

# Oponentní posudek

doktorské disertace v oboru Fyzikální a materiálové inženýrství

Ing. Mgr. Šárka Mikmeková

## *Mikroskopie pomalými elektrony ve studiu složitých krystalických struktur*

Obor doktorského studia: Fyzikální a materiálové inženýrství  
Předložená disertace: VUT v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav fyzikálního inženýrství  
Vedoucí práce: RNDr. Luděk Frank, Dr.Sc. – Ústav přístrojové techniky AV ČR, v.v.i.  
Oponent: doc. RNDr. Josef Kasl, CSc. – Výzkumný a zkušební ústav Plzeň s.r.o.

---

Tématem předkládané disertační práce je studium využití řádkovací elektronové mikroskopie pomalými a velmi pomalými elektrony (Scanning Low Energy Electron Microscopy – SLEEM) v materiálovém výzkumu. V práci nejsou její cíle explicitně uvedeny. Nicméně z textu implicitně vyplývá, že jím bylo demonstrovat možnosti a výhody této metody při mikroskopii a analýze několika skupin moderních pokročilých kovových materiálů, a to zejména ve srovnání s konvenční řádkovací elektronovou mikroskopií. Potřeba pochopit, popsat a cílevědomě využít strukturní souvislosti materiálů a jejich technologických a užitných vlastností klade stále vyšší požadavky na úplnější a komplexnější popis jejich mikrostruktury a substruktury a tím i na vybavení materiálových laboratoří. Z tohoto pohledu je možné konstatovat, že předkládaná práce řešila aktuální a technicky důležitou problematiku nejen v oblasti vývoje elektronomikroskopické analytické techniky a metod jejího využívání, ale přinesla i významné konkrétní výstupy pro sledované technicky důležité materiály. Doktorandka ve své práci vychází z metod vyvíjených a úspěšně používaných ve své mateřské organizaci Ústavu přístrojové techniky Akademie věd České republiky v Brně. Při tom je jejich aplikační možnosti sama aktivně rozvíjí.

Vlastní práce má 86 stran obsahující četné grafy, tabulky a obrázky v teoretické části a rovněž výsledková část je ilustrována 44 obrázky (přičemž i tabulky a grafy jsou označovány jako obrázky). Formálně je práce rozdělena do sedmi částí. Po obecném Úvodu následují tři kapitoly, které je možné zařadit do teoretické části (celkem 31 stran). Nicméně třetí část je založena převážně na výsledcích vlastních měření. Věnují se postupně popisu mikroskopie pomalými a velmi pomalými elektrony, popisem přístrojového vybavení a konečně technickými faktory ovlivňujícími krystalografický kontrast. Právě využití krystalografického kontrastu je dominantní v 5. kapitole - aplikační (experimentální) části práce (celkem 41). V ní je podán popis osmi systémů ocelí i slitin neželezných kovů. 6. kapitola stručně shrnuje dosažené výsledky a 7. kapitola obsahuje závěry. V seznamu použité literatury je uvedeno 72 prací; autorčina vlastní publikační činnost obsahuje 38 příspěvků na konferencích a příspěvků v časopisech převážně zahraničních. To jasně demonstruje mimořádně vysokou publikační aktivitu doktorandky a lze ji vysoko hodnotit.

První kapitola teoretické části je věnována literární rešerši sekundárních signálů získaných interakcí primárních elektronů s materiálem vzorku v elektronovém mikroskopu. Hlavní pozornost je věnována signálu zpětně odražených elektronů generovaných při nízkých energiích dopadajících elektronů a tvorbě krystalografického kontrastu. Druhá je věnována elektronooptickému systému používanému v SLEEM (katodové čočce). Věnuje se důkladnému popisu unikátního zařízení UHV SLEEM vyvinutému v ÚPT AVČR; zmíněny jsou i další typy elektronových mikroskopů (v tuzemských i zahraničních laboratořích) použité pro pozorování uvedené v této práci. Poslední kapitola teoretické části je věnována vlivu experimentálních faktorů (energie primárních elektronů, geometrii detekčního systému, předpětí vzorku a stavu povrchu) na krystalografický kontrast. Vychází se při tom nejen z literárních údajů, ale především z vlastních měření a zkušeností. Závěry uvedené v této části považuji za velmi přínosné z hlediska správné interpretace mikrosnímků získávaných metodou SLEEM. V zásadě tyto tři kapitoly poskytují dostatečný podklad pro provedení a zejména vysvětlení mikrostrukturních rysů pozorovaných v pracích obsažených v 5. kapitole. tato část obsahuje jen málo terminologických nepřesností (např. generace RTG záření vs. fotonů, vnitřní pnutí místo napětí).

