Карактеризација метеријала

Проф.др Весна Пауновић

Методе карактеризације

- Упоредо са развојем нових материјала и технологија развијале су се и методе и технике које омогућавају испитивање особина материјала и њихових промена.
- Физичка и хемијска својства која су у основи различитих метода за карактеризацију материјала се најчешће могу сврстати у:
  - **Екстензивне величине -** (маса и димензије)
  - **Механичке особине -**(еластичност, чврстоћа, тврдоћа, жилавост брзина простирања звука итд.),
  - **Топлотне особине-** (топлотна проводност, топлотни ефекти фазних прелаза...) ,
  - **Електричне** особине-(електрична проводност, вредност диелектричне константе...)
  - **Нуклеарне особине** -(радиоактивност, маса изотопа, апсорпција...)
  - **Особине које укључују интеракцију материјала и зрачења** (емисија, апсорпција и расејање зрачења, нуклеарна и електромагнетна резонанца итд.)

Класификација метода

- Методе за карактеризацију материјала могу се класификовати на основу различитих критеријума.
- Једна од основних подела је на **деструктивне и недеструктивне** методе.

  - **Деструктивне методе** испитивања материјала (енг. destructive testing –DT) представљају скуп метода које обухватају испитивање физичких, хемијских, структурних, механичких и других особина материјала, при чему долази до разарања самог узорка материјала.
  - Код фундаменталних истраживања углавном се користе ове методе.

  - **Недеструктивне методе** испитивања материјала (енг . nondestructive testing-NDT) имају за циљ одређивање особина материјала, као и откривање различитих врста дефеката у материјалу, при чему испитивани материјал остаје неоштећен.
  - Ове методе имају посебан зна чај у примени на терену, где се користе за контролу полупроизвода, индустријских производа , носећих конструкција итд.

- Методе за деструктивну и недеструктивну анализу својстава материјала су комплементарне. Резултати испитивања недеструктивним методама се, посебно у фази постављања методе, упоређују са резултатима добијеним деструктивним методама.
- Деструктивне методе су увек квантитативне, док примена недеструктивних метода даје најчешће квалитативан резултат.

Класификација метода

- Метода на основу физичких и хемијских својстава материјала :
  - **методе испитивања димензија** (метри, помична мерила, микрометри) облика и стања површине (храпавост, визуелна контрола),
  - **методе испитивања структуре** (металографска микро и макроструктура, рендгенска дифракциона структурна микроанализа, електронска микроанализа),
  - **методе испитивања хемијског састава** (оптичка спектрометрија, електрохемијска анализа, рендгенска флуоресцентна анализа, термо -метријска анализа, хроматографија),
  - **методе механичких и технолошких испитивања** (статичка и динамичка испитивања, краткотрајна и дуготрајна испитивања, испитивања на собним, повишеним и сниженим температурама, испитивања тврдоће, технолошка испитивања),
  - **методе испитивања топлотних својстава,**
  - **методе испитивања материјала без разарања** дефектоскопија (визуелне методе, методе рендгенског зрачења, ултразвучне методе, магнетне методе).

Класификација метода

- У односу на намену, односно циљеве испитивања материјала, могу се и здвојити:
  - **Пријемна испитивања**,која се врше при купопродаји самог производа и обухватају контролна испитивања везана за стандарде израде, атесте, услове испоруке, димензије, означавање и паковање производа, као и за изглед и стање материјала,
  - **Редовна контролна испитивања**,која се обављају при производњи и извођењу техничког објекта и могубити међуфазна (у току процеса производње) и финална (на крају процеса производње),
  - **Експериментално -истраживачка испитивања,**која имају за циљ утврђивање квалитета материјала на основу познатих метода испитивања и која се најчешће изводе у савременим лабораторијама великих привредних предузећа или института,
  - **Научно -истраживачка испитивања,**која се често не базирају на већ прописаним методама испитивања материјала, већ се за карактеризацију материјала и одређивање радних особина у одређеним условима примене користе и нове методе испитивања,
  - **Специјална испитивања**,која могу бити веома специфична и разноврсна по намени и могу обухватати све претходне групе испитивања у циљу дефинисања специјалних захтева.

