



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

ZOBRAZOVÁNÍ DEFORMACE KOVOVÝCH

MATERIÁLŮ POMALÝMI ELEKTRONY

DIRECT IMAGING OF DEFORMATION OF METALLIC MATERIALS BY MEANS OF  
SLOW ELECTRONS

TEZE DIZERTAČNÍ PRÁCE

SUMMARY OF DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Jakub Piňos

ŠKOLITEL

SUPERVISOR

RNDr. Luděk Frank, DrSc.

OPONENT

OPPONENT

OPONENT

OPPONENT

BRNO 2021

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

SEM, SLEEM, rastrovací elektronová mikroskopie, rastrovací elektronová mikroskopie pomalými elektrony, in-situ tahová zkouška, kovové materiály, deformace,

## **KEYWORDS**

SEM, SLEEM, scanning electron microscopy, scanning low energy electron microscopy, in-situ tensile test, metals, deformation

## **MÍSTO ULOŽENÍ VÝTISKU PRÁCE**

Knihovna FSI

Fakulta strojního inženýrství

Technická 2896/2

616 69 Brno

|  |    |
|--|----|
| Obsah  |    |
| 1 ÚVOD.....  | 5  |
| 2 CÍLE PRÁCE .....   | 6  |
| 3 SLEEM – SCANNING LOW ENERGY ELECTRON MICROSCOPY.....                   | 7  |
| 4 ZOBRAZOVÁNÍ DEFORMACE POMOCÍ TECHNIKY SLEEM.....                       | 9  |
| 5 VYBAVENÍ PRO EXPERIMENT .....  | 10 |
| 6 EXPERIMENTY V TESCAN VEGA .....  | 11 |
| 7 EXPERIMENTY V THERMO FISHER SCIENTIFIC MIKROSKOPU SCIOS ..             | 12 |
| 7.1  Obrazový signál v MIKROSKOPU Scios .....                            | 13 |
| 7.2  Průběh tahových zkoušek.....  | 14 |
| 7.3  Příklady vzhledu struktur v průběhu tahu .....                      | 17 |
| 7.4  Vyhodnocení snímků průběhu deformace .....                          | 20 |
| 7.5  Extrémní deformace v okolí trhliny .....                            | 20 |
| 8 DISKUZE VÝSLEDKŮ .....   | 22 |
| 8.1  Experimenty v mikroskopu TESCAN Vega.....                           | 22 |
| 8.2  Rozdíly mezi mikroskopy Scios a Vega při zobrazení pomocí ETD ..... | 22 |
| 8.3  Experimenty v mikroskopu Thermo fisher (FEI) Scios.....             | 23 |
| 9 ZÁVĚR.....   | 26 |



# 1 ÚVOD

Rostoucí požadavky na výkon a ekonomiku provozu strojních zařízení kladou stále vyšší nároky na konstrukční materiály. Úspěch při zlepšování jejich užitných vlastností vyžaduje pochopení vztahů mezi strukturou a vlastnostmi materiálů. Aby bylo možné tyto vztahy zkoumat, je nejdříve nutné získat jasné a přesné snímky mikrostruktury materiálu. Škála analytických technik je široká a vhodnost různých postupů závisí na druhu materiálu, požadované informaci a také časové (a finanční) náročnosti.

Vyhodnocování struktury materiálů pomocí metod konvenční světelné mikroskopie je limitováno maximálním dosažitelným zvětšením přibližně 1000krát a malou hloubkou ostrosti. Dosahované zvětšení je nedostačující pro mnoho moderních materiálů vykazujících mimořádně jemnou strukturu. V důsledku malé hloubky ostrosti musí být vzorky rovinné a vybroušené do zrcadlového lesku. Není tak možné například pozorování lomových ploch, které mohou být velmi členité.

Rastrovací elektronová mikroskopie nabízí vysokou hloubku ostrosti a široký rozsah použitelného zvětšení. Na jedné straně je možné získat makrosnímky se zvětšením pouze 10krát. Zvětšení dosahovaná špičkovými přístroji pak umožňují pozorovat s rozlišením kolem 1 nm. Různé metody detekce a vyhodnocování signálů spolu s touto variabilitou dělají z rastrovacích mikroskopů velmi užitečné nástroje materiálového výzkumu.

Prozařovací elektronová mikroskopie nabízí mimořádnou rozlišovací schopnost. Špičkové přístroje jsou schopny dosahovat atomového rozlišení. Problémem je však maximální velikost vzorků kolem 3 mm, která vyžaduje mimořádně pečlivý výběr oblasti odběru vzorku. Také následná příprava vzorku je vzhledem k požadavku na jeho nepatrnou tloušťku velmi náročná.

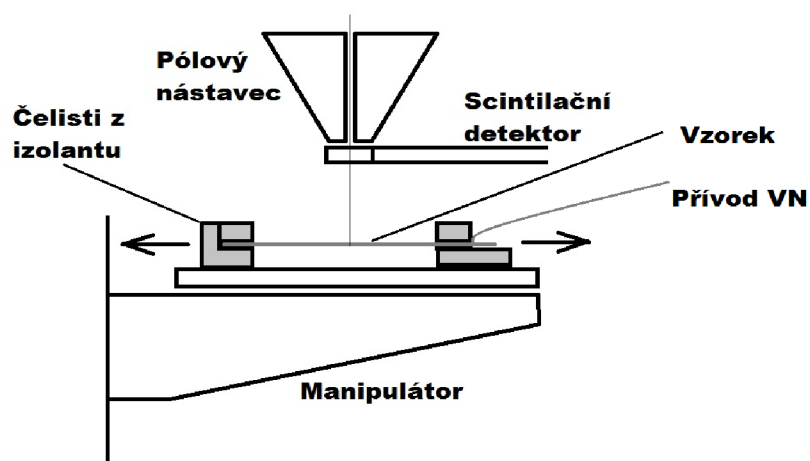
Dizertační práce je zaměřena na rastrovací elektronovou mikroskopii, konkrétně na rastrovací mikroskopii pomalými elektrony. Výhody této metody jsou známy již poměrně dlouhou dobu a byly demonstrovány řadou publikovaných prací. Pro zkoumání kovových materiálů je podstatná možnost zmenšení interakčního objemu elektronů ve vzorku a související zvýšení povrchové citlivosti. Předchozí práce v této oblasti navíc prokázaly mimořádnou citlivost technik mikroskopie pomalými elektrony na krystalografickou orientaci zrn materiálu. Při experimentech se také projevovaly vlivy deformace materiálu na vzájemný kontrast zrn a zejména na plynulé proměny signálu uvnitř zrn. Intenzita deformace a vzhled struktury však doposud nebyly korelovány.

Cílem této práce je, s využitím přípravku pro miniaturizovanou tahovou zkoušku, provést in-situ tahové zkoušky při současném pozorování vzhledu struktury pomocí techniky rastrovací elektronové mikroskopie pomalými elektrony. Tyto snímky by měly umožnit korelovat vzhled struktury a vnesenou deformaci.

## 2 CÍLE PRÁCE

Cílem práce je vyvinout metodu přímého zobrazení krystalografické informace o povrchu kovového materiálu v reálném čase pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (SEM) za současného zatěžování vhodného vzorku materiálu tahovou silou postačující k deformaci vzorku. Pro zobrazení bude použit signál ve zpětně odražených elektronech (BSE) vytvářený a snímáný v režimu SLEEM s katodovou čočkou v rastrovacím elektronovém mikroskopu. V tomto režimu lze při energii dopadu elektronů v intervalu 500 až 2000 eV a záporném předpětí vzorku v jednotkách kV očekávat detekci celého rozsahu polárních úhlů emise BSE včetně elektronů emitovaných pod vysokými úhly vzhledem k optické ose, které jsou pružně odražené a primárně přenášejí krystalografickou informaci.

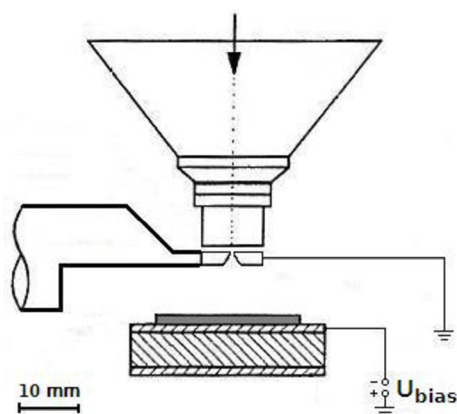
Jak již bylo ověřeno, v režimu SLEEM lze pozorovat i jevy související s deformací polykrystalického materiálu, tedy změny obrazového kontrastu v důsledku malých lokálních posuvů atomů vlivem deformace promítající se do kanálovacího kontrastu. S ohledem na dostupnost přístrojového vybavení bude experiment připravován do SEM se standardním vysokým vakuem, do kterého bude instalován tahový stolek. Zobrazení krystalických zrn vzorku bude vyžadovat pečlivou přípravu jeho povrchu s cílem odstranit produkty oxidace a kontaminace. Tahový stolek bude modifikován pro přivedení předpětí na vzorek na úrovni jednotek kV. Zobrazování vývoje krystalografického kontrastu in-situ zatěžovaného vzorku v reálném čase a záznam těchto dějů by měly vést k identifikaci místa a velikosti deformace, popřípadě i ke kvantifikaci deformace na základě měření změn obrazového signálu jak při zatěžování, tak i po odlehčení. Implementace této metody do SEM se standardním vysokým vakuem by mělo umožnit zařazení tohoto postupu do rejstříku nástrojů nabízeného uživatelům SEM z oblasti materiálových věd.



Obr. 2.1. Principiální schéma experimentální sestavy.

### 3 SLEEM – SCANNING LOW ENERGY ELECTRON MICROSCOPY

Metoda SLEEM (Scanning Low Energy Electron Microscopy, rastrovací mikroskopie pomalými elektrony) jako zvláštní režim SEM umožňuje použití libovolně nízkých dopadových energií při přijatelném snížení rozlišovací schopnosti mikroskopu [1]. Je toho dosaženo použitím tzv. katodové čočky (cathode lens) tvořené elektrostatickým polem mezi uzemněnou elektrodou (popřípadě detektorem) umístěnou pod pólovým nástavcem objektivu a vzorkem připojeným k vysokému zápornému potenciálu. Velikostí tohoto potenciálu je možné řídit dopadovou energii elektronu až do 0 eV [2].

