

CHARAKTERIZACE MATERIÁLU POMOCÍ DIFRAKČNÍ METODY DEBYEOVA-SCHERREROVA NA ZPĚTNÝ ODRAZ

Lukáš ZUZÁNEK

Katedra strojírenské technologie, Fakulta strojní, TU v Liberci, Studentská 2, 461 17 Liberec 1, CZ, lukas.zuzanek@tul.cz

Abstrakt

Článek se zabývá rentgenovou difrakční metodou Debyeovou-Scherrerovou na zpětný odraz a její využití. Metoda slouží k hodnocení povrchové vrstvy v hloubce několika μm . Jedná se o nedestruktivní zkoušky polykrystalického materiálu bez nutnosti speciální přípravy povrchu. Princip spočívá v dopadu monochromatických paprsků na zkušební vzorek, kde dochází k difrakci rentgenového záření a následně toto záření detekuje na paměťovou fólii. Pomocí skeneru získáme z paměťové fólie difraktogram dávající základní informace o stavu krystalové mřížky. V závislosti na spojitosti a pravidelnosti difrakční linie zobrazené na difraktogramu lze zjistit přítomnost textury a kvantitativní představu o velikosti zrn. Metoda se využívá při analýze teplotně ovlivněné oblasti a stanovení nehomogenit v okolí svárů, dále při stanovení stupně plastické deformace po tváření a určení stupně rekrytalizace po tepelném zpracování. Výhodou metody je možnost měření tvarově složitých a velkých vzorků.

Klíčová slova: rentgenová difrakce, Debyeova-Scherrerova metoda, textury, velikost zrna

1. Úvod

Experimentální metody využívající rentgenové elektronové nebo neutronové záření mají velký význam při výzkumu a studiu struktury hmoty a jejich vlastností.

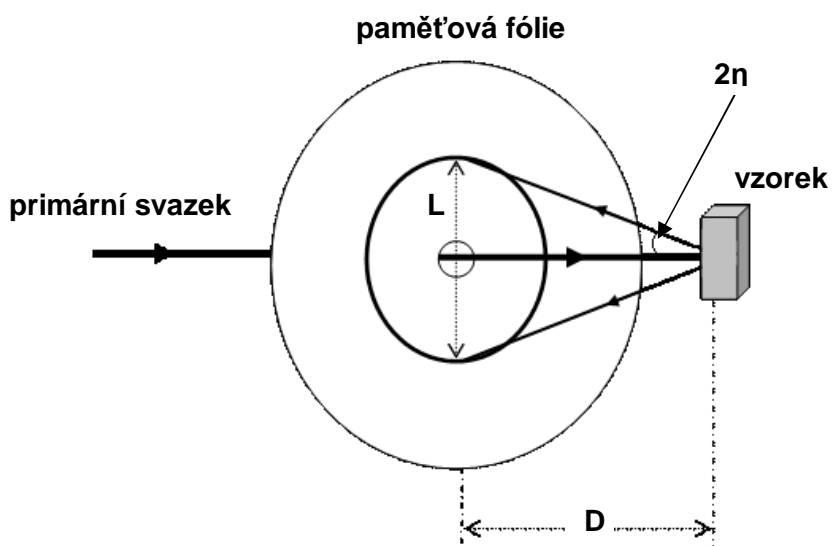
Rentgenová difrakce je známá téměř sto let, kdy vlastní rentgenové záření (RTG záření) objevil W.K.Röntgen v roce 1895. Další pokrok přišel s objevením RTG difrakce, kdy bylo zjištěno při ozáření krystalu (např. modré skalice) RTG svazkem, že energie rozptýlená od krystalu se šíří pouze v určitých směrech, zatímco v jiných vyhasíná. [2] Tento objev vedl ke vzniku nové analytické techniky RTG strukturní krystalografie. Zdrojem rentgenového záření je rentgenka (vakuová trubice) se dvěma zatavenými elektrodami, katodou a anodou. Z rozžhaveného wolframového vlákna (záporné katody) vylétají elektrony směrem ke kladné anodě. Elektrony jsou vysokým napětím urychlovány a velkou rychlostí dopadají na anodu. Většina jejich energie při dopadu elektronů se mění v teplo a jen malá část na energii fotonů rentgenového záření, které vystupuje z anody.[1] Rentgenové záření ionizuje vzduch, vyvolává světélkování některých látek, způsobuje zčernání fotografického filmu a působí také na živé organismy. Záření prochází různými látkami, ale je jimi více nebo méně pohlcováno. [4]

Článek popisuje využití RTG difrakce konkrétně Debyeovu-Scherrerovu metodu pro zkoumání krystalografických materiálů.