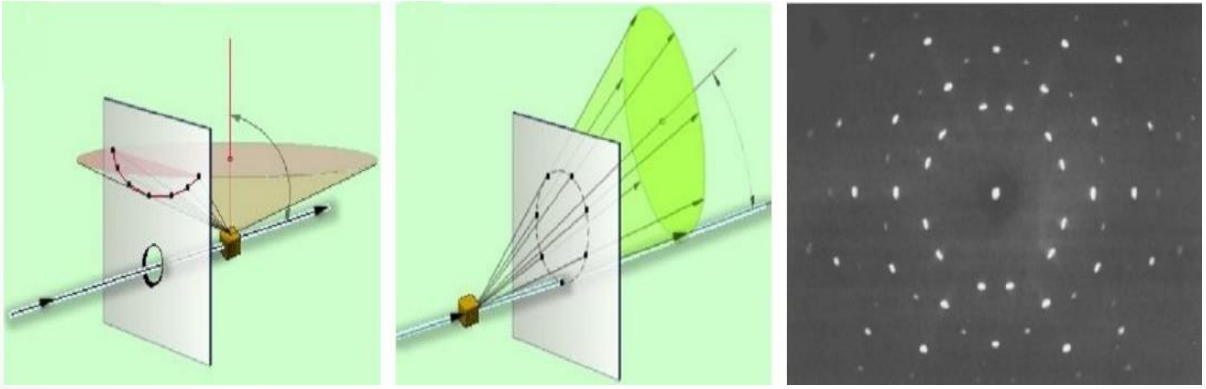
- Избор методе за карактеризацију материјала зависи од великог броја фактора:
  - структуре и састава материјала,
  - величине и положаја дефеката,
  - врсте евентуално присутних оштећења.
- Свака од метода има одређене предности али и ограничења у примени.
- Комбиновањем метода добијају се најпоузданији резултати.
- Међутим, због високе цене уређаја за карактеризацију и потреба за високо специјализованим кадровима, примена комбинованих метода у привреди није широко прихваћена.
- Са становишта примене, методе испитивања материјала имају велики значај за развој нових технологија, приказивање стања материјала, као и за одређивање утрошеног радног века компонената различитих система.

Методе испитивања структуре

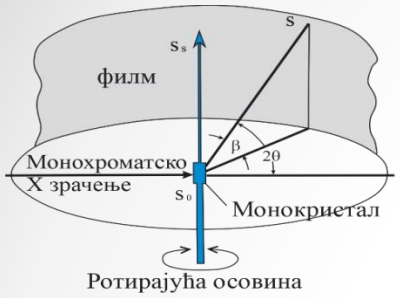
- У оквиру метода испитивања структуре материјала, данас је, посебно захваљујући открићу рендгенског зрачења, као и открићу и развоју електронско оптичких система, развијен велики број различитих техника карактеризације материјала.
- Оне се могу груписати у
  - дифракционе,
  - микроскопске,
  - површинске методе.

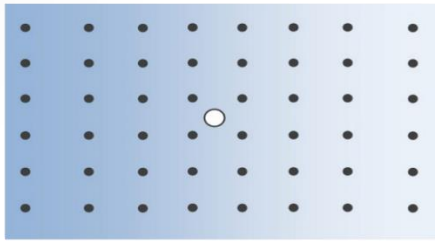
Дифракционе методе

- Дифракционе методе засноване су на појави дифракције рендгенског зрачења, електрона и неутрона, тако да се на тој основи разликују:
  - **рендгенска дифракција** (X-ray Diffraction-XRD),
  - **електронска дифракција** (Electron Diffraction-ED) ,
  - **неутронска дифракција** (Neutron Diffraction-ND)
- Најзаступљенија је **рендгенска дифракција** која даје информације о уређењу дугог домета у масивним узорцима.

