



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



**INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK**

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Zastosowanie techniki 3D-EBSD do badań mikrostruktury ceramiki cyrkonowej

Piotr Bobrowski

promotor: **prof. Marek Faryna**

—• Interdyscyplinarne studia doktoranckie z zakresu inżynierii materiałowej z wykładowym językiem angielskim •—

Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk

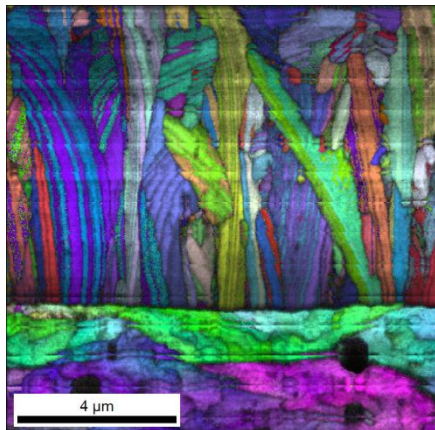
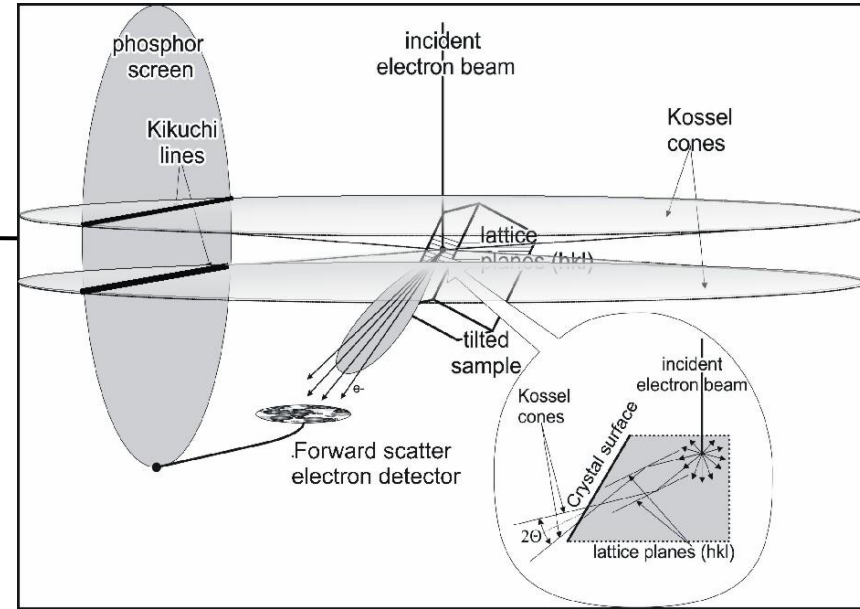
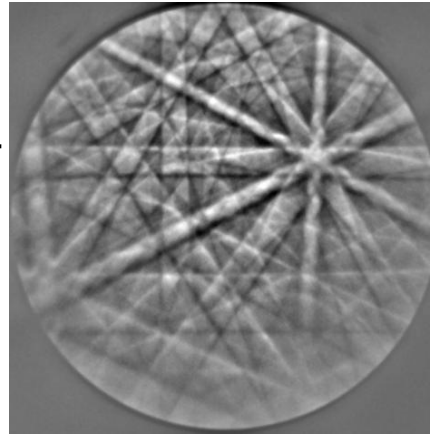
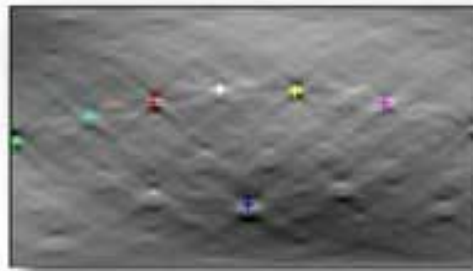
Ul. Reymonta 25, 30-059 Kraków, tel. + 48 (12) 295 28 28, faks. + 48 (12) 295 28 04

<http://www.imim-phd.edu.pl/>

Projekt współfinansowany ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego



EBSD – Electron BackScatter Diffraction





Idea 3D EBSD

Pomiar EBSD:

- ilościowe informacje o mikrostrukturze
- wysoka zdolność rozdzielcza
- idealne do rekonstrukcji ziaren

Tomografia FIB:

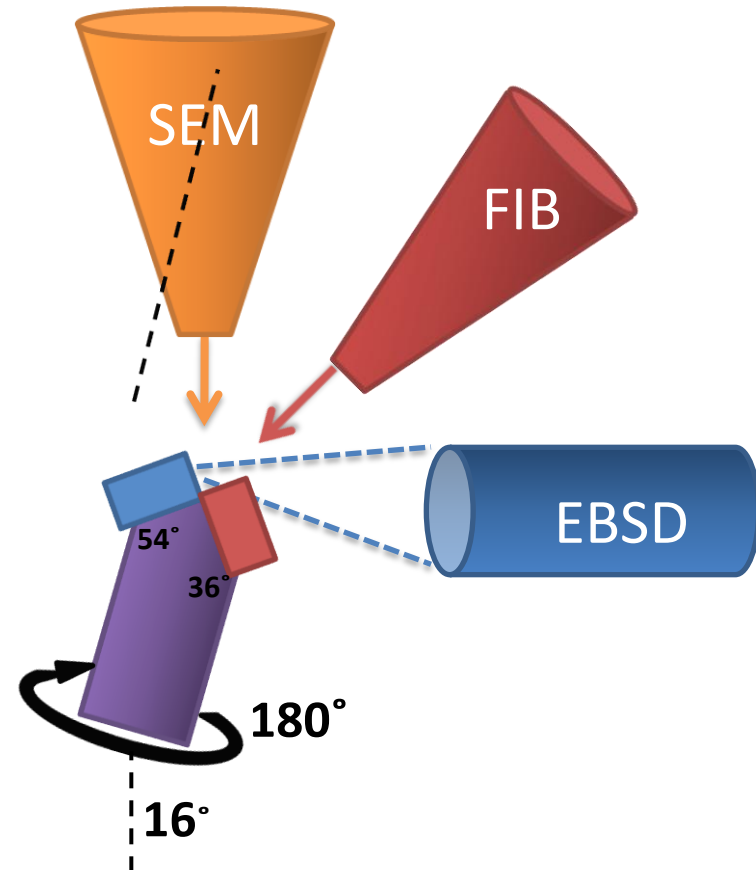
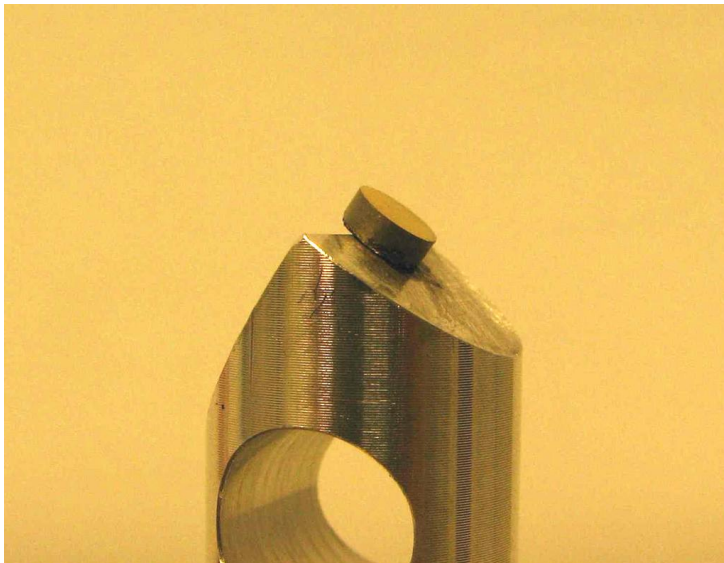
- dokładne określenie grubości przekroju
- płaskie i równoległe przekroje
- wysoka rozdzielczość

