

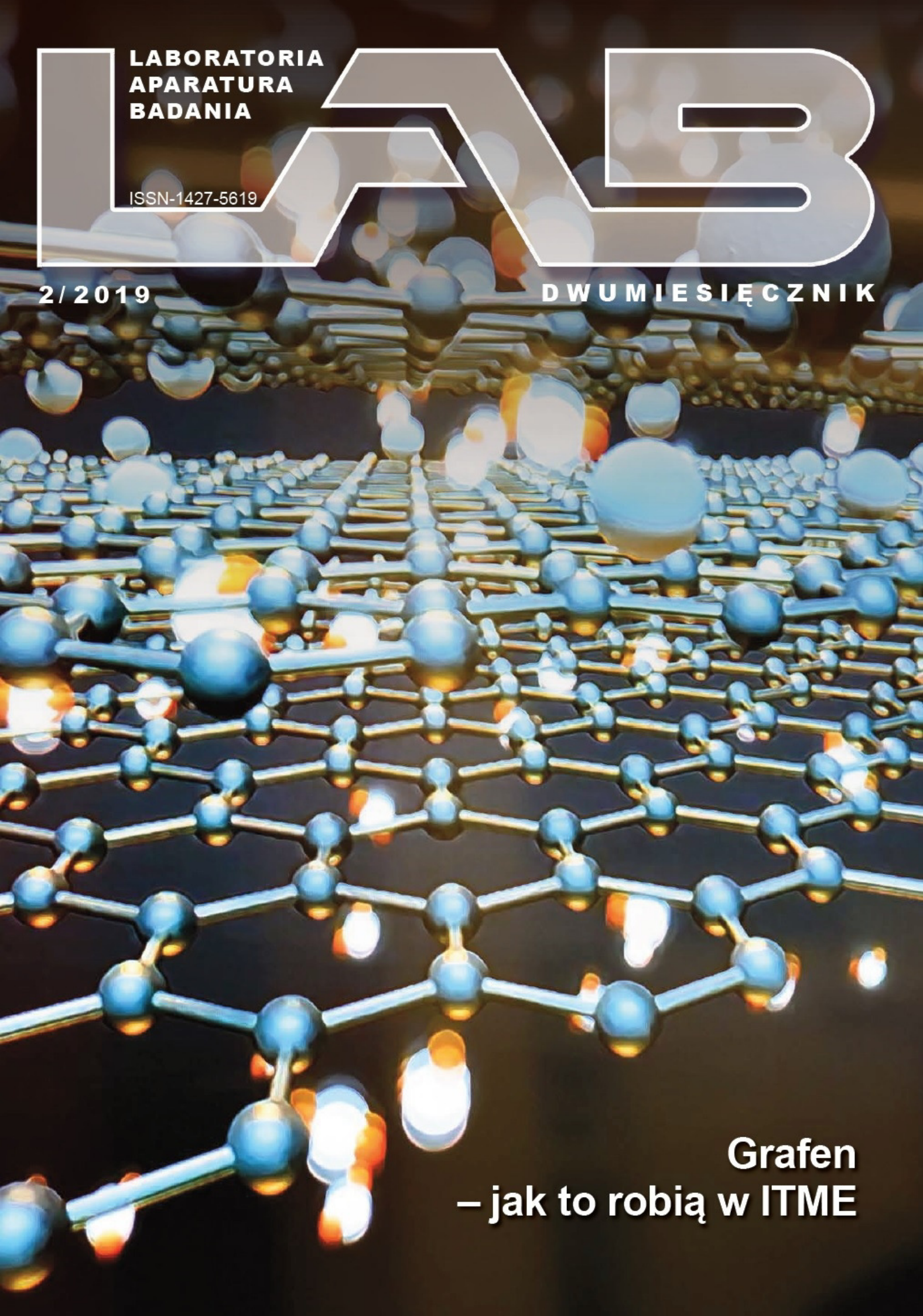
**LABORATORIA
APARATURA
BADANIA**

ISSN-1427-5619

LAB

2 / 2019

DWUMIESIĘCZNIK



**Grafen
– jak to robią w ITME**

Zastosowanie skaningowej mikroskopii elektronowej w badaniach materiałów inżynierskich

Paulina Boryło*, Liwia Sozańska-Jędrasik**, Klaudiusz Gołombek***

Po raz pierwszy idea konstrukcji mikroskopu, w którym obraz powierzchni powstaje dzięki skanowaniu wiązką elektronową została opublikowana w 1935 r. przez niemieckiego fizyka M. Knoll'a. Zdolność rozdzielcza ówczesnego mikroskopu wynosiła zaledwie 100µm, jednak był to znaczący postęp w rozwoju tej dziedziny techniki. W roku 1940 w Stanach Zjednoczonych stworzono pierwszy detektor elektronów wtórnych (ang. *Secondary Electrons, SE*), który szerzej zostanie opisany w dalszej części tego artykułu. Umożliwił on uzyskanie zdolności rozdzielczej wynoszącej 1µm, ale szybko udało się ją zwiększyć do 50nm. Pierwszy komercyjny system mikroskopii elektronowej skaningowej (ang. *Scanning Electron Microscopy, SEM*) został zaproponowany przez firmę Cambridge Scientific Instruments Ltd. w 1965r., natomiast rok później swój system zaprezentowała japońska firma JEOL. Następstwem tych wydarzeń było rozpowszechnienie mikroskopii SEM, która szybko stała się jednym z podstawowych narzędzi badawczych w materiałoznawstwie. Wynika to przede wszystkim z łatwości przygotowania prepa-

ratów, bezkonkurencyjnej głębi ostrości obrazu oraz jakości uzyskiwanych wyników.

W Laboratorium Badania Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, należącym do Instytutu Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych Politechniki Śląskiej w Gliwicach, użytkowany jest skaningowy mikroskop elektronowy Supra 35 firmy Carl Zeiss (rys. 1) wyposażony w detektor elektronów wtórnych (SE2 oraz In-lens) oraz wstecznie rozproszonych (QBSD). Mikroskop ten posiada zainstalowane także spektrometry dysper-

sji energii (EDS) i długości fali (WDS) oraz detektor dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) firmy EDAX.