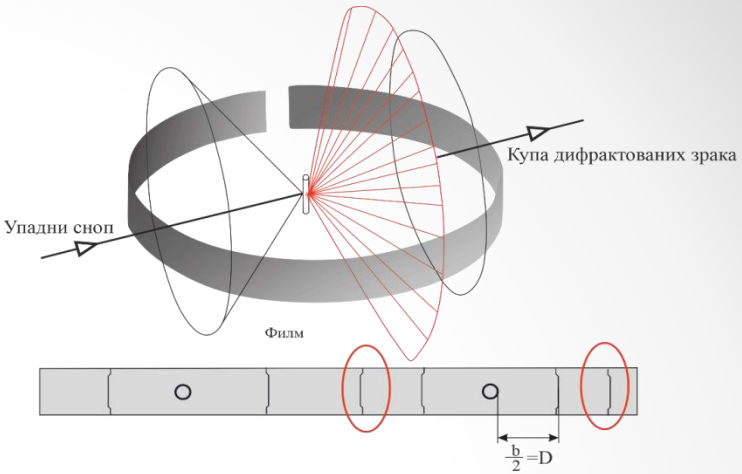


- Луеова методе, а) са повратним зрачењем, б) са прозрачивањем, в) екран

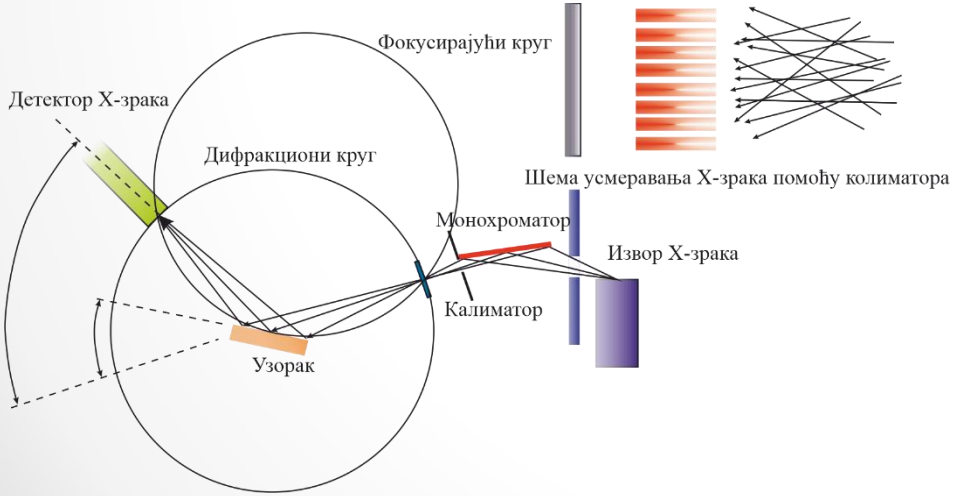




Метода ротирајућег кристала



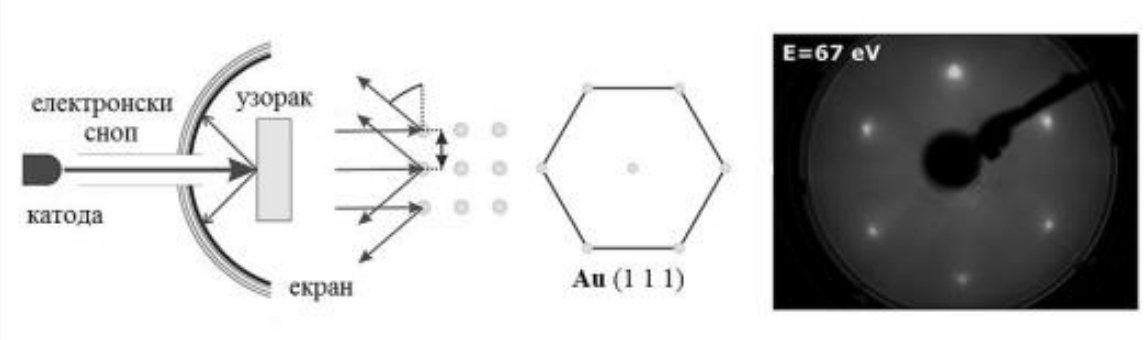
Дебај-Шерерова метода: Графички приказ дифрактометра и Дебајграм



Шема Браг-Брентано дифрактометра

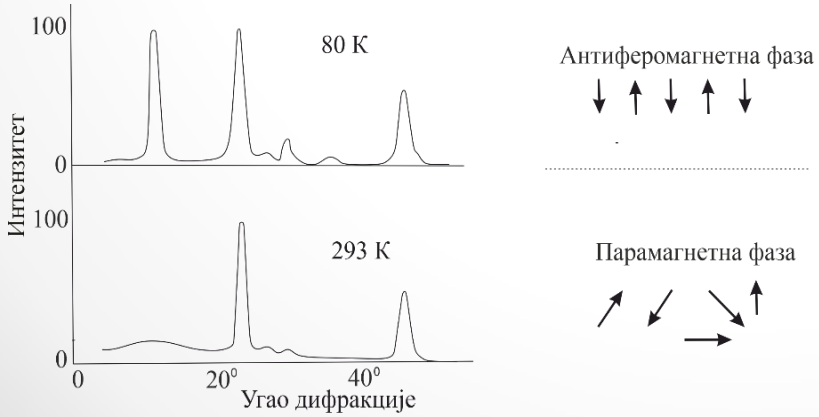
Дифракционе методе

- Основни недостатак ове методе је да се њом не може посматрати дифракција веома малих кристала, као ни кристалита нанометарских димензија, када је неопходно користити **електронску дифракцију**.



Шематски приказ LEED уређаја и добијене дифракционе слике.

