

Andrzej KRÓLIKOWSKI¹, Jacek Ryszard PRZYGODZKI²¹ WYDZIAŁ CHEMICZNY, POLITECHNIKA WARSZAWSKA, ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa² WYDZIAŁ MECHANICZNY, ENERGETYKI I LOTNICTWA, POLITECHNIKA WARSZAWSKA, ul. Nowowiejska 21/25, 00-665 Warszawa**Metody badawcze profesora Jana Czochralskiego****Dr inż. Andrzej KRÓLIKOWSKI**

Dr inż. Andrzej Królikowski ukończył studia na kierunku Technologia Chemiczna w Politechnice Warszawskiej. Doktoryzował się w 1980 r. Pracuje w Katedrze Chemii Nieorganicznej i Technologii Ciała Stałego na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej, obecnie na stanowisku prodziekana ds. studenckich. Zajmuje się strukturalnymi aspektami korozji stopów, korozją stali w betonie oraz elektrochemicznymi badaniami korozyjnymi.



e-mail: rabbit@ch.pw.edu.pl

Dr hab. inż. Jacek Ryszard PRZYGODZKI

Dr hab. inż. Jacek Ryszard Przygodzki, prof. nzw. uzyskał stopień mgr inż. na Wydziale Elektrycznym Politechniki Warszawskiej w 1957 r., tytuł doktora n.t. na tym samym wydziale w 1968 r., a tytuł dr hab. na Wydziale Elektrycznym Politechniki Śląskiej w 1992 r. Pracował w Politechnice Warszawskiej i Świętokrzyskiej. Jest metrologiem, zajmującym się pomiarami wielkości magnetycznych i nieelektrycznych, członkiem IEEE i PTETiS.



e-mail: jacekprzygodzki@wp.pl

Streszczenie

Wielki polski uczony, Jan Czochralski, patron roku 2013 w Polsce, jest powszechnie znany jako wynalazca metody wzrostu monokryształów, zwanej po prostu metodą Czochralskiego. Jednak Czochralski opracował także wiele innowacyjnych, ilościowych metod badawczych w obszarze metaloznawstwa i metalurgii. W tej pracy przedstawiono jego metodologiczne dokonania w zakresie badania szybkości krystalizacji, zmian strukturalnych stopów metalicznych w następstwie ich rekrytalizacji, zniszczeń korozyjnych i wtrąceń niemetalicznych w stopach. Wskazano także możliwe związki pomiędzy oryginalnymi rozwiązaniami opracowanymi przez Czochralskiego i współczesnymi metodami badawczymi.

Słowa kluczowe: Czochralski, pomiary, krystalizacja, rekrytalizacja, korozja, wtrącenia niemetaliczne.

Research methods of professor Jan Czochralski**Abstract**

The great Polish scientist, professor Jan Czochralski, the patron of 2013 year in Poland, is widely known from the worldwide famous methods for growing single crystals, called just the Czochralski method. This is now the irreplaceable technique for generation of semiconductor single crystals, which are key elements in modern electronic devices. Other achievements of Jan Czochralski are less recognized. However, professor Czochralski was also involved in development of innovative, quantitative research techniques in the field of metal chemistry and metallurgy. In this paper his methodological achievements in the research of crystallization rate, structural modifications in metals induced by recrystallization, corrosion damages and nonmetallic inclusions in alloys are outlined. The special attention is paid to the research methods developed by Jan Czochralski during his work at the Warsaw University of Technology in years 1928-1939, which are less known to larger audience. The innovative testing methods, invented by professor Czochralski, combined scientific excellence with practical usability. Conceivable relations between approaches proposed by Czochralski and recent research methods are indicated.

Keywords: Czochralski, measurements, crystallization, recrystallization, corrosion, nonmetallic inclusions.

1. Wstęp

Rok 2013, ogłoszony w Polsce rokiem Czochralskiego, zaowocował wieloma publikacjami, referatami, wystawami i kilkoma książkami na temat tego wielkiego polskiego uczonego, dotąd słabo rozpoznawalnego w naszym kraju. Można mieć nadzieję, że wiedza o dokonaniach profesora dotarła do szerszych kręgów społeczeństwa.