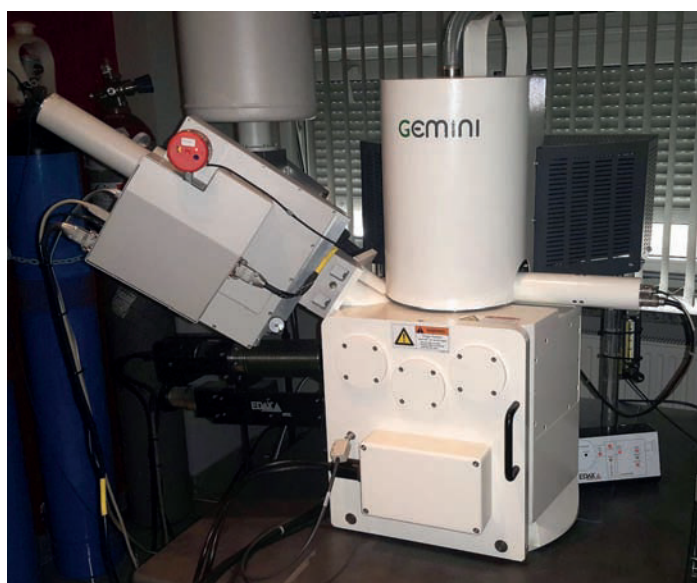
W mikroskopii świetlnej do uzyskania obrazu wykorzystywane jest światło widzialne o długości fali z zakresu od 380 do 740nm, co daje maksymalną zdolność rozdzielczą na poziomie 200nm. W przypadku mikroskopii elektronowej wiązkę światła widzialnego zastąpiono wiązką elektronów, która charakteryzuje się znacznie mniejszą długością fali. Jest to istotne ponieważ – zgodnie ze wzorem Abby'ego

– im krótsza długość fali, tym większa jest możliwa do uzyskania zdolność rozdzielcza, czyli większe maksymalne powiększenie obrazowanej struktury.

Wiązka elektronowa charakteryzuje się dualizmem korpuskularno-falowym. Elektrony z reguły zachowują się jak cząstki, jednak w niektórych sytuacjach ich zachowanie jest charakterystyczne jak dla fal. Dzięki tym własnościom możliwe jest zastosowanie wiązki elektronów do obrazowania w mikroskopii elektronowej. Możliwość zmiany napięcia przyspieszającego pozwala na uzyskanie różnych długości fal, znacznie krótszych niż w mikroskopii świetlnej, co skutkuje uzyskaniem znacznie lepszej rozdzielczości, nawet rzędu 0,1nm.

Podczas skanowania powierzchni badanej próbki wiązką elektronową, zwaną elektronami pierwotnymi (ang. *Primary Electrons, PE*), następuje jej interakcja z badanym materiałem, której skutkiem jest emisja szeregu sygnałów (rys. 2), dostarczających różnych informacji na temat badanego obszaru.

Przy obrazowaniu powierzchni badanego materiału, tak samo jak podczas analizy jego



Rys. 1 Skaningowy mikroskop elektronowy Supra 35 firmy Zeiss z dołączonymi detektorami EDS oraz WDS firmy EDAX (Laboratorium Badania Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych)

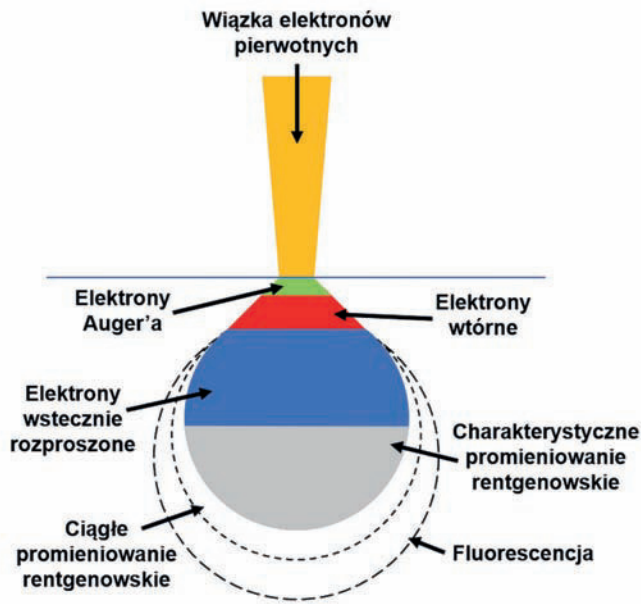


składu chemicznego, istotny wpływ na uzyskiwane rezultaty mają takie warunki badania jak: wartość napięcia przyspieszającego, średnia wartość liczby atomowej badanego obszaru czy też kąt pochylenia próbki względem wiązki elektronów. Od wyżej wymienionych czynników zależy głębokość pochodzenia emitowanych z próbki sygnałów. Szersze omówienie tego zagadnienia wraz z przykładami można znaleźć w pozycji [1].

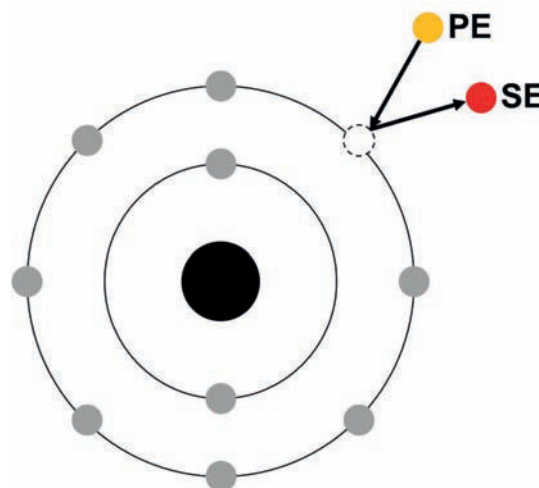
W przypadku mikroskopii SEM do najczęściej wykorzystywanych sygnałów należą: elektrony wtórne i wstecznie rozproszone (ang. *Back Scattered Electron*, BSE) oraz charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie.

Detekcja sygnałów SE oraz BSE wykorzystywana jest do obrazowania badanej powierzchni, struktury oraz jej morfologii, natomiast charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie dostarcza informacji na temat ilościowego oraz jakościowego składu chemicznego analizowanego mikroobszaru. Dodatkowo sygnał BSE może ujawnić budowę krystalograficzną oraz kompozycję fazową badanej próbki.

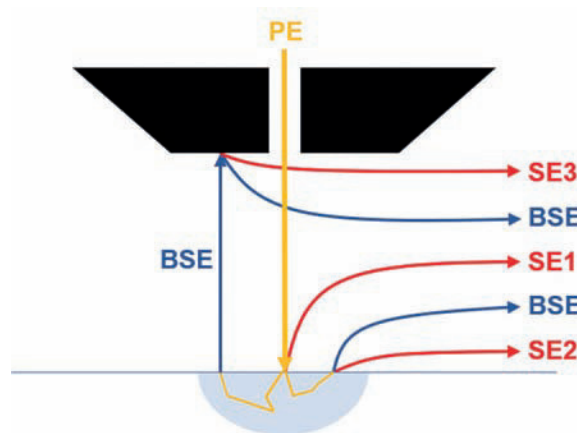
Elektrony wtórne (rys. 3) powstają w wyniku nieelastycznego (niesprężystego) rozpraszania elektronów pierwotnych przez jądra atomów oraz elektrony pasma walencyjnego badanego materiału. Sygnał SE jest tworzony przede wszystkim przez elektrony pochodzące z badanego materiału; charakteryzują się one energią poniżej 50 eV. Ze względu