- **Неутронска дифракција** је комплементарна метода за одређивање структуре материјала, која има посебан значај при истраживању магнетног уређења чврстих тела



Спектри добијени неутронском дифракцијом поликристалног праха MnO на 80K и 293K

Микроскопске методе

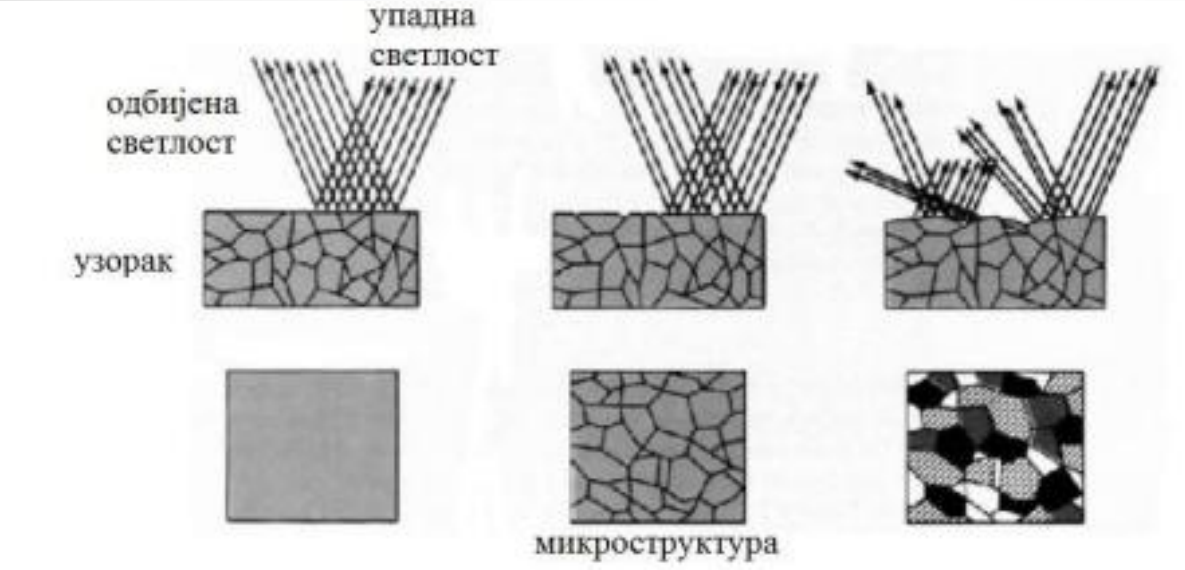
- Први значајан корак у развоју микроскопских метода испитивања материјала учињен је открићем оптичког микроскопа .

- У зависности од тога да ли се за добијање увећаног лика користи сноп упадне светлости, електрона или X-зрачења, разликују се:

  - **оптичка микроскопија** (Optical Microscopy -OM),- када је довољно добити увећања до 1500 пута. То значи да се оптичким микроскопом могу уочити детаљи величине неколико μm.
  - **трансмисиона електронска микроскопија** (Transmission Electron Microscopy -TEM) -достижу резолуцију од 0.2nm код стандардних TEM и резолуцију 0.1nm код најбољих микроскопа, што омогућава уочавање појединачних атома.
  - **рендгенска микроскопија** (X-ray Microscopy)

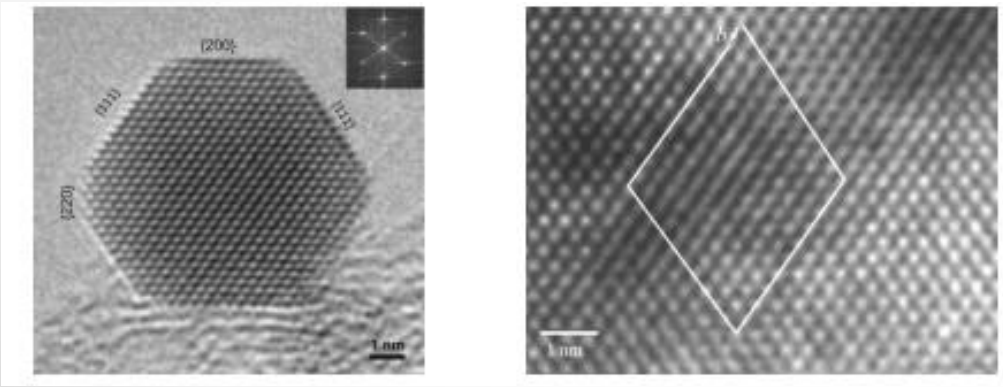
-

Оптичка микроскопија



Рефлексија светлости и добијена микроструктура: полираног ненагриженог, полираног нагриженог металног узорка и унутрашња структура зрна добијена даљим хемијским нагризањем.

