

## Wyznaczanie parametru sieci stopu aluminium AlMg3 z wykorzystaniem dyfrakcji elektronowej oraz obrazowania w wysokiej rozdzielczości

Z. Sasiela<sup>a</sup>, K. Labisz<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny

<sup>b</sup> Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie  
email: krzysztof.labisz@polsl.pl

**Streszczenie:** W artykule zamieszczono wyniki badań stopu aluminium PA11 na transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Zbadano mikrostrukturę i obliczono parametry sieciowe za pomocą struktury polikrystalicznej i wysokiej rozdzielczości. Rozwiązanie dyfrakcji elektronowej pozwoliło na identyfikację faz, obliczania parametrów sieci i odległości między płaszczyznami. została wyznaczona Stała sieciowa badanej struktury krystalicznej jak również zidentyfikowano i opisano mikrostrukturę badanego stopu aluminium AlMg3.

**Abstract:** In this paper there are presented research results of the transmission electron microscope for samples of aluminum alloy PA11. There were examined the microstructure, and calculated the lattice parameters using polycrystalline and monocrystalline diffraction pattern and high resolution images. Solution of the calculated diffraction patterns allowed identification of the phases, calculation of the d-spacing and the distance between atomic planes. Network constant has been designated as well as identified and described the microstructures occurred in the aluminum alloy AlMg3.

**Słowa kluczowe:** transmisyjny mikroskop elektronowy, parametr sieci, proszek stop aluminium PA11, obróbka plastyczna

### 1. WSTĘP

Aluminium jest metalem cechującym się małą gęstością  $2,7 \text{ g/cm}^3$  w temperaturze  $20^\circ\text{C}$ . Posiada liczbę atomową 13 i masę atomową wynoszącą 26,9815. Temperaturą topnienia wynoszącą  $660^\circ\text{C}$  oraz wrzenia  $2494^\circ\text{C}$ . O bardzo dobrej podatności tego metalu na odkształcenia plastyczne na zimno i na gorąco decyduje fakt, iż krystalizuje w sieci regularnej ściennie centrowanej A1 o parametrze  $0,404408 \text{ nm}$ . Własności wytrzymałościowe można zwiększyć poprzez odkształcenie plastyczne na zimno. Aluminium może być obrabiane

plastycznie na zimno i na gorąco. Aluminium stanowi technicznie czysty glin z pewną zawartością zanieczyszczeń w zależności od sposobu wytwarzania. Najczęściej otrzymuje się aluminium poprzez elektrolizę tlenku glinu rozpuszczonego w fluorkach metali alkalicznych.

Stopy stosowane do obróbki plastycznej zawierają do ok. 5% pierwiastków stopowych, do których zaliczyć można Cu, Mg, Mn jak również ale w mniejszych ilościach Si, Ni, Cr, Ti, Li. Liczną grupą materiałów metalowych o dużej odporności na korozję są stopy Al-Mg, zwane także hydronaliami. Mają dużą odporność na korozję zwłaszcza w środowisku wody morskiej oraz roztworów alkalicznych i innych. Stopy te podlegają umacnianiu przez roztwór. Umocnienie tych stopów umożliwia zarówno duża różnica promieni atomowych Mg i Al jak też znaczne zmniejszenie rozpuszczalności Mg w Al wraz z obniżeniem temperatury. Jest to wyjątkowo skuteczne, szczególnie w przypadku znacznego przesycenia atomami Mg.

Celem niniejszej pracy jest obliczenie parametru sieci – odległości międzypłaszczyznowej oraz zbadanie struktury w stopie aluminium do przeróbki plastycznej AlMg3 na podstawie obrazów z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej o wysokiej rozdzielczości.

## 2. METODYKA BADAŃ

Do badań użyty został stop PA11 jest to stop typu aluminium-magnez według normy PN-79/H-88026 natomiast według normy EN 573-3 zapisuje się następująco EN-AW-5754, zapis symbolami chemicznymi będzie przedstawiał się następująco EN-AW-AlMg3. Skład chemiczny przedstawia tablica 1, natomiast własności mechaniczne tablica 2. Materiał dostarczony jest po obróbce cieplnej w postaci wyciętego z kęśiska okrągłego o średnicy 16 mm.

Tablica 1. Skład chemiczny badanego stopu PA11

Table 1. Chemical composition of the investigated PA11 alloy

Pierwiastek	Si	Fe	Cu	Mn
Jednostka	Max %	Max %	Max %	Max %
Udział	0,4	0,4	0,1	0,5
Pierwiastek	Cr	Ni	Zn	Ti
Jednostka	Max %	Max %	Max %	Max %
Udział	0,3	-	0,2	0,15
Pierwiastek	V	Al	Mg	Ga
Jednostka	Max %	reszta	Max %	Max %
Udział	-	0,1-0,6Mn+Cr	3,6	-

Tablica 2. Własności mechaniczne badanego stopu PA11.