Rys. 2. Schemat emisji poszczególnych sygnałów przez próbkę w wyniku interakcji z wiązką elektronową



Rys. 3. Schemat powstawania elektronów wtórnych



Rys. 4. Schemat pochodzenia poszczególnych rodzajów elektronów wtórnych

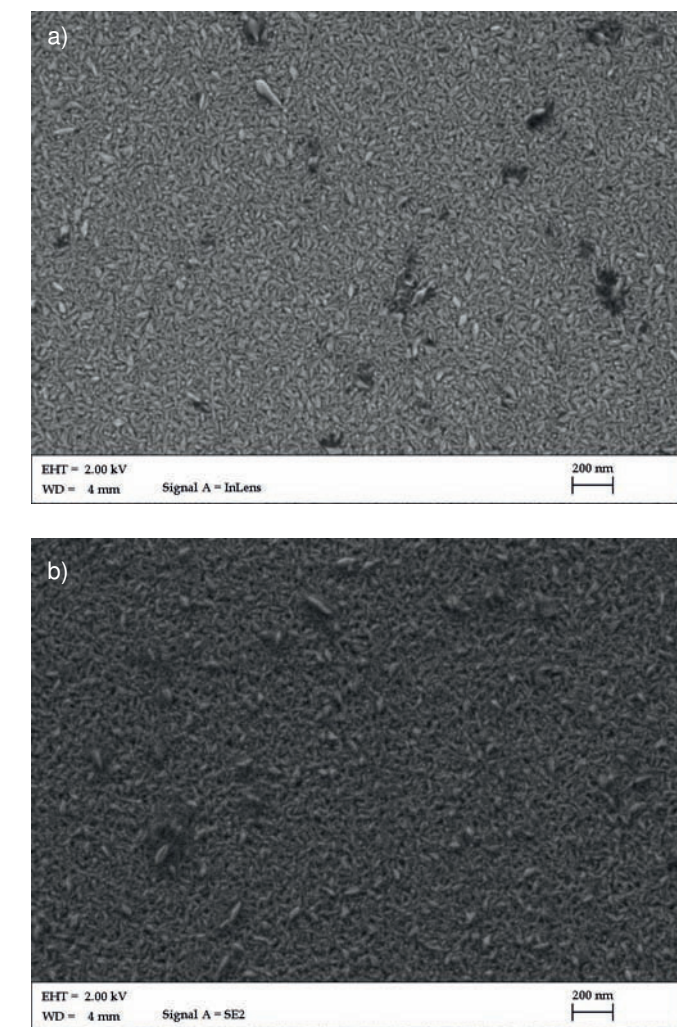
na wartość tej energii, sygnał SE pochodzi z obszaru znajdującego się blisko powierzchni próbki. Detekcja tych elektronów dostarcza głównie informacji odnośnie topografii powierzchni badanego obszaru. Więcej elektronów będzie emitowanych z obszarów położonych wyżej – wypukłych, natomiast w przypadku obszarów położonych niżej – wklęsłych – ilość generowanego sygnału będzie znacznie mniejsza.

Do detekcji elektronów wtórnych mogą być wykorzystywane dwa rodzaje detektorów elektronów wtórnych: Everharta-Thornleya (E-T), umieszczony w pobliżu preparatu w komorze mikroskopu pod pewnym kątem do powierzchni próbki oraz wewnątrzsoczewkowy (In-lens, w zależności od producenta może występować pod inną nazwą), umieszczony powyżej próbki w kolumnie mikroskopu.

Obecnie najpowszechniej używany do detekcji sygnału SE oraz BSE jest detektor typu E-T lub SE2, co jest związane z miejscem pochodzenia elektronów SE (rys. 4). Detektor ten umożliwia bardzo dobre wzmocnienie sygnału użytecznego przy bardzo niskim poziomie szumów. Wzbudzone z próbki elektrony wtórne zostają skierowane przez napięcie przyłożone do kolektora w kierunku powierzchni scyntylatora, gdzie następnie są przyciągane i przyspieszane przez potencjał samego scyntylatora. Elektrony uderzając w scyntylator powodują emisję fotonów, które są kierowane do fotopowielacza umożliwiającego uzyskanie sygnału elektrycznego,

proporcjonalnego do wartości pierwotnej energii niesionej przez sygnał SE z próbki. Do kolektora może być przyłożone napięcie z zakresu $-250\text{ V} \div +400\text{ V}$, a przyłożenie odpowiedniej wartości napięcia umożliwia filtrację sygnału docierającego do detektora. Przy wartości potencjału -50 V następuje detekcja tylko elektronów BSE przez odfiltrowanie sygnału SE. Natomiast w przypadku obrazowania SE, wartość potencjału powinna wynosić powyżej $+250\text{ V}$. Dla większości standardowych zastosowań potencjał kolektora jest ustawiony na domyślną wartość $+300\text{ V}$.

Drugi z wspomnianych detektorów SE, tj. detektor In-lens umiejscowiony jest wewnątrz obiektywu mikroskopu, bezpośrednio na drodze wiązki elektronów pierwotnych, gdzie też odbywa się detekcja elektronów wtórnych. Reaguje on głównie na sygnał powstający bezpośrednio lub bardzo blisko miejsca interakcji wiązki PE z materiałem. Są to zazwyczaj sygnały typu SE1 i SE2 (rys. 4). Geometryczne umiejscowienie detektora SE ułatwia tego typu obrazowanie i pozytywnie wpływa na jego efektywność. Wyemitowane elektrony wtórne są przyspieszane i kierowane na powierzchnię scyntylatora poprzez pole elektromagnetyczne obecne wewnątrz obiektywu mikroskopu. Po uderzeniu elektronu w scyntylator generowane są fotony, które trafiają następnie przez światłowód do fotopowielacza. Na wyjściu fotopowielacza uzyskiwany jest wzmocniony sygnał elek-



Rys. 5. Topografia powierzchni cienkiej warstwy ZnO wytworzonej metodą ALD przy napięciu przyspieszającym 2 kV: a) detektor In-lens; b) detektor SE2

