

Transmisyjna mikroskopia elektronowa w badaniach mikrostruktury i przemian fazowych

Jan Dutkiewicz, Jerzy Morgiel*

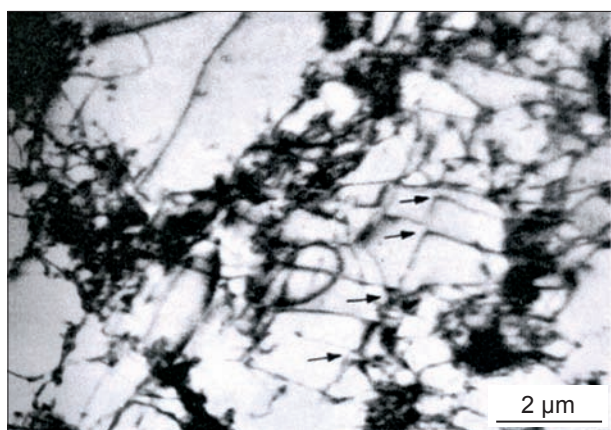
Badania mikrostruktury i przemian fazowych z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej zapoczątkowano w IMIM PAN, wówczas Zakładzie Metali IPPT PAN w 1963 roku, wraz z zakupem transmisyjnego mikroskopu elektronowego JEM 6A firmy JEOL o napięciu przy-

śpieszającym 100 kV. Był to drugi, po mikroskopie JEM 5Y, również firmy JEOL zainstalowany u pioniera mikroskopii transmisyjnej profesora Stanisława Gorczyca z Wydziału Metalurgii AGH, tak nowoczesny przyrząd badawczy sprowadzony do Polski. Badaniami w Zakładzie Metali IPPT PAN w Krakowie kierował wówczas dr Witold Precht, który przeszedł przeszkolenie w zakresie transmisyjnej mikroskopii elektronowej podczas pobytu w RFN. Pierwsze prace nakierowane były na obserwację linii poślizgu w stopach miedzi i niklu badanych metodami replik [1], a później struktury dyslokacyjnej w odkształconym żelazie a [2]. W tej drugiej

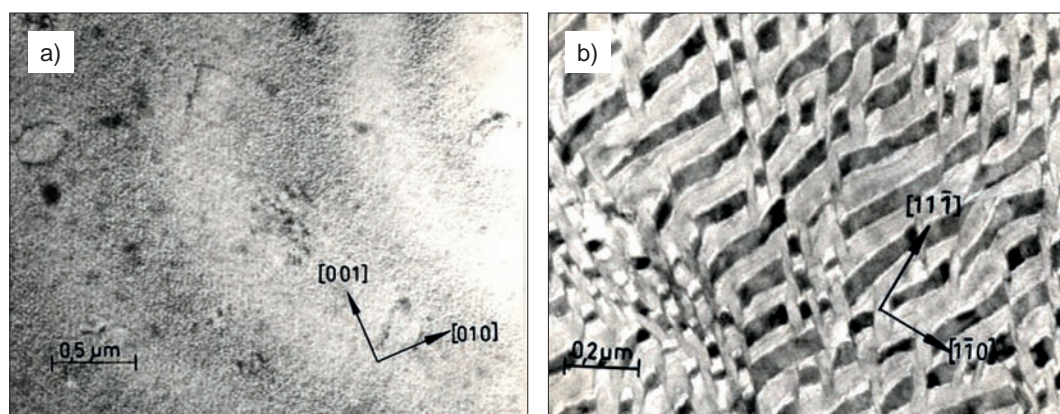
pracy cienkie folie z żelaza wykonano nowatorską wówczas techniką polerowania elektrolitycznego, a strukturę dyslokacyjną określano w żelazie po różnych metodach deformacji przez walcowanie, skręcanie, ściskanie, a także na kolejnych stadiach odkształcenia według krzywej rozciągania interpretowanej wzorami Krupkowskiego [2]. Wyniki te stały się podstawą pracy habilitacyjnej dr. Prechta, a jedna z pierwszych uzyskanych w Polsce mikrostruktur TEM widoczna jest na rys. 1.

W tym początkowym okresie należy szczególnie podkreślić wkład pracy włożony przez zespół obsługi technicznej, tj. mgr. J. Salawy oraz inż. W. Baliği we właściwe justowanie mikroskopu, jak też modyfikację procedur opisywanych dopiero w literaturze światowej do przygotowywania replik oraz ścienienia elektrolitycznego badanych wówczas materiałów, tj. przygotowanie próbek, bez których charakterystyka mikrostruktury nie była by możliwa.

W związku z przejściem doc. dr. hab. W. Prechta do instytutu PAN w Zabrze, w 1969 roku kierownictwo laboratorium przejął mgr Jan Dutkiewicz, który w ramach swojej pracy



Rys. 1. Mikrostruktura TEM żelaza a odkształconego w próbie rozciągania do zgniotu $\epsilon = 10\%$ z pracy W. Prechta [2]. (strzałkami oznaczono węzły dyslokacyjne)



Rys. 2. Mikrostruktury TEM uzyskane ze starzonego stopu AlZn50 w pracy doktorskiej J. Dutkiewicza z 1971 roku przedstawiające strukturę modulowaną po krótkim (a) oraz wydzielenia nieciągłe po dłuższym (b) czasie starzenia



doktorskiej zajął się charakterystyką wydzielen w stopach aluminium-cynk z dodatkami miedzi. Udokumentowanie obecności struktury modulowanej (rys. 2a) i nieciągłej (rys. 2b) dla stopów AlZn50 potwierdziło zakres występowania przemiany spinodalnej zgodnie z obliczeniami Krupkowskiego [3] oraz Chana [4]. W kolejnych opracowaniach określono ponadto wpływ miedzi i magnezu na mechanizm wydzielenia w stopach aluminium cynk [5-7]. Prace z zakresu mechanizmu wydzielenia i struktury faz metastabilnych w stopach AlZnCu publikowano również na II Konferencji Mikroskopii Elektronowej w Warszawie [7], czy III Konferencji w Bartkowej w 1973 roku [8]. Kinetyka, mechanizm wydzielenia oraz rozpuszczania były przedmiotem prac doktorskich najpierw mgr. Andrzeja Pawłowskiego, a następnie mgr. Pawła Zięby [9-10]. W zakresie przemian fazowych w stopach Al-Zn nawiązano współpracę z prof. Loefflerem, dr Wendrokiem i dr Kroggel z Paedagogische Hochschule Halle, gdzie w początkowym okresie w IMIM wykonywano badania TEM, a w Halle badania nisko-kątową dyfrakcją rentgenowską, co zaowocowało szeregiem wspólnych publikacji na temat wpływu dodatków stopowych na przemiany, a w szczególności na strukturę faz przejściowych i zakres przemiany spinodalnej [11,12]. Dalszy postęp w zastosowaniu mikroskopii transmisyjnej w badaniach materiałowych, a w szczególności podjęcie prób obserwacji wysokorozdzielczych umożliwiło odbycie