Table 2. Mechanical properties of the investigated PA11 alloy

Stan stopu	Granica plastyczności $R_{p0,2}$ , min. MPa	Wytrzymałość na rozciąganie $R_m$ , MPa	Wydłużenie $A_5$ , min. %
wyżarzony	100	240	3

Obróbka cieplna polegała na przesycaaniu i następnym starzeniu przyspieszonym. Proces przesycaania przeprowadzono w 600°C przez trzy godziny, z następnym oziębianiem w wodzie zimnej w temperaturze 2÷5°C. Starzenie przyspieszone przeprowadzono w temperaturze 160°C w czasie 12 h. W celu otrzymania możliwie jak najwierniejszego, pełnego obrazu struktury materiału należało zwrócić uwagę na stan, postać oraz przeznaczenie materiału. Do badań mikroskopowych zastosowano próbki o średnicy 3 mm i grubości 80 µm. Ostateczną małą grubość uzyskiwano poprzez pocienianie końcowe przy użyciu ścieniarki jonowej przedstawionej na rysunku 1. Jest precyzyjnym urządzeniem przeznaczonym do wytwarzania wysokiej jakości próbek na transmisyjny mikroskop elektronowy. Próbki na ścieniarce jonowej zostały pocienione według danych przedstawionych w tablicy 3.

Obserwacje przeprowadzono na transmisyjnym mikroskopie elektronowym firmy JEM 3010, który oferuje duże możliwości techniczne, które sprawiają, że jest ważnym narzędziem w inżynierii materiałowej i nie tylko (rys. 2).



Rysunek 1. Ścieniarka jonowa firmy Gatan 691 PIPS

*Figure 1. Ion polishing device Gatan 691 PIPS*

Tablica 3. Parametry pocienienia końcowego cienkich folii na ścieniarce jonowej Gatan 691 PIPS  
*Table 3. Final thinning parameters of this foils on the Gatan 691 PIPS ion mill*

Parametr	Wartość	
Kąt padania jonów argonu	6°	3°
Energia	3,8 keV	3,2 keV
Czas	180 min	15 min
Ciśnienie padania argonu	1,42 bar	1,42 bar



Rysunek 2. Transmisyjny mikroskop elektronowy 3010 JEM firmy JEOL

Figure 2. Transmission electron microscope 3010 JEM from JEOL

W nim wytwarza się i formuje wiązkę elektronów mającą na celu prześwietlenie preparatu. Bezpośrednio na ekranie możliwe jest obserwowanie podających elektronów, dzięki pozostałemu oprzyrządowaniu można analizować również pozostałe. Wśród cech istotnych jest aktywny goniometr z napędem na pięć osi, bezpośrednio połączony z pompą jonów piec pełniący funkcję czystego środowiska próbki i sterowane komputerowo zarządzania i przechowywania danych. Przechwycenie obrazu z mikroskopu odbyło się za pomocą programu Digital Micrograph 2.5 przy parametrach mikroskopu przedstawionych w tablicy 4.

