

Marek Faryna¹

Uniwersytet Jagielloński, Środowiskowe Laboratorium Analiz Fizykochemicznych i Badań Strukturalnych, ul. Ingardena 3, 30-060 Kraków

MIKROSKOPIA ORIENTACJI - NOWE NARZĘDZIE DO BADAŃ KOMPOZYTÓW CERAMICZNYCH

Przedstawiono wyniki obliczeń orientacji krystalograficznych w kompozytach ceramicznych, wykonane z użyciem EBSD/SEM w porównaniu z wynikami uzyskanymi z pomiarów SAED/TEM. Badane kompozyty wytworzono na osnowie Y-TZP, natomiast jako fazy umacniającej użyto dwóch rodzajów węglików: TaC i NbC. Analizy SAED pozwoliły na określenie poszczególnych zależności krystalograficznych pomiędzy ziarnami osnowy Y-TZP a węglnikami TaC i NbC. Przedstawiono ponadto przykładowe projekcje stereologiczne różnych kierunków krystalograficznych oraz obliczono funkcję rozkładu dezorientacji (MDF) dla obu rodzajów faz.

AUTOMATED CRYSTAL ORIENTATION MAPPING - A NEW TOOL FOR CERAMIC COMPOSITES INVESTIGATIONS

Automated crystal orientation measurements performed by use backscattered diffraction (EBSD) in the scanning electron microscope (SEM) (Fig. 1) provided the basis for a quantitative investigation of microstructure in an yttria stabilised, tetragonal zirconia-based (Y-TZP) composites. This technique known also as orientation imaging microscopy (OIMTM) can be preferable to transmission electron microscopy (TEM) for microstructural characterisation, since no sample thinning is required, extensive crystal data is already available, and the analysis area is greatly increased. Two carbides, mainly TaC and NbC, chemically stable in relation to the zirconia, have been selected as reinforcing inclusions. The incorporation of carbides, showing similar mechanical properties, into the Y-TZP matrix leads to ceramics of significantly better mechanical properties (Tab. 1). The way of explaining such a phenomenon is to investigate crystallographic relationships between oxide and carbide phases which influence the strength of the interphase boundaries and, finally, lead to the increase of fracture toughness and wear resistance of the composites. Several such crystallographic relationships have been found. Examples of stereographic projections of different crystallographic directions have been presented (Figs 2 and 3) and misorientation distribution functions (NDFs) for both phases (e.g. Fig. 4) have also been calculated. However, such composites were difficult to investigate in the EBSD/SEM since there are non-conductive, the Y-TZP grain size, in some cases, of order of system resolution, and the sample surface, though carefully prepared, reveals a distinctive microtopography. In this paper, some useful solutions have been given to omit these problems. The data confirming, crystallographic relationships, established previously by TEM, investigations, have also been presented. Electron backscattered diffraction is also an essential tool for measuring the amount of coincident site lattice (CSL) boundaries. Figure 5 shows an example of such measurements, mainly the fraction of CSL boundaries formed in the Y-TZP/NbC composite.

WSTĘP

Jednym z ważnych zadań inżynierii materiałowej jest poszukiwanie związków pomiędzy istotnymi z technologicznego punktu widzenia właściwościami materiału polikrystalicznego a jego mikrostrukturą. Podstawową trudnością owych analiz jest odpowiednia selekcja dużej ilości informacji, jakich nowoczesna mikroskopia elektronowa dostarcza o mikrostrukturze. Istotne zatem staje się poszukiwanie takich cech lub charakterystyk mikrostruktury, które opisują ją możliwie najpełniej i które mają decydujący wpływ na właściwości materiału. Jedną z podstaw takiego opisu mogą być informacje, które zawiera zbiór topograficznego rozmieszczenia orientacji mikroobszarów (krystalitów) w próbce badanego materiału (tzw. topografia orientacji).

Od topograficznego rozkładu orientacji zależy bezpośrednio lub pośrednio wiele istotnych właściwości

materiału polikrystalicznego. Polikrystalit o określonym rozkładzie orientacji będzie charakteryzował się zależną od tego rozkładu anizotropią właściwości. Z topografią orientacji można wiązać te właściwości materiału, które są zależne od charakteru i rozkładu granic ziarn. Znajomość topografii orientacji ma podstawowe znaczenie w zrozumieniu wielu procesów zachodzących w materiale, takich jak odkształcenie, rekrystalizacja, przemiany fazowe oraz dyfuzja, segregacja i migracja granic ziarn.