FIB-EBSD:

- zwarta budowa urządzenia
- duża prędkość pomiaru
- w pełni zautomatyzowany



Układ geometryczny





KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

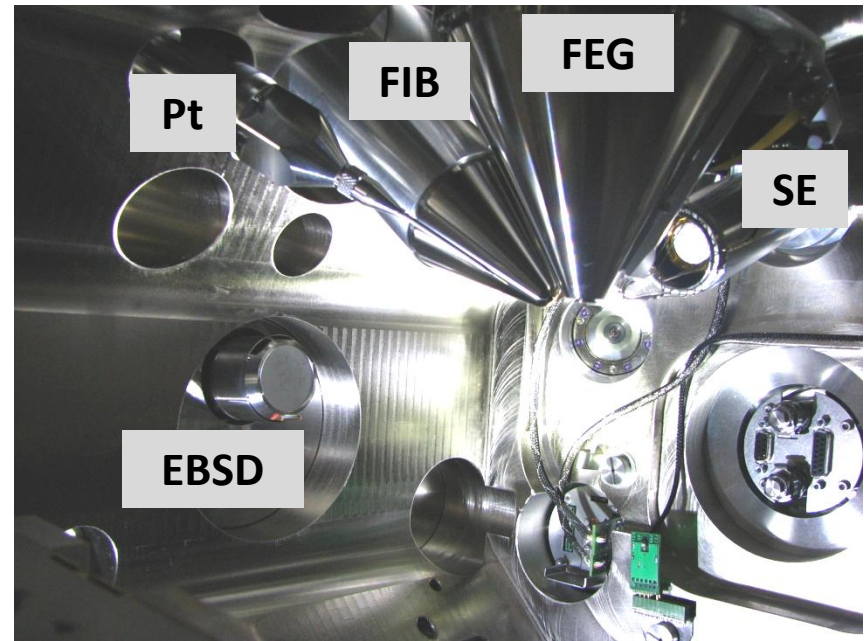
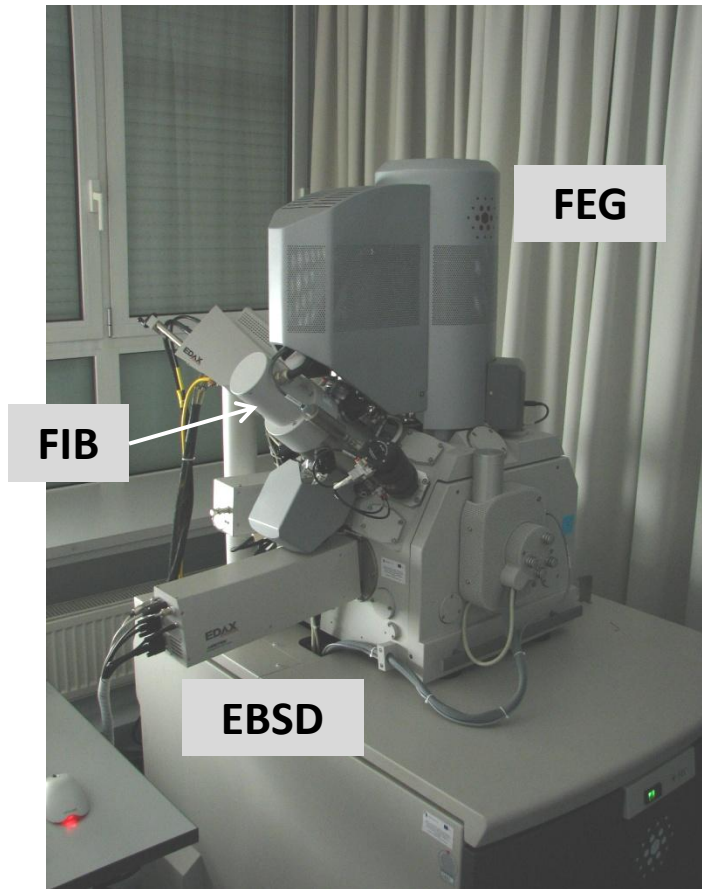


**INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK**

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Mikroskop

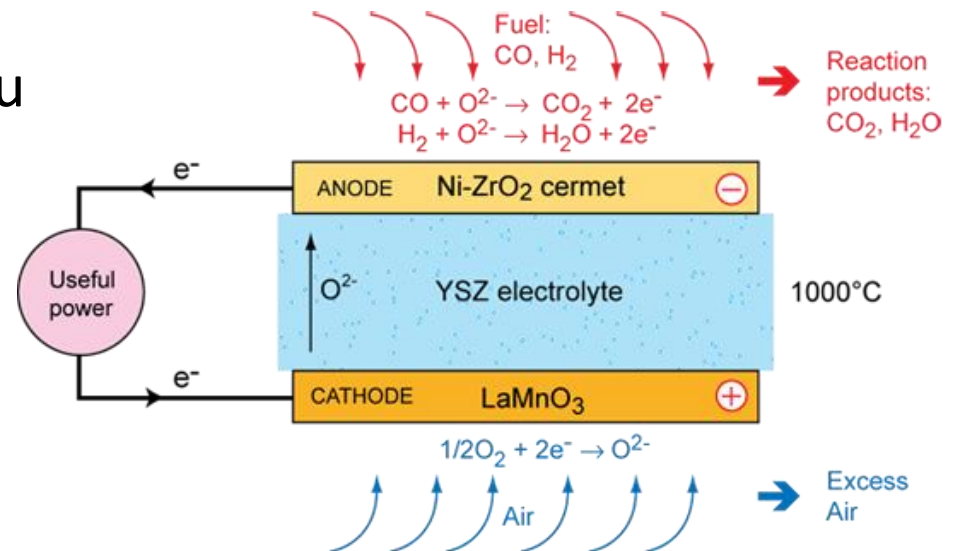




ZrO₂

- Ceramika cyrkonowa jest dobrze znanym materiałem o szerokiej gamie zastosowań takich jak osłony cieplne, czujniki katalityczne oraz elektrolity stałe.