Tablica 4. Parametry transmisyjnego mikroskopu elektronowego JEOL 3010 JEM

Table 4. Parameters of the transmission electron microscope JEOL 3010 JEM

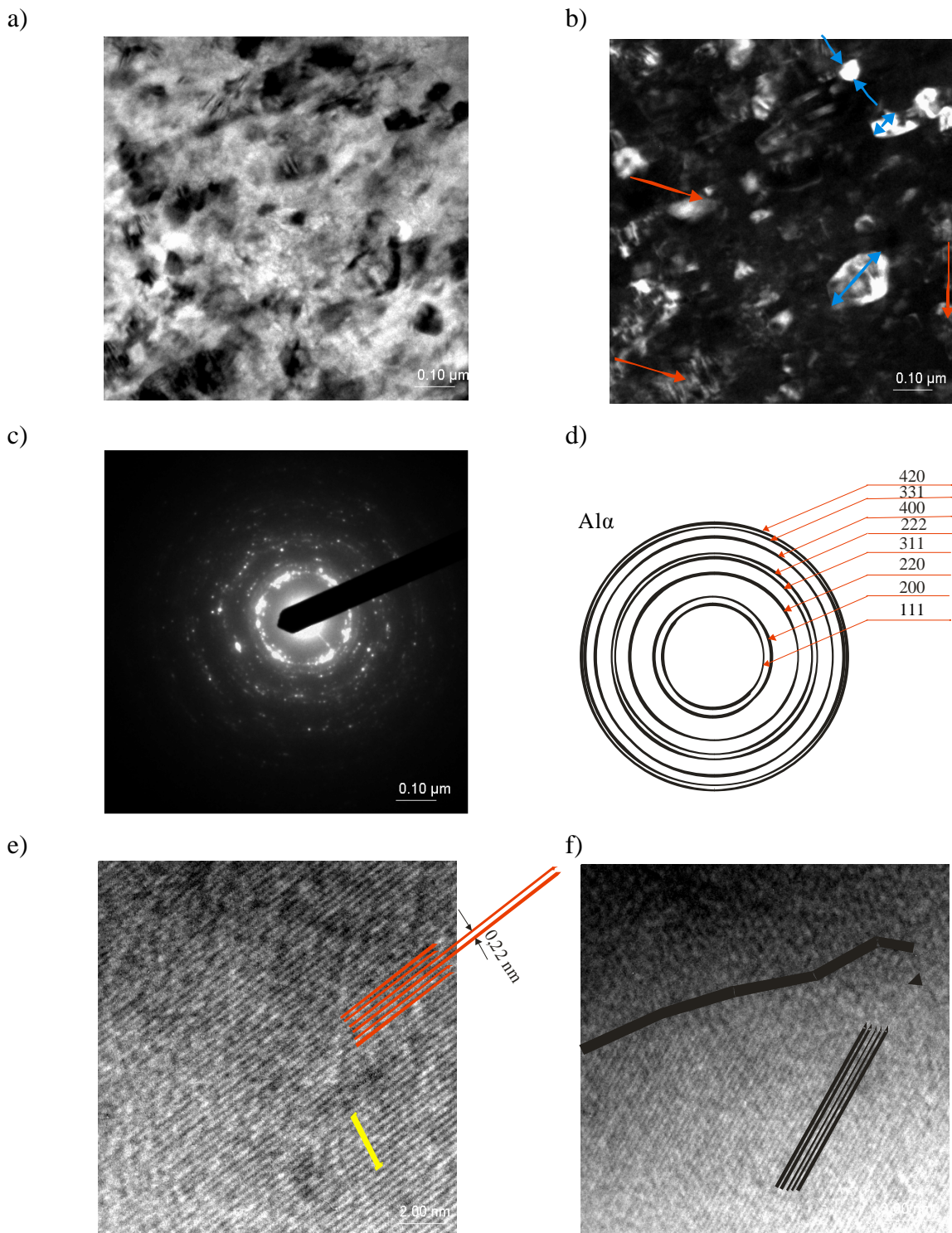
Parametr	Wartość
Rozdzielczość liniowa	0,17 nm punktowa, 0,24 nm liniowa
Napięcie przyspieszające	300 kV
Napęd	5 osiowy
Sterowanie	w pełni cyfrowe, mechaniczne sterowanie przysłoną
Zakres powiększeń	4000÷1.500.000 x
Obiektyw	2,5 mm długość ogniskowej Cs 0,6 mm, 1,3 mm DW, minimalne 1 Nm krok ostrości
Wielkość plamki	trybie 200 ~ 20 nm dla 5 stopni

