

RAČUNALNIŠKA ANALIZA MIKROSTRUKTURE KERAMIČNEGA MATERIALA

Milan Ambrožič¹, Jakub Michalski², Sabina Beranič¹

¹Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

²University of Technology, Woloska 141, 02-507 Varšava, Poljska

POVZETEK

V prispevku opisujemo uporabo programskega paketa za analizo mikrostrukture keramičnega materiala, kjer lahko dobimo primerne slike v elektronskem zapisu z vrstičnim elektronskim mikroskopom.

Computer analysis of the ceramic material microstructure

ABSTRACT

In this paper a use of the program package for the analysis of the microstructure of ceramic material is described, where the images in the electronic format can be obtained with scanning electronic microscope.

1 UVOD

Fizikalne lastnosti keramičnih materialov niso odvisne samo od njihove kemijske sestave, temveč tudi od mikrostrukture ⁽¹⁾. S tem mislimo npr. povprečno velikost in velikostno porazdelitev kristalnih zrn ter njihovo obliko, poroznost, strukturo snovi na mejah med kristalnimi zrni itd. Mikrostruktura je zelo odvisna od natančnih pogojev izdelave keramike, npr. od temperature in časa sintranja ⁽²⁾. Zato je priporočljivo dovolj pogosto preverjanje mikrostrukture, še posebej pri razvijanju novih materialov.

Primerne slike za statistično obdelavo parametrov kristalnih zrn dobimo z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM – Scanning Electronic Microscope) pri srednjih povečavah, nekako od 2 000 do 10 000 ⁽³⁻⁵⁾. Pri premajhnih povečavah ne vidimo mej med zrni, pri prevelikih pa dobimo samo nekaj zrn na sliki, kar seveda ni dovolj za dobro statistiko. Dobro je pripraviti in obdelati več slik, dobljenih na različnih mestih vzorca, tako da lahko presodimo o njegovi homogenosti.

Najprej moramo vzorce ustrezno pripraviti. Značilna priprava vzorcev za SEM, ki jo izvajamo na odseku K6 na IJS, pomeni njihovo poliranje in termično jedkanje. Vzorce poliramo na napravi z vrtečim se nastavkom, na katerega lahko namestimo različne brusne (polirne) plošče ali papirje. Poliranje gre zaporedoma od nabolj grobe do najfinejše zrnatosti: nazadnje navadno uporabimo diamantno pasto z delci premera 3 μm. S poliranjem odpravimo grobo hrapavost površin vzorcev, ki jih bomo opazovali. Vendar to ni dovolj, saj meje zrn še niso vidne. To dosežemo s kemijskim ali termičnim jedkanjem

vzorcev. Z jedkanjem sicer odstranjujemo celoten material, tj. snov v kristalnih zrnih in med njimi, vendar je zaradi drugačne strukture jedkanje (v pravih razmerah!) snovi med kristalnimi zrni izrazitejše. Zato se območje med zrni med jedkanjem bolj poglobi v primerjavi z zrni. Črno-bel kontrast pri slikah SEM dobimo tako zaradi različne kemijske zgradbe kot zaradi topografije (reliefa površine vzorca). Svetlejša mesta na sliki dobimo tam, kjer so sestavni kemijski elementi lažji po atomski masi, in tam, kjer imajo točke reliefa večjo višino. Meje med zrni so v nekakšni geometrijski senci za curek elektronov, zato so temne. Na K6 imamo več izkušenj s termičnim jedkanjem: navadno gre za segrevanje vzorcev za kratek čas pri temperaturi, kakih 100 K ali 200 K nižji od temperature sintranja. SEM-slike nato obdelamo z ustreznimi programi.

2 RAČUNALNIŠKA OBDELAVA SLIK

Če nimamo računalniškega peresa, je obdelava SEM-slik deloma ročna. Sliko natisnemo in damo čeznjo prosojnico, na katero s flomastrom narišemo meje zrn po predlogi. Prosojnico skeniramo v črno-belem formatu in potem v primernem programu za slike, npr. Paint Shopu, po potrebi popravimo napake. Z računalniškim peresom pospešimo postopek, saj lahko rišemo z njim meje zrn v Paint Shopu kar v "plasti" nad osnovno plastjo, ki vsebuje celotno sliko SEM. Morda se bralec vpraša, zakaj je sploh treba narediti posebno sliko, na kateri so samo meje zrn. Edino takšna slika je dovolj preprosta, da programi brez napak prepoznajo zrna kot dvodimenzionalne (2D) objekte. Popolna SEM-slika namreč "zmede" programe.

Primeren program za statistično obdelavo 2D-objektov je prosto dostopni "Image Tool", ki so ga izdelali na ustanovi University of Texas Health Science Center v San Antoniu, Texas, ZDA. Za 2D-objekt karšnekoli (nepravilne) oblike analizira ta program marsikaj: ploščino, ustrezen premer, če objekt nadomestimo s krogom z enako ploščino, dalje anizotropijo njegovih dimenzij, obseg itd. Nazadnje program izračuna statistična povprečja in standardne deviacije teh količin za množico objektov na sliki.

