

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **227756**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **411614**

(51) Int.Cl.  
*H01J 37/26 (2006.01)*  
*G01N 3/04 (2006.01)*  
*G01N 3/24 (2006.01)*

(22) Data zgłoszenia: **16.03.2015**

---

(54) **Urządzenie modułowe do badania zmian morfologii materiałów pod wpływem działania sił ścinających, w skali nanometrycznej w komorach mikroskopów elektronowych**

---

(43) Zgłoszenie ogłoszono:  
**26.09.2016 BUP 20/16**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:  
**31.01.2018 WUP 01/18**

(73) Uprawniony z patentu:  
**POLITECHNIKA ŁÓDZKA, Łódź, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:  
**ŁUKASZ KACZMAREK, Łódź, PL**  
**MARIUSZ STEGLIŃSKI, Rąbień, PL**  
**TOMASZ KUBIAK, Pabianice, PL**  
**JACEK ŚWINIARSKI, Sieradz, PL**  
**KOLDO BARRUSO ARCE, Alava, ES**

---

**PL 227756 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie modułowe do badania zmian morfologii materiałów pod wpływem działania sił ścinających, w skali nanometrycznej w komorach mikroskopów elektronowych.

Jedną z podstawowych cech materiałowych jest jej struktura, która odpowiedzialna jest za właściwości fizyko-chemiczne oraz właściwości wytrzymałościowe. Z uwagi na szereg zjawisk zachodzących w morfologii materiału podczas zmiennych w czasie warunków brzegowych termodynamicznych, jak i mechanicznych, takich jak temperatura, siły rozciągające, ściskające, ścinające i skręcające, występuje silna potrzeba analizy wpływu tych parametrów na zmiany morfologii materiałów, w skali makro, mikro i nano. Do obserwacji zmian morfologii materiałów w skali nano stosuje się elektronowe mikroskopy skaningowe i/lub transmisyjne. Z uwagi na uwarunkowania badawcze analiza morfologii za pomocą mikroskopów elektronowych odbywa się w specjalnych komorach, których rozwiązania konstrukcyjne oraz technologiczne ograniczają roboczy obszar analizy do wymiarów ok. 40 x 40 x 30 mm oraz wymuszają atmosferę obniżonego ciśnienia podczas analizy.

Istnieją urządzenia modułowe przeznaczone do analizy zmian morfologii materiałów w skali nanometrycznej w komorach mikroskopów elektronowych, mające zastosowanie tylko do analizy zmian morfologii pod wpływem działania sił rozciągających i ściskających oraz pod wpływem zmiennej temperatury.

Znane jest urządzenie modułowe firmy MTI Instruments o nazwie SEMtester do analizy zmian morfologii materiałów w skali nanometrycznej w mikroskopach elektronowych AFM i XRD. Urządzenie to umożliwia analizę skutków obciążenia mechanicznego, takich jak propagacja pęknięć, obrót ziarna i innych. Urządzenie jest wyposażone w zaciski materiału badanego przystosowane do mocowania praktycznie wszystkich kształtów materiałów oraz w uchwyty montażowe do integracji z narzędziami mikroskopii.

Znane jest urządzenie Microtest 200N tensile firmy Deben UK Ltd. umożliwiające analizę zmian morfologii materiału w elektronowym mikroskopie skaningowym i/lub AFM, wywołanych zmiennymi w czasie siłami ściskania i rozciągania. Urządzenie zawiera parę szczęk, między którymi montuje się poziomo próbki materiału, przesuwane na łożyskach ślizgowych ze stali nierdzewnej. Szczęki są dociskane do siebie symetrycznie za pomocą gwintowanych śrub. Nadto, urządzenie zawiera wskazówki do utrzymania próbki w środku pola widoku. Urządzenie to umożliwia zanurzenie badanej próbki materiału w cieczy, której temperaturę można ustawić w zakresie 10–50°C. Próbki są wstępnie nagrzane/schłodzone i następnie przeniesione w całości do obserwacji.