### 3. ANALIZA WYNIKÓW DO BADAŃ

Przeprowadzono szereg badań na transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Obliczeń dokonano za pomocą programu ELDyf 2.1. Aluminium krystalizuje w sieci regularnej ściennie centrowanej typu A1 o parametrze sieci 0,40408 nm. Na rysunku 3c przedstawiono elektronogram struktury polikrystalicznej refleksów padających od płaszczyzn sieci odwrotnej. Dla uzyskania dobrego obrazu wysokorozdzielczego konieczne jest dokładne wycentrowanie mikroskopu oraz ustawienie kompresji astygmatyzmu, pochylenie preparatu by refleksy miały dużą intensywność. Przystosowana selektywna ma średnicę 1  $\mu\text{m}$  w celu zwiększenia kontrastu. Na dyfraktogramie zidentyfikowano osiem okręgów (rys. 3d). Na podstawie pomiarów został otrzymany wynik parametru sieci 4,05 Å gdzie różnica od wartości przyjętej dla aluminium wynosi zaledwie 0,01 Å dla płaszczyzny 200 co jest bardzo dobrym wynikiem. Różnica może wynikać m.in. z niedokładności zapisu i pomiaru. Obserwacja w polu jasnym (rys. 3a) polega na oświetleniu preparatu uformowaną kondensatorem wiązką promieni świetlnych. Promienie świetlne są ułożone w postaci stożka i padając na preparat są objęte aperturą obiektywu. W wyniku różnic w absorpcji i rozpraszaniu światła przez elementy oświetlanego preparatu soczewka obiektywu tworzy pierwszy obraz pozorny powiększany przez soczewkę pośrednią i projekcyjną, który jest ostatecznie rzutowany na ekran. Zmianę powiększenia uzyskuje się poprzez zmianę ogniskowej soczewki pośredniej. W polu ciemnym (rys. 3b) specjalna konstrukcja kondensatora umożliwia formowanie wiązki prawie równoległej do powierzchni preparatu. Szczątkowe oświetlenie wiązki wychodzącej z kondensatora odbija się od brzegów preparatu tworząc u obserwatora obraz jasnych elementów na ciemnym tle. Jasne obszary przedstawiają krystality o kształcie globulicznym w przedziale o średnicy od 0,05  $\mu\text{m}$  do 0,19  $\mu\text{m}$  ze średnią wartością ok. 0,08  $\mu\text{m}$ , które zaznaczono strzałkami. Obszary białe na czarnym tle są utworzone przez wiązkę ugiętą. Na rysunku 3f widoczny jest obraz wysokorozdzielczy z widomymi rzędami atomów badanej fazy. W celu obliczenia odległości międzypłaszczyznowej został zaznaczony odcinek umieszczony prostopadle do rzędów atomów. Na długości wynoszącej 2 nm odcinka zostały policzone rzędy atomów w liczbie 9. Następnie podstawiając do wzoru poniżej uzyskano wartość odległości międzypłaszczyznowej.

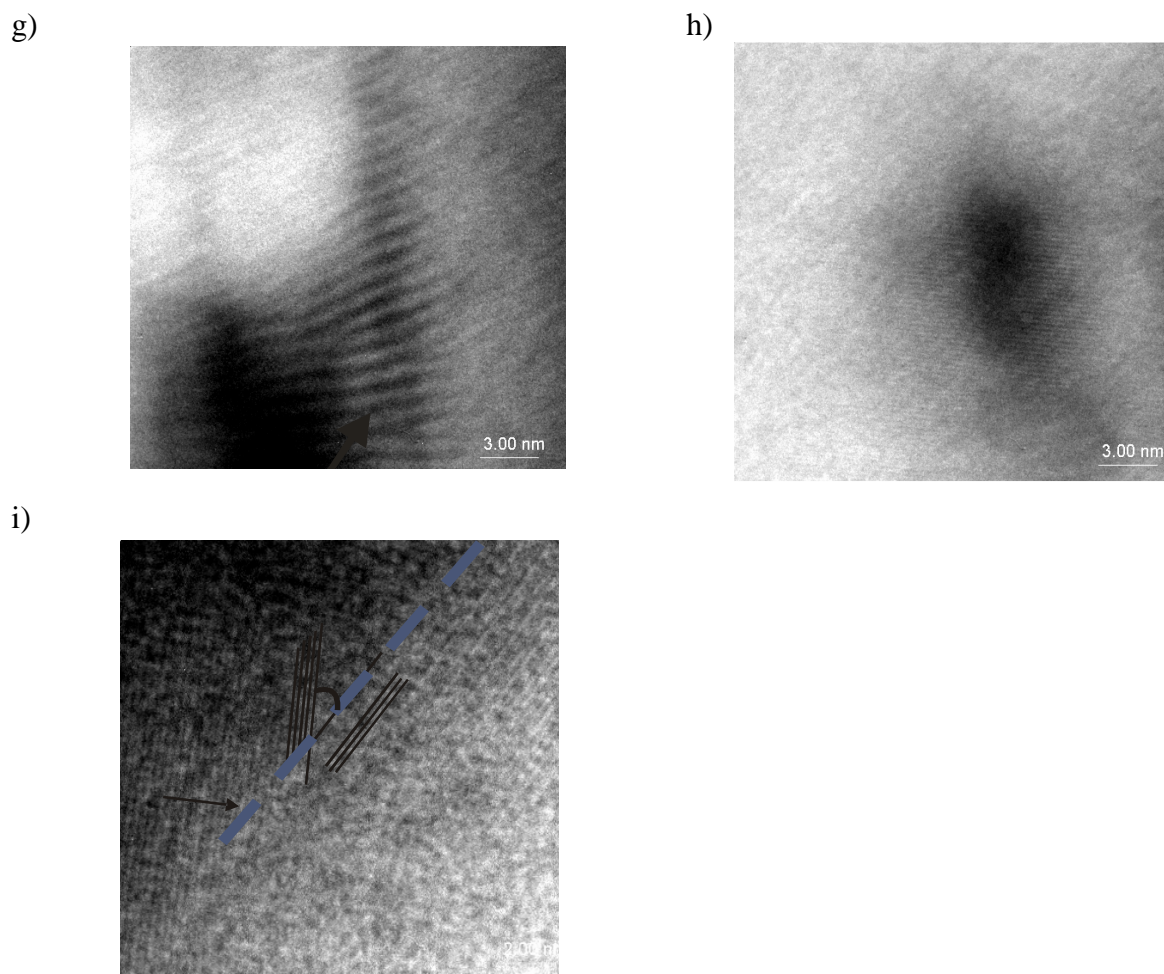
$$d_{hkl} = \frac{2 \text{ nm}}{9 \text{ ilość rzędów atomów}} \cdot 10$$