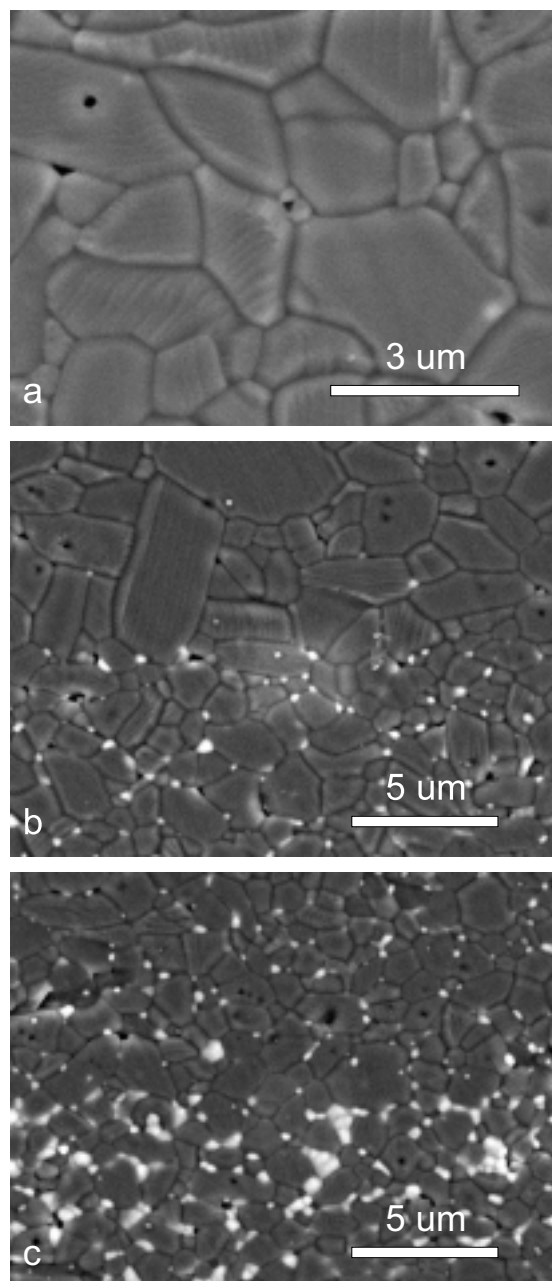
Pri interpretaciji dobljenih statističnih rezultatov se moramo zavedati, da so drugačni kot za realen tridimenzionalni (3D) sistem. Ponazorimo to na najprepro-

stejšem modelu, ko imamo v 3D-prostoru množico enakih krogel (le-te ponazarjajo kristalna zrna) s polmerom R , katerih središča imajo lokalno neurejene lege, vendar pa je na večji skali njihova razporeditev prostorsko homogena. Zamislimo si sedaj sliko SEM površine vzorca, kjer so različne krogle presekanke na različnih višinah. Na sliki so prikazane 2D-projekcije krogel, ki so krogi z različnimi radiji, njihova povprečna vrednost pa je manjša od radija R . Torej, če se vrnemo na kristalna zrna, pri prehodu iz realne 3D-slike na 2D-projekcijo se spremeni povprečna vrednost velikosti zrn, pa tudi standardna deviacija. To je treba upoštevati s tako imenovanimi geometrijskimi faktorji, ki so odvisni od oblik kristalnih zrn. Račun geometrijskih faktorjev je lahko precej zapleten. V najpreprostejšem primeru, ko so zrna skoraj okrogle oblike, je njihov dejanski povprečni radij v 3D-sliki za faktor $4/\pi$ večji od povprečnega radija na 2D-sliki.

3 KOMPOZIT ALUMINIJEV OKSID-CIRKONIJEV OKSID

Za zgled vzemimo plastnati kompozit iz aluminijevega in cirkonijevega oksida, Al_2O_3 in ZrO_2 , ki smo ga izdelali na odseku K6. Sestavljen je iz več različnih plasti: vsaka plast ima relativno homogeno sestavo, tj. določen prostorninski delež Al_2O_3 (korunda) in ZrO_2 . Navadno sta obe zunanji plasti iz čistega Al_2O_3 , prostorninski delež ZrO_2 pa je v notranjih plasteh vse večji. Takšen kompozit je trdnjši in bolj žilav od čistega korunda, ki ima sicer sam odlične mehanske lastnosti^(6,7). Na sliki 1 je nekaj SEM-posnetkov kompozita. Dobro je znano, da prisotnost ZrO_2 zavira rast zrn Al_2O_3 pri sintranju, zato je njihova povprečna velikost v kompozitu manjša kot v čistem korundu⁽⁸⁾. S slik so razvidne tudi razločne meje med plastmi. Statistična obdelava slik nam da naslednje vrednosti povprečnih premerov zrn korunda v 2D.

