



Diplomová práce

Optimalizace parametrů EBSD analýzy pro charakterizaci struktury a fázového složení izotermicky kalených litin

Studijní program:

N0719A270001 Nanotechnologie

Studijní obor:

3942T002 Nanomateriály

Autor práce:

Bc. Denisa Harantová

Vedoucí práce:

Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.

Zadávací katedra:

Katedra materiálu, FS

Liberec 2023



Zadání diplomové práce

Optimalizace parametrů EBSD analýzy pro charakterizaci struktury a fázového složení izotermicky kalených litin

Jméno a příjmení:

Bc. Denisa Harantová

Osobní číslo:

M21000189

Studijní program:

N0719A270001 Nanotechnologie

Studijní obor (specializace):

3942T002 Nanomateriály

Zadávací katedra:

Katedra materiálu, FS

Akademický rok:

2023/2024

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte rešerši na téma EBSD analýza
2. Připravte testovací vzorky izotermicky kalených litin pro EBSD analýzu
3. Ověřte vliv jednotlivých parametrů (rychlost, délka kroku, binning, integrace...) na získané informace
4. Provedte diskuzi a stanovte závěry

Rozsah grafických prací: dle potřeby dokumentace
Rozsah pracovní zprávy: 50–70 stran
Forma zpracování práce: tištěná/elektronická
Jazyk práce: Čeština

Seznam odborné literatury:

- [1] SHEKHAR, Shashank, et al. Electron Backscatter Diffraction Technique: Fundamentals to Applications. Online. In: BISWAS, Krishanu; SIVAKUMAR, Sri a GURAO, Nilesh (ed.). Electron Microscopy in Science and Engineering. IITK Directions. Singapore: Springer Nature Singapore, 2022, s. 35-60. ISBN 978-981-16-5100-7.
- [2] GINTALAS, Marius a RIVERA-DIAZ-DEL-CASTILLO, Pedro E.J. Advanced Electron Microscopy: Progress and Application of Electron Backscatter Diffraction. Online. In: Encyclopedia of Materials: Metals and Alloys. Elsevier, 2022, s. 648-661. ISBN 9780128197332. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819726-4.00075-2>.
- [3] ZAEFFERER, S., et al. Electron backscatter diffraction (EBSD) techniques for studying phase transformations in steels. Online. In: Phase Transformations in Steels. Elsevier, 2012, s. 557-587. ISBN 9781845699710.
- [4] SCHWARTZ, Adam J.; KUMAR, Mukul; ADAMS, Brent L. a FIELD, David P. (ed.). Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Online. Boston, MA: Springer US, 2009. ISBN 978-0-387-88135-5. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/978-0-387-88136-2>.

Vedoucí práce: Ing. Pavel Kejzlar, Ph.D.
Katedra materiálu, FS

Datum zadání práce: 9. října 2023
Předpokládaný termín odevzdání: 14. května 2024

prof. Ing. Zdeněk Plíva, Ph.D.
děkan

L.S.

doc. Ing. Adam Hotař, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci jsem vypracovala samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Jsem si vědoma toho, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má diplomová práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědoma následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

14. května 2024

Bc. Denisa Harantová

Poděkování

Děkuji Ing. Michaele Petržílkové, že byla otevřená možností a přivedla mě k tématu této diplomové práce. Největší poděkování patří Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ph.D. vedoucímu mé diplomové práce, který pro mě byl záchranou a podporou ve všech situacích. Zcela zásadní pro mě jsou jeho odborné a široké znalosti a umění tyto znalosti předávat dál ve srozumitelné formě doplněné o ručně malované nákresy a obrázky. Také mu patří velké poděkování za to, jak mě s lehkostí, humorem a velkou trpělivostí provedl celým tématem. Dále děkuji Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace, TUL, že mi umožnil pracovat v Laboratoři mikroskopie a využívat její vybavení.

Optimalizace parametrů EBSD analýzy pro charakterizaci struktury a fázového složení izotermicky kalených litin

Abstrakt

Diplomová práce řeší optimalizaci parametrů metody difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) pro izotermicky kalené litiny. Izotermicky kalené litiny jsou materiály hojně používané v průmyslu, jejichž fyzikální i chemické vlastnosti jsou závislé na jejich krystalové struktuře. Difrakce zpětně odražených elektronů je metoda zakomponovaná do skenovacího elektronového mikroskopu (SEM). V rámci konstrukce skenovacího elektronového mikroskopu je umístěn EBSD detektor, který zachycuje zpětně odražené elektrony a na základě nich určuje krystalografickou strukturu převážně metalografických vzorků. Jedná se o velmi citlivou mikroanalýzu, u které musí být parametry voleny důkladně. Cílem diplomové práce je zvolit jednotlivé parametry nastavení analýzy tak, aby analýza poskytovala co nejkorektnější informace o krystalové struktuře vzorku izotermicky kalené litiny. Optimalizace výsledků analýzy je dosahováno postupným zkoumáním jednotlivých parametrů. Tyto parametry jsou rozděleny do čtyř základních skupin podle toho, jaká část zařízení je využívá. Jedná se o nastavení parametrů hardwaru, napětí a proudu primárního svazku, detektoru i skenování. U nastavení parametrů hardwaru je zkoumán konstrukční vliv vzdálenosti vzorku od pólového nástavce skenovacího elektronového mikroskopu a vzdálenost EBSD detektoru od skenovaného místa vzorku. Proud primárního svazku dopadající na vzorek je ovlivňován zvoleným urychlovacím napětím a použitou aperturou. Analýza je také ovlivněna parametry nastavení funkcí zvaných Binning Mode a Frame Averaging v ovládacím softwaru EBSD detektoru. Samotné skenování je závislé na délce kroku primárního svazku a na expozičním čase. Všechna tato nastavení jednotlivých parametrů jsou v průběhu celého měření zkoumána a vyhodnocována. Vyhodnocení probíhá na základě vizuálního zkoumání i porovnávání kvantitativních výsledků různých funkcí dostupných v EBSD softwaru AZtec 3.3. firmy Oxford Instruments. Konkrétní hodnoty zvolených parametrů jsou vyhodnoceny jako vhodné, pokud software mohl indexovat difrakční obrazec. K tomu mohlo dojít, pouze pokud difrakční obrazec vznikl v dostatečné kvalitě, přičemž jeho kvalita je závislá na použití vhodných parametrů v průběhu analýzy.

Klíčová slova

difrakce zpětně odražených elektronů, EBSD, elektronová difrakce, izotermicky kalená litina, krystalografická struktura, Oxford Instruments

Optimization of EBSD acquisition parameters for structural and phase characterization of isothermally hardened cast iron

Abstract

The thesis deals with the optimization of the parameters of the electron backscattered diffraction (EBSD) method for isothermally hardened cast irons. Isothermally hardened cast irons are materials widely used in industry, whose physical and chemical properties depend on their crystal structure. EBSD is a method incorporated into the scanning electron microscope (SEM), wherein an EBSD detector captures the backscattered electrons and uses them to determine the crystallographic structure of predominantly metallographic samples. This is a very sensitive microanalysis for which the parameters must be chosen carefully. Hence, the aim of the thesis is to select the individual parameters of the analysis setup so that the analysis provides the most accurate information about the crystal structure of the isothermally hardened cast iron sample. The optimization of the analysis results is achieved by successively examining the individual parameters. These parameters are divided into four basic groups according to the part of the equipment that uses them: hardware parameter settings, primary beam voltage and current, detector and scanning. For the hardware parameter settings, the design effect of the distance of the sample from the SEM pole attachment and the distance of the EBSD detector from the sample scan site are investigated. The primary beam current incident on the sample is influenced by the selected accelerating voltage and the aperture used. The analysis is also influenced by the setting parameters of the functions called Binning Mode and Frame Averaging in the control software of the EBSD detector. The scan itself is dependent on the step size of the primary beam and the exposure time. All these individual parameter settings are examined and evaluated throughout the measurement. The evaluation is based on visual examination and comparison of quantitative results of various functions available in the EBSD software AZtec 3.3. from Oxford Instruments. The specific values of the selected parameters are evaluated as appropriate if the software could index the diffraction pattern. This could only occur if the diffraction pattern was of sufficient quality, the quality of which is dependent on the use of appropriate parameters during the analysis.

Keywords

Electron backscatter diffraction, EBSD, electron diffraction, isothermally hardened cast iron, crystallographic structure

Obsah

Úvod	12
Teoretická část	14
1.1 Struktura a vlastnosti materiálu	14
1.1.1 Železo.....	14
1.1.2 Oceli a litiny.....	17
1.2 Metody studia struktury	21
1.2.1 Zobrazovací metody.....	21
1.2.2 Analytické metody	22
1.3 Difrakce zpětně odražených elektronů	25
1.3.1 Historie i současnost EBSD	25
1.3.2 Příprava metalografického vzorku pro EBSD analýzu	26
1.3.3 Průběh analýzy	27
1.3.4 Parametry ovlivňující kvalitu difrakčního obrazce.....	34
1.3.5 Parametry hodnotící úspěšnost proběhlé analýzy	39
1.3.6 Krystalografické informace získané z analýzy	39
1.3.7 Aplikace a využití EBSD analýzy.....	40
Praktická část	41
2.1 Experimentální vybavení	41
2.2 Výroba vzorku a jeho příprava pro EBSD analýzu	41
2.3 Počátek analýzy – nastavení mikroskopu a detektoru	44
2.4 Základní parametry	44
2.4.1 Pojmenování naměřených výsledků	45
2.5 Průběh měření, výsledky analýz a jejich zhodnocení.....	45
2.5.1 Nastavení hardwaru – vliv pracovní vzdálenosti	45
2.5.2 Nastavení hardwaru – vliv zasunutí EBSD detektoru.....	47
2.5.3 Nastavení skenování – vliv délky kroku.....	52
2.5.4 Nastavení skenování – vliv expozičního času	54
2.5.5 Nastavení detektoru – vliv funkce Binning Mode	57
2.5.6 Nastavení detektoru – vliv funkce Frame averaging	58
2.5.7 Nastavení primárního elektronového svazku – vliv urychlovacího napětí ..	60
2.5.8 Nastavení primárního elektronového svazku – vliv apertury	65
Diskuze	67
Závěr	70
Bibliografie	71

Seznam obrázků

Obrázek 1 – Rovnovážný binární diagram železo-uhlík. Převzato z [1].	15
Obrázek 2 – Transformační diagram izotermického rozpadu austenitu nelegované tvárné litiny s obsahem 3,7 % C a 2,9 % Si. Převzato z [7].	18
Obrázek 3 – Schéma komponentů potřebných pro EBSD analýzu.	27
Obrázek 4 – Schéma průběhu EBSD analýzy	28
Obrázek 5 – Braggova podmínka. Převzato z [36].	28
Obrázek 6 – Kosselovy kužely	29
Obrázek 7 – Difrakční obrazec.	30
Obrázek 8 – Průběh tvorby Kikuchiho pásů	30
Obrázek 9 – Houghova transformace. Převzato z [41].	31
Obrázek 10 – Bod v kartézském prostoru (x, y) je transformován na sinusoidu v Houghově prostoru. Převzato z [44].	32
Obrázek 11 – Tři kolineární body (x _i , y _i) v kartézském prostoru jsou transformovány na tři sinusoidy v Houghově prostoru. Převzato z [45].	32
Obrázek 12 – Za a) světlé vrcholy v Houghově prostoru korespondují s difrakčními obrazci na obrázku b). Převzato z [44].	33
Obrázek 13 – a) mezi-rovinné úhly analyzované programem b) tabulka úhlů ze známé databáze. Převzato z [44].	33
Obrázek 14 – Schéma parametrů používaných pro optimalizaci analýzy	34
Obrázek 15 – Geometrie zařízení popisující pracovní vzdálenost	35
Obrázek 16 – Vliv apertury na hloubku ostrosti. Převzato z [53].	37
Obrázek 17 – Funkce Binning Mode 1×1, 2×2 a 4×4. Převzato z [45].	37
Obrázek 18 – Struktura vzorku v optickém mikroskopu, DIC, zvětšeno 500x.	42
Obrázek 19 – Vzorek v přednakloněném držáku	43
Obrázek 20 – Uspořádání v komoře SEM v průběhu realizace EBSD analýzy	44
Obrázek 21 – Vliv pracovní vzdálenosti na zachycenou intenzitu signálu	46
Obrázek 22 – Vliv pracovní vzdálenosti na zachycené difrakční obrazce	47
Obrázek 23 – Rozmístění detektorů v komoře SEM. Převzato z [36].	48
Obrázek 24 – Difrakční obrazce: a) EBSD detektor plně zasunut; b) EBSD detektor povysunut o 2 mm	51
Obrázek 25 – Vliv délky kroku na kvalitu difrakčního obrazce	53
Obrázek 26 – Vliv expozičního času	55
Obrázek 27 – Kvalita difrakčních obrazců při různém Binning Mode	58
Obrázek 28 – Vliv urychlovacího napětí na kvalitu Kikuchiho pásů	61
Obrázek 29 – Vliv urychlovacího napětí znázorněný na fázových mapách	63
Obrázek 30 – Interakční objem elektronů ve vzorku	64
Obrázek 31 – Fázové mapy při změnách apertur	66

Seznam grafů

Graf 1 – Průběh tepelného zpracování vzorku	42
Graf 2 – Vliv pracovní vzdálenosti na EDS signál	49
Graf 3 – Vliv pracovní vzdálenosti na EDS signál při vysouvání EBSD detektoru	50
Graf 4 – Vliv délky kroku na hodnoty Hit Rate	52
Graf 5 – Vliv délky kroku na hodnoty MAD	53
Graf 6 – Vliv Binning Mode na čas	56
Graf 7 – Porovnání maximálního možného expozičního času s automaticky voleným časem	57
Graf 8 – Vliv Binning Mode a Frame Averaging na dobu analýzy jednoho pixelu na vzorku	59
Graf 9 – Vliv urychlovacího napětí na expoziční čas (vlevo) a na akviziční čas (vpravo).....	60
Graf 10 – Vliv urychlovacího napětí na kvalitu difrakčních obrazců podle „Zero Solution“.	62
Graf 11 – Vliv apertury na expoziční čas.....	65

Seznam tabulek

Tabulka 1 – GJS 400-15 chemické složení [hm. %] stanovené pomocí GDOES a spalovací zkouškou (S, C) (převzato ze článku [36]).....	41
Tabulka 2 – Parametry broušení a leštění vzorku	43
Tabulka 3 – Výchozí nastavení hodnot proměnných pro analýzu	45
Tabulka 4 – Hodnoty Hit Rate a Band Contrast při vysunutí EBSD detektoru o 2 mm.....	51
Tabulka 5 – Vliv délky kroku na akviziční čas.....	54
Tabulka 6 – Průměrné hodnoty výskytu austenitu, feritu a Zero Solution při změně urychlovacího napětí	64
Tabulka 7 – Vliv apertury na Hit Rate	66
Tabulka 8 – Průměrné hodnoty výskytu austenitu, feritu a Zero Solution při změně apertury	66

Seznam zkratek

ARA	Anizotermický rozpad austenitu
BCC	Kubická prostorově středěná mřížka (Body Centred Cubic)
BEKD	Kikuchiho difrakce zpětně odražených elektronů (Backscatter Electron Kikuchi Diffraction)
BEKP	Kikuchiho difrakční obrazce tvořené zpětně odraženými elektrony (Backscatter Electron Kikuchi Pattern)
BKD	Kikuchiho difrakce se zpětným rozptylem (Backscatter Kikuchi Diffraction)
BKP	Kikuchiho difrakční obrazec (Backscatter Kikuchi Pattern)
BSE	Zpětně odražený elektron (Backscattered Electron)
CCD	Speciální typ elektronického čipu (Charge Coupled Device)
CMOS	Typ čipu používaného v logických obvodech (Complementary Metal-Oxide Semiconductor)
DIC	Diferenciální interferenční kontrast (Differential interference contrast)
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů (Electron Backscatter Diffraction)
EBSP	Difrakční obrazec zpětně odražených elektronů (Electron Backscatter Pattern)
EDS	Energiově disperzní rentgenová spektroskopie (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)
FCC	Kubická plošně středěná mřížka (Face Centred Cubic)
IPF	Inverzní pólové obrazce (Inversed Pole Figures)
IPPS	Počet indexovaných pixelů za sekundu (Indexed Pixel Per Second)
IRA	Izotermický rozpad austenitu
MAD	Průměrná úhlová odchylka (Mean angular deviation)
PXRD	Prášková rentgenová difrakce (Powder X-ray Diffraction)
SCXRD	Krystalová rentgenová difrakce (Single Crystal X-ray Diffraction)
SE	Sekundární elektrony (Secondary Electron)
SEM	Skenovací elektronový mikroskop (Scanning Electron Microscope)
SIT	Speciální typ elektronického čipu (Silicon Intensified Target)
TEM	Transmisní elektronový mikroskop (Transmission Electron Microscopy)
TPP	Čas pro analýzu jednoho pixelu na vzorku (Time per pixel)
WD	Pracovní vzdálenost (Working Distance)
WDS	Vlnově disperzní rentgenová spektroskopie (Wave-Dispersive X-ray Spectroscopy)

Úvod

Diplomová práce se zabývá optimalizací jednotlivých parametrů ovlivňujících metodu difrakce zpětně odražených elektronů pro izotermicky kalené litiny. Izotermicky kalené litiny jsou materiály hojně používané v průmyslu, jejichž fyzikální i chemické vlastnosti jsou závislé na jejich krystalové struktuře. Pro materiálové vědce je nezbytně důležité znát strukturu materiálu, protože na základě jejího poznání a pochopení mohou vyvíjet materiály splňující specifické požadavky na materiály pro nové aplikace. Právě poznání krystalové struktury a její porozumění umožňuje difrakce zpětně odražených elektronů.

Difrakce zpětně odražených elektronů je metoda zakomponovaná do skenovacího elektronového mikroskopu. V rámci konstrukce skenovacího elektronového mikroskopu je umístěn EBSD detektor, který zachycuje zpětně odražené difraktované elektrony a na základě nich určuje krystalografickou strukturu převážně metalografických vzorků. Jedná se o velmi jemnou mikroanalýzu, u které musí být důkladně voleny parametry nastavení. Práce si klade za cíl nalézt takové nastavení parametrů, které bude poskytovat kvalitní difrakční obrazce, díky kterému analýza poskytne nejlepší informace o krystalové struktuře vzorku izotermicky kalené litiny.

Teoretická část diplomové práce je rozdělena na tři oddíly. V prvním oddílu je popsána struktura a vlastnosti železa – materiálu použitého v praktické části. Jsou zde popsány fáze binárního termodynamického systému Fe-C, dále jsou materiály s obsahem železa rozděleny podle obsahu uhlíku na oceli a litiny. Ve druhém oddílu teoretické části jsou rozebrány metody studia struktury. Metody studia struktury jsou zde rozděleny na metody zobrazovací a analytické. Zobrazovací metody umožňují zobrazit povrch vzorku a analytické metody umožňují hlubší zkoumání struktury vzorku. Ve třetím oddílu této diplomové práce je podrobně popsána metoda difrakce zpětně odražených elektronů, je zde popsán historický vývoj metody i její současné aplikace v praxi. V tomto oddílu je také popsán průběh analýzy od metody přípravy vzorku, přes umístění vzorku do komory skenovacího elektronového mikroskopu až po podrobný popis tvorby difrakčního obrazce, jeho automatického rozpoznání a indexování s vyhodnocením a určení krystalografické struktury vzorku. Následně jsou v tomto oddíle popsány parametry ovlivňující průběh analýzy a funkce vyhodnocující kvalitu provedení analýzy.

V praktické části je nejprve popsán zkoumaný vzorek, postup jeho výroby a následně i postup jeho přípravy pro metodu difrakce zpětně odražených elektronů. Je zde popsáno použité experimentální vybavení a jsou zde uvedeny zvolené výchozí hodnoty pro základní nastavení analýzy. Největší část práce se zabývá jednotlivými měřeními. Pro nalezení optimálního řešení analýzy jsou definovány parametry, které ve značné míře ovlivňují její průběh a výslednou kvalitu. Mezi tyto základní parametry jsou zvoleny parametry nastavení hardwaru, proudu primárního svazku, detektoru i skenování. Díky správně zvoleným konkrétním parametrům je možné dosáhnout nejlepších výsledků analýzy. U nastavení hardwaru je zkoumán konstrukční vliv vzdálenosti vzorku od pólového nástavce skenovacího elektronového mikroskopu a také vzájemná vzdálenost vzorku a EBSD detektoru. Proud primárního svazku dopadající na vzorek je ovlivňován zvoleným urychlovacím napětím a použitou aperturou. Výsledky analýzy jsou dále ovlivněny nastavením funkcí zvaných „*Binning Mode*“ a „*Frame Averaging*“ v EBSD detektoru. Samotné skenování je závislé na délce kroku primárního svazku a na expozičním času. Všechna tato nastavení jednotlivých parametrů byla v průběhu celého měření měněna, zkoumána a vyhodnocována. V praktické části diplomové práce je také popsáno vyhodnocení

analýzy. Toto vyhodnocení je uskutečněno vizuálním zkoumáním map i zkoumáním a porovnáním kvantitativních výsledků dat, jež jsou dostupné v EBSD softwaru. Pokud jsou použity optimální parametry při průběhu analýzy, je získán kvalitní difrakční obrazec, na jehož kvalitě závisí možnost softwarové indexace a určení orientace krystalografické struktury.

V diplomové práci jsou navržena doporučení pro metalografické vzorky při práci s analýzou difrakce zpětného rozptylu elektronů, jejíž detektor je součástí skenovacího elektronového mikroskopu. Jsem si vědoma, že tato doporučení jsou silně závislá na konkrétním mikroskopu i konkrétním detektoru, na jejichž základě byla uskutečněna celá tato práce.

Teoretická část

Teoretická část diplomové práce je rozdělena na tři podkapitoly. V první kapitole je popsána struktura železa a na ní závislé jeho vlastnosti. Ve druhé podkapitole jsou popsány metody studia struktury, jimiž je možné charakterizovat zkoumaný materiál. Ve třetí podkapitole teoretické části je dopodrobna popsána metoda difrakce zpětně odražených elektronů, která se hojně využívá pro zkoumání krystalografické struktury materiálu.

1.1 Struktura a vlastnosti materiálu

Různorodá struktura a odlišné vlastnosti jsou ty parametry, které od sebe rozlišují jednotlivé materiály. Poznání a pochopení struktury materiálu je důležité pro navrhování nových materiálů s požadovanými vlastnostmi. Každý krystalický materiál v přírodě má své vlastní chemické a fyzikální vlastnosti závislé na jeho atomové struktuře. Správné pochopení struktury je zcela zásadní pro chemii, fyziku i materiálové vědy. Snahou pro konkrétní aplikace je získávat materiály s co nejlepšími vlastnostmi. V případě kovů jsou nejběžněji používané slitiny hliníku a slitiny železa.

1.1.1 Železo

Železo se vyskytuje ve dvou základních krystalografických modifikacích – mřížka kubická prostorově středěná (BCC z anglického „*Body Centered Cubic*“) a mřížka kubická plošně středěná (FCC z „*Face Centered Cubic*“). V kubické prostorově středěné mřížce se nachází Fe δ (ozn. delta ferit) vyskytující se při teplotách 1394 až 1538 °C. V rozsahu teplot 912 až 1394 °C se železo vyskytuje ve formě Fe γ s kubickou mřížkou plošně středěnou. Fe γ se označuje jako austenit. Při teplotách pod 912 °C je mřížka železa opět kubická prostorově středěná s Fe α , označovaným jako ferit [1–3].

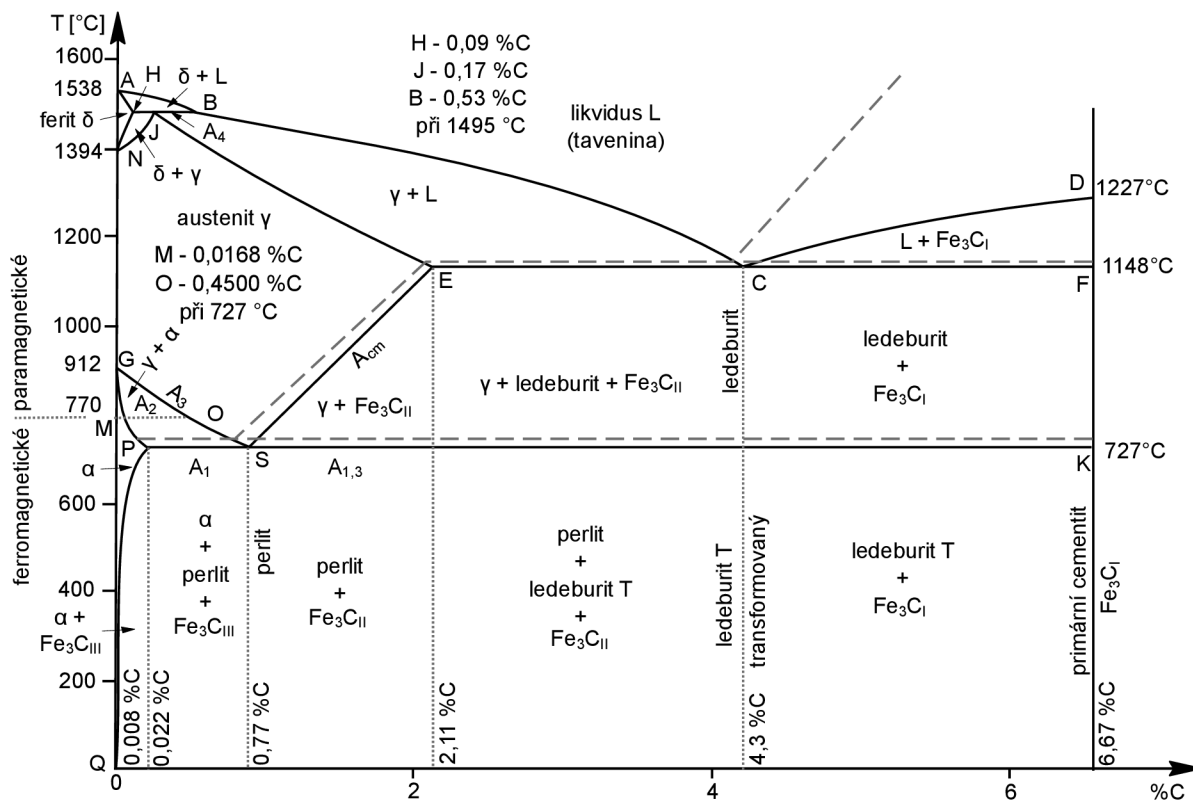
Na vlastnosti slitin železa má významný vliv uhlík, který nejvýznamněji ovlivňuje důležité vlastnosti materiálu. Pro predikci vlastností slitin železa se vychází z rovnovážného diagramu železa s uhlíkem. Podle obsahu uhlíku slitiny železa s uhlíkem dělíme na oceli (C < 2,11 %) a litiny s koncentrací uhlíku 2,14 až 6,67 % [3].

Binární termodynamický systém Fe-C

Základním nástrojem pro pochopení fázových transformací a vlastností ocelí a litin je binární diagram železo-uhlík. Tento diagram zobrazuje fáze, případně struktury, které se vyskytují v závislosti na obsahu uhlíku a teplotě. Fáze je definována jako homogenní oblast soustavy, kde v rámci fáze zůstávají sledované fyzikální, chemické a mechanické vlastnosti neměnné. Jako fázové rozhraní je pak definována oblast, kde se alespoň jedna z vlastností skokově mění.

Uhlík v kombinaci s železem vytváří tuhé roztoky intersticiální povahy, přičemž rozpustnost uhlíku v těchto roztocích je omezená. Po dosažení limitu rozpustnosti uhlíku v tuhém roztoku dojde k jeho separaci a uhlík se odděluje jako samostatná fáze. Při nízkém obsahu uhlíku v materiálu je uhlík vyloučen jako karbid železa – tvoří sloučeninu Fe₃C, nebo je uhlík vyloučen v elementární formě, tj. jako grafit [2].

Podle formy uhlíku se rozlišují typy rovnovážného binárního diagramu železo-uhlík: sloučenina Fe_3C (cementit) se vyskytuje v metastabilní soustavě $\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{C}$, podle této soustavy se utváří oceli, a grafit se vyskytuje ve stabilní soustavě $\text{Fe}-\text{C}$, která je důležitá zejména při tuhnutí a chladnutí litin [2]. Na obrázku 1 je znázorněn rovnovážný metastabilní binární diagram soustavy $\text{Fe}-\text{Fe}_3\text{C}$.



Obrázek 1 – Rovnovážný binární diagram železo-uhlík. Převzato z [1].

Fáze a struktury v binárním termodynamickém systému Fe-C

V binárním diagramu soustavy $\text{Fe}-\text{C}$ se vyskytují následující fáze:

Ferit ($\text{Fe } \alpha$): Ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe α . Ferit má kubickou fázi s prostorově centrovanou mřížkou (BCC), která se vyskytuje pod teplotou A_3 . Je magnetický, má nízkou pevnost a tvrdost a je tvárný.

Austenit ($\text{Fe } \gamma$): Austenit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v železe γ . Austenit má kubickou fázi s plošně centrovanou mřížkou (FCC), která se vyskytuje při teplotách v rozsahu 727 $^{\circ}\text{C}$ (při 0,77 $\% \text{C}$) až 1495 $^{\circ}\text{C}$ (při 0,17 $\% \text{C}$). Austenit je nemagnetický a tvárný.

Delta ferit ($\text{Fe } \delta$): Delta ferit je intersticiální tuhý roztok uhlíku v $\text{Fe } \delta$. Ferit má kubickou fázi s prostorově centrovanou mřížkou (BCC).

Cementit (Fe_3C): Cementit je chemická sloučenina železa s uhlíkem ve formě Fe_3C . Cementit je ortorombická fáze, která se vyskytuje ve všech teplotních oblastech. Je křehký, nemagnetický a s přibývajícím množstvím v soustavě roste jeho vysoká tvrdost a pevnost. Vzniká z ta-

veniny jako primární cementit při eutektické krystalizaci jako eutektický cementit a při ochlazení austenitu se vylučuje na hranicích jako sekundární cementit. Poslední typ cementitu se vylučuje z feritu při jeho ochlazení a nazývá se terciální cementit.

Grafit: Grafit je uhlík krystalizující v hexagonální krystalové soustavě. Je velmi měkký. Plastické vlastnosti – pevnost a houževnatost jsou dány podle způsobu jeho vyloučení než podle jeho množství. V elementární formě je vyloučen jakožto rovnovážná fáze. Vylučování uhlíku ve formě grafitu je dosahováno jeho stabilizací přídavkem křemíku.

Ledeburit: Ledeburit je eutektikum v metastabilní soustavě, který se při eutektické teplotě skládá z krystalů austenitu a cementitu.

Perlit: Perlit je eutektoid v metastabilní soustavě a skládá se z lamel feritu a cementitu. Perlit se tvoří z austenitu, pokud je termodynamicky možné, aby se z této fáze oddělovaly současně jak ferit, tak cementit.

Grafitické eutektikum je eutektikum ve stabilní soustavě, které se při eutektické teplotě skládá z austenitu a grafitu.

Grafitový eutektoid je eutektoid ve stabilní soustavě, který je tvořen feritem a grafitovými zrny. [2–4]

Popis binárního termodynamického systému Fe-C

Podle rovnovážného diagramu na obrázku 1 slitiny železa začínají tuhnout při teplotách znázorněných křivkou A-B-C-D, tzv. křivka likvidu a přestávají tuhnout při teplotách označených křivkou A-H-J-E-F, křivka solidu. Mezi těmito dvěma křivkami existuje tavenina se vznikající tuhou fází. U slitin, které mají nižší obsah uhlíku, než je koncentrace v bodě B, se začíná vylučovat z taveniny delta ferit.