Czochralski urodził się w 1885 r. w wielodzietnej rodzinie w Kcyni (Wielkopolska) w zaborze pruskim. Nie posiadał formalnego wykształcenia. Przerwał naukę w szkole średniej, ale konsekwentnie rozwijał swoje zainteresowania chemią i zdobywał umiejętności poprzez praktykę w drogeriach, aptekach i laboratoriach. Brak matury uniemożliwił mu podjęcie studiów wyższych,

ale uczył się jako wolny słuchacz na wykłady na uczelniach berlińskich. Usilne samokształcenie, wielka determinacja i ciężka praca pozwoliły mu zdobywać uznanie środowiska i coraz wyższe stanowiska w laboratoriach metaloznawczych Berlina i Frankfurtu nad Menem. Działalność naukowo-badawczą kontynuował na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej. Uzyskał tytuł doktora honoris causa tej uczelni, potem - tytuł profesora zwyczajnego. Został kierownikiem Zakładu, a potem Instytutu Metalurgii i Metaloznawstwa, które sam tworzył. Po II wojnie światowej pozbawiony został możliwości pracy na uczelni. Zmarł w zapomnieniu w 1953 r. Dopiero w 2012 r., po wielu latach dyskusji pełnej kontrowersji Senat Politechniki Warszawskiej przyjął uchwałę rehabilitującą Czochralskiego. Stało się to po uzyskaniu wyników wszechstronnej kwerendy archiwalnej.

Czochralski był wybitnym naukowcem, ale jednocześnie inżynierem praktykiem i genialnym wynalazcą. Jego niestandardowe, nowatorskie podejście do rozwiązywania trudnych zagadnień wynikało z interdyscyplinarnego podejścia. Określa się go jako chemika, krystalografa, metalurga i metaloznawcę. Z drugiej strony, jego dewizą było równoczesne prowadzenie badań podstawowych i stosowanych, co pozwalało na efektywne rozwiązywanie problemów praktycznych, czego się chętnie podejmował.

Światową sławę przyniosła Czochralskiemu metoda wzrostu monokryształów, zwana powszechnie metodą Czochralskiego. Ta technika, zmodyfikowana w Krzemowej Dolinie w połowie ubiegłego wieku, przyczyniła się do gwałtownego rozwoju elektroniki, opartej na elementach półprzewodnikowych. Czochralski jest często nazywany ojcem nowoczesnej elektroniki. Uzyskał też wiele patentów dotyczących stopów łożyskowych (w tym słynnego metalu B – metalu kolejowego), które przyniosły mu duże profity finansowe. Prowadził pionierskie badania nad otrzymaniem oraz kształtowaniem struktury i właściwości funkcjonalnych stopów na bazie aluminium i magnezu.

Czochralski jest znany dotąd głównie w środowiskach krystalografów, metaloznawców i oczywiście elektroników, którzy są użytkownikami elementów półprzewodnikowych, wytwarzanych metodą jego imienia. Pora, żeby poznało go środowisko metrologów, ponieważ Czochralski opracował wiele nowatorskich metod badawczych.

Celem artykułu jest przedstawienie wybranych metod badawczych stworzonych przez profesora Czochralskiego oraz wskazanie ich związków ze współczesnymi technikami pomiarowymi.

2. Pomiar szybkości krystalizacji

W 1916 r. Czochralski opracował metodę pomiaru szybkości krystalizacji metali. Wcześniej znano sposoby wyznaczania szybkości krystalizacji, ale nie można było ich zastosować dla procesu krystalizacji metali z roztopu (stopionego metalu), z uwagi na jego nieprzezroczystość. Wynaleziona przez Czochralskiego metoda pomiaru była prosta [1]. W tyglu utrzymywano roztop metalu w temperaturze nieznacznie przekraczającej temperaturę krzep-

nięcia. Do powierzchni roztopu zbliżano szklaną kapilarę. Stykający się z kapilarą roztop ulegał zestaleniu. Następnie kapilara była podnoszona i wskutek postępującej krystalizacji roztopu na jej końcu powstało długie, cylindryczne włókno metaliczne, nazywane „igłą krystaliczną”. Stałą prędkość podnoszenia kapilary, zawieszonyj na jedwabnej nici, zapewniał mechanizm zegarowy, a obliczono ją obserwując przemieszczanie się sprzężonego z kapilarą wskaźnika wzdłuż wyskalowanej przewodnicy [1]. Stąd początkowo Czochralski nazywał swój sposób pomiaru metodą kapilarną.