Postęp w rozwoju technik dyfrakcyjnych w mikroskopii elektronowej umożliwił coraz szersze zastosowanie pomiarów topografii orientacji w badaniach materiałów. Jeśli chodzi o zaawansowanie metod automatyzacji pomiaru i związane z tym możliwości mierzenia dużych zbiorów pojedynczych orientacji, to przodują tu techniki skaningowej mikroskopii elektro-

¹dr inż.

nowej, wykorzystujące do tych pomiarów linie Kikuchi w obrazach dyfrakcyjnych elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD - Electron Backscattered Diffraction). Można tu mówić o rozwoju nowej dziedziny mikroskopii, zwanej mikroskopią orientacji (OIMTM - Orientation Imaging Microscopy = ACOM - Automated Crystal Lattice Orientation) [1].

Zastosowanie tej stosunkowo nowej dziedziny mikroskopii do analizy topografii orientacji w materiałach ceramicznych oraz nowatorskie opracowanie i wdrożenie procedur postępowania podczas badań ceramiki z użyciem techniki dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD stanowi przedmiot niniejszej pracy.

METODYKA BADAŃ

Charakterystyka badanego materiału

Jako osnowę kompozytów wybrano roztwór stały o składzie 2,9% mol. Y_2O_3 w ZrO_2 . Materiał taki cechują dobre właściwości mechaniczne, które podczas obróbki cieplnej w warunkach beztlenowych nie ulegają degradacji. Tetragonalna odmiana ZrO_2 stabilizowana 2,9% mol. Y_2O_3 jest scharakteryzowana przez grupę przestrzenną Lauego $4/mmm$ o parametrach sieciowych $a = 5,1023 \text{ \AA}$ i $c = 5,1817 \text{ \AA}$. Należy w tym miejscu zwrócić uwagę na małą wartość stosunku c/a , wynoszącą dla tej fazy tetragonalnej 1,01566. Tak nieznaczny stosunek c/a będzie z jednej strony utrudniać rozróżnianie fazy tetragonalnej od fazy regularnej podczas badań za pomocą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych, z drugiej zaś strony okaże się pomocny podczas analizy rozkładu dezorientacji.

W wytworzonych kompozytach zastosowano dwa warianty wtrąceń węglkowych: proszek węgla niobu (NbC) o strukturze regularnej (grupa przestrzenna Lauego $m3m$, parametr sieciowy $a = 4,4693 \text{ \AA}$) oraz proszek węgla tantalowego (TaC) o strukturze regularnej (grupa przestrzenna Lauego $m3m$, parametr sieciowy $a = 4,4529 \text{ \AA}$).

Homogenizację proszku osnowy i wtrąceń węglkowych przeprowadzono w młynie typu atrytor, mieszając dwa typy proszków (tlenek i węgiel) przez 2 godziny w alkoholu etylowym, używając młynków Y-TZP o średnicy 2 mm. Zawartość każdego węgla w tworzywie wynosiła 20% objętościowych. Gęste spieki kompozytowe wykonano, stosując prasowanie na gorąco

w formie grafitowej, w atmosferze argonu, pod ciśnieniem 25 MPa przez 30 minut w temperaturze 1400°C.

Kompozyty ceramiczne, których właściwości zostały zoptymalizowane poprzez odpowiedni dobór występujących w nich faz, stanowią niezwykle trudny materiał w badaniach z wykorzystaniem dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych. Zróżnicowana twardość i

ścieralność, jak również odmienne właściwości mechaniczne występujących faz powodują powstawanie naprężeń między nimi, stanowią znaczne utrudnienie podczas przygotowywania takich materiałów do badań za pomocą mikroskopii orientacji. Ze względu na fakt, iż dyfrakcja elektronów wiązki następuje w warstwach przypowierzchniowych, warstwy te winny być pozbawione jakichkolwiek naprężeń, które mogłyby zakłócić periodyczność sieci krystalicznej.

W celu uzyskania niezniekształconego sygnału pochodzącego od wstecznie rozproszonych elektronów przeprowadzono szereg prób takiego przygotowania powierzchni kompozytów, aby poprzez polerowanie mechaniczne (za pomocą różnych mediów polerujących: pasty diamentowe o zmiennej gradacji ziarna, roztwory koloidalnej krzemionki), a także poprzez trawienie termiczne uzyskać powierzchnię pozbawioną naprężeń.