Znane urządzenie modułowe GATAN Mtest200 do analizy zmian morfologii materiału w elektronowym mikroskopie umożliwia natomiast obciążenie badanego materiału dynamicznymi siłami rozciągającymi, ściskającymi i zginającymi. Urządzenie zawiera dodatkowo moduł nachylenia w granicach  $70 \pm 10^\circ$ , dzięki czemu umożliwia analizę EBSD materiału. Urządzenie Mtest200 zawiera dwa uchwyty do mocowania rozciąganej, ściskanej, bądź zginanej próbki. Uchwyty montażowe są przymocowane do podstawy urządzenia, której kształt geometryczny zapewnia ich wzajemny, wzdłużny ruch, eliminujący natomiast posuw poprzeczny i prostopadły. Do podstawy jest utwierdzony jeden z uchwytów montażowych, drugi uchwyt montażowy jest przymocowany do mechanizmu nadającego mu ruch, utwierdzonego do podstawy.

W opisie zgłoszenia patentowego nr US 3 324 713 A jest przedstawione mikrourządzenie do badania wytrzymałości na rozciąganie. Urządzenie zawiera podstawę, do której jest przymocowana dźwignia z układem mocowania oraz obciążenia próbki. Układ mocowania zawiera dwa uchwyty. Jeden z uchwytów jest utwierdzony na stałe do podstawy, natomiast drugi do dźwigni urządzenia. Badana próbka, o przekroju okrągłym, jest mocowana w układzie wyposażonym w elektroniczny układ pomiarowy. Obciążenie próbki następujące w drodze umiejscowienia zakładanej masy na przeciwwadze oraz w wyniku działania sił grawitacji.

W opisie zgłoszenia patentowego nr EP 0 696 351 A1 ujawniono urządzenie do badania wytrzymałości na rozciąganie, składające się ze sztywnej ramy, układu napędowego, głowic trakcyjnych oraz prowadnic. Jedna z głowic jest utwierdzona nieruchomo do podstawy, natomiast druga jest zamocowana na prowadnicach umożliwiających ich wzajemny ruch, co umożliwia wzajemny wzdłużny ruch głowic. Ruch głowic jest realizowany za pomocą układu napędowego, w skład którego wchodzi silnik oraz przekładnia zębata. Silnik napędzający jest umiejscowiony wzdłuż urządzenia. Obciążenie szczęki następuje poprzez wkręcenie śruby w przekładnię zębatą.

Urządzenie modułowe do badania zmian morfologii materiałów pod wpływem działania sił ścinających, w skali nanometrycznej w komorach mikroskopów elektronowych według wynalazku zawiera głowicę ścinającą w kształcie usytuowanego poziomo prostopadłościanu, w której jest pionowa szczelina na część próbki badanego materiału. Głowica ścinająca jest umieszczona przesuwnie w usytuowanym centrycznie wybraniu korpusu w kształcie usytuowanego poziomo prostopadłościanu, w którym dodatkowo jest pionowa szczelina na pozostałą część próbki, usytuowana prostopadle do wybrania na głowicę ścinającą. Nadto, w korpusie urządzenia, za wybraniem na głowicę ścinającą, prostopadle do tego wybrania, jest wykonany nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby pociągowej, której koniec jest wsparty o ścianę głowicy ścinającej, zaś prostopadle do szczeliny na badaną próbkę jest w korpusie wykonany nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby dociskowej, której koniec jest umieszczony w otworze ściany bocznej tej szczeliny. Dodatkowo, w korpusie urządzenia, pod wybraniem na głowicę ścinającą jest nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby stopy montażowej przeznaczonej do mocowania urządzenia do stolika w komorze mikroskopu.

Urządzenie według wynalazku stwarza możliwość realizacji nierozwiązanego dotychczas problemu analizy zmian morfologii materiału badanego wywołanych działaniem sił ściskających. Umożliwia analizę zmian morfologii materiałów, takich jak stopy aluminium, magnezu, tytanu, tworzyw sztucznych, stali i ceramiki, których granica wytrzymałości wynosi  $R_m = 900\text{--}10\text{ MPa}$ ,  $R_e = 750\text{--}10\text{ MPa}$  oraz wydłużenie  $A = 4\text{--}400\%$ , w postaci próbek o wymiarach mieszczących się w granicach  $10\text{--}15 \times 0,5\text{--}2 \times 2,5\text{--}5\text{ mm}$ , przy powiększeniach  $x 1,000\text{--}10,000$ , przy prędkości posuwu głowicy ścinania  $0,25\text{--}10$  obrotów/minutę i posuwie maksymalnym głowicy ścinania  $4\text{--}8\text{ mm}$ .