przez J. Dutkiewicza stażu w laboratorium prof. G. Thomasa na Uniwersytecie Stanowym w Berkeley. Złożył się na to również zakup nowego mikroskopu transmisyjnego Philips EM301 o napięciu 100kV i rozdzielczości 2Å osiąganey przy zastosowaniu stołika wysokorozdzielczego, który umożliwiał nachylenie tylko w granicach 10°. Mikroskop posiadał przystawkę skaningowo-transmisyjną i spektrometr z dyspersją energii promieniowania X (EDS), co umożliwiał analizę składu chemicznego w mikroobszarach. Wyniki z zastosowaniem wysokorozdzielczych obrazów płaszczyzn atomowych, uzyskane z uporządkowanych stopów złota były jednymi z pierwszych w literaturze światowej i jako takie trafiły następnie do opracowań podręcznikowych z zakresu mikroskopii elektronowej autorstwa profesora G. Thomasa. Rysunek 3 przedstawia obraz defektów uporządkowania, tj. rotacyjne (A) oraz translacyjne (B) granice domen antyfazowych sieci krystalicznej Au₄Cr uzyskany za pomocą mikroskopu elektronowego Philips EM 301 w Berkeley. Wyniki badań wysokorozdzielczych dotyczących struktury stopów o uporządkowaniu bliskiego zasięgu, czy struktury granic domen międzyfazowych, uzupełnione wynikami badań struktury modulowanej utworzonej

UNI-EXPORT Instruments Polska



MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA

- Skaningowe mikroskopy elektronowe: wyposażone w katodę wolframową, LaB6 lub emisję polową
- Systemy FIB, litografia elektronowa
- Stołiki specjalne
- Detektory EDS, WDS, EBSD, EBIC, CL, BSE/CL, TE
- Unowocześnianie starszych urządzeń SEM i EDS



ANALIZA MATERIAŁÓW POROWATYCH PROSZKÓW I PIANEK

- Analizatory sorpcji gazów i par cieczy
- Pomiar powierzchni właściwej (BET) i porowatości
- Porozymetry rtęciowe do pomiaru dystrybucji wielkości porów
- Płukometry helowe do pomiaru gęstości rzeczywistej



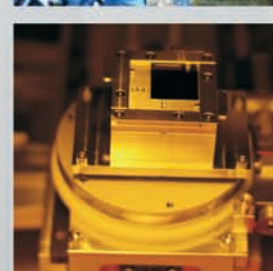
TECHNIKA PRÓŻNIOWA

- Pompy próżniowe (rotacyjne, bezolejowe typu scroll, turbomolekularne, dyfuzyjne i jonowe)
- Helowe detektory i systemy wykrywania nieszczelności
- Regeneracja pomp próżniowych



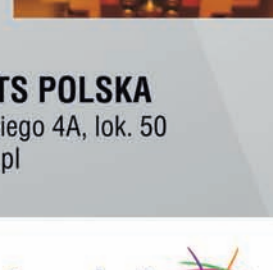
SYSTEMY ANALIZY POWIERZCHNI

- Systemy ultra wysokiej próżni do analizy powierzchni i elementy aparatury UHV
- Spektrometry elektronowe (XPS, UPS, AES, ISS)
- Mikroskopy LEEM, SPM
- Działa elektronowe i jonowe



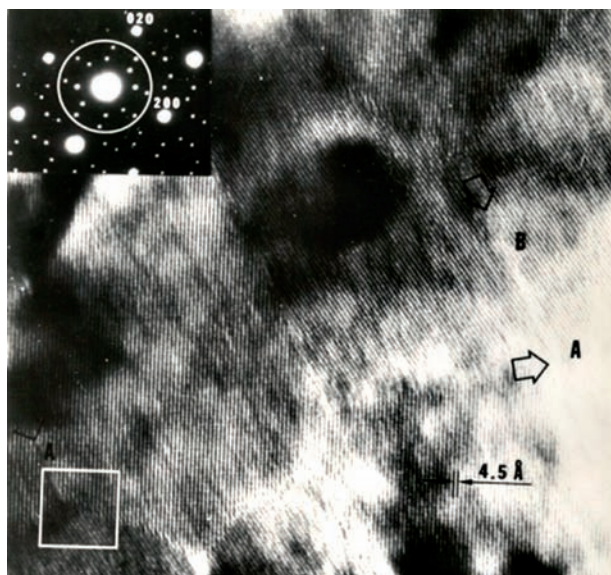
CHARAKTERYZOWANIE WŁASNOŚCI FIZYCZNYCH ZAWIESIN, EMULSJI I PIAN

- Stabilność – wykrywanie i identyfikacja wszystkich rodzajów niestabilności: śmietankowanie, sedymentowanie, flokulacja, agregowanie, flotacja, demulgowanie.
- Ocena własności lepko-sprężystych – płynięcie, smarowność, stabilność kształtu, żelowanie, czas relaksacji, stabilność.



UNI-EXPORT INSTRUMENTS POLSKA
04-369 Warszawa, ul. Ludwika Kickiego 4A, lok. 50
www.uni-export.com.pl





Rys. 3. Mikrostruktura wysokorozdzielcza TEM oraz dyfrakcja elektronowa [100] a-Au (przedstawiona w formie wstawki) z uporządkowanego stopu Au_4Cr starzonego 70h w 270 °C przedstawiająca rotacyjne (A) i translacyjne (B) granice domen antyfazowych pokazane strzałkami (J. Dutkiewicz, Berkeley, 1982 r.)

w wyniku przemiany spinodalnej w stopach Al-Zn i Cu-Ti, gdzie określono zmiany długości fali modulacji na podstawie zmian odległości maksimów pobocznych na dyfrakcjach elektronowych, były podstawą rozprawy habilitacyjnej dr. J. Dutkiewicza, która została obroniona w IPPT PAN w 1978 roku oraz publikacji zamieszczonych w czasopismach z USA i Europy Zachodniej [13-15].