Po wielokrotnych próbach zoptymalizowano ten proces poprzez polerowanie powierzchni zglądów kompozytowych pastami diamentowymi o malejącej gradacji ziarn (15, 6 i 1 μm), zaś końcowe polerowanie prowadzono z użyciem roztworu koloidalnej krzemionki przez 30 min pod naciskiem 15 N [2]. Testowano również procedurę usuwania naprężeń poprzez trawienie termiczne (temp. 1350°C przez 5 min w atmosferze argonu). Proces ten prowadził jednak do zbyt dużych różnic w mikrotopografii powierzchni kompozytów.

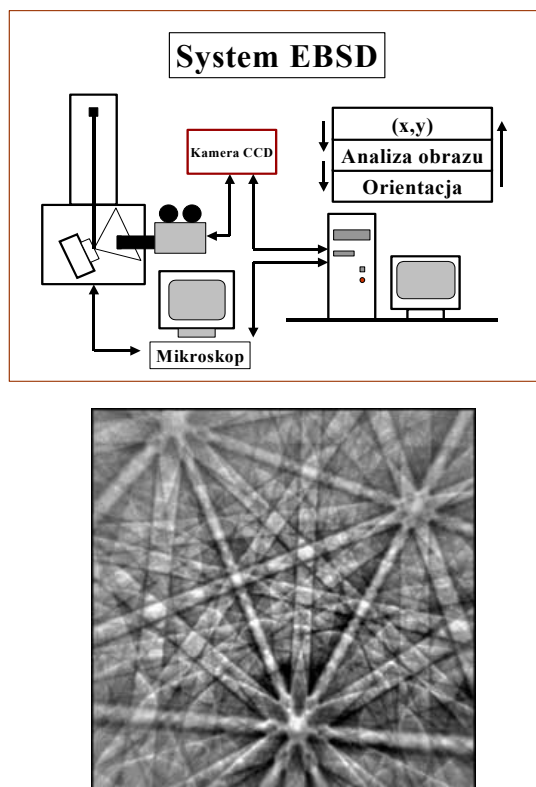
Pomimo stosowania niewielkich nacisków podczas procesu polerowania w warstwie powierzchniowej pojawiły się niewielkie ilości fazy jednoskośnej, będącej rezultatem bezdyfuzyjnej przemiany martenzytycznej ($t ZrO_2 \rightarrow j ZrO_2$). Przemiana ta polega na przejściu fazy tlenkowej o symetrii tetragonalnej do fazy tlenkowej o symetrii jednoskośnej na koniuszku pęknięcia biegnącego przez materiał ceramiczny.

A zatem w prowadzonych analizach należało również uwzględnić występowanie fazy jednoskośnej ZrO_2 (grupa przestrzenna Lauego - $2/m$, parametry sieciowe $a = 5,1460 \text{ \AA}$, $b = 5,212 \text{ \AA}$, $c = 5,313 \text{ \AA}$; $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 99,2^\circ$, $\gamma = 90^\circ$).

Zastosowane techniki badawcze

Pomiary topografii orientacji wykonano, stosując technikę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych na płaszczyznach krystalograficznych w warstwach przypowierzchniowych w elektronowym mikroskopie skaningowym, w którym zbieżna wiązka elektronów oddziałuje z próbką nachyloną w stosunku do osi elektronooptycznej o kąt $\sim 70^\circ$. Jednym z efektów oddziaływania wiązki jest dyfrakcja elektronów na płaszczyznach krystalograficznych w warstwach przypowierzchniowych badanego materiału (do głębokości 50 nm). Głębokość, na której następuje dyfrakcja, zależy od energii elektronów wiązki oraz od średniej liczby atomowej materiału próbki. Elektrony, ugięte na płaszczyz-

nach krystalograficznych zgodnie z prawem Bragga, tworzą dwa tzw. stożki Kossela. Efektem przecięcia tych stożków z płaszczyzną ekranu pokrytego fosforem i umieszczonego w niewielkiej odległości od próbki jest system pasm, zwanych liniami Kikuchiego. Każdy kryształit o określonej symetrii będzie generował odmienny, charakterystyczny układ linii Kikuchiego, odpowiedni dla danej orientacji krystalograficznej (rys. 1).