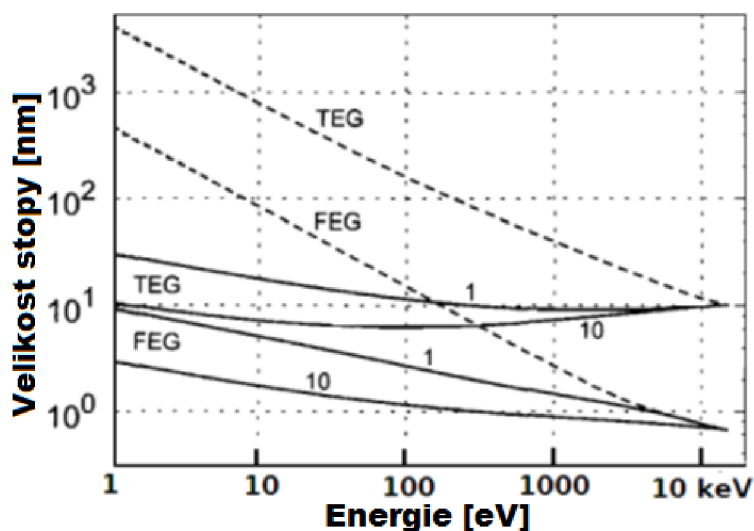


Obr. 3.1. Schéma metody SLEEM [2].

Svazek elektronů je v tubusu zformován při vysoké energii, což umožňuje zachování všech parametrů optické soustavy mikroskopu. Následně svazek prochází otvorem v uzemněném detektoru umístěném pod pólovým nástavcem, který s výhodou hraje roli anody katodové čočky. Mezi uzemněným detektorem a vzorkem na vysokém záporném potenciálu vzniká elektrostatické pole působící proti pohybu elektronu. Optimální intenzita pole se pohybuje v rozmezí 2 až 3 kV/mm. Elektron je tímto polem brzděn na zvolenou energii dopadu  $E_L$  danou rozdílem mezi primární energií svazku a napětím přiloženým na vzorek.

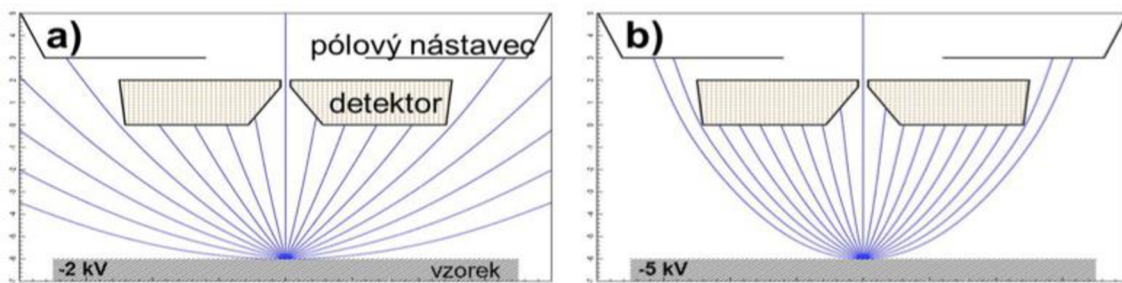
$$E_L = E_{prim} - eU_{bias} \quad (1) [2]$$

Při použití nízké energie po celé délce tubusu dochází k řádovému zhoršení rozlišovací schopnosti. Při velikosti stopy pod 1 nm pro autoemisní zdroj (FEG) při 10 keV se po snížení energie na 10 eV dostáváme na velikost stopy 100 nm a zvětšování stopy pokračuje k 1  $\mu\text{m}$  při 1 eV. Naproti tomu pro metodu SLEEM se velikost stopy mění maximálně v rozmezí jednoho řádu; to platí i pro termoesmisní zdroj elektronů (TEG).



**Obr. 3.2.** Vliv dopadové energie na rozměr stopy svazku. Plné čáry: katodová čočka, čárkované: nízká energie v tubusu. Typy zdroje elektronů značeny v grafu, číselně je uvedena velikost pole katodové čočky v kV/mm [2].

Princip SLEEM s katodovou čočkou tedy umožňuje dosažení libovolné energie dopadu v rozsahu mezi primární energií svazku a 0 eV při zachování vysoké rozlišovací schopnosti. Navíc jsou signální elektrony opouštějící vzorek soustředovány elektrostatickým polem k optické ose a urychlovány k uzemněnému detektoru. Takto je možné detekovat i elektrony opouštějící vzorek pod vysokým úhlem vzhledem k optické ose, které přinášejí zejména krystalografický kontrast.[3] Volbou nastavení zdroje elektronů, předpětí vzorku a případně vhodného segmentu detektoru je možné zvýrazňovat či potlačovat určité typy kontrastu.



**Obr. 3.3.** Kolimace signálních elektronů v režimu katodové čočky.

Pro úspěšnou aplikaci metody SLEEM je nutno dodržet několik požadavků souvisejících s vytvořením homogenního elektrostatického pole v katodové čočce. Musí být zajištěno vodivé propojení vzorku k vodiči s vysokým napětím. Vzorek musí být dostatečně velký pro vytvoření rovinné ekvipotenciály nad jeho povrchem. Pro malé vzorky můžeme homogenní pole rozšířit pomocí rovinné „masky“ přiložené na vzorek. Je žádoucí vyhnout se pozorování blízko okrajů vzorku, kde může být pole deformováno. Vedlejším účinkem pole katodové čočky je změna výchylky primárního svazku vůči ose, vyžadující korekci nastaveného zvětšení obrazu. Komerční mikroskopy však toto provádějí automaticky.

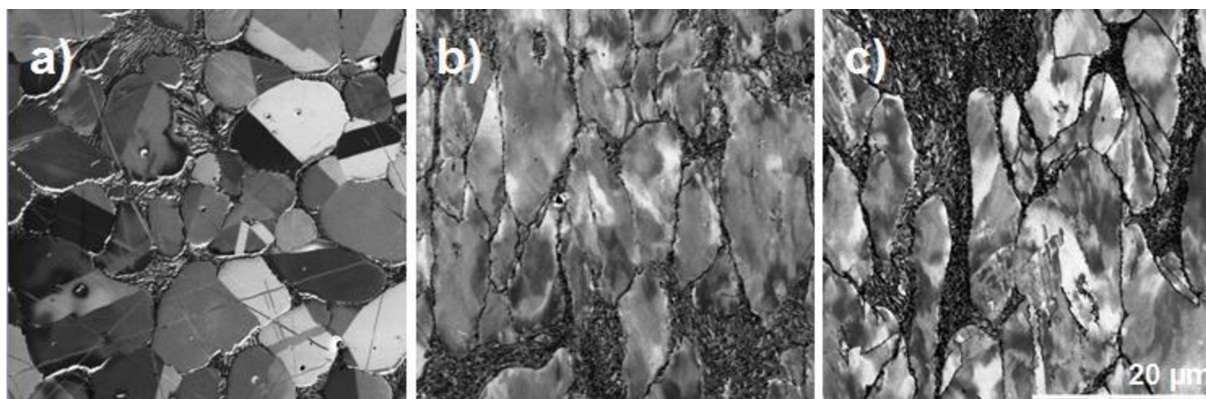


## 4 ZOBRAZOVÁNÍ DEFORMACE POMOCÍ TECHNIKY SLEEM

Tato práce navazuje na experimenty prováděné v ÚPT zejména Šárkou Mikmekovou [4]. Snímky demonstrující vliv deformace na mikrostrukturu byly získány na velmi intenzivně deformovaných vzorcích.

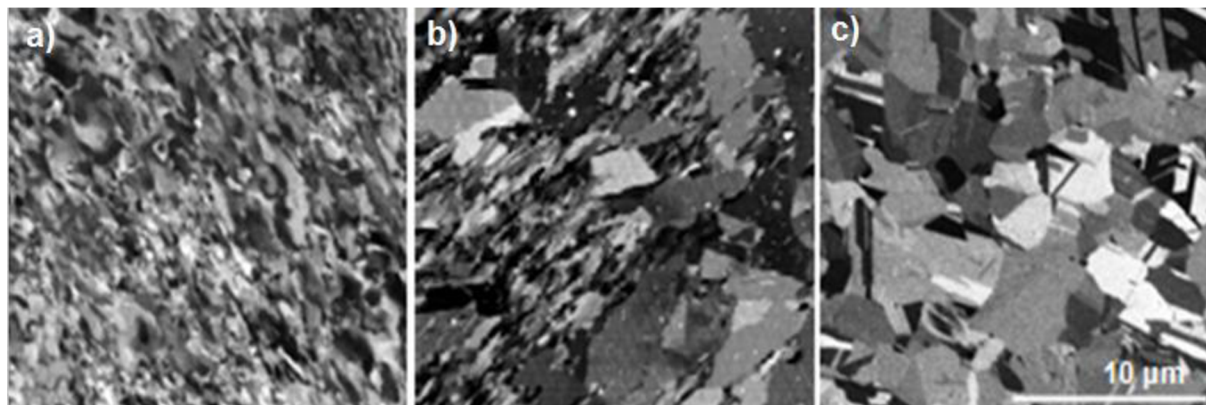
Prvním příkladem jsou snímky struktur oceli X210Cr12 po tixoformingu.

Snímek 4.1.a ukazuje vyžíhaný materiál – kontrast austenitických zrn je uniformní, hranice dvojčatění jsou jasně rozeznatelné. Vzorek na snímku 4.1.b byl ochlazen na teplotu 800°C a pěchován na polovinu původní délky. Pak byl dochlazen na vzduchu. Důsledkem vnesení deformace je nárůst hustoty dislokací. Jednotlivá zrna jsou stále rozlišitelná, snižuje se však vzájemný kontrast a uvnitř zrn dochází ke vzniku nehomogenit kontrastu. U vzorku 4.1.c, který byl po pěchování ochlazen v tekutém dusíku, je tento efekt výraznější.



**Obr. 4.1.** Mikrosnímky struktur oceli X210Cr12 pořízené v UHV SLEEM při energii dopadu primárních elektronů 500 eV [4].

Druhým příkladem je rekrystalizace struktury po procesu ECAP. Snímek 4.2.a ukazuje ultra-jemnozrnnou strukturu po 8 průchodech způsobem Bc. Žihání při 180°C po dobu 6 minut vedlo k částečné rekrystalizaci zobrazené na snímku 4.2.b. Snímek 4.2.c ukazuje rekrystalizovanou strukturu po žihání na 300°C po dobu 120 minut.



**Obr. 4.2.** Mikrosnímky z UHV SLEEM ukazující v různých stádiích rekrystalizace vzorky UFG Cu připravené metodou ECAP [5].

## 5 VYBAVENÍ PRO EXPERIMENT

Hlavní součástí experimentální sestavy byl tahový stolek DEBEN Microtest. Jedná se o univerzální přípravek pro různé druhy mechanických zkoušek. Kromě tahu je možno provádět také 3 i 4 bodový ohyb. Pohyb čelistí stolku je vyvozován ze zpřevodovaného elektromotoru. Pohyb čelistí je symetrický, takže střed vzorku zůstává v průběhu zkoušky v původní poloze. Maximální zátěžnou sílu je možné měnit různým nastavením zpřevodovaného elektromotoru a použitím vhodného siloměrného profilu s tenzometry tak, aby nedošlo k jeho poškození trvalou deformací. V našem případě byl tahový stolek připraven pro síly do 300 N. Tato síla umožňovala dosáhnout ve vzorku o průřezu  $1 \text{ mm}^2$  (např.  $0,2 \times 5 \text{ mm}$ ) napětí 300 MPa, což s rezervou postačuje pro tahové zkoušky mědi.