Poprzez zastosowanie części wymiennych urządzenia z ceramicznych materiałów nieprzewodzących prądu elektrycznego, jest możliwe zastosowanie grzania oporowego próbki i badania w funkcji temperatury.

Przedmiot wynalazku przedstawiono w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia urządzenie w widoku perspektywicznym, zaś fig. 2 – w widoku perspektywicznym rozstrzelonym.

Urządzenie zawiera głowicę ścinającą 2 w kształcie usytuowanego poziomo prostopadłościanu, w której jest pionowa szczelina na część próbki badanego materiału 6.

Głowica ścinająca 2 jest umieszczona przesuwnie w usytuowanym centrycznie wybraniu korpusu 1 w kształcie usytuowanego poziomo prostopadłościanu. W korpusie 1 jest dodatkowo pionowa szczelina na pozostałą część próbki, usytuowaną prostopadle do wybrania na głowicę ścinającą 2. Nadto, w korpusie 1 urządzenia, za wybraniem na głowicę ścinającą 2, prostopadle do wybrania, jest wykonany nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby pociągowej 4, której koniec jest wsparty o ścianę głowicy ścinającej 2, zaś prostopadle do szczeliny na badaną próbkę 6 jest wykonany w korpusie 1 nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby dociskowej 5, której koniec jest umieszczony w otworze ściany bocznej tej szczeliny. Nadto, w korpusie 1 urządzenia, pod wybraniem na głowicę ścinającą 2, jest nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby stopy montażowej 3 przeznaczonej do mocowania urządzenia do stolika w komorze mikroskopu.

Stopę montażową 3 urządzenia mocuje się do stolika w komorze mikroskopu.

W drodze dokręcania śruby pociągowej 4 ustawia się szczelinę na próbkę w głowicy ścinającej 2 na przedłużeniu szczeliny na próbkę w korpusie 1, po czym w szczelinie umieszcza się badaną próbkę 6 i unieruchamia ją w wyniku dokręcenia śruby dociskowej 5. W wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 następuje przesunięcie głowicy ścinania 2 względem szczeliny w korpusie 1, czyli likwidacja współliniowości szczelin w korpusie 1 i w głowicy ścinającej 2 i jednocześnie ścięcie próbki 6 w płaszczyźnie prostopadłej do ruchu głowicy 2.

Urządzenie według wynalazku, o wymiarach zewnętrznych korpusu  $30 \times 20 \times 17\text{ mm}$ , wykonane ze stali austenitycznej niemagnetycznej 1.443, ze śrubą pociągową  $M4 \times 0,5$ , śrubą dociskową  $M3 \times 0,25$  oraz śrubą stopy montażowej  $M8 \times 1$  zastosowano do badania, za pomocą mikroskopu SEM/TEM, zmian morfologicznych próbek zachodzących w wyniku oddziaływania na nie sił ścinających.

Próbkę o wymiarach  $15 \times 2 \times 5$ , wykonaną ze stopu aluminium ISO 2024-T3 ( $R_m\text{--}330\text{ MPa}$ ,  $R_e = 220\text{ MPa}$  i  $A = 12\%$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu głowicy ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością  $5,0$  obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu  $x 1,000$ ,  $2,500$ ,  $5,000$ . Stwierdzono, iż pęknięcie w stopie ISO 2024-T3 następowało wzdłuż granic ziaren i że wydzielenia fazy  $A_{12}Cu$  nie wpływają na model pęknięcia materiału.

Próbkę o wymiarach 15 x 2 x 5, wykonaną ze stopu magnezu AZ91 ( $R_m = 215\text{MPa}$ ,  $R_e = 95\text{MPa}$  i  $A = 4\%$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu głowicy ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością 7,5 obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu x 1,500, 3,000, 6,000. Stwierdzono, iż pęknięcie w stopie magnezu AZ91 następowało poprzez granice ziaren.