Rys. 1. Schemat systemu EBSD z zarejestrowaną przez kamerę CCD dyfrakcją elektronów wstecznie rozproszonych

Fig. 1. Crystal Orientation Mapping hardware with EBSD image captured by CCD camera

Linie Kikuchiego, pojawiające się na ekranie pokrytym fosforem, są rejestrowane przez czułą ($\sim 10^{-4}$ Lux), wolno skanującą kamerę CCD. Następnie obraz jest uśredniany, a zbędne tło (pochodzące od rozpraszania elektronów pod kątem innym niż kąt ugięcia Bragga) odejmuwane. Komputerowa procedura rozpoznaje dokładne położenie i szerokość linii Kikuchiego w zarejestrowanych obrazach dyfrakcyjnych. W dalszej kolejności następuje indeksowanie wykrytych na obrazie linii i wyliczenie orientacji na podstawie porównania między wyznaczonymi parametrami (kąty i odległości międzyplaszczynowe) a ich wartościami teoretycznymi.

Pomiar pojedynczych orientacji krystalograficznych może być realizowany poprzez przesuw wiązki elektronowej po płaszczyźnie nieruchomej próbki (skanowanie małych obszarów - ziarna kilku- lub kilkunastomikronowe) bądź w trybie przesuwu stolika próbki przy unieruchomionej wiązce elektronowej (skanowanie dużych

powierzchni - ziarna kilkusetmikronowe bądź milimetrowe).

Układ pomiarowy (rys. 1) składał się z elektronowego mikroskopu skaningowego PHILIPS XL30 z katodą wolframową (W hairpin cathode), systemu do detekcji elektronów wstecznie rozproszonych NORDIF CHANNEL 4.2 HKL Technology oraz detektora dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (EDS - Energy Dispersive Spectrometer) LINK ISIS. Układ ten, znajdujący się w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, jest jednym z najprostszych systemów pomiarowych SEM/EBSD/EDS. Jego ograniczenia wynikają zarówno z konstrukcji źródła elektronów (katoda wolframowa emitująca wiązkę elektronową o ograniczonej zdolności rozdzielczej - 4,5 nm), jak i układu próżniowego o stałej, wysokiej próżni (10^{-5} mBara), co uniemożliwia obserwację materiałów ceramicznych bez uprzedniego napyłania węglem. Napyłanie to osłabia intensywność linii Kikuchiego, utrudniając, a czasami wręcz uniemożliwiając indeksację dyfrakcji. Idealnym rozwiązaniem byłby układ pomiarowy ze zmienną próżnią w komorze próbek.

Należy zaznaczyć, iż zdolność rozdzielcza skaningowego mikroskopu elektronowego (średnica wiązki elektronowej zogniskowanej na próbce) nie jest tożsama ze zdolnością rozdzielczą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych. W celu otrzymania pojedynczego obrazu dyfrakcyjnego minimalny rozmiar ziarna/podziarna musi być większy od objętości, w której następuje dyfrakcja elektronów wiązki. Przy pochyleniu preparatu o kąt 70° rzut objętości (w której generowany jest sygnał EBSD) na powierzchnię próbki zbliżony jest do elipsoidy, dla której dłuższa oś elipsoidy, prostopadła do osi obrotu preparatu, jest w przybliżeniu 3-krotnie dłuższa od osi leżącej równoległe do osi obrotu próbki. W celu dokonania pomiarów dyfrakcji z dokładnością $\sim 10\%$ należy zarejestrować co najmniej 10 punktów pomiarowych z jednego ziarna/podziarna, zatem wymagana zdolność rozdzielcza A_p powinna wynosić $\sim D/10$ (gdzie: D - średnia średnica ziarna/podziarna). Dla ziarn matrycy Y-TZP ($\sim 0,3 \mu\text{m}$) zdolność rozdzielcza dyfrakcji powinna wynosić 30 nm.

WYNIKI BADAŃ

Transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM - Transmission Electron Microscopy) [3] posłużyła do wstępnej identyfikacji struktury w cienkich foliach wykonanych z próbek kompozytowych, zaś do określenia składu chemicznego w mikroobszarach użyto spektrometrii EDS. Badania przeprowadzone z użyciem powyższych technik wykazały, iż w obydwu systemach obserwuje się dobry kontakt ziarn osnowy i węglików, nie występują w nich pory, mikropęknięcia oraz inne nieciągłości na granicy międzyfazowej.