5. kapitola obsahuje výsledky pozorování několika kovových systémů dosažená na více pracovištích s různou experimentální základnou. První část je věnována demonstraci využití metody SLEEM pro pozorování mikrostruktury TRIP oceli CMnSiCr s různým obsahem niobu. Je demonstrována možnost metody identifikovat jednotlivé fáze a strukturní složky (bainit/martenzit, ferit a zbytkový austenit) a navíc dát informaci o krystalografickém kontrastu. Přestože je uvedeno, že výstupy mohou sloužit jako vstup pro obrazovou analýzu, kvantifikace není ve výsledcích obsažena. Tím není ani možno porovnat výsledky s výsledky jiných metod (RTG difrakce, transmisní elektronová mikroskopie).

Další část je zaměřena na sledování dvou ocelí, a to ledeburitické oceli X21Cr12 a ocel CMP 15V připravená práškovou technologií, tvářených v polotekutém stavu. Je opět diskutován strukturní stav po různých typech tváření a ochlazování. U obr. 5.17b,c není ze snímku dostatečně jasné, zda se skutečně jedná o subzrna, či deformační buňky nebo jen lokální deformace zrn projevující se změnami krystalografického kontrastu. Rovněž přítomnost martenzitických jehlic v zrnech austenitu není zcela zřejmá. Myslím, že pro jistotu interpretace výsledků u komplikovaných struktur těchto ocelí by bylo vhodné provést srovnání s výsledky pozorování metodou transmisní elektronové mikroskopie.

Následující podkapitola se zabývá pozorováním rekrystalizace v (metodou ECAP) silně deformovaných strukturách mědi a feritické oceli. Pro studium rekrystalizace je použita metoda jistě vhodná, neboť prostřednictvím krystalografického kontrastu umožňuje přímo sledovat napěťové stavy jednotlivých zrn. V textu není rozlišováno zotavení od rekrystalizace (obr. 5.31b) a popis rekrystalizace za studena deformovaného kovu na str. 67 je jen velmi hrubý.

Následující část experimentálních výsledků je věnována studiu mikrostruktura laserových svarů. Podrobné zmapování výsledných mikrostruktur napomohlo optimalizaci technologie procesu svařování.

Poslední blok experimentálních výsledků je věnován sledování změn kontrastu u různých morfologií precipitátů Mg<sub>2</sub>Si v hliníkové slitině Al-Mg-Si.

Kapitola 6 představuje stručné shrnutí dosažených výsledků v kapitolách 4 a 5.

Závěr činí deklarativní ubezpečení o nesporných výhodách a účelnosti využití mikroskopické techniky SLEEM. To je jistě pravda, nicméně přesto mohl být poněkud konkrétnější.

Poznámky k formální úpravě. Práce je napsána přehledně a je vhodně logicky členěna. Obsahuje jen minimum překlepů a chyb (např. psaní jednotek, procent) a svědčí o pečlivém zpracování. U některých obrázků (v teoretické části) došlo v důsledku zvětšení jejich předloh k jejich rozmazání. U některých citací není přesně dodržena norma pro uvádění odkazů. Celkově však práce působí velmi dobrým dojmem.

K práci nemám zásadní připomínky, kromě drobností uvedených výše. Jako námět do diskuse navrhuji problematiku využitelnosti materiálového kontrastu pro identifikaci jemných částic sekundárních fází.

**Závěrečné vyjádření:**

Předloženou disertační práci považuji za zdařilý doklad toho, že doktorandka prokázala dostatečné znalosti a schopnosti tvůrčím způsobem pracovat s danou přístrojovou technikou, správně interpretovat a prezentovat dosažené výsledky. Obsahuje značné množství experimentálních výsledků na rozmanitých materiálech a svědčí o usilovné a smysluplné práci doktorandky. Cíl práce byl splněn.

**Disertační práci proto doporučuji k přijetí a po úspěšné obhajobě doporučuji udělení akademického titulu Ph.D.**

V Plzni dne 11.11. 2013