Delta ferit se nachází v oblasti označené body A-H-N. Podle úsečky H-B se z taveniny začíná vylučovat delta ferit a tvoří austenit. U slitin s vyšším obsahem uhlíku, než je koncentrace v bodě B, a současně nižším, než je v bodě C, se vylučuje austenit přímo z taveniny. Při vyšší koncentraci uhlíku, než je v bodě C se z taveniny vylučuje uhlík ve formě primárního cementitu nebo primárního grafitu, podle toho, zda se jedná o metastabilní, či stabilní soustavu.

Oblast austenitu se nachází mezi body N-J-E-S-G. Pokud je austenit přesycený uhlíkem, začne se přebytečný uhlík vylučovat podle čáry E-S. Jeho maximální rozpustnost udává eutektická teplota (označená křivkou E-C-F) a minimální rozpustnost udává eutektoidní teplota (znázorněná čarou P-S-K). Podél čáry E-S se z přesyceného austenitu vylučuje uhlík, ve formě sekundárního cementitu (v metastabilní soustavě) nebo sekundárního grafitu (ve stabilní soustavě). Při eutektoidní teplotě se austenit transformuje na ferit a cementit. Směs feritu a cementitu je perlit.

Oblast feritu se nachází mezi body G-P-Q. Maximální rozpustnost uhlíku ve feritu je při eutektoidní teplotě dané bodem P. Rozpustnost uhlíku ve feritu klesá se snižující se teplotou a přebytečný uhlík je vyloučen jako terciální cementit (v metastabilní soustavě) nebo jako grafit (stabilní soustava) [2, 4].

Přeměny austenitu

Základním procesem při tepelném zpracování ocelí je zahřátí feriticko-cementitické směsi nad kritickou teplotu pro vznik austenitické struktury. Tento proces je nazýván austenitizace. V tomto procesu je důležitá tvorba a homogenizace austenitu a následný růst jeho zrn. Průběh austenitizace ovlivňují teplota a rychlost ohřevu, ale i výchozí struktura a složení oceli či litiny. Následně pokud klesne teplota pod kritickou teplotu A_3 , A_{cm} , A_1 , dochází k přeměnám přechlazeného austenitu. Základní přeměnou je přeměna FCC na BCC doprovázená významným poklesem rozpustnosti uhlíku v mřížce železa. V závislosti na rychlosti ochlazení dochází k přeměně perlitické, bainitické či martenzitické [2, 4].

Při perlitické přeměně, pokud je dostatečně velká difúze uhlíku i železa, se austenit při eutektoidním složení rozpadá na perlit. Perlit zvyšuje tvrdost, pevnost struktury, také zvyšuje odolnost proti opotřebení, s jeho přibývajícím množstvím klesá houževnatost a plasticita [2, 4].

Při bainitické přeměně se austenit transformuje na ferit, kdy ferit tvoří desky. Difúze uhlíku je vysoká, zatímco difúze železa je téměř nulová a vznikající tuhý roztok má nižší obsah uhlíku, a to vede k současnému vyloučení cementitu [2]. Rozlišuje se horní bainit, který vzniká při vyšších teplotách při vyloučení karbidů na hranici feritických desek a spodní bainit, při kterém jsou karbidy vyloučeny uvnitř desek. Výhodou bainitu je jemnozrná homogenní struktura, díky které získává vyšší pevnost a vysokou tvrdost [3, 5].

Martenzitická přeměna nastává, když je austenit ochlazován nadkritickou rychlostí. Martenzit vzniká při nízkých teplotách, kde již není možná difúze železa ani uhlíku [2]. Přeměna se realizuje pohybem atomů na vzdálenosti menší, než je mřížkový parametr. Martenzit je definován jako přesycený tuhý roztok uhlíku v železe α , proto je jeho struktura velmi tvrdá a křehká [5, 6].

1.1.2 Oceli a litiny

Oceli a litiny jsou technické slitiny železa a uhlíku. Odlišují se od sebe právě množstvím uhlíku, který obsahují. Oceli se až na výjimky používají k tváření. Litiny se téměř výhradně používají k výrobě odlitků.

Oceli jsou podle normy ČSN EN 10020 materiály k tváření, které mají podíl železa větší než jakéhokoliv jiného prvku, např. manganu, křemíku, chromu a niklu. Přičemž obsahu uhlíku v ocelích je méně než 2,11 %. Obecně se obsah uhlíku v ocelích pohybuje mezi 0,02 % a 2,11 %. Oceli se dělí na různé druhy podle obsahu uhlíku a dalších prvků, které ovlivňují jejich vlastnosti [3, 4]. V současnosti se jedná o nejvýznamnější konstrukční materiály.

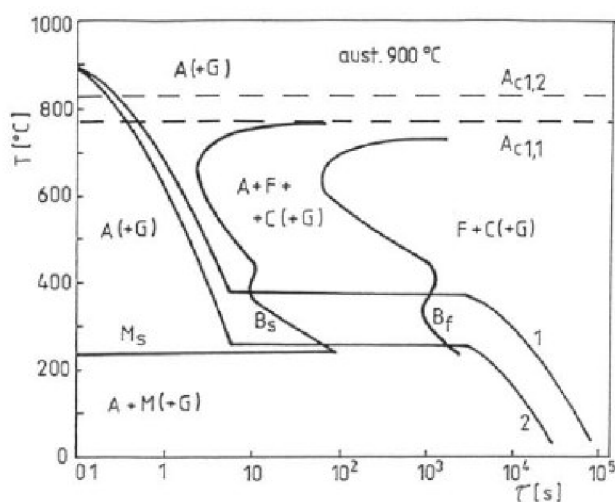
Litiny jsou slitiny železa s uhlíkem, křemíkem, manganem a dalšími prvky. Obsah uhlíku je minimálně 2,11 % [3]. Existují různé typy litin, které se liší typem matrice (feritická, feriticko-perlitická, perlitická), či formou vyloučení grafitu (litiny s grafitem lupinkovým, kuličkovým, vermikulárním či vločkovým) [2, 4]. Každý typ litiny má své specifické vlastnosti a z nich vyplývá jeho použití.

Oceli

Transformační diagramy znázorňují teplotní a časovou závislost přeměny přechlazeného austenitu. Při stálé teplotě rozpadu austenitu je nutné použít transformační diagramy izotermického rozpadu austenitu (IRA) nebo při různých teplotách ochlazování je nutné použít diagram anizotermického rozpadu austenitu (ARA). Diagramy IRA jsou užitečné při tepelném

zpracování v izotermických podmínkách – izotermické kalení. Diagramy ARA mají širší využití, protože zahrnují transformaci austenitu při plynulém chlazení [2, 4].

Příklad diagramu izotermického rozpadu austenitu IRA je uveden na obrázku 2. V diagramu teplota (T) – čas (τ) průběh křivky připomíná tvar písmene „C“, tzv. C-křivka. Tato křivka udává počátek a konec perlitické a bainitické přeměny. Vlevo od křivky je struktura austenitická, tj. od počátku perlitické P_s a bainitické B_s struktury, až po teplotu martenzitickou M_s . Vpravo od křivky konce perlitické P_f a bainitické B_f přeměny je struktura tvořená produkty těchto přeměn. Mezi teplotou A_1 až cca 550 °C vzniká rozpadem austenitu eutektoidní oceli lamelární perlit. Pod teplotou cca 550 °C začíná převládat bainitická přeměna. S klesající teplotou se zvyšuje tvrdost a pevnost struktury, ale klesá houževnatost a tvárnost. Tvar a polohu křivek ovlivňuje chemické složení oceli a stav austenitu.



Chemical composition of casting material

Chem. composition	C	Mn	Si	Cr	Cu	P	S	Mg
wt. %	3,71	0,18	2,91	0,14	0,25	0,039	0,008	0,026

Obrázek 2 – Transformační diagram izotermického rozpadu austenitu nelegované tvárné litiny s obsahem 3,7 % C a 2,9 % Si. Převzato z [7].

Na obrázku 2 jsou vyznačeny dvě křivky izotermického kalení používané pro vznik horního, respektive dolního bainitu. Po austenitizaci byl tepelně zpracovaný díl přemístěn do taveniny či lázně odpovídající teploty, kde proběhla fázová transformace na požadovanou bainitickou strukturu, načež byl dochlazen na vzduchu. Na obrázku 2 vidíme dvě izotermické prodlevy – v oblasti vyšších teplot (400–380 °C), označenou 1 a v oblasti nižších teplot (250–350 °C), označenou 2.

Litiny

Litiny jsou velmi důležitý materiál v mnoha průmyslových odvětvích, včetně automobilového průmyslu, stavebnictví a výroby strojů. Jsou to, jak již bylo zmíněno, slitiny železa a uhlíku s obsahem uhlíku přesahujícím 2,11 % [3]. Po odlití tvoří základní strukturu litiny perlit, ferit nebo jejich směs, grafit a případně další fáze. Podle chemického složení a podmínek tuhnutí rozlišujeme litiny podle vzniklého eutektika, buď vzniká cementitické eutektikum (ledeburit),

nebo grafitové eutektikum. Podle vyloučeného eutektika dělíme litiny na litiny, které mají bílý lom nebo šedý lom. Bílý lom mají tzv. bíle tuhnutí litiny (bílá litina, temperovaná litina, tvrzená litina). Šedý lom mají litiny grafitové. Šedé litiny jsou známé svou vysokou pevností v tlaku a odolností vůči opotřebení [2, 4]. Každý typ litiny má své specifické vlastnosti a z nich vyplývá jeho použití.

Bílé litiny s cementitickým eutektikem – Bílá litina je po odlití tvořena směsí eutektického a sekundárního cementitu a perlitu. Její struktura odpovídá metastabilnímu systému Fe-Fe₃C [2]. Vznik struktury ovlivňuje vyšší rychlost tuhnutí a větší koncentrace prvků, které podporují tvorbu karbidů, jako jsou např. Mn, Cr. Díky obsahu cementitu je struktura tvrdá, a proto se z ní vyrábějí jednoduché odlitky s vysokou odolností proti opotřebení [4].

Tvrzené litiny jsou rychle ochlazovány, aby na jejich povrchu vznikla vrstva bílé litiny s metastabilním ledeburitem. Jádro tuhne při pomalejším chladnutí a vzniká tak litina s lupínkovým nebo kuličkovým grafitem. Povrchová vrstva má vysokou tvrdost a odolnost proti opotřebení, zatímco jádro je měkčí a houževnatější [2, 4].

Litiny grafitové s grafitovým eutektikem – struktura grafitických litin je tvořena feritickou maticí, ve které je uhlík ve formě grafitu [2]. Vlastnosti grafitických litin jsou určeny převážně tvarem, velikostí, obsahem a způsobem rozložení grafitu. Grafitové částice ve feritické matici narušují její kontinuitu a tím i pevnost celé struktury. Základní tvary grafitu v grafitických litinách jsou dle normy ČSN EN 1560: lupínkový, kuličkový, temperový uhlík (grafit ve tvaru vloček), vermikulární (červíkovitý), pavoučkovitý a zrnitý [4].

- Litina s lupínkovým grafitem – V mikrostruktuře této litiny je volný uhlík přítomen jako grafit ve tvaru lamelárních částic, tzv. lupínků [2]. Tyto litiny se díky lupínkům grafitu vyznačují nízkou houževnatostí [4].
- Litina s kuličkovým grafitem – Litina obsahuje grafit, který tvoří kuličky. Tato litina má oproti litině s lupínkovým grafitem lepší mechanické vlastnosti, vyšší pevnost, vysokou tažnost a houževnatost. Obsahuje také větší množství uhlíku i křemíku, který se podílí na tvorbě kuliček [2].
- Litina s vermikulárním grafitem – Těto litině se někdy také říká červíkovitá litina, podle struktury, kterou grafit tvoří. Tato litina má lepší pevnost než litina s lupínkovým grafitem, ale nižší než litina s kuličkovým grafitem. Avšak tato litina vykazuje lepší tepelnou vodivost než obě dvě litiny výše zmíněné. Odlitky z litiny s vermikulárním grafitem proto používají pro odlitky, které jsou vystaveny tepelnému namáhání [2].
- Litina s vločkovým grafitem – Litina s vločkovým grafitem má obsah uhlíku a křemíku takový, že ztuhne podle metastabilní soustavy. Tzn., že je bez grafitu, protože veškerý uhlík je vázaný jako karbid železa Fe₃C. Vyloučení uhlíku ve tvaru vloček je docíleno při následném tepelném zpracování. Litina s vločkovým grafitem má vysokou tažnost, takže se používá tam, kde je potřeba odolávat vysokým silám a dynamickému namáhání, např. na konstrukční součásti. Dále je díky své houževnatosti, tlakové těsnosti, žáruvzdornosti, rozměrové přesnosti a otěruvzdornosti používána v elektroprůmyslu, na stavbu potrubí, na výrobu spínacích, pohonných a řídicích prvků a nástrojů ve strojírenství, a dále je používána v automobilovém průmyslu a stavebnictví [2, 4].

Legování litin

Legování litin přispívá ke zlepšování mechanických vlastností. Legujícími prvky se získává optimální kombinace pevnosti a houževnatosti bez použití tepelného zpracování. Legováním má být dosaženo výhodnějších technologických, chemických a fyzikálních vlastností litin. Mechanicko-technologických vlastností (pevnost, tvrdost, houževnatost, odolnost proti opotřebení, stejnosměrnost struktury, prokalitelnost, dobrá obrobiteľnosť) se dosahuje přidáním přísad jako je Cr, Mo, Ni, Cu. Lepších vlastností při zvýšených teplotách se dosahuje díky Si, Al, Mo, Cr, Ni. Korozivzdornosti přispívají prvky, jako Si, Cr, Ni, Cu [2, 4].

Litiny jsou také ceněny pro svou schopnost odolávat korozním účinkům, což je činí ideálními pro použití v náročných prostředích, jako jsou například vodovodní systémy nebo chemické závody. Přestože litiny mají mnoho výhod, mají také některé nevýhody. Mohou být například křehké a náchylné k lomu pod vysokým napětím nebo při nárazech. Proto je důležité pečlivě zvážit jejich použití v závislosti na konkrétní aplikaci. Výzkum a vývoj v oblasti litin stále pokračuje s cílem vylepšit jejich vlastnosti a rozšířit možnosti jejich použití [2, 4].

Strukturu a s ní související mechanické vlastnosti materiálů je možné významně ovlivnit tepelným zpracováním [8–11]. Je zřejmé, že pro optimalizaci mechanických vlastností je nutné propojit vliv tepelného zpracování na strukturu a fázové transformace. Toto propojení chybí např. v článku „*Increasing of Utility Properties of Grey Cast Iron Castings with Heat Treatment. Archives of Foundry*” [12]. Jelikož i nepatrné změny struktury mohou mít významný vliv na výsledné mechanické vlastnosti, je třeba aplikovat vysoce přesné zobrazovací a analytické metody v této práci reprezentované kombinací skenovacího elektronového mikroskopu a analýzy difrakce zpětného rozptylu elektronů, které nám umožní detailní charakterizaci struktury.

1.2 Metody studia struktury

Tato kapitola popisuje různé metody, pomocí kterých je možné sledovat strukturu materiálu a jeho chemické složení. Nejprve jsou zde rozebrány zobrazovací metody a následně metody analytické. Zobrazovací metody poskytují základní informace o topologii povrchu, zatímco analytické metody poskytují komplexnější informace o vzorku, např. jeho chemické složení, krystalografické uspořádání atd.

1.2.1 Zobrazovací metody

Zobrazovací metody jsou klíčovou technikou v oblasti biologie, lékařství, materiálových vědách a v mnoha dalších odvětvích. Zobrazovací metody umožňují pozorovat materiály na mikroskopické úrovni. Využívají mikroskopie pro pozorování povrchu materiálu. Jejich cílem je přinést základní informace o topologii povrchu. Díky zvětšení obrazu je možné sledovat nerovnosti povrchu, zrna, matrici i např. defekty materiálu.

Optická mikroskopie

Optická mikroskopie využívá světelné mikroskopie – fotonů dopadajících na vzorek k vizualizaci pozorovaných vzorků. Světlo prochází objektem a následně se lomí a ohýbá, což umožňuje získat zvětšený obraz. Klasický optický mikroskop obsahuje objektiv a oční hranol, které společně tvoří systém čoček pro zobrazení detailů vzorku.

K charakterizaci struktury metalografických vzorků je možné využít optickou mikroskopii. Avšak rozlišovací schopnost optického mikroskopu je limitována optickými vlastnostmi mikroskopu (typ použitého objektivu, konstrukce mikroskopu), ale i fyzikálními vlastnostmi použitého světelného záření, jako je vlnová délka viditelného světla a numerická apertura [13]. Rozlišovací vzdálenost je klíčovým parametrem charakterizujícím schopnost mikroskopu rozlišit detaily ve vzorku. Představuje minimální vzdálenost dvou bodů na sledovaném objektu, při které lze stále ještě tyto dva body od sebe zřetelně rozlišit. Čím je rozlišovací schopnost vyšší, tím detailněji a jasněji je možné pozorovat struktury a detaily vzorku. Rozlišovací schopnost popsal Ernst Cars Abbe a nazývá se Abbeho difrakční mez [14]. Nejmenší rozlišitelná vzdálenost je definována vztahem z rovnice 1.

$$d_{min} = \frac{\lambda}{NA} \quad 1$$

kde λ je vlnová délka použitého světla na osvětlení a NA je numerická apertura, která je definovaná podle vlastnosti objektivu. Numerická apertura je podle rovnice 2 definována jako součin indexu lomu prostředí n mezi čočkou a pozorovaným vzorkem (pro vzduch $n \sim 1$) a polovičním úhlem vstupu odraženého světla od objektivu $\sin \alpha$ [4, 5].

$$NA = n * \sin \alpha \quad 2$$

Hodnota d_{min} ovlivňuje velikost pozorovatelných detailů struktury vzorku, protože je ovlivněna fyzikální podstatou optických mikroskopů [5].

Optická mikroskopie má několik zásadních výhod – širokou a cenovou dostupnost, je rychlá a instrumentálně nenáročná. Bohužel optická mikroskopie neposkytuje dostatečnou prostorovou rozlišovací schopnost pro charakterizaci vzorku, má omezené použití hloubky ostrosti, a proto se častěji využívá mikroskopie elektronová, která tyto negativa odstraňuje.

Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie na rozdíl od optické mikroskopie nevyužívá fotony, ale využívá svazek urychlených elektronů, který má velkou energii, a tedy menší vlnovou délku. Díky tomu elektronový mikroskop podle vztahu z rovnice 1 umožňuje lepší prostorové rozlišení, a proto je možné sledovat objekty na úrovni nanometrů. Elektronová mikroskopie využívá elektronové záření, které při průchodu elektrostatickým nebo magnetickým polem mění svoji rychlost a směr. Elektronové dělo emituje ze žhaveného vlákna elektronový paprsek. Tento paprsek je dále urychlován napětím směrem skrz tubus mikroskopu k anodě [5]. V tubusu je paprsek demagnetizován soustavou kondenzátorových čoček a objektivem, aby dopadl na bod povrchu vzorku o průměru subnanometru [13]. Přitom je současně paprsek vychylován dvojicí cívek nebo reflektorů tak, aby skenoval vždy určitou oblast na povrchu vzorku. Část dopadajících elektronů vzorkem projde a část se vzorkem interaguje pružným a nepružným rozptylem. Vzniká řada různorodých signálů. Konkrétní signál je následně vyzařován z každého bodu skenované oblasti a postupně je sbírán odpovídajícím detektorem. V zařízení přidruženém detektoru je přijímaný signál převeden na elektrický signál a mnohonásobně zesílen, aby v dalším kroku mohl být zpracován počítačem [5, 13].

Skenovací elektronový mikroskop SEM („*Scanning Electron Microscope*“) využívá pro zobrazování zejména sekundární elektrony SE („*Secondary Electron*“) a zpětně odražené elektrony BSE („*Backscattered Electron*“). Sekundární elektrony s nižší kinetickou energií než 50 eV jsou používány na pozorování topografie povrchu, zatímco BSE mají kinetickou energii větší než 50 eV a poskytují informace především o chemickém složení vzorku [13]. BSE však mohou poskytovat i topografické informace. BSE vznikají kombinací Rutherfordova a Mottova rozptylu, přičemž Rutherfordův rozptyl poskytuje při velké pracovní vzdálenosti a velkém urychlovacím napětí BSE, jež ukazují chemický kontrast. Při zmenšení pracovní vzdálenosti je podle článku [15] možné zachytit elektrony z Mottova rozptylu, které přinášejí krystalografický kontrast.

Zobrazovací metody poskytují zvětšený obraz pozorovaného vzorku. Díky nim je možné pozorovat strukturu povrchu, získat základní informace o rozložení matrice a fáze ve vzorku. Po interakci primárního elektronového svazku se vzorkem vznikají různé typy signálů, díky kterým je možné získat další informace o zkoumaném materiálu.

1.2.2 Analytické metody

Analytické metody poskytují více informací o materiálu. Zobrazovací metody umožňují pohlednout na povrch materiálu, ale analytické metody poskytují informace o složení materiálu a jeho uspořádání. Analytické metody je možné rozdělit na metody spektroskopické a krystalografické. Spektroskopické metody umožňují zkoumat chemické složení materiálu a metody krystalografické poskytují informace o jeho krystalové struktuře.

Spektroskopické metody

Spektroskopické metody umožňující detailní zkoumání struktury a vlastností atomů, molekul a krystalů. Spektroskopie je vědecká technika, která studuje interakce mezi elektromagnetickým zářením a hmotou (vzorkem). Pomocí spektroskopických metod lze analyzovat spektra,

což jsou grafická zobrazení intenzity záření v závislosti na jeho energii. Tato data umožňují identifikaci prvků, molekul a látek ve vzorcích.

Optická spektroskopie zkoumá interakci elektromagnetického záření s látkou. Jejím cílem je získat optické spektrum, díky závislosti intenzity elektromagnetického záření na jeho vlnové délce, frekvenci nebo vlnočtu. Výsledné spektrum poskytuje informace o absorpci, emisi nebo rozptylu elektromagnetického záření, což umožňuje identifikaci chemických sloučenin. Optickou spektroskopií lze dělit podle různých kritérií, např. podle studovaných látek je optická spektroskopie rozdělována na atomovou, molekulovou spektroskopií a spektroskopií krystalů; podle charakteru spektra je rozlišována na absorpční, emisní a reflexní spektroskopií.

Pohltili-li (absorbují-li) zkoumaná látka část dopadajícího elektromagnetického záření dojde k excitaci valenčních elektronů do vyšších energetických hladin. Při návratu elektronu na nižší energetické hladiny je přebytečná energie emitována, dochází k emisi záření a díky detekci toho záření je získáno emisní spektrum [16]. Metody používající emisní spektrum jsou např. Atomová (optická) emisní spektrometrie a molekulová emisní spektrometrie – luminescence, fluorescence a fosforescence.

Pokud po dopadu elektromagnetického záření zkoumaná látka záření absorbuje, dojde k excitaci valenčních elektronů a k obsazení vyšších energetických hladin. Při procesu nastane absorpce záření a vznikne absorpční spektrum, které je možné měřit [16]. Metoda používající absorpční spektrum je např. atomová absorpční spektrometrie. Měří-li se pouze odraz záření od povrchu vzorku, vzniká odražené (reflexní) spektrum.

Rentgenová spektroskopie využívá rentgenové záření emitované ze vzorku vznikající při interakci primárních elektronů se vzorkem. Pokud je energie primárního elektronu dostatečně velká, tento elektron při interakci s atomem vzorku vyrazí elektron z vnitřní elektronové hladiny. Vzniklá vakance je zaplněna přeskokem elektronu z vyšší energetické hladiny. Zbylá energie je vyzářena v podobě rentgenového kvanta (fotonu) a hodnota jeho energie je dána rozdílem přeskočků obou dvou energetických hladin. Toto rentgenové záření nese informaci o energii a vlnové délce v podobě spektra, ze zasažených atomů prvků v interakční oblasti. Pomocí analýzy spektra, jsou získány informace o obsahu jednotlivých prvků ve zkoumaném materiálu vzorku, díky jedinečné struktuře elektronového obalu každého prvku [4, 5, 13].

Spektrální elektronová mikroanalýza umožňuje určit chemické složení z velmi malého objemu sledovaného vzorku. Metoda je uskutečněna dvěma způsoby, buď využívá vlnovou délku rentgenového záření nebo energii spektrálních čar. V prvním případě hovoříme o vlnově disperzní rentgenové spektroskopii WDS („*Wave-dispersive X-ray Spectroscopy*“) nebo o energiově disperzní rentgenové spektroskopii EDS („*Energy-dispersive X-ray Spectroscopy*“). Tyto metody umožňují identifikaci chemických prvků a stanovení jejich koncentrace ve vzorku. Energiově disperzní rentgenová spektroskopie měří široký spektrální rozsah, což umožňuje rychlé mapování chemického složení. EDS má nižší rozlišení než WDS, díky tomu je rychlejší a méně náročná na údržbu. EDS je také citlivější na lehké prvky. Vlnově disperzní rentgenová spektroskopie poskytuje vyšší rozlišení než EDS, což umožňuje lepší odlišení blízkých spektrálních čar a přesnější analýzu, za cenu pomalejší rychlosti. WDS je vhodná pro přesné kvantifikace a analýzy struktury krystalů [5, 13].

Krystalografické metody

Krystalografické metody umožňují studium povrchu struktury i studium vnitřní struktury materiálu vzorku. Zabývají se uspořádáním atomů v krystalografických mřížkách, jejichž

zkoumání umožňuje proces difrakce. Tyto metody se také nazývají difrakční metody a jsou založené na difrakci elektronů, neutronů nebo rentgenového záření na krystalické mřížce. Tyto metody identifikují materiál na základě vzniku difrakčního obrazce, který poskytuje přesný popis umístění jednotlivých atomů v krystalické pevné látce. Díky tomu difrakční metody poskytují informace o velikosti krystalů, o jejich krystalové orientaci i symetrii, o rozměrech mřížkových parametrů, o texturách, identifikují zrna, hranice zrn i uspořádání fází v materiálu zkoumaného vzorku. Mezi metody hodnotící vnitřní strukturu materiálu řadíme metody využívající převážně rentgenovou nebo elektronovou difrakci, např. Transmisní elektronová mikroskopie a Strukturní rentgenografie.

Rentgenová difrakce

Často používanou metodou difrakce je rentgenová difrakce. Rentgenová difrakce je založená na rozptylu způsobeném interakcí rentgenového záření s elektrony v atomech krystalu. Pokud difraktované rentgenové záření má stejnou vlnovou délku jako dopadající záření do difraktované roviny, mluvíme o rentgenové difrakci. Rozptyl, díky kterému je získán difrakční obrazec je elastický a koherentní [13]. Difrakce je pozorovaná jen tehdy pokud mají vlny v rovnoběžných rovinách stejnou fázi [17]. Používá se krystalová rentgenová difrakce SCXRD („*Single Crystal X-ray Diffraction*“) anebo prášková rentgenová difrakce PXRD („*Powder X-ray Diffraction*“) [18].

Zdrojem rentgenového záření jsou vakuové trubice se zatavenými elektrodami (katodou a anodou) mezi nimiž je napětí ~ 10 kV. Elektron je urychlován mezi dvojicí elektrod a je emitován ze žhavené katody směrem k anodě – zkoumaný vzorek [17]. Při dopadu rychle se pohybujících elektronů na atomy vzorku vznikají rentgenové paprsky. Při dopadu elektronů na vzorek může být po vzájemné interakci uvolněno záření dvěma způsoby a) ionizací atomů a b) zabrzděním elektronů v energetickém poli atomového jádra [19].

Neutronová difrakce

Neutronová difrakce funguje na principu rozptylu neutronů na atomových jádrech. Jelikož jsou atomová jádra v porovnání s elektronovou hustotou obalu velmi malá, je rozptyl neutronů mnohonásobně slabší, než rozptyl rentgenového záření. Citlivost neutronové difrakce je pro všechny prvky podobná. Narozdíl od rentgenové difrakce, která je citlivější až pro těžké prvky (mají více valenčních elektronů). Metoda neutronové difrakce se tolik nepoužívá, protože využívá velmi malou oblast vzorku a má špatné prostorové rozlišení [13].

Elektronová difrakce

Elektronová difrakce je využívána ke zkoumání struktury materiálů, identifikaci fází a stanovení jejich krystalografické orientace. Elektronová difrakce je založená na difrakčních jevech, které probíhají při vzájemném působení urychlených elektronů s materiálem vzorku. Podstata této interakce je rozdílná od rentgenové difrakce, ale jejich výsledek je obdobný. Svazek urychlených elektronů s vlnovou délkou λ pod úhlem θ dopadá na soustavu rovin *hkl*. Následně pokud je splněna Braggova podmínka, dochází k difrakci [4, 5]. Délka vlny urychlených elektronů je při elektronové difrakci menší ($7 - 4 \cdot 10^{-3}$ nm) než u rentgenové difrakce. To způsobuje menší hloubku pronikání primárních elektronů – u elektronové difrakce pronikají primární elektrony do hloubky $\approx 10^{-3}$ μm a u rentgenového záření do hloubky $\approx 10^{-2}$ mm [4].

Transmisní elektronový mikroskop TEM („*Transmission Electron Microscope*“) využívá elektrony procházející vzorkem, které detektor zachytává po jejich průchodu vzorkem. Elektrony mají malou schopnost průchodu skrz masivní metalografické vzorky, proto se pro jejich pozorování využívají dvě techniky. Tyto techniky fungují na principu otisků (replik) povrchů vzorků nebo na principu tenkých kovových folií připravených z materiálu určeného pro pozorování. Otisky jsou získané po naleptání povrchu materiálu z jeho povrchu. Vytvořené otisky přesně kopírují reliéf povrchu. Tenké kovové folie se připravují odříznutím slabého plátu z masivního vzorku a následným broušením a leštěním toho plátu, tak aby vzniklá folie byla co nejtenčí (průměr tloušťky 50 – 200 nm) a stala se pro elektrony průchozí [4].

Elektronová i rentgenová difrakce se používají k identifikaci fází ve struktuře a k určení orientace krystalů. Obě metody jsou často využívány díky tomu že přinášejí cenné informace o krystalové struktuře. Pro tuto diplomovou práci jsou nejdůležitější zpětně odražené elektrony BSEs („*Backscattered Electrons*“), které jsou zachytávány speciálním detektorem. Tento detektor je součástí skenovacího elektronového mikroskopu.

1.3 Difrakce zpětně odražených elektronů

Difrakce zpětného rozptylu elektronů EBSD („*Electron Backscatter Diffraction*“) je speciální metodou difrakce elektronů. Tato analýza používá k získání signálu difrakci zpětně odražených elektronů, jež jsou zachytávány EBSD detektorem, který je součástí Rastrovacího elektronového mikroskopu. EBSD je technika povrchové analýzy, která se používá k získání přesných krystalografických informací. Na základě zpětně odražených elektronů je vytvořen difrakční obrazec, který popisuje strukturu zkoumaného vzorku a díky němu se získávají informace o fázích, zrnech, hranicích zrn, textuře i deformacích.