Трансмисиона микроскопија



HRTEM снимак:

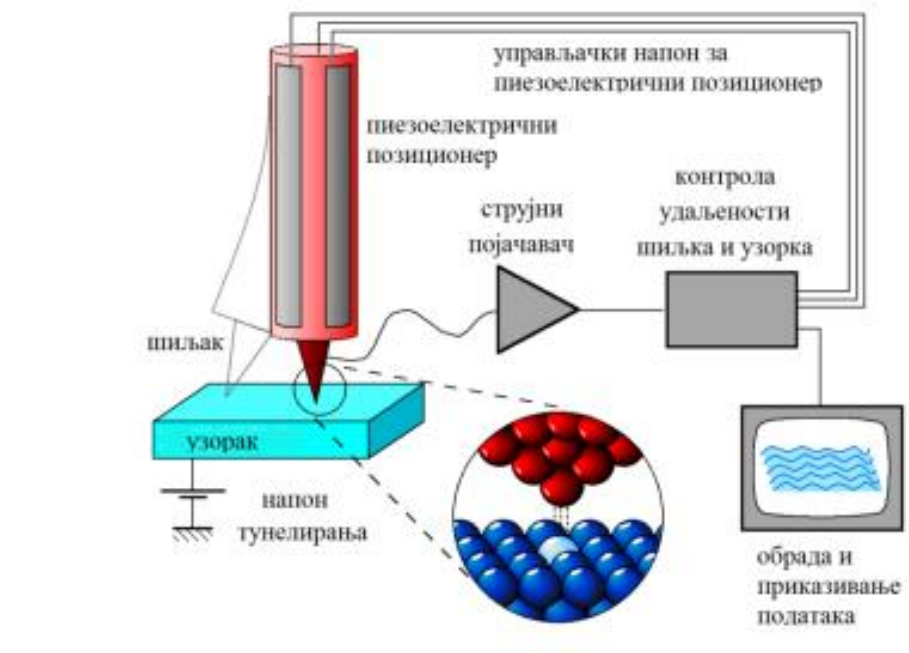
- наночестице AgI сниман паралелно правцу [011] , у горњем десном углу је дифрактограм наночестице,
- дислокације у узорку и Бургерсовог вектора.

Површинске методе

За испитивање површине материјала развијене су различите методе, од којих су најзначајније:

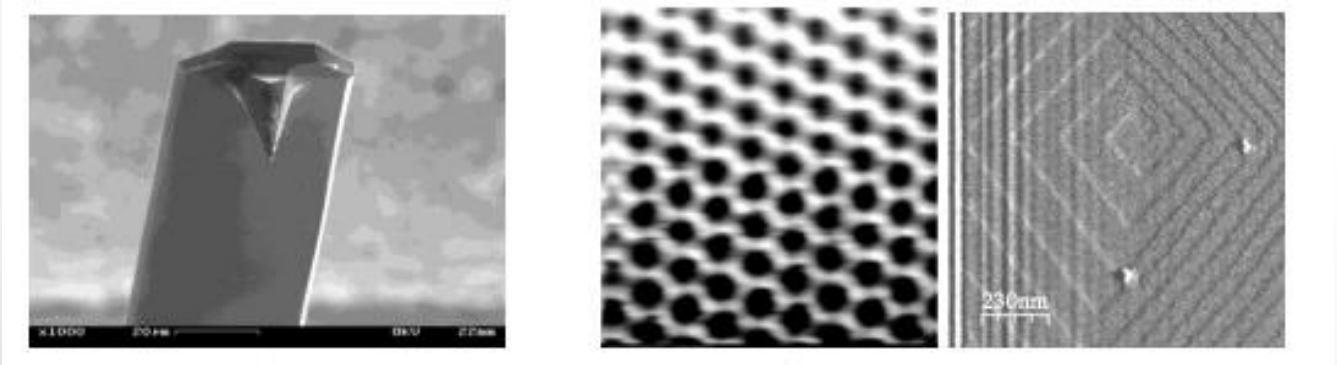
- **скенирајућа електронска микроскопија** (Scanning Electron Microscopy-SEM),
- **нискоенергетска електронска микроскопија** (Low-energy Electron Microscopy-LEEM),
- **скенирајућа тунел микроскопија** (Scanning-tunneling Microscopy-STM),
- **микроскопија атомском силом** (Atomic-force Microscopy-AFM),
- **микроскопија електричном силом** (Electric-force Microscopy-EFM),
- **микроскопија термичком силом** (Termic-force Microscopy-TFM),
- **скенирајућа оптичка микроскопија блиским пољем** (Near-field Scanning Optical Microscopy-NSOM),
- **микроскопија емисијом јона применом поља** (Field-ion Microscopy-FIM),
- **микроскопија фокусираним јонским снопом** (Focused Ion Beam Microscopy-FIBM) и
- **рефлексиона електронска микроскопија** (Reflection Electron Microscopy-REM).

Скенирајућа тунел микроскопија-STM



Шематски приказ STM

Микроскопија атомском силом-AFM



Проводна полуга са шиљком, AFM снимак графита, AFM снимак раста калцита.