- W niedalekiej przyszłości, przewiduje się wzrost wykorzystania tego materiału w motoryzacji ze względu na możliwość zastosowania ogniw paliwowych do napędu samochodów.





KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



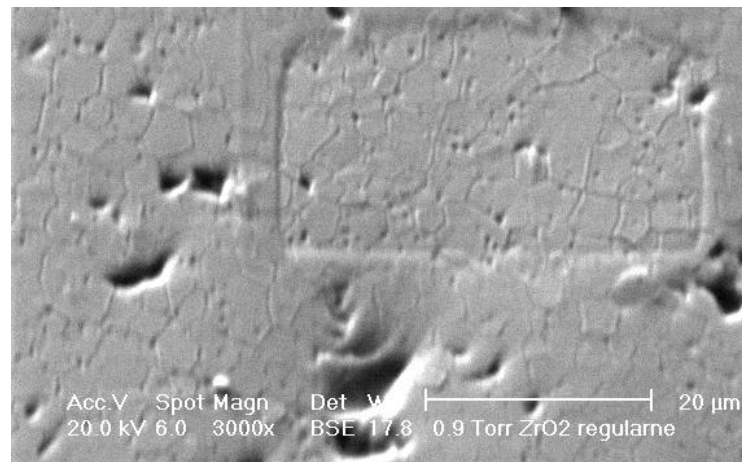
INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



ZrO₂

- Proces produkcji gęstych spieków ZrO₂ jest dobrze poznany. Umożliwia to wytwarzanie materiałów o określonej wielkości ziaren ze stosunkowo małym rozrzutem.
- Poprzez znalezienie kompromisowej wartości pomiędzy rozmiarem krystalitów a wielkością badanego obszaru możliwe jest uzyskanie odpowiednich statystyk do matematycznego opisu granic międzyziarnowych.



**Obraz BSE Y-ZrO₂ z
napylonym węglem**



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY

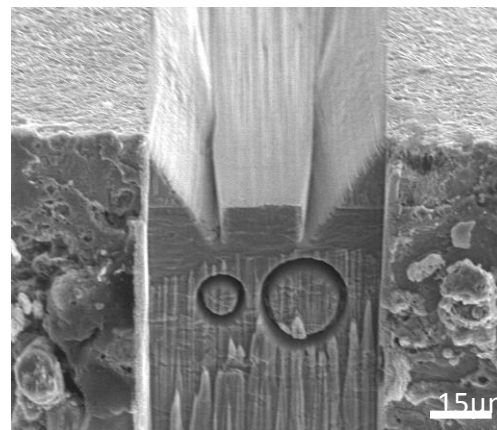
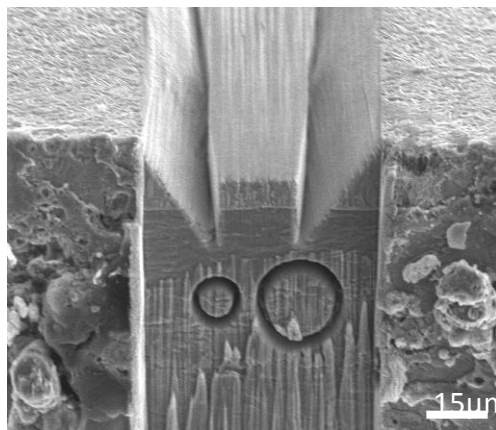
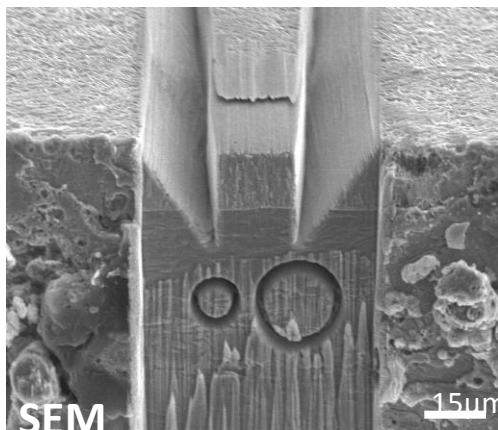
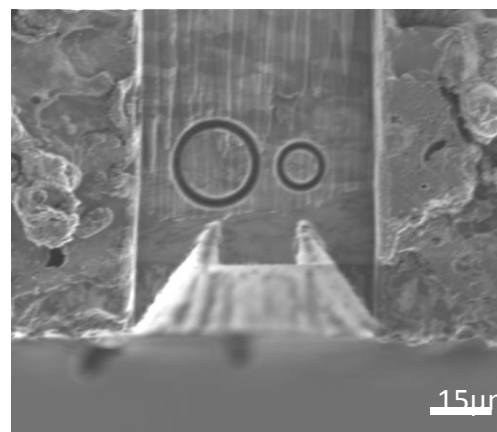
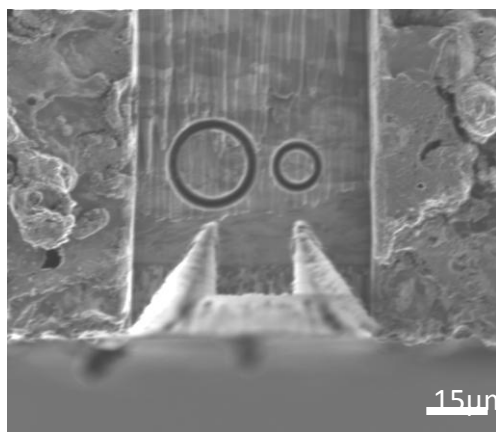
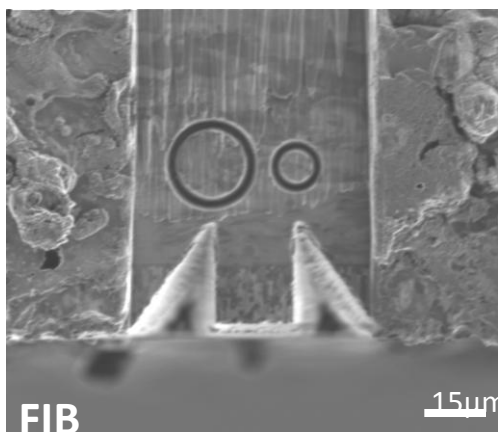