Z kolei, po pobycie doc. J. Dutkiewicza u profesora Tadeusza Massalskiego w Carnegie Mellon University w Pittsburghu, do badań struktury metodami mikroskopii elektronowej włączono tematykę stopów przechłodzonych wprost z fazy ciekłej na wirującym walcu miedzianym w celu zamrożenia struktury amorficznej [16]. Ponadto, nawiązano współpracę w dziedzinie przemiany martenzytycznej i efektu pamięci kształtu w stopach

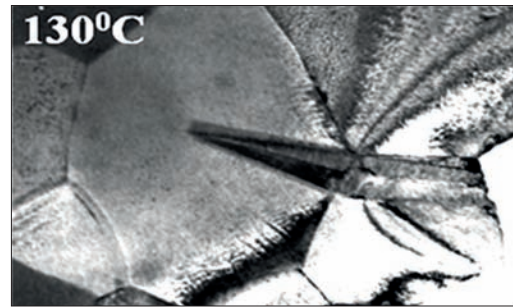
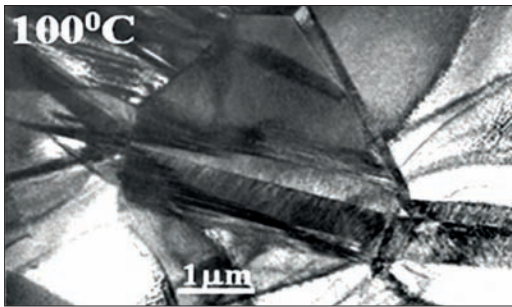
miedzi niklu z profesorami L.G. Khandrosem i J. Kowalem z Instytutu Fizyki Metali Akademii Nauk ZSRR w Kijowie i z profesorem U. Messerschmittem z Instytutu Mikroskopii Elektronowej i Fizyki Ciała Stałego w Halle NRD. Dzięki współpracy możliwe były badania *in-situ* deformacji super-plastycznej monokryształów ze stopów miedzi wykazujących efekt pamięci kształtu wytwarzanych w Kijowie, a badania odkształcenia *in-situ* prowadzono na wysokonapięciowym mikroskopie 1000 kV w Halle za pomocą unikalnej przystawki umożliwiającej rejestrację krzywej rozciągania w mikroskopie elektronowym, skonstruowanej przez U. Messerschmitta opublikowane w pracy [17]. Ponadto badano wpływ uporządkowania i starzenia na przemianę martenzytyczną i efekt pamięci kształtu w stopach miedzi we współpracy z prof.

J. Sołtysem i dr. R. Kozubskim z Uniwersytetu Jagiellońskiego, gdzie opracowano technikę precyzyjnych pomiarów zmian oporu elektrycznego w zależności od temperatury, szczególnie w aspekcie uporządkowania austenitu i martenzytu [18]. Badania przemiany martenzytycznej i efektu pamięci kształtu w stopach miedzi stały się podstawą prac doktorskich Jerzego Morgiela [19, 20] i Tomasza Czeppe [21] obronionych w IMIM PAN pod kierunkiem doc. J. Dutkiewicza odpowiednio w latach 1987 i 1989. Badania nad przemianą martenzytyczną były rozwijane w ramach współpracy z prof. E. Cesari z Uniwersytetu Wysp Balearskich w Palma de Mallorca, a później w ramach projektu Europejskiego INCO-COPERNICUS koordynowanego przez profesora E. Cesari w latach 1992-1995, co zaowocowało bardzo dobrymi pracami z tej dziedziny. Ponadto od opracowania nowych materiałów wprowadzono technikę mielenia w młynkach kulowych w celu wytwarzania stopów o strukturze nano-kryształicznej. W ramach projektu badano zależność temperatury początku przemiany martenzytycznej od wielkości ziarna, a strukturę uzyskanych taśm stopów zarówno miedzi jak i niklu badano techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Mechanizm przemiany martenzytycznej badano również stosując chłodzenie *in-situ* w mikroskopie elektronowym, określając zmianę mechanizmu zarodkowania wraz ze zmianą stopnia uporządkowania, ilości defektów i wielkości ziarna. Wyniki wspólnych badań w ra-

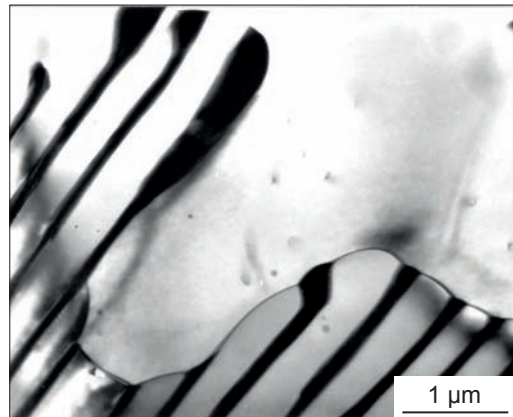
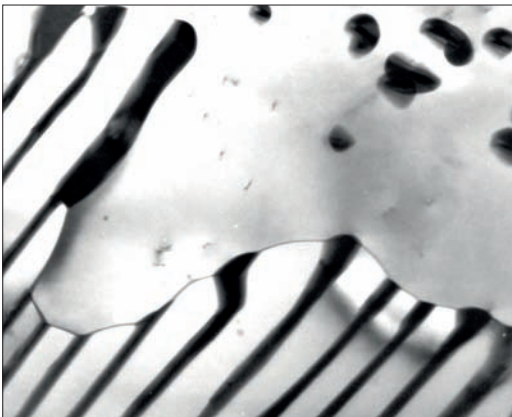
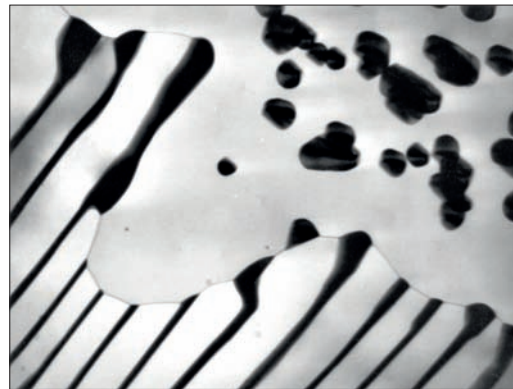
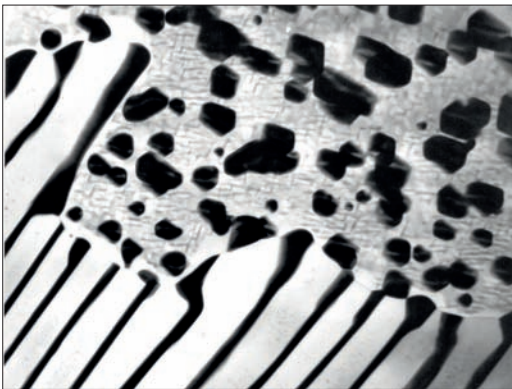
mach projektu europejskiego prezentowano na międzynarodowych konferencjach dotyczących przemiany martenzytycznej i opublikowano w uznanych czasopismach z tej dziedziny [22, 23].