Pomiar szybkości krystalizacji polegał na wyznaczeniu największej prędkości, przy której otrzymywana igła metaliczna nie traciła kontaktu z roztopem [1]. Przy zbyt wolnym wyciąganiu otrzymywano igłę krystaliczną o rosnącej średnicy. Wyniki pierwszych pomiarów, wykonanych przez Czochralskiego, pokazano w tabelicy 1. Wykonał je dla łatwotopliwych metali i wyznaczone szybkości krystalizacji wynosiły kilka – kilkanaście cm/min, a średnica otrzymanych igieł krystalicznych nie przekracza 2 mm.

Tab. 1. Wyniki pierwszych pomiarów szybkości krystalizacji metali przeprowadzonych przez Czochralskiego [1]

Tab. 1. Results of first measurements of metals crystallization rate taken by Czochralski [1]

| metal | temperatura topnienia, °C | szybkość krystalizacji, mm/min | średnica uzyskanego kryształu, mm | długość uzyskanego kryształu, cm |
|-------|---------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|
| cyna | 232 | ~90 | < 2 | do 15 |
| ołów | 320 | ~140 | < 2 | do 12 |
| cynk | 416 | ~100 | < 2 | do 19 |

Czochralski badał strukturę otrzymanych igieł krystalicznych i stwierdził, że w zależności od warunków krystalizacji, mają one strukturę monokrystaliczną (pojedynczy kryształ) lub polikrystaliczną (wiele kryształów). Dodatkowo mierzył szybkość tworzenia zarodków krystalizacji. Na podstawie tych dwóch wielkości (szybkości krystalizacji i szybkości tworzenia zarodków) określał średni wymiar powstających kryształów. Stwierdził, że osadzenie na końcówce kapilary cząstek metalicznych, na przykład przez pocieranie nią o miękkie metale [1] lub stosowanie zamiast kapilary drutów metalowych [2], ułatwia zapoczątkowanie krystalizacji i wpływa na orientację powstających kryształów.

Czochralski rozwijał metodę badania szybkości krystalizacji w okresie pracy na Politechnice Warszawskiej. Wykonał pomiary dla reaktywnych metali: bizmutu i sodu [2]. Przydatna była tu jego wiedza chemiczna. Zaprojektował układy pomiarowe tak, aby możliwe było zastosowanie atmosfer ochronnych, eliminujących utlenianie tych metali w kontakcie z powietrzem. Czochralski analizował warunki odprowadzania ciepła krystalizacji, występujące w jego metodzie i stwierdził, że szybkość krystalizacji jest odwrotnie proporcjonalna do ciepła krystalizacji metalu [2]. Określił wpływ temperatury roztopu (stopnia przechłodzenia) i czystości metalu na przebieg krystalizacji.

