

Annales Universitatis Paedagogicae Cracoviensis

Studia Technica V (2012)

Jerzy Jura, Leszek Tarkowski, Jan Bonarski, Adam Morawiec, Krzysztof Sztwiertnia, Magdalena Bieda-Niemiec, Anna Kornewa, Marcin Kowalski

Wieloskalowa charakterystyka mikrostruktury materiałów polikrystalicznych

Wstęp

W wyniku rozwoju inżynierii materiałowej powstają nowe materiały o specyficznych, ukierunkowanych na użytkownika właściwościach. Na właściwości materiału zasadniczy wpływ ma jego mikrostruktura, którą charakteryzujemy określając ilościowo rozkłady różnych cech elementów budowy materiału, takich jak: ziarna, granice ziaren, linie połączeń potrójnych i inne. Mikrostrukturę analizujemy w różnych skalach, w zależności od tego, które aspekty jej budowy chcemy rozpatrywać.

Globalną informację o mikrostrukturze można uzyskać na podstawie pomiarów wykorzystujących mikroskopię optyczną (można wówczas charakteryzować cechy morfologiczne metodami stereologii) oraz technikę dyfrakcji neutronowej lub rentgenowskiej z rozdzielczością odpowiednio rzędu centymetra lub milimetra.

Lokalną mikrostrukturę można analizować w skali:

- „makro” – przy wykorzystaniu skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM). SEM umożliwia także analizę mikrostruktury techniką dyfrakcji elektronów rozproszonych wstecznie (EBSD) z rozdzielczością do około jednego mikrometra,
- „mezo” – stosując SEM z emisją polową (SEM-FEG) – uzyskujemy wówczas informację z rozdzielczością poniżej jednego mikrometra,
- „mikro” – przy wykorzystaniu transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) – przy rozdzielczości do kilku nanometrów można uzyskać informację o strukturze pojedynczych ziaren i granic pomiędzy nimi.

W pracy przedstawiono system (bazę wiedzy MULTIS_TEX) ilościowych badań mikrostruktury materiałów polikrystalicznych w wielu skalach obserwacji, opracowany w ramach projektu badawczego zamawianego PBZ-MNiSW-3/3/2006.

Omówiono możliwości bazy MULTIS_TEX i jej wykorzystanie podczas analizy mikrostruktury materiałów krystalicznych.

Opracowanie zintegrowanej bazy wiedzy, dostępnej poprzez interaktywną stronę internetową, umożliwia dostęp do aktualnej wiedzy metodyczno-analitycznej oraz informacji o systemach programów komputerowych w zakresie badań mikrostruktury materiałów polikrystalicznych, ze szczególnym uwzględnieniem krystalograficznej orientacji elementów jej budowy. Metodyka ta pozwala identyfikować

zmiany mikrostruktury zachodzące w procesach technologicznych, jak również w warunkach eksploatacyjnych. Zamieszczone opisy obejmują wykorzystanie narzędzi pomiarowych, metod przetwarzania i analizy danych doświadczalnych oraz metod modelowania rozwoju mikrostruktury.

Baza MULTIS_TEX jest dostępna przez Internet: <http://anizo.imim.pl/wiki/doku.php>.

Struktura bazy MULTIS_TEX

Na strukturę bazy MULTIS_TEX składają się platformy tematyczne zawierające opracowania z zakresu:

- procedur przygotowania próbek materiałów do pomiarów (w postaci syntetycznych opisów),
- przetwarzania danych pomiarowych – figur biegunowych oraz zbiorów pojedynczych orientacji – w celu wyznaczenia trójwymiarowych rozkładów orientacji i różnic orientacji (opisy programów komputerowych),
- analizy rozkładów orientacji i różnic orientacji oraz ich graficznej wizualizacji (opisy programów komputerowych),
- modelowania tekstury: modelowe przedstawienia rozkładów orientacji i oszacowania parametrów ich składowych; modelowania rozwoju tekstury podczas deformacji plastycznej (na przykładzie walcowania na zimno dwufazowego materiału o regularnej symetrii faz składowych) – z wykorzystaniem metody elementów skończonych (opisy programów komputerowych),
- zbioru opracowań monograficznych: opracowania dotyczące zagadnień ilościowej analizy tekstury, prace magisterskie, rozprawy doktorskie, habilitacyjne i monografie profesorskie z zakresu analizy tekstury.

Wyodrębnione w strukturze bazy platformy tematyczne ułatwiają wyszukiwanie potrzebnych informacji o możliwościach badania materiałów krystalicznych.