Interesującym rozwinięciem tych prac było zastosowanie obserwacji grzania *in-situ* do badań mechanizmu przemian dyfuzyjnych, a w tym przemiany nieciągłej w stopach AlZn opublikowane przez dr. P. Ziębę i J. Morgiela [24]. Obserwacje te, weryfikowane obserwacjami *ex-situ*, umożliwiły między innymi opis rozpuszczania wydzieleni na froncie takiej przemiany (rys. 5), a także określenie zależności szybkości cofania się frontu w funkcji temperatury. Uzyskane wyniki stanowiły podstawę monografii habilitacyjnej P. Zięby oraz zostały przedstawione w szeregu publikacjach [25-27].

Wykonanie kolejnego kroku w badaniach przemian fazowych techniką *in-situ* umożliwił długoterminowy staż J. Morgiela (w ramach tzw. „stypendium post – doc” Fulbrighta-Highsa w grupie prof. Roberta Sinclaira w Stanford University w latach 1987 – 1989) w czasie którego, po raz pierwszy w świecie zarejestrowano w skali atomowej zarodkowanie, a następnie wzrost krystalitu krzemu w wysokiej temperaturze (rys. 6). Badania te wykazały, że występowanie tzw. „szybkiego kierunku wzrostu” [112] ma swoje umocowanie w obecności uprzywilejowanych miejsc przyłączania nowych atomów w granicach bliźniaczych oraz metastabilnego charakteru



Rys. 4. Mikrostruktury TEM „cofania” płytek martenzytu w folii ze stopu CuAlNi uzyskane in-situ w mikroskopie EM301 od 100 do 130 °C



Rys. 5. Mikrostruktura TEM „in-situ” cofania się frontu tzw. przemiany nieciągłej w stopie AlZn w czasie grzania cienkiej folii w mikroskopie EM 301

dyslokacji w rejonie frontu krystalizacji, tj. ich anihilacji poprzez migrację do czoła frontu po płaszczyznach {111} [28].

Z początkiem lat dziewięćdziesiątych z inicjatywy ówczesnego dyrektora Instytutu prof. Ryszarda Ciacha ze środków na likwidowany wówczas Komitet Nauki i Po-

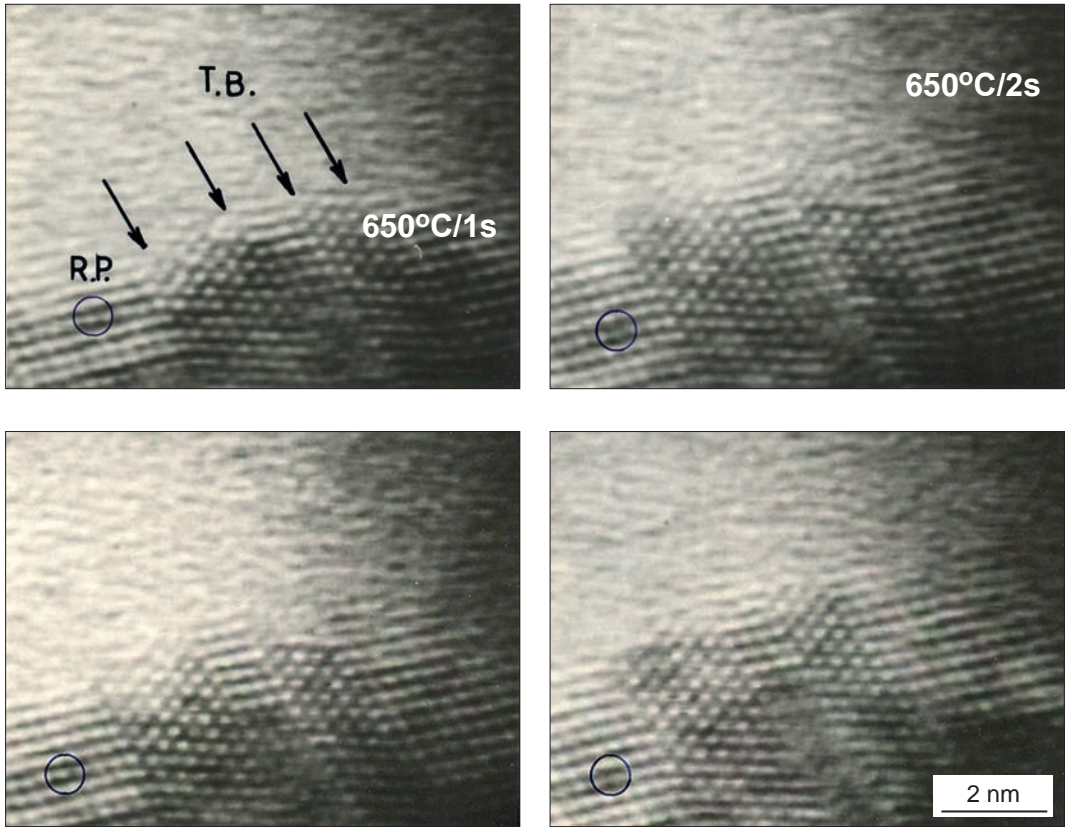
stępu Technicznego pozyskano fundusze na zakup mikroskopu transmisyjnego kolejnej generacji. W wyniku negocjacji prowadzonych przez dr. Jerzego Morgiela i dr. Pawła Ziębę oraz przy wsparciu Przewodniczącego IV Wydziału Nauk Technicznych PAN prof. dr Bogdana Ciszewskiego Instytut otrzy-

mał nowy transmisyjny mikroskop elektronowy Philips CM20 TWIN wraz z systemem do mikroanalizy składu chemicznego techniką spektroskopii dyspersji promieniowania rentgenowskiego f-my Oxford Instrument.

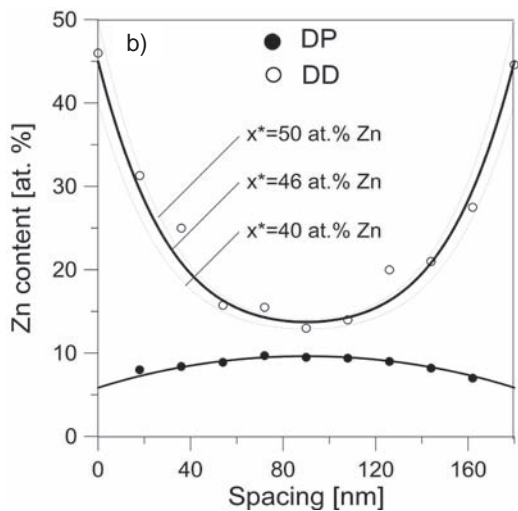
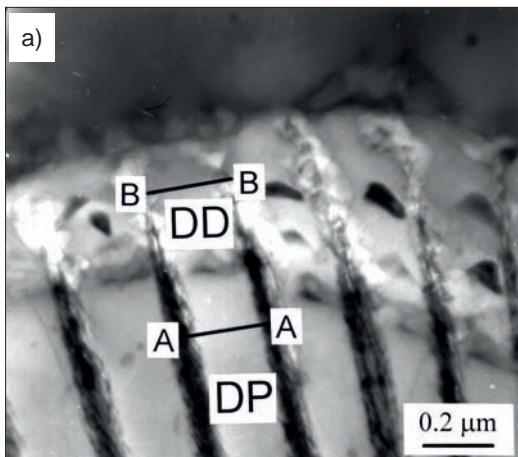
Równoległe dr inż. Paweł Zięba uzyskuje roczne stypendium naukowe *British*