Przygotowanie próbek

- Regularny ZrO_2 z dodatkiem 8 %mol Y_2O_3
- Temperatura spiekania: 1600°C i 1650°C
- Prędkość chłodzenia: 3°C/min (seria T) and 5°C/min (seria S)
- Warstwa przewodząca: węgiel i złoto



Wykonywanie przekrojów





KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

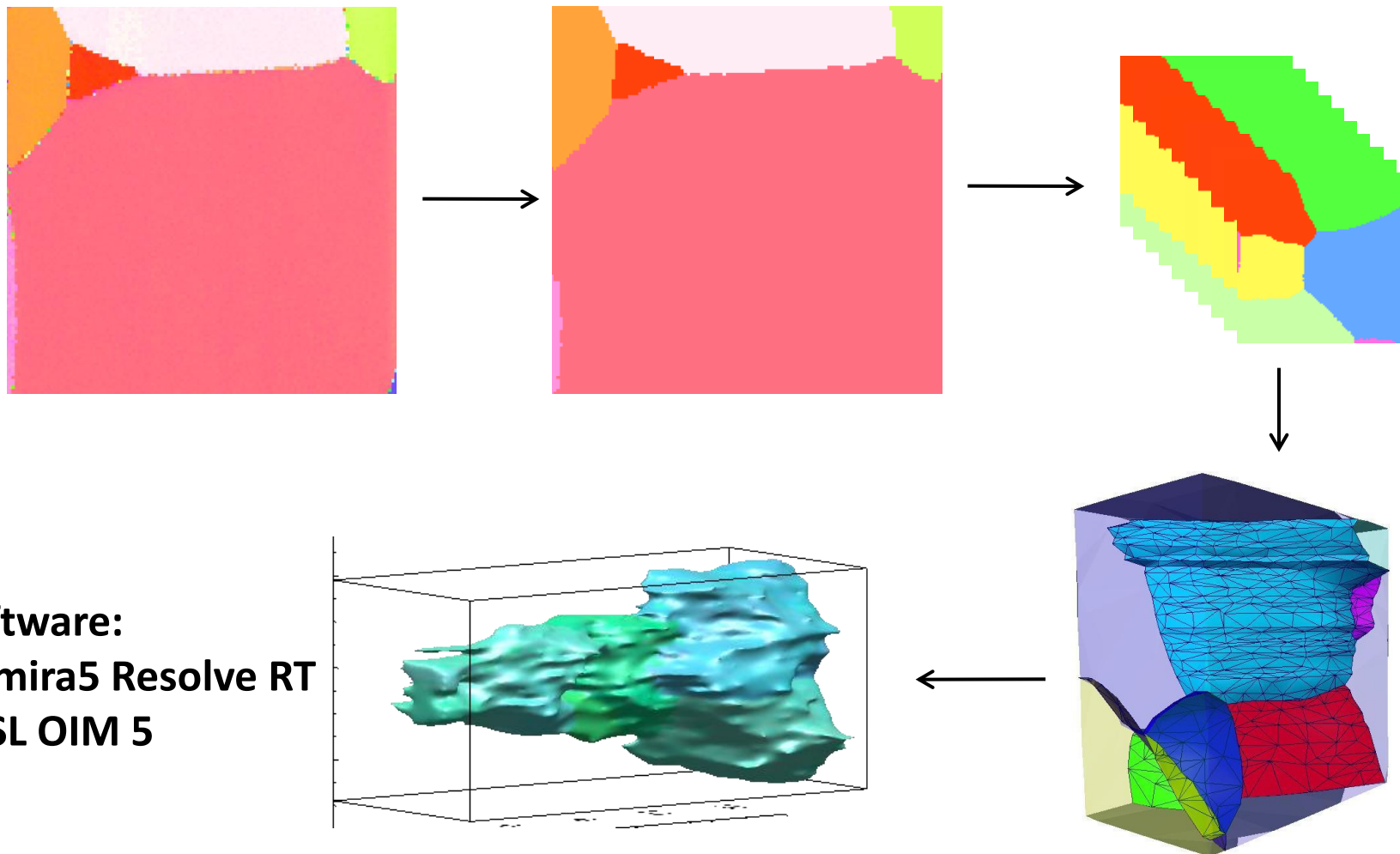


INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Opracowanie danych



Software:

- Amira5 Resolve RT
- TSL OIM 5



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

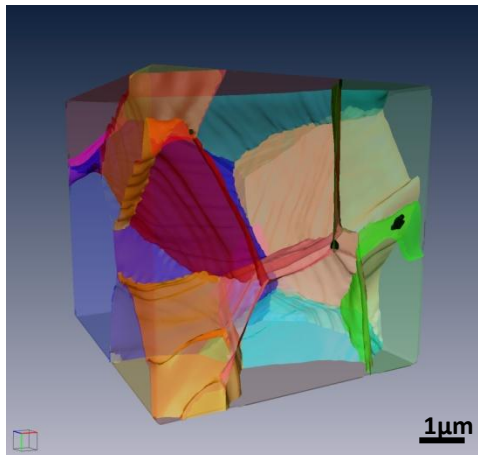


INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY

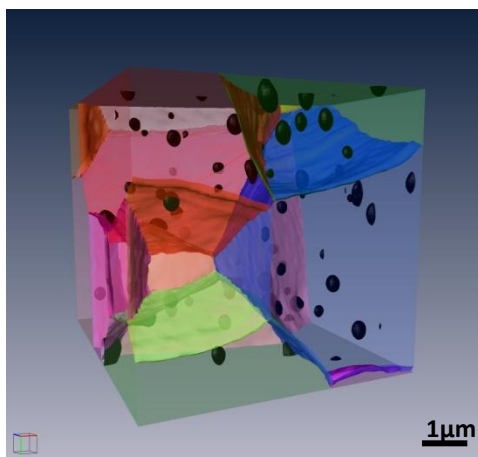
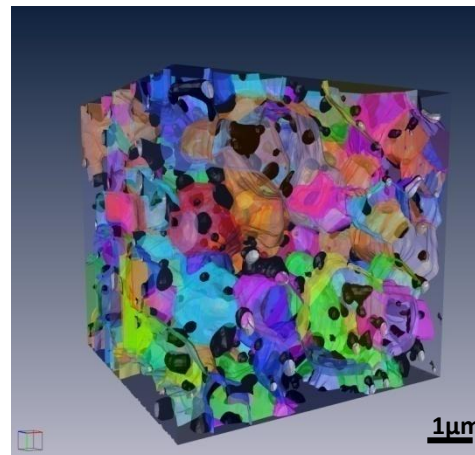