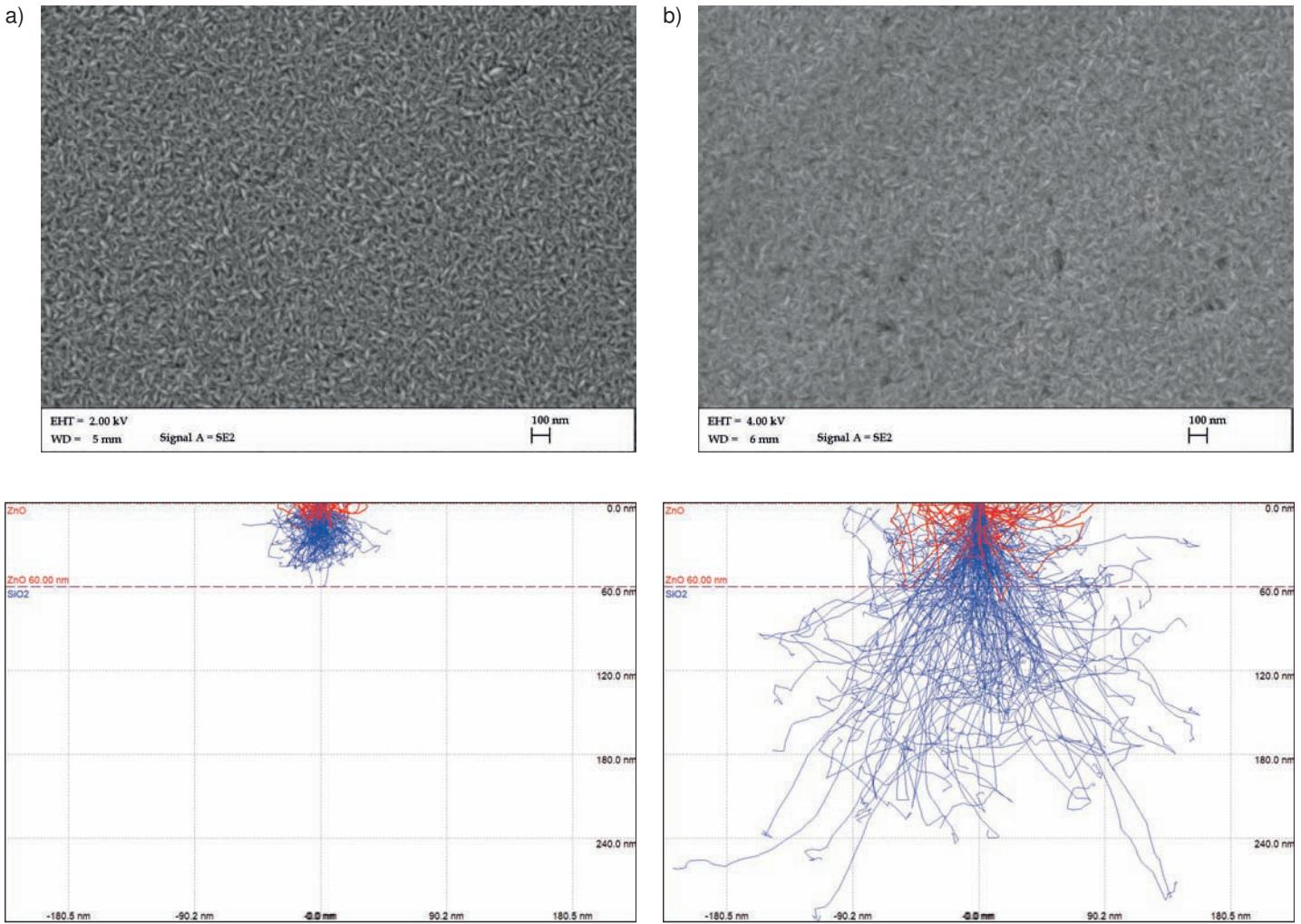
troniczny proporcjonalny do sygnału wejściowego elektronów SE. Reasumując, zasada działania samego detektora In-lens jest bardzo podobna do detektora SE2. Jego sprawność w dużej mierze zależy od odległości roboczej, będącej jednym z najważniejszych czynników decydujących o stosunku sygnału do szumu oraz wydajności detektora. Odległość robocza powinna być dobierana w zależności od geometrii próbki oraz stosowanego napięcia przyspieszającego, jednak nie powinna wynosić więcej

niż 10 mm. Największą zaletą detektora In-lens jest wysoka skuteczność detekcji sygnału SE przy niskich wartościach napięcia przyspieszającego. Kolejnym istotnym czynnikiem wpływającym na jakość detekcji jest kąt pochylenia próbki.

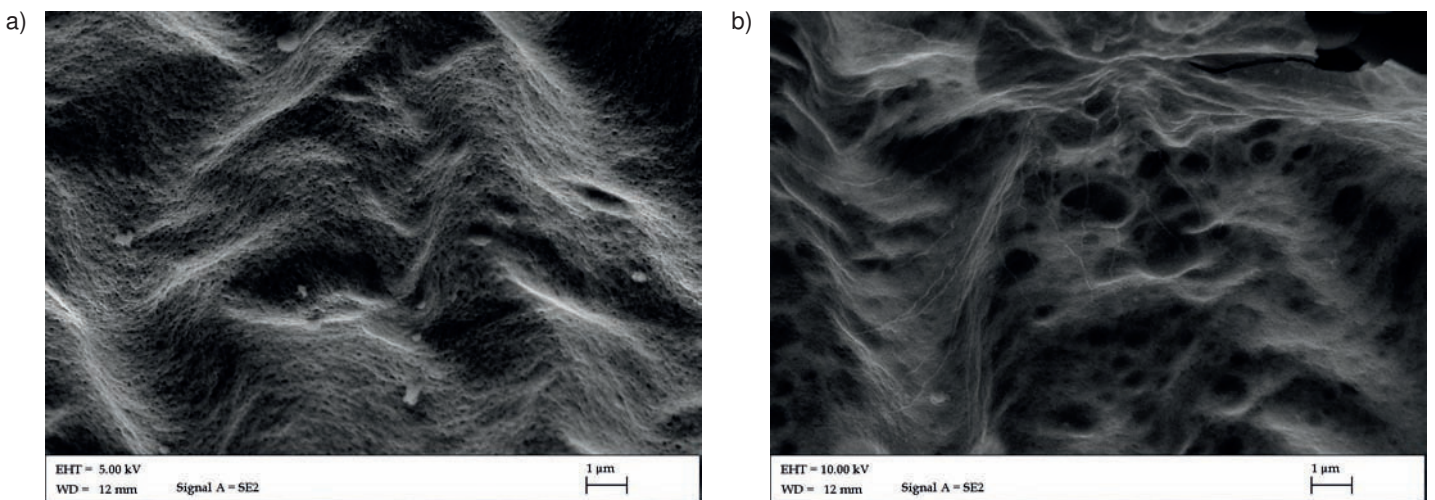
Wybór odpowiedniego detektora jest zależny przede wszystkim od materiału próbki oraz warunków badania. W przypadku materiałów „wrażliwych” na działanie wiązki elektronicznej, takich jak np. polimery lub preparaty biologiczne, czy też w przypadku, gdy istotna jest

minimalizacja stopnia penetracji w głąb próbki przez wiązkę elektronów pierwotnych – teoretycznie lepszym wyborem będzie detektor In-lens, użyty przy niskich wartościach napięcia przyspieszającego. Natomiast w przypadkach, gdy stosowane są wyższe wartości napięcia przyspieszającego, teoretycznie lepiej sprawdzi się detektor SE2. W rzeczywistości wybór detektora zależy przede wszystkim od oczekiwanego efektu końcowego, czyli tak naprawdę od subiektywnej decyzji Użytkownika systemu.