Council Fellowship w Manchester Materials Science Centre, gdzie ma okazję pracować wspólnie z twórcami podstaw nowoczesnej ilościowej analizy składu chemicznego prowadzonej z wykorzystaniem transmisyjnego mikroskopu elektronowego, tj. prof. G. W. Lorimerem i dr. Grahamem Cliffem. Uzyskane tam doświadczenie pozwoliło na wprowadzenie i rozwijanie techniki analitycznej mikroskopii elektronowej, a w tym wypracowanie optymalnych warunków pomiarów lokalnego składu chemicznego struktur lalmelarnych oraz na migrujących granicach (rys. 7).

W efekcie tam rozpoczętych, a kontynuowanych w IMIM PAN badań wyjaśniono jedno z kluczowych zagadnień dotyczących zjawisk dyfuzji w stanie stałym, tj. stwierdzono, że szybkość transportu atomów drugiego składnika na stacjonarnej granicy ziaren dużego kąta w polikrystalicznym materiale jest zasadniczo taka sama jak dla granicy migrującej. Uzyskane wyniki zostały wyróżnione Nagrodą Przewodniczącego IV Wydziału Nauk Technicznych Polskiej Akademii Nauk (1998) oraz Werner Köster Prize przyznaną przez Deutsche Gesellschaft für Materialkunde and Carl-Hanser Verlag w 1999 roku za najlepszą pracę opublikowaną w *Zeitschrift für Metallkunde* [29]. Zagadnienie to było tematem monografii pt. „Local characterization of the chemistry and kinetics in discontinuous solid state reactions” wydanej w 2001 r. oraz licznych publikacji.



Rys. 6. Wysokorozdzielczy obraz migrującego frontu krystalizacji uzyskany w 1s odstępie w czasie grzania w 650°C w mikroskopie Philips 430 (Stanford University) (strzałkami zaznaczono granice bliźniacze, a literami RP tzw. „punkt odniesienia”)



Rys. 7. Mikrostruktura TEM stopu Al.-22 at.%Zn (a) oraz wyniki pomiarów składu chemicznego wzdłuż linii AA (po wydzieleniu nieciągłym) i BB po rozpuszczeniu nieciągłym

W następnych latach prowadzono szereg prac nad charakterystyką mikrostruktury drobnokrystalicznych stopów miedzi, srebra i innych otrzy-

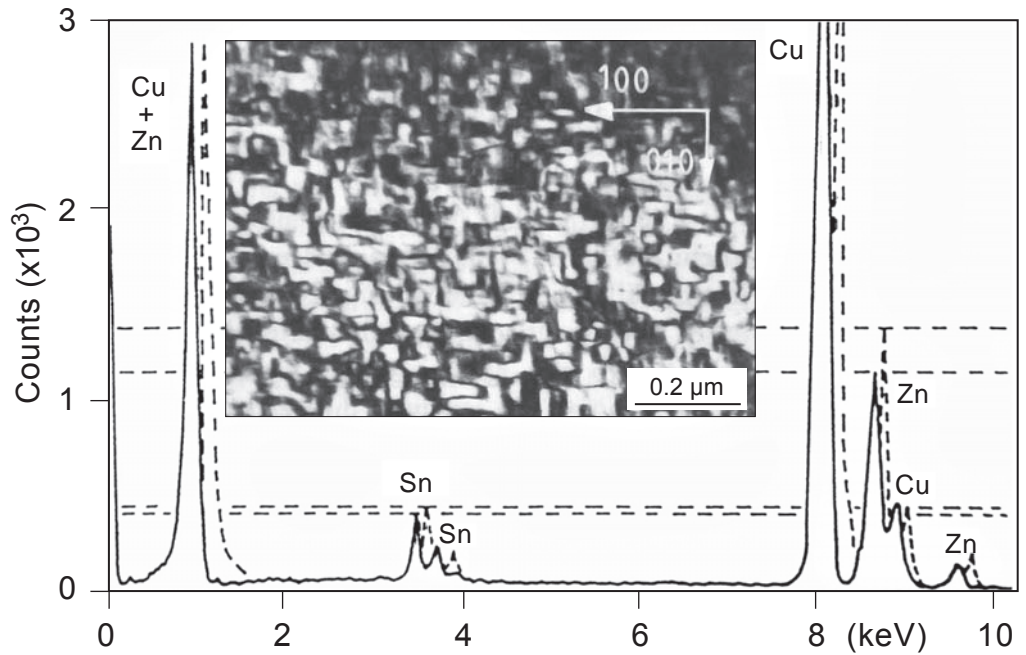
manyh drogą odlewania na wirujący walec, co było m. in. przedmiotem pracy doktorskiej dr L. Lityńskiej-Dobrzyńskiej prowadzonej pod kie-

runkiem prof. J. Dutkiewicza (2000 r.) oraz faz międzymetalicznych uzyskanych poprzez mielenie w młynach kulowych, co stanowiło tema-

