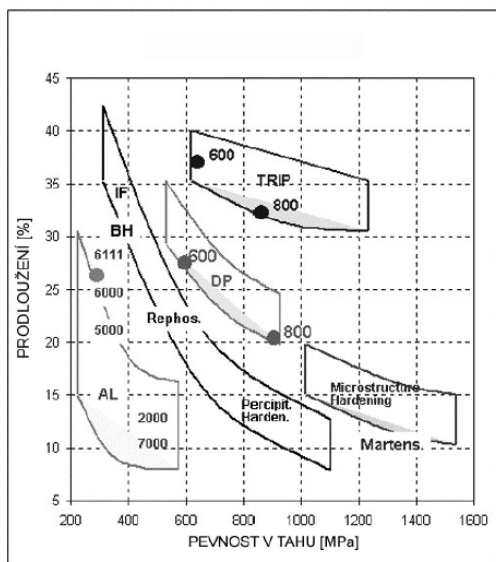
Chtěl bych srdečně poděkovat svému vedoucímu diplomové práce, panu Ing. Ondřeji Manovi, za jeho ochotu, trpělivost, vstřícnost a odborné znalosti, které mi při zpracování této práce velice pomohly.

1 Obsah

1	Obsah	1
2	Úvod	2
3	TRIP oceli	3
3.1	TRIP efekt	3
3.2	Vývoj TRIP ocelí	3
3.3	Výroba a vlastnosti TRIP ocelí	4
3.4	Metody určování fázového složení	5
4	Metoda EBSD	7
4.1	Historie a vývoj metody EBSD	7
4.2	Popis metody EBSD	7
4.2.1	Difrakce zpětně rozptýlených elektronů	7
4.2.2	Akviziční řetězec a jeho funkce	8
4.2.3	Automatizované zpracování difrakčních stop	9
4.2.4	Spolehlivost indexování	12
4.3	Přesnost metody EBSD	13
4.3.1	Přesnost určení orientace	14
4.3.2	Prostorové rozlišení metody	14
4.4	Fázová identifikace použitím metody EBSD	15
4.4.1	Fázová identifikace neznámé strukturní složky	15
4.4.2	Mapování fázového složení	16
4.5	Mapování fázového složení TRIP ocelí	16
4.5.1	Vlastnosti a detekce bainitu	16
4.5.2	Vlastnosti a detekce zbytkového austenitu	18
5	Experimentální materiál	20
6	Postup experimentů	22
6.1	Příprava vzorků	22
6.2	Postupná deformace vzorků	23
6.3	Měření fázového složení	24
6.4	Obrazová analýza	25
7	Výsledky	26
7.1	Deformačně – napěťové charakteristiky	26
7.2	Fázové složení	27
7.2.1	Fázové složení vzorku D5	28
7.2.2	Fázové složení vzorku E5	33
8	Diskuze	39
9	Závěr	41
10	Literatura	42
11	Seznam zkratk a symbolů	43

2 Úvod

Pod vlivem ekologických a ekonomických aspektů směřuje výroba oceli ke snižování počtu výrobních operací, což je umožněno díky přechodu na plynulé lité s následným válcováním apod. Vliv stejných aspektů se týká i redukce hmotnosti, např. v automobilovém průmyslu. Redukcí hmotnosti se značně snižuje spotřeba pohonných hmot a následně i emise spalin do ovzduší a to při současném zvyšování bezpečnosti posádky.



Rozvojem v oblasti nových materiálů a válcovacích metod lze redukce hmotnosti docílit aplikací pásů nižších tloušťek z různých typů vysokopevnostních nízkolegovaných ocelí, např. Bake Hardening (BH) oceli, Dual Phase (DP), nebo právě TRIP (Transformation Induced Plasticity) oceli. Oceli TRIP byly díky svým specifickým vlastnostem vyvinuty právě pro automobilový průmysl, ale je pravděpodobné, že do budoucna nahradí běžné nízkouhlíkové oceli i v jiných oblastech. Zpracováním ocelí s využitím efektu transformačně indukované plasticity lze dosáhnout výborné kombinace mechanických vlastností – vysoké pevnosti (R_m až 1200 MPa) a mimořádné plasticity (tažnost až 35%) [4].

Obr. 2.1 Srovnání závislosti prodloužení na pevnosti pro jednotlivé typy ocelí [4].

Předmětem zájmu diplomové práce bude problematika změny fázového složení oceli TRIP. Tyto změny budou sledovány v souvislosti s řízenou rostoucí plasticitou deformací metodou difrakce zpětně rozptýlených elektronů (EBSD).

Cílem práce bude experimentální ověření změn fázového složení TRIP oceli a jejich lokalizace ve struktuře materiálu.

V současné době existuje k popisu vnitřní stavby materiálu mnoho experimentálních metod, z nichž každá má své přednosti i jistá omezení. Mezi metody využívající elektromagnetického záření pro získání analytické informace patří i metoda difrakce zpětně rozptýlených elektronů (Elektron Backscatter Diffraction), známá pod zkratkou EBSD [1]. Analytickou informaci, kterou je schopna metoda EBSD poskytnout, je především typ krystalové mřížky ve specifikovaném místě preparátu a její případné změny jak ve smyslu odlišnosti krystalové orientace, tak i co se týče typu či parametru mřížky. K jednoznačnému určení krystalové orientace známé krystalické látky a k odhadu mřížkových parametrů neznámé krystalové struktury se využívá úhlů mezi difrakčními pásy a šířky difrakčních pásů. Nejatraktivnějším rysem techniky je její jedinečná schopnost souběžně vykonávat rychlou, automatickou analýzu, to vše v kombinaci s běžnými schopnostmi SEM, jako je např. možnost simultánního chemického rozboru. Ve spojení s EDS spektroskopii tvoří EBSD silný nástroj k identifikaci neznámých fází [1,2].

3 TRIP oceli

3.1 TRIP efekt

Během plastické deformace TRIP oceli dochází k přeměně austenitu na deformačně indukovaný martenzit, který významně přispívá k celkovému zpevnění materiálu. Díky tomu se deformace postupně přerozděluje rovnoměrně po celé deformované zóně součásti a tím nedochází v kritických místech k lokální kumulaci deformace (např. tvorbě krčku při takové zkoušce). Obdobným mechanismem může vznik martenzitických latek zpomalovat šíření trhlin a tím zlepšovat únavové vlastnosti.

Pro dosažení vhodných technologických a mechanických vlastností je nutné optimalizovat zejména chemické složení a výchozí mikrostrukturu [6]. Klíčovou roli z hlediska technologických i užitných vlastností hraje stabilita zbytkového austenitu, (tj. jeho přítomnost ve struktuře TRIP oceli za pokojové teploty) která je dána obsahem uhlíku v austenitických zrnech, tvarem a rozměrem zbytkového austenitu a typem obklopující fáze. [5,6,9] Podstatou TRIP efektu je totiž stabilizace zbytkového austenitu při termomechanickém zpracování až do nízkých teplot a jeho následná přeměna na deformačně indukovaný martenzit v důsledku plastického přetvoření [4]. Během spotřebitelského zpracování poskytuje austenit s proeutektoidním feritem vysokou plasticitu materiálu. Po finální deformaci za studena vytváří martenzit spolu s bainitem směs základních struktur, které rozhodující měrou přispívají ke zpevnění [6].

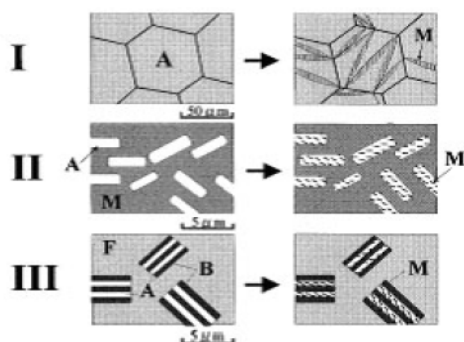
3.2 Vývoj TRIP ocelí

Poprvé byl použit pojem TRIP efekt u oceli, která byla vyvíjena tak, aby vykazovala vysokou pevnost a tažnost. Oceli využívající TRIP efektu můžeme rozdělit do tří skupin:

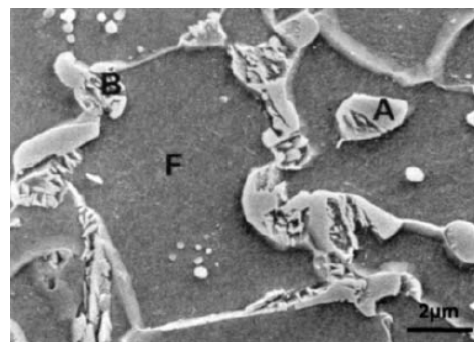
Mikrostruktura oceli *I. typu* je složena z austenitu a martenzitu, který se transformuje během deformace. Zvýšení tažnosti této oceli bylo podmíněno značným množstvím legujících prvků, což vedlo k nárůstu ceny.

V ocelích *II. typu* se začal projevovat vliv zbytkového austenitu s obsahem niklu 5,5 - 9%. Zbytkový austenit se vyskytuje v popuštěné martenzitické matici a transformuje se v deformačně indukovaný martenzit. Tažnost u tohoto typu ocelí je velmi nízká a údaje o pevnosti nejsou dosud přesvědčivé.

V posledních deseti letech byla vyvinuta skupina nízkolegovaných TRIP ocelí s vyšším obsahem křemíku – *III. typ*. Mikrostruktura je zde tvořena feritem, bainitem a zbytkovým austenitem. Zbytkový austenit transformuje během deformace na deformačně indukovaný martenzit, který je tvořený latkami, jako u *II. typu*. Jejich vlastnosti předurčují tyto oceli k tomu, aby nahradily dnes používané nízkouhlíkové oceli [4].



Obr.3.1 Schematické znázornění změny struktury u ocelí podporující TRIP efekt [4].



Obr.3.2 Snímek slitiny s nízkým obsahem uhlíku získaný snímáním sekundárními elektrony [7].

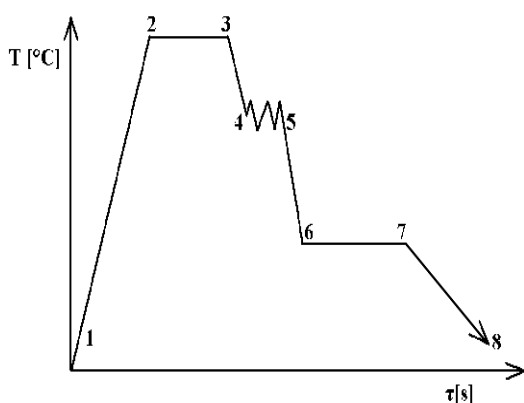
TRIP oceli *III. typu* jsou v podstatě uhlíko-manganové oceli obsahující přísady křemíku nebo hliníku, díky nimž lze potlačit precipitaci karbidů v bainitu [6,7]. Mangan se přidává ke zpomalení vzniku perlitu, snížení transformační teploty austenitu a ke zvýšení rozpustnosti uhlíku v austenitu [6]. Oceli většinou obsahují tyto prvky o následující koncentraci: 0,1 – 0,4 % C; 0,5 – 1,5 % Si (nebo Al) a 0,5 - 2 % Mn [7]. Přidáním malého množství fosforu (100 ppm) lze dosáhnout značného zpevnění tuhého roztoku feritu. Vysoký obsah křemíku v těchto ocelích je limitujícím faktorem, protože jeho oxidy zhoršují jakost povrchu. Studie prokázaly, že TRIP efektu je možné dosáhnout i v ocelích s nízkým obsahem křemíku pomocí vhodného, pečlivě řízeného tepelného zpracování [8].

3.3 Výroba a vlastnosti TRIP ocelí

Průběh transformace austenitu na požadované fáze v TRIP oceli je modifikován chemickým složením a vhodným termomechanickým zpracováním, jež se provádí za účelem zjemnění zrna, při současném zvýšení pevnosti a tažnosti [5]. Tepelné zpracování probíhající v oblasti mezi kritickými teplotami (mezi A_1 - A_3 , interkriticky) vhodně přerozdělí podíly fází a stabilizuje austenit pro TRIP efekt. Výsledná mikrostruktura se obvykle skládá ze 40 - 60% feritu (interkritický nebo proeutektoidní), 20 - 40% bainitu a 5 - 20% zbytkového austenitu [4,5,6].

Ve stádiu ohřevu a výdrže na interkritické teplotě probíhají nejprve procesy rekystalizace případné deformované struktury a austenitizace části perlitu. Současně probíhá rozpouštění cementitu, čímž dojde k nasycení austenitické matrice uhlíkem. Následující ochlazování z teploty interkritického zpracování vyvolá vyloučení proeutektoidního feritu, při pokračujícím obohacování austenitu uhlíkem. Prodleva na teplotách bainitické přeměny přivodí efekt zpevnění bainitickou transformací.

Důležitým faktorem, jež má vliv na přerozdělení fází ve struktuře, stabilitu austenitu a tím i mechanické vlastnosti je délka bainitické prodlevy. Rychlost následného ochlazení na pokojovou teplotu rozhoduje o tom, zda proběhne částečná martenzitická přeměna a jaký podíl austenitu bude stabilizován. O mechanických vlastnostech takto zpracovaného materiálu rozhodují čtyři mikrostrukturní faktory: objemový podíl fází, jejich velikost, rozložení a tvar [6]. Výsledná struktura silně závisí na stupni deformace a čase mezi poslední deformací a bainitickou transformací. Režim a parametry termomechanického zpracování ovlivňují transformační chování austenitu a vedou k vytvoření rozdílných morfologií feritu a bainitu ve finální komplexní struktuře [5].



Obr.3.3 Schéma tep.zpracování ocelí TRIP.

- 1-2: Ohřev** (rekystalizace, precipitace karbidů, rozpouštění cementitu)
- 2-3: Prodleva** (transformace perlitu a feritu na austenit, segregace legur a uhlíku, růst zrn, precipitace karbidů)
- 3-4: Ochlazení** (rychlé do oblasti metastab. austenitu)
- 4-5: Plastická deformace oceli** (válcování)
- 5-6: Ochlazení** (transformace austenitu na ferit, segregace uhlíku)
- 6-7: Prodleva v bainitické oblasti** (transformace austenitu na bainit, segregace uhlíku, precipitace cementitu)
- 7-8: Ochlazení na vzduchu** (transformace části austenitu na martenzit)

3.4 Metody určování fázového složení

Diferenciaci mikrostrukturních složek ve struktuře TRIP oceli lze realizovat technikou difrakce elektronů v SEM a TEM. Přesná charakteristika složité mikrostruktury vícefázových ocelí a porozumění mechanismu jejího vzniku, jsou velmi důležitými aspekty pro analýzu a optimalizaci mechanických vlastností těchto materiálů.

Světelnou mikroskopií v kombinaci s barevným leptáním dokážeme rozlišit ferit, bainit a austenit, nicméně problém nastává při rozpoznání austenitu od martenzitu, interkritického feritu od proeutektoidního feritu a bainitu od feritu. Techniky překonávající většinu těchto omezení jsou [8]:

- 1) Automatické mapování krystalové orientace v SEM – EBSD
- 2) Bodová difrakce v TEM
- 3) Rentgenová difrakce

1) Automatické mapování krystalové orientace v SEM – EBSD

Technika EBSD je založená na automatickém vyhodnocení obrazců získaných pomocí difrakce zpětně rozptýlených elektronů. Obrazce jsou získávány postupným skenováním krystalové mřížky materiálu elektronovým svazkem v SEM. EBSD obrazce především poskytují informaci o krystalografické orientaci v místě, kde dopadá elektronový svazek. Metoda dokáže rozpoznat fáze, které mají krystalové struktury s dostatečně odlišnými úhly mezi mřížkovými rovinami [1]. Problém nastává při odlišení kubické fáze od tetragonální, pokud má tetragonální mřížka malý poměr c/a .

Index spolehlivosti (CI) vypočítané orientace poskytuje cennou informaci u překrývajících se obrazců z více zrn a v případě fází s příbuznými krystalovými strukturami.

Kvalita (ostrot, kontrast a dostatečný jas) difrakčních pásů v EBSD obrazcích (IQ) je použitelná pro rozlišení mezi dokonalou a narušenou oblastí mřížky ve vzorku. Technika EBSD také poskytuje hodnotu průměrné dezorientace měřené mezi sousedními body uvnitř zrna. Hodnota je obzvláště citlivá na změnu hustoty mřížkových defektů [1,2,11].

Automatické mapování orientace krystalu má tato důležitá omezení:

- horší prostorové rozlišení (než TEM), díky kterému nejsme schopni odhalit extrémně malá zrna nebo precipitáty [8,11];
- úhlové rozlišení kolem $1-2^\circ$ je příliš nízké k pozorování detailů fázové transformace;
- dislokace mohou být pozorovány jen nepřímo (výskytem změny orientace), nebo vůbec.

Tato omezení překonávají níže popsané TEM difrakční techniky [8,10].

2) Bodová difrakce v TEM

Nejvhodnější technikou pro stanovení orientačních vztahů je Kikuchiho difrakce, kterou můžeme dosáhnout prostorového rozlišení 10 nm a přesnosti v určení orientace menší než $0,1^\circ$ [8]. Kikuchiho technika navíc umožňuje změřením šířky indexované Kikuchiho linie určit lokální koncentraci uhlíku (ze změny parametru mřížky), což je důležitá hodnota pro stabilizaci austenitu. Naším cílem je ale především rozpoznání jednotlivých fází ve struktuře TRIP oceli, popřípadě stanovení krystalové orientace vzorku [8,10].