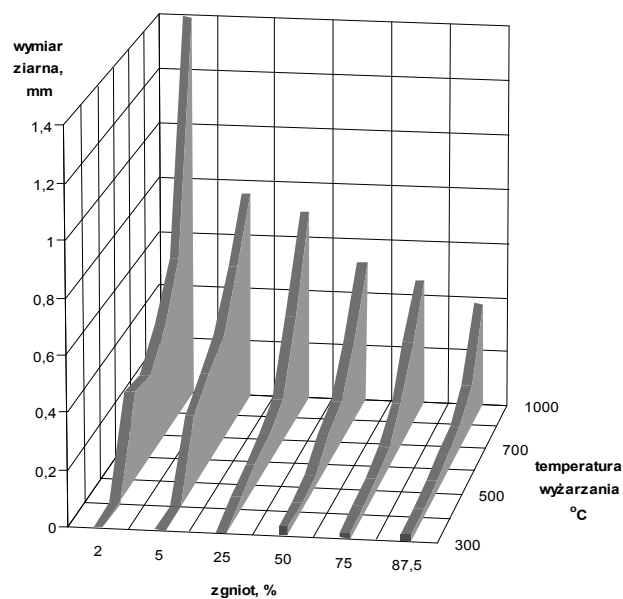
Metoda Czochralskiego została zaprojektowana do pomiaru szybkości krystalizacji, a otrzymywane w ten sposób cienkie, cylindryczne monokryształy nie nadawały się do badań ich właściwości. Przełom nastąpił w połowie poprzedniego wieku, gdy pomysł Czochralskiego wykorzystano do wyciągania monokryształów półprzewodników. Po modyfikacjach (inicjacja krystalizacji na zorientowanej zarodki - fragmencie monokryształu, mała szybkość wyciągania, ruch obrotowy powstającego kryształu, ogrzewanie indukcyjne) okazała się ona prostą, stosunkowo taną i bardzo efektywną metodą otrzymywania monokrystalicznych półprzewodników dla potrzeb współczesnej elektroniki. Najpierw przeprowadzono monokrystalizację germanu i krzemu, potem zastosowano tę metodę do wyciągania monokryształów związków półprzewodnikowych. Metodą Czochralskiego otrzymuje się obecnie ok. 95% monokrystalicznych materiałów półprzewodnikowych. Możliwe jest wytworzenie cylindrycznych monokryształów o imponujących wymiarach: średnica do 30 cm, długość do 2 m, masa ponad 250 kg.

To wszystko zaczęło się od prostego pomysłu, ale - jak się później okazało - o olbrzymim potencjale aplikacyjnym. Ze zwykłej metody pomiarowej powstała nowatorska technologia materiałowa, a Czochralski został zasłużenie nazwany ojcem nowoczesnej elektroniki. Ale informacje o wielkim triumfie jego metody nie dotarły prawdopodobnie do niego. Czochralski zmarł w zapomnieniu w 1953 r.

3. Badania rekrytalizacji metali

Rekrytalizacja to proces polegający na przywróceniu zdeformowanemu metalowi równowagowej struktury krystalicznej. Dla większości metali ten proces w temperaturze pokojowej zachodzi bardzo wolno. Zastosowanie podwyższonej temperatury (wyżarzanie) powoduje przyspieszenie rekrytalizacji. Proces ten jest m.in. związany ze zmniejszeniem gęstości defektów strukturalnych (zdrowieniem) i rozrostem kryształów. Takie modyfikacje struktury prowadzą do zmian właściwości chemicznych i fizycznych metalu i mają duże zastosowanie praktyczne.

W swoich badaniach rekrytalizacji metali Czochralski określał rozmiary ziaren po tym procesie. Próbkę metalu poddawał najpierw obróbce plastycznej na zimno (różny stopień zgniotu), a potem wyżarzał w różnych temperaturach w określonym czasie. Następnie określał metalograficznie (pod mikroskopem) wielkość ziaren na wytrawionym przekroju próbek. Wielkość powstających ziaren zależała od stopnia zgniotu oraz temperatury i czasu wyżarzania. Do opisu takiej zależności Czochralski stosował przestrzenne (trójwymiarowe) wykresy przedstawione zależności średniego wymiaru ziaren od stopnia zgniotu i temperatury wyżarzania przy ustalonym czasie. Na rys. 1 pokazano taki wykres uzyskany przez Czochralskiego dla procesu rekrytalizacji brązu aluminiowego [3].



Rys. 1. Wykres rekrytalizacji dla brązu aluminiowego (5% Al) - czas wyżarzania 0,5 godziny [3]

Fig. 1. Recrystallization diagram for aluminum bronze (5% Al) - annealing time: 0,5 h [3]