2. Debyeova-Scherrerova metoda na zpětný odraz

Metoda Debyeova-Scherrerova je schematicky znázorněna na Obrázku č. 1. Úzký svazek monochromatických paprsků dopadá na vzorek pod úhlem 90° , kde dochází k difrakci rentgenového záření. [5] Toto záření je následně detekováno na paměťové fólii. Výhoda paměťové fólie, oproti dříve používanému plochému filmu, spočívá v jednoduchém zpracování pomocí skeneru a následném znovu využití.

Ideální polykrystalická látka je tvořena náhodně orientovanými krystalitami, kde toto rozložení zapříčiňuje ekvivalentní sférickou rotaci jediného krystalu kolem osy dané dopadajícím paprskem. [6] Vznikající kuželové plochy difraktovaného záření přesně odpovídají jednotlivým soustavám symetricky ekvivalentních rovin. [1] Zobrazení průniků těchto difrakčních kuželových ploch s rovinou paměťové fólie nazýváme difrakční linie.



Obr. 1: Schéma uspořádání Debyeovy-Scherrerovy metody na zpětný odraz

Pro polovinu vrcholového úhlu kuželové plochy na Obrázku č. 1 platí vztah (1), kde L je průměr vzniklé průsečnice, D je vzdálenost mezi vzorkem a fólií, θ je úhel, pod kterým by dopadající záření difraktovalo monokrystal dané látky. [1]

$$\tan 2\eta = \tan(2\pi - 2\theta) = \frac{L}{2D} \quad (1)$$

3. Využití metody na zpětný odraz v praxi

Metoda zpětného odrazu je nedestruktivní hodnocení povrchové vrstvy v tloušťce několik μm bez nutnosti speciální přípravy povrchu. Získají se základní informace o stavu krystalové mřížky povrchové vrstvy polykrystalického materiálu. Vhodné pro kvantitativní určení velikosti zrna a také pro zjištění přítomnosti textury.

3.1 Určení textury

V polykrystalickém materiálu dochází v krystalcích uvažovaného materiálu k přednostní uspořádanosti struktury a substruktury. Tyto přednostní orientace nazýváme texturami. Textura je výsledkem tváření (napěťového a deformačního stavu odpovídajících způsobů tváření) a tepelného zpracování, která má rozhodující vliv na anizotropii materiálu. Určité vlastnosti (technologické charakteristiky) se mohou vlivem textury měnit v některých případech příznivě, jindy je naopak nutné texturu odstranit. [7]

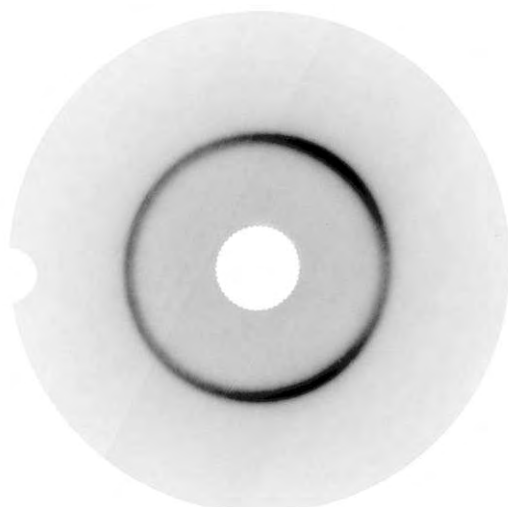
Pro názornost je na Obrázku č. 2. změřen kovový prášek, který je nanesen na skleněnou destičku. Difraktogram práškového vzorku má spojitou difrakční linii, která nevykazuje známky po tváření ani tepelném zpracování.