Pro účely přivedení VN na vzorek a současně izolaci vzorku od součástí mikroskopu bylo nutné připravit čelisti vyrobené z izolantu. Jako vhodný materiál byl pro svoji obrobiteľnosť a vakuovou kompatibilitu vybrán PEEK. Při návrhu byla zjištěna malá vzdálenost mezi vzorkem na VN a uzemněnými částmi mikroskopu a hrozil tak přeskok a poškození stolku či mikroskopu. Pro zajištění elektrické bezpečnosti byla zvětšena výška čelistí, čímž došlo ke změně charakteru zatěžování siloměrného profilu. Tato úprava si vyžádala ověření kalibrace stolku.

Pro instalaci do komory mikroskopu bylo nutné připravit montážní desku umožňující natočení osy zatěžování do vhodného směru bez nutnosti využít rotačního pohybu stolku.

Pro první pozorování a ověření metody byl využit jednoduchý mikroskop Tescan Vega. Pro pozdější experimenty byl pak ve spolupráci s Thermo Fisher Scientific (FEI) použit pokročilý mikroskop typu Scios.

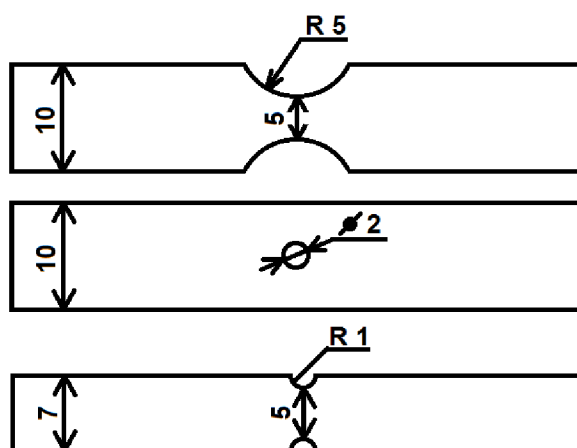
## 6 EXPERIMENTY V TESCAN VEGA

Cílem prvních pokusů v mikroskopu Tescan Vega bylo ověřit elektrickou bezpečnost a možnosti pozorování v různých módech. Pro tyto experimenty nebylo nutné použít přesně definované vzorky. Byly tak využity pásky z korozivzdorné oceli či hliníkové fólie.

Po ověření elektrické bezpečnosti byly zahájeny experimenty s měděnými vzorky. Nejdříve bylo nutné určit způsob žíhání pro zajištění rekrytalizované struktury bez známek vnesené deformace a velikosti zrna optimální pro pohodlné pozorování. Jako vhodný způsob bylo určeno žíhání při teplotě 750° C po dobu 5 hodin. Tyto parametry pak byly použity pro všechny další vzorky.

První vzorky byly připraveny jako prosté pásky. Podle očekávání nebylo možno předvídat místo maximální deformace a přetržení. Pro první pokusy však tato situace postačovala.

Další vzorky byly připravovány s cílem vytvořit (pomocí vrubu) oblast, ve které bude deformace lokalizována a bude tak možné snadno zaměřit pozorování. Pro tyto účely byly připraveny různé typy vzorků.



Obr.6.1. Schéma vzorků použitých pro experimenty v TESCAN Vega.

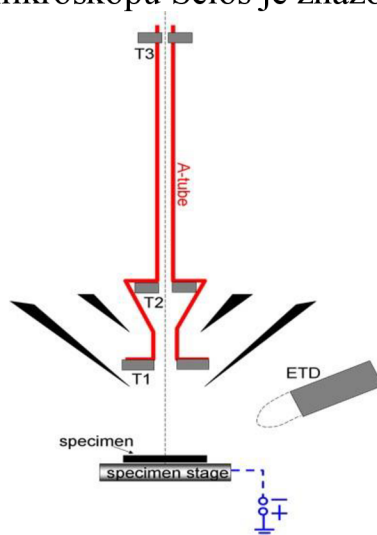
Pro pozorování se jako nejvhodnější ukázal vzorek typu pásek s otvorem. Jeho tvar zaručoval spolehlivé určení oblasti nejintenzivnější deformace a jednoduchý výpočet působícího napětí [6]. Snímky získané na těchto vzorcích již jasně zobrazovaly deformaci materiálu, problémem však bylo jejich vzájemné srovnání.

Vzhledem k velkým rozdílům v parametrech pro snímání v režimu sekundárních elektronů a v režimu SLEEM nebylo možné získat snímky z jednoho místa na tomtéž vzorku. Problém také představoval hranový efekt, kvůli kterému bylo nutné v režimu SLEEM pozorovat dále od hrany otvoru pro potlačení vlivu hrany na jas obrazu.

Tyto pokusy prokázaly funkčnost metody a možnosti zobrazení deformace různými způsoby. Závěrečné experimenty však bylo nutné provést na jiném zařízení.

## 7 EXPERIMENTY V THERMO FISHER SCIENTIFIC MIKROSKOPU SCIOS

Jak bylo zmíněno v předchozí kapitole, v dosavadním uspořádání se nepodařilo získat snímky v režimu SE i BSE z jednoho místa současně. Tento problém byl vyřešen použitím mikroskopu s vysoce pokročilým detekčním systémem, jakým je Thermo Fisher (FEI) Scios. Mikroskop je kromě běžného Everhart-Thornleyho detektoru vybaven navíc i tzv. systémem TRINITY tvořeným trojicí detektorů umístěných v tubusu. Prvním z nich je detektor BSE signálu, detektor T1. Nad ním je umístěn detektor T2, který je uzpůsoben na detekci sekundárních elektronů. V horní části tubusu se nachází detektor T3, který s ohledem na svou pozici umožňuje detekci velmi pomalých sekundárních elektronů. Tento mikroskop umožňuje simultánní snímání až 4 obrazů pořízených různými detektory současně a tím také efektivní energiovou a úhlovou filtraci signálních elektronů. Scios je dále vybaven módem katodové čočky, který pomocí záporného předpětí na vzorku umožňuje zpomalení primárních elektronů na libovolně nízkou dopadovou energii (SLEEM technika). Schéma mikroskopu Scios je znázorněno na obr. 7.1.



Obr. 7.1. Schéma uspořádání detektorů mikroskopu FEI Scios [7].

Různé zobrazovací režimy mikroskopu umožňují dosáhnout nízké dopadové energie elektronů různými způsoby. Jako nejvhodnější způsob byl po srovnání snímků vyhodnocen režim označovaný jako Optiplan s parametry:

|                     |         |
|---------------------|---------|
| Dopadová energie    | 2 keV   |
| A-tube bias         | 8 kV    |
| Proud svazku        | 1,6 nA  |
| Pracovní vzdálenost | 6,25 mm |

V tomto režimu je svazek formován při napětí 10 kV v tzv. a-tube. Na tuto trubici je přivedeno vysoké kladné napětí. Po opuštění trubice jsou elektrony jejím polem brzděny a zpomalují na svoji dopadovou energii.

Signální elektrony opouštějící vzorek jsou naopak kladným elektrickým polem „nasávány“ do tubusu, čímž je zajištěna vyšší účinnost detektorů in-lens a in-column.

## 7.1 OBRAZOVÝ SIGNÁL V MIKROSKOPU SCIOS

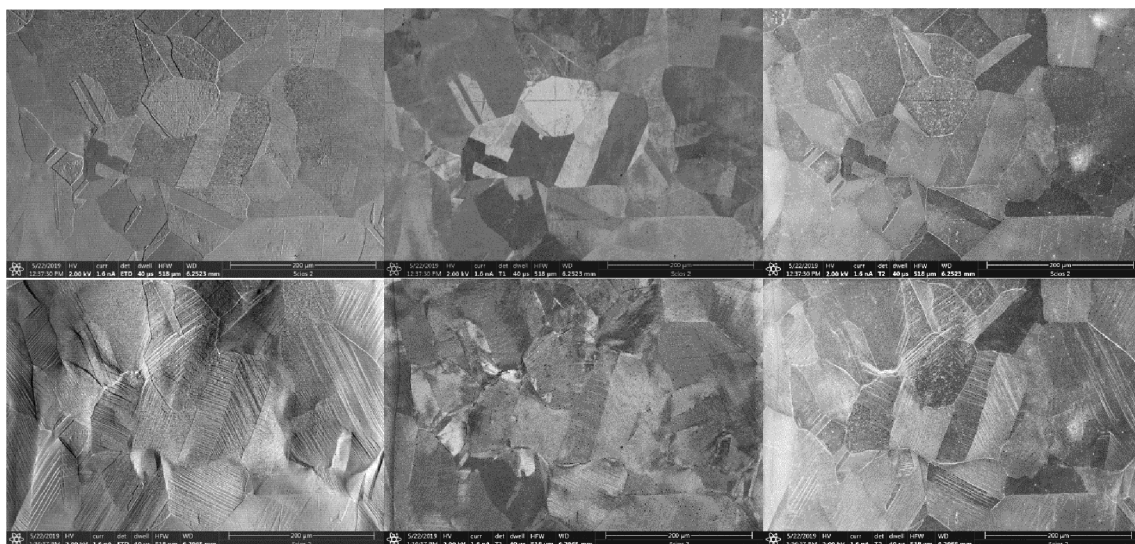
Mikroskop FEI Scios podle své konfigurace nabízí různé způsoby detekce obrazového signálu. U námi použitého zařízení se jednalo o klasický Everhart-Thornleyho detektor a dva in-lens detektory T1 a T2. Již na nedeformovaných vzorcích byl patrný výrazný rozdíl v získané obrazové informaci a v průběhu deformace se mikrosnímky struktury rovněž lišily.

**ETD** je umístěn v komoře mikroskopu a typicky se používá k detekci sekundárních elektronů. V našem experimentu v módu Optiplan je však velká většina sekundárních elektronů vtažena silným elektrickým polem do tubusu, kde je detekována pomocí detektorů in-lens a in-column. Na ETD tak dopadají zejména vysokoúhlové zpětně odražené elektrony a jimi vybuzené SE3. Tyto elektrony nesou především topografickou informaci. Krystalografická informace se týká naleptání hranic zrn a v průběhu deformace se objevuje výrazné zobrazení skluzových pásů.

**T1** jako detektor zpětně odražených elektronů dodával krystalografický kontrast, který se výrazně měnil v průběhu plastické deformace; zobrazení skluzových pásů nebylo příliš zřetelné.