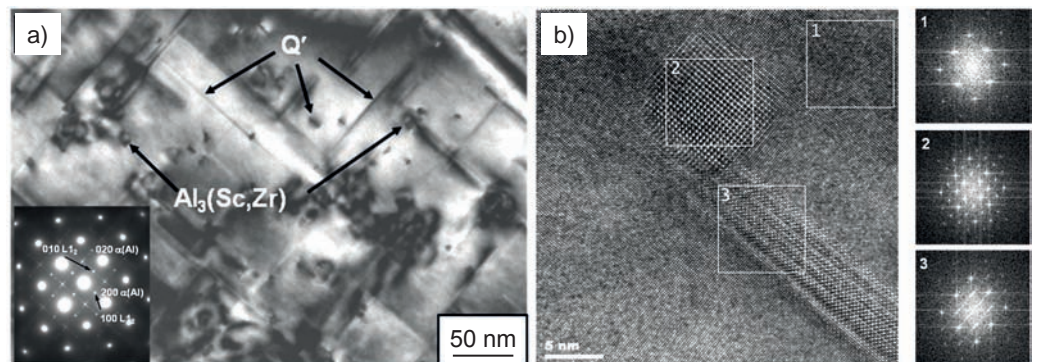
tykę doktoratu W. Maziarza (promotor prof. Dutkiewicz) przedstawionego w 2001 roku. W latach 2000 – 2004 badano również strukturę nowych stopów amorficznych w tym na osnowie cyrkonu w ramach projektów krajowych (kierownik J. Morgiel) oraz europejskich Bulk Amorphous Glasses i Bulk Amorphous Composites (kierownik R. Yavari z CNRS w Marsylii, koordynator w IMIM PAN – J. Dutkiewicz). Prace te podsumowały publikacje w Materials Science and Engineering oraz J. Microscopy [30, 31]. Równoległe z powyższymi pracami kontynuowano w IMIM PAN badania porządkowania stopów z pamięcią kształtu zapoczątkowane przez J. Dutkiewicza i J. Morgiela w latach 80., z tym, że adaptowana przez J. Morgiela technika ALCHEMI [32, 33] umożliwiła przejście od opisu jakościowego, tj. opisu wielkości i kształtu domen antyfazowych, do ilościowego, tj. określenie parametru uporządkowania dalekiego zasięgu. Uzyskane tą drogą wyniki nie tylko pozwoliły wskazać, na których płaszczyznach sieci krystalicznej b-CuZn dochodzi do preferencyjnego lokowania wprowadzanych dodatków stopowych, takich jak Cu lub Al, ale również po raz pierwszy w sposób ilościowy określić stopień uporządkowania tej fazy (rys. 8). W roku 2004 prof. dr hab. inż. Paweł Zięba, już jako z-ca dyrektora ds. naukowych był inicjatorem oraz realizatorem koncepcji Środowiskowego Laboratorium Optyki Elektronowej zlokalizowanego

w IMIM PAN i doprowadził do wyposażenia Instytutu w pierwszy w kraju transmisyjny mikroskop elektronowy z działem jonowym działem polowym TECNAI SuperTWIN FEG (200kV) z przystawką EDS do mikroanalizy składu chemicznego f-my EDAX. Równolegle w IMIM PAN zainstalowano pierwszy w Polsce nowy system wycinania cienkich folii z wykorzystaniem wiązki jonów galu (tzw. FIB) na bazie urządzenia Quanta Dual Beam firmy FEI.

Wykorzystując te nowe możliwości rozpoczęto badania w celu poprawy własności mechanicznych stopów aluminium poprzez modyfikację składu chemicznego, dobór obróbki cieplnej i zastosowanie nowych technologii ich otrzymywania. Analiza możliwości kształtowania mikrostruktury oraz właściwości stopów serii 6XXX poprzez wprowadzenie dodatków skandiu i cyrkonu stanowiła tematykę rozprawy habilitacyjnej Lidii Lityńskiej-Dobrzyńskiej (w 2010 roku), gdzie wykazano przydatność nowoczesnych metod transmisyjnej mikroskopii elektronowej, takich jak mikroskopia wysokorozdzielcza, mikroskopia skaningowa w transmisji oraz mikroanaliza rentgenowska z nanoobszarów do badań procesów wydzielenia [34]. Otrzymane wyniki pozwoliły na dokładną charakterystykę wydzieleni $Al_3(Sc, Zr)$ oraz wykazanie, że ich wydzielenie zachodzi niezależnie od metastabilnych faz β'' i Q' , a ich korzystne oddziaływanie na własności stopów sumują się (rys. 9).



Rys. 8. Mikrostruktura TEM oraz widma EDS uzyskane blisko orientacji Bragga (000, 100) przy odchyleniu $s > 0$ (linia przerywana) oraz $s < 0$ (linia ciągła). Parametry r_{Zn} oraz r_{Sn} opisują zmianę wielkości pików odpowiednio Zn i Sn (monografia J. Morgiel, 2001, [32])

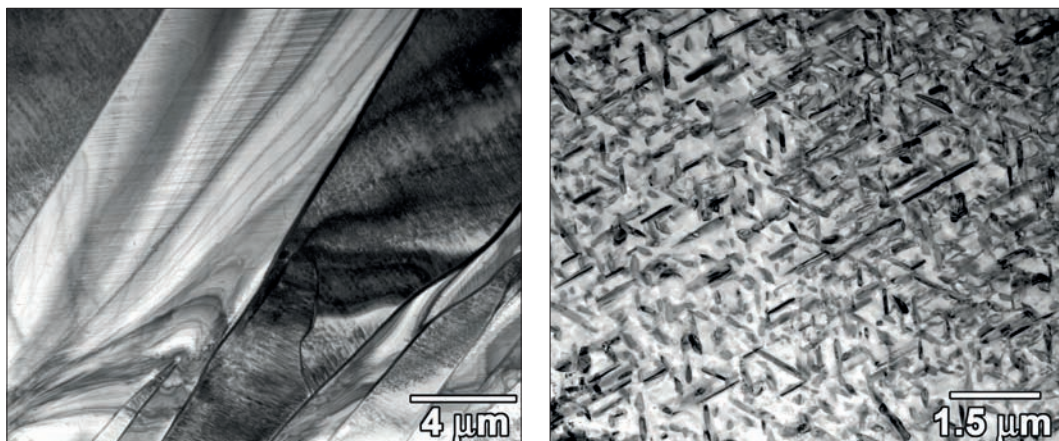


Rys. 9. Mikrostruktury TEM, dyfrakcja elektronowa (a) HRTEM (b) oraz transformaty Fouriera (FFT) uzyskane z zaznaczonych na obrazie obszarów (1) osnowy $\alpha(Al)$, (2) wydzielenia $Al_3(Sc, Zr)$ oraz (3) wydzielenia Q' - dla stopu $Al-1Mg-0.6Si-1Cu-0.4Sc-0.2Zr$ wygrzewanego w $350^\circ C$ przez 0,5 godziny (monografia L. Lityńskiej-Dobrzyńskiej, 2010, [34])

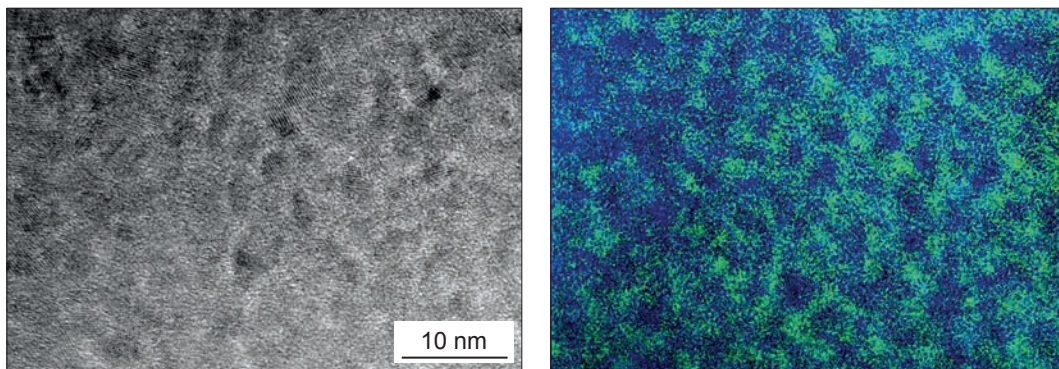
W połowie lat 2000-2010 powrócono również do badań związanych z przemianą martenzytyczną oraz magnetyczną w stopach z układów Co-Ni-Al i Ni-Mn-Z (Z=Ga, Al, In, Sn). Prace te prowadzone były w ramach trzech projektów, a w tym pt. *Materiały inteligentne metaliczne, ceramiczne i polimerowe (pro-*