Struktura bazy MULTIS_TEX

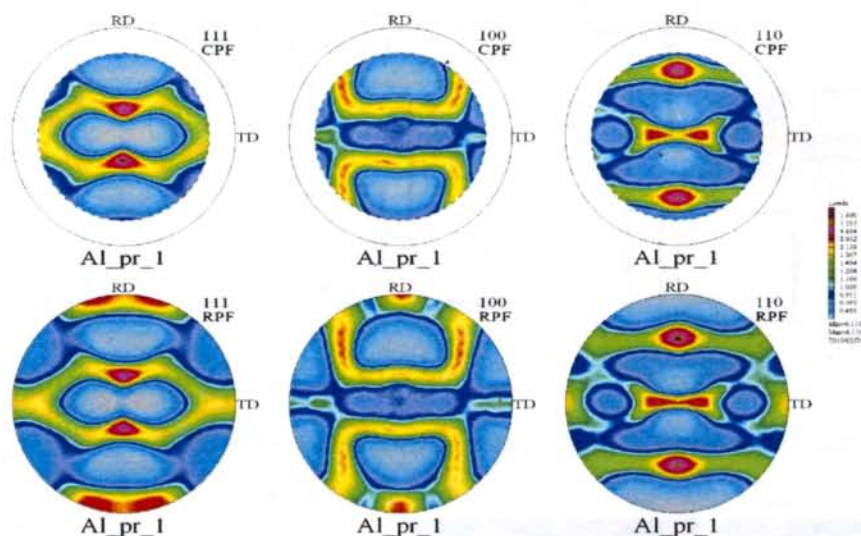


Analiza figur biegunowych i rozkładów orientacji krystalitów

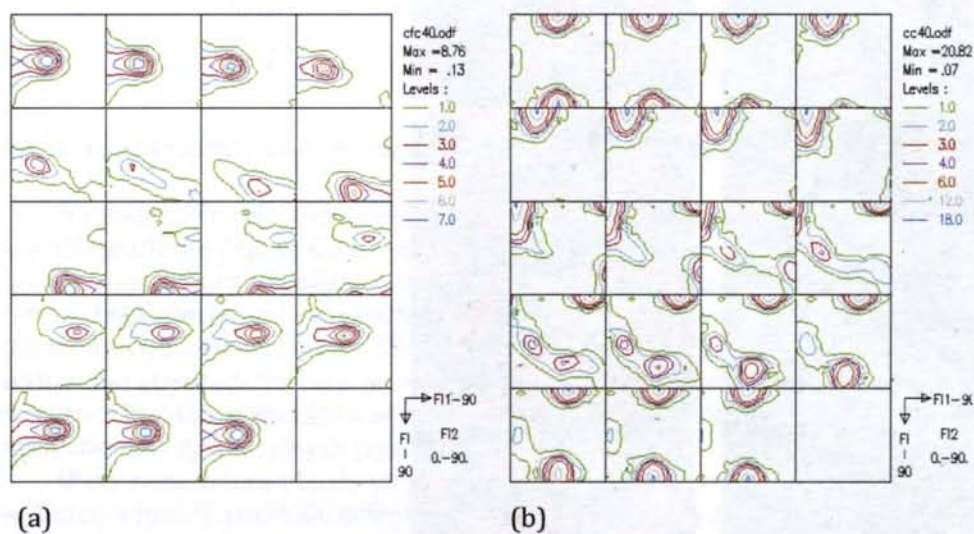
Figury biegunowe zmierzone techniką dyfrakcji rentgenowskiej dostarczają informacji o rozkładzie wektora normalnego płaszczyzny krystalograficznej $\{hkl\}$,

(rys. 1). Z kolei odwrotne figury biegunowe określają jakie płaszczyzny są prostopadłe do określonego kierunku próbki badanego materiału, np. kierunku walcowania (KW), kierunku normalnego (KN) czy kierunku poprzecznego (KP).

Figury biegunowe oraz odwrotne figury biegunowe to rozkłady dwuwymiarowe. Ilościowy opis rozkładu orientacji ziaren (kryształitów) w polikrystalicznym materiale dostarcza trójwymiarowa funkcja rozkładu orientacji [1] (rys. 2).