Obr. 2: Difraktogram na práškovém vzorku

Práškový vzorek

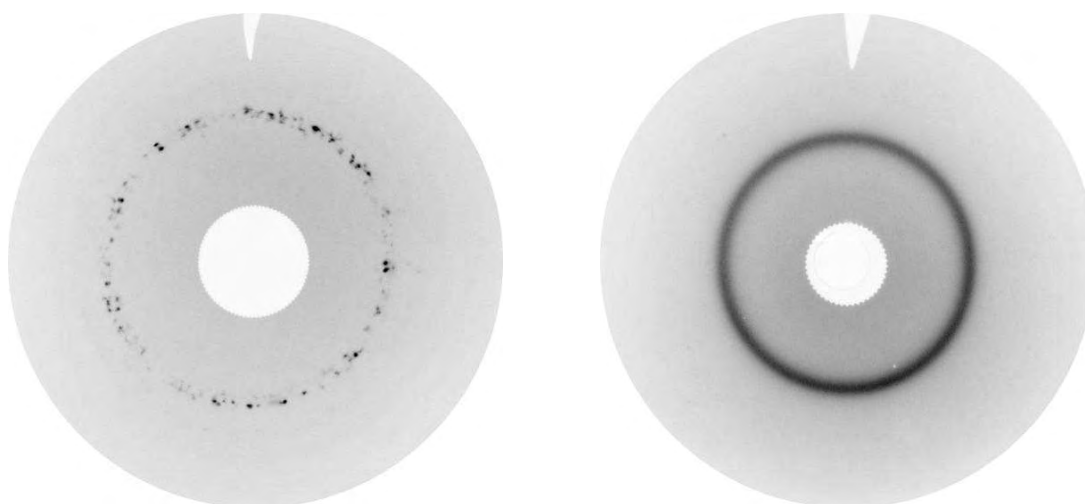
Difraktogram plechového dílu (Obrázek č. 3) zhotoven tvářecím procesem tažení při hydraulické zkoušce hloubením, vykazuje velikou orientaci krystalů stejným směrem. Oblast největšího zčernání na difrakční linii (Obrázek č. 3) vyznačuje směr a velikost vzniklé textury vlivem tváření. V tomto směru vykazují mechanické vlastnosti materiálu (např. mez kluzu, mez pevnosti) značný nárůst, který ovlivňuje chování materiálu při technologickém zpracování.



Obr. 3: Difraktogram tvářeného plechového dílu

3.2 Velikost zrna

Debyeova-Scherrerova metoda při určování velikosti zrna se uplatňuje zejména při svařování a kalení pro stanovení velikosti ovlivněné oblasti danou technologií. Lze ji samozřejmě využít pro další technologie tepelného zpracování a v procesech, kde dochází ke změně velikosti zrna. Na Obrázku č. 4 v levé části je zobrazen snímek z materiálu s hrubým zrnem, v pravé části jemnozrná struktura. V krátkém časovém intervalu na první pohled zjistíme základní informaci o velikosti zrn. Při studiu velikosti ovlivněné oblasti, např. při svařování, postupujeme od středu svaru dál do původního materiálu, kde z každého naměřeného bodu okamžitě zjistíme, kam a v jaké míře je ještě ovlivněna původní struktura materiálu.



Obr. 4: Difraktogram pro určení velikosti zrna (hrubozrnný materiál, jemnozrnný materiál)

4. Závěr

Článek je zaměřen na využití rentgenové difrakční metody Debyeovy-Scherrerovy při zkoumání struktury polykrystalických látek. Hlavním cílem bylo zjišťování přednostní orientace zrn (textura) a informace o velikosti zrn. Výhodou je použitelnost metody při měření velkých a tvarově složitých vzorků, kde zkoumaná oblast je poměrně malá, řádově v mm². Náklady na zařízení jsou také relativně nízké. Získaný difraktogram poskytuje dále informace pro stanovení stupně rekystalizace při tepelném zpracování, stanovení stupně plastické deformace po tváření a také analýzu nehomogenit v okolí svárů.

Článek vzniknul na základě podpory projektu studentské grantové soutěže TUL/FS/SGS 28005.

LITERATURA

- [1] KRAUS, I., GANEV, N. Technické aplikace difrakční analýzy, první vydání. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2004. str.171. ISBN 80-01-03099
- [2] KRATOCHVÍL, B., HUŠÁK, M., BRYNDA, J., SEDLÁČEK, J., Co nabízí současná RTG strukturní analýza?, Chemické listy 102, 2008. str. 889-901. ISSN 1213-7103
- [3] <http://www.xray.cz/kryst/str11a.htm>, staženo 21.10.2013
- [4] <http://www.cez.cz/edee/content/microsites/rtg/k21.htm>, staženo 21.10.2013
- [5] TROJAN, K. Difrakční studium vlivu laserového svařování na stav reálné struktury polykrystalických látek, Praha, 2013. str. 65, Bakalářská práce, České vysoké učení technické
- [6] KRAUS, I. – FIALA, J. *Elementární fyzika pevných látek*. Praha : ČVUT, 2011 str.230. ISBN 978-80-0104931-0
- [7] BAAREŠ, K a kol. *Lisování*. 1. vydání. Praha: SNTL,1971. 542 s. bez ISBN