Na rys. 5-7 przedstawiono porównanie obrazów uzyskanych z wykorzystaniem opisanych detektorów: rys. 5 oraz 6 przedstawiają cienkie warstwy tlenku cynku wytworzone metodą osadzania warstw atomowych (ang. *Atomic Layer Deposition*, ALD) na podłożu szklanym; grubość badanych warstw wynosi 200nm. Na rys. 5 przedstawiono porównanie obrazów powierzchni wykonanych detektorami In-Lens (rys. 5a) oraz SE2 (rys. 5b). Natomiast na rys. 6 przedstawiono zestawienie obrazów uzyskanych przy pomocy detektora SE2 przy różnych wartościach napięcia przyspieszającego, tj. 2kV (rys. 6a) oraz 4kV (rys. 6b). W celu zobrazowania różnicy w głębokości oddziaływania wiązki PE dołączono także symulacje zachowania wiązki w badanym materiale przeprowadzone z wykorzystaniem programu Casino [2]. Rys. 7 z kolei przedstawia powierzchnię „spalonej” folii aluminiowej obrazowanej przy różnych wartościach napięcia przyspieszającego: 5 kV (rys. 7a)



Rys. 6. Topografia powierzchni cienkiej warstwy ZnO wytworzonej metodą ALD przy użyciu detektora SE2 wraz z uproszczoną symulacją głębokości interakcji wiązki pierwotnej [2] dla wartości napięcia przyspieszającego: a) 2 kV; b) 4 kV



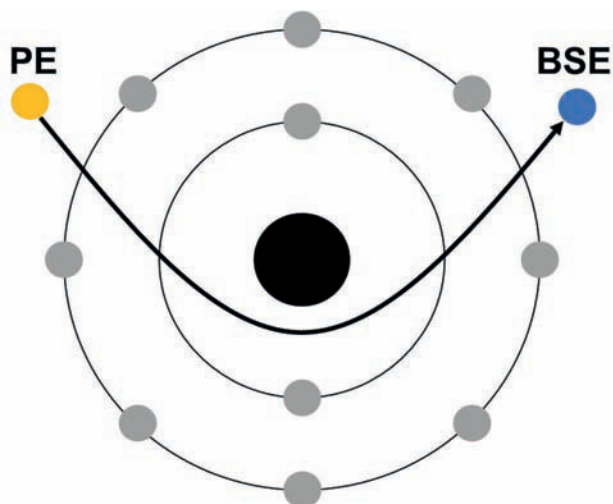
Rys. 7. Topografia powierzchni spalonej folii aluminiowej przy użyciu detektora SE2 dla wartości napięcia przyspieszającego: a) 5 kV; b) 10k V

oraz 10 kV (rys. 7b). Przypadek ten pokazuje istotny wpływ parametrów obrazowania na uzyskane rezultaty.

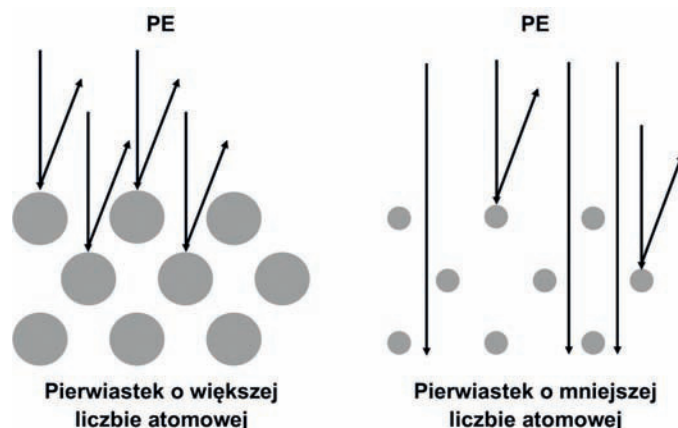
Elektrony wstecznie rozproszone (rys. 8) powstają w wyniku elastycznego (sprężystego) rozpraszania elektronów pierwotnych przez materiał próbki w polu kolumbowskiem jądra atomu, w wyniku którego następuje znaczna zmiana trajektorii ruchu elektronu pierwotnego bez znaczącej utraty energii. Zjawisko to jest nazywane rozpraszaniem Rutherforda.

Elektrony BSE mogą dostarczyć informacji zarówno o topografii powierzchni badanego preparatu, jego kompozycji chemicznej, jak i budowie wewnętrznej (strukturze krystalicznej). Do detekcji sygnału BSE, poza wcześniej wspomnianym detektorem SE2, wykorzystywane są również inne detektory, a wśród nich: BSD (ang. *BackScatter Detector*), pracujący w trybie topograficznym i/lub kompozycyjnym oraz EBSD (ang. *Electron BackScatter Diffraction*) rejestrujący dyfrakcję elektronów BSE.

W przypadku detekcji sygnału BSE w trybie kompozycyjnym (rys. 9) znaczenie ma średnia wartość liczby atomowej (Z) próbki. Obszary o większej średniej wartości liczby Z będą emitować więcej sygnału (obszary jaśniejsze) niż obszary o mniejszej wartości liczby Z (obszary ciemniejsze). Relacja jasny obraz – duża liczba atomowa, ciemny obraz – niska liczba atomowa jest prawdziwa tylko przy „dodatniej” polaryzacji diod detektora. Kontrast ten dostarcza



Rys. 8. Schemat powstawania elektronów wstecznie rozproszonych



Rys. 9. Schemat powstawania sygnału kompozycyjnego

informacji o rozmieszczeniu obszarów różniących się średnią liczbą atomową. W trybie topograficznym obrazowanie powierzchni próbki odbywa się podobnie jak w przypadku elektronów SE, lecz sygnał BSE jest znacznie słabszy.

W przypadku detekcji EBSD wykorzystywane jest zjawisko dyfrakcji elektronów BSE na płaszczyznach krystalograficznych w przypowierzchniowej warstwie badanego materiału. Głębokość pochodzenia sygnału, podobnie jak w innych przypadkach, zale-

ży od napięcia przyspieszającego oraz od średniej liczby atomowej badanego obszaru. Najlepsze rezultaty przy detekcji EBSD uzyskuje się przy pochyleniu próbki pod kątem 70° względem jednej z osi X lub Y stolika (przy założeniu, że normalnie gdy osie X i Y stolika są prostopadłe do wiązki elektronowej, nachylenie preparatu wynosi 0°). Podstawą wystąpienia zjawiska dyfrakcji jest spełnienie przez wiązkę pierwotną oraz struktura krystaliczną prawa Bragga.