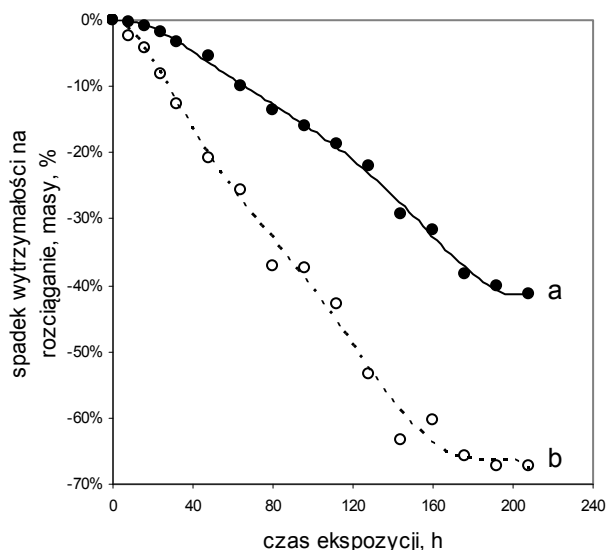
Czochralski opracował wykresy rekrytalizacji także dla innych metali, m.in. złota, srebra, cynku i cyny. Pokazywały one technologię, jak można nadawać metalom pożądane właściwości funkcjonalne, dobierając odpowiednio warunki ich obróbki plastycznej i wyżarzania. Wielkość ziaren wpływa nie tylko na właściwości mechaniczne (wytrzymałość, plastyczność, twardość), ale także na właściwości elektryczne, magnetyczne i odporność na korozję.

Analogiczne wykresy rekrytalizacji do dzisiaj są przytaczane w podręcznikach metaloznawstwa, ale bardzo rzadko można tam znaleźć nawiązanie do nazwiska Czochralskiego.

4. Pomiary zniszczeń korozyjnych

Stopień zniszczeń korozyjnych stopów metalicznych jest powszechnie określany na podstawie zmian ich stanu powierzchni lub ubytku masy. Jednak na przełomie XIX i XX wieku poznano nowe zjawiska korozyjne, charakteryzujące się daleko posuniętą degradacją metalu przy niewielkim ubytku masy. Należą do nich m.in.: korozja selektywna (korozji ulega jedna faza wielofazowego stopu, co może prowadzić do jego dezintegracji) i naprężeniowe pękanie korozyjne (stop pęka lokalnie - w strefie koncentracji naprężeń rozciągających, a związany z tym ubytek masy jest nieznaczny).

Czochralski stwierdził, że obserwacje stanu powierzchni czy pomiary ubytku masy korodujących próbek są mało przydatne do oceny odporności korozyjnej materiałów. Był jednym z pionierów nowego podejścia do pomiarów korozyjnych. Uważał, że lepszym kryterium rozwoju zniszczeń korozyjnych są zmiany takich właściwości korodującego materiału, które odpowiadają przemianom jego wewnętrznej struktury. Promował więc pomiary właściwości mechanicznych (wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenia przed zerwaniem) i elektrycznych (przewodności) po ekspozycji stopów w środowiskach korozyjnych [4, 5].



Rys. 2. Zmiany masy (a) i wytrzymałości na rozciąganie (b) podczas korozji mosiądzu 60/40 w 17% HCl [4]

Fig. 2. Changes of mass (a) and tensile strength (b) during corrosion of 60/40 brass in 17% HCl [4]

Na rys. 2 pokazano wyniki przeprowadzonych przez Czochralskiego badań korozji mosiądzu 60/40. Próba została przeprowadzona w roztworze kwasu chlorowodorowego i trwała 210 godzin. W tych warunkach ten dwufazowy stop ulegał korozji selektywnej, tzw. odcynkowaniu (preferencyjnie roztwarzała się w faza międzymetaliczna CuZn). Czochralski wykonywał pomiary wytrzymałości i ubytku masy próbek mosiądzu po różnych okresach ekspozycji. Stwierdził spadek wytrzymałości stopu prawie o 70%, podczas gdy ubytek masy wynosił tylko 40%. Towarzyszył temu spadek wydłużenia przed zerwaniem stopu od początkowej wartości 10% praktycznie do zera [4]. Te zmiany parametrów mechanicznych lepiej odpowiadały obserwowanemu rozwojowi zniszczeń korozyjnych mosiądzu niż ubytek masy.

Takie podejście do pomiarów korozyjnych stało się normą w przypadku korozji naprężeniowej i zmęczeniowej. M.in. stosował je później doktorant Czochralskiego – Śmiałowski w pionierskich badaniach korozji wodorowej stopów metalicznych (zniszczeń w wyniku wnikania wodoru).