Oznake v tabeli pomenijo naslednje: v je številka vzorčne SEM-slike, m_z je masni delež ZrO_2 v odstotkih, X je povečava, N je število statistično obdelanih zrn na sliki, $\langle d \rangle$ je povprečni "premer" zrn (gl. opombo zgoraj za opredelitev premera zrn), σ_d statistična deviacija premera, d_M pa maksimalni premer zrna v vzorcu (zadnji trije podatki so v



Slika 1: SEM-slike plastnatega kompozita Al_2O_3 - ZrO_2 : a) plast s čistim korundom, b) meja med plastjo s čistim korundom in plastjo s 5 % masnega deleža ZrO_2 , c) meja med plastema s 5 % in 20 % masnega deleža ZrO_2 . Zrna Al_2O_3 so temna, zrna ZrO_2 pa svetla.

mikrometrih). Podobno lahko analiziramo zrna ZrO_2 , ki so manjša od zrn Al_2O_3 . Zanimivo je, da za vse

Tabela 1: Statistika polmerov zrn v 2D

v	m_z	X	N	$\langle d \rangle$	σ_d	d_M
1	0	7000	81	1,53	0,77	3,90
2	0	7000	85	1,31	0,13	4,44
3	5	7000	160	0,93	0,13	3,07
4	5	7000	179	0,92	0,12	2,43
5	5	7000	158	0,98	0,14	3,31
6	20	10000	36	0,94	0,14	1,77

primere dobimo razmerje največje in najkrajše polosi zrna v 2D (ko ga aproksimiramo z elipso) v povprečju okrog 1,7. Tudi slika 1 jasno prikazuje, da so zrna anizotropna.

4 SKLEP

Slike v elektronski obliki, ki jih dobimo z vrstičnim elektronskim mikroskopom, so primerne za statistično analizo mikrostrukture, kot sta velikost in oblika kristalnih zrn. Statistična analiza mikrostrukture naših kompozitnih keramičnih vzorcev potrjuje dejstvo, da zrna cirkonijskega oksida zavirajo rast zrn aluminijevega oksida.

5 VIRI

- ¹D. Sherman, D. Brandon, *Adv. Eng. Mat.*, **1** (1999) 3–4, 161
- ²D. Kolar, Tehnična keramika, Zavod Republike Slovenije za šolstvo in šport, 1993.
- ³N. Daneu, S. Rečnik, S. Bernik, *J. Am. Ceram. Soc.*, **86** (2003) 8, 1379
- ⁴F. F. Lange, *J. Mat. Science*, **17** (1982) 1, 225
- ⁵P. F. Becher, M. V. Swain, *J. Am. Ceram. Soc.*, **75** (1992) 3, 493
- ⁶A. H. de Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi, M. Schehl, R. Torrecillas, *Biomaterials*, **23** (2002), 937
- ⁷S. Beranič, S. Novak, T. Kosmač, H. G. Richter, S. Hecht-Mijic, v tisku (2005)
- ⁸H. E. Lutz, N. Claussen, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **7** (1991), 209

IN MEMORIAM

PROF. DR. ENISU BAŠU V SPOMIN

Bil je naš dober prijatelj, rad je obiskoval IEVT. Prof. Kansky ga je pridobil tudi za predavanja na podiplomskem študiju vakuumistike. Mislim, da se ne motim, če rečem, da je bil to tedaj prvi in edini podiplomski študij s področja vakuumistike.

Prof. Baš je bil velik znanstvenik, ki je svoje znanje rad posredoval drugim.

Žal njegove biografske podatke posredujem le približno.

Rodil se je v področju Dinarskega gorstva v domovini Tesle, Mehmeda Paše Sokolovića (veliki vizir turškega imperija), Borojevića (edinega nepremaganega maršala nekdanje Avstro-Ogrske v prvi svetovni vojni). V zibelko je bil položen že v kraljevini Jugoslaviji. Gimnazijo je obiskoval v Turčiji, elektrotehniko in fiziko je študiral v Berlinu, kjer je tudi doktoriral. Pretežni del svojega znanstvenega delovanja je dopolnil na ETH v Zürichu. Bil je potomec stare bosanske plemiške družine Bašić.

Na stara leta si je zgradil drugi dom na obali Jadrana. Februarja/marca 2005 je spokojno odšel, da se združi s svojimi bogomilskimi predniki.

Zelo opravičeno ga lahko štejemo med tiste velikane človeške zgodovine, ki so v stoletjih človeštvo odpeljali od petrolejke do vsemirja.

Alojz Paulin
Ročevnica 59
4290 Tržič