Jak wcześniej wspomniano, detektor BSD może być stosowany do obrazowania w trybie kompozycyjnym oraz topograficznym. Wydajność detektora jest określana głównie przez napięcie przyspieszające, wybraną odległość roboczą i orientację próbki w stosunku do detektora. Elementem czułym tego detektora jest półprzewodnikowy pierścień (złącze p-n) pozwalający na skuteczne zbieranie elektronów wstecznie rozproszonych. Pole powierzchni tego detektora jest względnie duże, aby możliwa była detekcja jak największej liczby elektronów BSE. Wprowadzany jest on poniżej obiektywu, bezpośrednio nad próbkę; położenie to zapewnia bardzo duży kąt bryłowy, wykorzystywany do wykrywania elektronów BSE. Sposobem detekcji (interakcji elektronów BSE z powierzchnią detektora) jest powstanie par elektron-dziura w półprzewodniku, w wyniku czego inicjowany jest przepływ prądu elektrycznego, proporcjonalny do ilości powstających par, który następnie może zostać poddany dalszej obróbce elektronicznej. Sugerowana odległość robocza przy pracy z detektorem BSE wynosi około 9 mm. Wydajność detektora zmniejsza się znacząco przy niskiej wartości napięcia przyspieszającego ($\leq 3\text{kV}$). W przypadku ciężkich pierwiastków, przy niskich wartościach napięcia przyspieszającego detekcja nie nastąpi, ponieważ przy tak niskiej energii wiązki PE nie nastąpi wzbudzenie elektronów BSE. Ze względu na kąt widzenia detektora BSE, orientacja skanowanej



powierzchni preparatu (powierzchnia preparatu powinna być maksymalnie równoległa ustawiona w stosunku do powierzchni detektora), decyduje o skuteczności wykrywania elektronów.

Na rys. 10 przedstawiono porównanie obrazów uzyskanych przez detektor BSD pracujący w trybach: kompozycyjnym (rys. 10a) i topograficznym (rys. 10b) oraz detektor SE2 (rys. 10c).

Zastosowanie w mikroskopii SEM detektora EBSD umożliwia identyfikację faz materiału, wyznaczanie parametrów ziarn, takich jak ich wielkość czy kształt oraz określanie ich orientacji krystalograficznej (mikroskopia orientacji OIM®) – jest to zautomatyzowana metoda EBSD, umożliwiającą przedstawienie wyników rejestracji orientacji krystalograficznej w postaci: map orientacji, profili dezorientacji, figur biegunowych (PF), odwrotnych figur biegunowych (IPF), czy funkcji rozkładu orientacji (ODF).

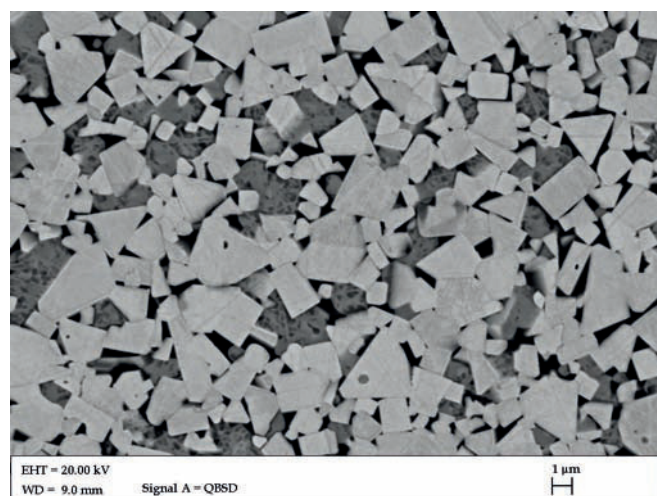
Technika EBSD wymaga bardzo precyzyjnego przygotowania powierzchni badanego materiału: powierzchnia musi charakteryzować się bardzo wysoką gładkością – w przeciwnym razie nawet najmniejsza chropowatość może spowodować powstawanie efektu cienia (ang. *shadowing effect*), mogącego znacznie utrudnić lub całkowicie uniemożliwić prawidłowe zidentyfikowanie zacienionego obszaru.

Rys. 11 oraz 12 przedstawiają wyniki badań uzyskanych techniką EBSD dla stali wysokomanganowej X98 typu TRIPLEX. Mapa orientacji krystalograficznej (rys. 11a) umożliwia

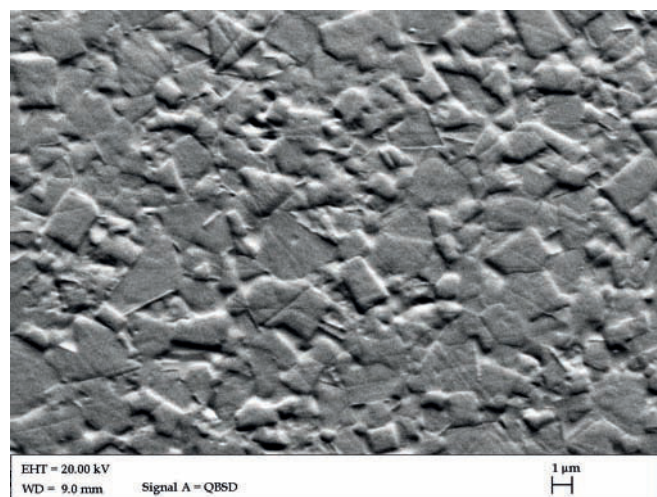
potwierdzenie występowania w materiale tekstury. Schemat kolorów odwrotnych figur biegunowych (IPF) ujawnia orientację kierunków krystalograficznych poszczególnych ziarn względem powierzchni próbki. W analizowanym przypadku stal X98 po obróbce cieplno-plastycznej polegającej na czteroetapowym ścisnaniu, charakteryzuje się dwiema głównymi orientacjami o kierunku [111] i [101]. Badania EBSD pozwoliły także na określenie faz występujących w danym materiale (rys. 11b): w przypadku badanej stali są to: austenit (o udziale ~95%), ferryt (~4%) oraz węgliki Mn₇C₃ (~1%). Na podstawie w/w badań EBSD stwierdzono, że w stali tej dominują granice szerokokątowe o kącie dezorientacji $\Theta > 15^\circ$, których udział procentowy wynosi ~69%. Widoczne są również granice bliźniacze w ziarnach austenitu o kącie dezorientacji $58^\circ < \Theta < 62^\circ$, których udział procentowy wynosi ~13% (rys. 11c). Na rys. 12 przedstawiono mapę rozkładu wielkości ziarn wraz z wykresem; na podstawie tej mapy można stwierdzić, że małe ziarna (do 2,5 μm – kolor niebieski) lokalizują się na granicach ziarn austenitu; natomiast największe ziarna w badanym mikroobszarze posiadają wymiary od 15 do 18 μm .