Analiza dyfrakcji w mikroskopie transmisyjnym (SAED - Selected Area Electron Diffraction) pozwoliła na określenie następujących zależności krystalograficznych pomiędzy ziarnami Y-TZP a TaC w kompozycie Y-TZP/TaC:

$$[011] \text{ TaC} \parallel [112] \text{ ZrO}_2$$

$$\text{oraz } [\bar{1}\bar{1}1] \text{ TaC prawie} \parallel [\bar{1}11] \text{ ZrO}_2$$

$$[001] \text{ TaC} \parallel [013] \text{ ZrO}_2$$

$$\text{oraz } [100] \text{ TaC prawie} \parallel [100] \text{ ZrO}_2$$

Analiza dyfrakcji dla kompozytu Y-TZP/NbC pozwoliła na stwierdzenie następujących zależności krystalograficznych pomiędzy ziarnami tetragonalnego dwutlenku cyrkonu a ziarnami węgla niobu o symetrii regularnej

$$[\bar{1}12] \text{ NbC} \parallel [111] \text{ ZrO}_2$$

$$\text{oraz } [110] \text{ NbC prawie} \parallel [\bar{1}10] \text{ ZrO}_2$$

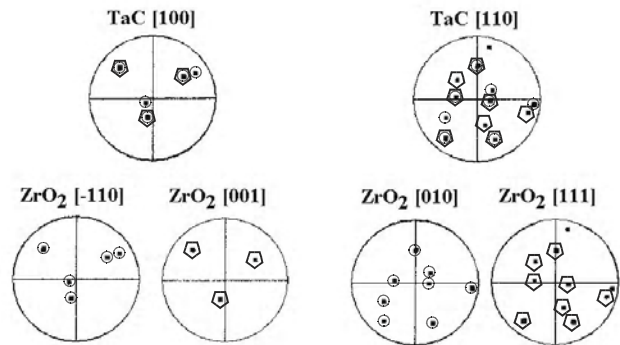
Zbiór zmierzonych orientacji krystalograficznych pojedynczych ziarn osnowy i wtrąceń ma formę „mapy” pojedynczych orientacji krystalograficznych, opisujących topografię orientacji, czyli rozkład orientacji krystalograficznych w zdefiniowanym obszarze badanego materiału. Wyniki tych pomiarów pokazują [4], że w kompozytach występuje szerokie spektrum orientacji krystalograficznych i na tak określonej „mapie” nie można wyznaczyć jakichś uprzywilejowanych kierunków.

Odmienny obraz otrzymujemy, analizując jedynie małe obszary, zawierające sąsiadujące z sobą ziarna osnowy i wtrąceń. Dla takich obszarów można wykonać projekcje stereograficzne kierunków krystalograficznych dla ZrO_2 i węglików na płaszczyznę powierzchni próbki (rys. rys. 2 i 3). Dla wielu takich obszarów niektóre kierunki krystalograficzne tlenku i węglika są prawie zawsze równoległe. Wyniki te potwierdzają, że zidentyfikowane za pomocą mikroskopii transmisyjnej korelacje wzajemnego ułożenia faz tlenkowej i węglkowej w tych kompozytach nie były przypadkowe.

Rysunek 2 przedstawia przykłady projekcji stereograficznych na płaszczyznę powierzchni kompozytu dla kierunków krystalograficznych $[-110]$, $[001]$, $[010]$, $[111]$ w Y-TZP oraz $[100]$, $[110]$ w ziarnach TaC sąsiadujących z ziarnami Y-TZP. Są to typowe przykłady uporządkowania krystalograficznego w sąsiadujących ziarnach dwóch różnych faz. Rzuty stereograficzne wskazują wyraźnie, że pewne wybrane kierunki krystalograficzne w ziarnach Y-TZP oraz TaC są prawie równoległe.