**T2** jako detektor sekundárních elektronů emitovaných s nízkou energií a pod úhlem blízko optické osy poskytoval kontrast citlivý na povrchový stav vzorku. Ve snímcích je přítomen kontrast mezi jednotlivými zrny, nicméně se nejedná o kontrast kanálovací, jako je tomu v obrazu tvořeném BSE elektrony z detektoru T1.

Mikrosnímky pořízené současně pomocí výše zmíněných detektorů jsou v obr. 7.2.

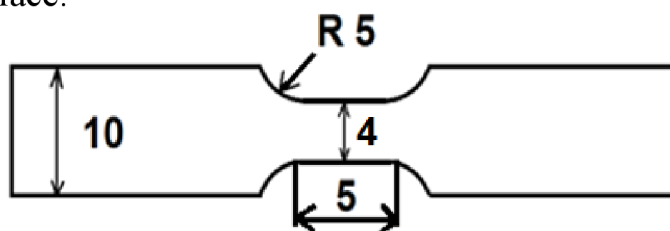


**Obr. 7.2.** Snímky v detektorech ETD, T1 a T2: horní řada odpovídá nedeformovanému vzorku, spodní řada vzorku těsně před přetržením.

Faktorem nejvíce ovlivňujícím výsledky pozorování se opět ukázala příprava vzorku. Některé vzorky vykazovaly již po založení do mikroskopu zřetelnou deformaci. V signálech detektorů ETD a T2 nebylo poškození struktury pozorovatelné, zatímco v obraze z detektoru T1 bylo poškození povrchu vzorku nedokonalou přípravou jasně patrné.

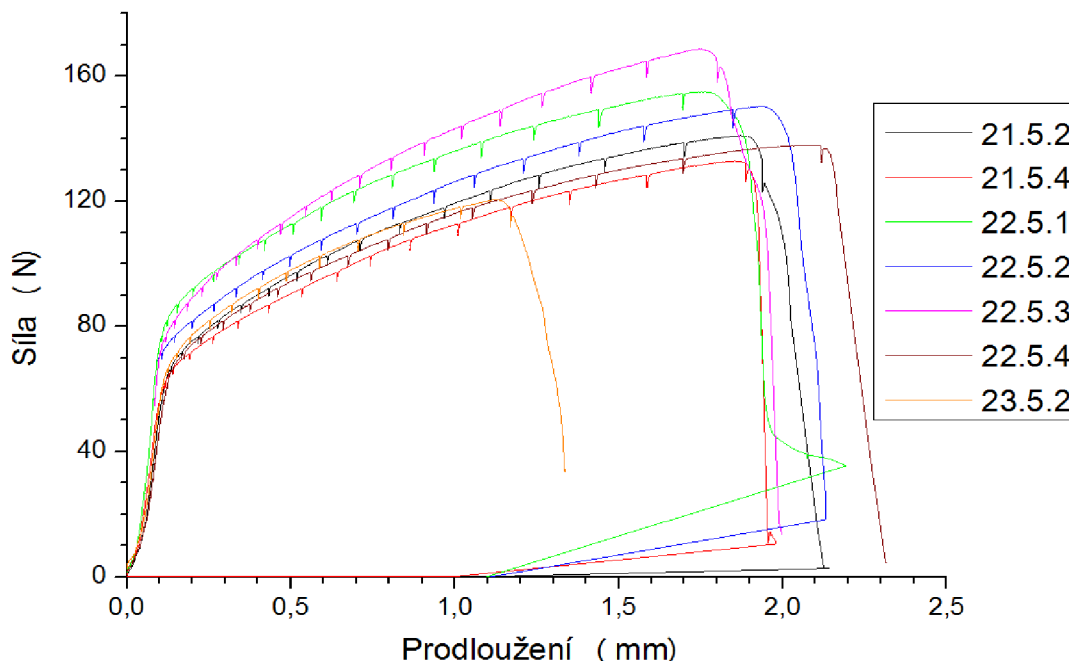
## 7.2 PRŮBĚH TAHOVÝCH ZKOUŠEK

Vzorky používané pro experimenty v mikroskopu Tescan Vega byly připraveny tak, aby umožnily předem zaměřit pozorování do oblasti maximální deformace. Pro experimenty ve Sciosu byly připraveny vzorky typu „dog bones“, aby bylo dosaženo rovnoměrné deformace.



Obr. 7.3. Schéma miniaturizovaného vzorku pro tahovou zkoušku plechů („dog bone“)

Vzhledem k malým rozměrům vzorku se na výsledcích silně podepisovaly i malé rozdíly v tloušťce materiálu. Průběh všech tahových diagramů však odpovídal očekávání a odchylky bylo možné vysvětlit drobnými rozdíly v přípravě, viz obr. 7.4.

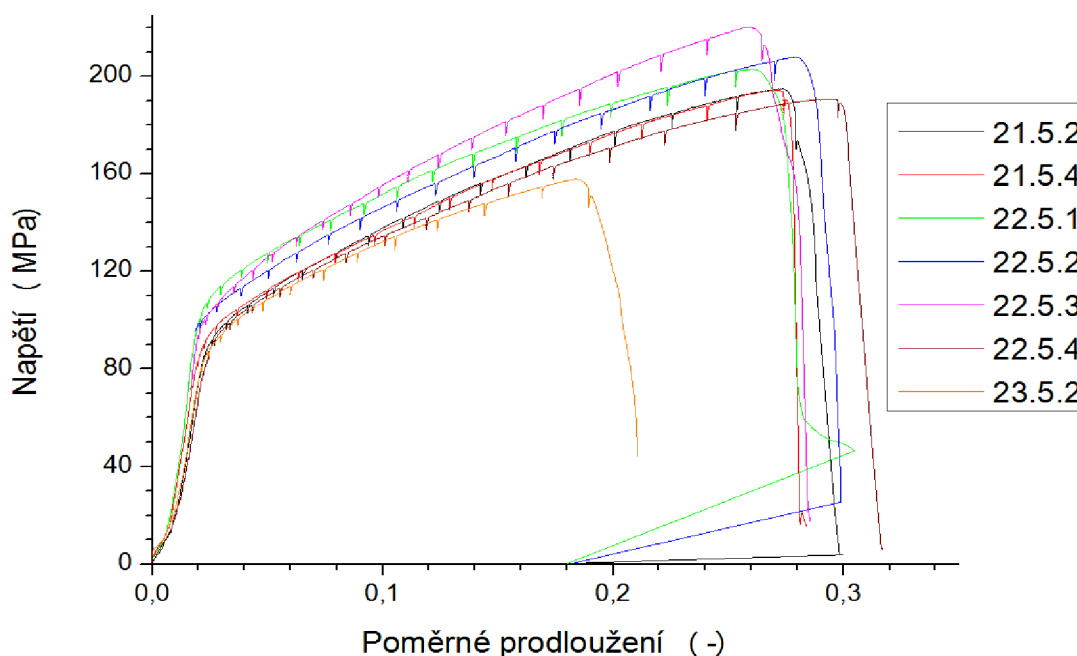


Obr. 7.4. Společné zobrazení tahových diagramů v jednotkách síly a prodloužení

Jediným vzorkem výrazně vybočujícím z řady srovnatelných výsledků byl vzorek označený číslem 22.5.1. K vytvoření trhliny a poklesu síly v tomto vzorku došlo již při prodloužení mírně překračujícím 1 mm, zatímco u ostatních vzorků došlo

k tomuto jevu až při výrazně vyšších hodnotách prodloužení. Jako nejpravděpodobnější příčina se jeví poškození hrany vzorku, které zapůsobilo jako koncentrátor napětí. V místě koncentrace napětí pak byl iniciován růst trhliny při nižší úrovni síly.

Přepočtení tahového diagramu (obr. 7.5) do jednotek napětí vedlo ke „sblížení“ zobrazených hodnot.



Obr. 7.5. Společné zobrazení tahových digramů v jednotkách napětí a poměrného prodloužení.

Tab 7.1. Srovnání pevnostních vlastností vzorků.

| Vzorek | Šířka | Tloušťka | $R_{t0,5}$ | $R_{p0,2}$ | $R_{max}$ |
|--------|-------|----------|------------|------------|-----------|
|        | mm    | mm       | MPa        | MPa        | MPa       |
| 21.5.2 | 4,02  | 0,18     | 28         | 88         | 189       |
| 21.5.4 | 4,02  | 0,17     | 29         | 89         | 188       |
| 22.5.1 | 4,02  | 0,19     | 36         | 102        | 197       |
| 22.5.2 | 4,02  | 0,18     | -          | -          | 203       |
| 22.5.3 | 4,03  | 0,20     | -          | 97         | 213       |
| 22.5.4 | 4,02  | 0,18     | 27         | 89         | 185       |
| 23.5.1 | 4,02  | 0,19     | -          | -          | 205       |
| 23.5.2 | 4,02  | 0,19     | 31         | 84         | 153       |

Mez pevnosti se pohybovala kolem 190 MPa, což přibližně odpovídá tabulkovým hodnotám pro měď. Srovnání meze pevnosti s tabulkovými hodnotami se však ukázalo poměrně obtížným. Pro určení meze kluzu u žíhané mědi se používají dva

přístupy, smluvní mez kluzu  $R_{p0,2}$  a smluvní mez kluzu  $R_{t0,5}$ , avšak autoři často způsob určení neuvádějí. Hodnoty se významně liší i v rámci jednoho postupu určení meze kluzu. Pro  $R_{p0,2}$  se jedná o interval 50-70 MPa, v případě  $R_{t0,5}$  byla nalezena hodnota 33 MPa. [7][9][10][11][12][13] Odečtem z diagramů byly získány hodnoty  $R_{p0,2}$  přibližně 90 MPa a  $R_{t0,5}$  asi 30 MPa.

V přehledu výsledků nacházíme dvě skupiny vzorků s téměř shodným chováním a jeden odlišný případ. Tyto skupiny je snad možno vysvětlit průběhem přípravy vzorků a přesností měření.

Strojně vyrobené vzorky byly nejdříve jemně obroušeny brusnou vatou pro odstranění zbytků lepidla použitého k uchycení vzorku při frézování, pro očištění nerovnoměrně zoxidovaného povrchu a odstranění otřepů. Toto obroušení bylo provedeno ručně. V této fázi mohly být vytvořeny nebo nedostatečně zahlazeny vruby na hranách vzorku, které pak působily jako koncentrátor napětí.

Očištěné vzorky byly žihány na teplotě  $750^{\circ}\text{C}$  po dobu 5 h, čímž bylo dosaženo relaxace deformace, která mohla být vnesena při výrobě vzorku. Dalším efektem byl růst velikosti zrna na velikost vhodnou pro pohodlné pozorování.