Innym istotnym zastosowaniem mikroskopii skaningowej jest możliwość przeprowadzenia mikroanalizy rentgenowskiej badanego materiału. W tym przypadku wykorzystywane jest charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie,

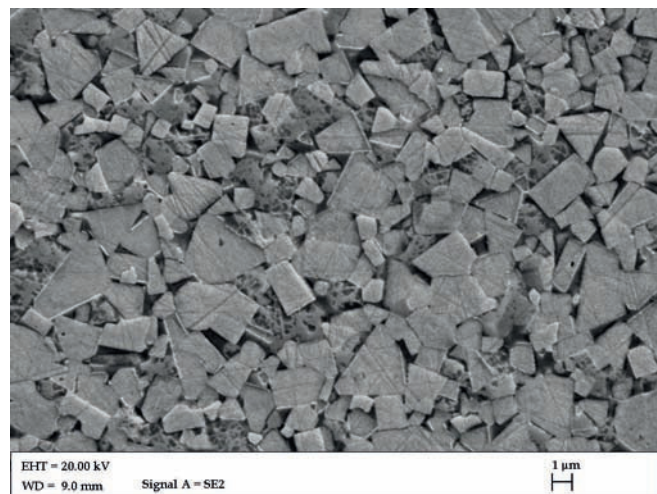
a)



b)

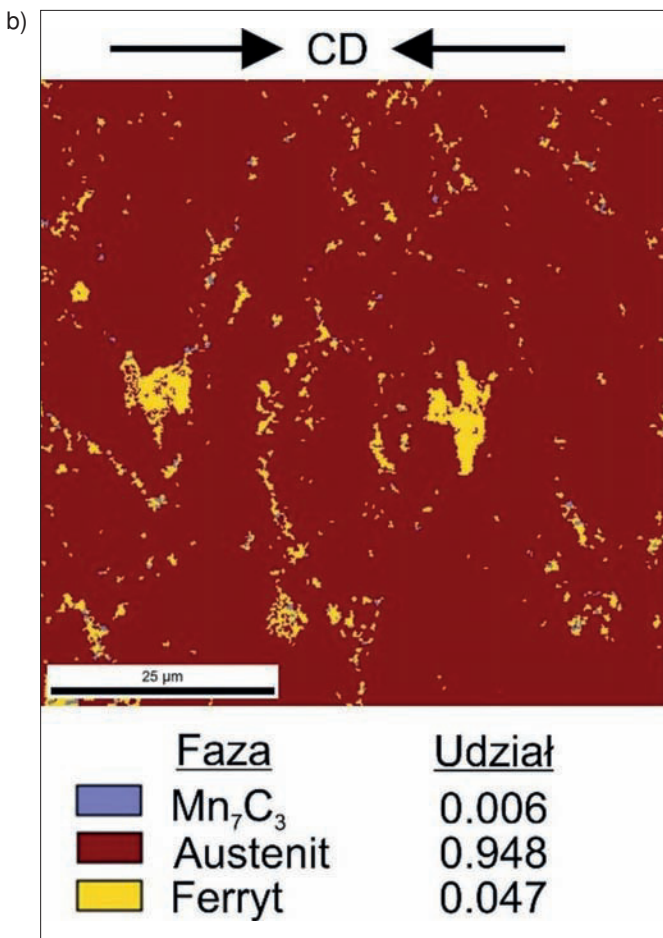
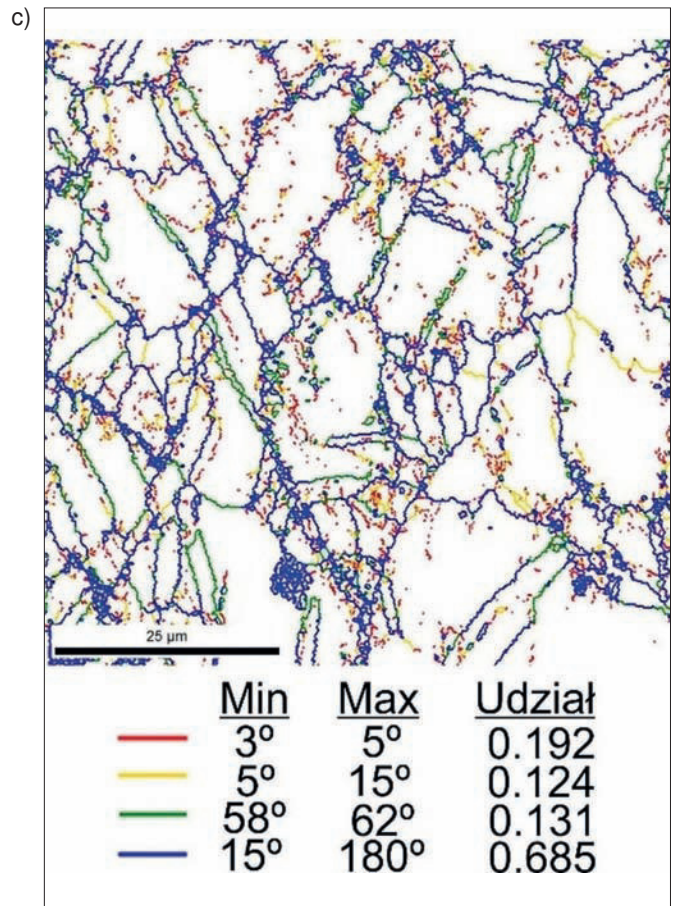
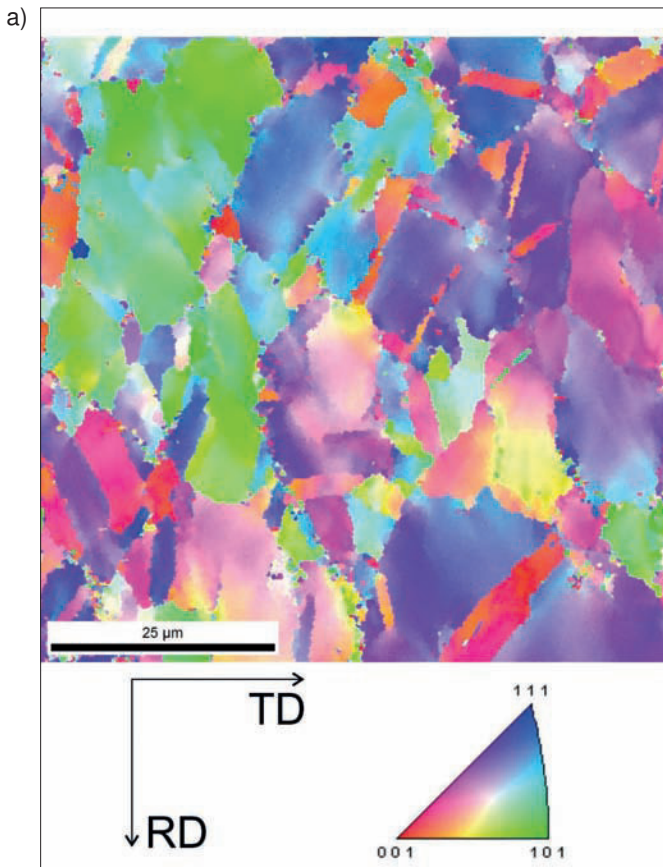


c)