3) Rentgenová difrakce

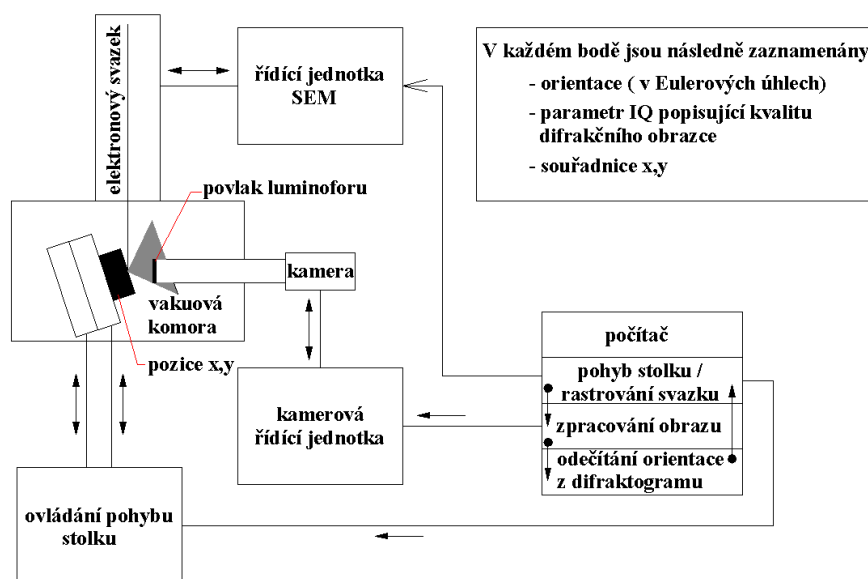
Rentgenovou difrakcí lze zjistit např. makroskopickou texturu austenitu a feritu a průměrný obsah uhlíku v austenitu (opět ze změny parametru mřížky). Z pólových obrazců textury feritu konstruovaných podle píků $(110)_\alpha$ a $(200)_\alpha$ lze vypočítat distribuční funkci orientace (dle Helminga). Obsah uhlíku v austenitu je možné stanovit změřením mřížkové konstanty a aplikací rovnice Dysona a Holmese [8].

4 Metoda EBSD

4.1 Historie a vývoj metody EBSD

Difrakční jevy, později nazývané jako Kikuchiho difrakce, byly poprvé pozorovány v roce 1928. Metodika zkoumání materiálů s využitím EBSD se v širším měřítku rozvíjí zhruba od roku 1973, i když jev difrakce zpětně rozptýlených elektronů byl popsán mnohem dříve. V roce 1985 byly podniknuty první kroky k zautomatizování techniky EBSD. Funkce operátora spočívala pouze v rozpoznání krystalové soustavy a nalezení dvou různých os zón. Kurzorem zobrazovací jednotky postupně lokalizoval a zaznamenával souřadnice z každé osy zóny. Získané informace umožnily indexování obrazce a výpočet krystalové orientace.

V současnosti je prakticky celý proces rastrování elektronového svazku, snímání difrakčních stop, nacházení difrakčních pásů a měření úhlů mezi nimi spolu s indexací obrazců zcela automatizován a ovládán prostřednictvím PC [1].



Obr. 4.1 Schematické znázornění EBSD systému a jeho rozhraní s PC [1].

4.2 Popis metody EBSD

4.2.1 Difrakce zpětně rozptýlených elektronů

Difrakční jevy zahrnované pod zkratku EBSD lze pozorovat v komoře rastrovacího elektronového mikroskopu při dostatečně velkých úhlech naklopení vzorku (60° - 75°), tj. při dostatečně ostrém úhlu dopadu elektronového svazku na povrch vzorku. Tento charakteristický typ uspořádání zvětší počet zpětně rozptýlených elektronů schopných podstoupit difrakci a únik z povrchu vzorku.

Děje vedoucí k difrakci zpětně rozptýlených elektronů lze rozdělit do dvou fází, které následují bezprostředně po sobě [2,3]:

- Nepružná interakce elektron - hmota vzorku
- Pružná „braggovská“ interakce s vybranými atomovými rovinami

V první fázi dopadají elektrony primárního svazku na vzorek a pronikají do velmi malé hloubky pod jeho povrch, kde interagují s hmotou mechanismem nepružných srážek. Dochází k různě velkým ztrátám energie, ale zejména k velkému zakřivení trajektorie elektronů – nastává rozptyl elektronů. Rozptýlené elektrony se pohybují v interakčním objemu ve vzorku všemi směry, tj. i proti směru dopadu primárního svazku. Tím vzniká situace, kdy je s jistou pravděpodobností možné, že pohybující se rozptýlené elektrony dopadnou na některou

z krystalových rovin pod natolik vhodným úhlem, že nastane druhá fáze difrakčních dějů – pružná interakce s atomy v dotyčných krystalových rovinách [3].

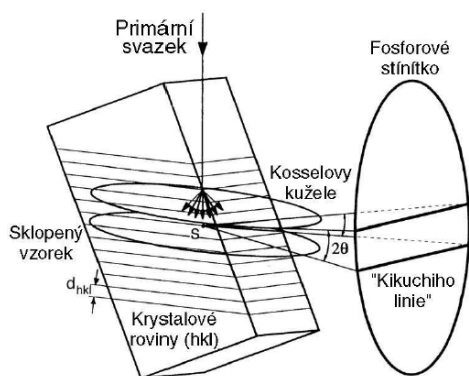
Tento případ může nastat jen při splnění Braggovy rovnice: $n\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin\theta$, kde n je řád difrakce, λ je vlnová délka elektronu, d_{hkl} je meziorovinná vzdálenost dané osnovy rovin a θ je úhel, pod nímž dopadají elektrony na sledovanou osnovu rovin [2,3]. Z toho vyplývá, že po pružné interakci se elektrony již nešíří všemi směry, ale jen těmi, do kterých se „odrazily“ od těch systémů krystalografických rovin, pro které splňují Braggovu difrakční podmínku [3].

Po braggovské difrakci vystupují elektrony ze vzorku po přímkových trajektoriích, které jsou povrchkami Kosselových kuželů, reprezentujících všechny varianty prostorového rozložení dopadajícího a odraženého paprsku pro daný řád Braggovy difrakce na dané osnově rovin. Každé osnově rovin náleží dvojice Kosselových kuželů, kde každý kužel představuje difrakci z opačné strany dané osnovy rovin [2,3]. Umístíme-li jim do cesty rovinné stínítko, vznikne na něm pár difrakčních linií (ve skutečnosti se jedná úseky hyperboly se zanedbatelnou křivostí, které však považujeme za přímky) reprezentující danou osnovu krystalových rovin - obr.4.2.

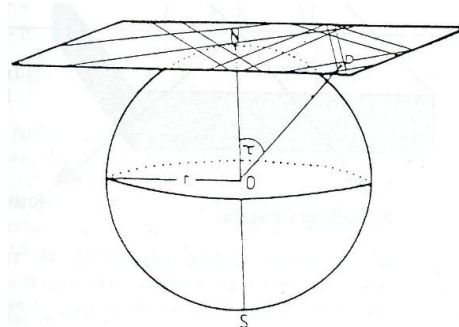
Celý Kikuchiho obrazec EBSD se skládá z párů rovnoběžek, kde každý pár, známý jako Kikuchiho pás, má jiný rozestup (jinou šířku pásu) a odpovídá danému systému krystalografických rovin, když šířka pásu je nepřímo úměrná meziorovinné vzdálenosti [1]. Průsečnice pásů definuje osu zóny, přičemž hlavní osy zóny jsou rozpoznatelné tím, že jsou tvořeny průsečíkem několika pásů. Úhly mezi difrakčními pásy odpovídají (s jistým omezením – viz níže) úhlům mezi krystalovými rovinami. Plocha mezi pásy i uvnitř je vyplněna šumovým signálem.

Jako průmětna pro zviditelnění difrakčních obrazců se používá vrstva luminoforů citlivých na záření o vlnové délce elektronů.

Díky metodě záznamu na plochý detekční prvek (stínítko, film), je difraktogram gnómonickou projekcí popsaných vztahů, jak je schematicky naznačeno na obr.4.3. Z toho vyplývá nutnost počítat s jistým zkreslením, zvláště při úhlech τ větších než $\sim 60^\circ$, poněvadž dochází k natažení vzdáleností $|NP|$ díky vztahu: $|NP| = |ON| \tan\tau$ [2,3].



Obr.4.2 Vznik difrakčních pásů pomocí EBSD [1].



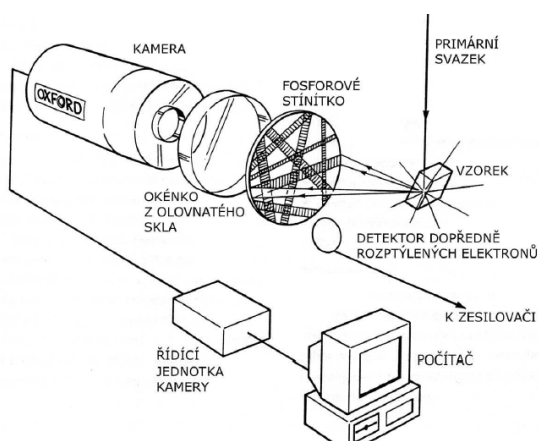
Obr.4.3 Kikuchiho obrazec jako gnómonická projekce difrakčních stop [1].

4.2.2 Akviziční řetězec a jeho funkce

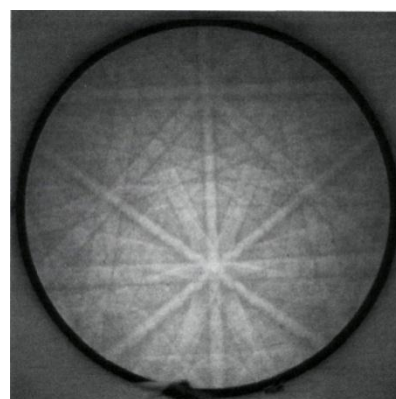
Na obr.4.4 je znázorněno schéma systému pro sběr dat metodou EBSD. Nejdůležitější součástí řetězce je stínítko, na kterém se zviditelňují difrakční stopy. Stínítko s podložným sklem je namontováno na jednom konci tubusu detektoru a na druhém konci je CCD kamera; mezi těmito prvky se nachází další průhledná přepážka, tvořící vakuové rozhraní. Vakuová těsnost je zajištěna buď jen kluznými O-kroužky, nebo pláštěm v podobě nerezového vlnovce.

Vzniklé difrakční obrazce jsou snímány kamerou se snímacím čipem CCD (Charge Coupled Device - snímač s nábojovou vazbou), kde tento čip je přizpůsoben pro snímání velmi málo intenzivních obrazů. Nejvýraznějším rušivým signálem je v této situaci tepelný šum CCD snímače, proto je nutné jej chladit na takovou teplotu, aby šum nepřekračoval užitečný signál. Je ověřeno, že při teplotách pod -50°C tepelný šum v CCD strukturách zaniká. V praxi se z důvodu jednodušší proveditelnosti upřednostňuje chlazení asi na -30°C , čehož lze docílit pomocí Peltierových článků.

Signál z kamery je přenášen přes řídicí jednotku do počítače, kde je zpracováván – jsou „indexovány“ difrakční stopy, tj. identifikován typ krystalové mřížky a z typických znaků difrakčních stop jsou odvozeny parametry jako mezivrstevná vzdálenost a orientace krystalu ve vzorku. Posledním prvkem je detektor dopředně rozptýlených elektronů, který usnadňuje orientaci na vzorku. Plní vlastně funkci detektoru zpětně rozptýlených elektronů (BSE) v tzv. nízkém úhlu snímání [3].



Obr.4.4 Schéma přístrojového řetězce pro snímání a zpracování difrakčních stop [2,3].



Obr.4.5 EBSD Kikichiho obrazec mědi, urychlovací napětí je 20kV [1].

4.2.3 Automatizované zpracování difrakčních stop

Cílem zpracování difrakčních obrazců je umožnit odečtení krystalové orientace a fázové identity analyzovaného bodu ve vzorku. V minulosti systémy vyžadovaly přítomnost operátora, který manuálně identifikoval prvky symetrie ve zkoumaném obrazci a počítač následně stanovil orientaci z takto ručně dodávaných dat. Nástup automatizovaných systémů umožňuje zjistit potřebné informace bez jakéhokoli zásahu obsluhy. Chceme-li však odečítat např. průměry Laueho zón či gradienty jasu, jsme odkázáni na manuální postup, nebo složité počítačové programy [1].

Po expozici obrazců a jejich přenesení do počítače se obvykle postupuje v následujících krocích:

- 1) Odečtení pozadí s úpravou jasu a kontrastu;
- 2) Redukce rozlišení obrazu („binning“);
- 3) Detekce difrakčních pásů pomocí Houghovy (Radonovy transformace);
- 4) Indexace difrakčního obrazce;
- 5) „Ranking“;

1- Odečítání pozadí s úpravou kontrastu

Jedná se o proceduru vykonávající korekci na pozadí v obraze. Cílem je odstranit každý gradient intenzity v obraze ke zlepšení kontrastu a jasu difrakčních pásů [1].

2- Redukce rozlišení obrazu

Obraz s rozlišením např. až 1300x1030 pixelů je redukován na rozlišení 240x240 pixelů až 32x32 pixelů. Aby byla zaručena funkce algoritmu následujícího kroku, musí být rozměry obrazu násobky dvou. Součástí tohoto finálního kroku je vyrovnání histogramu jasů a tím i zlepšení kontrastu [1,2].

3- Detekce difrakčních pásů pomocí Houghovy (Radonovy) transformace

Difrakce zpětně rozptýlených elektronů má následující typické vlastnosti:

- pásy v difrakčním obrazci reprezentují roviny v krystalu;
- šířka pásů je funkcí vzdálenosti odpovídajících krystalografických rovin;
- úhly mezi pásy v obrazcích přímo souvisí s mezirovinnými úhly v krystalografické mřížce;

Nejvhodnější a nejpoužívanější metoda k detekci pásů je Houghova transformace, která je matematicky definována rovnicí [1]:

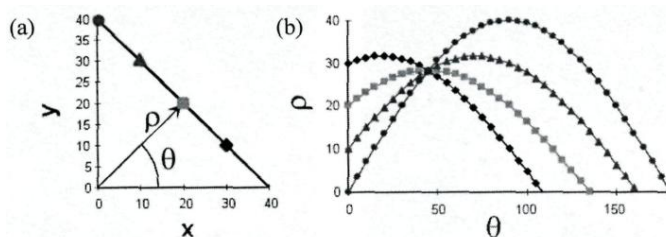
$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$$

kde (x,y) jsou souřadnice v kartézském souřadném systému, ρ je euklidovská vzdálenost přímky v rovině x,y a θ je úhel mezi průvodičem ρ a osou x . V zásadě se jedná o transformaci přímky do polárních souřadnic, které mají tu specifickou vlastnost, že průvodič ρ je na danou přímku kolmý – obr.4.6.

Transformací obrazu do Houghova prostoru jsou linie v obrazovém prostoru nahrazeny diskretními body v Houghově prostoru. Každý pixel v obrazu o souřadnicích (x, y) je následně transformován do odpovídajících „pixelů“ na křivce definované $\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$. Problém nalezení pásu v difrakčním obrazci je pak redukován na nalezení píku v Houghově prostoru. Za účelem nalezení píku charakteristického tvaru je obraz dále filtrován tzv. „motýlí maskou“ [1,2].

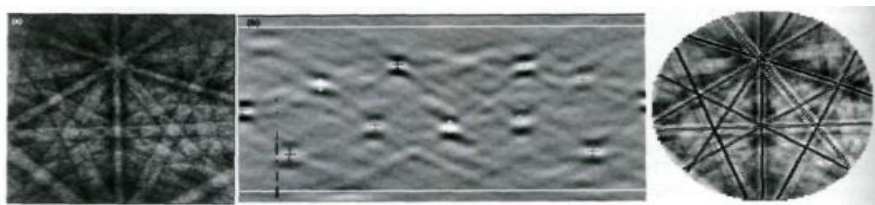
Houghova transformace slouží ke zpracování binárních obrazů (obsahujících pouze dvě barvy, zpravidla černou a bílou) a nikoli reálných obrazů ve stupních šedi. Pro tento případ se používá upravená varianta Houghovy transformace, tzv. Radonova transformace – uvažuje i jas daného pixelu, potažmo celého difrakčního pásu. EBSD obraz odpovídající Houghovy transformace a detekované pásy jsou ukázány na obr.4.7 [1].

V této fázi se také stanovuje první parametr, který lze fyzikálně interpretovat, a to kvalita difrakčních stop, nejčastěji označovaná jako IQ („Image Quality“ - kvalita obrazu). Tuto veličinu lze definovat například jako: $IQ = \sum_{i=1}^n R(\theta_i, \rho_i)$ tedy jako suma výšek zvolených píků Radonova (Houghova) prostoru, příslušejících n nejintenzivnějším pásům [2].



Obr.4.6 Schéma parametrů Houghovy transformace [1,2].

- a) přímka v kartézském systému (x, y) je převedena na bod v (Houghově) prostoru (ρ, θ) .
b) část Houghova prostoru pro kladná ρ .



Obr.4.7 Obrázek Houghovy transformace a detekované pásy [1].

Po detekci pásů následuje indexace difraktogramu na základě zvoleného počtu identifikovaných pásů – minimálně tři, běžně 5 až 13. Kritériem pro výběr pásů je výška Houghova píku [1].

4- Indexace difrakčního obrazce

Procedura se uskutečňuje za pomoci tzv. „hlasovacího schématu“ [1,2]. Jeho základem je „náhledová tabulka“ (viz obr.4.8), která pro všechny uvažované fáze ve vzorku shrnuje všechny varianty úhlů mezi difrakčními pásy, vzniklými při difrakci na přípustných rovinách [1]. V případě jednofázového materiálu probíhá indexace tak, že se ze sady nalezených pásů (obr. 4.9a) vyberou všechny možné kombinace trojic pásů (obr. 4.9b) a jejich mezipásové úhly jsou porovnávány s náhledovou tabulkou. Ta umožňuje přiřadit Millerovy indexy (hkl) k daným pásům [1,2]. Je-li nalezena shoda v rámci zvolené úhlové tolerance, případně dané kombinaci rovin jeden „hlas“ - viz obr.4.9. Nejpravděpodobnější řešení indexace je to, které obdrželo v hlasovacím schématu nejvíce hlasů, to jest, zahrnuje největší počet přípustných kombinací trojic pásů (v obr.9b se jedná o řešení „3“ s 10 hlasy) [1].