Poté byly vzorky přilepeny kyanoakrylátovým lepidlem na metalografický „špunt“ o průměru 30 mm pro automatizované broušení v metalografické brusce Struers Tegamin. Celkem bylo připraveno 12 vzorků. Bruska je vybavena unášecem pro 4 vzorky, takže se jednalo o 3 dávky vzorků. Po vyleštění vzorků postupem dle doporučení výrobce Struers byly vzorky se „špuntu“ snímány rozpuštěním lepidla acetonem v ultrazvukové čističce. Některé vzorky byly při snímání se „špuntu“ poškozeny nebo vykazovaly projevy deformace ve struktuře již při založení do mikroskopu. Pro analýzu tak zůstalo 8 vzorků. Preparace však nebyla monitorována tak podrobně, aby bylo možno jednoznačně prokázat souvislost rozdílů v hodnotách mechanických vlastností se specifickým průběhem přípravy vzorku.

Dalším faktorem, který mohl způsobit rozdíly mezi vlastnostmi vzorků, je jejich velmi malá tloušťka. I při měření digitálním posuvným měřítkem s krokem 0,01 mm představuje odchylka o 0,005 mm chybu přibližně 2,5 %. Na mezi kluzu se tak jedná o rozptyl  $\pm 2,5$  MPa a na mezi pevnosti  $\pm 5$  MPa. Při porovnávání dvou vzorků se mohou odchylky sečíst, takže dojdeme k možnému rozptylu 5 MPa na mezi kluzu a až 10 MPa na mezi pevnosti. Tato úvaha umožňuje prohlásit chování většiny vzorků za dostatečně podobné.

Nepochybnou odchylku vykázal vzorek 23.5.2., a totiž cca 40 MPa od ostatních vzorků. Tento rozdíl je možné přičíst hypotetické přítomnosti vrubu ve zkušební oblasti, který způsobil iniciaci trhliny při nižší hodnotě nominálního napětí.

Vzhledem k malým rozměrům jsou hodnoty napětí i poměrného prodloužení velmi citlivé na kvalitu obrobení vzorku; i drobné vruby na okrajích mohou mít na průběh zkoušky výrazný vliv. Zjištěný rozptyl samotného měření je tak možné považovat za přiměřený.