Методе испитивања хемијског састава

У методе испитивања хемијског састава спадају: **спектроскопске методе, електрохемијска анализа, термометријска анализа, хроматографија** итд.

Посебно су значајне спектроскопске методе у оквиру којих се разликују:

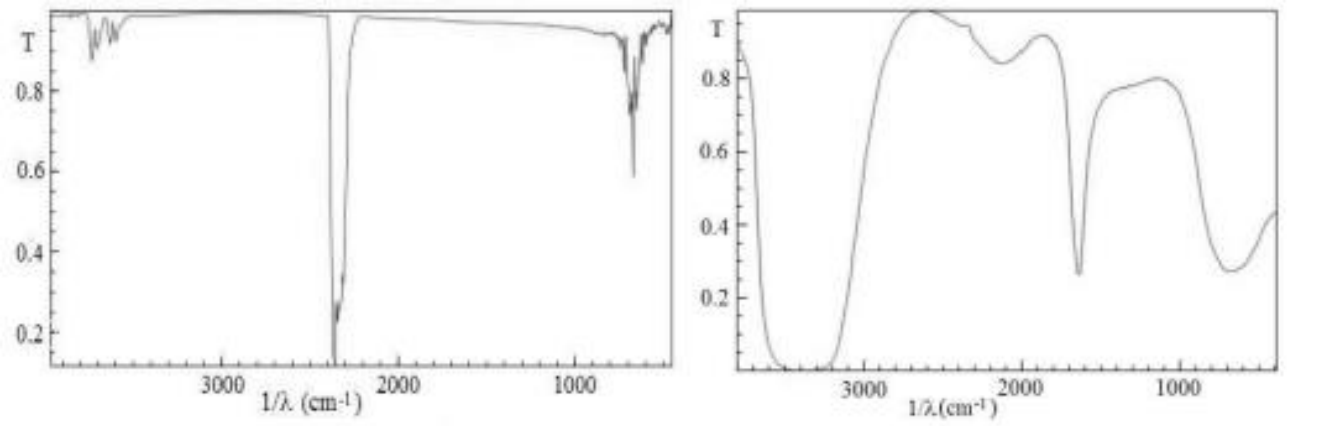
- **оптичка спектроскопија** (Optical Spectroscopy-OS)
- **електронска спектроскопија** (Electron Spectroscopy-ES),
- **јонска спектроскопија** (Ion Spectroscopy-IS) и
- **рендгенска спектроскопија** (X-ray Spectroscopy-XS).

Спектроскопске методе испитивања материјала допуњују методе рендгенске дифракције јер дају информације на нивоу локалне структуре, за разлику од дифракционих метода које пружају информације о дугодоментној уређености структуре материјала. Због тога се спектроскопским методама подједнако добро могу испитивати не само кристални већ и аморфни материјали.

Оптичка спектроскопија

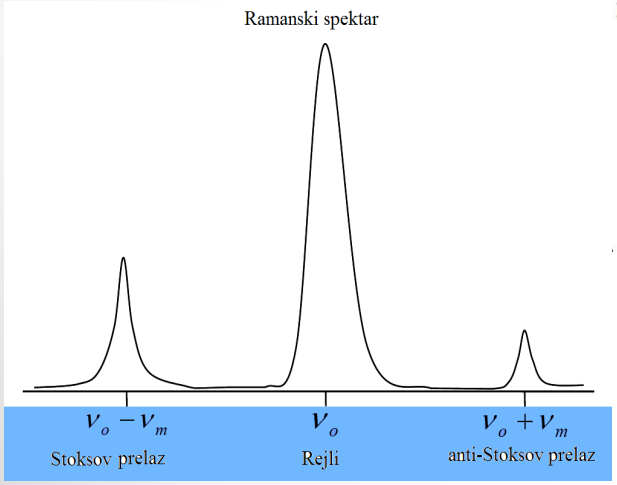
- У оквиру оптичке спектроскопије развијен је велики број различитих метода и техника од којих су најзначајније:
  - **инфрацрвена спектроскопија** (Infrared Spectroscopy-IS), за идентификацију непознатих супстанци,
  - **Раманова спектроскопија** (Raman Spectroscopy-RS), за испитивање хетерогености материјала, природе фаза и њихове расподеле,
  - **елипсометрија** (Ellipsometry), за одређивање дебљине танких филмова,
  - **луминисценција** (Luminiscence), за испитивање микроструктурних нехомогености у материјалу,
  - **флуоресцентна спектроскопија** (Fluorescence Spectroscopy-FS) за хемијску анализу нечистоћа код полупроводничких материјала итд.
- За испитивање хемијског састава материјала најзначајније су **инфрацрвена и Раманова спектроскопија.**