Wyniki: rekonstrukcje 3D



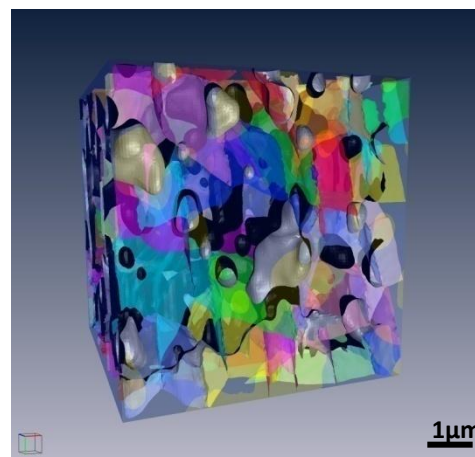
T1600

S1600



T1650

S1650





Wyniki: statystyki

	T1600	S1600	T1650	S1650
liczba ziaren	21	190	13	166
średnia objętość [μm^3]	80,24	10,47	92,31	7,23
średnia średnica [μm]	5,35	2,71	5,61	2,40
objętość porów [%]	0,01	3,26	0,39	25,13

wymiary badanego obszaru: $10 \times 10 \times 10 \mu\text{m}$

- **T1600 i T1650: niska porowatość, ale zbyt duże ziarna**
- **S1600 i S1650: odpowiedni rozmiar ziaren, ale zbyt duża porowatość**



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

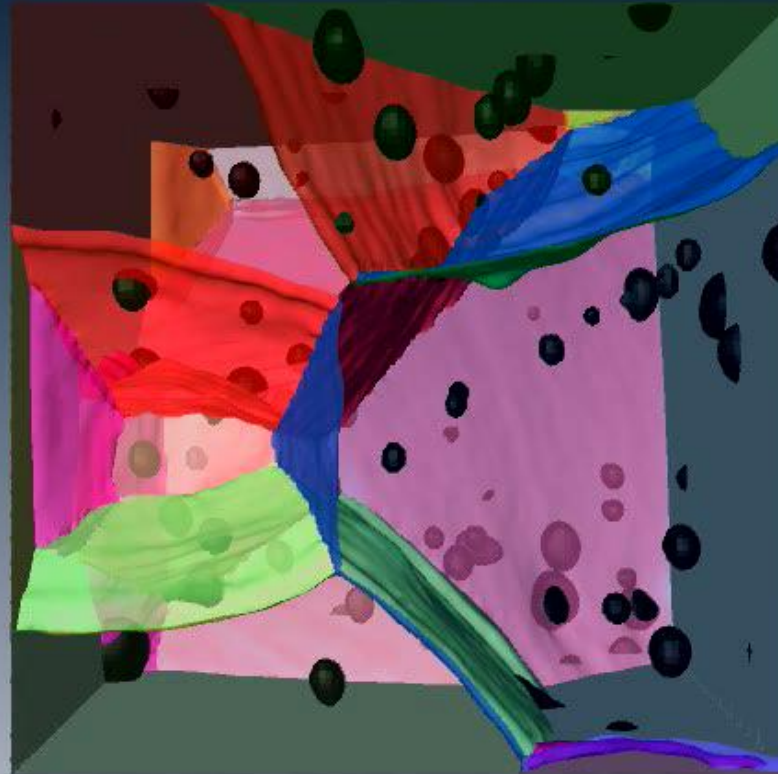


**INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK**

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Wyniki: animacja





KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

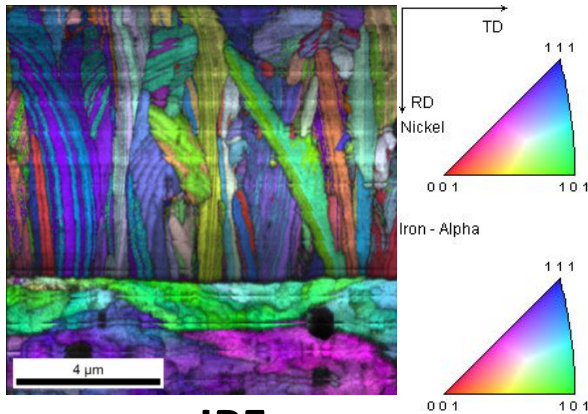


INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

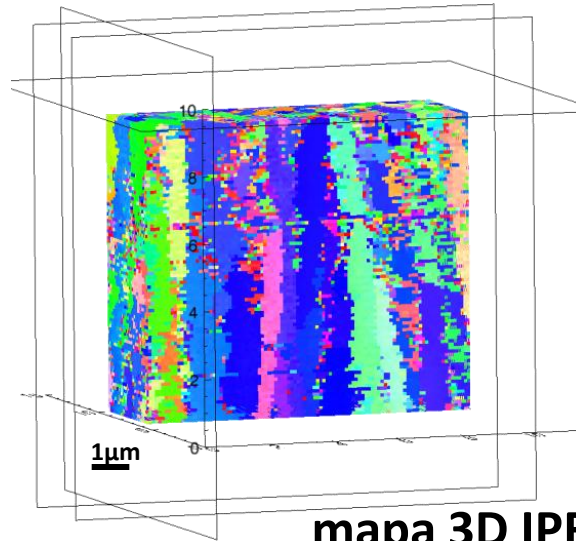
UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