Próbkę o wymiarach 15 x 2 x 5, wykonaną ze stopu aluminium ISO 2024-T6I6 ( $R_m = 460\text{MPa}$ ,  $R_e = 390\text{MPa}$  i  $A = 15\%$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu głowicy ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością 5,0 obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu x 3,500, 7,000, 10,000. Stwierdzono, iż pęknięcie w stopie ISO 2024-T6 następowało poprzez ziarna oraz w momencie napotkania wydzielenia typu rdzeń płaszcz następuje chwilowe jego zahamowanie, co przyczynia się do zwiększenia plastyczności materiału.

Próbkę o wymiarach 15 x 2 x 5, wykonaną z tworzywa sztucznego LDPE ( $R_m = 10,3\text{MPa}$  i  $A = 350\%$ ) oraz próbkę HDPE ( $R_m = 16,6\text{MPa}$  i  $A = 4\%$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu głowicy ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością 2,5 obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu x 1,000, 1,500. W ramach analizy stwierdzono, że pęknięcie LDPE następowało w sposób plastyczny, natomiast HDPE – gwałtownie.

Próbkę o wymiarach 15 x 1 x 2,5, wykonaną ze stopu tytanu Ti-6Al-4V ( $R_m = 950\text{MPa}$ ,  $R_e = 750\text{MPa}$  i  $A = 14\%$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu głowicy ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością 0,5 obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu x 5,000, 7,500. Stwierdzono, że pęknięcie stopu tytanu Ti-6Al-4V następuje wzdłuż granic ziaren.

Próbkę o wymiarach 15 x 0,5 x 2,5, wykonaną ze stali 41Cr4 ( $R_m = 820\text{MPa}$ ,  $R_e = 720\text{MPa}$  i  $A = 10\%$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością 0,75 obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu x 1,500, 3,000. W ramach analizy stwierdzono, że pęknięcie stali 41Cr4 następuje wzdłuż granic ziaren oraz austenitu szczątkowego.

Próbkę o wymiarach 10 x 1 x 5, wykonaną ze ceramiki dentystycznej  $\text{SiO}_2:\text{TiO}_2:\text{ZrO}_2$  ( $R_f = 850$  i  $E = 210\text{MPa}$ ) poddano ścinaniu wynikającemu z przesuwu głowicy ścinającej 2 w wyniku dokręcania śruby pociągowej 4 z szybkością 0,25 obrotów/minutę. Ścinanie obserwowano przy powiększeniu 1,500, 3,000. W ramach analizy stwierdzono, że pęknięcie ceramiki dentystycznej  $\text{SiO}_2:\text{TiO}_2:\text{ZrO}_2$  następuje w sposób kruchy.

## Zastrzeżenie patentowe

1. Urządzenie modułowe do badania zmian morfologii materiałów pod wpływem działania sił ścinających, w skali nanometrycznej w komorach mikroskopów elektronowych, **znamiennie tym**, że zawiera głowicę ścinającą (2) w kształcie usytuowanego poziomo prostopadłościanu, w której jest pionowa szczelina na część próbki (6) badanego materiału, umieszczoną przesuwnie w usytuowanym centrycznie wybraniu korpusu (1) w kształcie usytuowanego poziomo prostopadłościanu, w którym dodatkowo jest pionowa szczelina na pozostałą część próbki (6), usytuowana prostopadle do wybrania na głowicę ścinającą (2), nadto w korpusie (1) urządzenia, za wybraniem na głowicę ścinającą (2), prostopadle do tego wybrania, jest wykonany nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby pociągowej (4), której koniec jest wsparty o ścianę głowicy ścinającej (2), zaś prostopadle do szczeliny na badaną próbkę (6) w korpusie (1) jest wykonany nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby dociskowej (5), której koniec jest umieszczony w otworze ściany bocznej tej szczeliny, dodatkowo w korpusie (1) urządzenia, pod wybraniem na głowicę ścinającą (2), jest nagwintowany otwór, w który jest wkręcony trzpień śruby stopy montażowej (3) przeznaczonej do mocowania urządzenia do stolika w komorze mikroskopu.