Angle	(hkl) ₁	(hkl) ₂	Angle	(hkl) ₁	(hkl) ₂
25.2	200	311	64.8	220	3 $\bar{1}$ 1
29.5	111	311	70.5	111	1 $\bar{1}$ $\bar{1}$
31.5	220	311	72.5	200	131
35.1	311	3 $\bar{1}$ $\bar{1}$	80.0	111	3 $\bar{1}$ $\bar{1}$
35.3	111	220	84.8	311	1 $\bar{3}$ 1
45.0	200	220	90.0	111	2 $\bar{2}$ 0
50.5	311	3 $\bar{1}$ $\bar{1}$	90.0	200	020
54.7	111	200	90.0	200	022
58.5	111	3 $\bar{1}$ $\bar{1}$	90.0	200	1 $\bar{1}$ 3
60.0	220	202	90.0	200	220
63.0	311	13 $\bar{1}$			

Obr.4.8 Náhledová tabulka mezipásových úhlů krystalové struktury FCC [1].

		Indexing Solutions										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	...
Band Triplets	ABC	x	x	x								
	ABD											
	ABE											
	ABF	x	x	x	x	x						
	ACD	x	x	x	x		x					
	ACE	x	x					x				
	ACF											
	ADE											
	ADF									x		
	BCD										x	x
BCE			x	x								
...												
Σ		2	5	10	2	1	1	1	1	1	1	...

Obr.4.9 Schéma postupu indexace [1].

a) difraktogram s detekovanými pásy;
b) hlasovací schéma; c) indexovaná stopa

5- „Ranking“

„Ranking“ je krok, který se provádí při analýze vícefázových materiálů. Jeho funkce spočívá v seřazení všech nalezených indexačních řešení podle parametru „Rank“ (číselný parametr sloužící k rozpoznání správného řešení indexace mezi množinami řešení pro všechny potenciálně přítomné fáze).

Rank se vypočítá podle vzorce:

$$R_i = A \left(\frac{V_1}{V_{\max}} \right) + B \left(\frac{CI_1}{CI_{\max}} \right) + C \left(\frac{Fit_{\min}}{Fit_i} \right) + D \left(\frac{d - fit_{\min}}{d - fit_i} \right)$$

R_i	rank i-té fáze;
V_i	počet hlasů nejpravděpodobnějšího řešení v rámci i-té fáze;
V_{max}	maximální dosažitelný počet hlasů u nejpravděpodobnějšího řešení bez ohledu na fáze;
CI_i	index spolehlivosti - CI (viz níže) nejpravděpodobnějšího řešení v rámci i-té fáze;
CI_{max}	nejvyšší CI z množiny CI nejpravděpodobnějších řešení bez ohledu na fáze;
Fit_{min}	minimální dosažená hodnota parametru Fit (viz níže) bez ohledu na fázi;
Fit_i	hodnota Fit pro řešení v rámci i-té fáze;
$d-fit_{min}$	minimální dosažená hodnota parametru „d-fit“ („d-fit“ je definován jako průměrný rozdíl mezi šířkou detekovaných pásů a šířkou pásů vypočítaných na základě nejpravděpodobnějšího řešení) bez ohledu na fáze;
$d-fit_i$	hodnota parametru d-fit nejpravděpodobnějšího řešení u i-té fáze;
A-D	koeficienty sloužící jako váhy jednotlivých členů.

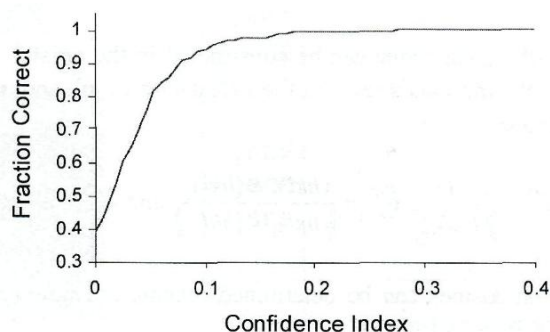
Rank, jenž dosahuje nejvyšší hodnoty, nejlépe reprezentuje odpovídající řešení z množiny přípustných řešení od daných fází. Ranking umožňuje při analýze vícefázových materiálů rozlišit difrakční stopy od různých fází a současně zjistit jejich orientaci [2].

4.2.4 Spolehlivost indexování

Za účelem odhadu spolehlivosti indexování byly v průběhu vývoje metody EBSD navrženy dva parametry:

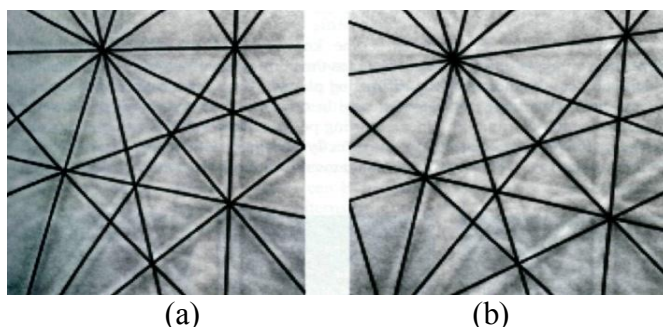
1) Spolehlivost – vedoucí k indexu spolehlivosti „CI“ (Confidence Index). Matematické vyjádření indexu spolehlivosti je: $CI = (V_1 - V_2)/V_{IDEAL}$, kde V_1 a V_2 určují počet hlasů pro první a druhé řešení a V_{IDEAL} je celkový možný počet hlasů na základě počtu detekovaných pásů [1]. CI nabývá hodnot mezi 0 a 1 s tím, že difraktogramu, jenž není možné indexovat, je přiřazena hodnota -1 [2].

Indexování může být provedeno správně i v případě, je-li $CI = 0$ ($V_1 = V_2$) z čehož plyne, že CI slouží k odhadu správnosti indexace, ale s jistým omezením. Hlavní slabinou indexu spolehlivosti je jeho nárůst při malém počtu objevených pásů [1]. Studium spolehlivosti indexování u FCC materiálů vedlo k výsledkům ukázaným na obr.4.10 [1]. Na základě porovnávání automaticky a manuálně indexovaných řešení u FCC mřížky bylo vyvozeno, že řešení s $CI > 0,1$ jsou v 95% případů indexována správně [1,2].



Obr.4.10 Správné indexování jako funkce spolehlivosti u polykrystalického hliníku [1].

2) **Shoda** – vedoucí k parametru „tolerance shody mezirovinného úhlu“ – „Fit“. Jedná se o parametr definující průměrnou úhlovou odchylku mezi přepočítanými (teoretickými) a objevenými (pozorovanými) pásy. „Fit“ je spíše měřítkem toho, jak dobře je systém kalibrován a jak kvalitně jsou definovány parametry určující krystalovou strukturu. Příklad na dobrý a slabý „fit“ je naznačen na obr.4.11 [1].



Obr.4.11 Různá řešení indexace vykreslené na difraktogram [1].

(a) $fit=0,73^\circ$ (dobrý „fit“); (b) $fit=4,32^\circ$ (slabý „fit“)

4.3 Přesnost metody EBSD

Přesnost měření krystalové orientace pomocí EBSD závisí především na těchto vlivech:

- 1) **Kalibrace systému** – tj. přesné nalezení středu difraktogramu („Pattern Center“). Vhodnou kalibrací lze získat absolutní přesnost určení orientace $0,5^\circ$ a relativní asi $0,2^\circ$.
- 2) **Gradientu jasu a rozlišení obrazu** – gradient jasu je atributem geometrického uspořádání a může způsobit zhoršení rozlišitelnosti difrakčních pásů v části obrazu. Čím vyšší bude rozlišení snímací kamery, tím přesněji jsme schopni odečíst např. šířku pásu.
- 3) **Gnómičkový charakter projekce v difraktogramu** – způsobuje zkreslení při okrajích obrazu a tím pádem nesprávné odečítání úhlů.
- 4) **Detekce difrakčních pásů** – míra rozlišení Houghova algoritmu ovlivňuje přesnost určení polohy a šířky detekovaných pásů.
- 5) **Indexace obrazců** – chyby automatické indexace plynou z nastavených úrovní tolerance shody simulovaných a experimentálních difrakčních pásů.
- 6) **Mechanická přesnost** – vlivy, jako jsou například ustavení preparátu na stolku mikroskopu nebo přesnost nastavení požadovaného úhlu sklonu, mohou limitovat přesnost určování orientace.
- 7) **Geometrické konfigurace detektoru a vzorku** – má vliv na celkový výtěžek zpětně rozptýlených elektronů a tím i na kvalitativní parametry obrazu difrakčních pásů [2].

4.3.1 Přesnost určení orientace

Správné indexování difrakčního obrazce závisí na tom, jak kvalitně dokáže software rozpoznat soubor nízkoindexových zón v obrazci [1]. Při určování orientace je třeba brát ohled na konkrétní typ krystalové mřížky, jejíž orientaci určujeme. U každého typu mřížky existují jistá prostorová natočení, která se v difraktogramu EBSD projevují podobně. Problém se týká hlavně automatické analýzy, kdy může popsanou nejednoznačnost komplikovat přítomnost více fází ve vzorku. Omezení negativního dopadu těchto skutečností spočívá zejména ve zvýšení minimálního počtu detekovaných difrakčních pásů, nebo ve zvětšení zorného úhlu detektoru [1,2]. Pod souhrnným vlivem faktorů vyjmenovaných na počátku kapitoly 4.3, lze docílit absolutní přesnosti měření orientace 1° - 2° . Relativní přesnost dosahuje běžně $0,5^\circ$, je však možné ji ještě zlepšit [2].

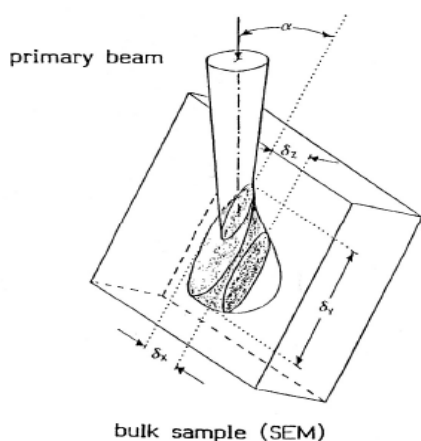
4.3.2 Prostorové rozlišení metody

Při posuzování prostorového rozlišení pomocí analýzy EBSD je nutno brát v úvahu tvar a rozměry interakčního prostoru pod primárním svazkem, viz obr.4.12, které jsou determinovány [2]:

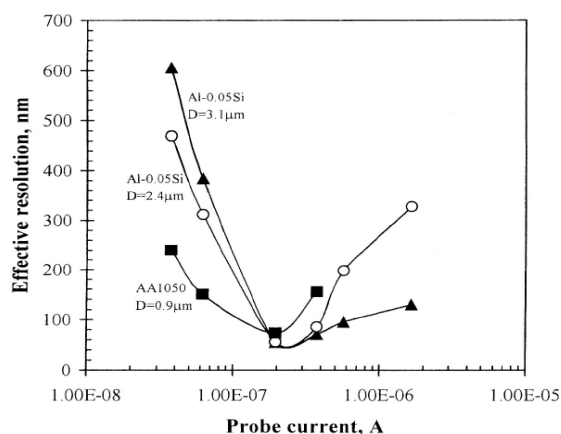
- použitým zdrojem elektronů;
- protonovým číslem materiálu analyzovaného vzorku;
- urychlovacím napětím primárního svazku;
- úhlem sklopení vzorku;
- průměrem primárního svazku.

Odhad prostorového rozlišení, založený na geometrii interakčního objemu například na základě simulací metodou Monte Carlo, lze charakterizovat pomocí hodnot δ_x , δ_y , δ_z (obr.4.12) [1,2].

Pro praxi má význam především tzv. efektivní rozlišení, které zpravidla vykazuje menší hodnoty kvůli schopnosti softwaru rozpoznat překrývající se stopy od dvou sousedních krystalitů, pokud mezi nimi existuje rozdíl jasu. Obr.4.13 ukazuje závislost proudu svazku na efektivním rozlišení pro zdroj elektronů typu FEG a několik vzorků hliníkové slitiny s různou střední velikostí zrna. Nabízí se domněnka, že čím je proud svazku nižší, tím lepší by mělo být prostorové rozlišení. Toto tvrzení je ovšem nepravdivé, protože existuje jistý kompromis v hodnotě proudu svazku, při které se vyváží účinek snižování proudu svazku a pokles citlivosti detekčního řetězce [2].



Obr.4.12 Interakční prostor pod primárním svazkem ve skloněném vzorku pro EBSD [2].



Obr.4.13 Závislost efektivního rozlišení na proudu svazku pro zdroj elektronů typu FEG [2].

Tab. 4.1 Hodnoty efektivního rozlišení EBSD pro vybrané materiály [2].

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

4.4 Fázová identifikace použitím metody EBSD

Fázová identifikace pomocí EBSD je spíše doplňková technika k transmisní elektronové mikroskopii. Pokud ale známe fáze přítomné v materiálu a zajímá nás pouze jejich rozložení a množství, přináší EBSD mnoho výhod.

Pro vymezení pojmů je důležité rozlišovat mezi fázovou identifikací a mapováním fázového složení. Hlavní rozdíl mezi těmito termíny je v počtu kandidátských fází, které budou prohledávány. V případě ověřování přítomnosti fáze zná operátor existující fáze ve vzorku a dostane tak velmi malý počet voleb. Při fázové identifikaci je prohledávána velká databáze krystalických sloučenin a pro správné určení fáze je zpravidla třeba zásah operátora.

EBSD stopy obsahují velké množství informací o krystalové struktuře dané fáze. Získanou informaci lze použít pro určení prostorových grup symetrie z prvků symetrie obsažených ve stopě. Navíc EBSD obrazce zahrnují prstence Laueho zón vyšších řádů, tzv. HOLZ prstence („Higher Order Laue Zone“), které slouží pro přesné změření mezirovinných vzdáleností v mřížce a také k určení parametrů elementární buňky dané fáze [1,2].

4.4.1 Fázová identifikace neznámé strukturní složky

Kombinací EBSD a krystalografické databáze získáme účinný nástroj k identifikaci neznámých fází. Efektivní využití rozsáhlé krystalografické databáze vyžaduje, aby byl jeden ze snadno měřitelných parametrů využit jako vyhledávací maska. Většina SEM je vybavena energiově disperzními spektrometry (EDS), díky nimž velmi snadno odhalíme chemismus dané fáze, který zdárně poslouží jako počáteční filtr snižující počet zkoumaných databázových položek. Proces fázové identifikace lze rozdělit do několika bodů [1]:

- 1) **Výběr vhodného dostatečně kvalitního EBSD obrazce z oblasti zájmu**
- 2) **Určení kvalitativního chemického složení** – Chemismus vzorku se stanovuje použitím metod EDS nebo WDS a jedná se o jeden z užívaných parametrů pro hledání v krystalografických databázích. Důležité je zahrnutí případných lehkých prvků, které jsou metodou EDS obtížně analyzovatelné.
- 3) **Analýza EBSD obrazce** - Kikuchiho linie lze automaticky identifikovat pomocí Houghovy transformace. Jakmile je nalezena pozice Kikuchiho linií, stanoví se jejich šířka, která je nepřímo úměrná vzdálenosti atomových rovin.
- 4) **Výpočet objemu elementární buňky** - Výpočet se provádí prostřednictvím mezirovinné vzdálenosti, stanovené z dostatečného množství párů linií. Mezirovinné vzdálenosti a úhly mezi třemi nerovnoběžnými Kikuchiho pásy lze použít k tvorbě modelu objemového elementu. Jediněčná vlastnost objemových elementů vypočítaných z EBSD obrazce je, že každý objemový element, který násobíme celým číslem, znovu vytváří objem elementární buňky pro danou mřížku [1].
- 5) **Prohledání databáze** - Kandidátské fáze se vyhledávají v databázích krystalografických dat na základě zaznamenaných prvků v EDS spektru.
- 6) **Indexace obrazce pomocí databázové informace** – Úhly mezi rovinami v EBSD obrazci jsou srovnávány s úhly mezi rovinami v databázové krystalové struktuře [2].

Jestliže je pro detekované Kikuchiho linie nalezen shodný soubor indexů, lze na základě databázové krystalografické struktury nasimulovat difrakční obrazec. Srovnání simulovaného a experimentálního obrazce je obvykle postačujícím parametrem k identifikaci fáze. Jestliže nenajdeme shodný soubor indexů pro Kikuchiho pásy, pokračuje se v hledání mezi dalšími kandidáty, dokud není nalezen vhodný soubor. Tato technika je úspěšně aplikovatelná na krystaly všech sedmi krystalových soustav [1].

Fázová identifikace vyžaduje vysoce kvalitní EBSD obrazce, z čehož plynou vysoké nároky na zobrazovací techniku. Nejlepší rozlišení poskytuje fotografický film, ovšem jeho využití je značně problematické. Za účelem překonat nevýhody fotografického filmu byly vyvinuty kamerová zařízení na bázi nábojově vázaných struktur – CCD kamery. Kamera by měla být namontovaná tak, aby zabírala co největší část EBSD obrazce a tím pádem co nejvíce difrakčních pásů. V případě fázové identifikace není rozhodující přesný úhel naklopení vzorku, protože v tomto případě nezkoumáme orientaci. Úhel sklonu vzorku v rozmezí 45° - 80° poskytuje použitelné EBSD obrazce. Opět se používá odečítání pozadí pro zvětšení kontrastu a odstranění některých artefaktů v obrazi.

4.4.2 Mapování fázového složení

Cílem tohoto postupu je zmapování fázového složení a případně krystalové orientace zvolené oblasti vzorku [2]. Jednou z možností, jak vzájemně rozlišit fáze ve vzorku na základě jejich difraktogramu je indexace difrakčního obrazce podle parametrů krystalové struktury každé uchazečské fáze a vyhodnocení těchto řešení na základě jejich CI [1]. K analytickému posouzení je možné využít i parametry, které přímo nesouvisí s krystalovou orientací vzorku, jako je IQ [1,2].

