Piotr Bobrowski

Streszczenie

Głównym celem pracy było opracowanie procedury eksperymentalnej umożliwiającej akwizycję trójwymiarowych danych mikrostrukturalnych z materiałów ceramicznych z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej. W związku z rosnącą potrzebą analizy mikrostruktury materiałów w trzech wymiarach, opracowanie odpowiedniej metody badań ma duże znaczenie naukowe. Ze względu na fakt, że działo jonowe w skaningowym mikroskopie elektronowym nie może pracować w trybie niskiej próżni, kompensacja ładunku elektrycznego wywołanego oddziaływaniem wiązek elektronowej i jonowej na próbkę dielektryczną stanowi wyzwanie.

W pracy skupiono się nad rozwiązaniem tego problemu i opracowano metodę analizy stosunkowo dużych objętości materiałów ceramicznych. Wykorzystując technikę spiekania swobodnego, wytworzono osiem próbek zawierających dwutlenek cyrkonu stabilizowany domieszką trójtlenku itru. W przypadku czterech próbek badania trójwymiarowe prowadzone były dwukrotnie. Próbki różniły się parametrami procesu otrzymywania: temperaturą spiekania i prędkością grzania, co pozwoliło na wytworzenie materiałów o różnych mikrostrukturach.

Próbki scharakteryzowano przy użyciu dyfrakcji i spektroskopii promieniowania rentgenowskiego. Badany materiał zawierał wyłącznie regularny tlenek cyrkonu z domieszką ok. 9 % molowych tlenku itru.

Na powierzchnię badanego materiału napylono złoto w celu wytworzenia warstw przewodzących, odpowiedzialnych za odprowadzanie ładunków elektrycznych. Na podstawie symulacji komputerowych dokonano optymalizacji parametrów wiązek jonowej i elektronowej, takich jak natężenie i napięcie przyspieszające. Dobrano optymalne parametry umożliwiające analizę materiałów ceramicznych w objętości ok. 10000 μm 3 .

Kolejnym celem pracy było opracowanie metody komputerowej obróbki danych doświadczalnych. W związku z tym, że żaden dostępny pakiet oprogramowania nie był w pełni wystarczający do wykonania przewidzianych operacji, w pracy wykorzystano szereg programów, zarówno komercyjnych jak i darmowych: OIM Analysis 5.0, Amira Resolve RT, Dream 3D, ParaView, Origin 7.0, Electron Flight Simulator i SRIM.

Zaproponowano nową metodę rozróżniania porów opartą na jakości dyfrakcji w technice EBSD.

Mapy jakości sygnału charakteryzują się silniejszym kontrastem w porównaniu z obrazami elektronów wstecznie rozproszonych ujawniając więcej szczegółów analizowanych powierzchni. Dodatkowo, dane te są przechowywane w tych samych plikach co dane EBSD dotyczące orientacji krystalograficznej, przez co nie wymagają dodatkowej korelacji położenia, jak to jest w przypadku obrazów elektronów wstecznie rozproszonych.

Wyniki trójwymiarowych badań mikrostruktury zostały porównane w wynikami konwencjonalnych obserwacji dwuwymiarowych. Zaobserwowano znaczące różnice pomiędzy tymi dwoma metodami. Średni rozmiar krystalitów otrzymany z danych trójwymiarowych był wyższy niż w przypadku danych 2D. Ponadto, analiza trójwymiarowa pozwala na określenie liczby najbliższych sąsiadów bezpośrednio z danych eksperymentalnych, podczas gdy badania dwuwymiarowe wymagają dodatkowych poprawek stereologicznych. Dane trójwymiarowe umożliwiają również bezpośrednią analizę powierzchni granic międzyziarnowych, natomiast analiza 2D wymaga dodatkowych poprawek. Kolejną zaletą analizy 3D nad 2D jest możliwość pełnej analizy morfologii porowatości w materiale.

Porównanie wyników dwuwymiarowej i trójwymiarowej analizy mikrostruktury pozwoliły u zasadnić postawioną w pracy tezę.

Download

Streszczenie (PDF)
Recenzja dr hab. inż. M. Sozańskiej prof. nzw. Pol. Śl. (PDF)

Recenzja dr hab. inż. A. Kruka (PDF)