1.3.1 Historie i současnost EBSD

Difrakční obrazec ve zpětně odraženém módu poprvé pozorovali a popsali Nishikawa a Kikuchi v roce 1928 [20]. Současně byly popsány Kikuchiho obrazce transmisní elektronové mikroskopie. Zaznamenávací film byl umístěn za detektor pro zachycení transmise a následně před detektorem pro zachycení zpětně odražených elektronů. Podrobně se tím zabývali Alam, Blackman, Pashley v roce 1954 [21].

V sedmdesátých letech problematiku zpětně odražených elektronů a následnou tvorbu difrakčních obrazců zkoumal Venables se spolupracovníky [22–24]. Tato technika byla nazvána vysokouhlou Kikuchiho difrakcí. V posledních desetiletích je označována jako EBSD, Kikuchiho difrakce zpětného odrazu BKD („*Backscatter Kikuchi Diffraction*“), Kikuchiho difrakce zpětně odražených elektronů BEKD („*Backscatter Electron Kikuchi Diffraction*“) [25]. V literatuře se také uvádí zkratky jako EBSP, BKP, BEKP, u nichž písmeno „P“ značí anglické slovo „*pattern*“, jež se do českého jazyka překládá jako obrazec. Tyto zkratky určují, že se jedná o vznik difrakčního obrazce.

Ať už bylo použito jakékoli pojmenování, vývoj difrakce zpětně odražených elektronů pokračoval dále. V roce 1987 Dingley [26] uvedl, že je možná on-line analýza difrakčního obrazce tvořeného ze zpětně odražených elektronů. Mnoho výzkumných týmů se snažilo vynalézt techniku plně automatického rozpoznávání difrakčního obrazce.

Největší výhoda metody přišla s automatizovaným rozpoznáváním pásů v difrakčním obrazci. Poté, co bylo možné propojit difrakční obrazce s konkrétní polohou elektronového paprsku, se sběr difrakčních obrazců a jejich indexování stala zcela automatizovaným. Plnou automatizací se zabývala skupina výzkumníků okolo Adamse, Wrighta a Dingley [27, 28], kteří pro automatický sběr a indexování implementovali Burnsův algoritmus pro detekci čar. Druhou významnou skupinou zabývající se automatizací byla skupina výzkumníků Krieger Lassen, Juul Jensen a Conradsen [29–31], kteří přinesli významné zlepšení plně automatické vyhodnocení difrakčního obrazce v podobě vynálezu Houghova algoritmu. Během prvních roků v devadesátých letech obě skupiny výzkumníků úspěšně implementovali automatizované EBSD mapování.

Dnes se již využívá plně automatizovaný EBSD systém, který je součástí skenovacího elektronového mikroskopu. Mezi světové výrobce skenovacích elektronových mikroskopů se řadí firmy: ZEISS Microscopy, TESCAN, Thermo Fisher Scientific. Největšími odborníky na EBSD systémy jsou v dnešní době firmy Oxford Instruments, EDAX, Thermo Fisher Scientific a Bruker. Všechny tyto firmy poskytují plně automatizovaný systém, který umožňuje vysoké prostorové rozlišení, vysoké rychlosti analýzy a který umožňuje vizuálně i kvantitativně reprezentovat rozložení textur, fází, hranic zrn skrze různé typy map. Požadavky na vzorky pro difrakční analýzu zpětně odražených elektronů podléhají požadavkům pro skenovací elektronový mikroskop, s nímž musí být plně kompatibilní. V základu musí být vzorky vodivé, nesmí se rozkládat ve vakuu nebo pod elektronovým paprskem. Povrch vzorku by měl být rovný, bez deformací či nečistot.

1.3.2 Příprava metalografického vzorku pro EBSD analýzu

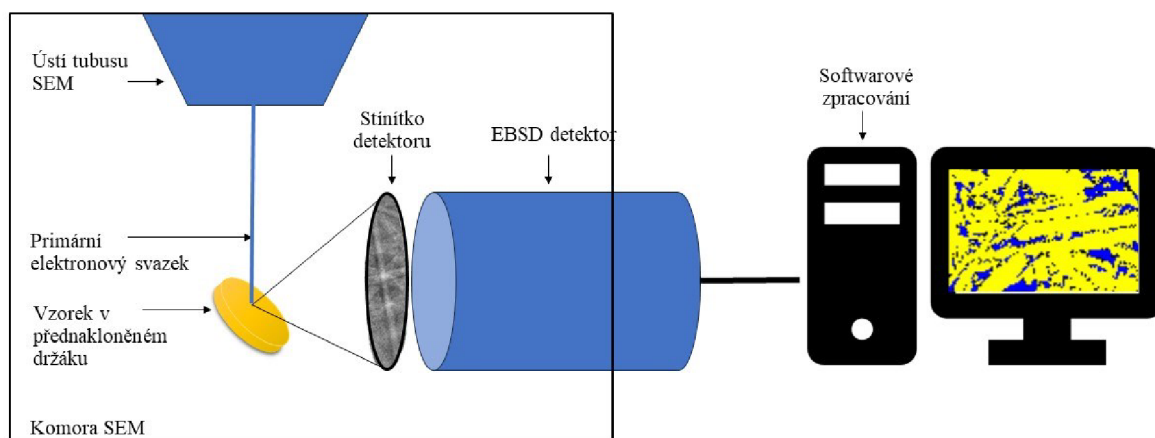
Příprava vzorku je důležitá pro dosažení dobrých výsledků při EBSD analýze. EBSD analýza je povrchová analýza, takže pro optimální pozorovací podmínky musí být povrch vzorku zcela rovný a vyleštěný. Rovný povrch vzorku je důležitý, protože difraktované elektrony unikají pouze z nejsvrchnější vrstvy povrchu vzorku (hloubka několik desítek nm) [25]. Čím je lepší krystalová mřížka, tím je vyhovující Braggův úhel menší a tím je získána intenzivnější difrakce pro danou rovinu [32]. Neexistuje jediné vhodné řešení přípravy vzorku, protože vzorky vyrobené z různých materiálů vyžadují odlišné přístupy přípravy. Obecné pokyny jsou shrnuty v následujícím odstavci.

Pro přípravu vzorku pro EBSD analýzu je vhodné provést standardní metalografickou přípravu a následně vzorek ještě doleštit s použitím koloidního oxidu křemičitého [33]. Vzorek by měl být odebrán z místa v materiálu, které je předmětem zkoumání. Nejprve je realizován odběr vzorku, během kterého nesmí být změněna struktura materiálu, tzn. vzorek nesmí být plasticky deformován ani nesmí být při odběru zahřát na teplotu fázových přeměn [5]. Vzniklá poškození v této fázi mohou zasahovat hluboko do materiálu a nemusí být možné je odstranit při broušení. Při zahřátí by mohlo dojít ke změnám mikrostruktury, tedy narušení krystalografické mřížky, které následně způsobí více rozptýlených difrakčních pásů a tím se ztratí intenzita a kontrast difrakčního obrazce [34]. Podle typu materiálu, ze kterého je vzorek vyroben se volí způsob odběru vzorku. Nejčastěji se k odběru vzorku používají kotoučové pily. Po odebrání vzorku může být vzorek dále rozřezán do požadovaného tvaru a velikosti. Velikost odebírané části je zpravidla 1–2 cm² [5]. Vzorky se pro lepší manipulaci zpravidla zalévají nebo lisují do pryskyřic. Následně je vzorek broušen většinou na automatických bruskách pomocí brusných kotoučů. Při broušení se dosahuje rovného povrchu vzorku, avšak při broušení nesmí dojít ke

změně struktury. Napomáhá tomu např. broušení za mokra, při kterém je vzorek chlazen vodou a současně jsou průběžně odplavovány odbroušené částice vzorku i brusiva. Broušení začíná s hrubými brusnými papíry, které mají vybrousit rovinné plochy. Pro vzorky o velké tvrdosti např. oceli se používají brusné papíry o zrnitosti 60–150 (počet zrn na 1 cm²). Broušení pokračuje přes jemnější brusné papíry o zrnitosti 4000, které obsahují částice o velikosti 5 μm. Postupně se přechází na jemnějšími papíry. Pokud jsou k práci používány dostatečně jemné papíry mluví se o leštění. Při leštění již nedochází k odstraňování materiálu, ale cílem je získat ideálně rovný povrch bez rýh. Pro poslední krok leštění se používají produkty s diamantovými částicemi o velikosti 0,04 μm [5]. Často se používá mechanicko-chemické leštění pomocí koloidního roztoku oxidu křemičitého SiO₂. Jeho důležitost a vliv na vysokou indexaci difrakčního obrazce je popsán např. ve článku [34]. Kvalita vzorku se někdy zlepšuje ještě leptáním. Leptání vymezuje strukturu zrn. Během leptání musí docházet k rovnoměrnému rozpouštění povrchu a nesmí zůstat na povrchu vzorku žádná vrstva, která by mohla potlačit difrakci.

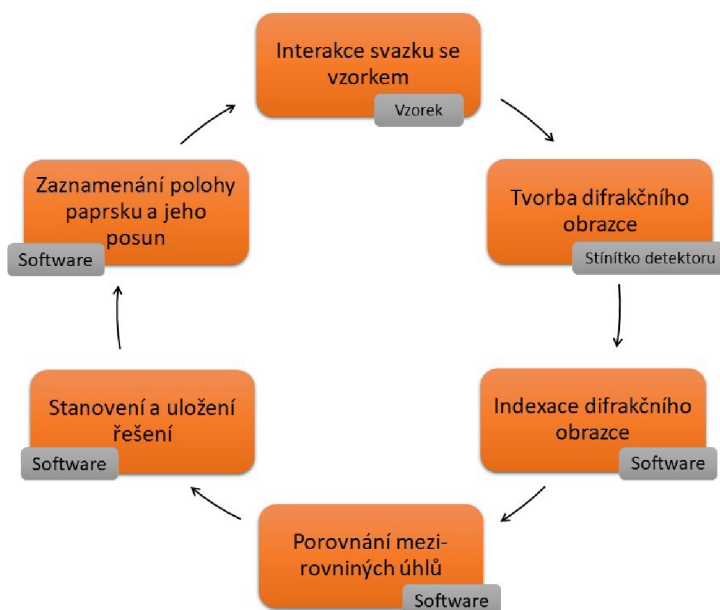
1.3.3 Průběh analýzy

Z mnoha dříve provedených studií bylo zjištěno, že pro získání nejlepších výsledků EBSD analýzy je vhodné vzorek umístit do komory ve speciálním přednakloněném držáku, jež je nakloněn pod úhlem 70° od vodorovné roviny, resp. od normály budícího elektronového svazku. Primární svazek elektronů dopadá na vzorek pod úhlem 20° [35]. Strmý náklon vzorku zaručuje vytvoření difrakčního obrazce o dostatečné intenzitě [25]. Takto ukotvený vzorek se umísťuje do komory skenovacího elektronového mikroskopu. Schéma komponentů potřebných pro průběh analýzy je patrné na obrázku 3.



Obrázek 3 – Schéma komponentů potřebných pro EBSD analýzu

EBSD analýza je spuštěna po nastavení všech parametrů ovlivňujících její průběh. Názorné schéma průběhu analýzy je uvedeno na obrázku 4. Podrobný popis průběhu analýzy je popsán na následujících odstavcích.



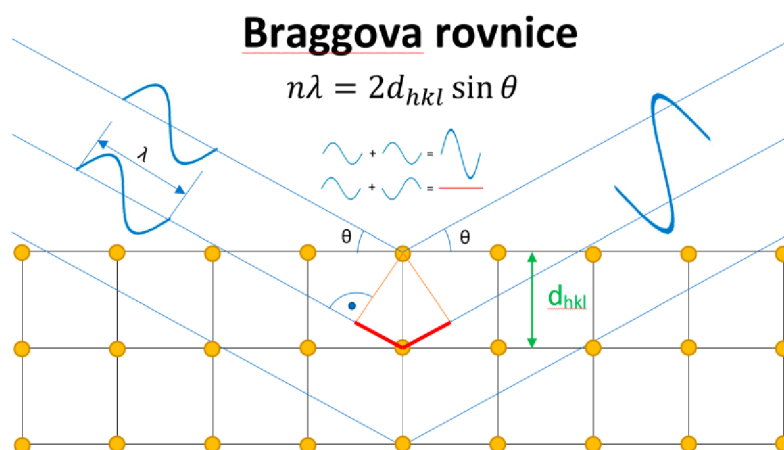
Obrázek 4 – Schéma průběhu EBSD analýzy

Proces vzniku difraktovaných elektronů

Urychlený primární elektronový svazek z katody skenovacího elektronového mikroskopu doputuje do povrchové vrstvy vzorku (cca 10 – 20 nm [25]), ve které interaguje s atomy na mřížkových rovinách krystalu. Elektrony dopadajícího primárního svazku se elasticky i neelasticky rozptýlí. Elasticky rozptýlené elektrony, které ztratily jen nepatrnou část své energie se pohybují tak, že mají vhodnou energii a směr, splňují Braggovu podmínku [25], uvedenou v rovnici 3.

$$n\lambda = 2d_{hkl} * \sin \theta, \quad 3$$

kde n je řád difrakce (celé číslo), λ je vlnová délka dopadajícího světla, d_{hkl} je mezirovinná vzdálenost a θ je Braggův úhel, znázorněno na obrázku 5.



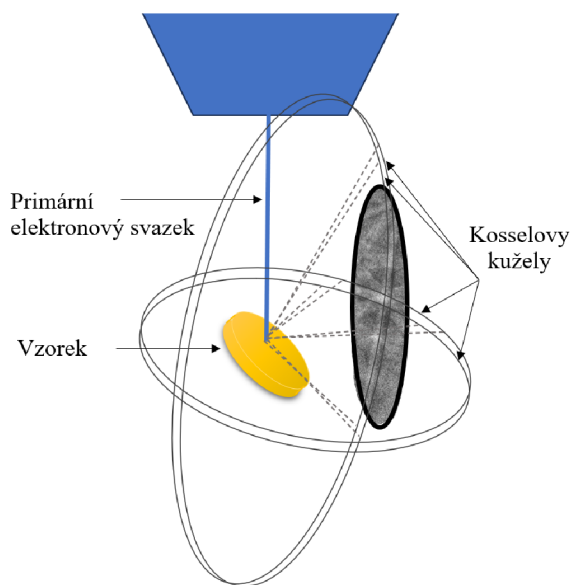
Obrázek 5 – Braggova podmínka. Převzato z [36].

Braggova podmínka je splněna, pokud difraktované elektrony nejsou vzájemně fázově posunuty. Tento požadavek platí tehdy, když je fázový posun celistvým násobkem vlnové délky λ .

K difrakci dochází jen na rovinách, které nezpůsobují fázové posunutí difraktovaného svazku [5].

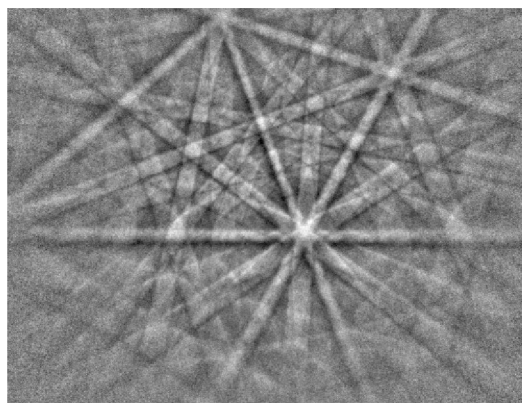
Tvorba difrakčního obrazce

Rozptýlené elektrony splňující Braggovu podmínku vytváří z každé mřížkové roviny dvojici otevřených kuželů. Tyto kužely jsou nazvány Kosselovými kužely [25]. Dva kužely odražených elektronů jsou symetrické k rovině krystalu. V krystalu se vyskytuje mnoho mřížkových rovin, proto je tvořeno mnoho dvojic kuželů. Tyto dvojice kuželů je možné zachytit na fluorescenční fosforové stínítku detektoru. Dvojice Kosselových kuželů je na stínítku zaznamenána jako hyperbola, ale hyperboly jsou vidět jako dvě přímé rovnoběžné čáry, viz obrázek 6. Důvodem vzniku rovných čar je Braggův úhel, který je natolik malý, že způsobuje široký úhel otevření kuželů, které se na stínítku zachycují jen jako část hyperboly [37].



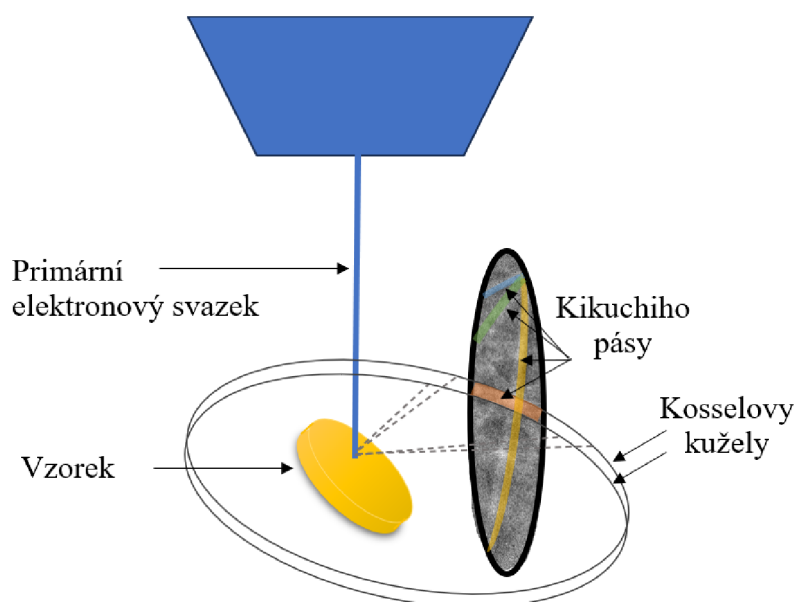
Obrázek 6 – Kosselovy kužely

Dvojice čar (linií) zachycených na stínítku nazýváme Kikuchiho pásy. Rovina procházející středem Kikuchiho pásu je geometrický průmět difrakční roviny na stínítko [25]. Ve středu Kikuchiho pásu jsou promítnuté mřížkové roviny krystalů. Vzdálenost dvojice kuželů, tedy šířka Kikuchiho pásu je rovna dvojnásobku Braggova úhlu [37]. Pásy dohromady na stínítku vytvářejí difrakční obrazec, který je v EBSD terminologii nazýván EBSP „*Electron Backscatter Pattern*” [35, 37]. Difúzní pozadí difrakčního obrazce je tvořeno nepružně rozptýlenými elektrony s nižší energií, které nebyly Braggovým rozptylem [25, 35]. Difrakční obrazec je složený ze světlých Kikuchiho pásů a tmavšího pozadí tvořeného neelasticky rozptýlenými elektrony, jak je znázorněno na obrázku 7.



Obrázek 7 – Difrakční obrazec

Na obrázku 8 elektronový paprsek dopadá na nakloněný vzorek, na kterém dochází k difrakci. Zpětně odražené elektrony vytváří Kosselovy kužely, jež jsou zachyceny na fluorescenčním fosforovém stínítku detektoru v podobě Kikuchiho pásů vytvářejících difrakční obrazec.



Obrázek 8 – Průběh tvorby Kikuchiho pásů

Zaznamenání difrakčního obrazce detektorem

Rozptýlené elektrony jsou detekovány na fluorescenčním fosforovém stínítku, které poté emituje světelný signál. Světelný signál ze stínítka má velmi nízkou intenzitu a musí být zachycen velmi citlivou kamerou. Stínítko v kombinaci s kamerou se nacházejí v těsné blízkosti vzorku (ve vzdálenosti několika cm), patrně z obrázku 3. Detekční zařízení je umístěno rovnoběžně s držátkem stolku a současně kolmo k primárnímu svazku elektronů. U většiny mikroskopů je detektor namontován na výsuvném zařízení. Volitelné zasunutí, či vysunutí detektoru je vhodné pro snímání obrazů z objemnějších vzorků a pro zachycení stále ostrého difrakčního obrazce [25]. Typy používaných detektorů jsou popsány v následujících odstavcích.

Dříve se používala SIT kamera („*Silicon Intensified Target*“) [25, 37]. Postupně byl tento typ kamery nahrazen CCD kamerou („*Charge Coupled Device*“). CCD kamera byla méně citlivá

než SIT, ale zato nabízela lepší rozlišení a eliminovala geometrické zkreslení obrazu [37]. Postupem času se přešlo k CCD kamerám, které poskytují vysoce kvalitní obraz, ale jsou poměrně pomalé. Dnes již vývoj pokročil a CCD kamery jsou často nahrazovány rychlejšími kamerami CMOS („*Complementary Metal-Oxide Semiconductor*“). CMOS kamery jsou nejnovější generací kamer, poskytují vysoce rychlostní a vysoce citlivý sběr dat [39].

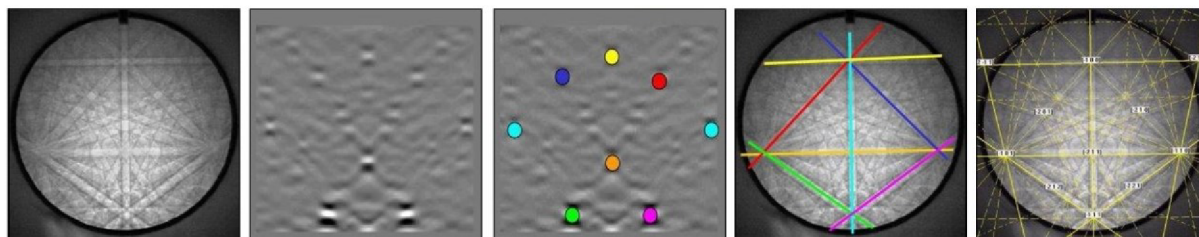
Kamery CCD i CMOS jsou polovodičová zařízení na bázi oxidů kovu. Obě zařízení v každém pixelu akumulují náboj příslušící intenzitě osvětlení [38]. Rozdíl technologií nastává po dokončení expozice při následném přenosu signálu do počítače. CCD kamera přenáší postupně nábojový paket každého pixelu do společné výstupní struktury. V této struktuře je náboj převeden na napětí, ukládá se do vyrovnávací paměti a následně je odeslán mimo čip. Zatímco v CMOS kamerách probíhá převod náboje na napětí v každém konkrétním pixelu [38]. Díky této architektuře je CMOS rychlejší. V kameře zachycený signál v podobě difrakčního obrazce je přenesen do počítače pro automatické zpracování a vyhodnocení.

Indexace difrakčního obrazce v softwaru

Vytvořený difrakční obrazec obsahuje velké množství krystalografických informací. Aby mohly být krystalografické informace určeny, využívá se automatického zpracování obrazce. Tento proces se podle společnosti Oxford Instruments [40] skládá z několika kroků. V prvním kroku je difrakční obrazec tvořený Kikuchiho pásy přesunut z detektoru do EBSD softwaru, v němž jsou pásy na difrakčním obrazci rozpoznány pomocí Houghovy transformace. Následně jsou spočítány mezi-rovinné úhly a je určena orientace krystalu.

Houghova transformace

Houghova transformace převádí Kikuchiho pásy do bodů, které jsou vidět jako vrcholy v Houghově prostoru [40]. Tyto body po četných matematických operacích indexují jednotlivé pásy. Postup Houghovy transformace je znázorněn na obrázku 9.



Obrázek 9 – Houghova transformace. Převzato z [41].

Houghova transformace byla poprvé představena Paulem Houghem v patentu v roce 1962 [42], kde použil tradiční parametrizaci šikmých úseček uvedenou v rovnici 4.

$$y = mx + c. \quad 4$$

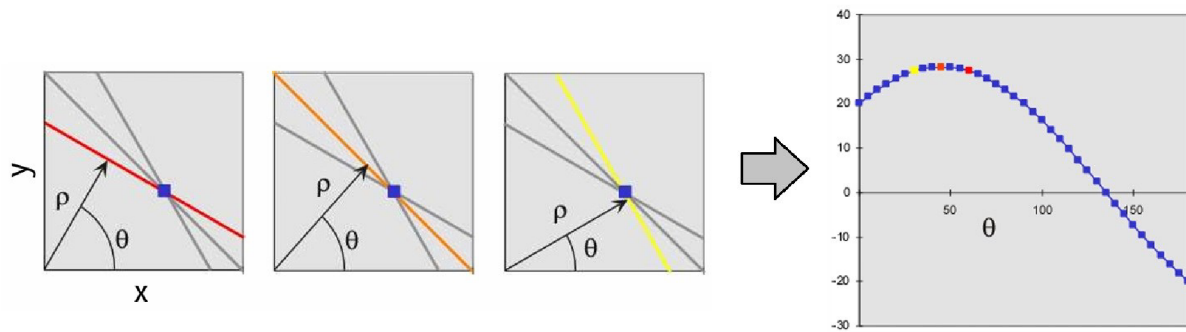
Tato parametrizace byla později (1972) upravena Duda a Hart o tzv. normálovou parametrizaci [37]. V roce 1992 byla poprvé použita Houghova transformace pro automatickou detekci Kikuchiho linií [30]. Krieger-Lassen vytvořil algoritmus, který automaticky indexuje difrakční obrazce, a díky tomu stanovuje orientaci krystalů [43].

Houghova transformace převádí body se souřadnicemi (x, y) v difrakčním obrazci v kartézských souřadnicích na souřadnice (ρ, θ) v polárních souřadnicích do Houghova prostoru [40]. Tento převod je vyjádřen rovnicí 5,

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

5

kde ρ je euklidovská vzdálenost přímky v rovině x, y . Úhel θ , je úhel mezi průvodičem ρ a souřadnou osou x [40]. Znázorněno na obrázku 10.



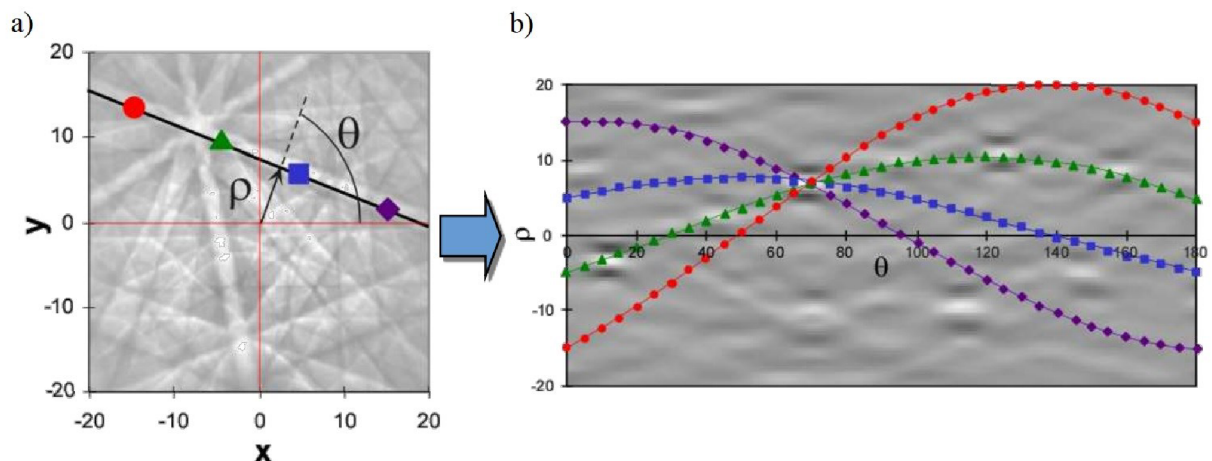
Obrázek 10 – Bod v kartézském prostoru (x, y) je transformován na sinusoidu v Houghově prostoru. Převzato z [44].

Jednotlivé pixely (měřené v kartézských souřadnicích) difrakčního obrazce mají pozice $[x_i, y_i]$ s počátkem ve středu obrázku [37]. Bod $[x_i, y_i]$ je mapován na všechny body v prostoru parametrů ρ a θ , které určují tímto bodem procházející přímku. Pixel je parametrizován množinou přímek, která se transformuje na sinusovou křivku [37] podle rovnice 6.

$$\rho = x_i \cdot \cos \theta + y_i \cdot \sin \theta.$$

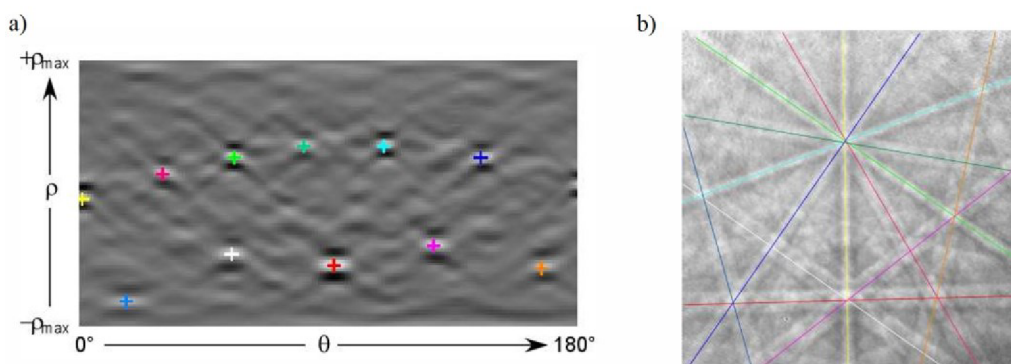
6

Názorně je to zobrazeno na obrázku 11. Pro každý bod na přímce (obrázek 11 a) se vypočítají všechny možné hodnoty ρ a θ . Vzniknou tedy tři sinusoidy (obrázek 11 b), které se protínají v bodě o souřadnicích (ρ, θ) . Všechny kolinéární body budou mapovány na sinusoidy, které se protínají ve společném bodě [37].



Obrázek 11 – Tři kolinéární body (x_i, y_i) v kartézském prostoru jsou transformovány na tři sinusoidy v Houghově prostoru. Převzato z [45].

Společné body sinusoid vytvoří světlá místa v Houghově prostoru. Tato světlá místa charakterizují Kikuchiho pásy v Houghově prostoru. Světla místa je potřeba analyzovat a poté odhadnout přítomnost lokálních vrcholů nebo maxim. Pro lepší detekci vrcholů se používá speciální maska „*butterfly filter*“ [37]. Detekované vrcholy v Houghově prostoru korespondují s pásy v difrakčním obrazci, znázorněno na obrázku 12.

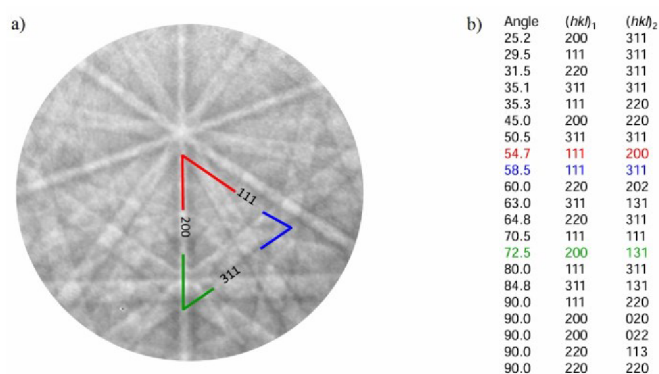


Obrázek 12 – Za a) světlé vrcholy v Houghově prostoru korespondují s difrakčními obrazci na obrázku b). Převzato z [44].

Houghova transformace je rychlý algoritmus, který si na rozdíl od ostatních algoritmů dobře poradí i se zašuměnými difrakčními obrazci. Celý proces indexace difrakčního obrazce je automatizovaný a podle Oxford Instruments může trvat zlomek milisekundy, pokud je komerční systém instalovaný na moderním počítači [40].