Pro indexování obrazců je nutná znalost parametrů krystalové struktury, mezi něž patří bodová grupa symetrie, rozměry elementární buňky a indexy nejintenzivněji difraktujících rovin. Výše zmíněné informace jsou dostupné v tabulkách rentgenových difrakčních dat (např. ICCD), které je ovšem třeba přepočítat na podmínky difrakce elektronů, nebo i v jiných krystalových databázích [1]. Dalším využívaným přístupem je simultánní sběr EDS pulzů, které lze zahrnout do procedury postprocesního vyhledávání správného indexačního řešení u vícefázového materiálu. V případě vysokého počtu chybně indexovaných bodů z důvodu nesprávně stanovené množiny potenciálně přítomných fází, lze zpravidla provést reindexaci bez nutnosti nového sběru difrakčních dat [2].

4.5 Mapování fázového složení TRIP ocelí

4.5.1 Vlastnosti a detekce bainitu

Rozpoznání zbytkového austenitu ve struktuře TRIP oceli není tak obtížné, jako rozlišení feritu, bainitu a martenzitu, kteří mají krystalovou strukturu BCC. Užitečným parametrem k diferenciaci bainitu od feritu je index spolehlivosti CI. Bainit obsahuje větší množství mřížkových defektů, jež vedou k většímu rozostření difrakčních obrazců. Problémem může být nastavení správných prahových hodnot CI a IQ, protože obě hodnoty závisí na dalších měnících se faktorech jako přípravě vzorků, naklonění povrchu nebo na podmínkách fokusace. Kvůli výše zmíněným faktorům se hodnoty CI a IQ obou fází nemusí výrazně lišit. Podstatným činitelem je také prostorové rozlišení dané metody. V případě vysokých rozlišení (FEG SEM) mají obrazce bainitu a feritu téměř identickou kvalitu, proto musí být aplikovány další nástroje analýzy k rozlišení těchto fází například s využitím mapy krystalové orientace.

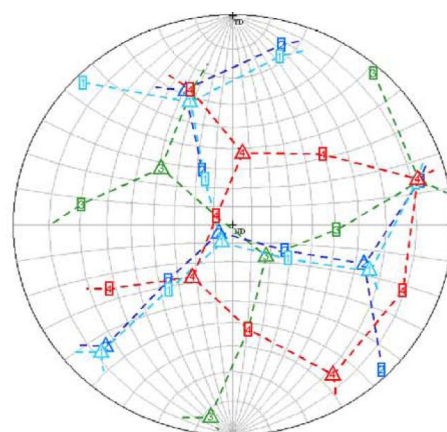
Jedna z důležitých charakteristik bainitu je jeho orientační vztah se zbytkovým austenitem. Každý orientační vztah mezi α a γ může být vyjádřen rotací mřížky okolo jisté osy rovnoběžné se směrem $\langle uvw \rangle$ o jistý úhel ω , což vede k sjednocení souřadnicových systémů obou krystalů. Dalším charakteristickým znakem bainitu je jeho morfologie.

Snímek na obr.4.14 zobrazuje strukturu pozorovanou v TEM, sestávající z jemných lamel austenitu (značeno **a**) a feritu (značeno **f**), obklopených feritickými zrny (také značeno **f**) a zrny austenitu (**a**). Feritické lamely s velmi vysokou hustotou dislokací mají všude stejnou orientaci a vyznačují se malouhlovými hranicemi se sousedním zrnem feritu (značeno **s**). Lamely austenitu vykazují dvě dvojčata, příbuzná orientací, jejichž hranice je ve snímku značena písmenem (**t**). Krystalografické vztahy mezi lamelami a feritickou maticí jsou znázorněny na obr.4.15 ve stereografické projekci rovinami (nebo směry) $(1\ 1\ 1)$ a $(1\ 1\ 0)$ [8].



Obr.4.14 TEM mikrosnímek lamely bainitu (nebo též bainitického feritu) [8].

Pozorováno rovnoběžně s lamelami. Chemické složení: $(0,2\%C, 1,4\%Mn, 0,5\%Si, 0,7\%Al, 0,04\%P)$

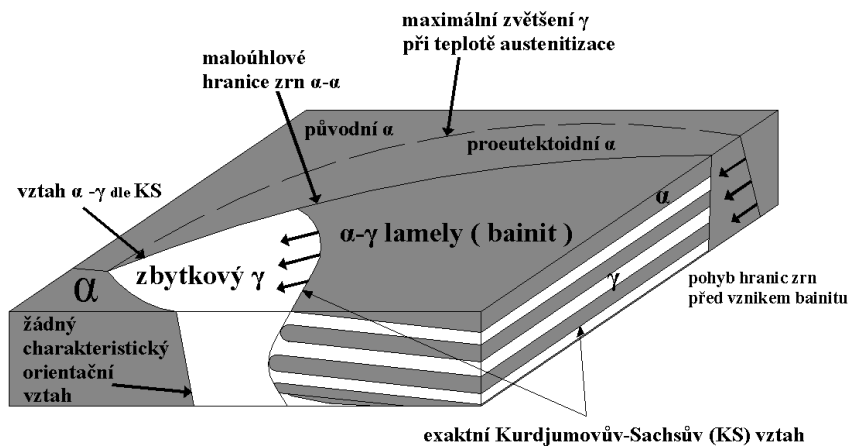


SYMBOLY		ORIENTAČNÍ VZTAHY	
\square	(110) - typ roviny	f1-f2:	malouhlová hranice zrna
\triangle	(111) - typ roviny	a3-a4:	hranice dvojčát
\circ	čísla korelují s obrázkem (a)	f2-a3:	KS hranice
		f2-a4:	KS hranice

Obr.4.15 Stereografická projekce rovin (111) a (110) vybraných zrn [8].

Obr.4.16 znázorňuje prostorové uspořádání tenkých desek feritu a austenitu. V případě, že je tato struktura pozorovaná ze směru rovnoběžného s plochou desek, objevuje se v podobě jehlic, zatímco jestliže je pozorovaná kolmo na rovinu desek, jeví se jako rovnoosé zrn. Skutečnost, že posledně jmenovaná struktura bývá identifikována vždy jako ferit a ne jako austenit, je dána díky přednostnímu rozpouštění austenitu během přípravy vzorků a vyššímu objemovému podílu feritických lamel, které zůstávají potaženy pouze velmi tenkou vrstvou austenitu. Tmavý vzhled zrn je způsoben častým překrytím dvou nebo více lamel tvořících hranice zrna rovnoběžných s rovinou fólie.

Struktura popsaná výše má podobnost s lamelárním (laťkovým) bainitem, ale nevykazuje žádné karbidické precipitáty. Feritická fáze je orientována jedním způsobem a nevykazuje žádná dvojčata, díky čemuž se dá zřetelně rozlišit od struktury martenzit – austenit. Zde pozorovaná karbidů prostá feritická fáze je někdy nazývána „bainitický ferit“ [8].



Obr.4.16 Schematický model mikrostruktury bainitu [8].

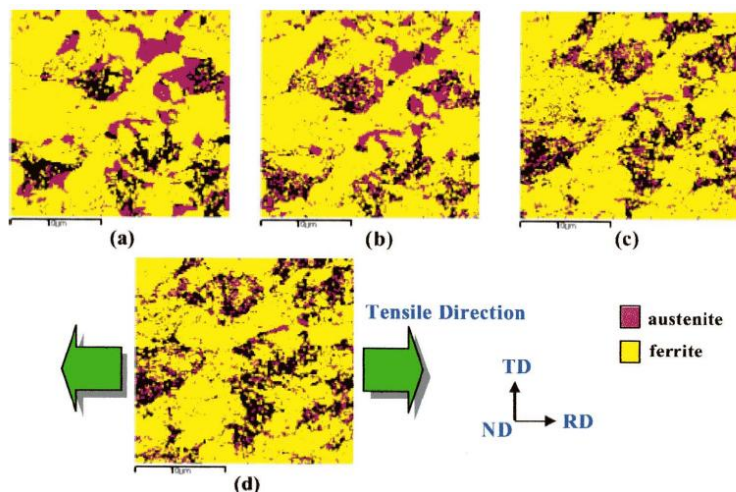
Přerušovaná čára ukazuje pozici hranice zrna α - γ na konci procesu austenitizace. Během ochlazování se zrno γ zmenšuje a hranice se pohybuje ve směru šipek. Při dosažení teploty bainitické transformace desková struktura γ - α (bainitický ferit) roste.

4.5.2 Vlastnosti a detekce zbytkového austenitu

Zbytkový austenit v bainiticko - feritické matrici TRIP oceli je vytvořen řízeným ochlazováním po interkritickém žhání a může být dvojího druhu:

- zrnitý (polygonální) ($>1 \mu\text{m}$)
- jemný (lamelární) ($<1 \mu\text{m}$)

Zrnitý typ se nachází mezi zrny feritu a jemný typ je lokalizovaný ve feritické matrici umístěné mezi lamelami bainitu (obr.4.17) [9].



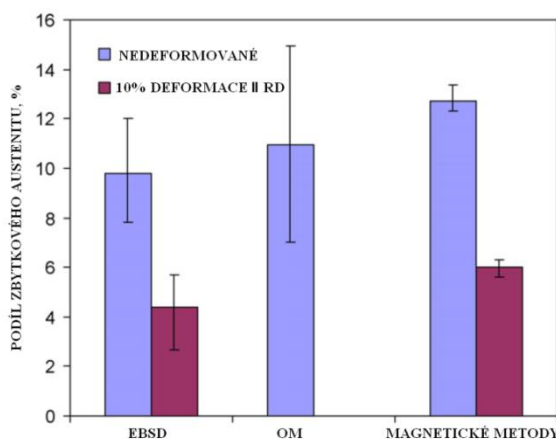
Obr.4.17 EBSD mapy in-situ deformované TRIP oceli [9].

Měření probíhalo na shodném místě. (a) 0% (14.9% γ), (b) 5.2% (10.9% γ), (c) 14.7% (5.9% γ), a (d) 26.0% deformace (5.6% γ).

Je zřejmé, že kvůli omezenému rozlišení metody EBSD není snadné odhalit velmi malé ostrůvky austenitu ve struktuře TRIP oceli. V případě deformované struktury se schopnost metody omezuje pouze na rozlišení BCC a FCC fáze. Změna textury zbytkového austenitu po deformaci je markantní, neboť austenit reaguje na mechanické zatížení částečnou (napětím indukovanou) martenzitickou transformací.

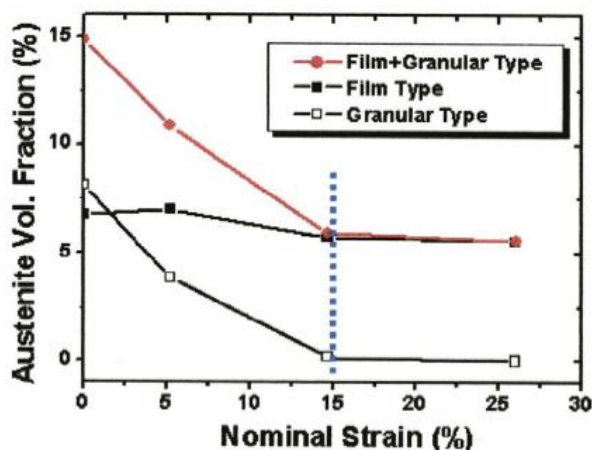
Výsledky experimentů, uvedené v [9], jednoznačně ukazují, že tahová deformace dává impuls k poklesu objemového podílu zbytkového austenitu, což bylo potvrzeno i magnetickými měřeními [9,10]. Objem paramagnetického zbytkového austenitu V_γ je zde dán magnetickým nasycením vzorku TRIP oceli J_m a magnetickým nasycením plně feromagnetického referenčního vzorku J_{ref} :

$$V_\gamma = \frac{J_{ref} - J_m}{J_{ref}} \times 100\% [10].$$



Obr.4.18 Změny podílu zbytkového austenitu [10].

Obr.4.18 ukazuje změnu objemového podílu zbytkového austenitu se stoupající deformací, stanovenou různými metodami. Autoři v [9] uvádějí, že různé typy zbytkového austenitu reagují na deformaci různě: objemový podíl zrnitého typu zbytkového austenitu se podle nich snižuje a jemný typ se nemění.

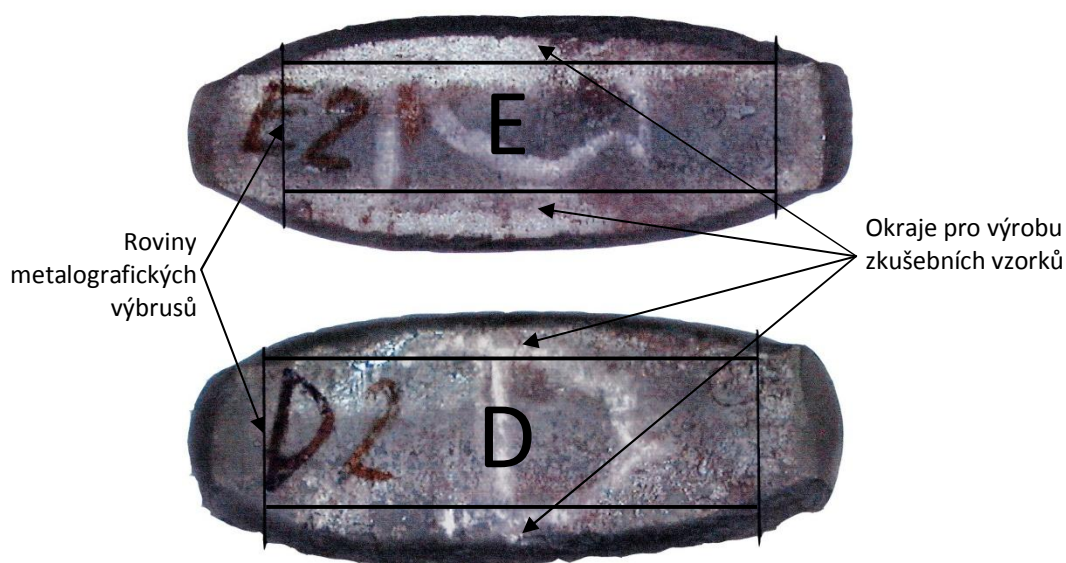


Obr.4.19 Vliv účinku deformace (in-situ) na podíl zbytkového austenitu [9].

5 Experimentální materiál

Experimentálním materiálem, z něhož byly získány zkušební vzorky, byl polotovár ve formě „biletu“, dodaný firmou „Comtes FHT“ (obr.5.1).

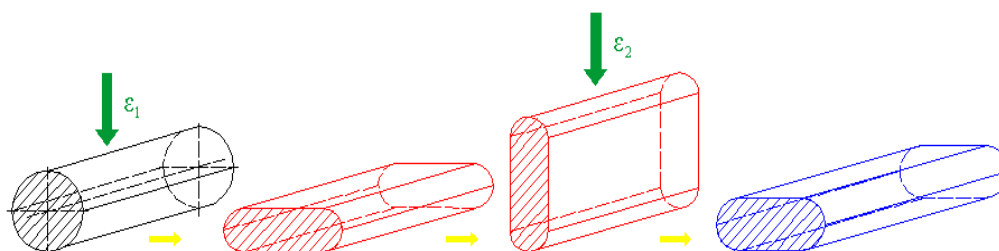
Chemické složení experimentálního materiálu je uvedeno v tab.5.1. Termomechanické zpracování bylo realizováno dvěma způsoby, viz obr.5.3, a sestávalo z ohřevu na austenitizační teplotu, výdrže a následujících deformačních kroků (s eventuálním mezichlazením), které byly prováděny na běžných tvářecích lisech. Hlavní rozdíly mezi oběma postupy byly hlavně ve výšce austenitizační teploty a v návaznosti deformací ε_1 a ε_2 : zatímco v případě „biletu“ D následovaly deformace bezprostředně po sobě, u „biletu“ E byla mezi deformacemi ε_1 a ε_2 vykonána ochlazovací prodleva. Schéma postupu deformace vzorků je znázorněno na obr.5.2.



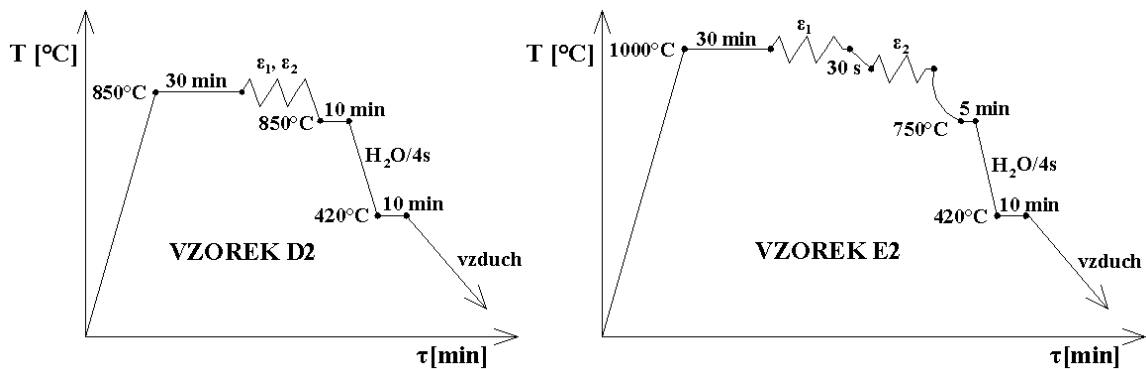
Obr.5.1 Experimentální materiál ve formě „biletu“

Tab.5.1 Chemické složení experimentálního materiálu v hm. %

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al
0,21	1,43	1,90	0,017	0,008	0,06	0,05	0,01	0,036



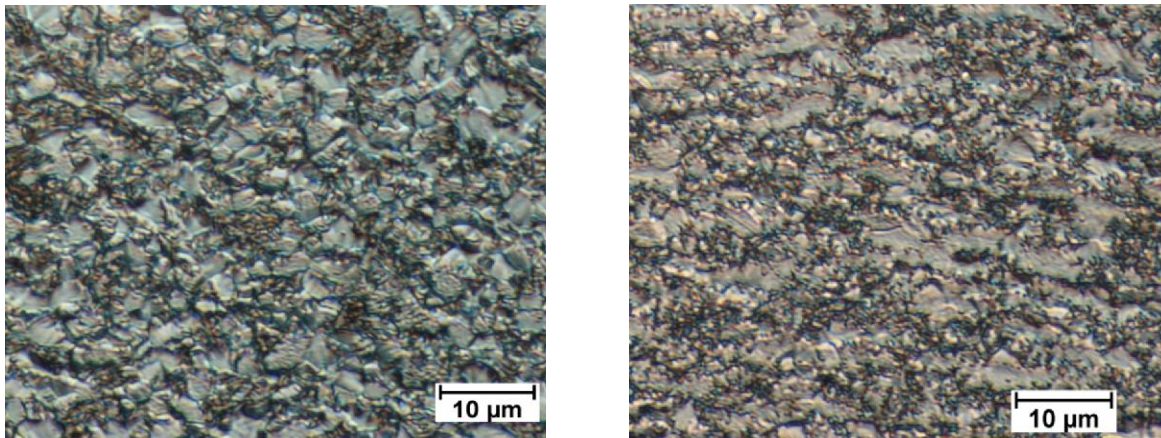
Obr.5.2 Schéma sledu deformací při výrobě experimentálního materiálu



Obr.5.3 Schéma režimu termomechanického zpracování TRIP oceli.