### 7.3 PŘÍKLADY VZHLEDU STRUKTUR V PRŮBĚHU TAHU

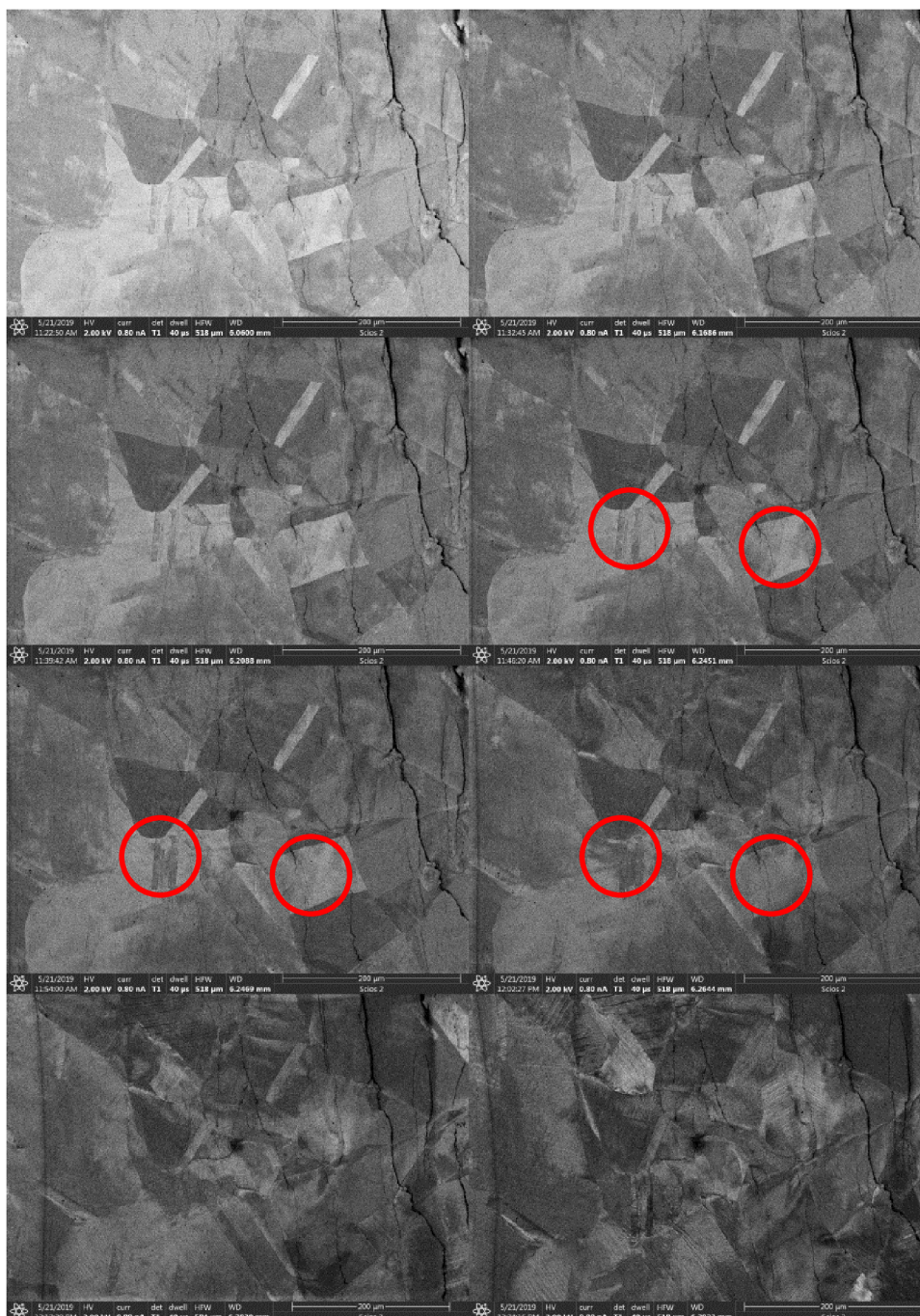
#### Vzorek 21.5.2

Rozměry pracovní oblasti vzorku  $4,02 \times 0,19$  mm,

$R_{t0,5} = 28$  MPa

$R_{p0,2} = 91$  MPa

$R_{\max} = 195$  MPa



*Obr 7.6. Snímky získané při napětích 0, 27, 53, 85, 113, 135, 162 a 195 MPa.*

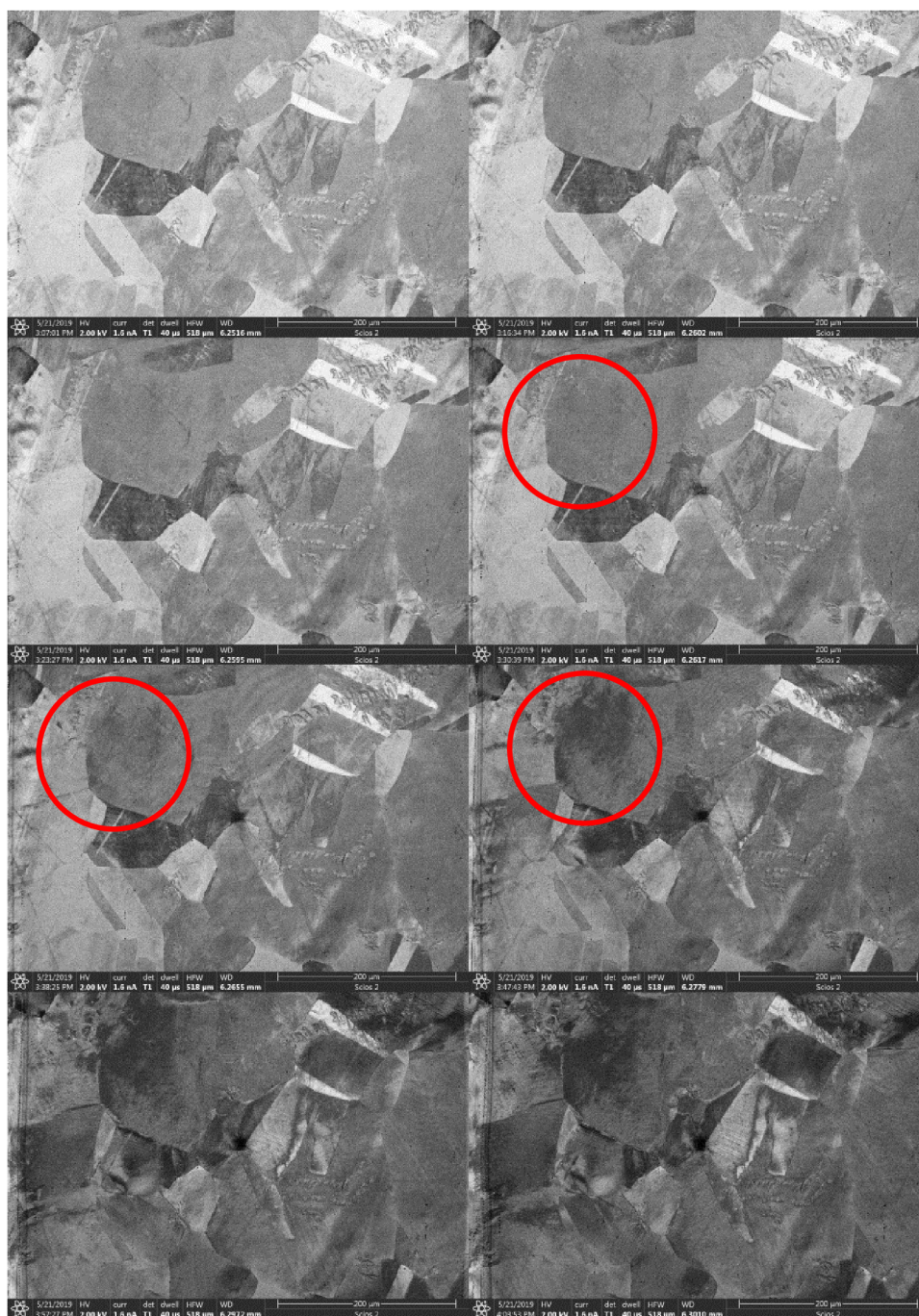
### Vzorek 21.5.4

Rozměry pracovní oblasti vzorku  $4,02 \times 0,17$  mm,

$R_{0,5} = 29$  MPa

$R_{p0,2} = 91$  MPa

$R_{max} = 194$  MPa



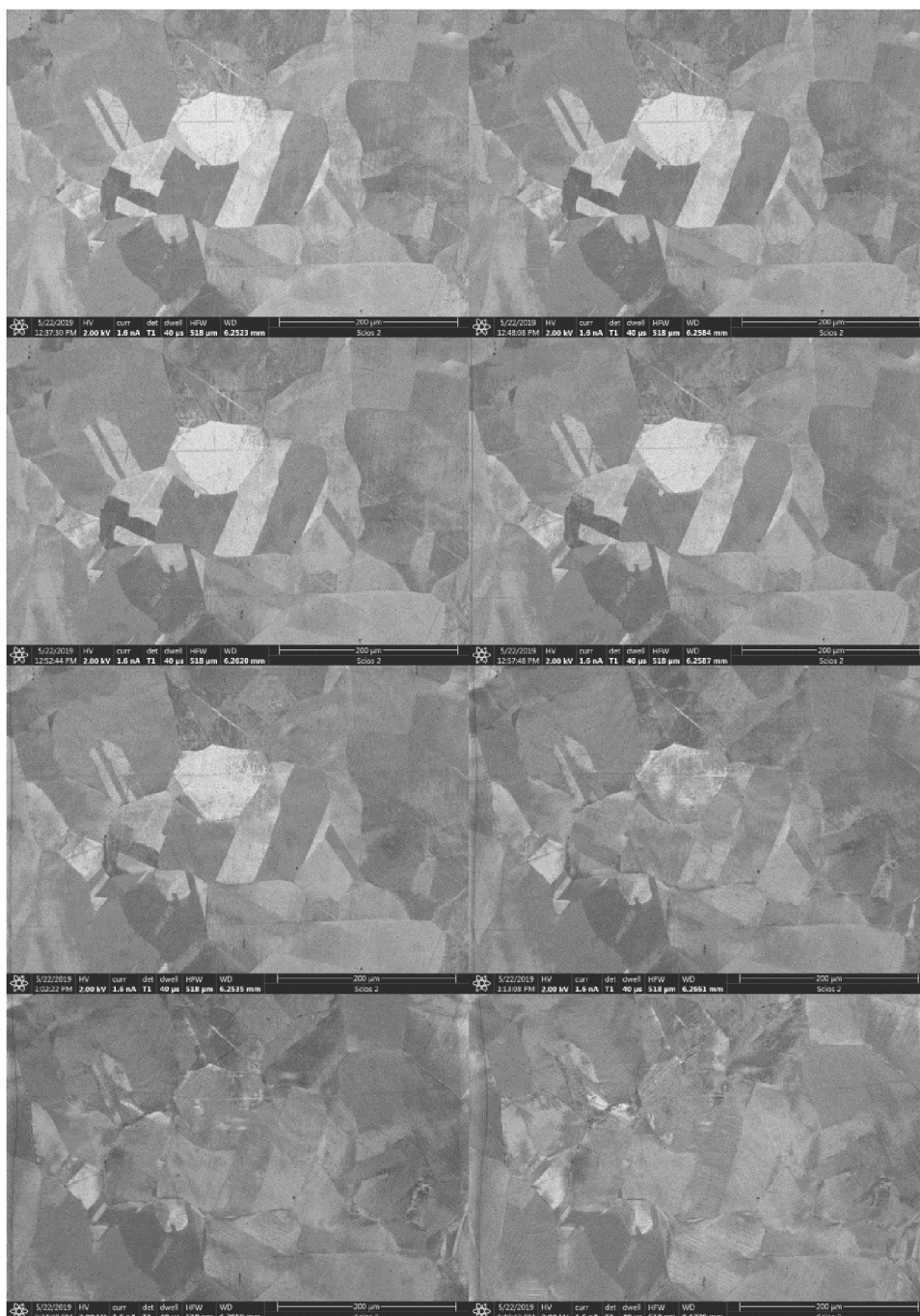
**Obr. 7.7.** Snímky získané při napětích 0, 30, 60, 90, 120, 150, 181 a 188 MPa

## Vzorek 22.5.2

Rozměry pracovní oblasti vzorku byly  $4,02 \times 0,18$  mm.

V průběhu měření vypadnul ovládací program. Natahování vzorku se podařilo zastavit až při síle 70 N, což odpovídá napětí 96,7 MPa. Nebylo tak možné určit mez kluzu.

$$R_{\max} = 208 \text{ MPa}$$



*Obr. 7.8. Snímky získané při napětích 0; 28; 99; 113; 127; 156; 185; 207MPa*

## 7.4 VYHODNOCENÍ SNÍMKŮ PRŮBĚHU DEFORMACE

V mikrosnímcích uvedených v předcházejícím odstavci pozorujeme, že k první viditelné změně kontrastu dochází mezi stavy odpovídajícími síle 60 N a 80 N. To odpovídá hodnotám napětí 76-90 MPa, respektive 102-120 MPa. Vzhledem k určené mezi kluzu 90 MPa se jedná o výsledek odpovídající očekávání. Za mezi kluzu již dochází k deformaci skluzem dislokací, jejich hromadění, multiplikaci a dalším jevům, které vedou ke zvýšení dislokační hustoty ve vzorku. Důsledkem je pak narušení krystalové struktury vzorku, která způsobuje vznik rozdílného kontrastu jednotlivých zrn materiálu mechanismem kanálovacího kontrastu.

Další vývoj struktury ukazuje na pokračující narušování homogenity uvnitř zrn. Přes plochu celého snímku přitom dochází k celkovému poklesu kontrastu souvisejícímu se změnami původní orientace zrn.

## 7.5 EXTRÉMNÍ DEFORMACE V OKOLÍ TRHLINY

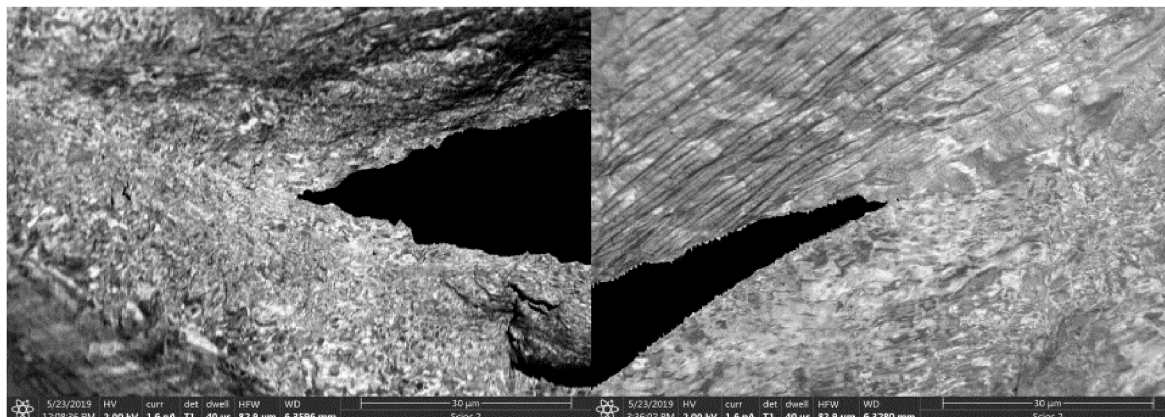
V průběhu tahové zkoušky byla mikroskopicky snímána předem vybraná skupina zrn a hodnoceny projevy rovnoměrné elasticko-plastické deformace. Na mezi pevnosti bylo dosaženo deformace přibližně 25%. Za mezi pevnosti dochází k lokalizaci deformace a tvorbě krčku. Za dalšího pokračování tahu pak deformace probíhá pouze v této oblasti za podmínek trojosé napjatosti. Přesné vyhodnocení napětí a velikosti deformace není možné vzhledem k málo známé geometrii oblasti. Je však zřejmé, že se bude jednat o hodnoty napětí přesahující mez pevnosti materiálu při velmi vysoké intenzitě deformace.

U některých vzorků bylo po zaznamenání poklesu síly přeneseno pozorování do oblasti čela trhliny. V okolí čela trhliny byla struktura vzorku velmi silně modifikována. Původní zrna je možné pouze tušit ve vzdálenosti kolem 100  $\mu\text{m}$  od trhliny. Blíže k trhlíně je struktura natolik přetvořena, že původní hranice zrn není možné rozeznat. Vzhled struktury by se dal přirovnat k ultrajemnozrnným (ultra-fine-grained (UFG)) materiálům. Ty bývají jako objemové připravovány pomocí metod výrazné plastické deformace (severe plastic deformation (SPD)). Tyto přístupy vnášejí do materiálu extrémní deformaci až 1000% a vzniká struktura s velikostí zrna pod 1  $\mu\text{m}$ . [14]

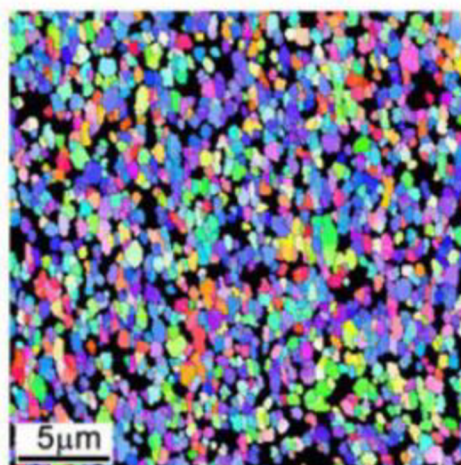
Srovnání vzhledu struktury našeho preparátu s UFG vzorky vytvořenými pomocí známé intenzity deformace může poskytnout hrubý odhad intenzity deformace v oblasti čela trhliny.

Vhodné srovnávací snímky vzorku po procesu HPT byly nalezeny v publikaci [15]. Jednalo se o vzorek o tloušťce 0,8 mm deformovaný rotací o  $\frac{1}{2}$  otáčky při tlaku 6 Gpa a srovnávaný snímek byl pořízen ve vzdálenosti 3,5 mm od středu vzorku. Rozměr zrna byl zjištěn jako srovnatelný s rozměrem zrna pozorovaným ve struktuře v blízkosti čela trhliny na tahovém vzorku. Vypočtená intenzita deformace byla  $\varepsilon = 7,94$ . Publikace také poskytla snímek pořízený ve vzdálenosti 1,5 mm od středu disku, kde intenzita deformace činila  $\varepsilon = 3,40$ . Tato struktura však byla hrubší, než struktura pozorovaná na tahovém vzorku.

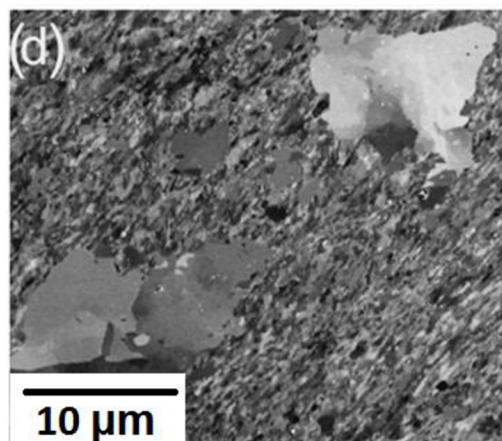
U vzorků prošlých procesem ECAP byla srovnatelná struktura získána při 8 průchodech způsobem Bc, kdy byla intenzita deformace přibližně  $\epsilon = 8$ . [16][17][15] Toto srovnání nám může posloužit k odhadu intenzity deformace. Stále se však jedná jen o hrubé přiblížení intenzit deformace na čele trhliny, jejíž geometrii není možné přesně definovat a navíc je v čase proměnná.