Rysunki

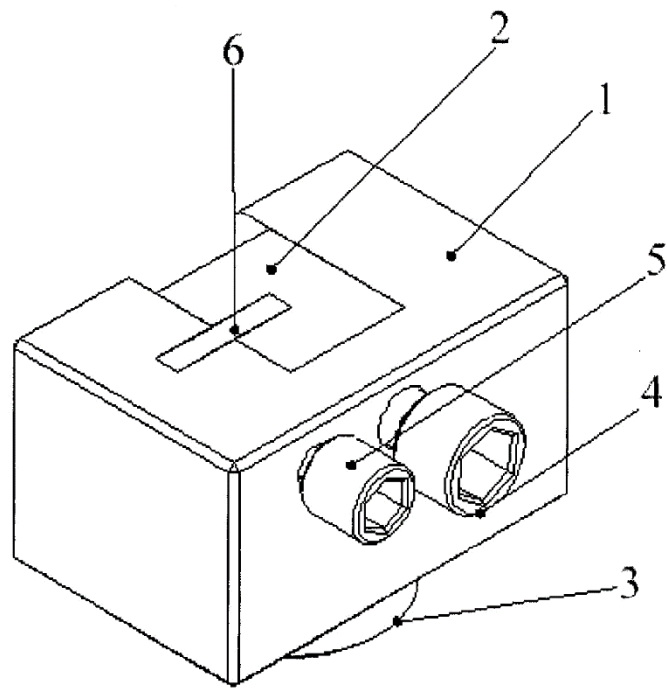


Fig. 1

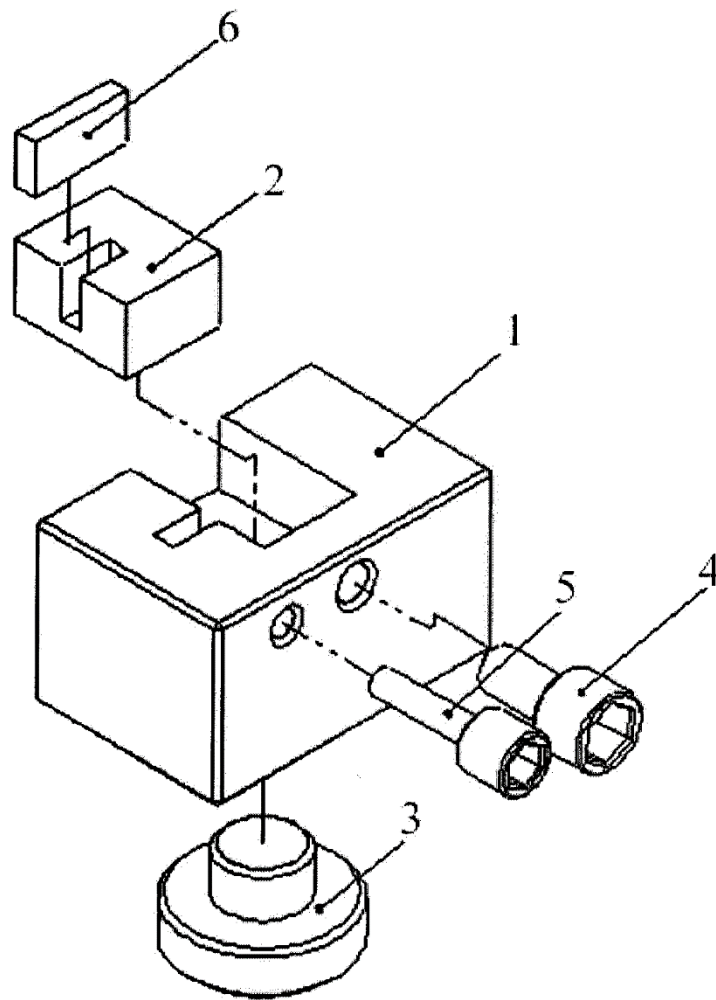


Fig. 2