Pro ověření homogenity struktury byly provedeny metalografické výbrusy vzorků, jež pocházely z konce „biletů“ (obr.5.1). Vzorky byly zpracovány běžnými metalografickými postupy a struktura byla analyzována v místech příčného řezu „biletem“.

K vyhodnocení mikrostruktury byly metalograficky připravené vzorky naleptány leptadlem „Marble“ (směs kyseliny chlorovodíkové, lihu a síranu měďnatého) a nasnímány na mikroskopu NEOPHOT 30 s kamerou Nikon Fi-1. Bylo zjištěno, že struktura středové části „biletu“ se výrazně nelišila od jeho okrajových částí, tj. míst, ze kterých byl brán materiál pro použité zkušební vzorky. Typická mikrostruktura obou „biletů“ je znázorněna na obr.5.4.

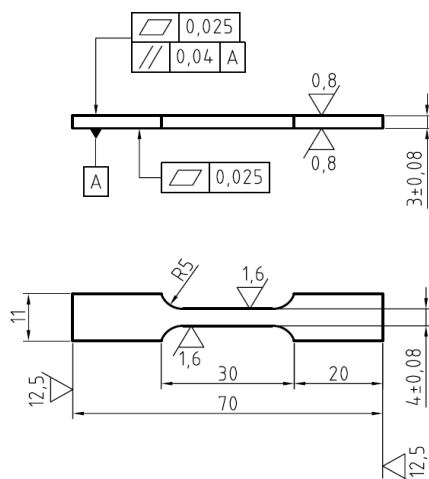


Obr.5.4 Mikrostruktura vzorků E (vlevo) a D (vpravo) měřená při zvětšení 1000x.

6 Postup experimentů

6.1 Příprava vzorků

Jak již bylo řečeno, výchozím polotovarem byl přetvářený „bilet“, z kterého byla vyfrézována a vybroušena zkušební tělesa s tvarem podle obr.6.1. Z každého „biletu“ bylo vyrobeno pět zkušebních těles. Pro popisované experimentální práce byly využity okrajové části „biletů“ obr.5.1, díky čemuž nebylo možné vytvořit zcela dokonalé upínací hlavy těles – zejména v případě tělesa s označením E4 byla jedna z upínacích hlav z velké části klínovitá.



Obr.6.1 Výkres zkušebního tělesa

Příprava vzorků pro měření fázového složení metodou EBSD sestávala z broušení jednoho z povrchů na každém vzorku za mokra a následného mechanického a elektrolytického leštění. V první fázi byl vzorek broušen na hrubo brusným papírem o zrnitosti 800 na přístroji METASINEX. Finální dobroušení smirkovými papíry s nižší škálou zrnitosti (1000, 2400) bylo realizováno na metalografické brusce STRUERS ABRAMIN.

Při mechanickém leštění povrchu byl použit leštící prostředek v podobě pasty s průměrem zrna 0,7 μm . Pasta se nanasla na rotační kotouč potažený plátnem (DP-NAP STRUERS) a za stálého smáčení lihem byl vzorek manuálně leštěn. Leštění bylo uskutečněno na leštičce typu MONTASUPAL, přičemž doba procesu byla asi 10 minut. Konečnou operací je rychlé vysušení vzorku pod proudem vzduchu a jeho dokonalé vyčištění v ultrazvukové pračce v lázni lihu.

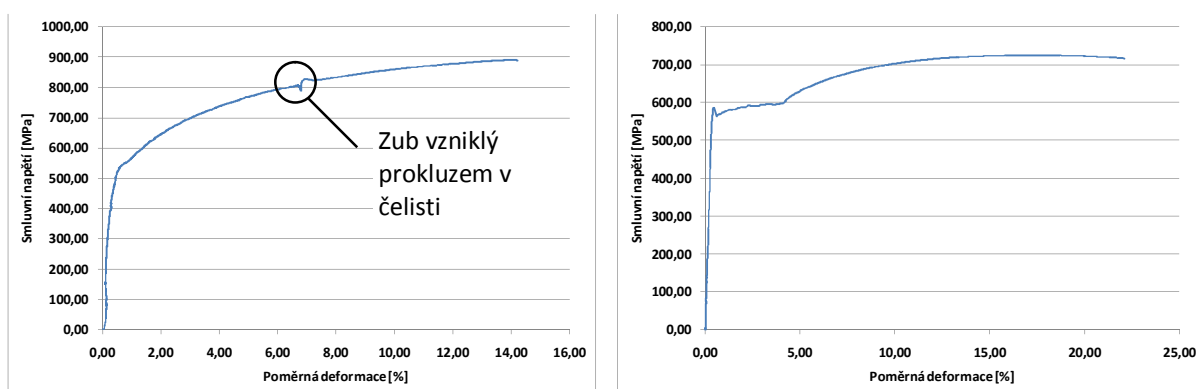
Principem elektrolytického leštění je anodické rozpouštění vzorku ve vhodném elektrolytu. Vzorek byl leštěn pomocí elektrolytu tvořeného směsí ledové kyseliny octové (474 ml) a 70% kyseliny chloristé (26 ml). Přivedené napětí na vzorek mělo hodnotu 60V. Teplota směsi se v průběhu leštění postupně zvyšovala s původních 27°C na konečných 28°C. Proces leštění probíhal na přístroji LECTROPOL (Struers) za nastaveného plného průtoku elektrolytu. Vzorek byl položen na masce s oválnou štěrbinou o délce 24 mm a šířce 4 mm a leštěn po dobu 60 sekund.

Pro snazší orientaci a umístění analyzované oblasti byly na ploše zkušebního tělesa provedeny vtisky indentorem tvrdoměru Vickers.

6.2 Postupná deformace vzorků

Připravené tahové zkušební vzorky (E4, D4, E5, D5) byly vystaveny deformaci na univerzálním zkušebním stroji ZWICK Z020. Rychlost posuvu čelistí, jimiž byl vzorek natahován, měla hodnotu $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$.

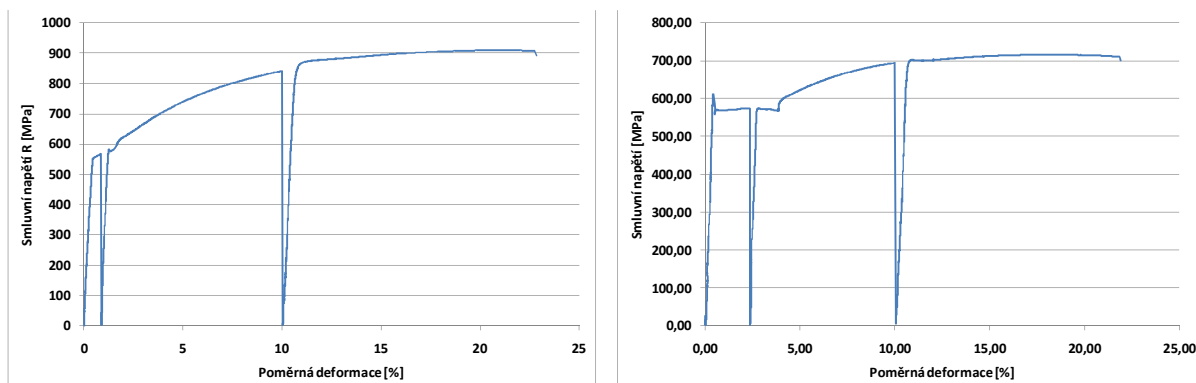
Na vzorcích E4 a D4 byla provedena kompletní tahová zkouška s tím, že působení zatížení bylo ukončeno před hodnotou lomového napětí, tudíž nedošlo k přerušení zkušebního tělesa. V případě vzorku E4 byly výsledky tahové zkoušky negativně ovlivněny klínovým tvarem a malými rozměry hlavové části vzorku - upnutý vzorek začal po jisté deformaci prokluzovat v čelistech stroje, což se na tahové křivce projevilo zubem a posléze došlo i k vysmeknutí vzorku z jedné z čelistí a tím k předčasnému ukončení zkoušky. Naproti tomu u vzorku D4, kde proběhlo měření bez komplikací, vykazuje tahový diagram zřetelně viditelnou výraznou mez kluzu (obr.6.2).



Obr.6.2 Tahová zkouška vzorků E4 (vlevo) a D4 (vpravo)

Tahová zkouška vzorků E5 a D5 byla přerušována při zvolené hodnotě celkové deformace. Nastavení maximálního prodloužení bylo napoprvé u vzorku D5 zvoleno tak, aby došlo k ukončení zkoušky přibližně v polovině intervalu deformací na dolní mez kluzu ($\epsilon_c = 2,35\%$) a u vzorku E5 těsně za mezí kluzu ($\epsilon_c = 0,85\%$); viz obr.6.3. V případě vzorku D5, který vykazoval výraznou mez kluzu, bylo vizuálně potvrzeno, že Lüdersova deformace přešla i přes sledovanou oblast.

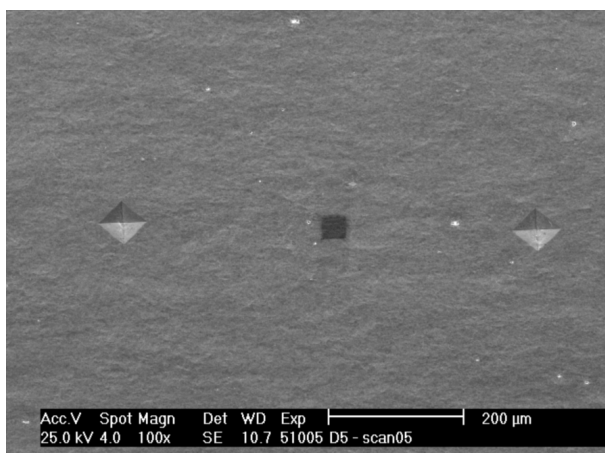
Vzorky E5 a D5 byly po měřeních fázového složení podrobeny další deformaci do oblasti mezi mezí kluzu a mezí pevnosti a opět při stanovené hodnotě maximálního prodloužení (v obou případech $\epsilon_c = 10\%$) došlo k přerušení zkoušky.



Obr.6.3 Průběh deformace vzorků E5 (vlevo) a D5 (vpravo)

6.3 Měření fázového složení

Měření fázového složení bylo realizováno v oblasti zhruba uprostřed mezi vtisky tvrdoměru, aby nedošlo k jeho ovlivnění vrubovým účinkem vtisků. První měření vždy zanechalo kontaminovanou plochu, jež zdárně posloužila k orientaci a nalezení oblasti pro další postupná měření (obr.6.4).



Obr.6.4 Orientační vtisky na ploše zkušebního tělesa

Analýzy byly prováděny na rastrovacím elektronovém mikroskopu PHILIPS XL30 s termoemisním zdrojem elektronů. Nastavování potřebného sklonu vzorku bylo prováděno sklopením celého stolku mikroskopu. V následující tabulce jsou shrnuty parametry systému EBSD, při kterých byla uskutečněna měření fázového složení.

Tab.6.1 Parametry EBSD měření

URYCHLOVACÍ NAPĚTÍ:		25,0 kV
EMISNÍ PROUD:		60-65 μ A
NÁKLON VZORKU:		75°
ZORNÉ POLE:	$\epsilon_c = 0\%$	30x30 μ m
	$\epsilon_c = 0,85\%$ event. $\epsilon_c = 2,35\%$	32x32 μ m
	$\epsilon_c = 10\%$	34x34 μ m
ZVĚTŠENÍ:		2000x
PRACOVNÍ VZDÁLENOST:		12,0 mm
ROZTEČ ANALYZOVANÝCH BODŮ:		0,2 μ m
PARAMETRY EXPOZICE:		slučování ("binning") 4x4
EXPOZIČNÍ DOBA:		0,32 - 0,49 s
ZESÍLENÍ:		8,6 - 16,2 dB
RYCHLOST SNÍMÁNÍ:		2,1 - 3,1 snímků za sekundu
MINIMÁLNÍ POČET DETEKOVANÝCH PÁSŮ:		9
MAXIMÁLNÍ POČET DETEKOVANÝCH PÁSŮ:		13

Rostoucí velikost zorného pole byla volena proto, aby bylo možné zachytit oblast analyzovanou v předchozím kroku.

Rastr analyzovaných bodů měl podobu mřížky s buňkami ve tvaru šestiúhelníka – rozteč bodů je proto definována jako vzdálenost středů těchto buněk.

Při sběru dat byly voleny různé množiny fází uvažovaných při indexaci difrakčních stop - u nedeformovaných vzorků fáze ferit a austenit, u deformovaných pak ferit, austenit a martenzit. V případě nedeformovaných vzorků nebyla na rozdíl od deformovaných uvažována šířka pásů z důvodů urychlení analýz a také proto, že FCC a BCC fáze lze při zvoleném minimálním počtu difrakčních pásů relativně snadno rozlišit na základě rozdílnosti mezipásových úhlů, kdežto BCC mřížku a mřížku martenzitu (kubickou BCC až tetragonální) již hůře.

Po ukončení sběru dat byla posouzena vhodnost filtrace získaných dat, ale nebyl zjištěn žádný podstatný přínos tohoto kroku. Údaje o fázovém složení tedy byly zpracovávány bez filtrace.

6.4 Obrazová analýza

Pro ověření plošného podílu a velikosti částic zbytkového austenitu byla provedena obrazová analýza vzorku D5. Software, jenž byl k tomuto účelu aplikovaný, byl NIS ELEMENTS verze 2.3.

7 Výsledky

7.1 Deformačně – napět'ové charakteristiky

Hodnoty získané při tahové zkoušce vzorků D4 a E4 jsou shrnuty v tab. 7.1 spolu s postupně dosaženými deformacemi a napětími u vzorků D5 a E5.

Při tvorbě vtisků pro lepší orientaci na vzorku byly namátkově změřeny i hodnoty tvrdosti, jež jsou uvedeny v tab.7.2. Vzorek D4 byl použit pro ověření nezbytné velikosti zatížení pro vytvoření vtisku potřebné velikosti, proto je u něj tvrdost změřena při odlišném zatížení (10 kg) – jako postačující se ukázalo zatížení již 0,5 kg.

Tab. 7.1 Číselné hodnoty naměřené při tahové zkoušce

Číslo vzorku	Celková poměrná deformace pro ukončení zkoušky [MPa]	E [MPa]	R _{EH} [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	Napětí při ukončení zkoušky [MPa]
E4	-	185537	-	513	890
D4	-	148249	586	-	R _m = 725
D5	2,35%	157070	605	-	612
E5	0,85%	172882	-	-	568
D5	10%	152687	574	-	694
E5	10%	153618	-	579	841
E5	-	144999	-	859	R _m = 910
D5	-	117960	702	-	R _m = 715

Tab.7.2 Hodnoty tvrdosti jednotlivých vzorků měřené přístrojem LECO LV700

Vzorek	Zatížení	Hodnoty tvrdosti (průměr ze dvou měření)
E4	0,5 kg	HV=241,5
E5	0,5 kg	HV=248,9
D4	10 kg	HV=210,0
D5	0,5 kg	HV=193,9

Tab.7.3 uvádí hodnoty vzdálenosti vtisků při rostoucí deformaci. Měření rozteče vtisků bylo prováděno vzápětí po sběru dat EBSD v daném deformačním kroku s pomocí obrazů ze SEM při zvětšení 100x. Tyto hodnoty posloužily pro určení velikosti lokální plastické deformace. Jako skutečnou plastickou deformaci uvažujeme deformaci odvozenou z měřené rozteče vtisků.

Tab. 7.3 Vzdálenosti vtisků v závislosti na deformaci a hodnoty lokální plastické deformace jako funkce celkové poměrné deformace.