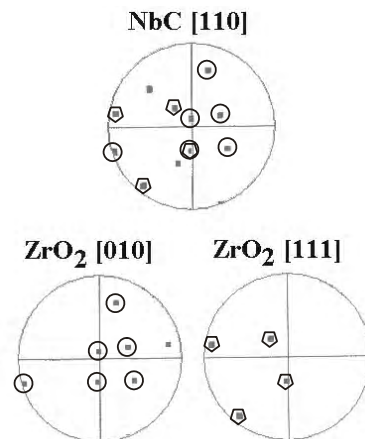
Podobne zjawisko zaobserwowano w kompozycie Y-TZP/NbC. Przykłady projekcji krystalograficznych na płaszczyznę powierzchni kompozytu systemu Y-

TZP/NbC przedstawiono na rysunku 3. Kierunki krystalograficzne $[010]$ i $[111]$ w ziarnach Y-TZP są prawie równoległe do kierunku krystalograficznego $[110]$ w sąsiadujących ziarnach NbC.



Rys. 2. Przykładowe rzuty stereograficzne kierunków krystalograficznych sąsiadujących ze sobą ziarn tlenku i węglika w kompozycie Y-TZP/TaC, a mianowicie: $[-110]$, $[001]$, $[010]$, $[111]$ dla Y-TZP oraz $[100]$, $[110]$ dla TaC na płaszczyznę powierzchni kompozytu

Fig. 2. Stereographic projections of crystallographic directions $[-110]$, $[001]$, $[010]$, $[111]$ of Y-TZP and $[100]$, $[110]$ adjacent TaC grains on the plane of the sample surface



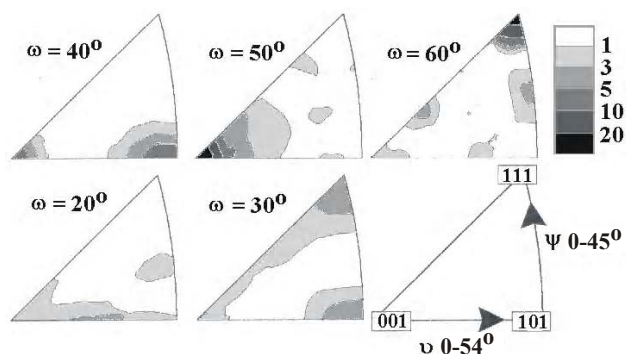
Rys. 3. Przykładowe rzuty stereograficzne kierunków krystalograficznych sąsiadujących ze sobą ziarn tlenku i węglika w kompozycie Y-TZP/NbC, a mianowicie: $[010]$, $[111]$ dla Y-TZP oraz $[110]$ dla NbC na płaszczyznę powierzchni kompozytu

Fig. 3. Stereographic projections of crystallographic directions $[010]$, $[111]$ of TZP and $[110]$ of adjacent NbC grains on the plane of the sample surface

Przykłady projekcji krystalograficznych potwierdzają wcześniejsze pomiary SAED przeprowadzone w TEM, a ujawniające występowanie zależności krystalograficznych w analizowanych kompozytach. Nie zawsze jednak stwierdza się występowanie takich samych zależności krystalograficznych za pomocą pomiarów SAED i EBSD. Stąd też konieczność bardziej systematycznych badań zależności orientacji krystalograficznych w sąsiadujących z sobą ziarnach tlenku i węglika, gdyż tylko przeprowadzanie dużej ilości pomiarów w transmisyjnym mikroskopie elektronowym oraz porównanie otrzymanych korelacji krystalograficznych z wynikami otrzymanymi techniką EBSD pozwoli na wybra-

nie tych samych zależności zarejestrowanych tymi różnymi technikami dyfrakcyjnymi.

Jak wykazano zatem na rysunkach 2 i 3, sąsiadujące ze sobą ziarna Y-TZP i TaC oraz ziarna Y-TZP i NbC nie są usytuowane względem siebie w sposób przypadkowy. Wykorzystując mapy lokalnych orientacji krystalograficznych, można wyznaczyć rozkład dezorientacji pomiędzy ziarnami tlenku i węgla. Aby precyzyjnie zbadać to zjawisko, wykonano obliczenia tzw. funkcji rozkładu dezorientacji (MDF - Misorientation Distribution Function) [5]. Dla wszystkich par ziarn Y-TZP/TaC oraz Y-TZP/NbC wyliczono różnice orientacji w parametrach osi r (wspólnej dla obydwu krystalitów) oraz kąta obrotu ω . Obrót o kąt ω wokół osi obrotu r przeprowadza układ odniesienia pierwszego krystalitu w układ odniesienia drugiego krystalitu. Z obliczonych funkcji MDF wyraźnie widać (rys. 4), że dominujące związki pomiędzy sąsiadującymi ziarnami ZrO₂ i NbC mogą być opisane przez obrót o $\sim 40^\circ$ wokół wspólnej osi [001] lub [101] oraz obrót o $\sim 60^\circ$ wokół wspólnej osi [111]. Związki te zostały wyznaczone dla zidentyfikowanych 7500 par sąsiadujących ze sobą krystalitów Y-TZP i NbC.