Często porównuje się zachowanie korozyjne nowych materiałów z zachowaniem znanych tworzyw, traktowanych jako materiał referencyjny. Czochralski zwracał uwagę na potrzebę charakteryzowania stosowanych materiałów referencyjnych [5]. Są to często metale po obróbce plastycznej (walcowanie, wyciąganie), która wywołuje ich anizotropię i powoduje zróżnicowanie zachowania korozyjnego w zależności od kierunku badania. Ten aspekt jest wciąż aktualny w pomiarach korozyjnych.

5. Oznaczanie wtrąceń niemetalicznych

Wtrącenia niemetaliczne (głównie zanieczyszczenia) stanowią nieciągłości w osnowie metalu i niekorzystnie wpływają na jego właściwości funkcjonalne (wytrzymałość, odporność korozyjną czy przewodność elektryczną). Oznaczanie obecności wtrąceń ma duże znaczenie praktyczne, np. przy kontroli jakości stopów.

Wpływ wtrąceń zależy od ich ilości, rozmieszczenia i rozmiarów. Wtrącenia były charakteryzowane na podstawie obserwacji mikroskopowych przekroju próbki metalowej, jednak takie podejście było subiektywne, niejednoznaczne i dawało słabo powtarzalne wyniki.

Czochralski poszukiwał obiektywnej, ilościowej metody określania częstości występowania i wymiarów wtrąceń niemetalicznych w metalach. W okresie pracy w Niemczech opracował tzw. radiomikroskop [6]. Było to połączenie mikroskopu metalograficznego i układu odbiorczego radia kryształkowego. Badana próbka stopu była umieszczana na stoliku mikroskopu i połączona z anteną. Stalową igłę, połączoną ze słuchawką, przesuwano po powierzchni stopu. Gdy natrafiano na wtrącenie o charakterze półprzewodnikowym, w słuchawce rozlegał się sygnał rozgłośni, na którą dostrójony był odbiornik radiowy. Obserwując miejsce styku, w którym otrzymano efekt prostujący, Czochralski tworzył konturowe mapy wtrąceń niemetalicznych, pokazujące ich rozmieszczenie i kształt. Takie badania przeprowadził dla siluminów (stopy aluminium i krzemu) [6] i stali krzemowych [7].

Radiomikroskop jest uważany za jedno z najważniejszych osiągnięć Czochralskiego, a stosowana w nim zasada skanowania powierzchni metalu w poszukiwaniu wtrąceń jest czasem wiązana z ideą skaningowego mikroskopu analizującego (SPM). Jednak Czochralski stwierdził ograniczoną przydatność radiomikroskopu do identyfikacji wtrąceń, ponieważ tylko nieliczne z nich wykazują właściwości półprzewodnikowe, nawet w przypadku wtrąceń bogatych w krzem [6, 7].

Czochralski poszukiwał lepszego, bardziej niezawodnego sposobu oznaczania wtrąceń niemetalicznych i kolejne metody opracował podczas pracy na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej (tab. 1). Pierwszą z nich była metoda ilościowej analizy obrazów mikroskopowych [8]. Aby ograniczyć subiektywność obserwacji mikroskopowych i błąd oznaczeń wynikający z niejednorodności stopu, Czochralski znormalizował warunki analizy obrazów mikroskopowych:

- określił zasadę doboru badanych przekrojów próbki metalu (prostopadłe i równoległe do kierunku obróbki plastycznej, na trzech głębokościach),
- ustalił powiększenie (x100), przy którym wykonuje się oznaczenie i pole powierzchni, podlegające ocenie,
- zdefiniował sposób określania pola powierzchni i średniej długości wtrąceń,
- wynik był uśredniany z trzech pomiarów dla każdego kierunku badania.

Wyniki obserwacji określał ilościowo podając ilość wtrąceń na jednostkę pola powierzchni, średni wymiar wtrąceń i sumaryczne pole powierzchni wtrąceń [8].