Porovnání mezi-rovinných úhlů

Poté, co jsou indexovány pozice Kikuchiho pásů, jsou v dalším kroku spočítány úhly mezi detekovanými pásy. Z vypočítaných mezi-rovinných úhlů se následně vytvoří seznam mezi-rovinných úhlů této analyzované struktury a tento seznam se porovná se seznamem očekávaných mezi-rovinných úhlů výchozí struktury rozsáhlých databází známých fází. Příklad je uveden na obrázku 13. V posledním kroku se všechna možná řešení seřadí a vyhodnotí se největší shoda symetrií úhlů pro nejpřesnější stanovení konkrétní fáze krystalu [40].



Obrázek 13 – a) mezi-rovinné úhly analyzované programem b) tabulka úhlů ze známé databáze. Převzato z [44].

Zaznamenání a uložení spočítaných dat

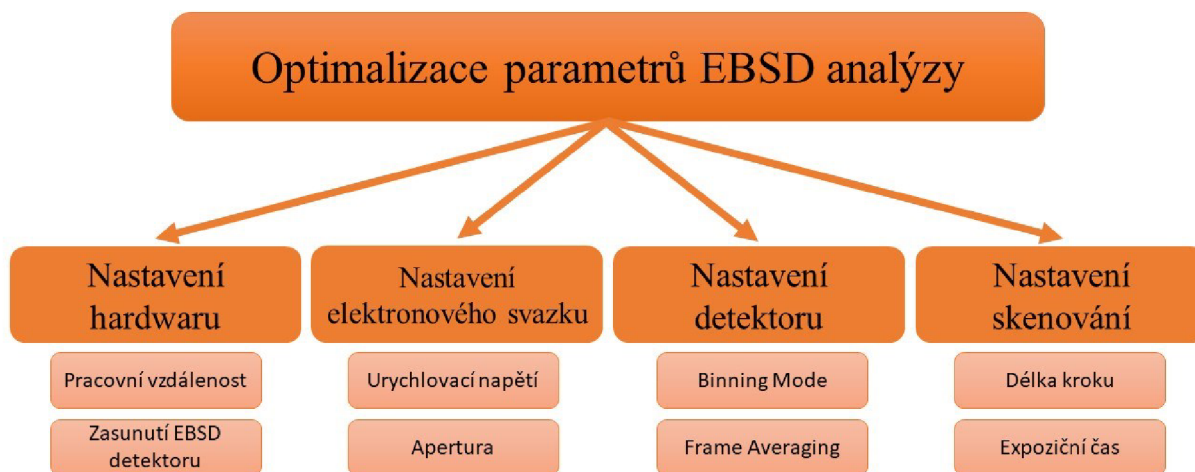
Indexovaný difrakční obrazec se uloží spolu s informacemi o přesné poloze vzorkovaného bodu. Následně se celý proces opakuje v sousedním skenovaném bodě na vybrané ploše vzorku.

Software po celou dobu procesu kontroluje paprsek i pozici držáku vzorku, aby dokázal přesně přiřadit počítačově vyhodnocená data příslušné skenované části vzorku.

Po provedení EBSD analýzy jsou jednotlivá data reprezentována ve formě map, histogramů a statistik. Tato data lze ještě upravovat při následném zpracování, tzv. *post-processing*.

1.3.4 Parametry ovlivňující kvalitu difrakčního obrazce

Pro získání co nejdetailnějších krystalografických informací je potřeba získat kvalitní difrakční obrazec. Na kvalitě zachyceného Kikuchiho difrakčního obrazce závisí úspěšnost indexace obrazce, s tím spojené vyhodnocení analýzy a následná možnost přesné interpretace dat. Kvalita difrakčního obrazce je dána kvalitou signálu, tj. počtem zachycených elektronů na stínítku detektoru. Kvalitu signálu zhoršuje přítomnost šumu, ten je definován jako poměr signálu k šumu „*signal-to-noise ration*“. Zisk kvalitního difrakčního obrazce je možný pouze pokud jsou optimálně nastavené všechny parametry ovlivňující průběh celé analýzy. Tyto parametry lze rozdělit do jednotlivých kategorií podle toho, jakou částí mikroskopického zařízení jsou ovládány a nastavovány, viz obrázek 14. Tyto parametry jsou rozebrány v následujících sekcích.

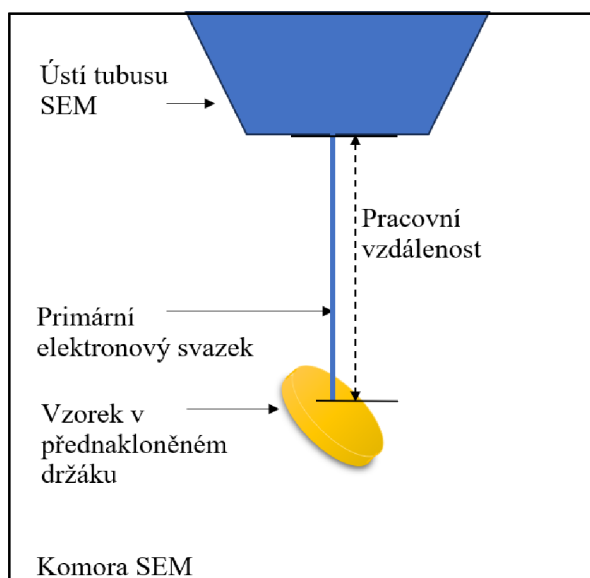


Obrázek 14 – Schéma parametrů používaných pro optimalizaci analýzy

Parametry nastavení hardwaru

V této kapitole uvažujeme nastavení vzdálenosti přednakloněného držáku se vzorkem vzhledem k ústí tubusu SEM a také uvažujeme nastavení vzdálenosti EBSD detektoru od držáku. Poloha přednakloněného držáku se vzorkem v komoře SEM se nastavuje pomocí parametru pracovní vzdálenosti.

Pracovní vzdálenost – z anglického „*working distance*“, zkráceně se používá zkratka WD, se jedná o vzdálenost od ústí tubusu skenovacího elektronového mikroskopu k bodu na povrchu vzorku v ohniskové rovině paprsku. Pracovní vzdálenost WD je klíčovým parametrem, protože její změnou se mění vzdálenost polohy vzorku vůči SEM i vůči EBSD detektoru, znázorněno na obrázku 15. Velikost vzorku přímo ovlivňuje nejmenší možnou vzdálenost, kterou lze bezpečně použít bez kontaktu vzorku s pólovým nástavcem SEM.



Obrázek 15 – Geometrie zařízení popisující pracovní vzdálenost

Z geometrie zařízení uvedené na obrázku 15 je zřejmé, že pracovní vzdálenost ovlivňuje polohu umístění středu difrakčního obrazce na stínítko detektoru. Polohu středu difrakčního obrazce popisuje funkce „*pattern center*“.

Zasunutí EBSD detektoru – EBSD detektor Oxford Nordlys Nano, který je využíván v praktické části této diplomové práce, je umístěn kolmo na osu paprsku skenovacího elektronového mikroskopu. U tohoto detektoru je možné volit jeho polohu v horizontální rovině, jiné směry pohybu či náklonu neumožňuje. Novější detektory (např. Oxford Symmetry S3) umožňují optimalizaci funkce „*pattern center*“ prostřednictvím motorizovaného náklonu stínítka detektoru [46]. Základní umístění detektoru je vždy při jeho úplném zasunutí, tzn. detektor je co nejbližší zkoumanému vzorku v držáku. Avšak platí, že při velkém a objemném vzorku může být tato malá vzdálenost nebezpečná a hrozí poškození stínítka detektoru. Krátká vzdálenost EBSD detektoru od vzorku je potřebná pro zobrazení difrakčního obrazce s mnoha pásy. Pokud se vzdálenost detektoru od vzorku zvětšuje, zmenšuje se úhel tělesa a na stínítko se promítá menší počet Kikuchiho pásů. Tyto pásy následně mají větší šířku.

Parametry nastavení elektronového svazku

Nastavení primárního elektronového svazku je ovlivněno především nastavením parametru urychlovacího napětí a proudu svazku primárních elektronů. Urychlovací napětí a proud elektronů ovlivňují intenzitu přijímaného signálu detektorem, což přímo ovlivňuje kvalitu difrakčního obrazce. Obecně platí, že při použití vyššího urychlovacího napětí a/nebo vyššího proudu je získána vyšší intenzita signálu, a tím kvalitnější difrakční obrazec, protože na stínítko dopadá silnější signál. Přináší to však některá negativa popsána v následující části.

Urychlovací napětí – Elektrony primárního svazku jsou emitovány z katody při určitém urychlovacím napětí. Urychlovací napětí pro SEM je používáno v rozsahu 1 až 30 kV [47]. Elektronový svazek dopadá na povrch vzorku s urychlovacím napětím 20 kV, proniká svazek do nitra vzorku – do hloubky přibližně 20 nm [37] a interaguje se vzorkem. Oblast, se kterou svazek interaguje se nazývá interakční objem. Interakční objem má specifický rozměr (velikost a tvar) je určen urychlovacím napětím primárních elektronů i chemickým složením zkoumaného vzorku (atomovým číslem prvku ve vzorku). U materiálů s nízkým atomovým číslem má inter-

akční objem hruškovitý tvar, zatímco u materiálů s vyšším atomovým číslem má tvar polokoule. Interakční objem se zvětšuje při dopadu svazku s vyšší energií. Pro materiály s vyššími atomovými čísly je podíl BSE elektronů větší a může být pro analýzu použito nižší urychlovací napětí [37, 48].

Urychlovací napětí má vliv na prostorové rozlišení. Nižší urychlovací napětí poskytuje elektrony s nižší energií, na které je stínítko detektoru méně citlivé a je jím zachycena nižší intenzita signálu. V důsledku slabšího signálu na difrakčním obrazci vzniká mnoho šumu [37, 49]. Při práci s nižším urychlovacím napětím je docíleno lepšího prostorového rozlišení, ale pro dostatečnou intenzitu signálu musí být využit vyšší proud elektronů [49]. Negativa, resp. pozitiva vyššího elektronového proudu jsou popsána v následujícím odstavci.

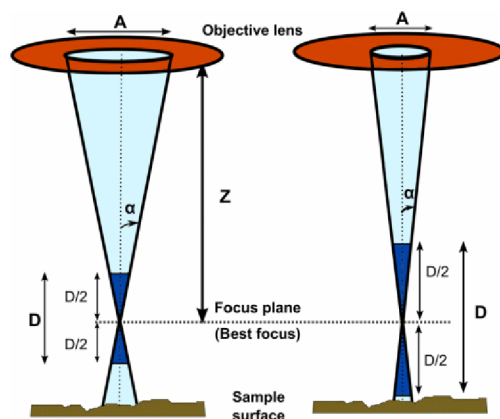
Použití většího urychlovacího napětí poskytuje vyšší intenzitu signálu a tím nižší množství šumu. To však přináší několik nevýhod. První nevýhoda se vztahuje na výše diskutovaný interakční objem. Při vysokém urychlovacím napětí je velký průnik primárního elektronového svazku do vzorku, je získáno více informací o vnitřní struktuře vzorku, ale vytrácejí se jemné detaily z povrchu [50]. Informace o strukturních detailech na povrchu vzorku jsou získány při nižším urychlovacím napětí. Druhá nevýhoda použití většího urychlovacího napětí je spojená s možností nabíjení vzorků kvůli zvýšenému hromadění elektronů na jeho povrchu [48].

Proud primárního elektronového svazku – z anglického „*probe current*“. Proud primárního svazku elektronů určuje, zda získává EBSD detektor dostatečně silný signál pro tvorbu kvalitního difrakčního obrazce.

Při interakci elektronového svazku se vzorkem část elektronů ztrácí svoji původní energii a je zachycena ve vzorku. Pokud zachycené elektrony v podobě náboje nemohou snadno odtéci ze vzorku do země, akumulují se na něm a způsobují nabíjení. Nabíjení vzorku může zhoršovat výsledky analýzy. Použitím nižšího proudu by se mohlo předejít výraznějšímu nabíjení vzorku. Pokud je ale používán nižší proud je pro dosažení požadované intenzity signálu, a tím i kvality difrakčního obrazce, vzorek vystaven sice nižšímu proudu, ale po delší dobu. Doba, po kterou je vzorek vystaven elektronovému svazku se nazývá expoziční čas a bude podrobně rozebrána v samostatné kapitole. Právě proud svazku určuje, jak rychle lze analýzu provést při zachování určité kvality dat. Snížení expozičního času, a současně snížení elektronového proudu, bude způsobovat vznik vyššího šumu [49]. Vyšší šum následně způsobí zhoršení indexace [51].

Vlastnosti primárního elektronového svazku udávají veličiny jako proud svazku, jeho průměr a úhel konvergence. Průměr svazku určuje zvětšení mikroskopu. Proud paprsku a úhel konvergence určují jas. Úhel konvergence je nastavován pomocí apertury. Konečná apertura minimalizuje škodlivé účinky aberací na konečnou velikost paprsku [47].

Apertura omezuje množství elektronů dopadajících na vzorek. Apertura snižuje úhel konvergence elektronového svazku [52]. Velká apertura se používá pro zobrazování při malém zvětšení, aby došlo ke zvýšení intenzity signálu. Čím větší je úhel apertury, tím je intenzita osvětlení vzorku vyšší, ale přináší zhoršení kvality obrazu. Při použití menší apertury se snižuje proud svazku a ke vzorku se dostane menší počet elektronů, výsledkem může být méně jasný obraz. Při malé apertuře je získáno velké rozlišení a vysoká hloubka ostrosti [48]. Jak je na velikost apertury závislá hloubka ostrosti znázorňuje obrázek 16. Při použití velké apertury je úhel α velký a obraz se rozostří.

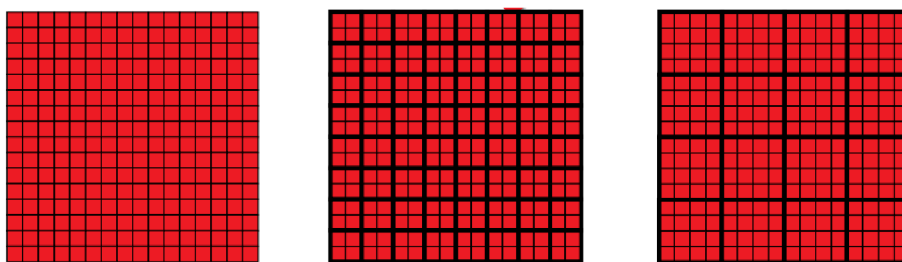


Obrázek 16 – Vliv apertury na hloubku ostrosti. Převzato z [53].

Parametry nastavení detektoru

V EBSD softwaru AZtec, který je využit pro tuto diplomovou práci, je možné nastavit vlastnosti dvou základních funkcí detektoru – funkce „*Binning Mode*“ a „*Frame Averaging*“. Smyslem optimalizace těchto funkcí je zkrátit akviziční čas a získat kvalitní difrakční obrazce.

Binning Mode – v softwaru AZtec je to funkce pro zpracování obrazu umožňující provádět akci nazvanou „binning“. Tato funkce seskupí data o signálu ze sousedních pixelů do jednoho pixelu. Software AZtec umožňuje provést seskupení z matice pixelů 1×1 , 2×2 , 4×4 , 8×8 a 8×16 . Seskupením vzniklý jeden pixel se nazývá "bin". Každý bin obsahuje tedy data zkombinovaná z dat matice okolních pixelů (viz obrázek 17), a díky tomu vzniklý bin nese zesílený signál. Při zesílení signálu dochází také k redukci šumu, což přináší vyšší přesnosti a spolehlivosti při indexaci Kikuchiho obrazce. Binning se může využívat i při analýze krystalové struktury v oblasti vzorku s nízkým zpětným rozptylem elektronů, protože získaný signál se díky binningu znásobí a je tedy možné získat informace o struktuře, i přes slabý signál. Funkce se pravidelně také využívá díky tomu, že po seskupení se následně pracuje s méně daty, což urychluje proces celého sběru a zpracování dat. To je užitečné pro rychlou a zběžnou analýzu rozsáhlých oblastí. Avšak nevýhoda binningu je, že přináší snížení celkového rozlišení difrakčního obrazce vlivem seskupení pixelů. Seskupení pixelů může způsobit ztrátu detailních informací o mikrostruktuře materiálu [54].



Obrázek 17 – Funkce Binning Mode 1×1 , 2×2 a 4×4 . Převzato z [45].

Frame Averaging – je funkce v softwaru AZtec, která umožňuje detektoru vícekrát za sebou vytvořit snímek konkrétního difrakčního obrazce. Díky znásobenému provedení snímků obrazu a jejich zprůměrování je množství zachycených dopadajících fotonů znásobeno. Rozdíl v odstínech šedi na zprůměrovaném obrazu je vyšší než před provedení funkce „*Frame Averaging*“. Tento velký rozstup odstínů šedi poskytuje kvalitnější výsledky difrakčních obrazců, protože zvyšuje poměr signálu k šumu. Opakované provedení snímků zachyceného difrakčního obrazce na detektoru a jejich zprůměrování, přináší výrazné zvýšení akvizičního času analýzy.

Parametry nastavení skenování

Mezi parametry nastavení skenování je zařazena délka kroku a expoziční čas. Tyto parametry velmi zásadním způsobem ovlivňují dobu trvání celé analýzy, nastavují se v softwaru AZtec.

Délka kroku „*step size*“ – Délka kroku je vzdálenost dvou bodů na vzorku snímaných při skenování. Volba délky kroku závisí na typu materiálu, ze kterého je zkoumaný vzorek tvořen, např. jemnější krok je potřeba použít u mikro-zrnného materiálu. U mikro-zrnného materiálu by mohlo při skenování s delším krokem dojít k přeskočení důležité části na vzorku (např. zrna ve struktuře), tímto přeskočením by důležité informace o materiálu byly ztraceny již při počátku analýzy. Dále je nutné při volbě délky kroku zohlednit, jaké informace má analýza přinést. Při zběžné analýze, při které se požaduje získat jen obecný přehled o struktuře je možné použít delší krok. Naopak jemný krok se využívá, pokud je potřeba získat konkrétní detailní informace o struktuře materiálu. Délka kroku ovlivňuje celkový akviziční čas analýzy. Při jemnějším (kratším) kroku musí software sesbírat a zpracovat více informací, a to logicky požaduje větší časovou náročnost.

Expoziční čas „*exposure time*“ – popisuje, jak dlouho je primárním elektronovým svazkem skenován konkrétní bod na povrchu vzorku. Doba expozičního času musí být dostatečně dlouhá pro sběr signálu pro detektor. Nastavení delší expoziční doby přináší určité negativní vlivy, jako je např. nabíjení vzorku. Snížením doby expozice by se mohlo předejít výraznějšímu nabíjení vzorku. Dále je při použití delšího expozičního času, mnohonásobně prodlužována celková doba trvání analýzy, tzv. čas akvizice. Pro urychlení analýzy je vhodné použít kratší expoziční čas a současně zvýšit energii svazku, jak je uvedeno výše. Je potřeba mít na paměti, že použití velmi krátkého expozičního času může být nedostatečné pro saturaci detektoru.

Další parametry nastavení analýzy

Zvětšení – je funkce, jejíž hodnoty jsou voleny na základě požadavků na typ analýzy. Obecně se volí mezi lokálním zvětšením, které využívá velkého zvětšení pro detailní studium struktury (např. studium konkrétního zrna), a mezi malým zvětšením, které umožňuje pozorovat větší celek vzorku. Zvětšení není prvek optické transformace, ale dosahuje se ho snímáním oblastí vzorku, jež je menší než displej monitoru. Pokud se pracuje při velmi malých zvětšeních, liší se pracovní vzdálenost v horní části a spodní části snímané oblasti vzorku a může při skenování dojít ke zkreslení obrazu. Zkreslení obrazu může způsobit neindexování některých bodů v těchto místech analýzy. Proto se u EBSD analýzy používá funkce korekce náklonu – „*Tilt Correction*“. Korekce náklonu je důležitá pro to, aby naměřené plochy na EBSD mapě skutečně odpovídaly ploše při nenakloněné geometrii vzorku. Dále je možné využít funkci dynamického zaostření – „*Dynamic Focus*“. Při funkci dynamického ostření je snaha mít stejně zaostřenou vrchní, středovou i spodní část vzorku.

Rozlišení – Nízké rozlišení je dostatečné pro získání přehledových informací, které poskytnou dostatečné povědomí o vzorku. Také se nízké rozlišení používá za účelem zrychlení celého procesu sběru dat. Snímky s menším rozlišením mohou být přenášeny, ukládány a zpracovávány rychleji a současně obsahují dostatek informací pro spolehlivou indexaci. Vysoké rozlišení je vhodnější používat, pokud už má uživatel základní povědomí o povaze vzorku a potřebuje získat konkrétní detailní údaje pro náročnější analýzu. Nejlepší je najít kompromis mezi velmi nízkým a vysokým rozlišením [51].

1.3.5 Parametry hodnotící úspěšnost proběhlé analýzy

Je potřeba zhodnotit, zda uskutečněná analýza proběhla úspěšně. Úspěšnost analýzy závisí na správném nastavení vhodnosti parametrů popsanych v kapitole 1.3.4. Jedná-li se o difrakční analýzu, její úspěšnost lze ověřit např. podle kvality difrakčního obrazce. Konkrétní funkce určující spolehlivost analýzy jsou popsány níže.

Mean band contrast MBC – funkce popisuje kvalitu difrakčního obrazce, tzn. udává intenzitu Kikuchiho pásů vzhledem k intenzitě pozadí. Je požadováno dosáhnout co nejvyšší hodnoty, jelikož funkce značí kontrast v difrakčním obrazci [37, 55].

Zero solution – je funkce, která popisuje počet difrakčních obrazců, pro které při skenování nebylo nalezeno žádné indexační řešení [55]. Tedy kolik bodů na vzorku nebylo rozlišeno. Nejčastěji nejsou rozpoznány místa okolo hranic zrn.

Mean angular deviation MAD – je průměrná úhlová odchylka, která značí dobrou shodu mezi zjištěnými Kikuchiho pásy a simulací. Obvykle je její přijatelná hodnota pod 1° [55].

Hit rate – je funkce vyjadřující procentuální počet oblastí na vzorku, na kterých byly úspěšně provedeny operace analýzy, tzn. indexace [55].

1.3.6 Krystalografické informace získané z analýzy

Data získaná z difrakce zpětně odražených elektronů obsahují mnoho informací o vzorku. Automatický proces pro každý skenovaný bod na vzorku vytvoří indexovaný difrakční obrazec a uloží získané informace o vzorku. Mezi základní informace patří charakterizace zrn, charakterizace hranic zrn, rozložení fází, krystalografická orientace i informace o deformacích. Díky těmto informacím následně počítačový program sestaví fázové, orientační, zrnitostní a hraniční mapy vypovídající o mikrostruktuře povrchu zkoumaného vzorku.

Zrno

Zrno je trojrozměrná oblast ve vzorku se stejnou mřížkovou orientací uvnitř zrna. Svoji orientací se odlišuje od okolí (od ostatních zrn) [5]. Zkoumá se především velikost a tvar zrn. Velikost zrna je důležitý parametr, protože jak uvádí Hall-Petch, ovlivňuje mechanické vlastnosti materiálu. Podle Hall-Petchova vztahu je pevnost nepřímo úměrná odmocnině velikosti zrna [56].

Hranice zrna

Za hranici zrna je považován prostor, kde je změna orientace krystalové mříže větší než definovaný/zvolený kritický úhel. Pro sousední dvojici pixelů je spočítán úhel vzájemné dezorientace. Pokud je tento úhel větší než definovaný kritický úhel, je hranice mezi pixely identifikována jako hranice zrn [56].

Preferovaná krystalografická orientace

Preferovaná krystalografická orientace se určuje například podle pólových obrazců PF („*Pole Figure*“), inverzních pólových obrazců IPF („*Inverse Pole Figure*“) nebo funkcí orientace distribuce ODF („*Orientation distribution function*“) [56].

Identifikace a rozložení fází

Fáze je homogenní oblast ve vzorku, která vykazuje jednotné mechanické, chemické a fyzikální vlastnosti. Fáze vznikají podle postupů při přípravě materiálu. Rozložení fází a jejich distribuci je nutné znát, protože jednotlivé fáze ovlivňují mechanické vlastnosti materiálu [4, 5].

1.3.7 Aplikace a využití EBSD analýzy

Nejčastěji se EBSD využívá v materiálových vědách, konkrétně při studiu kovů a slitin pro charakterizaci zrn, hranic zrn, fází a textur. Vlastnosti materiálů jsou dané jejich mikrostrukturou. Pro materiálové inženýry je zásadní charakterizovat konkrétní materiál, aby mohli upravit jeho výrobu a zpracování, a tím dosáhnout materiálů s lepšími vlastnostmi. Například v automobilovém průmyslu je kladen velký důraz na materiály s vysokou pevností a nízkou hmotností. K dosažení takových požadavků se využívají vysokopevnostní oceli, které jsou tvořeny různými fázemi železa. Pro materiálové inženýry je důležité znát podíl různých fází železa, mít informace o velikosti zrn a textuře. EBSD se také používá k pochopení mechanismů poruch. Poruchy způsobené korozi a následným lomem nastávají na hranicích zrn. Různé hranice zrn mají odlišnou náchylnost k tvorbě poruch. Je proto vhodné znát distribuční rozdělení odolnější hranic zrn v materiálu [57].

Difrakci zpětně odražených elektronů využívají geologické vědy a mineralogie. EBSD v nich napomáhá k pochopení toho, jak se formovala planeta Země. Podle konečné mikrostruktury materiálu se snaží vědci pochopit skutečné procesy a reakce jakými byly různé materiály utvářeny před miliardami let. Tyto procesy je možné pochopit díky znalosti krystalové struktury, napomáhá k tomu identifikace kluzných systémů, jež charakterizují teplotní a tlakové podmínky během kterých materiál vznikal [58, 59].

Také v archeometrii se EBSD využívá pro charakterizaci krystalografické orientace a textury materiálů, aby mohly být pochopeny specifické procesy, jež vedly k formování archeology nalezeného předmětu. EBSD se používá např. k pochopení zda materiál byl opracován tepelně nebo za studena, i k identifikaci starých materiálů, jako je čepel meče z wootzové oceli a starobylého stříbrného kotlíku [60].

EBSD se často používá při vývoji polovodičů, kdy přináší informace o mikrostruktuře ve vzorcích mikroelektroniky. Na polovodičových destičkách se pěstují různé vrstvy s rozdílnými vlastnostmi a složením. EBSD poskytuje informace o tvorbě a růstu krystalů. Na polovodičových destičkách odhaluje, zda má narostlá vrstva amorfni nebo krystalickou strukturu [61]. Informace o struktuře zrn a deformaci fází se využívá např. při měření pájecích mikrodestiček a drátěných spojů. Ve kterých může docházet k tvorbě nežádoucích intermetalických fází, tyto deformace jsou pomocí EBSD odhaleny [62].

V oblasti energetiky a obnovitelných zdrojů energie se EBSD používá pro charakterizaci mikrostruktury a převážně zrn, jež mají spolu se složením materiálu a tloušťkou vrstvy vliv na kvalitu a účinnost fotovoltaických materiálů. EBSD se také používá k pozorování mikrostruktury zrn v palivových člancích [63].

Praktická část

Praktická část diplomové práce se zabývá optimalizací parametrů EBSD analýzy. Je zde postupně popsána experimentální část práce. Nejprve je uveden postup výroby vzorku a jeho následná příprava pro EBSD analýzu. Další kapitoly popisují použité experimentální vybavení, zvolené proměnné pro analýzu a jejich základní nastavení hodnot. Praktická část obsahuje průběh každého měření doplněný o rozbor a vyhodnocení získaných výsledků analýzy. Závěrem je provedena diskuse naměřených výsledků a jsou stanovena doporučení pro práci s analýzou difrakce zpětného rozptylu elektronů.

V rámci České republiky patří EBSD stále mezi nepřiliš často aplikované metody. V používané terminologii se vyskytuje řada pojmů vycházejících z angličtiny, jež se vzhledem k nízkému počtu uživatelů nedoznaly korektního českého překladu, a ponechává se tedy jejich anglický název. Mezi takové pojmy patří: binning, averaging – tyto pojmy jsou podrobně vysvětleny v kapitole 1.3.4.

2.1 Experimentální vybavení

Pro tuto diplomovou práci je využit skenovací elektronový mikroskop Zeiss Ultra Plus, který je vybaven EBSD systémem Oxford Instruments Nordlys Nano. Ovládací systém pro SEM je SW SmartSEM; ovládací systém pro EBSD je SW Oxford Instruments AZtec 3.3. Povrch materiálu je připraven na přístrojích firmy Struers (pila Struers Secotom-50, lis Struers CitoPress-1, brousící a leštící stroj Struers Tegramin-25). Veškeré vybavení poskytla Laboratoř mikroskopie Ústavu pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace, Technické Univerzity v Liberci.

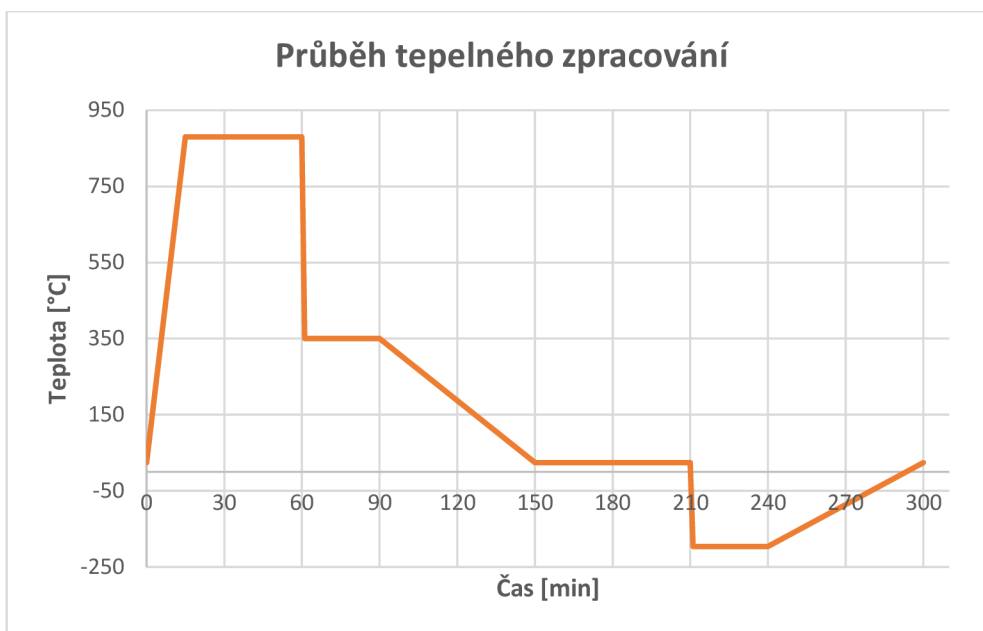
2.2 Výroba vzorku a jeho příprava pro EBSD analýzu

Vzorek používaný v této diplomové práci je izotermicky kalená litina. Výchozím materiálem je tvárná litina GJS 400-15, která byla odlita ve společnosti TEDOM Jablonec nad Nisou. Chemické složení vzorku je znázorněno v tabulce 1.

Tabulka 1 – GJS 400-15 chemické složení [hm. %] stanovené pomocí GDOES a spalovací zkouškou (S, C) (převzato ze článku [36]).