Vzorek	Celková deformace při ukončení zkoušky			
	0%	0,85%	2,35%	10%
D5	555μm	-	576μm	616μm
E5	550μm	553μm	-	593μm
	Vypočtená lokální plastická deformace [%]			
D5	0	-	3,784	10,991
E5	0	0,545	-	7,818

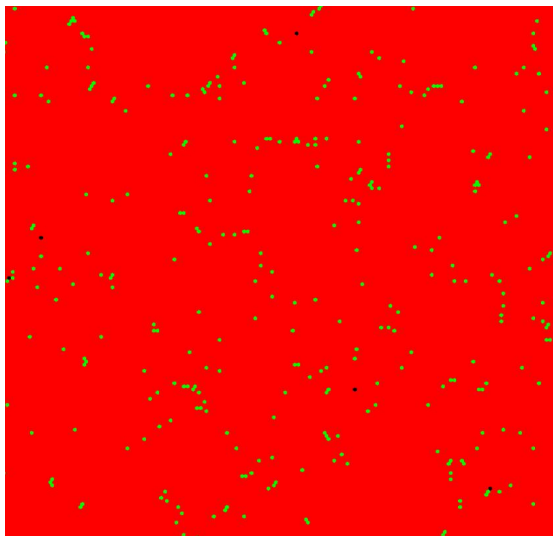
7.2 Fázové složení

V následující kapitole jsou uvedeny výsledky měření fázového složení metodou EBSD ve formě map a grafů:

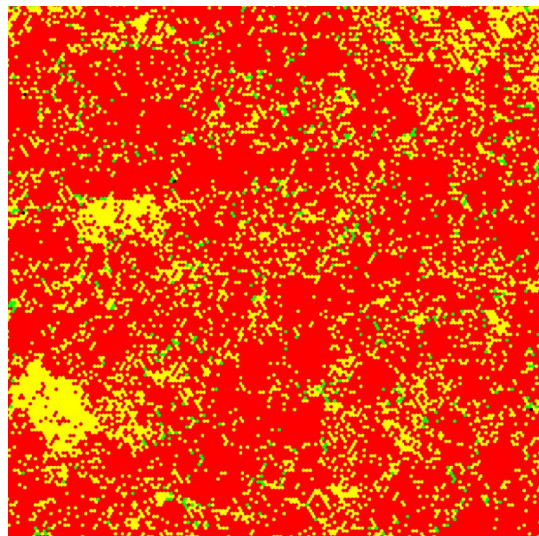
- Mapa fázového složení podává obraz o rozložení a podílu fází v mikrostruktuře analyzované oblasti ve vzorku.
- Mapy CI představují v závislosti na stupni deformace hodnoty CI a jejich rozložení ve sledované struktuře. Pomocí map CI je možné zjistit, zda nedošlo k pochybení v určení podílů fází ve vícefázovém vzorku vlivem chybné indexace.
- Mapy IQ dokumentují morfologii mikrostruktury a poskytují odhad míry vnesené deformace a její distribuci ve sledované části struktury. Podíl plastické deformace se odhaduje z úrovně šedi v mapě IQ.

7.2.1 Fázové složení vzorku D5

Obr.7.1 ukazuje podíl a rozložení fází nedeformovaného vzorku D5. Nedeformovaný vzorek obsahuje fáze ferit (98,7 %) a austenit (1,3 %). Při zahájení deformace se ve struktuře objeví jistý podíl martenzitu, jehož množství se s nárůstem deformace zvyšuje (obr.7.2, obr.7.3). Podíl austenitu je v jednotlivých mapách deformovaného vzorku nízký (1,7 %) a navíc se jeho množství oproti předpokladům s nárůstem deformace zvyšuje (3,1 %).



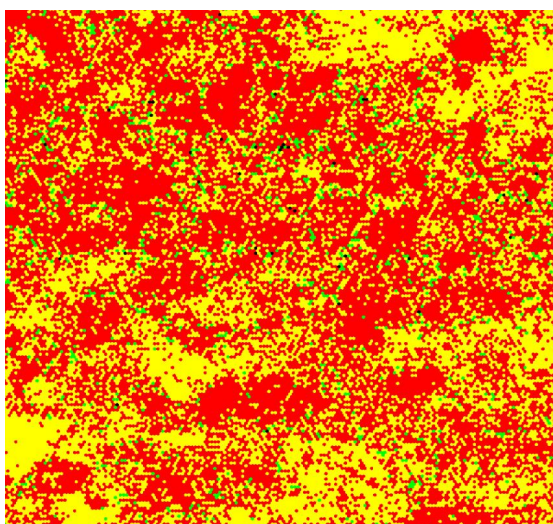
7.00 μm = 35 steps Phase



7.00 μm = 35 steps Phase

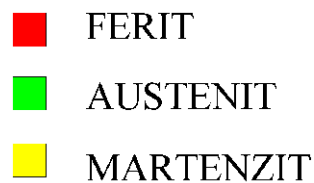
Obr.7.1 Mapa fází nedeformovaného vzorku D5. (Ferit 98,7%; Austenit 1,3%).

Obr.7.2 Mapa fází vzorku D5 deformovaného 3,78 %. (Ferit 78,1%; Austenit 1,7%; Martenzit 20,2%).

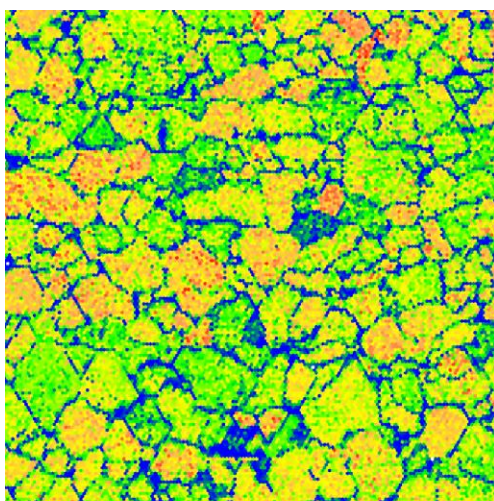


8.00 μm = 40 steps Phase

Obr.7.3 Mapa fází vzorku D5 deformovaného 10,99 %. (Ferit 56,5 %; Austenit 3,1%)



Na obr.7.4 je zobrazena mapa CI pro nedeformovaný vzorek D5. Nízké hodnoty CI jsou převážně při hranicích zrn. S rostoucí deformací CI klesá, což je patrné z obr.7.5 a obr.7.6.



7.00 μm = 35 steps CI 0...0.958

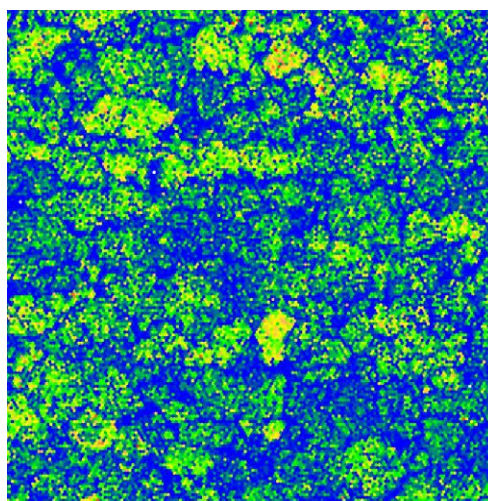
Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Confidence Index

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	0	0.633	2.000	2.000

Boundaries: <none>

Obr.7.4 Mapa CI. nedeformovaného vzorku D5.



7.00 μm = 35 steps CI 0...0.633

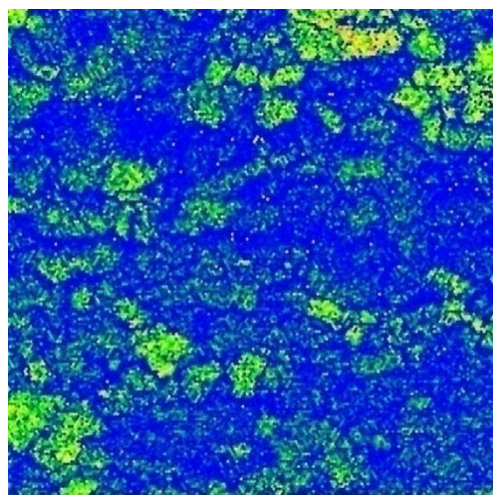
Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Confidence Index

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	0	0.958	2.000	2.000

Boundaries: <none>

Obr.7.5 Mapa CI vzorku D5 deformovaného 3,78%.



8.00 μm = 40 steps CI 0...0.767

Gray Scale Map Type: <none>

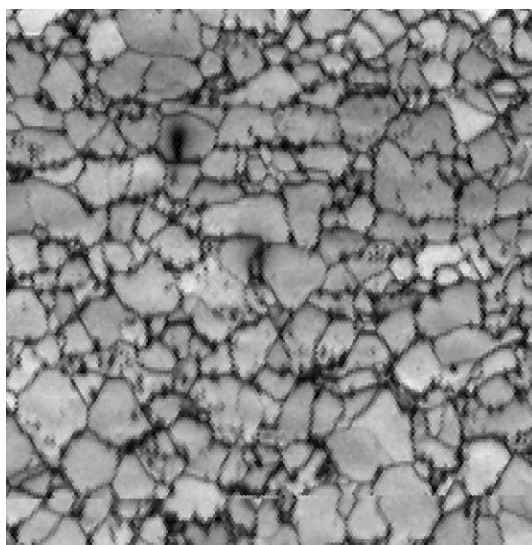
Color Coded Map Type: Confidence Index

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	0	0.767	0.999	0.999

Boundaries: <none>

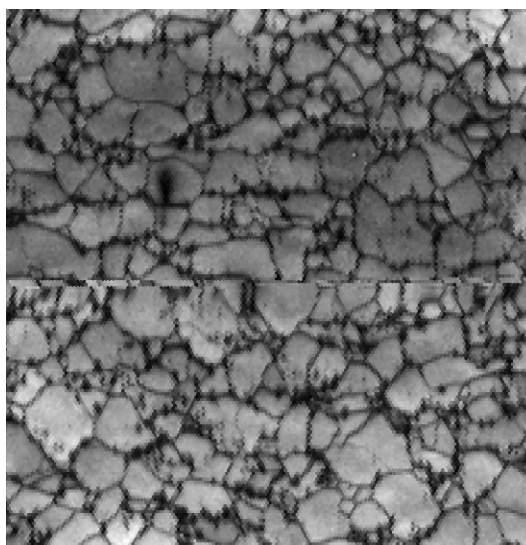
Obr.7.6 Mapa CI vzorku D5 deformovaného 10,99%.

Na deformovaném vzorku D5 (obr.7.8) je v prostřední části snímku vidět vodorovná čára, která jakoby pŕlí mapu IQ na dvě části. Tento posunutý řádek je způsoben magnetizací vzorku v čelistech zkušebního stroje. S nárůstem deformace mění mapa IQ stupeň šedi k tmavým tónům.



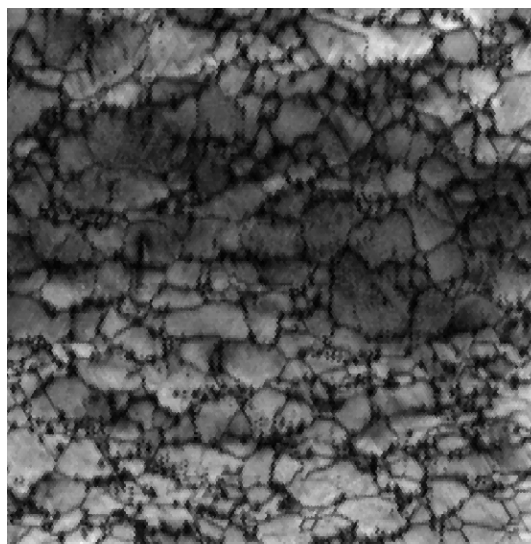
7.00 μm = 35 steps IQ 20.251...128.896

Obr.7.7 Mapa IQ nedeformovaného vzorku D5.



7.00 μm = 35 steps IQ 23.039...138.6

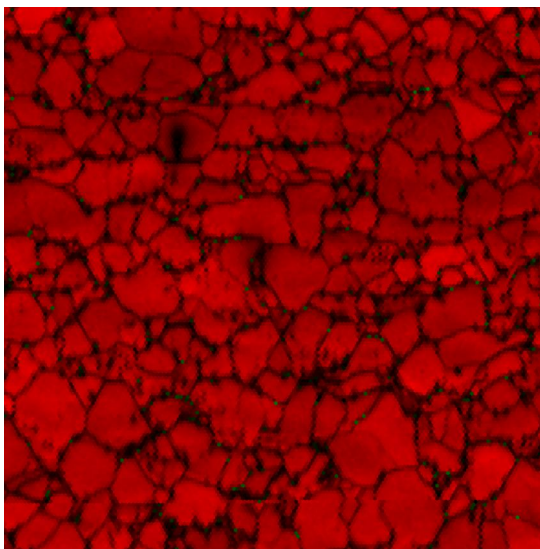
Obr.7.8 Mapa IQ vzorku D5 deformovaného 3,78 %.



8.00 μm = 40 steps IQ 25.411...169.16

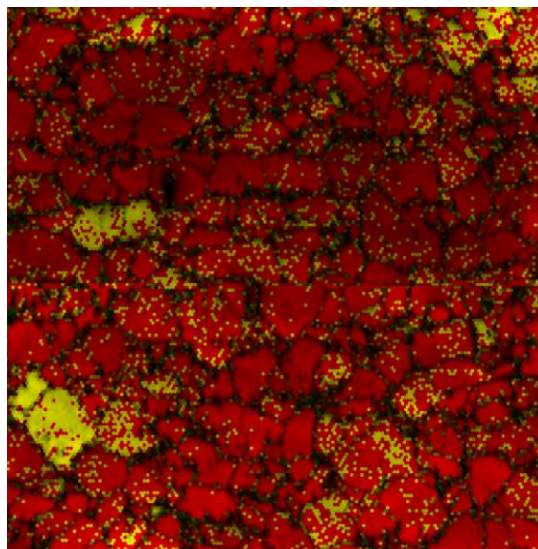
Obr.7.9 Mapa IQ vzorku D5 deformovaného 10,99 %.

Na obr.7.10 - obr.7.12 jsou znázorněny mapy fází s podkladem map IQ. Tyto mapy umožňují určit přesněji místo, kde se dané fáze ve struktuře nacházejí a také, zda na přesnost indexace nemá vliv místní snížení kvality difrakčních stop (vlivem vnesené plastické deformace, reliéfu povrchu apod.). Obr.7.10 ukazuje, že austenit je rozmístěn na hranicích zrn feritu v podobě malých částic, jež jsou v mapě reprezentovány oblastmi s malým počtem pixelů. S rostoucí deformací je znát její vliv na rozlišení fází feritu a martenzitu, kdy pixely indexované jako martenzit, přibývají převážně v oblastech při nulové deformaci indexovaných jako ferit. Tyto oblasti se hranicemi shodují se zrny feritu.



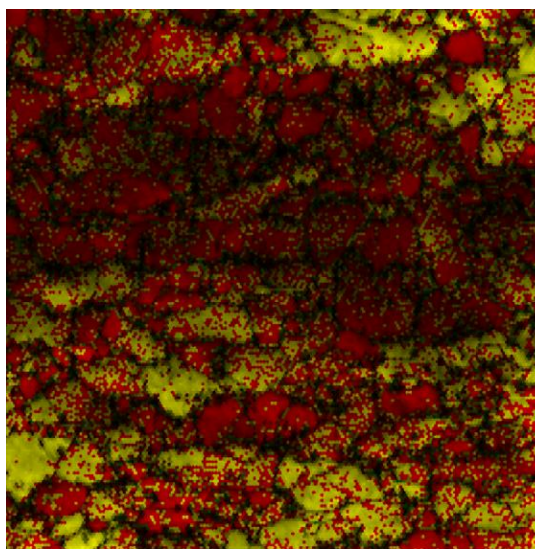
7.00 μm = 35 steps IQ 20.251...128.896, Phase

Obr.7.10 Mapa fází s podkladem mapy IQ nedeformovaného vzorku D5.



7.00 μm = 35 steps IQ 23.039...138.6, Phase

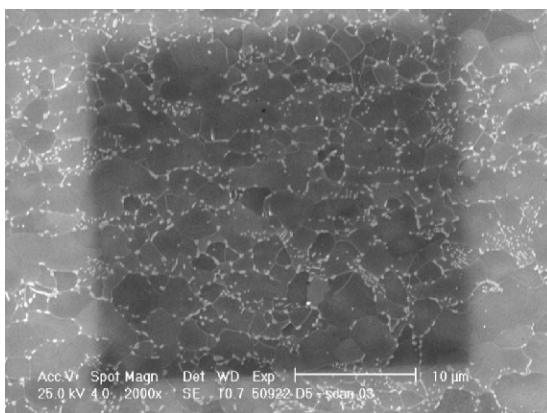
Obr.7.11 Mapa fází s podkladem mapy IQ vzorku D5 deformovaného 3,78%.



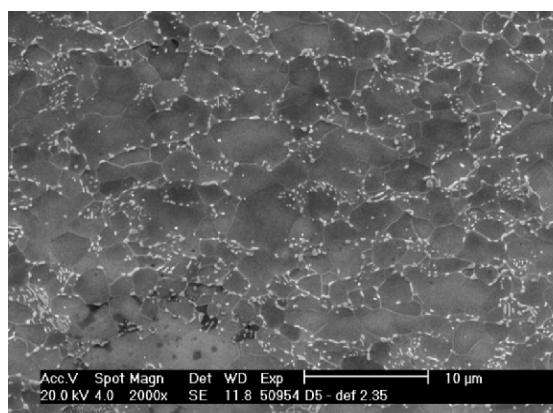
8.00 μm = 40 steps IQ 25.411...169.16, Phase

Obr.7.12 Mapa fází s podkladem mapy IQ vzorku D5 deformovaného 10,99%.

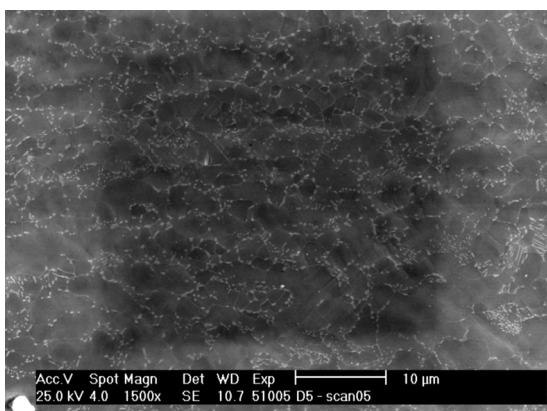
Na obr.7.13 je ukázán SEM snímek nedeformované struktury vzorku D5. Na snímku je vidět analyzovaná oblast zvýrazněna kontaminační stopou. Bílé částice lemující zrna feritu představují austenit, eventuálně karbidy. S postupem deformace byla patrná tvorba skluzových pásů v některých zrnech feritu (obr.7.16). Počet zrn feritu se skluzovými pásy s rostoucí deformací narůstal.