Rys. 4. Diagramy przedstawiające funkcje rozkładu dezorientacji obliczone ze zbioru ~ 7500 różnych orientacji krystalograficznych pomiędzy sąsiadującymi ze sobą ziarnami Y-TZP i NbC. Przestrzeń osi (v, ψ) i kąta obrotu ω , przekrój kąta obrotu $\omega = \text{const.}$, obszar podstawowy najmniejszego kąta obrotu. Oś obrotu w trójkącie standardowym

Fig. 4. Misorientation distribution function calculated from a set of ~ 7500 misorientations between the neighbouring Y-TZP and NbC grains. Space of rotational parameter ω, v, ψ , cross-section of a rotation angle $\omega = \text{const.}$, the sub-domain of the smallest rotation angle. The positions of the rotation axis, in spherical polar coordinates (v, ψ) reduced to a spherical standard triangle

Podobne relacje stwierdzono w układzie Y-TZP/TaC dla sąsiadujących ze sobą 7500 par krystalitów Y-TZP i TaC. Należy podkreślić, iż funkcja rozkładu dezorientacji została policzona tylko dla dwóch faz o identycznej symetrii. Przyjęto, że tetragonalny ZrO₂ można opisać symetrią regularną ze względu na pomijalnie mały stosunek $c/a = 1,01566$.

W analizie różnic orientacji zwrócono szczególną uwagę na te orientacje, które odpowiadały relacjom sieci

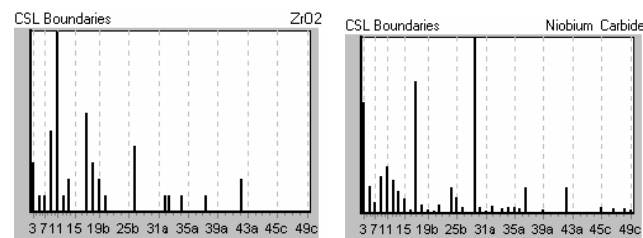
koincydentnych (CSL - Coincidence Site Lattice) [6]. Granice specjalne spełniające relacje CSL charakteryzują się niższą energią oraz absorbują mniej atomów zanieczyszczeń niż ogólne granice wysokokątowe. Z tego też powodu są one mniej podatne na procesy niszczące wewnętrzną strukturę materiału niż granice wysokokątowe. Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych okazała się niezastąpionym narzędziem badawczym do określenia nie tylko rodzaju takich granic specjalnych, ale również ich ilościowego oszacowania w objętości wzbudzonej przez wiązkę elektronową. Jedyńm ograniczeniem był tu fakt, iż obecnie można analizować tylko granice CSL w układach o identycznych symetriach krystalograficznych.

Przykład takiej analizy podaje rysunek 5, na którym przedstawiono rozkłady poszczególnych granic specjalnych typu CSL dla kompozytu Y-TZP/NbC. Występowanie takich granic można powiązać z właściwościami mechanicznymi, które, jak już podkreślano, są wytrzymałe i odporne na pękanie i ścieranie. Ilość i typ granic specjalnych jest zbliżona dla obydwóch układów (tj. Y-TZP/NbC i Y-TZP/TaC), co odzwierciedlają porównywalne wyniki testów wytrzymałościowych zawarte w tabeli 1 [7]. W kompozytach tych można zauważyć występowanie charakterystycznych granic, np. $\Sigma 3$ o osi $\langle 111 \rangle$ i kącie dezorientacji 60° , $\Sigma 11$ o osi $\langle 110 \rangle$ i kącie dezorientacji $50,48^\circ$, $\Sigma 17b$ o osi $\langle 221 \rangle$ i kącie dezorientacji $61,93^\circ$ oraz $\Sigma 29a$ o osi $\langle 100 \rangle$ i kącie dezorientacji $43,61^\circ$.