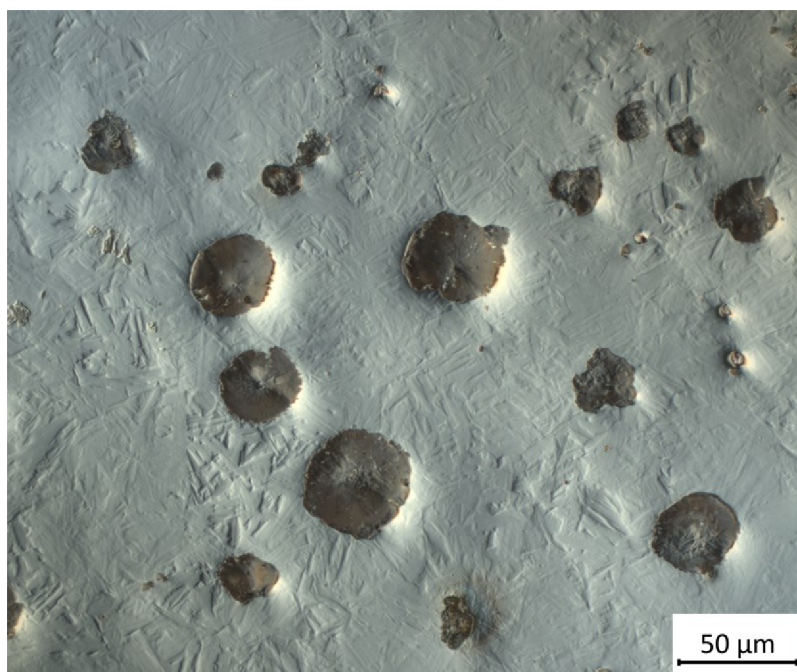
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mg
3,834	2,72	0,155	0,042	0,025	0,025	0,06

Zkoumaný vzorek byl tepelně zpracován, průběh tepelného zpracování je zobrazen na grafu 1. Nejprve proběhlo zahřátí vzorku na austenitizační teplotu 880 °C, při které byl vzorek ponechán po dobu 45 minut. Poté byl izotermicky zakalen do solné lázně na teplotu 350 °C po dobu 30 minut. Následně byl vzorek pozvolna ochlazován na pokojovou teplotu a po hodinové prodlevě byl kryogenně zpracován ponořením do lázně z kapalného dusíku po dobu 30 minut.



Graf 1 – Průběh tepelného zpracování vzorku

Použitý materiál je litina s kuličkovým grafitem. Podíl grafitu byl určen obrazovou analýzou v SW Zeiss ZEN Core ze snímků vyleštěného vzorku pořízených optickým mikroskopem v režimu světlého pole „*bright field*“. Podíl grafitu je $11,9 \pm 0,3 \%$. Struktura metalografického výbrusu je vidět na snímku z optického mikroskopu – obrázek 18. Na snímku lze snadno identifikovat kuličky grafitu. Okolní matrice je jemnozrnná a má jehlicovitý charakter. Víme, že mikrostruktura matrice zásadně ovlivňuje mechanické vlastnosti materiálu.



Obrázek 18 – Struktura vzorku v optickém mikroskopu, DIC, zvětšeno 500x.

Příprava vzorku pro EBSD analýzu

Vzorek pro EBSD analýzu byl připraven standardním postupem pro metalografické materiály. Dvěma paralelními řezy byl uříznut váleček $\varnothing 4,5 \times 2$ mm pomocí pily Struers Secotom-50 s Al_2O_3 kotoučem. Pro lepší manipulaci při broušení a leštění byl vzorek zalit do vodivé pryskyřice (Struers Polyfast) v přístroji Struers CitoPress-1. Dále byl vzorek broušen brusnými papíry o drsnostech # 500, 1200 a 4000. Následně byl leštěn pomocí textilních kotoučů s diamantovou suspenzí (3 μm a 1 μm) a mechanicko-chemickým leštěním koloidním oxidem křemičitým (firmy Struers OP-S). Broušení i leštění bylo provedeno na automatickém přístroji Struers Tegramin-25, jehož přesné nastavení je uvedeno v tabulce 2.

Tabulka 2 – Parametry broušení a leštění vzorku

Krok	Typ akce	Typ kotouče	Rychlost rotace spodního kotouče a horního držáku	Přítlak [N]	Čas broušení a leštění [min.]
1	Broušení	Brusný papír: hrubost 500	300 rpm, 150 rpm	20 N	4 min
2	Broušení	Brusný papír: hrubost 1200	300 rpm, 150 rpm	20 N	4 min
3	Broušení	Brusný papír: hrubost 4000	300 rpm, 150 rpm	20 N	4 min
4	Diamantové leštění	Textilní kotouč + 3 μm diamantová suspenze	150 rpm, 150 rpm	20 N 15 N	3 min 3 min
5	Diamantové leštění	Textilní kotouč + 1 μm diamantová suspenze	150 rpm, 150 rpm	15 N	7 min
6	Oxidické leštění	Textilní kotouč + SiO_2	150 rpm, 150 rpm	15 N	12,5 min

Následovala extrakce vzorku ze zalévací hmoty a jeho fixace pomocí stříbrné pasty na hliníkový terčik $\varnothing 12,5 \times 12,5$ mm. Tento terčik se vzorkem byl upevněn do držáku, který je využíván pro EBSD metodu a kotví vzorek v komoře SEM pod úlem 70° , viz obrázek 19.

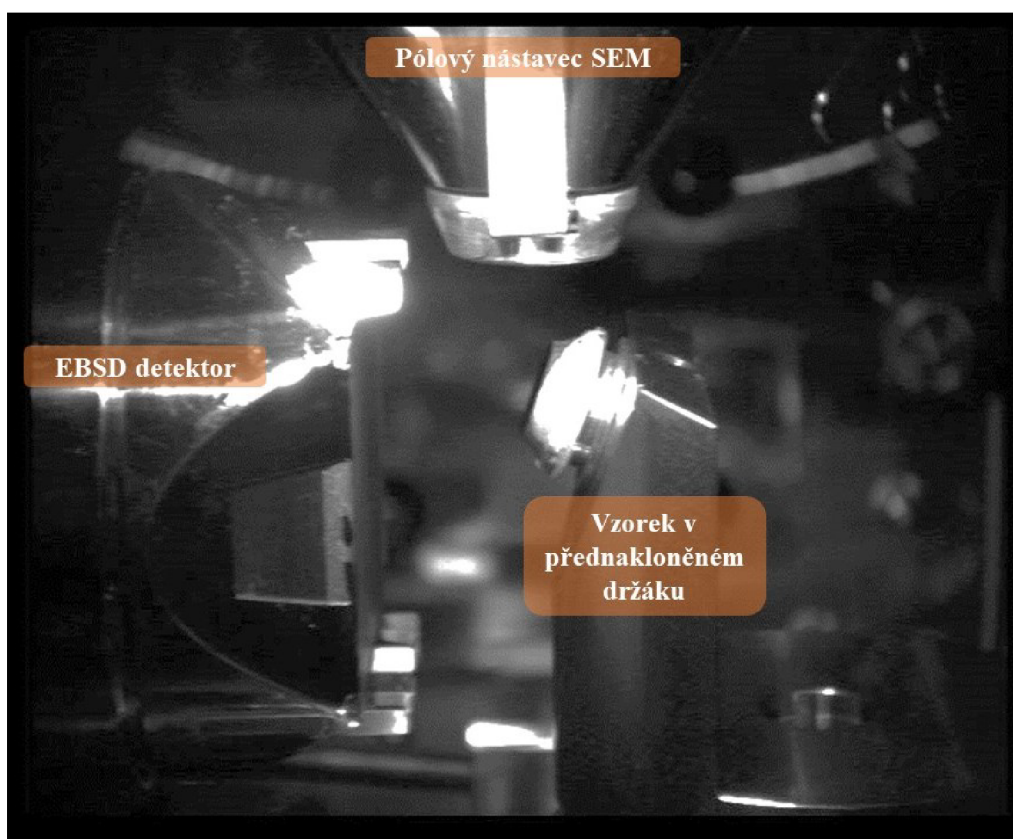


Obrázek 19 – Vzorek v přednakloněném držáku

2.3 Počátek analýzy – nastavení mikroskopu a detektoru

V softwaru SEM jsou nastavovány hodnoty důležité pro zobrazení vzorku – nastavení urychlovacího napětí, apertury (proudu primárního svazku), zvětšení a pracovní vzdálenosti. Použije se funkce kompenzace náklonu vzorku a také funkce dynamického zaostření.

Následně je zasunut EBSD detektor a v příslušném softwaru jsou nastaveny požadované hodnoty pro funkci detektoru a hodnoty pro průběh skenování. Zadává se např. koordinační systém definující orientaci vzorku zohledňující význačné směry (RD směr válcování, TD příčný směr, ND normálový směr), dále se zohledňuje velikost skenované plochy, doba expozice pixelu, binning a další parametry. Na obrázku 20 je znázorněno umístění pólového nástavce ústí tubusu SEM, vzorku v přednakloněném držáku a EBSD detektoru.



Obrázek 20 – Uspořádání v komoře SEM v průběhu realizace EBSD analýzy

2.4 Základní parametry

Cílem práce je optimalizovat parametry nastavení mikroskopu pro EBSD analýzu. Jednotlivé proměnné spolu vzájemně souvisejí, a proto není úplně snadné předem definovat konkrétní nejvhodnější nastavení mikroskopu. Nastavení optimální geometrie paprsek – vzorek – detektor je klíčové pro úspěšné provedení analýzy. Jednotlivé parametry lze upravit buď konfigurací hardwaru, nastavením parametrů elektronového svazku, nastavením parametrů EBSD detektoru nebo nastavením parametrů skenování. V tabulce 3 je ukázáno nastavení hodnot proměnných, které bylo zvoleno za výchozí.

Tabulka 3 – Výchozí nastavení hodnot proměnných pro analýzu

Proměnné	Hodnoty
Urychlovací napětí	20 000 V
Nastavení proudu = použitá apertura	Ø 120 µm (odpovídá přibližně 10 nA)
Pracovní vzdálenost	7 mm – 23 mm
Zvětšení	2 500 × (vztaženo na formát Polaroidu)
Krok	200 nm
Expoziční čas	2 ms
Poloha EBSD detektoru	Plně zasunut (vysunutí 0 mm)

Jako výchozí hodnoty pro první práci s mikroskopem a detektorem byly zvoleny tyto hodnoty: urychlovací napětí 20 kV, apertura Ø 120 µm, pracovní vzdálenost 9 mm. Zvětšení 2500× je zvoleno s ohledem na jemnou strukturu materiálu vzorku popsanou v článku [36], na nějž práce navazuje. Výsledný sken vzorku je realizován na ploše 30 × 25 µm. Pro každé další skenování je vybírána nová plocha na vzorku, aby se eliminovalo uhlíkové znečištění.

2.4.1 Pojmenování naměřených výsledků

Pro přesnou a rychlou orientaci v jednotlivých výstupních datech je unifikováno pojmenování pokusů, např.: 20_120_11_2,5kx_200_exp2_-2mm. Jednotlivá čísla v označení udávají postupně hodnoty nastavené pro každou analýzu:

- urychlovací napětí [kV],
- apertura [µm],
- zvětšení [k×],
- pracovní vzdálenost [mm],
- krok [µm],
- dodatkový údaj o expozičním čase [ms],
- dodatkový údaj o zasunutí, resp. vysunutí EBSD detektoru.

2.5 Průběh měření, výsledky analýz a jejich zhodnocení

V jednotlivých podkapitolách jsou postupně popsány parametry, které byly měněny, pro nalezení optimálního nastavení SEM a EBSD analýzy. Pokud v práci není uvedeno jinak, používají se výchozí proměnné uvedené v kapitole 2.4, v tabulce 3.

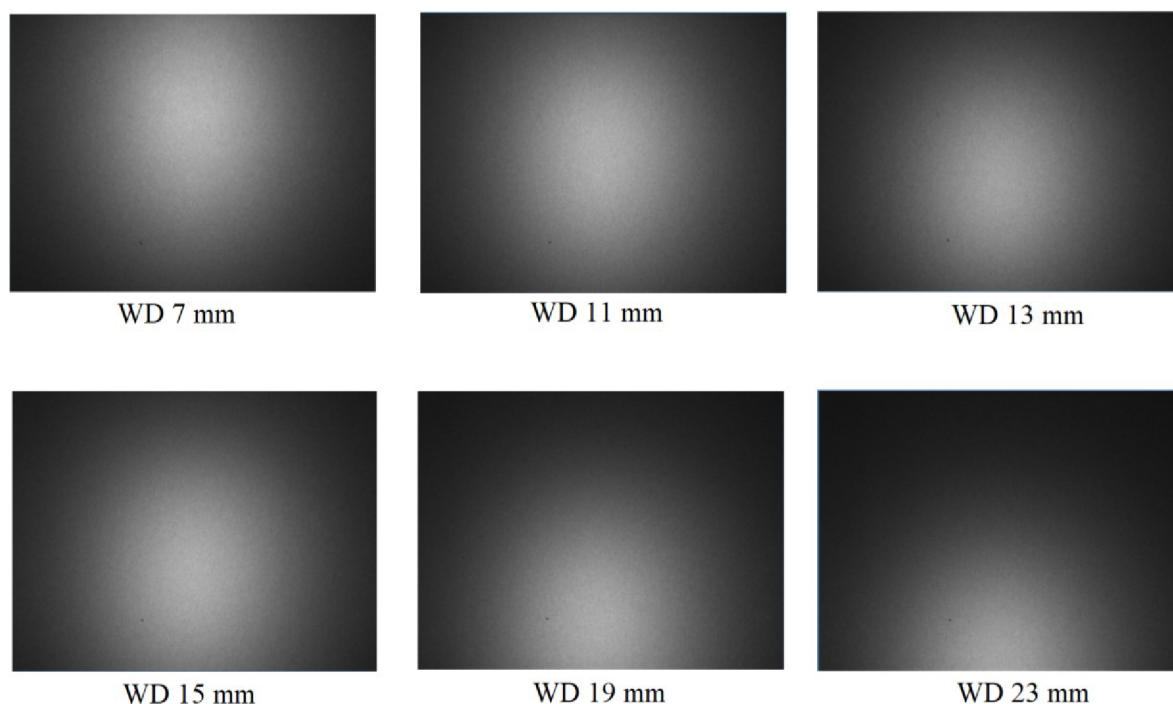
2.5.1 Nastavení hardwaru – vliv pracovní vzdálenosti

Z teoretické části v kapitole 1.3.4 víme, že pracovní vzdálenost má vliv na polohu dopadu difraktovaných BSE na stínítko EBSD detektoru, a tím ovlivňuje polohu středu vzniklého Kikuchiho obrazce. Se zvětšující se pracovní vzdáleností vzorek vždy zaujímá jinou pozici vzhledem k pevně ukotvenému EBSD detektoru. Pro tuto diplomovou práci byla jako nejkratší

pracovní vzdálenost zvolena vzdálenost 7 mm. Je to nejmenší možná vzdálenost, při které nehrozí kolize vzorku s ústím pólového nástavce tubusu.

Při tomto měření je postupně zvětšována pracovní vzdálenost ze 7 na 11, 13, 15, 19 a 23 mm, tzn. vzorek je postupně oddalován od ústí tubusu SEM.

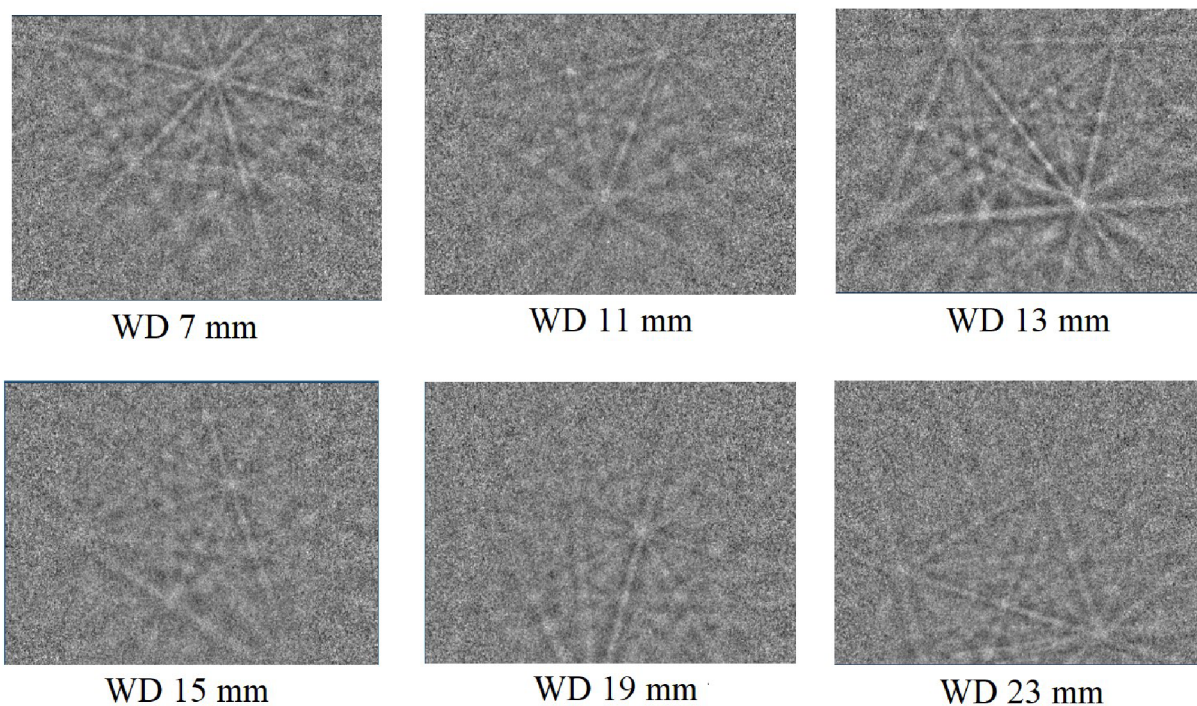
Funkce „*background collection*“ provede integraci definovaného počtu Kikuchiho obrazců vznikajících na různě orientovaných krystalech skenované plochy vzorku, čímž získáme projekci intenzity signálu zachyceného různými oblastmi stínítka EBSD detektoru. Maxima intenzity dopadlého signálu jsou znázorněna světlými odstíny, viz obrázek 21. Je žádoucí, aby se toto maximum nacházelo co nejbližší středu detektoru.



Obrázek 21 – Vliv pracovní vzdálenosti na zachycenou intenzitu signálu

Na jednotlivých snímcích na obrázku 22 je vidět, že se změnou pracovní vzdálenosti se mění poloha maxima intenzity zachyceného signálu. Je zřejmé, že vychýlením maxima mimo střed stínítka dochází ke ztrátě řady Kikuchiho pásů, které pak nelze využít pro indexaci a následně stanovení typu a prostorové orientace krystalové mřížky.

V konkrétních místech stínítka, na kterých je nasbíráno pozadí podle funkce „*background collection*“, jsou následně zachytávány Kosselovy kužely. V tomto místě následně vzniká difrakční obrazec.



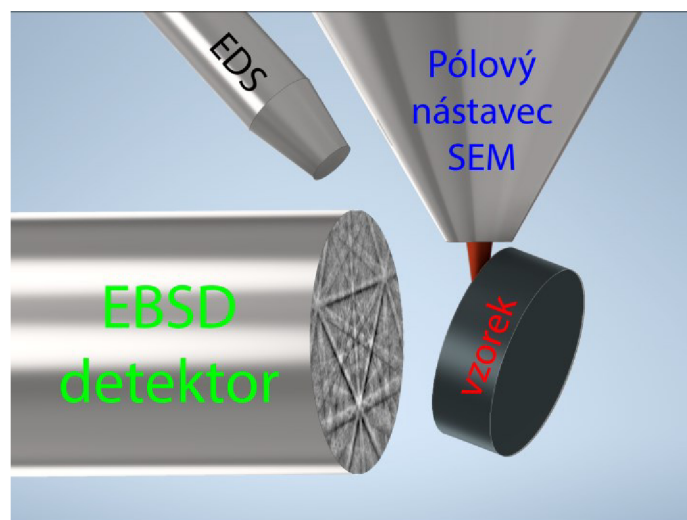
Obrázek 22 – Vliv pracovní vzdálenosti na zachycené difrakční obrazce

Na obrázku 21 a obrázku 22 je patrné zachytávání signálu v různých částech stínítka. Intenzita signálu je při pracovní vzdálenosti 7 mm zachycená u horního okraje stínítka detektoru. Při pracovní vzdálenosti 11, 13 a 15 mm je signál zachycen téměř ve středu stínítka. Při pracovní vzdálenosti větší než 19 mm je signál zachycen u spodního okraje stínítka. Z obrázku 21 a obrázku 22 je zřejmé, že pracovní vzdálenost má zásadní vliv na umístění středu difrakčního obrazce, a tedy i na úspěšnost indexace a přesnost vypočtené orientace krystalu.

Docházíme k závěru, že následná měření budou prováděna při pracovní vzdálenosti mezi 11 mm a 15 mm, protože je to vzdálenost, při které je difrakční obrazec tvořen v prostřední části stínítka detektoru.

2.5.2 Nastavení hardwaru – vliv zasunutí EBSD detektoru

Při některých analýzách je vhodné využít současně několik různých detektorů. Při mikroanalýze je často používaná EBSD analýza spolu s EDS analýzou. Pokud je potřeba současné použití EBSD i EDS analýzy, je nutné najít pracovní vzdálenost, při které mají oba detektory dostatečný signál pro kvalitní vyhodnocení svých dat. Umístění detektorů v komoře je znázorněno na obrázku 23. Vidíme, že v konstrukci mikroskopu se EDS detektor nachází nad EBSD detektorem.

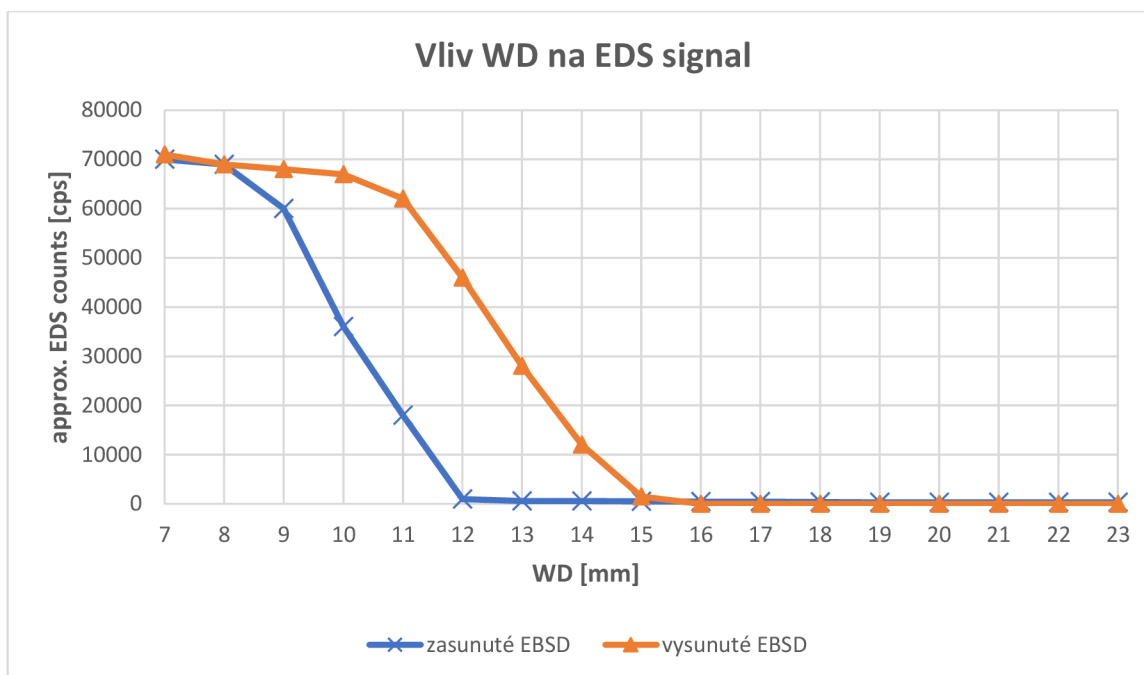


Obrázek 23 – Rozmístění detektorů v komoře SEM. Převzato z [36].

Vliv zasunutí EBSD detektoru na EDS signál

V praxi simultánní realizace EDS + EBSD analýz při jednom hardwarovém nastavení vyžadovala řadu kompromisů kvůli nevyhovujícímu uspořádání detektorů a vzorku v komoře SEM. Cílem této diplomové práce je najít takové nastavení obou detektorů, aby byla maximalizována efektivita sběru obou signálů.

Nejprve je měřena intenzita dopadajícího signálu na EDS detektor. Postupně se o 1 mm zvětšuje pracovní vzdálenost (WD). Intenzita detekovaného signálu je vyjádřena jako množství přijímaného signálu za sekundu „*Counts per second*“. Tato hodnota je vždy zaznamenána a podle ní je provedeno vyhodnocení intenzity signálu na detektoru. Následně je celé měření zopakováno a opět je zaznamenávána intenzita signálu sbíraná EDS detektorem při stejně se zvětšující vzdálenosti, ale tentokrát je současně do komory plně zasunutý EBSD detektor. Tato dvě měření a jejich vzájemná závislost je znázorněna v grafu 2.



Graf 2 – Vliv pracovní vzdálenosti na EDS signál

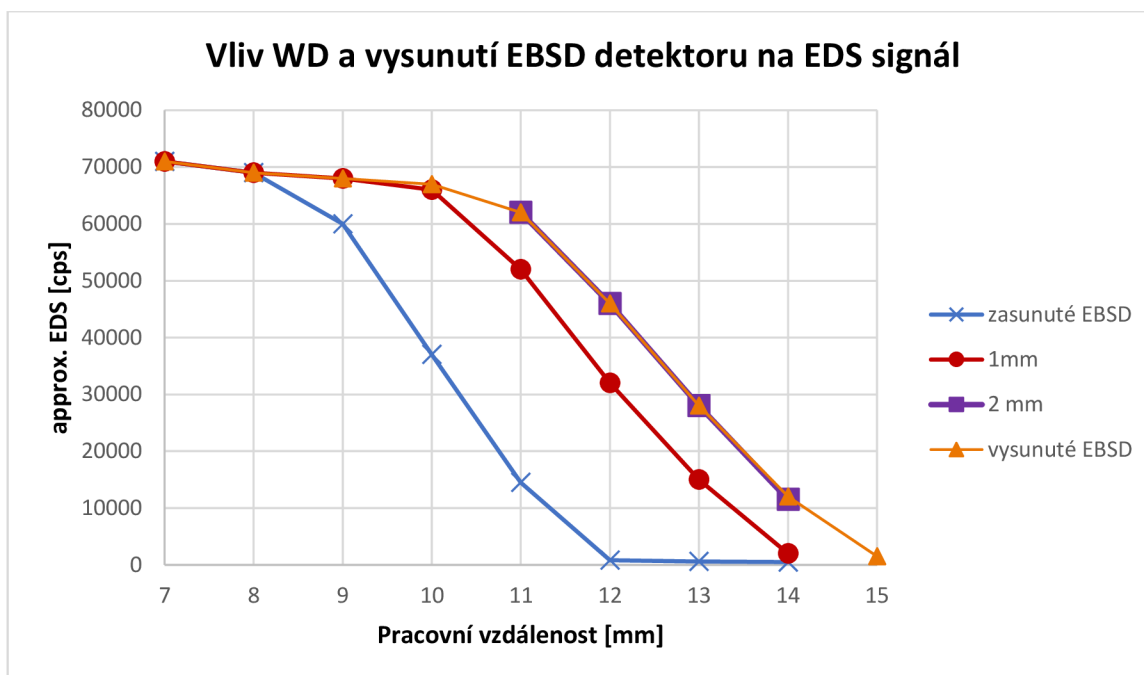
Z grafu 2 je patrné, že při vysunutém EBSD detektoru má EDS detektor téměř plný signál od pracovní vzdálenosti 7 mm až do pracovní vzdálenosti 12 mm. Poté EDS detektor začne postupně sílu signálu ztrácet vlivem oddalujícího se vzorku. Při pracovní vzdálenosti 15 mm nepřijímá EDS detektor téměř žádný signál. Při plně zasunutém EBSD detektoru (modrá čára v grafu) má EDS detektor signál od pracovní vzdálenosti 7 mm jen do pracovní vzdálenosti 9 mm. Pokud je pracovní vzdálenost větší než 9 mm, velmi rychle dochází ke ztrátě signálu. Při pracovní vzdálenosti 12 mm už EDS detektor žádný signál nemá.

Z grafu 2 je tedy patrné, že EBSD detektor brání dopadu charakteristického RTG signálu na EDS detektor, a proto je značně omezen rozsah použitelných pracovních vzdáleností.

Při analýze popsané v kapitole 2.5.1 bylo zjištěno, že EBSD detektor má nejlepší signál mezi 11 a 15 mm, protože zde je signál pro tvorbu difrakčního obrazce zachytáván ve středu stínítka detektoru, přičemž při pracovní vzdálenosti 11 mm je již zachycována pouze přibližně čtvrtina EDS signálu. Dalším bodem pro zkoumání optimálního nastavení je povysunout EBSD detektor o takovou vzdálenost, aby nezastiňoval EDS detektor.

Vliv vysunutí EBSD detektoru na EDS signál

Domníváme se, že vysunutí EBSD detektoru by mohlo umožnit EDS detektoru zachytávat signál i při větších pracovních vzdálenostech. Proto pro následující měření zůstalo nastavení všech parametrů stejné jako v předchozím měření. Opět je postupně měněna pracovní vzdálenost z 7 mm na 15 mm, a navíc je postupně vysouván EBSD detektor. Nejprve je detektor vysunut o 1 mm a poté o druhý milimetr. Při každé změně pracovní vzdálenosti a povysunutí EBSD detektoru je sledována síla signálu přijímanou EDS detektorem v závislosti na měnících se podmínkách. Síla signálu zachycena EDS detektorem je zaznamenána v grafu 3.



Graf 3 – Vliv pracovní vzdálenosti na EDS signál při vysouvání EBSD detektoru

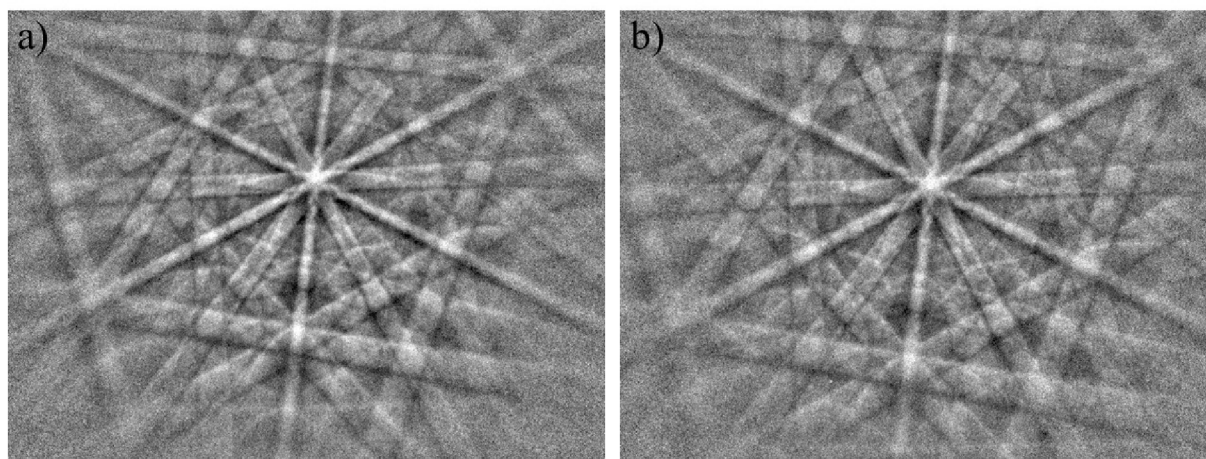
Z grafu 3 je patrné, že při pracovní vzdálenosti 7, 8 i 9 mm a současně zasunutém EBSD detektoru získává EDS detektor silný a maximální signál. Při zasunutém EBSD detektoru a pracovní vzdálenosti 10 mm ztrácí EDS detektor polovinu signálu, ale pokud je provedena kalibrace a EBSD detektor je vysunut o 1 mm zachytává EDS detektor při této pracovní vzdálenosti plný signál. Při plném zasunutí EBSD detektoru jsou pracovní vzdálenosti 11 mm, 12 mm a 13 mm, nemá EDS detektor žádný signál. Pokud je EBSD detektor vysunut o dva milimetry, nedochází již k zastínění EDS detektoru a ten sbírá intenzitu signálu odpovídající maximu závislému pouze na pracovní vzdálenosti WD.