**Obr. 7.9.** Detaily čela trhliny vzorků 22.5.2; 23.5.1; 23.5.2.



**Obr. 7.10.** Struktura po procesu HPT, zjištěná pomocí EBSD (tl. 0,8 mm,  $N = 0,5$ ,  $r = 3,5$  mm) [15].



**Obr. 7.11.** Struktura mědi po procesu ECAP; 8 průchodů způsobem Bc, SLEEM,  $E_L = 2$  keV [4][16].

## 8 DISKUZE VÝSLEDKŮ

V průběhu měření byly získány výsledky, které se v některých bodech shodovaly s výstupem očekávaným na základě teoretické přípravy experimentu. Některé body však předpokládaným výstupům neodpovídaly. V této části budou diskutovány možné příčiny těchto jevů.

### 8.1 EXPERIMENTY V MIKROSKOPU TESCAN VEGA

*Standardní SE mikrosnímky v SEM vykazovaly lepší kontrast mezi zrny, než snímky pořízené v režimu SLEEM*

Ze sérií snímků získaných v mikroskopu TESCAN Vega na vzorcích typu pásek s otvorem poskytovaly výraznější kontrast snímky pořízené v běžném režimu SEM, než ty z režimu SLEEM. Vzorky byly čerstvě připravené a díky tomu bylo možné krystalografický kontrast pozorovat i v režimu sekundárních elektronů. Snímání probíhalo v bezprostřední blízkosti otvoru sloužícího jako koncentrátor napětí, kde bylo dosahováno nejvyššího napětí a nejintenzivnějších projevů deformace. V režimu SLEEM bylo nutné pozorovat ve větší vzdálenosti od otvoru z důvodu příliš velkého zakřivení povrchové ekvipotenciály u hrany otvoru. Intenzita deformace v pozorovaných oblastech tak nebyla srovnatelná. Vzhledem k nutnosti provádět mezi snímáním v režimech SE a SLEEM velké korekce nastavení, což znemožňovalo zobrazovat identické pole v obou režimech, byl tento režim pozorování ukončen.

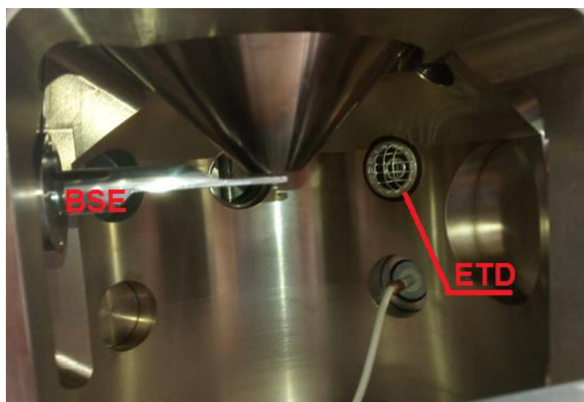
### 8.2 ROZDÍLY MEZI MIKROSKOPY SCIOS A VEGA PŘI ZOBRAZENÍ POMOCÍ ETD

Podstatou tohoto rozdílu je specifický způsob formování svazku v tubusu mikroskopu a tím i detekce jiného typu obrazového signálu.

Režim použitý v mikroskopu Scios využíval vysoký kladný potenciál na takzvané A-tube ke zpomalení elektronů a nasátí signálních elektronů do tubusu. Kladný potenciál přivedený na A-tube je řádově větší než kladný potenciál mřížky ETD (8000 V vs. 300 V). Sekundární elektrony jsou tedy vtaženy do tubusu a na ETD mohou dopadat zejména zpětně odražené elektrony opouštějící vzorek pod vysokým úhlem vzhledem ke svazku a SE3 těmito elektrony vybuzené. Budeme-li nicméně předpokládat, že do tubusu jsou vtaženy SE jen do jistého úhlu emise a že SE emitované pod vysokým úhlem od osy svazku jsou v ETD detekovány, pak dostaneme topografickou informaci; totéž platí i pro BSE nad cca 85°.

V přístroji Tescan Vega působí v komoře mikroskopu v módu SE pouze kladný potenciál mřížky ETD detektoru. Sekundární elektrony jsou díky své nízké energii staženy k detektoru, čímž je zajištěna vysoká účinnost jejich detekce. Zpětně odražené elektrony emitované ve směru detektoru na něj také dopadají, ale jen v

úzkém kuželi a detekce proto není účinná. ETD tak detekuje směs SE a BSE signálu s významnou převahou SE.



*Obr. 8.1. Foto komory mikroskopu VEGA s ETD na stěně komory.*

Ke vzniku silné krystalografické informace může dojít při dopadu BSE opouštějících vzorek pod vyššími úhly na čelisti tahového stolku, kde vybudí SE3. Tyto sekundární elektrony pak jsou polem ETD nasáty a detekovány – viz obr 8.2. Musíme ovšem předpokládat, že BSE jsou zachycovány z intervalu úhlu emise  $60^\circ$  až  $80^\circ$ , v němž krystalografický kontrast dominuje.

### **8.3 EXPERIMENTY V MIKROSKOPU THERMO FISHER (FEI) SCIOS**

Jedná se o složky signálu detekované kanály T1 a T2. V použitém mikroskopu Thermo Fisher Scios byly instalovány in-lens / through-the-lens detektory označované jako T1 a T2; detektor T3 nebyl instalován. Jejich umístění je naznačeno na schématu v obr. 7.1.

V použitém zobrazovacím režimu je svazek veden uvnitř A-tube, na kterou je přiveden vysoký kladný potenciál. Po opuštění trubice elektrony zpomalují na svoji dopadovou energii. Stejně elektrické pole pak vtahuje signální elektrony k detektorům umístěným v tubusu. Z údajů poskytnutých firmou FEI vyplývá, že detektor T1 zachycuje elektrony s energií vyšší než 600 eV, takže se jedná o čistý signál BSE, nicméně tvořený pouze elektrony emitovanými v úhlu do cca  $30^\circ$  od normály povrchu vzorku. Detektor T2 zachycuje elektrony s energií od 0 do 500 eV a také velmi malý podíl elektronů s vyšší energií opouštějících vzorek téměř v ose svazku. Signál tohoto kanálu je tedy tvořen převážně SE. BSE emitované pod vysokým úhlem mohou být v daném uspořádání zachycovány pouze prostřednictvím SE3, popřípadě i SE2.

Krystalografická informace obsažená v BSE detekovaných v kanálu T1 je v signálu detektoru T2 pravděpodobně také přítomna, je však překryta intenzitou signálu SE.

### ***Elastická deformace a její vliv***

Jak bylo popsáno v teoretické části, viditelné projevy elastické deformace nebyly v mikrosnímčích struktury kovu očekávány. Tento předpoklad se potvrdil. Při elastické deformaci dochází pouze k natahování vazeb mezi jednotlivými atomy. Může tak dojít ke zvětšení mezer mezi atomovými sloupci, avšak geometrie kanálovacího kontrastu není výrazně narušena.

### ***Plastická deformace a její vliv***

V teoretické části byl předpokládán vliv plastické deformace na vzhled struktury popsán z pohledu kanálovacího kontrastu. V různých krystalografických orientacích pronikají primární elektrony před pružnou srážkou „kanály“ mezi atomovými rovinami do různé hloubky vzorku. Po pružné srážce nebo srážkách, která nebo které významně mění jejich směr pohybu, je pak jejich šance na únik ze vzorku závislá na hloubce, ve které ke srážce došlo. Dojde-li k pružné srážce ve větší hloubce, sníží se pravděpodobnost, že elektron opustí vzorek a bude detekován – místo nižšího jasů obrazu. Plastická deformace narušuje vytvářením dislokací pravidelnost kanálů, kterými elektrony pronikají do hloubky vzorku.

V původně tmavších zrnech, kde elektrony pronikaly do velké hloubky a následně obtížně unikaly ze vzorku, tvoří atomy vychýlené ze svých pozic napětovým polem dislokace překážky kanálování. V těchto zrnech pak vznikají světlejší oblasti. Naopak v původně světlejších zrnech může docházet ke zvětšení hloubky průniku elektronů do vzorku a vznikají tak tmavé oblasti. Kontrast vzniklý kanálováním je velmi citlivý na náklon vzorku, jak dokládají mikrosnímky pořízené na UFG Cu i pro náklon pouze do  $1,5^\circ$  [37]. K významné změně kontrastu tedy postačují jen malé modifikace kanálů vytvořené napětovým polem dislokací.

Vzhledem k rozlišovací schopnosti použitého SEM není zde prezentovaná metoda schopná zobrazit dislokaci přímo. Posun atomů v okolí dislokace však rozšiřuje pole, ve kterém dislokace působí změny vzhledu struktury. Nakupení dislokací, ke kterému dochází při pokračování plastické deformace, pak tento efekt dále zesiluje.

### ***Detekovatelná deformace***

Předchozí experimenty zmíněné v kapitole 5 ukazovaly projevy deformace na extrémně deformovaných vzorcích, jako např. ocel po tixoformingu či UFG materiály připravené metodami výrazné plastické deformace. V těchto případech je možné dosahovat deformace v řádu stovek procent. V našem případě miniaturizované tahové zkoušky se jedná o deformace řádově menší. Hlavní otázkou tedy je minimální zaznamenaná intenzita deformace. Při tahových zkouškách doházelo k prodloužení o cca 25%. První projevy deformace ve vzhledu struktury byly zaznamenány při síle cca 80 N. Odečtením z grafů zjistíme, že jsme zaznamenali plastickou deformaci v rozmezí 3-4%.



### ***Možnosti určení intenzity deformace***

Určení intenzity deformace pomocí vzhledu struktury je velmi obtížné. Projevy deformace na úrovni jednotlivých zrn jsou silně závislé na jejich orientaci. Intenzitu vnesené deformace je tak možné pouze odhadovat. Přesné určení by vyžadovalo identická seskupení zrn ve zkušebním i porovnávacím vzorku, což není prakticky realizovatelné.

### ***Možnosti využití metody***

Experimenty na čisté mědi posloužily k ověření funkčnosti metody a rozsahu jejích možností. Z aplikačního hlediska je zobrazování deformace materiálu pomocí pomalých elektronů zajímavé například pro sledování vývoje struktury materiálů, u kterých dochází k deformací vyvolané fázové přeměně. Příkladem průmyslového materiálu takového typu jsou TRIP oceli.