Rys. 10. Topografia powierzchni węglików spiekanych uzyskana przy użyciu detektorów: BSE w trybie:

a) kompozycyjnym; b) topograficznym oraz c) SE2



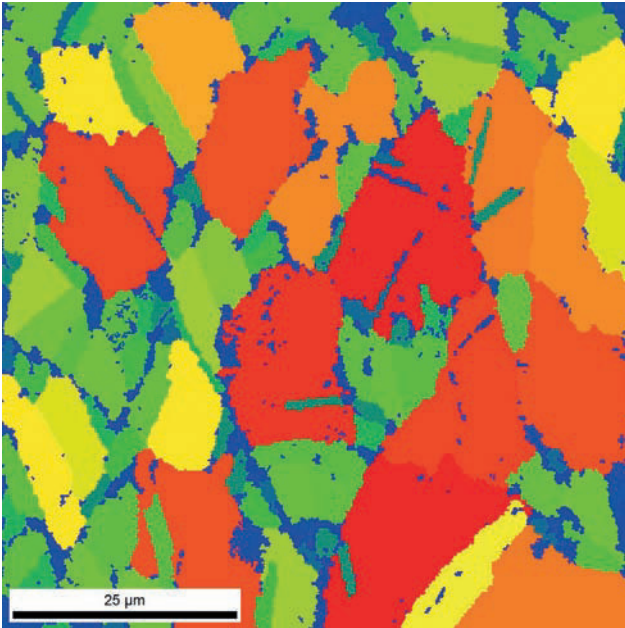
Rys. 11. Mapy EBSD obrazujące mikrostrukturę stali wysokomanganowej X98 typu TRIPLEX po czteroetapowym odkształceniu w symulatorze Gleeble i chłodzeniu w powietrzu. Mapa: a) orientacji krystalograficznych z odpowiadającą mapie odwrotną figurą biegunową; b) składu fazowego oraz c) kątów dezorientacji

powstające na skutek nieelastycznego rozpraszania elektronów PE, w wyniku którego wybijane są elektrony z wewnętrznych powłok atomów próbki. W rezultacie powstaje nieobsadzony poziom energetyczny, nazywany luką, który zostaje zapełniony przez elektron z powłoki o wyższej wartości energetycznej. Różnica energii elektronu powstająca przy zmianie powłoki zostaje uwolniona w postaci kwantu energii promieniowania rentgenowskiego. Wartość tej energii zależy m.in. od liczby atomowej (Z) badanego materiału oraz powłok, które biorą

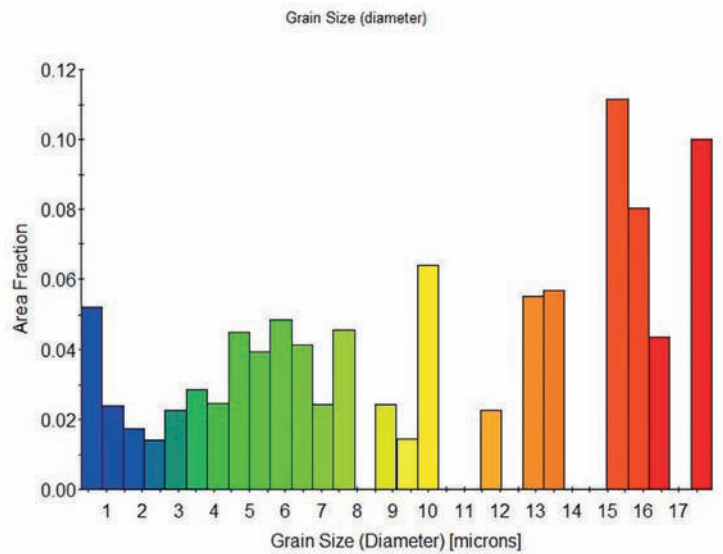
udział we wzbudzeniu promieniowania. Do detekcji charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego mogą być wykorzystywane dwie metody badawcze: spektroskopia dyspersji energii (ang. *Energy Dispersive Spectrometry*, EDS) oraz spektroskopia dyspersji długości fali (ang. *Wavelength Dispersive Spectrometry*, WDS). Obie te metody się uzupełniają, ponieważ długość fali oraz energia charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego są ze sobą powiązane. Szersze omówienie tych zagadnień wraz z przykładami można znaleźć w pozycji [1].



a)



b)



Rys. 12. a) Mapa EBSD rozkładu wielkości ziarna; b) wykres rozkładu wielkości ziarna stali wysokomanganowej X98 typu TRIPLEX po czteroetapowym odkształceniu w symulatorze Gleeble i chłodzeniu w powietrzu

Podziękowania

Autorzy dziękują Panu dr. inż. Marcinowi Bilewiczowi za możliwość wykorzystania rys. 7a oraz 7b.

Rys. 5 oraz 6 pochodzą z rozprawy doktorskiej mgr inż. Pauliny Boryło pt. „Kształtowanie struktury i własności nanostrukturalnych transparentnych warstw przewodzących ZnO wytworzonych metodami próżniowymi” (przewód doktorski w toku, promotor: dr hab. inż. Krzysztof Lukaszewicz).

Rys. 11 oraz 12 pochodzą z rozprawy doktorskiej mgr inż. Liwii Sozańskiej-Jędrasik pt. „Struktura i własności nowo opracowanych stali wysokomanganowych typu TRIPLEX” (przewód doktorski w toku, promotor: dr hab. inż. Janusz Mazurkiewicz).

Literatura

- [1] P. Boryło, B. Sobel, „Metody spektroskopowe w mikroskopii elektronowej” LAB - Laboratoria, Aparatura, Badania 1 (2018) 24-32.
- [2] Casino, <http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/index.html>, dostęp 11.2018 r.
- [3] Manual for the SUPRA (VP) and ULTRA Scanning Electron Microscopes, ZEISS, 2005
- [4] J. Goldstein, et., Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Springer 2003.
- [5] W. Dziadur, J. Mięka, Mikroskopia elektronowa Tom II, Mikroskopia skaningowa, Wydawnictwo Politechniki Krakowskiej, Kraków 2016.
- [6] A. Barbacki, Mikroskopia elektronowa, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2007.

[7] L. Klimek, Elektronowa mikroskopia skaningowa w inżynierii biomedycznej, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, Łódź 2012.

[8] M. Faryna, Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych w skaningowym mikroskopie elektronowym, Wydawnictwo AGH, Kraków 2012.

[9] K. Z. Baba-Kishi, Review. Electron backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis, Journal of Materials Science 37 (2002) 1715-1746.

* Zakład Materiałów Nanokrystalicznych i Funkcjonalnych oraz Zrównoważonych Technologii Proekologicznych, Instytut Materiałów Inżynier-

skich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach, email: paulina.borylo@polsl.pl

** Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach, email: liwia.sozanska-jedrasik@polsl.pl

*** Zakład Przetwórstwa Materiałów Metalowych i Polimerowych, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach, email: kladiusz.golombek@polsl.pl