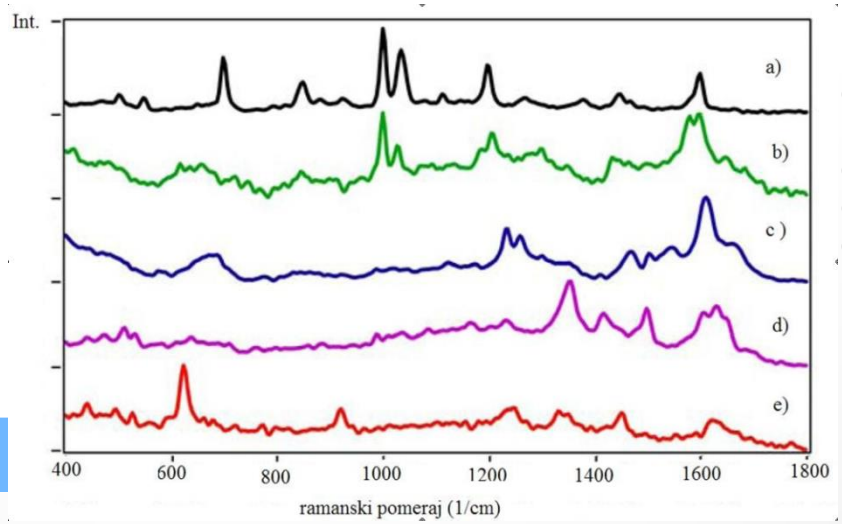
Оптичка спектроскопија



Инфрацрвени спектар: а) угљендиоксида, б) воде.

Раманова спектроскопија





a) Метамфетамин
b) МДМА
c) ЛСД
d) Хероин
e) Пљувачка

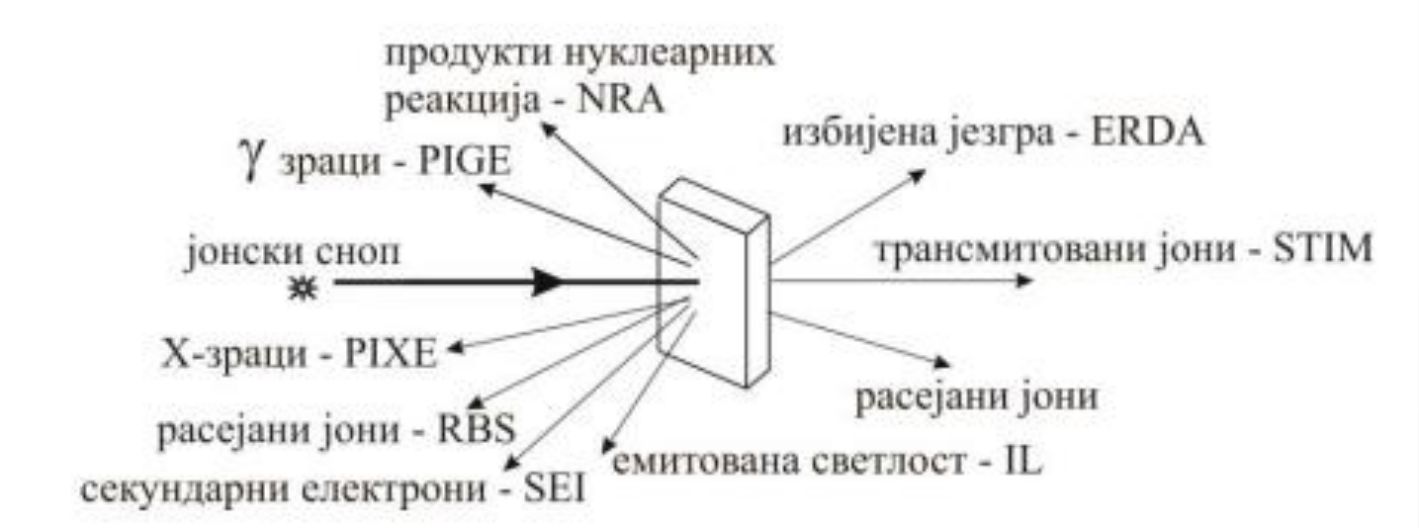
Електронска спектроскопија

У интеракцији упадних електрона и атома испитиваног материјала може доћи до различитих процеса на основу којих се разликују следеће методе електронске спектроскопије:

- **хемијска анализа електронском спектроскопијом** (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis-ESCA),
- **Ожеова електронска спектроскопија** (Auger Electron Spectroscopy-AES),
- **спектроскопија губитка енергије електрона** (Electron Energy Loss Spectrometry-EELS) итд.