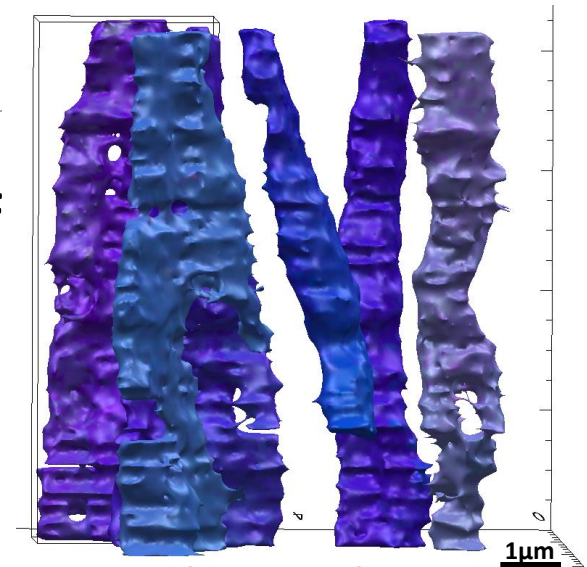
Inne zastosowania: Ni-Mo/Fe



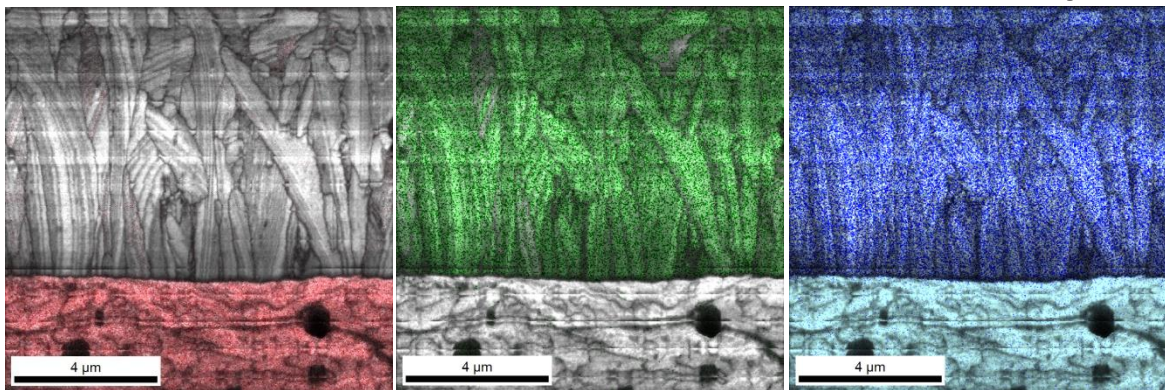
mapa IPF



mapa 3D IPF



rekonstrukcja
poszczególnych ziaren



Fe

Mo

Ni

Skład chemiczny z techniki EDS



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

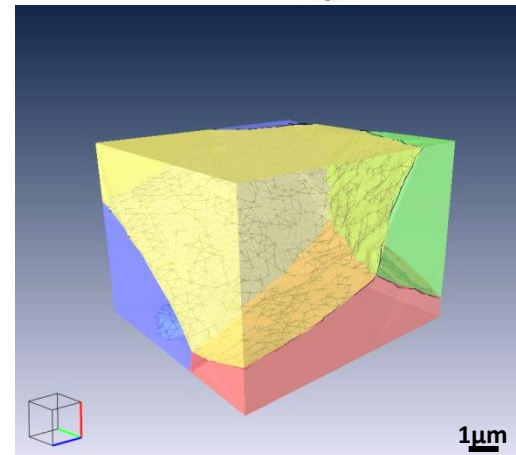
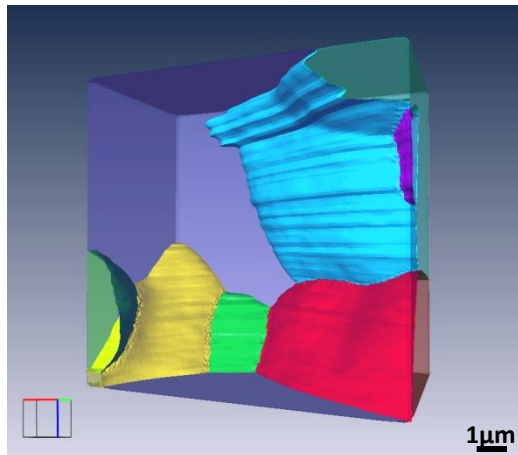
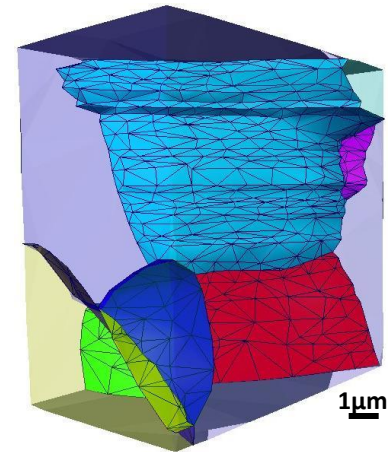
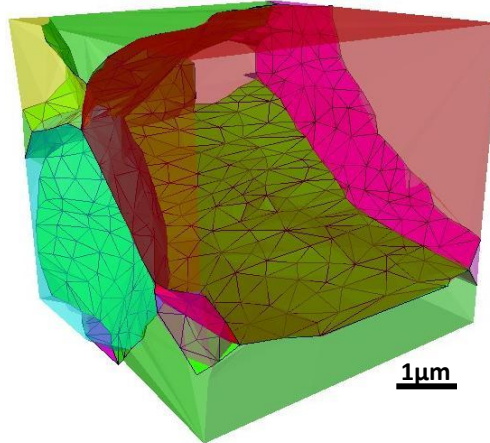
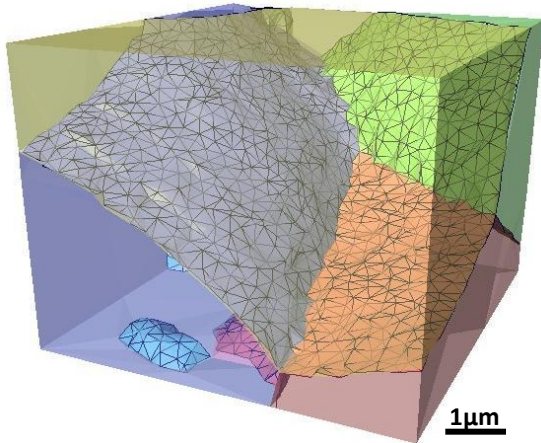


INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY

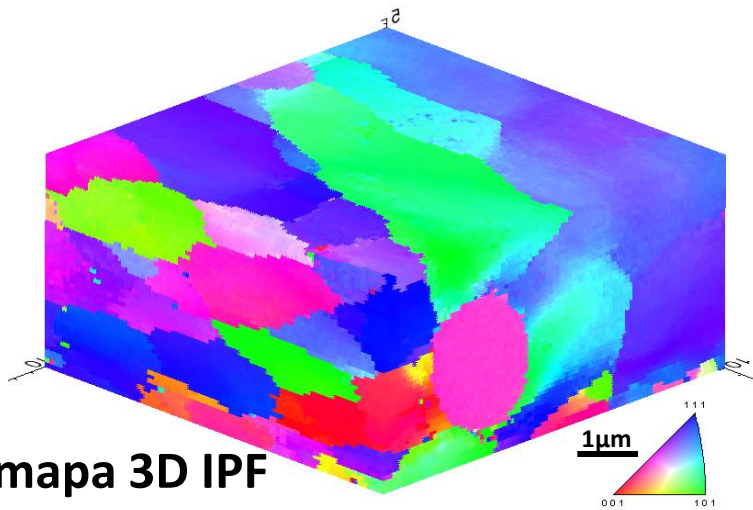


Inne zastosowania: Crofer 22APU

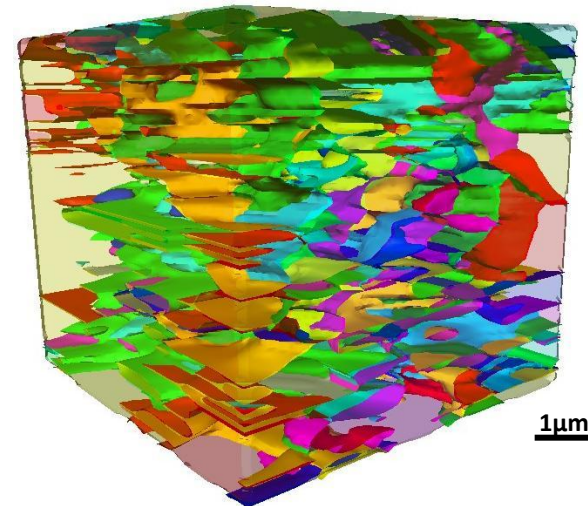




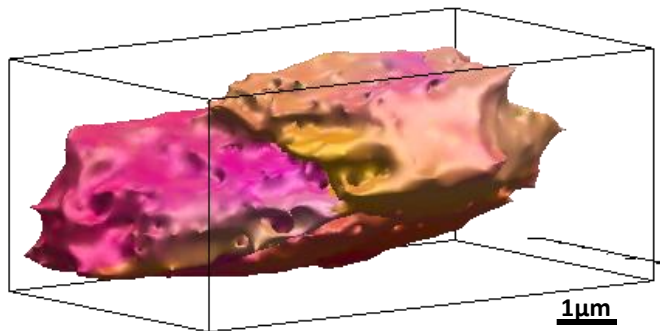
Inne zastosowania: Al6013



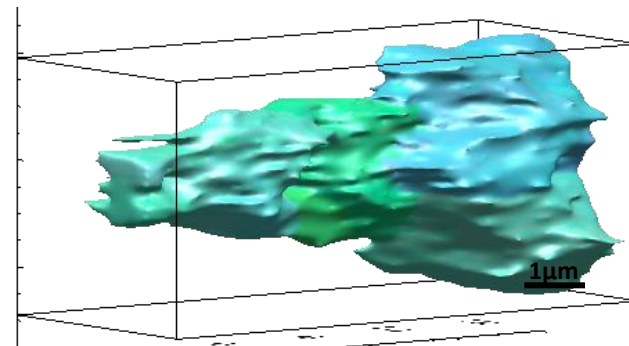
mapa 3D IPF



Rekonstrukcja granic
międzyziarnowych

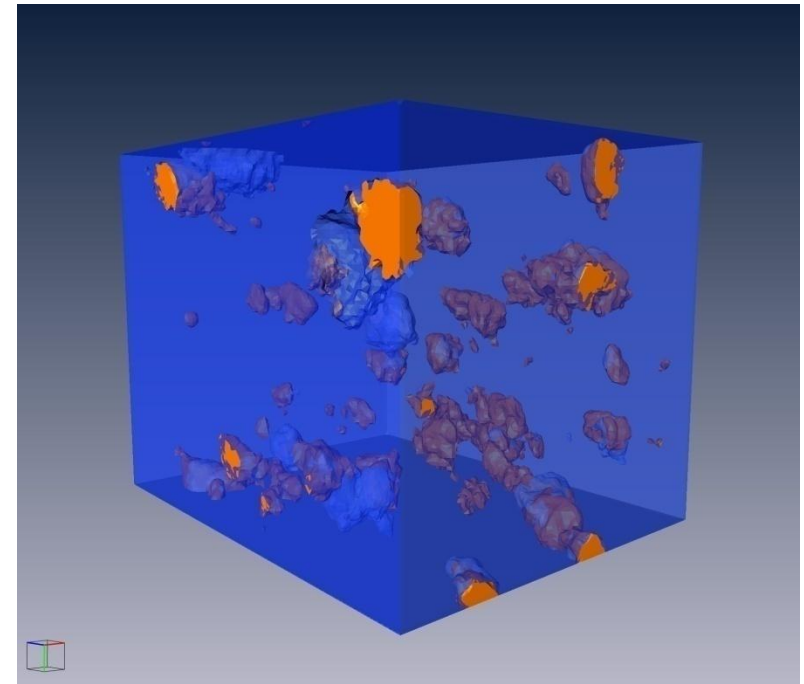
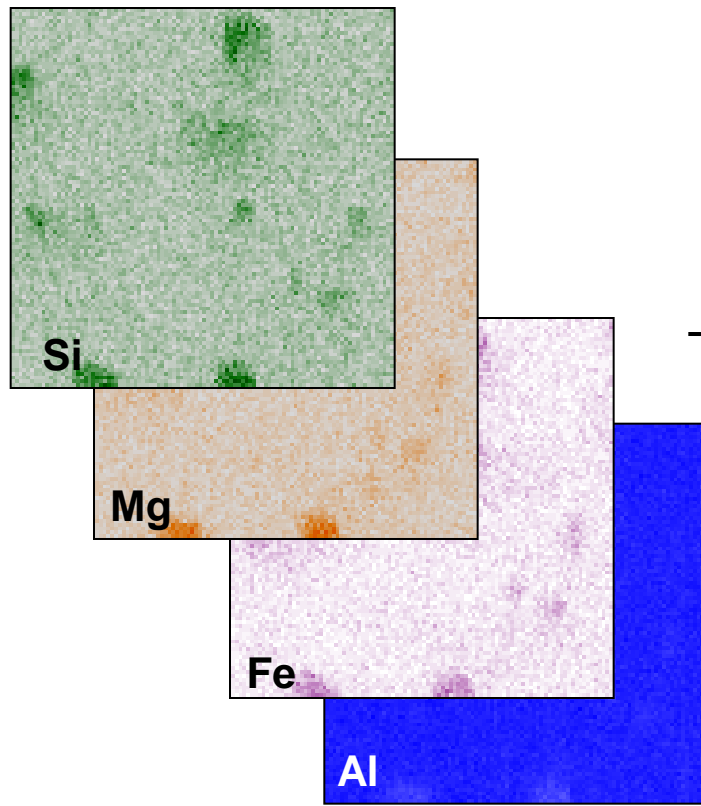