Tab. 2. Metody oznaczania wtrąceń niemetalicznych w stopach - opracowane przez J. Czochralskiego

Tab. 2. Techniques for determination of nonmetallic inclusions in alloys - developed by J. Czochralski

| | data | zasada | uwagi |
|-----------------------------------|------|-------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| radiomikroskop [6] | 1925 | efekt prostujący na styku wtrącenie - ostrze metalowe | tylko wtrącenia półprzewodnikowe |
| mikroskopowa / mikrograficzna [8] | 1935 | analiza obrazu mikroskopowego | analiza ilościowa |
| pomiar lokalnej przewodności [9] | 1936 | różnica przewodności metalu i wytrącenia | małe wtrącenia mogą pozostać niewykryte |
| mikrofotometr rejestrujący [10] | 1936 | różnice współczynnika odbicia światła faz | pomiar automatyczny |

Kolejna metoda, zaproponowana przez Czochralskiego, wykorzystywała różnicę rezystancji wtrąceń niemetalicznych i matrycy metalowej [9]. Umieszczona na stoliku krzyżowym pod mikroskopem próbka metalu była połączona z jednym biegunem źródła napięcia (bateria + potencjometr), a do wypolerowanej powierzchni metalu lekko dociskano igłę stalową, przyłączoną do drugiego bieguna. Prąd płynący przez próbkę mierzono miliamperomierzem. Następnie przesuwano próbkę ruchem jednostajnym za pomocą manipulatorów stolika mikroskopowego. Gdy natrafiono na wtrącenie niemetaliczne, następował spadek mierzonego prądu. W ten sposób otrzymywano obraz ilości, wielkości i rozmieszczenia wtrąceń. Tak określano stopień zanieczyszczenia stopów żelaza [9]. Uzyskane wyniki korelowano z mikroskopowymi obrazami badanych powierzchni. Czochralski przedstawił skrupulatną analizę możliwych błędów przy stosowaniu tej metody, wynikających m.in. z rezystancji styku zależnej od stopnia docisku igły i możliwości pomijania wtrąceń mniejszych od średnicy ostrza igły (początkowo wynosiła 0,1 mm, ale zwiększała się miarę stępienia się igły).

Najbardziej zaawansowanym technicznie sposobem ilościowego oznaczania wtrąceń niemetalicznych, opracowanym w Instytucie Metalurgii i Metaloznawstwa, kierowanym przez Czochralskiego, był pomiar przy pomocy mikrofotometru rejestrującego, zwanego inkluzometrem [10]. To urządzenie jest pomijane w omawianiu osiągnięć Czochralskiego. Zostało ono opracowane przez jego współpracownika - Śmiałowskiego, jednak powstało z inicjatywy i przy wsparciu Czochralskiego.

Inkluzometr działał na zasadzie pomiaru różnic natężenia zogniskowanego światła odbitego od wypolerowanej powierzchni metalu [10]. Próbkę metalu umieszczano na stoliku mikroskopu i wprawiano automatycznie w ruch zygakowaty względem osi optycznej mikroskopu. Towarzyszące temu zmiany natężenie odbitego światła mierzono przy pomocy komórki fotoelektrycznej sprzężonej z galvanometrem zwierciadłowym. Promień świetlny odbity od zwierciadła galvanometru pozostawiał ślad na papierze fotograficznym nawiniętym na bęben, którego ruch był zsynchronizowany z ruchem próbki. Jeden pomiar trwał 2 godziny. W ten sposób otrzymywano powiększony wykres zawierający zbiór linii, których odchylenia odpowiadały zmianom natężenia światła odbitego od różnych miejsc powierzchni metalu. Ten wykres odwzorowywał strukturę metalu: obecność faz stopowych o różnej zdolności odbijania światła, w tym wtrąceń. Określono zasady interpretacji otrzymanych wykresów, m.in. związek pomiędzy wielkością wtrącenia a odchyleniem od linii prostej na wykresie.

Działanie inkluzometru weryfikowano wykonując pomiary dla płytki mikrometrycznej z rysami, stopów o znanej zawartości wtrąceń: żeliwa szarego (wtrącenia grafitu), stali węglowej i stopu łożyskowego Sn-Sb [10]. Określono źródła błędów pomiarowych, związanych z niedostatecznym przygotowaniem powierzchni metalu (rysy), uchybieniami działania systemu mechanicznego inkluzometru i niedokładnością przy interpretacji wykresów (planimetrywanie odchylen od linii prostych). Na tej podstawie oszacowano

średni błąd oznaczeń ilości, średnich wymiarów i łącznej powierzchni wtrąceń na 5%.