TABELA 1. Właściwości mechaniczne osnowy Y-TZP oraz kompozytów Y-TZP/NbC i Y-TZP/TaC

TABLE 1. Mechanical properties of Y-TZP matrix as well as Y-TZP/NbC and Y-TZP/TaC composites

Materiał	Gęstość d , % teor.	Moduł sprężystości E GPa	Twardość Vickersa HV, GPa	Odporność na pękanie K_{Ic} MPam ^{0,5}	Odporność na ścieranie, mm ³
Y-TZP	99,7 \pm 0,1	209 \pm 3	14,1 \pm 0,3	4,6 \pm 0,2	11,73
+20% NbC	99,2 \pm 0,1	216 \pm 4	15,4 \pm 1,3	5,9 \pm 0,3	8,70
+20% TaC	99,8 \pm 0,1	231 \pm 5	17,0 \pm 0,9	5,3 \pm 0,4	7,70



Rys. 5. Rozkład granic specjalnych spełniających relacje CSL w kompozycie Y-TZP/NbC

Fig. 5. Coincidence site lattice (CSL) boundaries observed in the Y-TZP/NbC composite

PODSUMOWANIE

Zastosowanie dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD, a także obliczenia rozkładów dezorientacji pomiędzy ziarnami składników kompozytów wykazały występowanie ściśle określonych korelacji krystalograficznych w kompozytach Y-TZP/TaC i TZP/NbC. Obecność dużej liczby koherentnych granic międzyfazowych wpływa na wytrzymałość tych kompozytów i w konsekwencji na podwyższenie ich właściwości mechanicznych, takich jak odporność na pękanie i ścieranie. Zjawisko to pozwala lepiej tłumaczyć zróżnicowane właściwości kompozytów zawierających wtrącenia faz o podobnych właściwościach mechanicznych.

Pomimo iż zależności krystalograficzne zidentyfikowane metodami SAED w elektronowym mikroskopie transmisyjnym i EBSD w elektronowym mikroskopie skaningowym różnią się czasami między sobą, jest tylko kwestią odpowiedniej statystyki pomiarowej znalezienie takich korelacji w TEM, tak aby odpowiadały one korelacjom zidentyfikowanym w SEM. Analizy dyfrakcyjne w TEM dotyczą nanoobszarów i dlatego też należy przebadać znacznie większą liczbę obszarów międzyziarnowych, aby otrzymane dane mogły być porównywalne z danymi uzyskanymi metodą EBSD.

Stwierdzono, iż do analizy materiałów ceramicznych dużo bardziej przydatne dla wyjaśnienia ich właściwości są badania korelacji najbliższego sąsiedztwa między krystalitami (charakterystyki granic), nie tylko odmiennych faz, ale również pomiędzy ziarnami tej samej fazy.

Istotny jest w tym przypadku nie tyle sam rozkład orientacji (tekstura), co rozkład różnic orientacji opisany np. przez funkcję MDF.

LITERATURA

- [1] Schwarzer A., Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer-controlled SEM, *Micron* 1997, 28, 3, 249.
- [2] Katrakova D., Maas C., Hohnerlein D., Mücklich F., Experiences on Contrasting Microstructure using Orientation Imaging Microscopy, *Prakt. Metallogr.* 1998, 35, 1, 4.
- [3] Haberko K., Pędzich Z., Dutkiewicz J., Faryna M., Kowal A., Microstructure of the Particulate Composites in the (Y) TZP-WC System, *Ceramics Microstructure: Control at the Atomic Level*, eds. A.P. Tomsia, A. Glaeser, Plenum Press, New York 1998, 741.
- [4] Faryna M., Brough I., Sztwiertnia K., Electron Backscattered Diffraction of Tantalum and Niobium Carbides Reinforced Zirconia, *Journal of Microscopy* (w druku).
- [5] Pospiech J., Sztwiertnia K., Haessner F., The Misorientation Distribution Function, *Textures and Microstructures* 1986, 6, 201.
- [6] Brandon D.G., The Structure of High-Angle Grain Boundaries, *Acta Metall.* 1966, 14, 1479.
- [7] Haberko K., Pędzich Z., Piekarczyk J., Róg G., Zirconia-Tungsten Carbide Particulate Composites, Part I: Manufacturing and Physical Properties, *Euroceramics 4, Basic Science-Trends in Emerging Materials and Applications*, eds. A. Bellosi, Gruppo Editoriale Faenza Editrice S.p.A) 1995, 29.

Recenzent
Andrzej Lis