## 9 ZÁVĚR

Tato práce popisuje provádění tahové zkoušky materiálu v komoře rastrovacího elektronového mikroskopu za současného sledování změn krystalografického kontrastu uvnitř zrn rekrystalizované Cu. Za tímto účelem byly studovány a následně optimalizovány parametry SEM s cílem dosáhnout maximálního krystalografického kontrastu. K experimentu byly použity dva typy mikroskopů umožňující režim katodové čočky, a to jednoduchý model Vega (Tescan) a pokročilý Scios (Thermo Fisher Scientific, dříve FEI). Pro mikroskop Vega byly jako optimální parametry zobrazení určeny klasické mikrosnímky v signálu SE. V mikroskopu Scios byl nasazen pokročilý detekční systém TRINITY, který výrazně rozšířil možnosti zobrazení díky simultánní detekci několika druhů signálů. Jako optimální způsob zobrazení byl zvolen režim mikroskopu označovaný jako Optiplan. Každý z detekčních kanálů poskytoval specifický obrazový signál, jejichž kombinace usnadňovala vyhodnocení projevů deformace ve struktuře.

První projevy deformace ve vzhledu mikrostruktury byly zaznamenány v obraze získaném pomocí in-lens detektoru T1 při intenzitě plastické deformace 3 - 4%. Míra projevů deformace ve struktuře pak dále narůstala až do přetržení vzorku, ke kterému docházelo přibližně při 25% deformaci.

Přesná kvantifikace intenzity deformace na základě vzhledu struktury není obecně možná. Získat lze její řádový odhad na základě podobnosti se strukturou o známé intenzitě deformace. Nejintenzivnější projevy deformace byly podle očekávání zaznamenány v okolí čela trhliny. Struktura svým vzhledem připomínala ultrajemnozrnné materiály připravené pomocí ověřených metod výrazné plastické deformace. Na základě podobnosti struktur pak byla odhadnuta intenzita deformace v této oblasti.

Experimenty se vzorky čisté mědi potvrdily možnosti použití in-situ miniaturizované tahové zkoušky a demonstrovaly zviditelnění deformace ve struktuře. Jednalo se o pilotní experimenty.

Dalším krokem vývoje metody bude její aplikace na průmyslové materiály. Jako nejpřínosnější se využití in-situ tahové zkoušky jeví u materiálů s deformačně indukovanou fázovou transformací. Typickým příkladem takového průmyslového materiálu jsou TRIP oceli využívané například v automobilovém průmyslu. Použití in-situ tahové zkoušky by umožnilo provádět analýzu fázové přeměny v průběhu zatěžování a z jednoho vzorku získat data pro celý průběh deformace.

## Seznam použité literatury

- [1] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. New York: Springer, 1998. ISBN 3-540-63976-4.
- [2] MÜLLEROVÁ, I., FRANK, L. Scanning low-energy electron microscopy. In *Advances in Imaging and Electron Physics*. Ed. P. W. Hawkes. London: Academic Press, 2003, p. 309-438. ISBN 0-12-014770-X.
- [3] AOYAMA, T. et al. Selective backscattered electron imaging of material and channeling contrast in microstructures of scale on low carbon steel controlled by accelerating voltage and take-off angle. *ISIJ International*, 2011, vol. 51, no. 9, pp. 1487-1491. ISSN 0915-1559.
- [4] MIKMEKOVÁ, Š.: *Přímé zobrazení vnitřního napětí v krystalu pomocí pomalých elektronů*. Brno, 2012. Diplomová práce. Masarykova Univerzita. Přírodovědecká fakulta.
- [5] MIKMEKOVÁ, Š. et al. Microstructure of the ultra-fine grained Cu by UHV SLEEM. In: *MC 2009 - microscopy conference: first joint meeting of Dreiländertagung and multinational conference on microscopy*. Graz: Verlag der Technischen Universität, 2009, pp. 515-516. ISBN 978-3-85125-062-6.
- [6] PILKEY, W. D., PILKEY, D. F., PETERSON, R. E. *Peterson's stress concentration factors*. Hoboken: John Wiley, 2007. ISBN 978-0-470-04824-5.
- [7] MIKMEKOVÁ, Š, NAKAMICHI H, NAGOSHI M. Benefits of angular and energy separation of slow signal electrons in SEM. In *European Microscopy Congress 2016: Proceedings*. Lyon, 28. 08. 2016-02. 09. 2016. Oxford: Wiley, 2016, p. 426–427. ISBN 978-352780846-5.
- [8] *Copper, Cu; annealed* [online]. [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: [http://www.matweb.com/search/datasheet\\_print.aspx?matguid=9aeb83845c04c1db5126fada6f76f7e](http://www.matweb.com/search/datasheet_print.aspx?matguid=9aeb83845c04c1db5126fada6f76f7e).
- [9] Yield (engineering). In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. Last revision 7th of August 2020 [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Yield\\_\(engineering\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Yield_(engineering)).
- [10] *Copper properties. Efunda engineering fundamentals* [online]. [cit. 2020-07-01]. Dostupné z: <https://www.efunda.com/materials/alloys/copper/properties.cfm>.
- [11] *Wrought and unwrought coppers—compositions, properties and uses* [online]. 2018, [cit. 7. 1. 2020]. Dostupné z: <https://copperalliance.org.uk/knowledge-base/resource-library/coppers-compositions-properties-uses/>.

- [12] KELČA, M. *Vlastnosti mědi Cu-DHP* [online]. 2019 [cit. 7. 1. 2020].  
Dostupné z:  
[https://medenerozvody.cz/sites/default/files/content\\_attachments/cu-dhp\\_cze\\_cor.pdf](https://medenerozvody.cz/sites/default/files/content_attachments/cu-dhp_cze_cor.pdf).
- [13] ČSN EN 13599 (421501): 2014. Měď a slitiny mědi: desky, plechy a pásy z mědi pro použití v elektrotechnice. Praha: Český normalizační institut, 2014. 20 s.
- [14] VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, vol. 45, pp. 103-189. ISSN 0079-6425.
- [15] HUANG, Y. et al. The significance of self-annealing at room temperature in high purity copper processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, vol. 656, pp. 55-6. ISSN 0921-5093.
- [16] MIKMEKOVÁ, Š. et al. Grain Contrast Imaging in UHV SLEEM. *Materials Transactions*, 2010, vol. 51, no. 2, pp. 292-296. ISSN 1345-9678.
- [17] SURI, A. et al. Analysis and detection of low-energy electrons in scanning electron microscopes using a Bessel box electron energy analyser. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena* [online]. 2020, vol. 241, 146823. Dostupné z  
<https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0368204818301853?token=11FDDA817409B0E3C01B2551B1C36DFF4D8C464E7637D7E806CB27CF2A139738BC5DB3E7622272806AAED26175525032>. ISSN 0368-2048.

## Jakub Piňos

Státní příslušnost: Česká republika

☎ (+420) 728586160

Datum narození: 22/06/1988

Pohlaví: Muž

✉ E-mailová adresa: [pinosjakub@seznam.cz](mailto:pinosjakub@seznam.cz)

📍 Adresa: Neuzilova 17, 625 00 Brno (Česko)

### PRACOVNÍ ZKUŠENOSTI

---

#### PhD. student

*ISI Brno* [ 01/01/2014 – Aktuální ]

Město: Brno

Země: Česko

#### Stážista

*JFE Steel corporation* [ 07/09/2015 – 27/11/2015 ]

Město: Kawasaki

Země: Japonsko

### PUBLIKACE

---

PIŇOS, J., Š. MIKMEKOVÁ a L. FRANK. About the information depth of backscattered electron imaging. *Journal of Microscopy* [online]. 2017, 266(3), 335-342 [cit. 2021-6-9]. ISSN 00222720

MA, Haili, Šárka MIKMEKOVÁ, Ivo KONVALINA, et al. Imaging Ferroelectric Nanodomains in Strained BiFeO<sub>3</sub> Nanoscale Films Using Scanning Low-Energy Electron Microscopy: Implications for Low-Power Devices. *ACS Applied Nano Materials* [online]. 2021, 4(4), 3725-3733 [cit. 2021-6-9]. ISSN 2574-0970.

KONVALINA, Ivo, Benjamin DANIEL, Martin ZOUHAR, et al. Very Low Energy Electron Transmission Spectroscopy of 2D Materials. *Microscopy and Microanalysis* [online]. 2020, 26(S2), 2636-2638 [cit. 2021-6-9]. ISSN 1431-9276

FIALOVÁ, Dana, Radim SKOUPÝ, Eva DROZDOVÁ, Aleš PATÁK, Jakub PIŇOS, Lukáš ŠÍŇ, Radoslav BEŇUŠ a Bohuslav KLÍMA. The Application of Scanning Electron Microscopy with Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX) in Ancient Dental Calculus for the Reconstruction of Human Habits. *Microscopy and Microanalysis* [online]. 2017, 23(6), 1207-1213 [cit. 2021-6-9]. ISSN 1431-9276

### ZNALOST JAZYKŮ

---

Mateřský jazyk/jazyky:

čeština

Další jazyk(y):

#### Angličtina

POSLECH C1 ČTENÍ C1 PSANÍ C1

SAMOSTATNÝ ÚSTNÍ PROJEV C1

MLUVENÁ KOMUNIKACE C1

#### ruština

POSLECH A2 ČTENÍ A2 PSANÍ A2

SAMOSTATNÝ ÚSTNÍ PROJEV A2

MLUVENÁ KOMUNIKACE A2

### PRÁCE VE SKUPINĚ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE NA ISI BRNO

---

Činnost ve skupině

[ 01/01/2014 – Aktuální ]

Stavba a provoz UHV zařízení

Obsluha komerčních mikroskopů v ISI

## ABSTRAKT

Rastrovací elektronová mikroskopie patří k běžným technikám analýzy moderních strojírenských materiálů. Rozvoj různých zobrazovacích technik umožňuje volit vhodný způsob pozorování pro získání nových informací o vzorku. Tato práce se zabývá přímým zobrazením deformace v kovových vzorcích pomocí rastrovací mikroskopie pomalými elektrony v průběhu in-situ tahové zkoušky. Experimenty byly provedeny na vzorcích z čisté mědi. V průběhu zkoušek byly získány snímky umožňující sledovat vývoj vlivu deformace na mikrostrukturu materiálu od jeho prvních projevů ve struktuře při intenzitách plastické deformace 3-4% až po extrémní plastickou deformaci na čele trhliny.

## ABSTRACT

Scanning electron microscopy is one of the common tools for the analysis of advanced engineering materials. The development of various techniques allows choosing an appropriate mode of observation to obtain new information about sample structure and properties. The thesis deals with direct imaging of deformation in metal samples by scanning low energy electron microscopy during the in-situ tensile test. Experiments were performed on pure copper samples. Images obtained during the tensile test allow us to observe the effect of deformation in the structure of metal from the first appearance of these effects in structure at deformation intensities about 3-4% up to extreme plastic deformation at the crack tip.