Odległość międzypłaszczyznowa wynosząca 2,2 Å odpowiada płaszczyźnie (111). Błąd rozbieżności wyniósł 0,1383 Å. Błąd jest większy od błędu wyliczonego na elektronogramie. Taka rozbieżność wynika z błędów odwzorowania i niedokładności zapisu na mikroskopie. Wyliczona wartość parametru sieci różni się znacznie od wartości oczekiwanej 0,40408 nm czyli 4,0408 Å. Różnica między obiema wartościami wynosi aż 0,2303 Å. Zatem uzyskana wartość parametru sieci wskazuje na metodę uzyskaną przez badania o wysokiej rozdzielczości.



Rysunek 3. a) struktura materiału z widocznymi krystalitami, pole jasne, b) krystality Al, pole ciemne c) elektronogram cienkiej folii z obszarem polikrystalicznym d) rozwiązanie elektrografu e) obraz mikrostruktury w powiększeniu  $1 \times 10^6$  f) granica obszaru krystalicznego  
 Figure 3. a) structure of the material, bright field, b) Al crystallites, dark field, c) polycrystalline area diffraction pattern, d) solution of the diffraction pattern, e) microstructure magnified  $1 \times 10^6$ , f) crystalline area boundary





Rysunek 3. g) prążki moiré, h) obraz mikrostruktury z płaszczyznami sieciowymi, i) obraz mikrostruktury z widoczną granicą ( $40^\circ$ ) oraz widocznymi rzęдами atomów  
*Figure 3. g) moiré pattern, h) microstructure with lattice plains, i) ( $40^\circ$ ) boundary of the structure*

#### 4. PODSUMOWANIE

Przeprowadzone badania pozwoliły na stwierdzenie, że na podstawie obliczeń dyfrakcji elektronowych uzyskano wartość parametru sieci wynoszącą  $4,05 \text{ \AA}$  z różnicą  $0,01 \text{ \AA}$  parametru do wartości teoretycznej. Natomiast na podstawie pomiarów wykonanych za pomocą zdjęć wysokiej rozdzielczości uzyskano wartość parametru sieci  $3,81 \text{ \AA}$  która odbiega o  $0,2303 \text{ \AA}$  od wartości teoretycznej. Wynika to z błędów odwzorowania i niedokładności zapisu na mikroskopie. Analiza zdjęć zrobionych na transmisyjnym mikroskopie elektronowym pozwala na optymalny dobór warunków przygotowania cienkiej folii oraz prowadzenie badań w trybie wysokiej rozdzielczości. Użycie mniejszego kąta padania jonów argonu przy założeniu dłuższego czasu pozwoliło uzyskać większy obszar pocieniony. Na podstawie zdjęć wysokiej rozdzielczości możliwe jest zmierzenie wartości kąta granic międzyfazowych.

**LITERATURA**

1. L.A. Dobrzański, E. Hajduczek, Mikroskopia świetlna i elektronowa, Wyd. II, Wydawnictwo Naukowo Techniczne, Warszawa, 1987.
2. J. Adamczyk, Inżynieria materiałów metalowych, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2004.
3. K. Bolanowski, Preparatyka w badaniach metalograficznych, Wydawnictwo Politechniki Świętokrzyskiej, Kielce, 2000.
4. J. Marciniak, Ćwiczenia laboratoryjne z metaloznawstwa, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2001.
5. T. Tański, K. Labisz, J. Szewczenko, TEM Investigations of (Ti, Si)N layer coated on magnesium alloy using PVD technique, Solid State Phenomena 203-204 (2013) 198-203.