Јонска спектроскопија

- У јонској спектроскопији се користе јони који се убрзавају тако да њихове енергије достижу вредности од неколико MeV.
- У интеракцији упадних јона и атома испитиваног узорка може доћи до јонизације атома мете, различитих врста расејања, као и нуклеарних реакција.
- За карактеризацију материјала користе се процеси јонизације и расејања, док су нуклеарни процеси најмање вероватни.



Шематски приказ процеса интеракције упадних јона и атома мете.

Рендгенска спектроскопија

- Рендгенско зрачење се може користити за различита структурна испитивања, анализу и карактеризацију материјала дифракцијом, емисијом и апсорпцијом.

Емисионе методе засноване су на карактеристичном рендгенском зрачењу. Најчешће коришћене методе су:

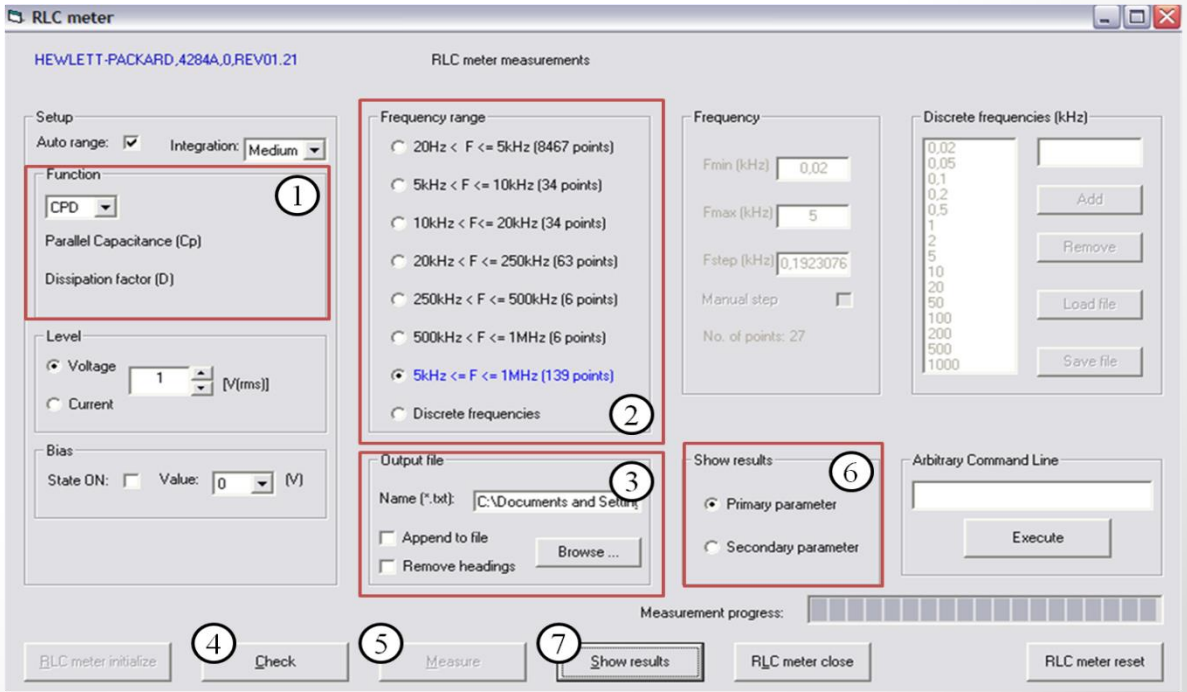
- **рендгенска флуоресценција** (X-ray Flourescence-XRF)- користи се за квантитативно одређивање хемијског састава узорка на основу карактеристичног рендгенског зрачења које се емитује под дејством високоенергетских електрона,
- **микроанализа електронском пробом** (Electron Probe Micro-analysis-EPMA), која се најчешће користи за испитивање хемијске хетерогености материјала.

Апсорпционе методе су засноване на апсорпцији рендгенског зрачења у материјалу. Најчешће коришћене су:

- **спектроскопија рендгенском апсорпцијом** (X-ray Absorption Spectroscopy-XAS),
- **финоструктурна спектроскопија рендгенском апсорпцијом** (X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy-XAFS),
- **структура рендгенске апсорпције близу прага-XANES** (X-ray Absorption Near Edge Structure) итд.

ELEKTRONSKA KARAKTERIZACIJA

RLC metar *Agilent 4284A*



ELEKTRONSKA KARAKTERIZACIJA

RF Impedance/Material Analyzer Agilent E4991A

Za snimanje karakteristika na visokim frekvencijama, na RF analizator impedanse i materijala Agilent E4991A povezan je dodatak za testiranje komponenti, *16092A test fixture*.