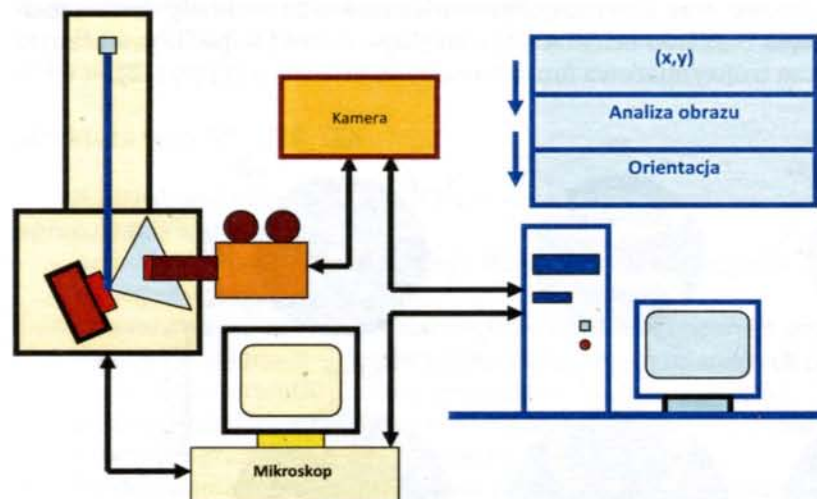
Rys. 1. Eksperymentalne i obliczone figury biegunowe {111}, {100} i {110} próbki aluminium [2]



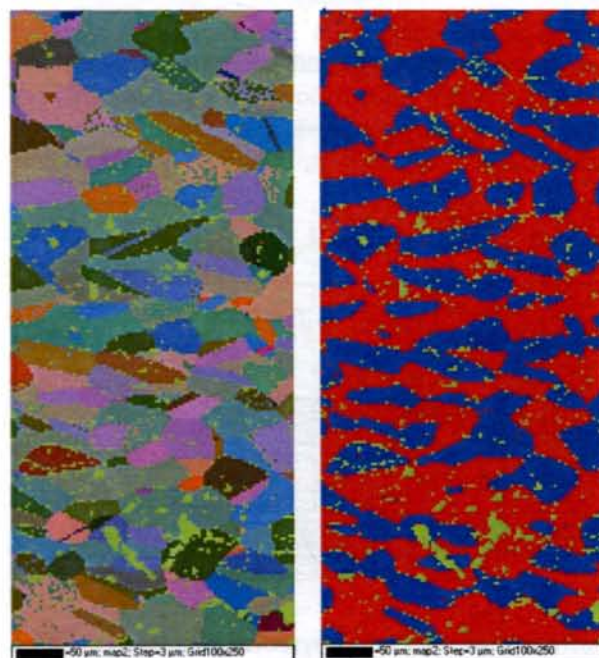
Rys. 2. Przykład funkcji rozkładu orientacji w walcowanej na zimno (zgniot 40%) stali ferrytyczno-austenicycznej: a) faza austenicyczna, b) faza ferrytyczna [3]

[94]

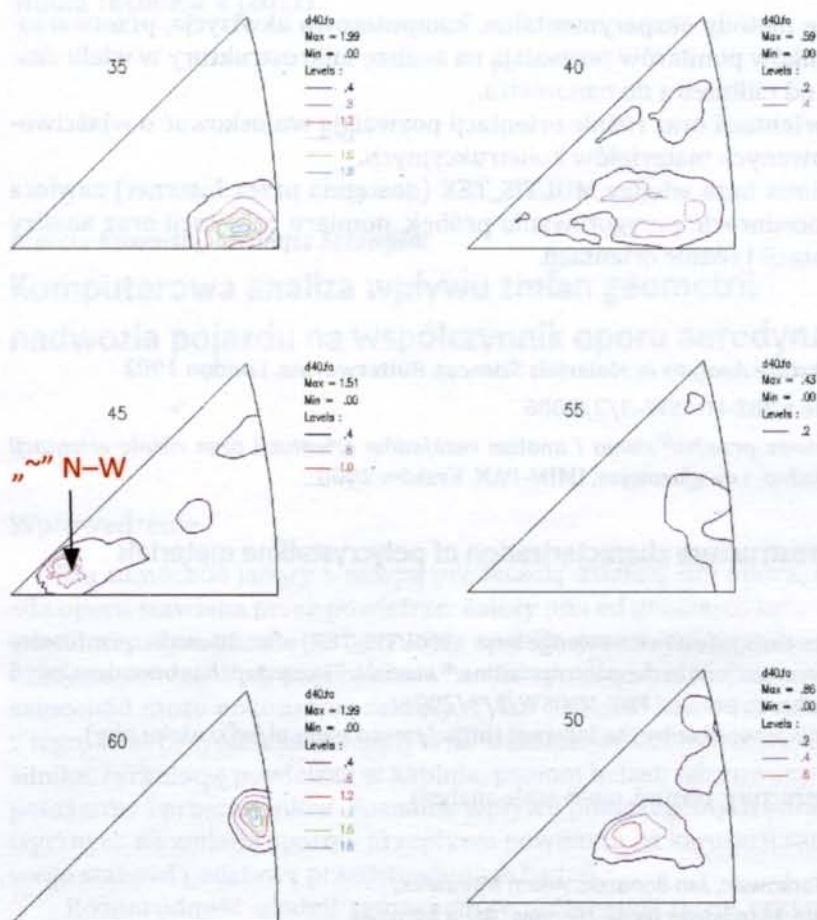
Analiza zbiorów pojedynczych orientacji – mapy orientacji, rozkłady orientacji i różnic orientacji