Korekce povysunutí EBSD detektoru o 2 mm stačila, aby nedocházelo k nežádoucímu zastínění EDS detektoru a umožňuje tak simultánní akvizici EDS + EBSD analýz při pracovních vzdálenostech vhodných pro obě analytické metody. Zohledníme-li výsledky získané v předchozí kapitole 2.5.1, lze říci, že optimální pracovní vzdálenost pro současnou akvizici EDS + EBSD se pohybuje v rozsahu 10 až 13 mm.

Samozřejmě není žádoucí, aby se na úkor zlepšení intenzity signálu pro EDS analýzu zhoršily výsledky EBSD analýzy. Jsou proto provedena další měření pro kontrolu vhodnosti korekce zasunutí EBSD detektoru.

Vliv vysunutí EBSD detektoru na kvalitu signálu EBSD analýzy

Po vysunutí EBSD detektoru tak, aby nestínil EDS detektoru, je potřeba ověřit, zda je EBSD detektor stále dostatečně blízko pro efektivní sběr krystalografických dat. Z teorie víme, že větší vzdálenost stínítka detektoru od vzorku může způsobovat rozšíření Kikuchiho pásů. Toto můžeme pozorovat na dvou snímcích EBSD obrazců FCC mřížky na obrázku 24. Tyto snímky byly pořízeny při WD 11 mm, expozičním čase 5 ms a binningu 2×2. Na snímku a) je EBSD detektor plně zasunut; b) EBSD detektor je povysunut o 2 mm.



Obrázek 24 – Difrakční obrazce: a) EBSD detektor plně zasunut; b) EBSD detektor povysunut o 2 mm

Povysunutím detektoru došlo k mírnému zvětšení obrazce a je možné pozorovat mírnou ztrátu jasů a kontrastu, kvalita čar však nezaznamenala žádné signifikantní změny.

Vliv vysunutí EBSD detektoru na kvalitu difrakčního obrazce

Také je nutné prověřit, zda vysunutí EBSD detektoru o 2 mm nezpůsobilo zhoršení kvality difrakčního obrazce. Kvalitu difrakčního obrazce udává funkce „*Mean Band Contrast*“. Získané hodnoty pro pracovní vzdálenost 9, 11 a 13 mm jsou patrné v tabulce 4. Zde jsou také uvedeny hodnoty funkce „*Hit Rate*“, která určuje procentuální počet oblastí na vzorku, pro které byla provedena indexace difrakčního obrazce.

Tabulka 4 – Hodnoty Hit Rate a Band Contrast při vysunutí EBSD detektoru o 2 mm

WD [mm]	Vysunutí EBSD detektoru [mm]	Hit Rate [%]	Band Contrast	
9	0	85,89 %	FCC	106,54 ± 20,67
			BCC	127,87 ± 19,98
	2	84,71 %	FCC	105,69 ± 20,74
			BCC	126,87 ± 20,14
11	0	91,21 %	FCC	105,43 ± 19,88
			BCC	128,69 ± 20,93
	2	89,78 %	FCC	105,76 ± 20,70
			BCC	128,32 ± 21,01
13	0	91,98 %	FCC	113,75 ± 20,21
			BCC	129,99 ± 20,50
	2	90,15 %	FCC	112,89 ± 19,87
			BCC	129,22 ± 20,18

Z hodnot uvedených v tabulce 4 vyplývá, že hodnoty funkce „*Mean Band Contrast*“ jsou ve všech uvažovaných případech vysoké. Hodnoty funkce „*Hit Rate*“, jsou o 1,48 % vyšší při plném zasunutí EBSD detektoru, než při povysunutí o 2 mm. Pokud chceme uskutečnit pouze mapování EBSD analýzou, vyplatí se mít detektor plně zasunutý. Avšak pokud je nutné provést

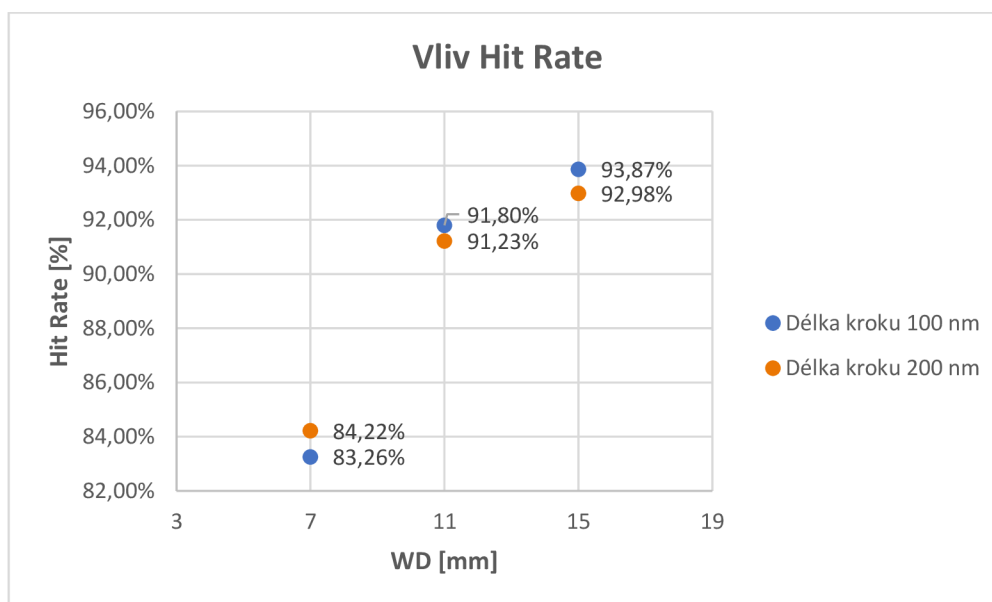
i EDS analýzu, vyplatí se EBSD detektor povysunout. Kvalita EDS analýzy se vysunutím detektoru o 2 mm zlepšila o téměř 60 %, proto je přípustné dovolit zhoršení EBSD analýzy o 1,48 %, tento vliv není pro EBSD analýzu signifikantní a nemá vliv na kvalitu difrakčních obrazců.

2.5.3 Nastavení skenování – vliv délky kroku

Délka kroku je vzdálenost dvou snímaných bodů na vzorku. Z článku [36] je zřejmé, že je zkoumaný vzorek tvořen mikro-zrnným materiálem, proto je potřeba pro analýzu použít dostatečně jemný krok pro co nejdůležitější analýzu. Z teoretické části v kapitole 1.3.4 vyplývá, že s jemností kroku narůstá celkový čas analýzy. V tomto měření chceme zjistit, jak jemný krok postačuje k detailnímu a kvalitnímu provedení analýzy.

Vliv délky kroku na kvalitu difrakčního obrazce

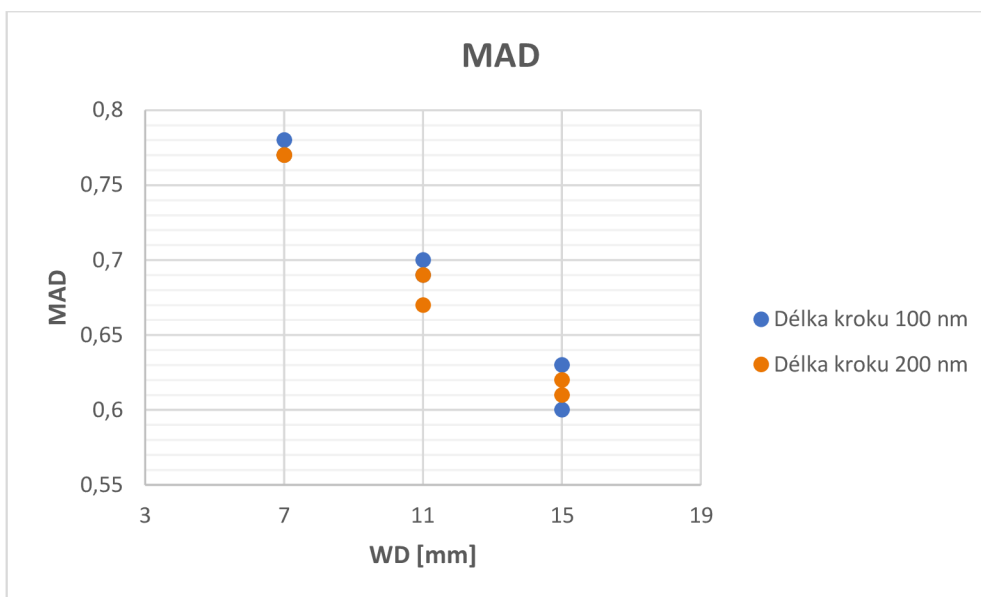
Délka kroku se nastavuje v software AZtec jako konkrétní parametr pro skenování. Při tomto měření jsou použity délky kroku 100 nm a 200 nm. Vliv délky kroku je zkoumán při výchozích hodnotách analýzy a při postupných změnách pracovní vzdálenosti 7 mm, 11 mm a 15 mm. Během měření jsou zaznamenávány hodnoty funkce „Hit Rate“.



Graf 4 – Vliv délky kroku na hodnoty Hit Rate

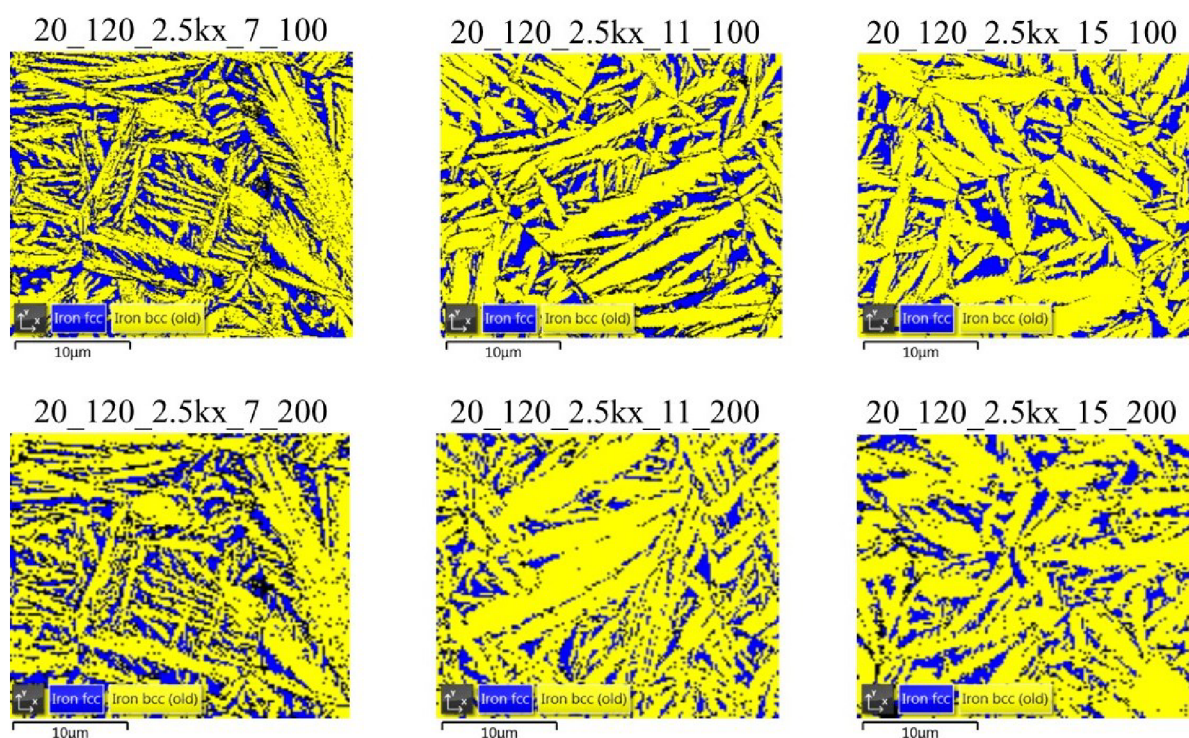
Ze získaných hodnot funkce „Hit Rate“, je v grafu 4 vidět, že nastavení délky kroku 100 nm nebo 200 nm při vybraných pracovních vzdálenostech významně neovlivňuje výsledky analýzy. Úspěšnost analýzy je v průměru 89,64 % při kroku délky 100 nm a v průměru 89,15 % při kroku délky 200 nm.

Dále při stejném nastavení všech parametrů funkce „Mean angular deviation“, který značí dobrou shodu mezi zjištěnými Kikuchiho pásy a simulací.



Graf 5 – Vliv délky kroku na hodnoty MAD

Hodnoty MAD „*Mean angular deviation*” se při stejné pracovní vzdálenosti mezi jednotlivými kroky výrazně nemění, to dokazuje graf 5. Vzorčky je možné vizuálně porovnat na obrázku 25.



Obrázek 25 – Vliv délky kroku na kvalitu difrakčního obrazce

Po porovnání výsledků této analýzy je zjištěno, že velikost kroku 100 nm nebo 200 nm nemá významný vliv na kvalitu získaných dat. Samozřejmě, pokud bude v budoucnu provedena analýza, na kterou bude k dispozici velké množství času, je vhodné využít pro její uskutečnění krátkou délku kroku, např. 100 nm či nižší. V rámci praktičnosti a efektivity analýz doporučuji využít krok 200 nm, který je dostatečně jemný i pro analýzy mikro-zrnných materiálů.

Vliv délky kroku na celkový čas analýzy

Dále byl zkoumán vliv délky kroku na celkový čas trvání analýzy. Při provádění analýzy s krokem 100 a 200 nm je naměřený akviziční čas shrnut v tabulce 5.

Tabulka 5 – Vliv délky kroku na akviziční čas

Délka kroku	Akviziční čas
100 nm	30 min 29 s
200 nm	7 min 37 s

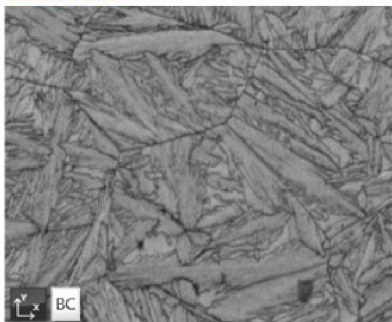
Délka kroku nemá zásadní vliv na kvalitu získaných dat, jak bylo zjištěno výše, ale podle tohoto měření má vliv na dobu průběhu analýzy. Při použití kroku 100 nm se akviziční čas 4násobně zvětšil, jak dokládá tabulka 5. Z toho důvodu jsme přistoupili k rozhodnutí pro další analýzy využívat pouze krok 200 nm. Toto opatření zajistí 4násobné zkrácení času skenování.

2.5.4 Nastavení skenování – vliv expozičního času

V tomto měření je zkoumán vliv expozičního času. Měření je provedeno při pracovní vzdálenosti 15 mm s délkou kroku 100 a 200 nm a je měněn expoziční čas z 2 na 4 ms, ostatní parametry zůstaly ve výchozím nastavení. Během každého měření jsou zaznamenávány hodnoty funkcí BC „*Band Contrast*“ a MAD „*Mean angular deviation*“, znázorněné v jednotlivých tabulkách na obrázku 26. Pro názornost jsou zde předloženy BC mapy.

20_120_2.5kx_15_100_2ms

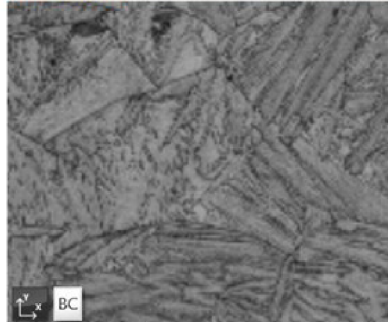
	BC	MAD
Železo FCC	124,95 ± 23,02	0,63 ± 0,15
Železo BCC	127,41 ± 19,48	0,60 ± 0,14



10µm

20_120_2.5kx_15_100_4ms

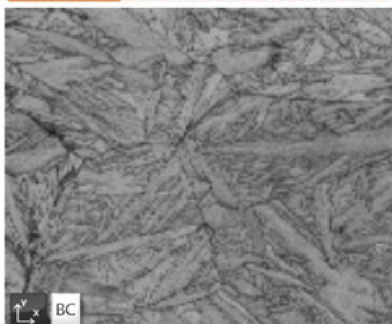
	BC	MAD
Železo FCC	113,54 ± 23,21	0,66 ± 0,16
Železo BCC	117,28 ± 18,85	0,63 ± 0,15



10µm

20_120_2.5kx_15_200_2ms

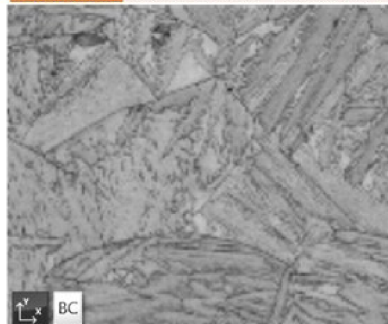
	BC	MAD
Železo FCC	127,02 ± 23,84	0,62 ± 0,15
Železo BCC	128,73 ± 20,14	0,61 ± 0,14



10µm

20_120_2.5kx_15_200_4ms

	BC	MAD
Železo FCC	150,09 ± 24,16	0,61 ± 0,14
Železo BCC	150,33 ± 18,42	0,59 ± 0,14



10µm

Obrázek 26 – Vliv expozičního času

Podle hodnot zaznamenaných na obrázku 26 nebyla nalezena žádná významná souvislost mezi expozičními časy 2 a 4 ms. Hodnoty BC a MAD jsou v konkrétních parametrech stejné. Kvalita map BC je podle vizuálního zkoumání bez značných rozdílů. Zvolený expoziční čas neovlivnil výsledky analýzy.

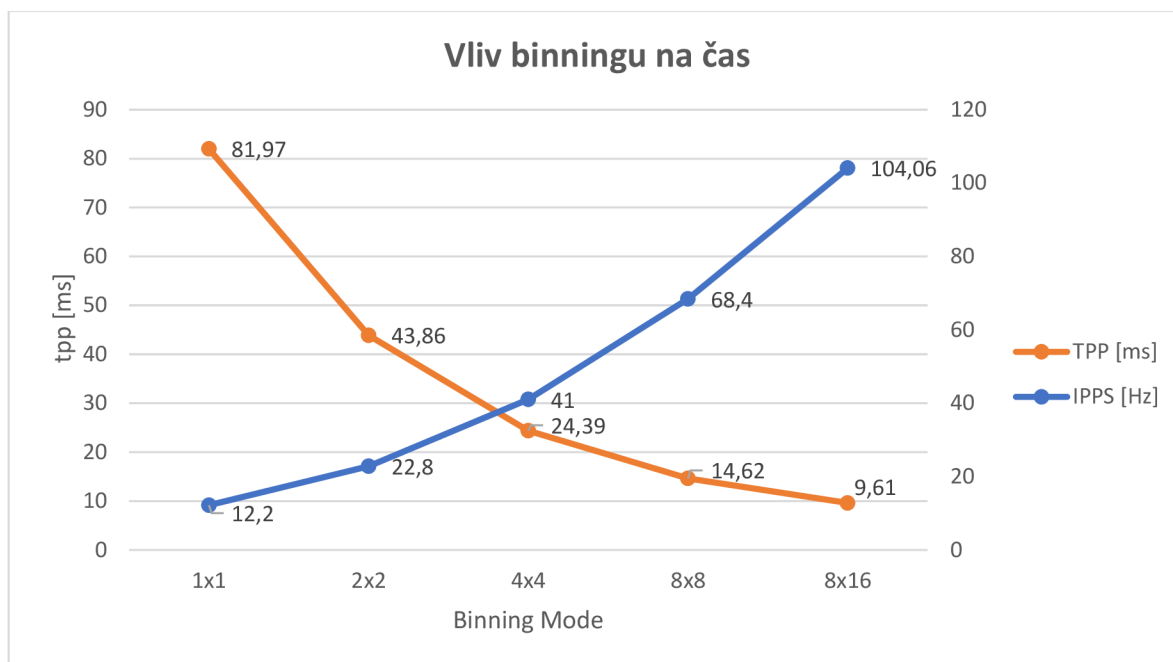
Vliv expozičního času na celkový čas

Tato podkapitola se zabývá změnou expozičních časů na změnu celkového času analýzy. Uvažujeme zde dvě funkce, IPPS a TPP. Hodnota IPPS „Indexed pixels per second“ v [Hz] udává, kolik Kikuchiho difrakčních obrazců, resp. pixelů, je schopen systém indexovat za sekundu. Z této hodnoty vyplývá maximální dosažitelná rychlost EBSD analýzy. Hodnota IPPS je softwarově limitována také zvoleným binningem, jak je uvedeno v grafu 6. Od funkce IPPS se odvíjí čas TPP „Time per pixel“ v [ms]. TPP udává kolik času je k dispozici pro analýzu každého pixelu na vzorku, aniž by došlo ke zpomalení celé analýzy. Pokud by saturace detektoru vyžadovala delší čas, už by to ovlivnilo dobu analýzy. Mezi těmito veličinami existuje vztah

$$TPP = \frac{1000}{IPPS} \quad 7$$

Následující experiment je proveden při základním nastavení všech dosud nezkoumaných parametrů a postupně je měněna funkce „Binning Mode“ – 1×1, 2×2, 4×4, 8×8 a 8×16. Cílem

je zjistit dobu TPP, kterou můžeme využít pro analýzu jednoho pixelu na vzorku a IPPS, maximální počet indexovaných pixelů za sekundu. Závislost TPP a IPPS na měnící se funkci „Binning Mode“ znázorňuje graf 6.



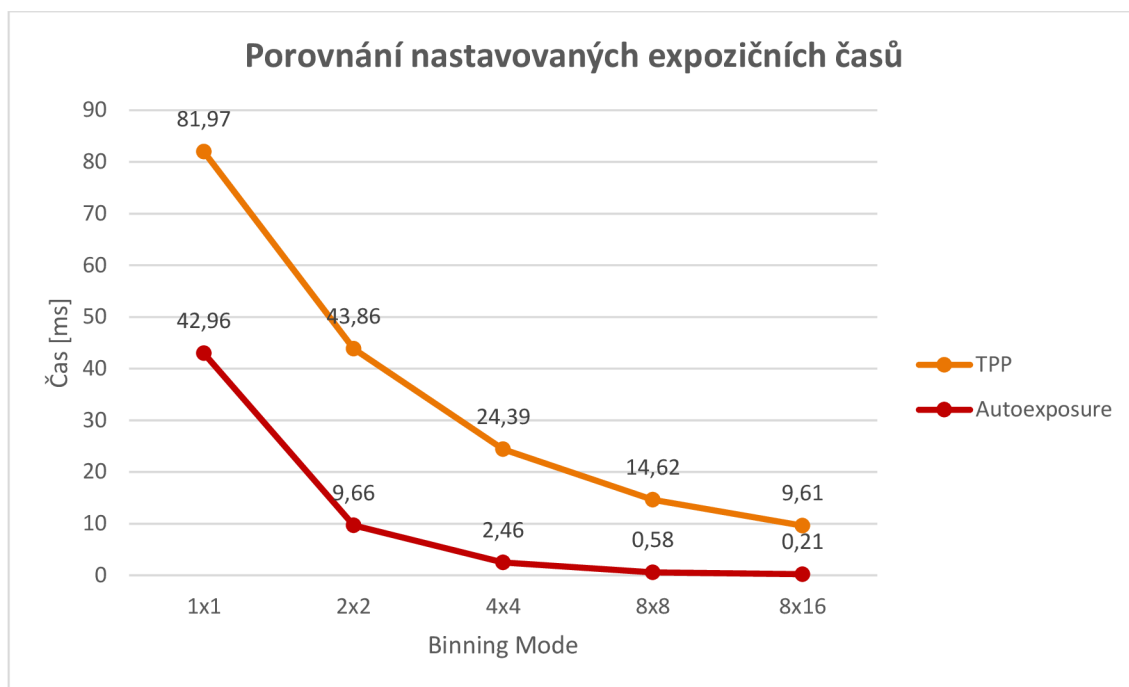
Graf 6 – Vliv Binning Mode na čas

Modrá křivka v grafu 6 znázorňuje IPPS, tzn. kolik pixelů je software schopen oindexovat za 1 s; oranžová křivka uvádí čas, který máme na každý pixel k dispozici pro saturaci detektoru bez ovlivnění celkového času potřebného pro analýzu. Pokud by pro saturaci detektoru byl potřeba delší expoziční čas, pak by došlo k navýšení celkového času potřebného pro analýzu.

TPP je funkce určující softwarové omezení analýzy. Pokud je zvolený expoziční čas nižší, než je hodnota TPP, pak nebude mít expoziční čas vliv na celkový čas analýzy.

Z grafu 6 je patrné, že se zvětšujícím se binningem se zkracuje čas potřebný pro analýzu jednoho pixelu na vzorku. Při zachování základního nastavení (bez binningu) je potřeba čas 81,97 ms pro analýzu jednoho pixelu na vzorku. Při použití binningu 2×2 dochází ke zrychlení analýzy na polovinu času. Při použití binningu 4×4 analýza jednoho pixelu trvá třetinu původního času. Při binningu 8×8 a 8×16 je čas pětinašobně, respektive osminásobně zkrácen. Avšak zde je potřeba si uvědomit, že s navyšujícím se binningem výrazně klesá rozlišení difrakčního obrazce, což může negativně ovlivnit následnou indexaci a přesnost stanovení orientace krystalové mřížky.

Dále byl proveden test automatické expozice „*autoexposure*“. Tato softwarová funkce automaticky vyhodnocuje expoziční čas, který je nutný pro provedení analýzy. V tomto měření jsou zaznamenávány automatické expoziční časy závislé na změně binningu.



Graf 7 – Porovnání maximálního možného expozičního času s automaticky voleným časem

V grafu 7 jsou červeně vyneseny softwarem automaticky volené expoziční časy a oranžově dostupné expoziční časy (TPP) bez vlivu na celkový čas potřebný pro analýzu v závislosti na zvoleném binningu. Z grafu 7 je zřejmé, že funkce automatické expozice volí výrazně nižší časy, než jaká je hodnota TPP. V další analýze je prověřen vliv binningu na kvalitu difrakčních obrazců.

Při dostatečně vysokých proudech je k dispozici výrazně více času, než kolik udává TPP. Proto zkrácení expozičních časů nezkracuje dobu analýzy. Naopak, nastavení příliš vysokých expozičních časů vede k přesaturování detektoru.

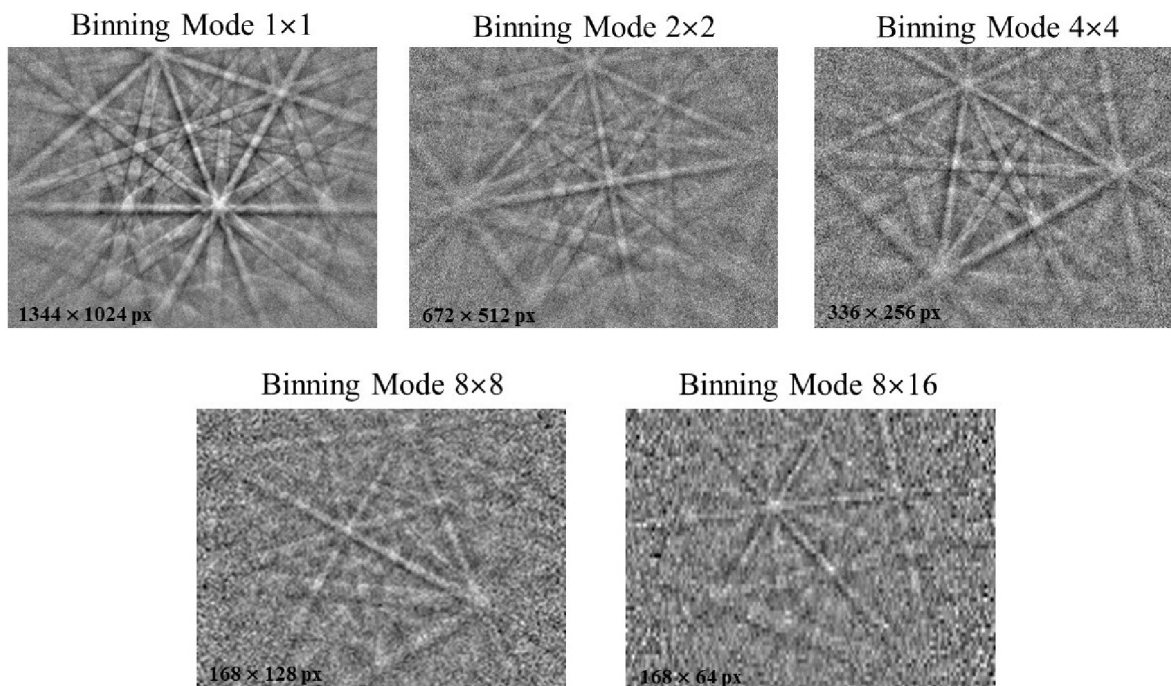
Po provedení experimentu je zjištěno, že např. při binningu 4×4 je analýza ovlivněna používaným hardwarem a softwarem, který je omezen na 41 Hz, což odpovídá 24,39 ms. Pro analýzu s binningem 4×4 mohou být použity expoziční časy menší než výše uvedených 24,39 ms a výsledná doba analýzy bude vždy 7 min a 37 s. Nami zvolené a používané expoziční časy 2 ms a 4 ms tedy nemají vliv na dobu trvání analýzy. Jelikož mapy získané při expozičních časech 2 a 4 ms/px jsou odpovídající („Hit Rate“ i průměrný MAD), rozhodli jsme se dále používat expoziční čas 2 ms.

2.5.5 Nastavení detektoru – vliv funkce Binning Mode

„*Binning Mode*“ je funkce umožňující seskupit data z matice sousedních pixelů do jednoho pixelu, označeného bin.

Vliv funkce Binning Mode na kvalitu difrakčních obrazců

V tomto měření je měněna funkce „*Binning Mode*“ – 1×1, 2×2, 4×4, 8×8 a 8×16. EBSD detektor je plně zasunutý. Zkoumá se vliv funkce „*Binning Mode*“ na změnu kvality difrakčních obrazců. Podle teorie popsané v kapitole 1.3.4 je předpokládáno, že dojde ke zhoršení kvality difrakčních obrazců. Jednotlivé snímky difrakčních obrazců jsou patrné na obrázku 27.