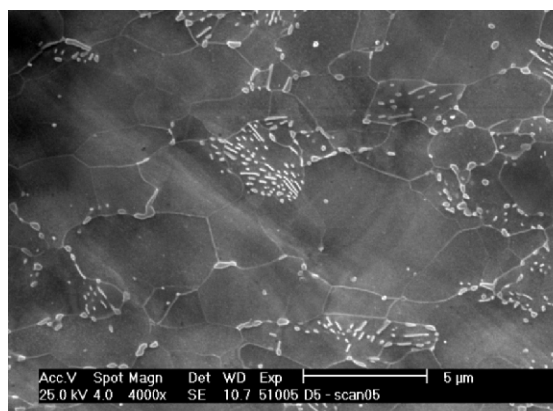
Obr.7.13 SEM snímek nedeformované struktury vzorku D5.



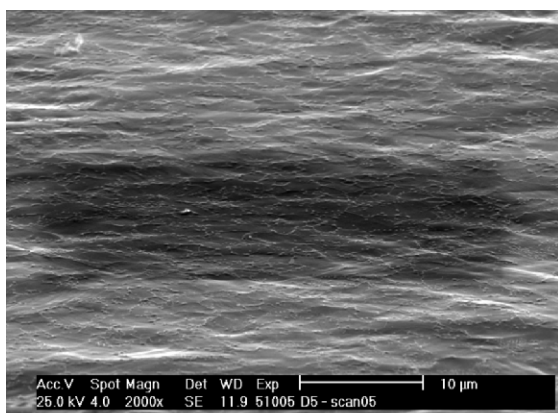
Obr.7.14 Přehledový SEM snímek mikrostruktury vzorku D5 deformovaného 3,7%.



Obr.7.15 SEM snímek mikrostruktury vzorku D5 deformovaného 10,991 %.



Obr.7.16 SEM snímek mikrostruktury vzorku D5 deformovaného 10,99 %. Zvětšení 4000x.

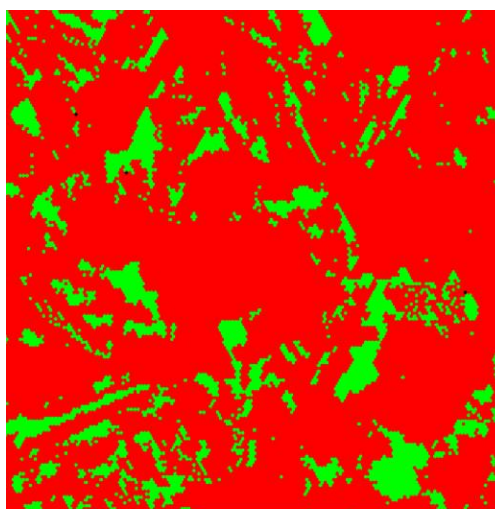


Obr.7.17 SEM snímek reliéfu vzorku D5 deformovaného 10,99 %, který byl nasnímán v pracovní poloze EBSD (75°).

Pomocí obrazové analýzy byl zjištěn plošný podíl částic lemujících feritická zrna, který se pohyboval v rozmezí od 7,9% ($\epsilon_c = 10\%$) po 8,6% ($\epsilon_c = 2,35\%$). Ekvivalentní průměr částic (průměr náhradního kruhu o stejné ploše jako částice) byl v rozmezí od 0,22 μm ($\epsilon_c = 10\%$) do 0,23 μm ($\epsilon_c = 0\%$). Plošný podíl těchto částic, zjištěný obrazovou analýzou, neodpovídá podílu austenitu zjištěného EBSD; rozdíl činí 4,8% (při $\epsilon_c = 2,35\%$) až 7,2% v nedeformovaném stavu.

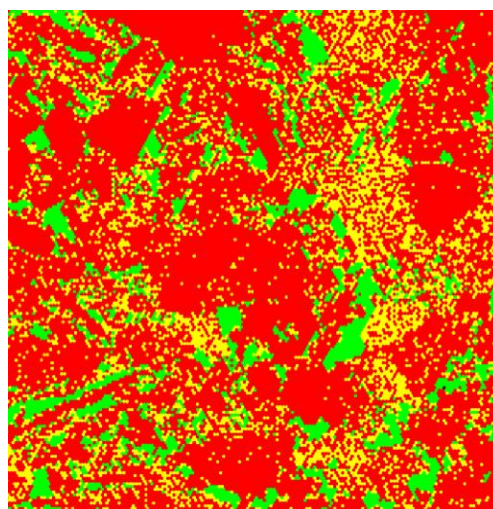
7.2.2 Fázové složení vzorku E5

Na obr.7.18 je vyobrazena mapa fází nedeformovaného vzorku E5. Podíl austenitu ve struktuře a jeho rozmístění vzhledem k poloze bainitických kolonií a masivních světlých částic (obr.7.30) napovídá, že měření proběhlo bez chyb indexace – naměřený podíl austenitické fáze činil 15,6%. Tuto domněnku potvrzuje i fakt, že množství austenitu s rostoucí deformací klesá (obr.7.19 a obr.7.20) – na 13% respektive až na 8,9%.



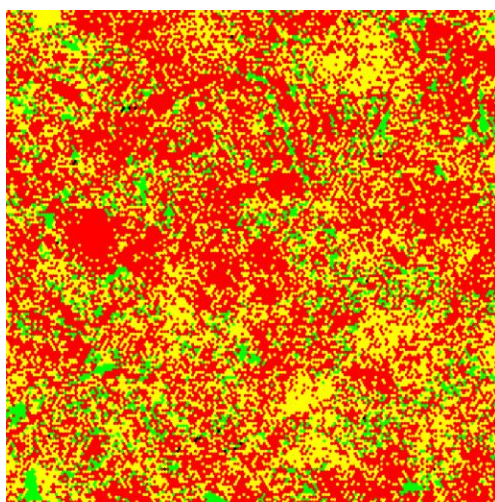
7.00 μm = 35 steps Phase

Obr.7.18 Mapa fází nedeformovaného vzorku E5. (Ferit 84,4 %; Austenit 15,6%).



7.00 μm = 35 steps Phase

Obr.7.19 Mapa fází vzorku E5 deformovaného 0,55 %. (Ferit 66,9%; Austenit 13%; Martenzit 20,1%).

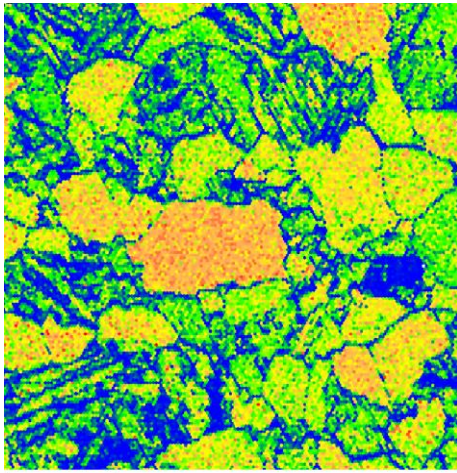


8.00 μm = 40 steps Phase

Obr.7.20 Mapa fází vzorku E5 deformovaného 7,82 %. (Ferit 55,2%; Austenit 8,9 %; Martenzit 35,9%).



Obr.7.21 ukazuje mapu CI nedeformovaného vzorku E5. Stejně jako v případě vzorku D5 klesá hodnota CI s rostoucí deformací. Pokles hodnoty CI ovšem není ve všech oblastech stejný; např. v zrně feritu (zobrazeném uprostřed CI mapy na obr.7.22 a na obr.7.23) je pokles CI s rostoucí deformací minimální. Pokud se austenit nachází ve formě masivních částic, hodnoty CI jsou vysoké, v případě jehlicovité struktury dosahujeme pouze nízkých hodnot CI.



7.00 μm = 35 steps CI 0...0.9

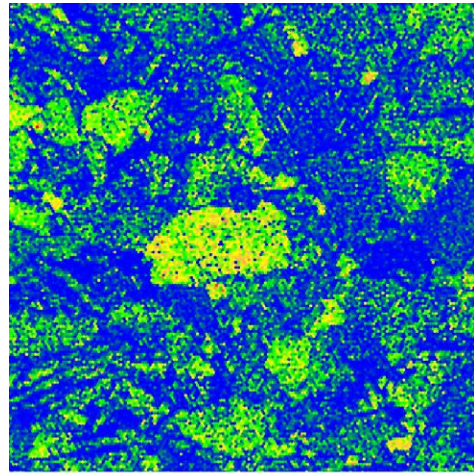
Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Confidence Index

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	0	0.9	1.000	1.000

Boundaries: <none>

Obr.7.21 Mapa CI nedeformovaného vzorku E5.



7.00 μm = 35 steps CI 0...0.725

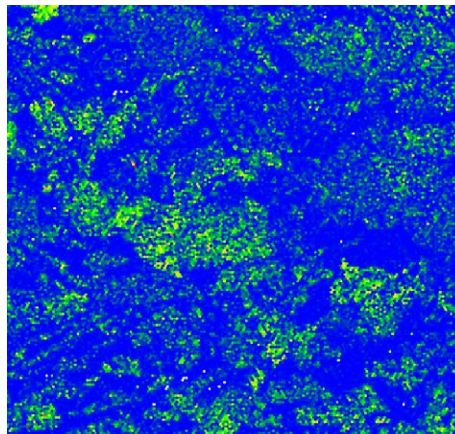
Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Confidence Index

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	0	0.725	1.000	1.000

Boundaries: <none>

Obr.7.22 Mapa CI vzorku E5 deformovaného 0,55% .



8.00 μm = 40 steps CI 0...0.575

Gray Scale Map Type: <none>

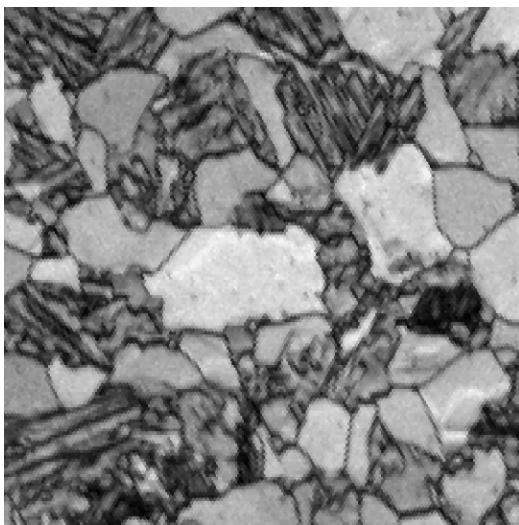
Color Coded Map Type: Confidence Index

	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
	0	0.575	0.999	0.999

Boundaries: <none>

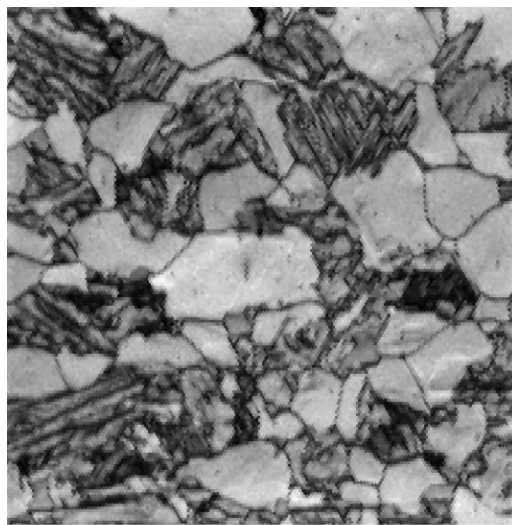
Obr.7.23 Mapa CI vzorku E5 deformovaného 7,82%.

Obr.7.24 až obr.7.26 ukazují mapy IQ. V případě nedeformovaného vzorku lemují pixely s nízkým IQ pouze hranice zrn a mezifázová rozhraní uvnitř bainitických kolonií. S rostoucí deformací se uvnitř feritických zrn objevují oblasti s nízkým IQ, které ohraničují vznikající skluzové pásy. Na obr.7.26 je vidět výrazně pruhovitá struktura těchto pásů.



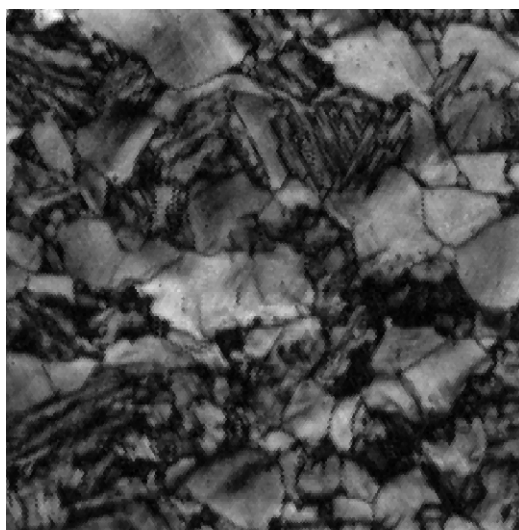
7.00 μm = 35 steps IQ 29.983...157.13

Obr.7.24 Mapa IQ nedeformovaného vzorku E5. Obr. 7.1



7.00 μm = 35 steps IQ 24.759...131.775

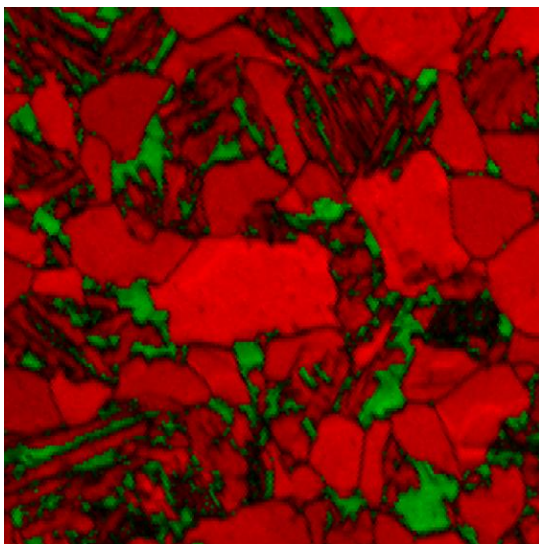
Obr.7.25 Mapa IQ vzorku E5 deformovaného 0,55%.



8.00 μm = 40 steps IQ 25.118...158.792

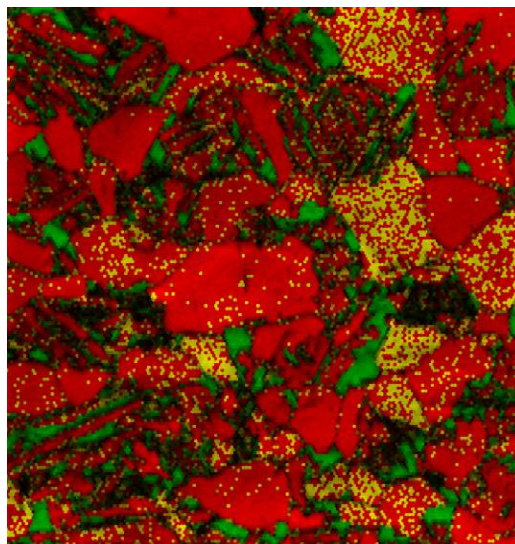
Obr.7.26 Mapa IQ vzorku E5 deformovaného 7,82%.

Obr.7.27 zobrazuje mapu fází s podkladem mapy IQ pro případ nedeformovaného vzorku. Austenit nacházející se ve struktuře je, ve formě masivních částic a částic jehlicovité morfologie. U deformované struktury na obr.7.28 a obr.7.29 jsou oblasti, kde je zvýšený podíl bodů indexovaných jako martenzit. Tyto oblasti se shodují s jednotlivými zrny feritu, což souvisí s obtížnější indexací vlivem vnesené plastické deformace. Na obr.7.28 je vidět i úbytek pixelů patřících původně austenitu, protože tato místa jsou nyní indexována jako martenzit.



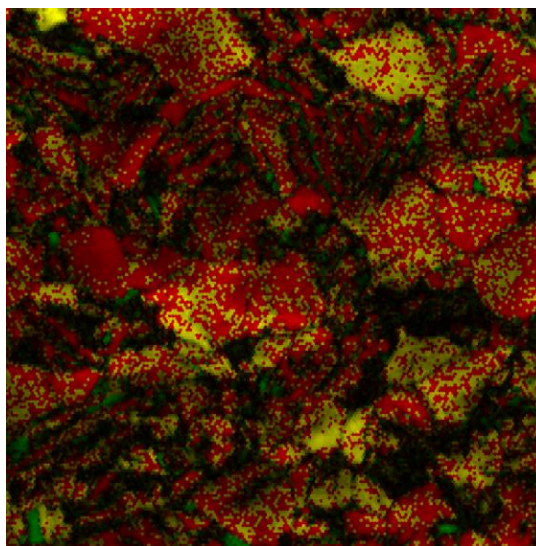
7.00 μm = 35 steps IQ 29.983...157.13, Phase

Obr.7.27 Mapa fází s podkladem mapy IQ nedeformovaného vzorku E5.



7.00 μm = 35 steps IQ 24.759...131.775, Phase

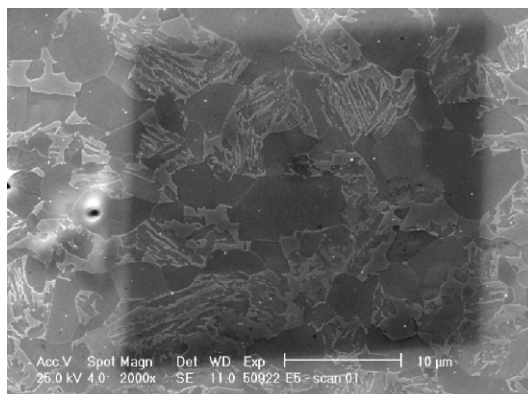
Obr.7.28 Mapa fází s podkladem mapy IQ vzorku E5 deformovaného 0,55%.



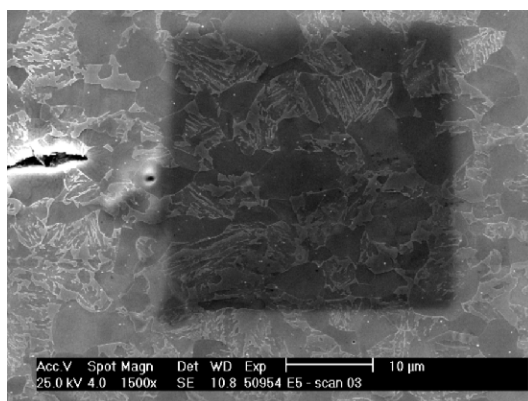
8.00 μm = 40 steps IQ 25.118...158.792, Phase

Obr.7.29 Mapa fází s podkladem mapy IQ vzorku E5 deformovaného 7,85 %.