Rys. 3. Schemat toru pomiarowego do pomiaru pojedynczych orientacji w SEM [2]



Rys. 4. Mapy orientacji w stali ferrytyczno-austenitycznej o strukturze duplex [3]: a) mapa orientacji: kolory przypisane są do różnych orientacji, dyfrakcje nierozwiązane oznaczone są kolorem zielonym, b) mapa rozkładu faz: ferryt – kolor czerwony, austenit – kolor niebieski



Rys. 5. Funkcja rozkładu różnic orientacji pomiędzy ziarnami fazy austenicznej i ferrytycznej [3]

Na podstawie rejestrowanych obrazów dyfrakcyjnych określone są orientacje krystalograficzne (np. w kątach Eulera). Dla każdego punktu pomiarowego podawane są parametry określające dokładność jego rozwiązania, np. parametr MAD (*Mean Angle Deviation*) określa średnie odchylenie kątowe między rzeczywistym (zmierzonym) układem pasm Kikuchiego a układem symulowanym na podstawie wyliczonej orientacji. Im mniejsza wartość MAD, tym lepsze dopasowywanie. Mapy orientacji krystalograficznych są automatycznie tworzone na podstawie rozwiązanych obrazów dyfrakcyjnych (rys. 4).

Otrzymane zbiory pojedynczych orientacji można również wykorzystać np. do wyliczenia funkcji rozkładu orientacji lub figur biegunowych, do wyliczenia funkcji rozkładu różnic orientacji (analiza granic ziaren) i innych charakterystyk orientacji. Rysunek 5 przedstawia funkcję rozkładu różnic orientacji pomiędzy ziarnami fazy austenicznej i ferrytycznej, N-W oznacza charakterystyczną różnicę orientacji, tzw. relację Nishiyamy-Wassermana.

Podsumowanie

Nowoczesne metody eksperymentalne, komputerowa akwizycja, przetwarzanie i analiza wyników pomiarów pozwalają na analizę mikrostruktury w wielu skalach, w zakresie od milimetra do nanometra.

Rozkłady orientacji oraz różnic orientacji pozwalają wnioskować o właściwościach zaawansowanych materiałów konstrukcyjnych.

Przedstawiona baza wiedzy MULTIS_TEX (dostępna przez Internet) zawiera informacje o procedurach: przygotowania próbek, pomiaru orientacji oraz analizy rozkładów orientacji i różnic orientacji.

Literatura

- [1] Bunge H.J., *Texture Analysis in Materials Sciences*, Butterworths, London 1982
- [2] Sprawozdanie z PBZ-MNiSW-3/3/2006
- [3] Jura J., *Modelowe przedstawienia i analiza rozkładów orientacji oraz różnic orientacji w materiale jedno- i dwufazowym*, IMIM-PAN, Kraków 2008

Multi-scale microstructure characterization of polycrystalline materials

Abstract

The paper presents the system (a knowledge base – MULTIS_TEX) of multi-scale, quantitative microstructure investigations in the polycrystalline materials. The system has been developed as a task of the research project PBZ-MNiSW-3/3/2006.

MULTIS_TEX base is accessible by the Internet (<http://anizo.imim.pl/wiki/doku.php>).

Keywords: microstructure, texture, multi-scale analysis

Jerzy Jura, Leszek Tarkowski, Jan Bonarski, Adam Morawiec,
Krzysztof Sztwiertnia, Magdalena Bieda-Niemiec, Anna Kornewa
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN
ul. Reymonta 25
30-059 Kraków

Jerzy Jura, Marcin Kowalski
Uniwersytet Pedagogiczny w Krakowie
Instytut Techniki
ul. Podchorążych 2
30-084 Kraków