Inkluzometr pozwalał określić nie tylko zawartość wtrąceń niemetalicznych, ale również innych składników strukturalnych stopu. Ważnym rozwiązaniem był automatyczny system przesuwu próbki, co istotnie zwiększyło obiektywność i powtarzalność oznaczeń. Ten przyrząd może być uważany za pierwowzór tak powszechnie dzisiaj stosowanych systemów analizy obrazów mikroskopowych.

6. Wnioski

Czochralski jest znany jako wynalazca metody wzrostu monokryształów, ale mało kto wie, że wywodzi się ona z opracowanego przez niego sposobu pomiaru szybkości krystalizacji. Jeszcze mniej znane są inne metody badawcze wprowadzone i stosowane przez Czochralskiego. Próbował on ilościowo opisać zjawiska, trudne do skwantyfikowania i był autorem wielu nowatorskich metod pomiarowych. Czynił mierzalnym to, co wydawało się trudne do zmierzenia. Opracowane przez niego metody pomiarowe są pomysłowe i zarazem proste, ale bardzo innowacyjne i nakierowane na rozwiązywanie praktycznych problemów. Niektóre, zaproponowane przez Czochralskiego rozwiązania, dotyczące prowadzenia pomiarów i interpretacji ich wyników, są nadal stosowane. We współczesnych metodach pomiarowych można znaleźć nawiązania do pomysłów Czochralskiego: mikroskopia ze skanującą sondą jest wiązana z zasadą działania radiomikroskopu, analiza obrazów mikroskopowych z inkluzometrem, a rozwój korozji naprężeniowej ocenia się na podstawie pomiarów wytrzymałościowych. Te dokonania Czochralskiego zasługują na szerszą popularyzację.

Publikacja została częściowo sfinansowana ze środków MNiSzW - zadanie 988/P-DUN/2013 z zakresu działalności upowszechniającej naukę „Jan Czochralski na Wydziale Chemicznym Politechniki Warszawskiej”.

7. Literatura

- [1] Czochralski J.: Ein neues Verfahren zur Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit der Metalle, *Z. Phys. Chem.*, vol. 92, s. 219-221, 1918.
- [2] Czochralski J., Garlicka W.: O szybkości krystalizacji sodu oraz o związku między atomowym ciepłem krzepnięcia i szybkością krystalizacji pierwiastków, *Wiad. Inst. Met. Met.*, vol. 3(1), s. 39-44, 1936.
- [3] Czochralski J., Lewicka N.: Wykres rekrystalizacji brązów aluminiowych 2% i 5% Al, *Wiad. Metal. Metal.*, vol. 4, s. 61-64, 1937.
- [4] Czochralski J., Schmid E.: Neue Wege der Korrosionsforschung, *Z. Metallk.*, vol. 20(1), s. 1-7, 1928.
- [5] Królikowski A.: Wkład Jana Czochralskiego w rozwój inżynierii korozyjnej, *Ochr. Przed Koroz.*, vol. 57(11), s. 474-477, 2013.
- [6] Czochralski J.: Radjotechnika na usługach metaloznawstwa, *Przegl. Techn.*, vol. 51(27), s. 404-405, 1925.
- [7] Czochralski J., Sznuk W.: Spostrzeżenia na detektorowych własnościach związków występujących jako wtrącenia w stali, *Wiad. Inst. Met. Met.*, vol. 3(1), s. 3-4, 1936.
- [8] Czochralski J.: Metoda ilościowego oznaczania wtrąceń niemetalicznych, *Wiad. Inst. Met. Met.*, vol. 2(1), s. 34-36, 1935.
- [9] Czochralski J., Sznuk W.: Próby obiektywnego określenia zawartości wtrąceń niemetalicznych na szlifie, *Wiad. Inst. Met. Met.*, vol. 3(1), s. 5-6, 1936.
- [10] Śmiałowski M.: O nowym mikrofotometrze rejestrującym i jego zastosowaniu do ilościowego oznaczania wtrąceń niemetalicznych, *Wiad. Inst. Met. Met.*, vol. 3(1), s. 46-55, 1936.

otrzymano / received: 14.05.2014

przyjęto do druku / accepted: 01.07.2014

artykuł recenzowany / revised paper