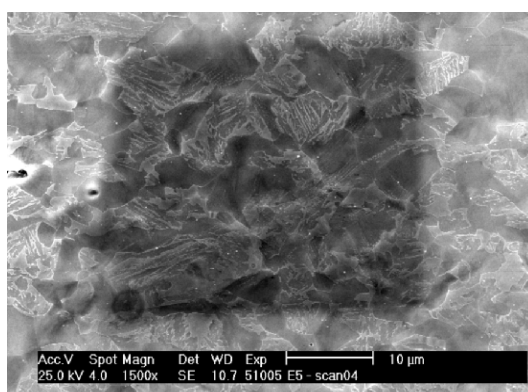
Kontaminační stopa v případě snímku analyzované oblasti na obr.7.30 je nepravidelná - analyzovaný vzorek je totiž nakloněn nejen o požadovaných 75° podle osy rovnoběžné s vodorovnými okraji snímku, ale i podle osy vertikální, což je zapříčiněno nepřesností při vkládání vzorku do upínacího přípravku v mikroskopu. Uvedené tvarové zkreslení nemá vliv na přesnost určení fázového složení, pouze mírně na tvar částic. Ve struktuře na obr.7.31 je přítomen vměstek, který ale rovnoměrnost deformace a přesnost experimentu nikterak neovlivnil.



Obr.7.30 SEM snímek nedeformované struktury vzorku E5.

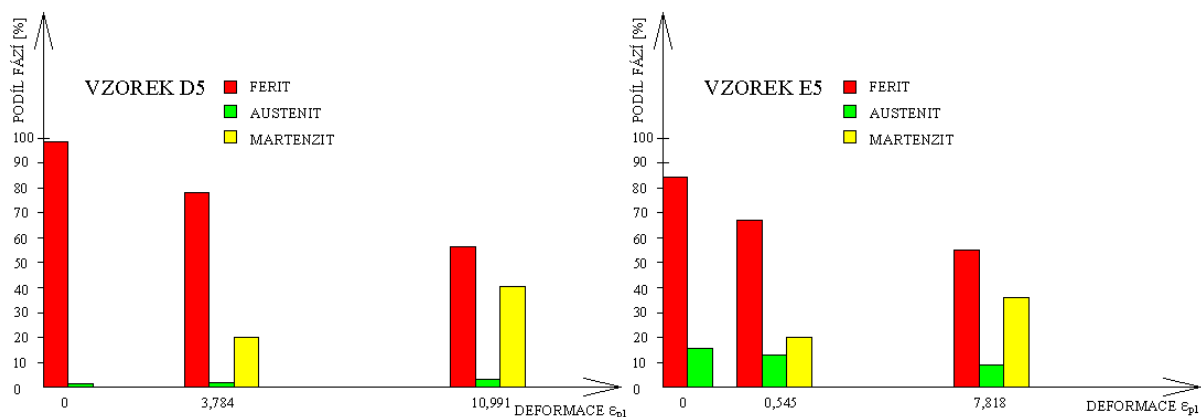


Obr.7.31 SEM snímek vzorku E5 deformovaného 0,545%.



Obr.7.32 SEM snímek vzorku E5 deformovaného 7,818%.

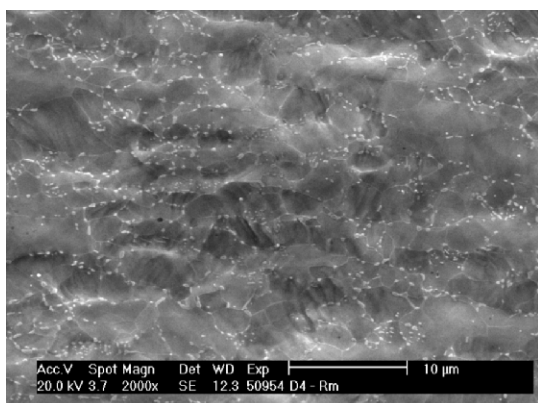
Shrnutí výsledků podílů fází v závislosti na deformaci je v grafu na obr.7.33. U vzorku D5 zobrazeného vlevo vidíme při nejvyšší hodnotě deformace vysoký podíl martenzitu a obzvláště nízký podíl austenitu. Nárůst podílu martenzitu se odehrál převážně na úkor poklesu podílu feritu. U vzorku E5 se rovněž realizuje nárůst podílu martenzitu převážně na úkor podílu feritu, navíc tu však dochází k redukci procenta austenitu.



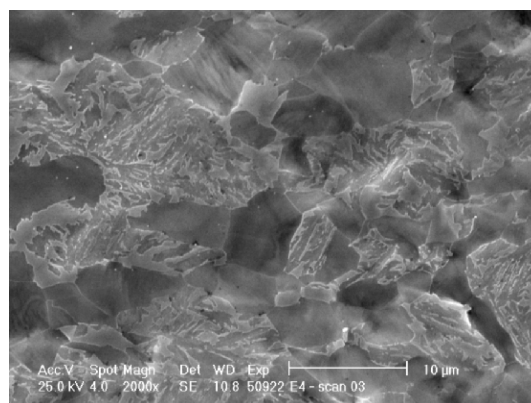
Obr. 7.33 Graf fázového složení jako funkce plastické deformace.

Snímky vzorků D4 a E4 zobrazují morfologii povrchu a uspořádání struktury při deformaci až na mez pevnosti. U obou vzorků jsou opět viditelné skluzové pásy ve feritických zrnech.

Vznik reliéfu na povrchu vzorků v průběhu deformace do značné míry ovlivnil přesnost měření fázového složení.



Obr. 7.34 SEM snímek povrchu vzorku D4.



Obr. 7.35 SEM snímek povrchu vzorku E4.

8 Diskuze

U vzorku E5 probíhala identifikace austenitu bez problémů, pokud byl austenit ve formě masivních částic, což dokazuje shoda míst indexovaných jako austenit a míst s vysokým CI. Pokud byl austenit jehlicovité morfologie, byl ve většině případů indexován správně, nicméně mapy CI vykazovaly nižší spolehlivost, což může souviset s pnutím v mřížce austenitu dislokovaného mezi lamelami feritu v bainitu [8].

Body indexované jako martenzit se nacházely převážně v místech feritických zrn, což souvisí s (z hlediska mikrostruktury) nerovnoměrně rozloženou plastickou deformací materiálu, která vede k distorzím mřížky v těch zrnech feritu, která jsou orientována vůči působícímu zatížení příznivě z hlediska skluzu.

Difrakční obrazce feritické mřížky se podobají difrakčnímu obrazci martenzitické mřížky. Při deformaci 0,55% lze téměř veškerý naměřený podíl martenzitu přisoudit takto chybně indexovaným oblastem deformovaného feritu; nárůst podílu martenzitu na úkor austenitu je v tomto případě minoritní, leč přesto zaznamenaný porovnáním s velikostí zrn austenitu v nedeformovaném stavu. Při deformaci 7,82% se chybná indexace feritu jako martenzitu projevuje v ještě větší míře, nicméně lépe pozorovatelný je i úbytek původně austenitických oblastí, jež jsou nahrazeny martenzitem.

Srovnáním map CI deformované a nedeformované struktury by se zdál pokles parametru CI markantní. Tuto okolnost lze vysvětlit tím, že při nulové deformaci se při indexaci neuvažuje šířka pásů, kdežto u nenulové deformace ano, čímž se poněkud snižuje dosažitelná výška parametru CI (do výpočtu CI vstupuje další člen). Srovnávat proto lze pouze mapy CI v deformovaném stavu.

Zrna indexovaná vždy jako ferit mají vysokou hodnotu CI a jsou s velkou pravděpodobností indexována správně.

Porovnáním fázových map a snímků povrchu vzorku D5 spolu s výsledky obrazové analýzy je zřejmé, že došlo buďto k zachycení pouze malé části podílu austenitu ve struktuře, nebo jsou v ní rovněž přítomny karbidy, které se morfologií podobají částicím austenitu.

Ovlivnění přesnosti indexace plastickou deformací v zrnech feritu se u vzorku D5 projevuje ve velké míře; převážnou část detekovaného nárůstu podílu martenzitu musíme přičíst na vrub právě chybám indexace z titulu distorzí mřížky feritu plastickou deformací.

Významnou roli zde rovněž hraje malý rozměr částic austenitu - viz srovnání s obrazovou analýzou, z něhož vyplývá, že vybraný krok 0,2 μm nebyl vhodně zvolen. Rozlišení částice o velikosti 0,2 μm je běžně v možnostech metody EBSD.

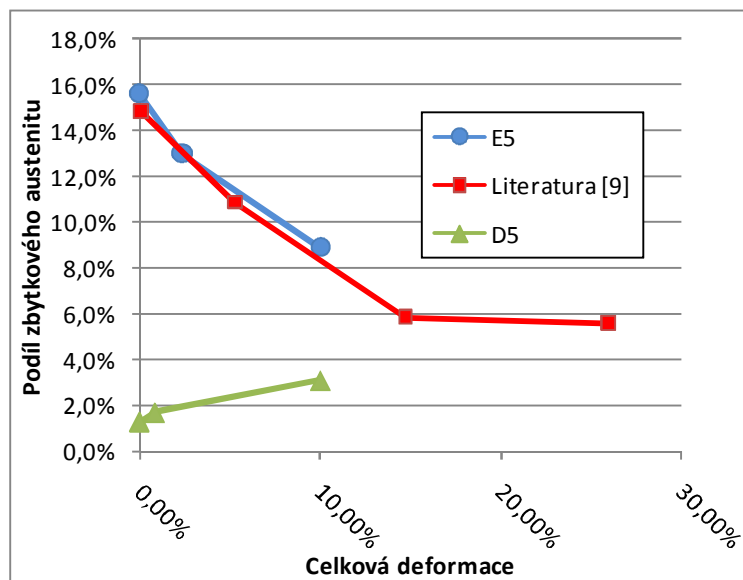
Stejně jako v případě vzorku E5 zde došlo k výraznému poklesu parametru CI od nedeformovaného stavu k deformovanému – tento pokles má ale stejné příčiny, jaké již byly popsány.

Porovnáním CI map u vzorku D5 deformovaného na 3,78% a 10,99% vidíme sice pokles maximální dosažené hodnoty parametru CI, nicméně tento pokles se realizuje lokálně a převážně v oblasti, která je mírně odvrácena od detektoru EBSD vlivem reliéfu vzniklého postupem deformace vzorku. To znamená, že pokles spolehlivosti indexace nelze přisoudit pouze vnesené plastické deformaci ve feritických zrnech, což dokládá srovnání s mapami IQ, ale také faktu, že stopy na stínítku jsou neúplné díky stínění povrchovým reliéfem, jehož charakter je znázorněn na obr.7.17.

Srovnání s údaji publikovanými v literatuře [9], uvedené na obr.8.1, které byly naměřeny na TRIP oceli obdobného složení, je zjevné, že:

- u vzorku E5 je jak morfologie struktury, tak i pokles podílu zbytkového austenitu s deformací v dobré shodě s literárními údaji;

- u vzorku E5 byla také zjištěna dobrá shoda s literaturou v absolutním podílu zbytkového austenitu při dané deformaci;
- u vzorku D5 byl naměřen zcela opačný trend v chování austenitického podílu než u vzorku E5 a než lze předpokládat na základě literatury [9];
- u vzorku D5 neodpovídá předpokladům na základě literárních pramenů ani morfologie mikrostruktury, ani změřené procento zbytkového austenitu.



Obr.8.1 Srovnání experimentálních dat s literárními údaji.

9 Závěr

Provedené experimenty prokázaly, že termomechanické zpracování materiálu, z něhož byl vyroben vzorek E5, vede ke tvorbě mikrostruktury, která vykazuje velmi výrazný TRIP efekt. Mikrostruktura tohoto materiálu je zároveň plně srovnatelná se strukturami TRIP ocelí, uváděnými v literatuře.

Parametry měření fázového složení byly u vzorku E5 zřejmě voleny adekvátně a to jak co se týče kroku rastru, tak i velikosti analyzované oblasti z pohledu reprezentativnosti.

Uvedené ovšem neplatí u analýz vzorku D5, kde by bylo vhodné volit jemnější krok rastru a zároveň (pro udržení snesitelné doby sběru dat) menší analyzovanou oblast. Reprezentativnost výsledků by pravděpodobně byla zachována, jelikož velikost zrn feritu i částic zbytkového austenitu je značně menší, než u vzorku E5.

10 Literatura

- [1] SCHWARTZ A.J.; KUMAR M.; ADAMS B.L., ed. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, New York, Kluwer Academic/Plenum Publisher, 2000, 337p., ISBN 0-306-46487-X
- [2] MAN O. *Aplikace metody difrakce zpětně rozptýlených elektronů v materiálovém inženýrství*, Pojednání ke státní doktorské zkoušce, VUT FSI Brno, 2008
- [3] MAN O. *Difrakce zpětně rozptýlených elektronů – EBSD*, Podklady ke zkoušce z předmětu „Metody studia materiálů A“, VUT FSI Brno, 2007
- [4] ŽÁČEK O.; KLIBER J.; MAN O. *Hodnocení vlivu parametrů termomechanického zpracování na mechanické a mikrostrukturní vlastnosti TRIP ocelí*, In METAL 2005, Hradec nad Moravicí: TANGER, s.r.o., Ostrava 2005, přednáška č. 165 (elektronické médium).
- [5] STEJSKAL O.; ZRNÍK J.; NOVÝ Z.; HORŇAK P. *Vliv termomechanického zpracování na vývoj TRIP jevu v Si-Mn oceli*, In METAL 2005, Hradec nad Moravicí.
- [6] NĚMEČEK S.; NOVÝ Z.; STAŇKOVÁ H.; MAŠEK B. *Optimalizace tepelného zpracování TRIP ocelí*. Sborník: 20.dny tepelného zpracování, Jihlava, 2004
- [7] DURAND-CHARRE M. *Microstructure of Steels and Cast Irons*, Berlin, Springer Verlag, 2004, 417p., ISBN 3-540-20963-8
- [8] ZAEFFERER S.; OHLERT J.; BLECK W. *A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed TRIP steel*, Acta Materialia, Volume 52, Issue 9, 17 May 2004 [cit. 2.5.2008], Pages 2765- 2778, dostupné z <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TW8-4C2NGY1-2/2/e8f5f945363d85e3885d72ae847e56c1>
- [9] KWANG KYUN PARK, SEUNG TAIK, SUK MIN BAECK at all, *In-situ deformation behavior of Retained Austenite on TRIP steel*, Switzerland, Trans Tech Publications, 2002 Material Science Forum Vols. 408-412, Pages 571-576
- [10] PETROV R.; KESTENS L.; WASILKOVSKA A.; HOUBAERT Y. *Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique*, Materials Science and Engineering: A, Volume 447, Issues 1-2, 25 February 2007 [cit. 25.4.2008], Pages 285-297, dostupné z <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TXD-4MFJTFB-4/2/62e067f8b5bc67d54efa3da07ca2b740> >
- [11] HUMPHREYS F.J. *Characterization of fine-scale microstructure by electron backscatter diffraction*, Scripta Materialia, 2004(51), Pages 771-776

11 Seznam zkratek a symbolů

TRIP	Transformation Induced Plasticity = Transformačně indukovaná plasticita
EBSD	Electron Backscatter Diffraction = Difrakce zpětně rozptýlených elektronů
SEM	Scanning Electron Microscopy = Rastrovací elektronová mikroskopie
TEM	Transmission Electron Microscopy = Transmisní elektronová mikroskopie
FEG	Field Emission Gun = Zdroj elektronů s emisí v poli
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy = Energiově disperzní spektroskopie
WDS	Wavelength Dispersive Spectroscopy = Vlnově disperzní spektroskopie
OM	Orientation Mapping = Mapování orientace
IQ	Image Quality = Kvalita obrazu
CI	Confidence Index = Index spolehlivosti
HOLZ	Higher Order Laue Zone = Vyšší řád Laueho zón
CCD	Charge Coupled Device = Snímač s nábojovou vazbou
KS	Kurdjumov-Sachs
BCC	Body Centred Cubic = Prostorově centrovaná mřížka
FCC	Face Centred Cubic = Plošně centrovaná mřížka
θ	úhel mezi průvodičem ρ a osou x
ρ	euklidovská vzdálenost přímky v rovině
x,y	souřadnice v kartézském souřadném systému
n	řád difrakce
λ	vlnová délka elektronu
d_{hkl}	mezirovinná vzdálenost dané osnovy rovin
θ	úhel dopadu elektronů na sledovanou osnovu rovin
R_i	rank i -té fáze
V_i	počet hlasů nejpravděpodobnějšího řešení v rámci i -té fáze
V_{max}	maximální dosažitelný počet hlasů u nejpravděpodobnějšího řešení bez ohledu na fáze
CI_i	CI nejpravděpodobnějšího řešení v rámci i -té fáze
CI_{max}	nejvyšší CI z množiny CI nejpravděpodobnějších řešení bez ohledu na fáze
Fit_{min}	minimální dosažená hodnota parametru Fit (bez ohledu na fázi)
Fit_i	hodnota Fit pro řešení v rámci i -té fáze
$d-fit_{min}$	minimální dosažená hodnota parametru „d-fit“
$d-fit_i$	hodnota parametru d-fit nejpravděpodobnějšího řešení u i -té fáze
A-D	koefficienty sloužící jako váhy jednotlivých členů
V_1	počet hlasů pro první řešení
V_2	počet hlasů pro druhé řešení
V_{IDEAL}	celkový možný počet hlasů na základě počtu detekovaných pásů

V_γ	objem paramagnetického zbytkového austenitu
J_{ref}	magnetické nasycení vzorku TRIP oceli
J_m	magnetické nasycení feromagnetického referenčního vzorku