jektowanie - otrzymywanie - właściwości - zastosowanie (2005-2008), kolejnego trwającego do dzisiaj pt. *Innowacyjne materiały do zastosowań w energooszczędnych i proekologicznych urządzeniach elektrycznych*, (2009-2013), oraz we współpracy z Uniwersytetem Palma de Mallorca pt. *„Opracowanie i charaktery-*

styka nowych stopów wykazujących magnetyczną pamięć kształtu” (2007-2009). Tematyka tych badań ukierunkowana była na opracowanie nowych stopów wykazujących magnetyczny efekt pamięci kształtu jak również efekt magneto-kaloryczny. Badania mikrostrukturalne pozwoliły na określenie



Rys. 10. Mikrostruktura TEM stopu $\text{Co}_{39}\text{Ni}_{34}\text{Al}_{27}$ hartowanego z 1250°C (a) oraz po wyżarzaniu w 700°C (na wstawkach obrazy dyfrakcji martenzytu $L1_0$ i fazy g') [35]



Rys. 11 Mikrostruktura wysokorozdzielcza oraz mapa rozkładu chromu i krzemu w powłokach na stali narzędziowej [36]

wpływu wydzielenia drugiej fazy (rys. 10) oraz rozdrobnienia ziarna na zakres przemiany martenzytycznej oraz podatność do odkształcenia plastycznego powyższych stopów. Wyniki badań uzyskane w tej tematyce zostały wykorzystane w monografii habilitacyjnej dr. W. Maziarza [35]. Zakup nowego sprzętu, a w tym do przygotowania cienkich folii techniką FIB, otworzył również szerszą drogę do badań powłok i kompozytów, które IMIM PAN rozpoczął w połowie lat dziewięćdziesiątych jako pierwsza w kraju jednostka badawcza z wykorzystaniem ściemniacza Gatan pozyskanego z Fun-

dacji na rzecz Nauki Polskiej. Badania te realizowano w ramach projektów takich jak „Opracowanie ultra-twardych krystaliczno amorficznych powłok typu $\text{TiN}/\text{Si}_3\text{N}_4$ na narzędzia skrawające” (2005-2007), „Opracowanie technologii nanoszenia ultra-twardych powłok dwuwarstwowych ($\text{CrN}/\text{Si}_3\text{N}_4$)/ TiN na narzędzia skrawające z węglików spiekanych” (2008-2010) oraz międzynarodowego KMM-NoE „Knowledge-based Multicomponent Materials for Durable and Safe Performance” (2004-2008) kierowanych w IMIM PAN przez doc. J. Morgiela. W oparciu o ich wyniki przedstawione zostały

dwie prace doktorskie, tj. Ł. Majora oraz J. Grzonki (obie z wyróżnieniem, ta ostatnia otrzymała nagrodę im. J. Groszkowskiego w 2010) oraz monografia pt. „Zaawansowana charakterystyka powłok nano-strukturalnych z wykorzystaniem TEM” [36]. W badaniach tych wykazano między innymi, że w materiałach osadzanych z wykorzystaniem ablacji laserowej lub rozpylania magnetronowego dochodzi do tworzenia metastabilnych faz o bardzo wysokim przesyconiu. W badaniach nano-kompozytów po raz pierwszy w świecie potwierdzono segregację ich składu, tj. potwierdzono, że faza

krystaliczna ma skład bogaty w chrom, a faza amorficzna w krzem (rys. 11).

W ostatnich latach dalej rozwijane są badania zaawansowanych materiałów, w których charakterystyce wymagana jest wysoka przestrzenna zdolność rozdzielcza zarówno do opisu zdefektowania sieci krystalicznej, jak również do analizy składu chemicznego. W ramach tej tematyki w pracowni kierowanej przez profesora J. Dutkiewicza realizowane są kolejne prace doktorskie, a w tym mgr Ł. Rogala dotycząca odlewania metodą tiksoformingu stali wysokowęglowych, (opiekun prof. J. Dutkiewicz), mgr A. Kukuła-Kurzyniec (Opracowanie nowych stopów amorficznych na osnowie aluminium, opiekun prof. J. Dutkiewicz), mgr P. Czaja (Magnetyczne fazy międzymetaliczne, opiekun dr hab. W. Maziarz), mgr K. Stan (Fazy kwazi-krystaliczne opiekun prof. L. Lityńska), mgr K. Kubok, (opiekun prof. L. Lityńska) oraz mgr M. Gajewska (Opracowanie kompozytów na osnowie aluminium wzmacnianych cząstkami AlN , opiekun prof. J. Morgiel).

Literatura

- [1] A. Dedo, Z. Jasiński, W. Precht: *Badanie rodzajów poślizgu w metalach pod mikroskopem elektronowym*, Rudy i Metale Nieżelazne, 10 (1965)
- [2] W. Precht: *The change of mechanical and physical properties of alpha-iron due to tension, compression, torsion and rolling*, Bull. Acad. Pol. Sci. Ser. Sci. Techn., XIV (1966), 1
- [3] A. Krupkowski: *Thermodynamic properties of Al-Zn System. I Theoretical Founda-*