rekonstrukcje ziaren





Inne zastosowania: 3D EDS



rekonstrukcja 3D-EDS

mapy składu chemicznego
z techniki EDS



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI

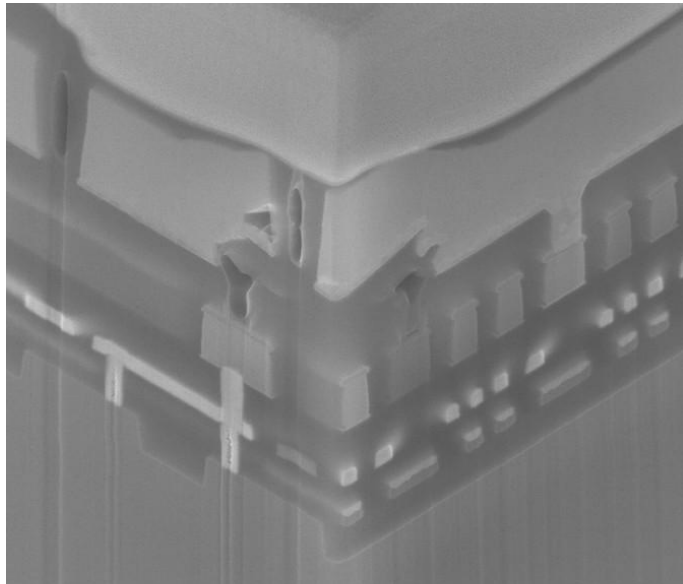


**INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ**
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

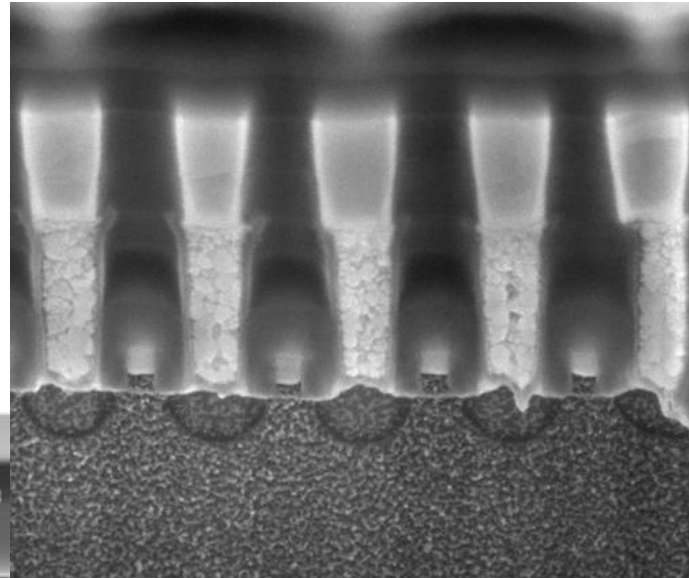
UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



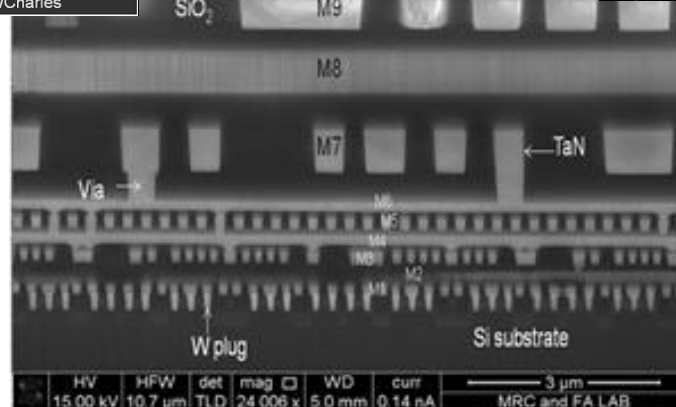
Analiza defektów w elektronice



Inotera FADBW01	Det TLD-S	Mag 65.0 kX	E-Beam 10.0 kV	FWD 4.751	09/20/07 09:37:43	1 μm	FA2/Charles
--------------------	--------------	----------------	-------------------	--------------	----------------------	------	-------------



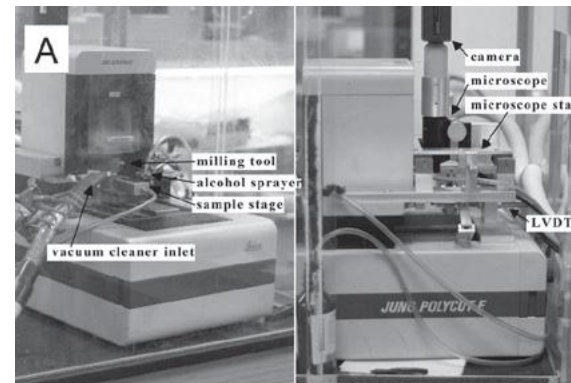
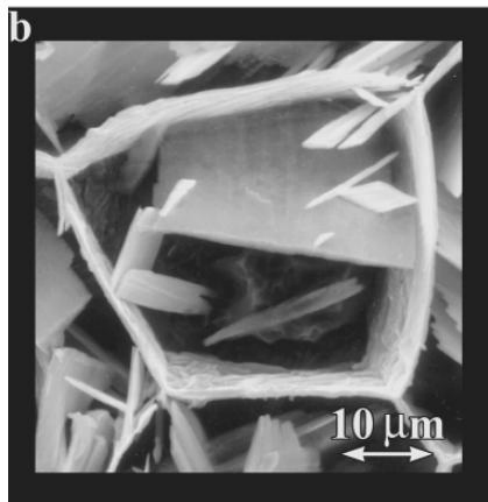
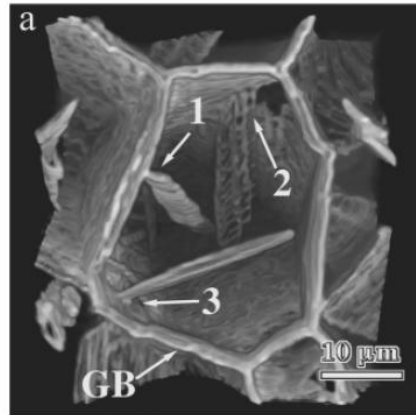
HV 6.00 kV	mag 284 000 x	WD 5.1 mm	curr 0.10 nA	tilt 52 °	HFW 1.00 μm	300 nm	Nova NanoLab 600
---------------	------------------	--------------	-----------------	--------------	----------------	--------	------------------



HV 15.00 kV	HFW 10.7 μm	det TLD	mag 24 006 x	WD 5.0 mm	curr 0.14 nA	3 μm	MRC and FA LAB
----------------	----------------	------------	-----------------	--------------	-----------------	------	----------------



Analiza mikrostruktury





KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



**INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK**

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Podsumowanie

Informacje z 3D EBSD:

- mikrostruktura
- granice międzyziarnowe

Ograniczenia:

- niszcząca (obserwacje statyczne)
- anizotropowe ścienianie
- materiały podatne na działanie wiązki jonowej (amorfizacja)

Wydajność:

- rozdzielczość: $100 \times 100 \times 100 \text{ nm}^3$
- mierzalny obszar: $\approx 25 \times 25 \times 25 \text{ }\mu\text{m}^3$
- rozdzielczość kątowna: 1°
- czas wykonania jednego przekroju: 5-15 min

Możliwe zastosowanie:

- mikrostruktury metali o ziarnach w rozmiarze $1-5 \text{ }\mu\text{m}$
- mikrostruktury po odkształceniu
- lokalna struktura granic międzyziarnowych
- morfologia porów