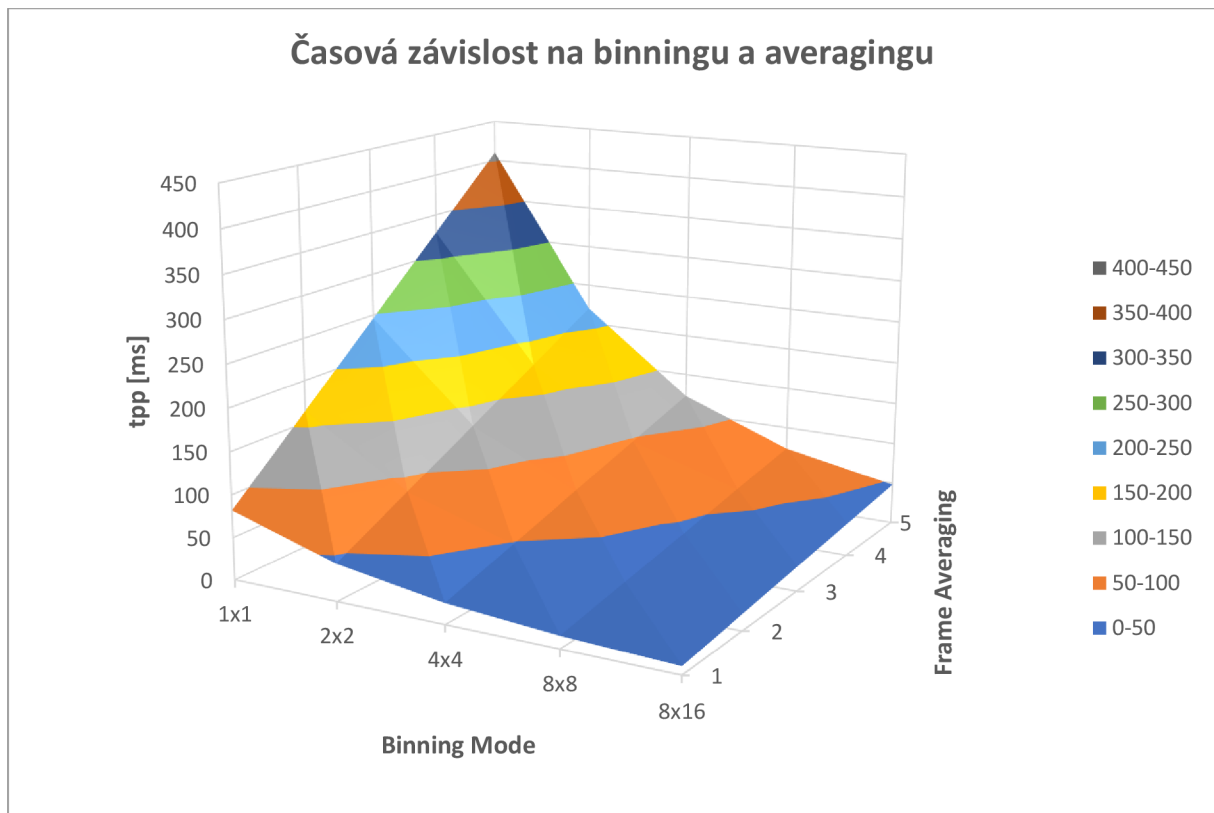
Obrázek 27 – Kvalita difrakčních obrazců při různém Binning Mode

Na obrázku 27 jsou uvedeny jednotlivé Kikuchiho obrazce při změnách binningu. Je patrné, že binning výrazně zhoršuje kvalitu difrakčních obrazců. Funkce „*Binning Mode*“ – 1×1, 2×2 a 4×4 poskytuje dostatečně kvalitní obrazce pro automatickou indexaci. Difrakční obrazce s binningem 8×8 a 8×16 výrazně ztrácejí kvalitu.

Na základě měření vykonaných výše nedoporučuji pro analýzu používat vyšší „*Binning Mode*“ než 4×4 a to ani za cenu krátkého času analýzy.

2.5.6 Nastavení detektoru – vliv funkce Frame averaging

Tato analýza je provedena při základním nastavení všech dosud nezkoumaných parametrů a vzájemně je měněn „*Binning Mode*“ – 1×1, 2×2, 4×4, 8×8 a 8×16 a „*Frame Averaging*“ – 1, 2, 3, 4, 5. Vyšší hodnoty (>5) averagingu nejsou vyhodnocovány, protože je zde předpoklad vysoké časové náročnosti analýzy. Při měření je sledován vzájemný vliv funkcí „*Binning Mode*“ a „*Frame Averaging*“ na dobu, která je potřeba pro zachycení jednoho pixelu na vzorku. Znázorněno v grafu 8.



Graf 8 – Vliv Binning Mode a Frame Averaging na dobu analýzy jednoho pixelu na vzorku

Podle grafu 8, nejdéle analýza trvá při binningu 1×1 a maximální zvolené hodnotě averagingu 5. V blízkosti tohoto bodu vidíme prudké stoupání časové náročnosti. Optimální řešení pro nastavení binningu a averagingu vzhledem k časové náročnosti analýzy se nachází v dolní polovině grafu (oranžová a modrá oblast grafu), než naměřené hodnoty začnou prudce stoupat.

Z kapitoly 2.5.5 víme, že se vyplatí používat binning 2×2 a 4×4 , aby nedocházelo ke zhoršení kvality difrakčního obrazce. TPP je pro averaging 1 a binning 2×2 a roven 43,86 ms a pro binning 4×4 roven 24,39 ms. Zlepšení kvality difrakčních obrazců při binningu 4×4 může nastat při použití averagingu 2, celková analýza bude trvat 48,78 ms.

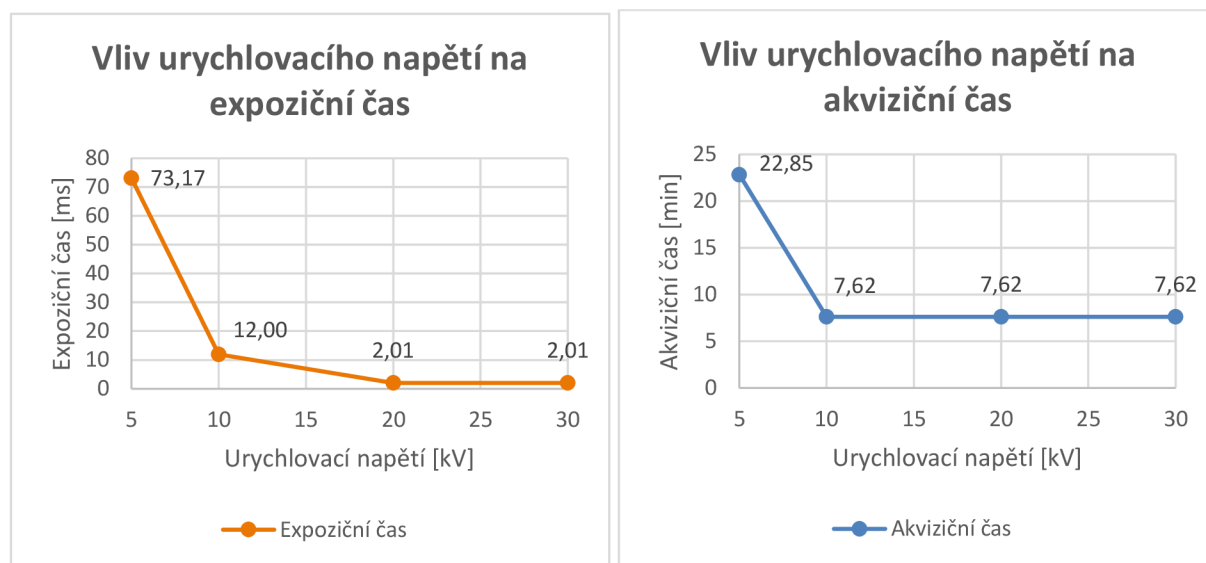
Pokud je pro dané použití analýzy potřeba vysokého rozlišení, je vhodné nepoužívat funkci „*Binning Mode*“ a nastavit vysokou hodnotu funkce „*Frame Averaging*“. V tomto případě se očekává velmi dlouhé trvání analýzy. Pro praktické využití EBSD analýzy je nutné kvůli časové náročnosti snížit funkci „*Frame Averaging*“ až na hodnoty 1, 2, či 3. Předpokládáme, že optimální nastavení parametrů analýzy je použít „*Binning Mode*“ 2×2 a „*Frame Averaging*“ 1 nebo „*Binning Mode*“ 4×4 a „*Frame Averaging*“ 2. Při tomto nastavení jsou získány podobné časy TPP, kdy analýza jednoho pixelu na vzorku při těchto parametrech bude trvat 43,86 ms, respektive 48,78 ms a stále bude získán kvalitní difrakční obrazec.

2.5.7 Nastavení primárního elektronového svazku – vliv urychlovacího napětí

Při zkoumání urychlovacího napětí jsou v průběhu měření hodnoty urychlovací napětí měněny na 5, 10, 20 a 30 kV. Z kapitoly 2.5.1, jako nejlepší pracovní vzdálenost vychází WD 11 mm, proto bude pro toto měření a všechna další nastavována na tuto hodnotu. Dále z kapitoly 2.5.2 vychází, že je vhodné vysunout EBSD detektor o 2 mm, i tento výsledek je zde aplikován. Ostatní parametry jsou ponechány.

Vliv urychlovacího napětí na expoziční čas

V tomto měření jsou při každé změně urychlovacího napětí měřeny hodnoty expozičního času a akvizičního času. Zaznamenané výsledky jsou uvedeny v grafu 9.



Graf 9 – Vliv urychlovacího napětí na expoziční čas (vlevo) a na akviziční čas (vpravo)

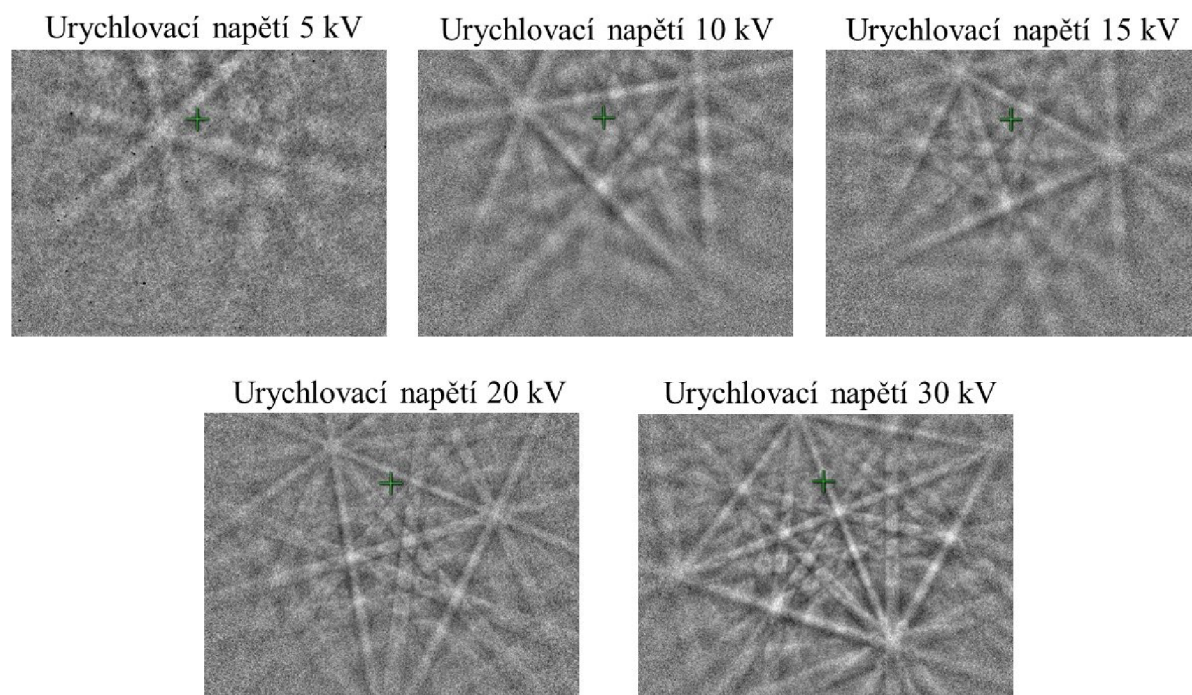
Při změnách urychlovacího napětí se automaticky mění expoziční časy získané funkcí „*auto-exposure*“. Tyto změny jsou zaznamenány v grafu 9 – vlevo. Urychlovací napětí 20 a 30 kV jsou dostatečně silná, aby bylo možné provést sběr kvalitních dat a provést indexaci při expozičním času 2,01 ms. Při urychlovacím napětí 5 a 10 kV musela být prodloužena doba expozice, aby bylo možné získat kvalitní difrakční obrazec. Software vyhodnotil, že pro urychlovací napětí 10 kV jsou již 2 ms expozice nedostatečné a automaticky přenastavil expoziční čas na 12 ms. Při urychlovacím napětí 5 kV byl expoziční čas nastaven na 73,17 ms.

Graf 9 vpravo znázorňuje celkovou dobu trvání analýzy při konkrétních urychlovacích napětích a expozičních časech nastavených funkcí „*autoexposure*“. Při použití urychlovacího napětí 10, 20 a 30 kV je akviziční čas 7,62 min. To odpovídá teorii popsané v kapitole 2.5.4, kde je zmíněno při konkrétním nastavení binningu (4×4), je rychlost analýzy omezena softwarem na 41 Hz = 24,39 ms. V tomto případě pro všechna měření s expozičními časy kratšími než 24,39 ms bude analýza trvat 7 min a 37 s. Výrazné prodloužení doby analýzy nastává při použití

urychlovacího napětí 5 kV. U tohoto urychlovacího napětí expoziční doba třikrát překročila hodnotu TPP, tj. 24,39 ms, a je zde výsledný čas analýzy 22,85 min.

Vliv urychlovacího napětí na kvalitu difrakčního obrazce

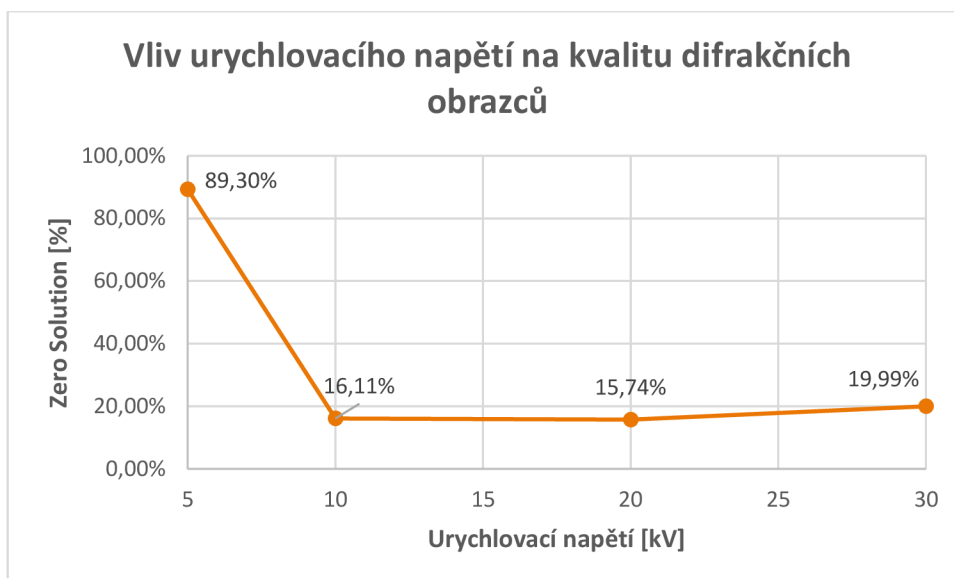
V tomto měření je měněno urychlovací napětí na 5, 10, 15, 20 a 30 kV, při jeho změnách je zkoumána kvalita difrakčních obrazců – zdokumentováno na obrázku 28.



Obrázek 28 – Vliv urychlovacího napětí na kvalitu Kikuchiho pásů

Při urychlovacím napětí 5, 10 a 15 kV jsou difrakční obrazce neostré, patrné na obrázku 28. Zatímco difrakční obrazce při urychlovacím napětí 20 a 30 kV jsou již ostré – Kikuchiho pásy vykazují vysoký kontrast jednotlivých pásů. I zde se projevila teorie popsaná v kapitole 1.3.4, že se snižujícím se urychlovacím napětím se stávají Kikuchiho pásy širší v důsledku jejich neostrých okrajů. Je zřejmé, že snížení urychlovacího napětí přináší negativní výsledky ve formě zhoršení kvality difrakčního obrazce.

Zajímá nás, zda je software schopný provést indexaci difrakčního obrazce, respektive jaká bude procentuální neúspěšnost indexace. To je možné kvantitativně zhodnotit pomocí funkce „Zero Solution“, tedy podílu pixelů, u nichž nebylo možné identifikovat typ a orientaci krystalové mříže. Hodnoty „Zero Solution“ při vybraných urychlovacích napětích (5, 10, 20 a 30 kV) jsou zaznamenávány v grafu 10.

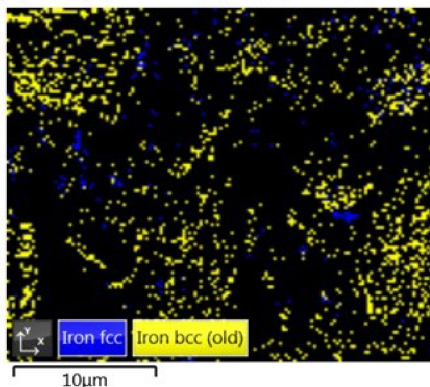


Graf 10 – Vliv urychlovacího napětí na kvalitu difrakčních obrazců podle „Zero Solution“

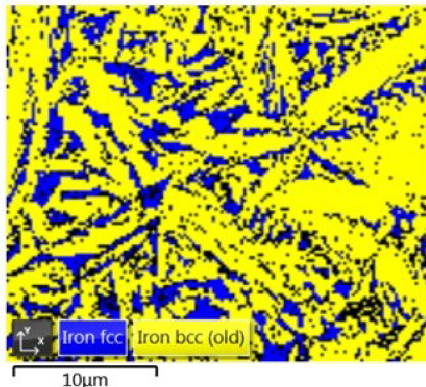
Podle vizuálního zhodnocení snímků na obrázku 28, je možné předpokládat, že při urychlovacím napětí 5 kV nebude indexace z velké části provedena. Tuto hypotézu potvrzují hodnoty vynesené do grafu 10. Podle hodnoty „Zero Solution“ v grafu 10 je patrné, že při urychlovacím napětí 5 kV indexace nebyla provedena z 89,30 %. Znamená to, že při tomto urychlovacím napětí jsou Kikuchiho pásy pro automatickou indexaci nerozpoznatelné, a proto je nelze indexovat. I když difrakční obrazec na obrázku 28 při urychlovacím napětí 10 kV vypadá také neostře, mají Kikuchiho pásy pro software dostatečný kontrast a ten je schopný provést indexaci.

Nenalezená řešení jsou pouze pro 16,11 % Kikuchiho obrazců. Při urychlovacím napětí 20 kV nebyla indexace provedena u 15,74 % bodů na vzorku. Hodnota „Zero Solution“ je doplňkem funkce „Hit Rate“, jejíž hodnota, v tomto případě je 84,26 % – to vyhodnocujeme jako vysoký výsledek. Zarážející je, že při urychlovacím napětí 30 kV je hodnota funkce „Zero Solution“ 19,99 %. Tento výsledek není ve shodě s difrakčním obrazcem z obrázku 28, protože příslušný difrakční obrazec je velmi ostrý, kvalitní a z vizuálního hlediska nejlepší. Tuto odchylku lze vysvětlit buď lokální heterogenitou materiálu nebo větším interakčním objemem (penetrací primárních elektronů do větších hloubek) zapříčiněným vyšším urychlovacím napětím.

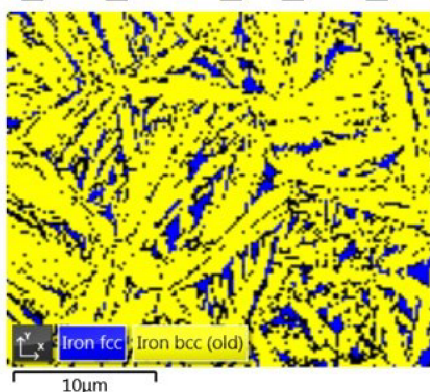
5_120_2.5kx_11_200_2ms_-2



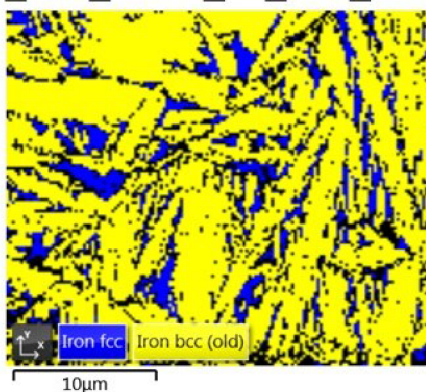
10_120_2.5kx_11_200_2ms_-2



20_120_2.5kx_11_200_2ms_-2



30_120_2.5kx_11_200_2ms_-2

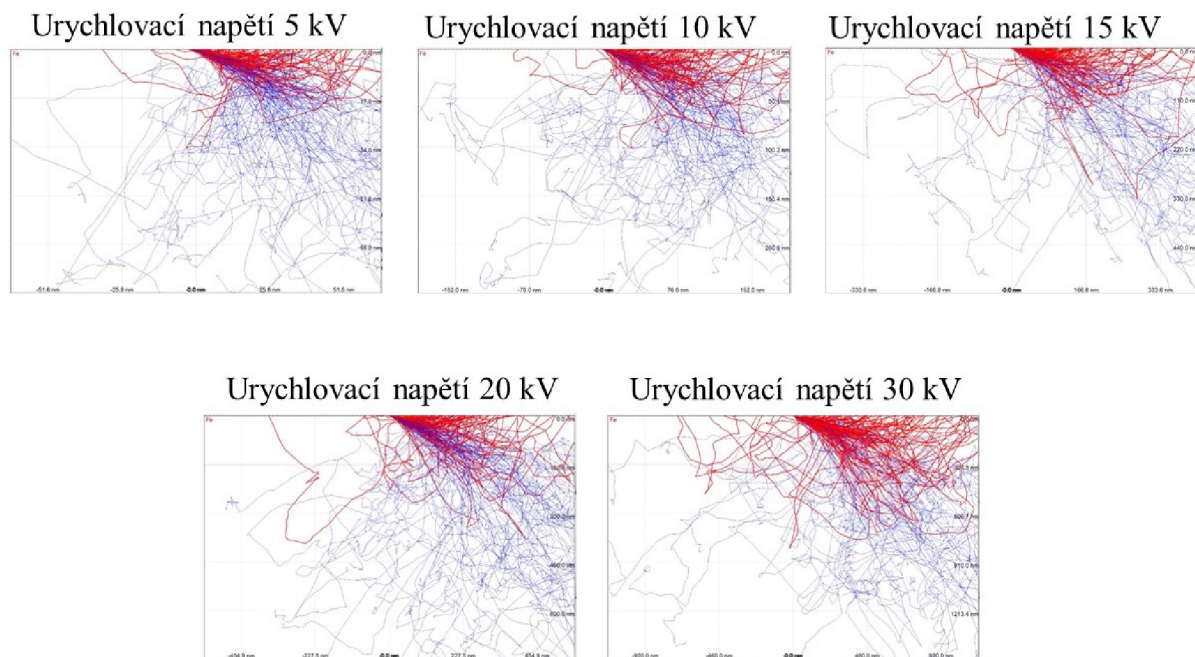


Obrázek 29 – Vliv urychlovacího napětí znázorněný na fázových mapách

Pro příslušná urychlovací napětí jsou vytvořeny fázové mapy uvedené na obrázku 29. Žlutě a modře vybarvená místa určují BCC nebo FCC železo, na mapách znázorňují místa na vzorku, pro která byla provedena indexace. Černá místa v mapách jsou pixely, které nebyly indexovány. Na základě výše zjištěných dat docházíme k poznatku, že nejvhodnější je urychlovací napětí 20 kV.

Vliv urychlovacího napětí na interakční objem

V této kapitole je měřen vliv urychlovacího napětí na interakční objem. Interakční objem je popsán hloubkou průniku svazku primárních elektronů dopadajících na povrch a pronikajících do vzorku. Obrázek 30 znázorňuje interakční objemy elektronů dopadajících na vzorek železa při urychlovacím napětí 5, 10, 15, 20 a 30 kV, modely jsou simulované v programu Casino V4.2.



Obrázek 30 – Interakční objem elektronů ve vzorku

Modré křivky zobrazují trajektorii zpětně odražených elektronů a červené křivky trajektorii primárních elektronů. Z obrázku 30 je také patrné, že čím vyšší je energie primárního svazku, tím hlouběji do vzorku elektrony pronikají, a tím větší interakční objem vytváří.

Pro zkoumání vlivu urychlovacího napětí na interakční objem je uskutečněno šest nezávislých měření s urychlovacím napětím 5, 10, 20 a 30 kV, aperturou \varnothing 120 μ m, pracovní vzdáleností 11 mm, krokem 200 nm, expozičním časem 2 ms a plně zasunutým EBSD detektorem. Z těchto měření je vytvořena porovnávací tabulka 6, ve které jsou uvedeny aritmetické průměry hodnoty podílů fází železa a neindexovaných bodů („Zero Solution“).

Tabulka 6 – Průměrné hodnoty výskytu austenitu, feritu a Zero Solution při změně urychlovacího napětí

	5 kV	10 kV	20 kV	30 kV
Průměrný podíl výskytu austenitu [%]	1,31	13,97	13,30	9,63
Průměrný podíl výskytu feritu [%]	9,40	71,06	75,98	70,38
Průměrný podíl Zero Solution [%]	89,30	14,97	10,72	19,99

Podle Tabulka 6 není možné při urychlovacím napětí 5 kV určit vliv urychlovacího napětí na interakční objem, protože zde není indexováno 89,30 % difrakčních obrazců. Kvalita dat pro Houghovu transformaci a následnou indexaci je nepostačující. Při použitím urychlovacího napětí 10 a 20 kV není indexováno 14,97 %, respektive 10,72 % difrakčních obrazců. Při těchto urychlovacích napětích jsou nalezené podíly fází železa téměř stejné. Urychlovací napětí 30 kV přineslo výrazné zhoršení indexace, při tomto urychlovacím napětí nebylo indexováno o cca 9 % více pixelů než při napětí 20 kV. Zhoršení indexace při vyšším napětí může být zapříčiněno

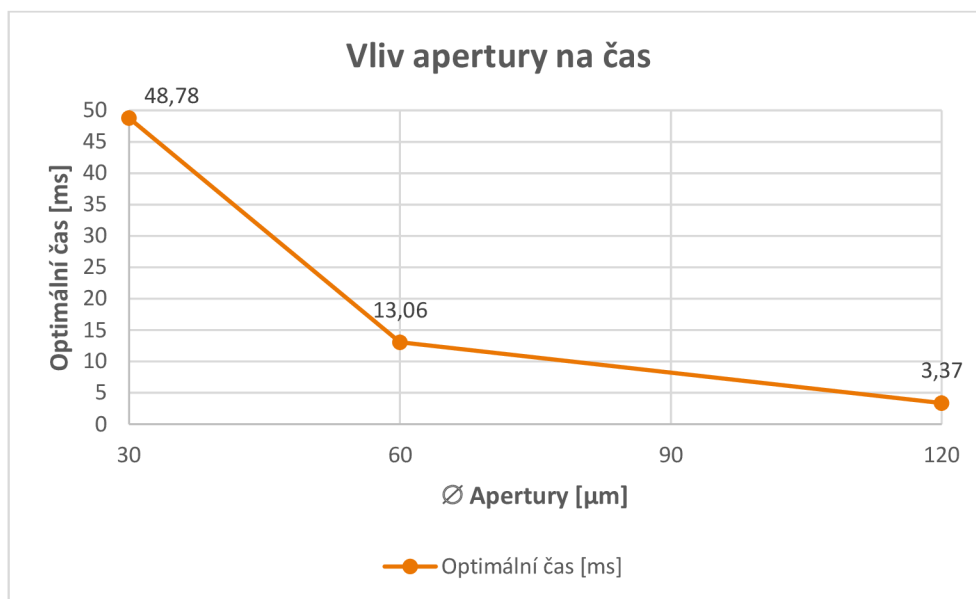
nárůstem interakčního objemu, kdy mohou být na stínítko promítány Kikuchiho obrazce z více sousedících krystalů, což může znemožnit provedení automatické indexace.

Poměr jednotlivých fází při rozdílných urychlovacích napětích je téměř stejný. Pro stanovení exaktního závěru o vlivu urychlovacího napětí na poměr rozpoznávaných a určených fází ve vzorku by musela být provedena analýza s totožnou úspěšností. Tohoto požadavku bude dosaženo jen velmi složitě z důvodu heterogenity testovaného vzorku.

Podle teorie by se dalo předpokládat, že nízké urychlovací napětí přinese lepší rozlišení díky malému interakčnímu objemu. Ale tato teorie je zde vyvrácena, protože nízké urychlovací napětí (5 kV) je nedostatečné pro tvorbu kvalitního difrakčního obrazce a následná automatická indexace není možná. Z provedených měření vyplývá, že je vhodné používat urychlovací napětí v rozsahu 10 až 20 kV, u kterých je vysoká úspěšnost indexace, viz tabulka 6. Nebyl prokazatelně zjištěn vliv urychlovacího napětí na změnu určeného podílu zastoupení FCC a BCC fází železa.

2.5.8 Nastavení primárního elektronového svazku – vliv apertury

Proud primárního elektronového svazku je ovlivněn velikostí použité apertury. Pro toto měření je urychlovací napětí po provedených měřeních popsanych v kapitole 2.5.7 ponecháno na 20 kV, ostatní parametry jsou nastaveny podle výsledků popsanych v předchozích kapitolách. V tomto měření jsou stupně měněny hodnoty apertury z \varnothing 30, na 60 a 120 μm a je zkoumán jejich vliv na expoziční čas, viz graf 11.



Graf 11 – Vliv apertury na expoziční čas

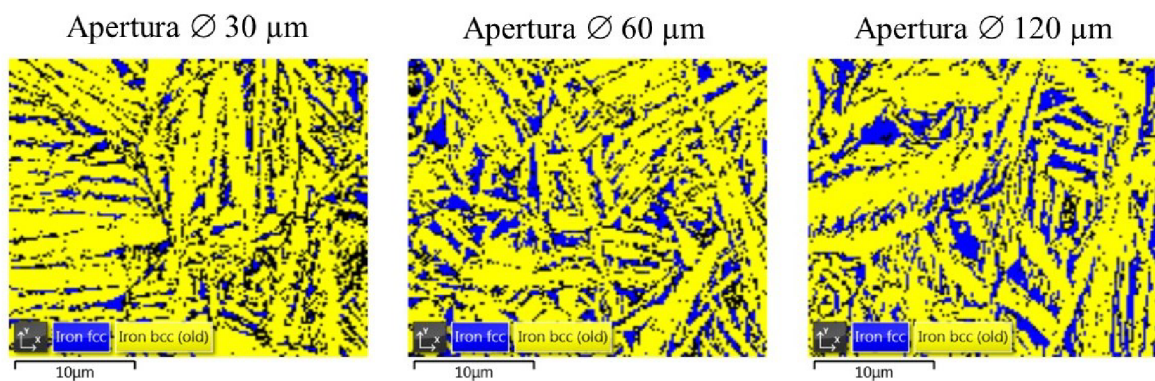
Použitá velikost apertury má vliv na potřebný expoziční čas. V Graf 11 jsou uvedeny expoziční časy automaticky nastavené funkcí „*autoexposure*“. Při apertuře \varnothing 30 μm dochází k nedostatečné saturaci detektoru. Funkce „*autoexposure*“ automaticky zvýší expoziční čas na požadovanou hodnotu – 48,78 ms, aby bylo možné získat dostatečné množství dat pro indexaci. Toto navýšení expozičního času vede k nárůstu celkového času. Apertura \varnothing 60 μm je pro saturaci detektoru dostatečná – automaticky stanovený expoziční čas je 13,06 ms. Při zvolené

apertuře \varnothing 120 μm je automaticky nastavený expoziční čas 3,37 ms, což je velmi krátký čas, a tudíž je analýza provedena rychle. Dále je při změnách apertury sledována funkce „Hit Rate“, získané hodnoty jsou zaznamenány v tabulce 7.

Tabulka 7 – Vliv apertury na Hit Rate

Použitá apertura [μm]	Hit Rate [%]
30	80,60
60	84,98
120	90,05

Díky prodloužení expozičního času došlo k dostatečné saturaci detektoru při \varnothing 30 a 60 μm a k velmi vysoké saturaci při apertuře \varnothing 120 μm . Z tabulky 7 lze usoudit, že změna apertury má mírný vliv na indexaci difrakčního obrazce.



Obrázek 31 – Fázové mapy při změnách apertur

Na obrázku 31 jsou znázorněny fázové mapy při aperturách \varnothing 30, 60 a 120 μm . Z vizuálního posouzení je zřejmé, že s nárůstem průměru apertury ubývá podíl neindexovaných pixelů.

Tabulka 8 – Průměrné hodnoty výskytu austenitu, feritu a Zero Solution při změně apertury

	30 μm	60 μm	120 μm
Výskyt austenitu	6,90 %	14,70 %	19,02 %
Výskyt feritu	73,70 %	70,28 %	71,02 %
Zero Solution	19,40 %	15,02 %	9,95 %

Tabulka 8 popisuje procentuální podíl fází železa a neindexovaných bodů. Je zřejmé, že při použití apertury \varnothing 120 μm je indexace provedena s vysokou 90% úspěšností.

Diskuze

Práce se zabývá optimalizací parametrů metody difrakce zpětně odražených elektronů. Při této metodě vznikají difrakční obrazce složené z Kikuchiho pásů, které jsou projekcí krystalových rovin. Díky nim lze krystalograficky identifikovat materiál zkoumaného vzorku. Pro optimalizaci parametrů a uskutečnění kvalitní analýzy jsem definovala základní parametry, jež mají vliv na její provedení, viz obrázek 14. Tyto parametry jsem rozdělila do čtyř základních skupin, podle toho, v jaké části mikroskopického zařízení (mikroskopu nebo detektoru) uplatňují svoji funkci. Jednotlivé parametry si volí přímo uživatel mikroskopu na základě svých požadavků na analýzu. Pro tuto diplomovou práci byl vybrán vzorek izotermicky kalené litiny, který díky tepelnému zpracování obsahuje mikro-zrnnou strukturu, na kterou musí být brán zřetel při volbě parametrů. Pro každý konkrétní parametr nastavení jsou provedena jednotlivá měření, jejichž výsledky jsou shrnuty níže.

Parametry ovládané v softwaru skenovacího elektronového mikroskopu popisují uspořádání hardwaru v komoře SEM, konkrétně se jedná o parametr pracovní vzdálenosti, což je vzdálenost ústí tubusu pólového nástavce SEM od analyzované plochy vzorku a dále se jedná o parametr vzdálenosti stínítka EBSD detektoru od vzorku. Zkoumání parametru **pracovní vzdálenosti** probíhalo oddalováním vzorku (variací pracovní vzdálenosti v rozsahu 7 až 23 mm) a sledováním pozice Kikuchiho obrazců promítnutých na stínítka EBSD detektoru, jak je uvedeno na obrázku 22, respektive „backgroundu“ na obrázku 21. Vlivem pracovní vzdálenosti jsou maxima intenzity signálu vertikálně vychylována mimo střed stínítka a dochází ke ztrátě řady Kikuchiho pásů. Optimální interval pracovních vzdáleností, kdy je signál zachycen na střed stínítka, jsem vyhodnotila pro rozmezí 11 až 15 mm.

Parametr popisující míru **zasunutí EBSD detektoru** je zkoumán v souvislosti s EDS detektorem. V praxi často využíváme současný sběr difraktovaných zpětně odražených elektronů společně s charakteristickým rentgenovým zářením, tedy signály nesoucí informace o krystalové mřížce a lokálním chemickém složení. Na tomto principu je založena například funkce „*True Phase*“, kde jsou fáze s podobnou krystalovou mřížkou rozlišovány na základě chemického složení. Simultánní akvizice EDS + EBSD v laboratoři vyžadovala značné kompromisy, a to zejména kvůli nevyhovujícímu uspořádání detektorů a umístění vzorku v komoře SEM. Intenzita signálu dopadajícího na EDS detektor je závislá na pracovní vzdálenosti a také na umístění EBSD detektoru, schéma rozmístění detektorů v komoře SEM a vzorku je patrné na obrázku 23. Zasunutý EBSD detektor stíní EDS detektor a brání mu v zachycení signálu. Experimentálně byla stanovena vzdálenostní závislost obou detektorů a vzorku – graf 3. Pro simultánní analýzy se ukázalo být efektivním řešením povysunutí EBSD detektoru o 2 mm, čímž se o 60 % zlepšila intenzita signálu přijímaného EDS detektorem. Povysunutím se odstraní definovaný problém a uživateli to umožní snadné provedení obou analýz současně. Pokud však není nutné provádět EDS analýzu, doporučuji ponechat EBSD detektor zcela zasunutý, jelikož jeho povysunutím o 2 mm dochází k mírné ztrátě jasů a kontrastu v difrakčních obrazcích, viz obrázek 24, což má za následek zhoršení kvality EBSD analýzy o přibližně 1,5 %.

Další parametry nastavitelné v softwaru SEM jsou parametry týkající se primárního elektronového svazku. Jedná se o nastavení urychlovacího napětí, tedy energie dopadajících elektronů, a proudu svazku, který je vymezen použitím aperturních clon různých průměrů. V jednotlivých měřeních byly testovány hodnoty **urychlovacího napětí** 5, 10, 15, 20 a 30 kV. Při urychlovacím napětí < 20 kV byla pozorována ztráta ostrosti difrakčních obrazců, dále bylo pozorováno rozšiřování Kikuchiho pásů a zejména u nižších hodnot napětí také ztráta řady

zónových os potřebných pro indexaci, viz obrázek 28 a graf 10. Při urychlovacím napětí 5 kV již SW nebyl schopen korektně indexovat téměř 90 % pixelů. Během měření nebyl zjištěn vliv urychlovacího napětí na výrazně jiné zastoupení jednotlivých fází železa ve vzorku (tabulka 6). Podíl jednotlivých fází stanovený při rozdílných urychlovacích napětích je vyhodnocen jako téměř stejný. Jako optimální nastavení urychlovacího napětí doporučuji využívat hodnoty 20 kV.

Další parametr ovlivňující primární elektronový paprsek je proud svazku, který je nastavován pomocí aperturních clon o různých průměrech – \varnothing 30, 60 a 120 μm . Zjistila jsem, že velikost **apertury** má vliv na expoziční čas, popsán v grafu 11. Apertura \varnothing 30 μm neposkytuje při základním nastavení ostatních parametrů dostatečnou saturaci detektoru, tudíž funkce „*autoexposure*“ automaticky zvýší expoziční čas, pro získání dostatečné saturace. Navýšení expozičního času vede ke zvýšení celkové doby trvání analýzy. Dále jsem zjistila, že apertury \varnothing 60 μm a 120 μm jsou již pro saturaci detektoru dostatečné a potřebné expoziční časy neovlivní celkovou dobu analýzy. Z tabulky 8, grafu 11 a obrázku 31 lze usoudit, že použití větší apertury umožňuje výrazné zkrácení expozičního času, přičemž lze pozorovat zvýšení hodnoty „*Hit Rate*“. Pokles úspěšnosti indexace při použití delších expozičních časů (menší apertury) lze vysvětlit větším zkreslením Kikuchiho obrazců, které může být zapříčiněno driftem vzorku či stolku. Jako optimální hodnotu pro nastavení apertury doporučuji využívat aperturu \varnothing 120 μm , která poskytuje vysokou saturaci detektoru, a tudíž vysokou úspěšnost indexace difrakčního obrazce až 90 %, doloženo tabulkou 8.

Parametry ovládané v softwaru EBSD detektoru popisující nastavení detektoru jsou funkce „*Binning Mode*“ a „*Frame Averaging*“. „*Binning Mode*“ je v software AZtec funkce, která seskupí pixely z okolní matice do jednoho pixelu. Funkce se pravidelně využívá, protože po jejím provedení se pracuje s méně daty, což významně urychluje proces celého sběru a zpracování dat. Použití binningu, však přináší nevýhodu v podobě ztráty rozlišení difrakčních obrazců. Během měření jsem došla k závěru, že není vhodné pro analýzy využívat binning 8×8 a 8×16 , protože vytvořené difrakční obrazce výrazně ztrácejí kvalitu, patrné na obrázku 27. Software potřebuje k přesnému provedení indexace alespoň 9-12 Kikuchiho pásů. Při nižším počtu pásů je více kombinací pro určení orientace krystalové struktury a může tak docházet k jejímu nepřesnému stanovení. Také doporučuji nevyužívat binning pro funkci Point&ID, jelikož čas této analýzy je podmíněn potřebou zisku dostatečného kvanta dat pro EDS detektor. Pro zkrácení doby analýzy doporučuji využívat binning 2×2 a 4×4 , který poskytuje dostatečně kvalitní difrakční obrazce pro automatickou indexaci, spolu s funkcí „*Frame Averaging*“.

„*Frame Averaging*“ je další funkce, kterou je možné volit v programu AZtec. Tato softwarová funkce umožňuje detektoru několikrát za sebou vytvořit snímek konkrétního difrakčního obrazce a tyto snímky spolu zprůměrovat. Získá se tím výrazně vyšší kvalita difrakčního obrazce (klesá šum), ale významně narůstá celkový čas analýzy. Zjistila jsem, že pro analýzu s vysokým rozlišením je vhodné „*Frame Averaging*“ nastavit na hodnotu 4 nebo 5, ale je třeba očekávat dlouhé trvání analýzy. Pro praktické využití s přiměřeně dlouhým časem trvání analýzy doporučuji používat funkci „*Frame Averaging*“ společně s výše uvedenou funkcí „*Binning Mode*“ 2×2 a 4×4 a nastavit „*Frame Averaging*“ na hodnotu 1, respektive 2. Po nastavení těchto parametrů jsou expoziční časy 43,86 ms, respektive 48,78 ms na pixel. Vlivy nastavení parametrů funkcí „*Binning Mode*“ a „*Frame Averaging*“ na rychlost EBSD analýzy jsou shrnuty v grafu 8.

Parametry ovládané v softwaru EBSD detektoru ovlivňující průběh samotného skenování jsou délka kroku a expoziční čas. **Délka kroku** je parametr popisující vzdálenost dvou snímaných bodů na vzorku. Pokud se provádí analýza mikro-zrnného materiálu je potřeba velikost kroku úměrně snížit. Při volbě hrubého kroku může dojít k vynechání některých fází ve vzorku. Během měření jsme zjistili (graf 4), že námi zvolené a testované kroky délky 100 a 200 nm, nemají vliv na úspěšnost analýzy. Analýzy s použitým krokem 100 nm mají průměrnou úspěšnost indexace podle funkce „*Hit Rate*“ 89,64 % a s krokem 200 nm 89,15 %. Pro praktičnost budoucích analýz doporučuji využít délku kroku 200 nm, jež se ukázala jako dostatečně jemná i pro námi testovaný mikro-zrnný materiál, znázorněný na obrázku 25. Navíc analýza při délce kroku 200 nm trvá 7 min a 37 s, což je čtyřnásobně kratší čas než při nastavení kroku o délce 100 nm, viz tabulka 5. Jemnější krok exponenciálně prodlužuje dobu analýzy a také, zejména u hůře vodivých vzorků, zvyšuje míru driftu.

Expoziční čas popisuje dobu setrvání svazku primárních elektronů na jednom pixelu. Tato doba by měla být nastavena tak, aby došlo k potřebné saturaci EBSD detektoru. Dobu potřebnou pro optimální saturaci detektoru získáme aktivací funkce automatického expozičního času „*auto-exposure*“, přičemž v praxi je ověřeno, že pro získání indexovatelného difrakčního obrazce zpravidla postačuje doba poloviční až čtvrtinová, dokládá graf 7. Významným faktorem je zde hodnota IPPS (indexed pixels per second), která nám udává, kolik maximálně pixelů za sekundu je systém schopen indexovat. Převrácená hodnota IPPS, neboli TPP (time per pixel), nám poté udává disponibilní čas pro expozici, aniž by došlo k navýšení celkového času potřebného pro realizaci EBSD analýzy. Na základě toho je třeba dbát na nastavení parametrů svazku (urychlovacího napětí a proudu), které nám umožní nastavení expozičního času < TPP, aby se zbytečně nenavýšoval čas potřebný pro EBSD analýzu. Například jsem zjistila, že pro urychlovací napětí < 5 kV funkce „*autoexposure*“ vyhodnotila, že pro dostatečnou saturaci detektoru potřebuje mnohonásobně vyšší expoziční čas, viz graf 9. Konkrétně při urychlovacím napětí 5 kV expoziční doba třikrát překročila hodnotu TPP, tj. 24,39 ms, a proto je zde výsledný čas analýzy 22,85 min. Oproti tomu při vyšších urychlovacích napětích analýza trvá 7,62 min.

Při šesti na sobě nezávislých měřeních s nastavenými optimálními parametry – urychlovacím napětí 20 kV, aperturou \varnothing 120 μ m, pracovní vzdáleností 11 mm, plně zasunutým EBSD detektorem, krokem o délce 200 nm a expozičním časem 2 ms je dosažena průměrná úspěšnost analýz 89,28 %.

I když optimalizace výše uvedených parametrů je důležitá pro přesnost provedení EBSD analýzy, stále platí, že zcela nejdůležitější podmínkou pro úspěšnou realizaci EBSD analýzy je samotná příprava vzorku.

Závěr

V závěru bych ráda zmínila, že se mi podařilo zrealizovat zadání této diplomové práce. Díky usilovné práci se podařilo najít a optimalizovat parametry pro nastavení analýzy metody zpětně odražených elektronů pro metalografické vzorky, konkrétně izotermicky kalené litiny. Mnou nalezené parametry, získané výsledky, provedená hodnocení a stanovená doporučení jsou přímým návodem pro každého uživatele, který bude provádět EBSD analýzu na stejném experimentálním vybavení, které jsem používala při této práci. Výsledky optimálních parametrů a poskytnutá doporučení jsou také počátečním vodítkem pro všechny uživatele, kteří budou provádět analýzu na jiných mikroskopických zařízeních. Při EBSD analýze je možné volit a nastavovat i další parametry ovlivňující její průběh, ale tyto parametry nejsou tolik zásadní, dovoluji si tvrdit, že nepřinesou výrazné zlepšení analýzy, ale mohou však být předmětem dalšího výzkumu.

V závěru nabízím myšlenku, že i v obyčejném každodenním životě je potřeba hledat harmonii a vyváženost všech vjemů, prožitků a aktivit, aby se náš život stal neobyčejným a jedinečným. Tuto paralelu se snažím aplikovat i v dalších aktivitách, kterými se zabývám. Například při práci se skenovacím elektronovým mikroskopem a s detektorem zpětně odražených elektronů je potřeba využívat harmonie a nastavit veškeré parametry analýzy tak, aby jejich společná souhra produkovala nejlepší možné výsledky.

Bibliografie

- [1] ALU, Fe-C. svg: Zielu20derivative work: *Fe-C and Fe-Fe3C* [online]. 7. červenec 2011 [vid. 2024-02-14]. Dostupné z: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Fe-C-cs.svg>
- [2] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [3] HLUCHÝ, Miroslav, Oldřich MODRÁČEK a Rudolf PAŇÁK. *Strojírenská technologie 1: Metalografie a tepelné zpracování 2.díl*. 2002. vyd. Praha: Scientia, nedatováno. ISBN 80-7183-265-0.
- [4] PLUHAŘ, Jaroslav, Josef KORITTA, Jozef ADAMKA, Eduard DORAZIL, Vladimír SEDLÁČEK a Václav ZILVAR. *Nauka o materiálech*. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1989.
- [5] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2003. ISBN 80-7204-283-1.
- [6] PLUHAŘ, Jaroslav, Josef KORITTA, Josef ČADEK, Bohuslav ČECH, Karel ČERNÝ, Vladimír ČÍHAL, Eduard KOZINA, Vladimír KRAUS, Vladivoj OČENÁŠEK, Jan PRUDKÝ, Vladimír SEDLÁČEK a Václav ZILVAR. *Strojírenské materiály*. P: Nakladatelství technické literatury, 1981. ISBN 40-208-81.
- [7] EPERJEŠI, Š, Jevan MALIK, Iveta VASKOVA, L EPERJEŠI a Daniel FECKO. A R C H I V E S of 11/1 Comparison of achieved parameters results of high-strength ductile cast iron by different way of heat treatment. *Archives of Foundry Engineering*. 2011, 11.
- [8] AKINRIBIDE, Ojo Jeremiah, Olasupo Daniel OGUNDARE, Olanike Mary OLUWAFEMI, Kelechi EBISIKE, Abdulganiyu Kehinde NAGERI, Samuel Olukayode AKINWAMIDE, Fehmi GAMAOUN a Peter Apata OLUBAMBI. A Review on Heat Treatment of Cast Iron: Phase Evolution and Mechanical Characterization. *Materials* [online]. 2022, 15(20), 7109 [vid. 2024-03-28]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15207109
- [9] DU, Yuzhou, Xiangqian GAO, Xiaolong WANG, Xin WANG, Yanfeng GE a Bailing JIANG. Tribological behavior of austempered ductile iron (ADI) obtained at different austempering temperatures. *Wear* [online]. 2020, 456–457, 203396 [vid. 2024-03-28]. ISSN 0043-1648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2020.203396
- [10] MEGAHED, Hassan, Emad EL-KASHIF, Ahmed Y. SHASH a Mahmoud A. ESSAM. Effect of holding time, thickness and heat treatment on microstructure and mechanical properties of compacted graphite cast iron. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2019, 8(1), 1188–1196 [vid. 2024-03-28]. ISSN 2238-7854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2018.07.021
- [11] AGUNSOYE, J. O., V. S. AIGBODION a O. S. SANNI. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of NF6357A Cast Alloy for Wear Resistance Application. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering* [online]. 2011, 10(11), 1077–1086 [vid. 2024-03-28]. ISSN 2327-4077, 2327-4085. Dostupné z: doi:10.4236/jmmce.2011.1011082
- [12] EPERJEŠI, Š, Jevan MALIK, Iveta VASKOVA a Daniel FECKO. Increasing of Utility Properties of Grey Cast Iron Castings with Heat Treatment. *Archives of Foundry Engineering* [online]. 2015, 15. Dostupné z: doi:10.1515/afe-2015-0029
- [13] BRUCE, Duncan W., Dermot O'HARE a Richard I. WALTON. *Structure from Diffraction Methods* [online]. 1. vyd. B.m.: Wiley, 2014 [vid. 2024-01-23]. ISBN 978-1-119-95322-7. Dostupné z: doi:10.1002/9781118695708
- [14] DiffractionLimit. *Scientific Volume Imaging* [online]. [vid. 2024-03-09]. Dostupné z: <https://svi.nl/DiffractionLimit>
- [15] KEJZLAR, Pavel, Martin ŠVEC a Eva MACAJOVÁ. The Usage of Backscattered Electrons in Scanning Electron Microscopy. *Manufacturing Technology* [online]. 2014, 14, 333–336. Dostupné z: doi:10.21062/ujep/x.2014/a/1213-2489/MT/14/3/333

- [16] *Optická spektroskopie / OptiXs* [online]. [vid. 2024-03-29]. Dostupné z: <https://www.optixs.cz/aplikace-53/spektroskopie-145/mereni-optickyh-spekter-94>
- [17] KRAUS, Ivo a Nikolaj GANEV. *Technické aplikace difrakční analýzy*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2004. ISBN 978-80-01-03099-7.
- [18] LI, Jian a Junliang SUN. Application of X-ray Diffraction and Electron Crystallography for Solving Complex Structure Problems. *Accounts of Chemical Research* [online]. 2017, 50(11), 2737–2745 [vid. 2024-01-23]. ISSN 0001-4842, 1520-4898. Dostupné z: doi:10.1021/acs.accounts.7b00366
- [19] KRAUS, Ivo. *Úvod do strukturní rentgenografie*. 1. Praha: Academia, 1985.
- [20] NISHIKAWA, Shoji a Seishi KIKUCHI. Diffraction of Cathode Rays by Calcite. *Nature* [online]. 1928, 122(3080), 726–726 [vid. 2024-04-12]. ISSN 1476-4687. Dostupné z: doi:10.1038/122726a0
- [21] ALAM, M. N., Moses BLACKMAN, Donald William PASHLEY a George Paget THOMSON. High-angle Kikuchi patterns. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences* [online]. 1997, 221(1145), 224–242 [vid. 2024-04-12]. Dostupné z: doi:10.1098/rspa.1954.0017
- [22] VENABLES, J. A. a C. J. HARLAND. Electron back-scattering patterns—A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* [online]. 1973, 27(5), 1193–1200 [vid. 2024-04-12]. ISSN 0031-8086. Dostupné z: doi:10.1080/14786437308225827
- [23] VENABLES, J.A. a R. BIN-JAYA. Accurate microcrystallography using electron back-scattering patterns: The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics: Vol 35, No 5. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* [online]. 1977, 35(5), 1317–1332 [vid. 2024-04-12]. Dostupné z: doi:10.1080/14786437708232955
- [24] HARLAND, C. J., P. AKHTER a J. A. VENABLES. Accurate microcrystallography at high spatial resolution using electron back-scattering patterns in a field emission gun scanning electron microscope. *Journal of Physics E: Scientific Instruments* [online]. 1981, 14(2), 175 [vid. 2024-04-12]. ISSN 0022-3735. Dostupné z: doi:10.1088/0022-3735/14/2/011
- [25] SCHWARTZ, Adam J., Mukul KUMAR, Brent L. ADAMS a David P. FIELD. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. 2nd edition. New York: Springer, 2009. ISBN 978-0-387-88135-5.
- [26] DINGLEY, D., M. LONGDEN, J. WEINBREN a J. ALDERMAN. On-line analysis of electron back scatter diffraction patterns. I. Texture analysis of zone refined polysilicon. *Scanning Microsc.* 1987, 1, 451–456.
- [27] WRIGHT, Stuart I. a Brent L. ADAMS. Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns. *Metallurgical Transactions A* [online]. 1992, 23(3), 759–767 [vid. 2024-04-12]. ISSN 2379-0180. Dostupné z: doi:10.1007/BF02675553
- [28] ADAMS, Brent L., Stuart I. WRIGHT a Karsten KUNZE. Orientation imaging: The emergence of a new microscopy. *Metallurgical Transactions A* [online]. 1993, 24(4), 819–831 [vid. 2024-04-12]. ISSN 2379-0180. Dostupné z: doi:10.1007/BF02656503
- [29] JUUL, D. a N.H. SCHMIDT. An automatic on-line technique for determination of crystallographic orientations by EBSP: 1st International Conference on Recrystallization in Metallic Materials. *International conference on recrystallization in metallic materials. Proceedings*. 1990, 219–224.
- [30] LASSEN, Niels Christian Krieger, D Juul JENSEN a K CONRADSEN. Image Processing Procedures for Analysis of Electron Back Scattering Patterns. *Scanning Microscopy* [online]. 1992, 6(1), 151–121. Dostupné z: <https://digitalcommons.usu.edu/microscopy/vol6/iss1/7>

- [31] LASSEN, Niels Christian Krieger, Dorte Juul JENSEN a K. CONDRADSEN. Automatic Recognition of Deformed and Recrystallized Regions in Partly Recrystallized Samples Using Electron Back Scattering Patterns. *Materials Science Forum* [online]. 1994, 157–162, 149–158 [vid. 2024-04-12]. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.157-162.149
- [32] NOWELL, Matt. How I Prepare Samples for EBSD Analysis. In: [online]. B.m. 25. květen 2017. Dostupné z: https://rsc.aux.eng.ufl.edu/_files/documents/963.pdf
- [33] Sample Preparation Recipes from Various Materials for EBSD. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-04-27]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/hints-and-tips/ebsd-sample-preparation/sample-preparation-recipes-from-various-material>
- [34] NOWELL, Matt, R. WITT a B. TRUE. EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips, and Tricks. *Microscopy Today* [online]. 2005, July, 44. Dostupné z: doi:10.1017/S143192760550672X
- [35] ZAEFFERER, S., N.-N. ELHAMI a P. KONIJNENBERG. Electron backscatter diffraction (EBSD) techniques for studying phase transformations in steels. In: *Phase Transformations in Steels* [online]. Oxford; Philadelphia: Woodhead Publishing, 2012, Woodhead Publishing in materials, s. 557–587. ISBN 978-1-84569-970-3. Dostupné z: doi:10.1533/9780857096111.4.557
- [36] KEJZLAR, Pavel, Michaela PETRŽÍLKOVÁ, Alfred DUCHÁČ, Denisa HARANTOVÁ, Adam HOFMAN a Břetislav SKRBEK. Využití difrakce zpětně odražených elektronů pro studium struktury izotermicky kalených litin. *Jemná mechanika a optika*. 2024, 64(1), 24–27. ISSN 0447-6441.
- [37] LASSEN, Niels Christian Krieger. *Automated Determination of Crystal Orientations from Electron Backscattering Patterns* [online]. B.m., 1994. The Technical University of Denmark. Dostupné z: http://www.ebsd.info/pdf/PhD_KriegerLassen.pdf
- [38] LITWILLER, Dave. CCD vs. CMOS: Facts and Fiction. *Photonics spectra*. 2001, 35(1), 154–158.
- [39] CCD vs. CMOS: 5 Differences | Spiceworks - Spiceworks. *Spiceworks Inc* [online]. [vid. 2024-04-30]. Dostupné z: <https://www.spiceworks.com/tech/tech-general/articles/ccd-vs-cmos/>
- [40] Basics of Automated Indexing for EBSD. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-01-23]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/ebsd-explained/basics-of-automated-indexing>
- [41] INSTITUTE OF METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE, POLISH ACADAMY OF SCIENCE. Introduction to Electron Backscatter Diffraction. In: . B.m.
- [42] HOUGH, Paul V. C. Method and means for recognizing complex patterns [online]. US3069654A. 18. prosinec 1962. Dostupné z: <https://worldwide.espacenet.com/patent/search/family/021784152/publication/US3069654A?q=US3069654>
- [43] Techniques for EBSD Indexing. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-01-24]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/ebsd-techniques/techniques-for-indexing>
- [44] EDAX SMART INSIGHT, Materials Analysis Division. Pattern Indexing in TEAMTM EBSD. In: . B.m.
- [45] WALLACE, SHAWN. Understanding and Optimizing EBSD Camera Settings, EDAX Smart Insight. In: [online]. B.m. 14. červenec 2016 [vid. 2024-03-12]. Dostupné z: https://rsc.aux.eng.ufl.edu/_files/documents/964.pdf
- [46] Symmetry S3 | EBSD Symmetry Detector | Ideal detector for all EBSD applications - Nanoanalysis. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-02-14]. Dostupné z: <https://nano.oxinst.com/Symmetry-S3>
- [47] LIM, Sun-Jong a Chang-Hong LEE. Generation of Electron beam probe in Scanning Electron Microscopy. In: [online]. 2008, s. 15–18. ISBN 978-89-950038-8-6. Dostupné z: doi:10.1109/ICSMA.2008.4505604

- [48] *Accelerating voltage - SEM* [online]. [vid. 2024-03-27]. Dostupné z: https://myscope.training/SEM_Accelerating_voltage
- [49] Optimising SEM Condition | EBSD Hints & Tips. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-03-14]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/hints-and-tips/optimization-sem-condition>
- [50] PRETORIUS, E. Influence of acceleration voltage on scanning electron microscopy of human blood platelets. *Microscopy Research and Technique* [online]. 2010, 73(3), 225–228 [vid. 2024-03-27]. ISSN 1097-0029. Dostupné z: doi:10.1002/jemt.20778
- [51] *EBSD Pattern Collection | EBSD Hints & Tips - Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-03-14]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/hints-and-tips/ebsd-pattern-collection>
- [52] GOLDSTEIN, Joseph. *Practical Scanning Electron Microscopy: Electron and Ion Microprobe Analysis*. B.m.: Springer Science & Business Media, 2012. ISBN 978-1-4613-4422-3.
- [53] MARTURI, Naresh, Sounkalo DEMBÉLÉ a Nadine PIAT. Depth and Shape estimation from focus in scanning electron microscope for micromanipulation. In: *2013 International Conference on Control, Automation, Robotics and Embedded Systems (CARE): 2013 International Conference on Control, Automation, Robotics and Embedded Systems (CARE)* [online]. 2013, s. 1–6 [vid. 2024-03-27]. Dostupné z: doi:10.1109/CARE.2013.6733694
- [54] MAN, Ondřej. *APLIKACE METODY DIFRAKCE ZPĚTNĚ ODRAŽENÝCH ELEKTRONŮ V MATERIÁLOVÉM INŽENÝRSTVÍ* [online]. Brno, 2010. Disertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Dostupné z: https://theses.cz/id/0w4odt/Dizertace_MAN_body.pdf
- [55] *AZtec User Manual - What's New in AZtec 2.1* [online]. B.m.: Oxford Instruments. 2013. Dostupné z: <https://utw10193.utweb.utexas.edu/InstrumentManuals/Oxford%20EDS%20AZtec%20User%20Manual.pdf>
- [56] Displaying EBSD Data. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2023-11-21]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/ebsd-techniques/displaying-ebsd-data>
- [57] *Materials Science | EDAX* [online]. [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: <https://www.edax.com/market-applications/materials-science>
- [58] *Mineralogy | EDAX* [online]. [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: <https://www.edax.com/market-applications/mineralogy-and-earth-sciences>
- [59] EBSD Applications. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: <https://www.ebsd.com/ebsd-for-beginners/ebsd-applications>
- [60] EDAX SMART INSIGHT. Applications of EBSD in Archaeometry. *Technical Note - EBSD* [online]. nedatováno, 5. Dostupné z: [https://www.edax.com/-/media/ametekedax/files/ebsd/technical_notes/applications%20of%20ebsd%20in%20archaeometry.pdf](https://www.edax.com/-/media/ametekedax/files/ebsd/technical_notes/applications%20of%20ebsd%20in%20archaeometry.pdf)
- [61] *Semiconductor | EDAX* [online]. [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: <https://www.edax.com/market-applications/semiconductor>
- [62] EBSD Applications in the Electronics Industry - Nanoanalysis. *Oxford Instruments* [online]. [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: <https://nano.oxinst.com/campaigns/downloads/ebsd-applications-in-the-electronics-industry>
- [63] *Renewable Energy | EDAX* [online]. [vid. 2024-04-16]. Dostupné z: <https://www.edax.com/market-applications/renewable-energy>