- tion, Bull. Acad. Pol. Sci Ser Sci Techn., XX (1972), 1
- [4] W. Truszkowski, J. Dutkiewicz: Bull. Acad. Pol. Sci. Ser. Sci. Techn., XXI (1973), 829
- [5] W. Truszkowski, J. Dutkiewicz: *Spinodal Decomposition and Discontinuous Precipitation in the Ageing of Aluminium-Zinc*, Bull. Acad. Pol. Sci. Ser. Sci. Techn., XIX (1971), 821
- [6] R. Ciach, J. Dutkiewicz, J. Salawa, W. Baliga: *Wpływ magnezu na przemiany fazowe wysokocynkowych stopów aluminium*, Archiwum Hutnictwa, XIX (1974), 149
- [7] W. Truszkowski, J. Dutkiewicz: *Przemiany strukturalne w procesie starzenia stopu Al-Zn₂₀Cu₂*, Materiały II Konf. Mikroskopii elektronowej, Warszawa, 1971, 75
- [8] J. Dutkiewicz, R. Ciach: *Wpływ dodatku magnezu na proces starzenia stopów aluminium-cynk*, Materiały III Ogólnopolskiej Konferencji Mikroskopii Elektronowej, Bartkowa, 1973, 143
- [9] A. Pawłowski: *Wpływ odkształcenia plastycznego i obróbki cieplnej na kinetykę przemian fazowych wysokocynkowych stopów aluminium*, Praca doktorska, ZPM PAN, Kraków, 1971
- [10] P. Zięba: *Wpływ starzenia na procesy rozpuszczania faz w stopach AlZn*, Praca doktorska, IPM PAN, Kraków, 1987
- [11] R. Ciach, J. Dutkiewicz, R. Kroggel, H. Loeffler, G. Wendrock: *The Effect of the Solute Supersaturation on the Ageing Process of an Al 60wt%Zn Alloy*, Kristall und Technik, 10 (1975), 123
- [12] J. Dutkiewicz, L. Lityńska, J. Salawa, G. Wendrock, R. Kroggel: *Investigation on the Position of the Coherent Spinodal Curve in Al-Zn Alloys by Means of TEM and XSAS Investigations*, Second International Conference on Age Hardenable Aluminium Alloys, ICA-AA2, Visegrad, 1979
- [13] J. Dutkiewicz, G. Thomas: *High Resolution Study of Ordering Reactions in Thin Films of AuCr*, Thin Solid Films, 32 (1975), 329
- [14] R. Sinclair, J. Dutkiewicz: *Lattice Image Studies of Ordered Alloys*, 33rd Ann. Proc. Electron Microscopy Society of America, G.W. Bailey (ed), Las Vegas, Nevada, 1975, 10
- [15] J. Dutkiewicz, G. Thomas: *High Resolution Study of Ordering Reactions in Gold-Chromium Alloys*, Metallurgical Transactions A, 6A (1975), 1919
- [16] J. Dutkiewicz, T.B. Massalski: *Search for Metallic Glasses in the Ag-Cu-Ge, Ag-Cu-Sb and Ag-Cu-Sb-Ge Systems*, Metallurgical Transactions, 12A (1981), 773
- [17] J. Dutkiewicz, U. Messerschmidt, L.G. Khandros, V.V. Martynov, F. Appel, J. Morgiel: *HVEM in-situ Study of Pseudoelastic Deformation of CuAlFe Single Crystals*, Scripta Metallurgica, 20 (1986), 813
- [18] R. Kozubski, J. Sołtys, J. Dutkiewicz, J. Morgiel: *TEM Study of the Decomposition of Heussler Alloy CuMnAl*, Journal of Materials Science, 22 (1987), 3843
- [19] J. Morgiel: *Wpływ struktury fazy macierzystej na przemianę martenzytyczną w stopach miedzi*, IPM PAN w Krakowie, 1987
- [20] J. Dutkiewicz, J. Morgiel: *Effect of DO₃ Ordering on Parent – Martensitic Transformation in CuZnAl SM Alloy*, Journal of Materials Science, 21 (1986), 429
- [21] T. Czeppe, Praca doktorska, „Wpływ dodatku Si, Ni i In do stopów Cu-Zn na przemianę martenzytyczną i strukturę faz β i β' IPM-PAN, Kraków, 1989
- [22] J. Dutkiewicz, E. Cesari and J. Pons: *Influence of Grain Size and Ordering on the Two Way Shape Memory Effect in CuAlMn Alloys*, Paper presented at ICOMAT 95, Lausanne, J. de Physique III, C8 (1995), 955
- [23] J. Morgiel, J. Dutkiewicz: *Martensitic Transformation in Aged CuZnSn Shape Memory Alloys*, Paper presented at na ICOMAT 95, Lausanne, J. de Physique III, C8 (1995), 991
- [24] P. Zięba, J. Morgiel: *TEM/EDS Verification of Tu – Turnbull Model of Discontinuous Dissolution*, Scripta Metallurgica, 30 (1994), 1177
- [25] P. Zięba, W. Gust: *Analytical Electron Microscopy of Discontinuous Solid State Reactions*, International Materials Reviews, 43 (1998), 70
- [26] P. Zięba: *Recent Progress in the Energy Dispersive X-ray Spectroscopy Microanalysis of the Discontinuous Precipitation and Discontinuous Dissolution Reactions*, Materials Chemistry and Physics 62, (2000), 183
- [27] P. Zięba, W. Gust: *Microanalytical Study of Discontinuous Precipitation and Dissolution in Ni-4 at.% Sn: Local and Global Characterization of the Reactions*, Acta Materialia, 47 (1999), 2641
- [28] R. Sinclair, J. Morgiel, A.S. Kirtikar, I.W. Wu, A. Chiang: *Direct Observation of Crystallization of Amorphous Silicon by in-situ HREM*, Ultramicroscopy, 51 (1993), 41
- [29] P. Zięba: *In Situ Study of Discontinuous Precipitation and Dissolution in an Al-22at.% Zn Alloy*, Zeitschrift für Metallkunde, 90 (1999), 669
- [30] T. Czeppe, V. Rashkova, E. Dobrev, L. Lityńska, J. Morgiel, J.L. Labar, J. Dutkiewicz: *Glass forming ability and microstructure of ZrTiNiCuAl and ZrTiNiCuAg melt spun ribbons*, Materials Science and Engineering, 377 (2004), 260
- [31] J. Dutkiewicz, M. Kubicek, M. Pastrnak, W. Maziarz, M. Lejkowska, T. Czeppe, J. Morgiel: *Structure Studies of Ball Milled ZrCuAl, NiTiZrCu and Melt Spun ZrNiTiCuAl Alloys*, J. Microscopy, 223 (2006), 268
- [32] J. Morgiel: *Procesy porządkowania atomowego w stopach analizowane techniką ALCHEMI*, IMIM-PAN, Kraków, 2001
- [33] J. Morgiel: *Ordering of β Phase in TiNiCu and TiNiCuMn Melt Spun Ribbons Studied with ALCHEMI Technique*, J. Materials Chemistry and Physics, 81 (202), 230
- [34] L. Lityńska-Dobrzyńska: *Rola skndu i cyrkonu w procesach starzenia struktur metastabilnych w stopach Al-Mg-Si-Cu*, IMIM PAN Kraków, 2010
- [35] W. Maziarz: *Kształtowanie mikrostruktury magnetycznych stopów Co-Ni-Zi i Ni-Mn-Z (Z=Al, Sn, In) i jej wpływ na przemianę martenzytyczną i własności*, IPM-PAN, Kraków, 2011
- [36] J. Morgiel: *Zaawansowana charakterystyka powłok nano-strukturalnych z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej*, IMIM-PAN, Kraków, 2011

* Jan Dutkiewicz, Jerzy Morgiel – Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie