

Priorytet I - Materiały i technologie przyjazne dla środowiska

Priorytet II - Materiały amorficzne, nano- i mikrokrystaliczne

Priorytet III - Materiały funkcjonalne

Priorytet IV - Rozwijanie narzędzi i technik badawczych

## **Materiały i technologie przyjazne dla środowiska**

**Otrzymywanie i własności mikro- oraz nanozłącz lutowniczych na osnowie bezołowiowych lutowi formowanych metodą**

# elektrolityczną z ekologicznych kąpiele kompleksowych.

Kierownik tematu: **Dr hab. Piotr  
Ozga, prof. PAN**

**Cel badań:** Opracowanie podstaw  
teoretycznych formowania w skali

mikro i nanopól lutowniczych oraz lutowi za pomocą metody elektrolitycznej. Analiza zjawisk fizykochemicznych, mikrostrukturalnych oraz teksturowych towarzyszących zmniejszaniu wymiarów pól lutowniczych, jak również formowaniu nanolutowi (nanodrutów lutowniczych). Wyjaśnienie zjawisk towarzyszących osadzaniu elektrolitycznemu warstw w skali mikro oraz nano. Zaprojektowanie kąpeli elektrolitycznych do osadzania lutowi o odpowiednich własnościach dla formowania

mikro- oraz nanozłącz. Określenie właściwości wybranych warstw barierowych na formowanie związków międzymetalicznych na granicy lutowie/podłoże. Określenie odporności korozyjnej uzyskanych złącz. Przeprowadzone badania skoncentrowane będą na lutowniach cynowych oraz lutowniach na osnowie stopów Sn-Zn osadzanych elektrolitycznie z kąpeli na bazie ekologicznych składników kompleksujących.

## **Metody badawcze:**

Elektrochemiczna mikroskopia ze skanującą sondą (EC-SPM) umożliwiającą wykorzystanie technik AFM oraz STM (badanie elektroosadzania w mikro i nanoobszarach, badania topografii powierzchni, sił elektrycznych (EFM), kontaktowej różnicy potencjałów (KPFM)). Elektrochemiczne techniki potencjostatyczne, galwanostatyczne, potencjodynamiczne oraz impedancyjne/EIS/ z wykorzystaniem wirującej elektrody dyskowej (badania kinetyki i mechanizmu elektrolitycznego

osadzania). Mikroskopowe techniki SEM oraz TEM (badania mikrostrukturalne i fazowe) wraz z analizą chemiczną (EDS) i teksturową (EBSD). Mikroskopia ramanowska ( $\mu$ -RS) wraz z techniką TERS (badania formowania tlenków, jak również badania fazowe, zdefektowania oraz wielkości nanokrystalitów w mikro- i nanoobszarach lutowi, charakteryzacja zmian własności struktur grafenowych, mapowanie ramanowskie). Dyfrakcja rentgenowska (skład fazowy, wielkość ziarna). Pomiar rezystancji metodą czteropunktową oraz

impedancji metodą spektroskopii impedancyjnej. Spektroskopia UV-VIS (wielkość nanocząstek, starzenie kąpeli elektrolitycznych). Analizy chemiczne osadów (spektrometr fluorescencji rentgenowskiej). Badania lutowności (metodą rozplwu).

## **Oczekiwane efekty badań:**

Wyjaśnienie zjawisk fizykochemicznych, mikrostrukturalnych oraz teksturowych towarzyszących zmniejszaniu pól lutowniczych, jak

również zjawisk podczas elektrolitycznego osadzania warstw oraz nanoelementów lutowniczych. Stworzenie podstaw technologii formowania mikro- i nanozłączy za pomocą metody elektrolitycznej bazującej na ekologicznych składnikach kompleksujących (cytrynianach, EDTA itp.).

## **Wykorzystanie wyników badań:**

W nowoczesnych technologiach wytwarzania lutowniczych złączy elektronicznych na bazie lutówi bezołowiowych (technologie



$\mu$ -BGA, zestawy upakowanych układów elektronicznych z wykorzystaniem trzeciego wymiaru /3D packaging technologies/ itp.). W technologiach wytwarzania nanolutowi (1D nanosolders - nanodruki na bazie stopów lutowniczych itp.). W technologiach grafenowych (łączenie struktur na osnowie grafenu, wytwarzanie kontaktów itp). W ramach Akcji COST MP1407 (e-MINDS).

Temat zadania realizowanego w roku 2016: **Otrzymywanie i**

**własności warstw lutowniczych  
na bazie bezołowiowych stopów  
Sn-Zn formowanych metodą  
elektrolityczną z kąpeli  
cytrynianowych na warstwie  
grafenowej na podłożu  
miedzianym**

**Temat 2: Nanoskalowa  
funkcjonalizacja powierzchni  
biomateriałów dla**

**biomedycznych systemów  
krążenia oraz charakterystyka  
mikrostruktury i właściwości  
nanostrukturalnych powłok  
kompozytowych biomateriałów  
do kontaktu z krwią.**

**Kierownik tematu: Dr hab. inż.  
Roman Major, prof. PAN**

**Cel badań:** Modyfikacja powierzchni prowadząca do obniżenia trombogenności materiałów przewidzianych do kontaktu z krwią. Wykorzystanie kanałków migracyjnych wytworzonych metodą ablacji laserowej do analizy odtworzenia włókien mięśniowych gładkich komórkami macierzystymi. Określenie wpływu zróżnicowanej morfologii powierzchni wytworzonej po modyfikacji laserowej na narastanie komórkowe, roli sterylizacji plazmowej i gazowej oraz wielkości ziarna po modyfikacji a także analiza możliwości

sterowania procesem narastania komórkowego za pomocą generowanego ładunku i potencjału elektrycznego na modyfikowanej powierzchni.

### **Oczekiwane efekty badań:**

Poznanie wpływu podłoża na migrację komórek w kanalikach w celu analizy odtworzenia włókien mięśniowych gładkich komórkami macierzystymi. Poznanie możliwości sterowania procesem narastania komórkowego za pomocą generowanego ładunku i

potencjału elektrycznego na modyfikowanej powierzchni.

## **Wykorzystanie wyników badań:**

Projektowanie implantów układu krążenia, przygotowanie wniosków na projekty badawcze krajowe i zagraniczne we współpracy z partnerem z Austrii i Francji oraz publikacje wyników w wiodących czasopismach naukowych.

Temat zadania realizowanego w

# roku 2016: Funkcjonalne biomateriały z powłokami o właściwościach specjalnych dla systemów krążenia

**Temat 3: Rozwój nowych materiałów i technologii dla struktur fotowoltaicznych.**

# Kierownik tematu: Prof. dr hab. inż. Paweł Zięba

**Cel badań:** Poprawa parametrów elektrycznych i obniżenie kosztów wytwarzania ogniw opartych na krzemie krystalicznym oraz opracowanie technologii nowego typu ogniw fotowoltaicznych wytwarzanych w procesach niskotemperaturowych z



wykorzystaniem materiałów o strukturze perowskitów oraz nanocząstek metalicznych i półprzewodnikowych.

**Metody badawcze:** Do charakteryzacji materiałów i struktur będą zastosowane następujące metody: mikroskopia elektronowa SEM i TEM, dyfrakcja rentgenowska, spektroskopia światła UV-VIS, diagnostyka kontaktów, FTIR, elipsometria, pomiary charakterystyk I-V, pomiary sprawności kwantowych.

Do prac technologicznych będą wykorzystane urządzenia technologiczne w Laboratorium Fotowoltaicznym: piece taśmowe, sitodrukarki, piec dyfuzyjny, komora rękawicowa i dygestorium.

### **Oczekiwane efekty badań:**

Efektem badań będzie poprawa sprawności ogniw krzemowych oraz opracowanie tanich technologii ich wytwarzania. Zostaną zoptymalizowane procesy wytwarzania złącz z wykorzystaniem źródeł ciekłych

oraz kontakty metaliczne. Prace nad złączem będą kontynuacją obecnych prac w ramach projektu norweskiego „In-line”. Przewiduje się poprawę właściwości źródeł ciekłych do wytwarzania złącz, szczególnie źródła z domieszką borową, co umożliwi uzyskanie znacznie wyższych sprawności niż z metody wykorzystującej źródła z POCI<sub>3</sub> stąd, prognozuje się obniżenie kosztów wytwarzania ogniw. Drugim ważnym efektem będzie poprawa kontaktów metalicznych oraz obniżenie kosztów ich wytwarzania poprzez zastosowanie miedzi jako dodatku

do stosowanych past srebrowych.

## **Wykorzystanie wyników badań:**

Poprawa sprawności ogniw fotowoltaicznych oraz publikacja wyników w czasopismach o tematyce związanej z odnawialnymi źródłami energii.

Temat zadania realizowanego w roku 2016: **Optymalizacja procesów technologicznych dla krzemowych ogniw słonecznych**

**oraz zbadanie własności  
fizycznych perowskitów do  
zastosowania w ogniwach  
fotowoltaicznych**

**Materiały amorficzne, nano- i  
mikrokryształiczne**

**Temat 4: Nanokryształiczne  
powłoki metaliczne i  
kompozytowe wytwarzane  
metodą elektrochemiczną**

Kierownik tematu: **Dr hab. Ewa Bełtowska, prof. PAN**

**Cel badań:** Zaprojektowanie kąpeli galwanicznych oraz opracowanie warunków prowadzenia procesu elektroosadzania (na podłożu stalowym) nanokrystalicznych

powłok metalicznych oraz kompozytowych na osnowie stopów niklu zawierających dodatek trudno topliwego metalu (Mo i W) zbrojonych fazą ceramiczną, o podwyższonych parametrach użytkowych zbliżonych do powłok chromowych. Zakres prac badawczych będzie obejmował określenie wpływu wybranych parametrów elektroosadzania m.in. składu chemicznego oraz pH kąpieli galwanicznej, temperatury

prowadzenia procesu, działania zewnętrznego pola ultradźwięków oraz warunków hydrodynamicznych na kinetykę osadzania, mikrostrukturę oraz własności fizyko-chemiczne powłok.

**Metody badawcze:** Do wytwarzania powłok zostanie zastosowany układ z wirującą elektrodą dyskową zasilaną potencjostatem/galwanostatem.



Kinetyka elektroosadzania będzie określona metodą parcjalnych krzywych polaryzacyjnych wyznaczonych w zmiennych warunkach hydrodynamicznych, uzupełnioną pomiarami potencjału elektrokinetycznego a mikrostruktura otrzymanych powłok będzie badana technikami XRD, SEM oraz TEM. Charakterystyki korozyjne zostaną określone metodą elektrochemiczną, a właściwości mikromechaniczne i

tribologiczne testami  
indentacyjnymi oraz metodą  
kula-tarcza.

## **Oczekiwane efekty badań:**

Wyniki planowanych badań  
pozwolą na lepsze zrozumienie  
procesów zachodzących na  
katodzie podczas  
współosadzania (z wodnych  
roztworów elektrolitów)  
ceramicznych cząstek fazy  
zbrojącej i osnowy metalicznej.

Uzyskane rezultaty pozwolą na opracowanie podstaw teoretycznych wytwarzania metodą elektrochemiczną nanokrystalicznych powłok o podwyższonych właściwościach mechanicznych i antykorozyjnych, mogących stanowić substytut powłok chromowych nakładanych z toksycznych elektrolitów zawierających Cr(VI).

## **Wykorzystanie wyników**

**badań:** Uzyskane wyniki badań będą przedmiotem szeregu publikacji w wiodących międzynarodowych czasopismach naukowych. Pozwolą również na opracowanie wniosku o finansowanie badań w ramach projektu badawczego NCN.

Temat zadania realizowanego w roku 2016: **Optymalizacja**

**procesu elektroosadzania  
powłok kompozytowych typu  
Metal Matrix Composite  
(MMC) - o podstawie Ni-Mo  
zawierających  
nanometryczną fazę  
zbrojącą.**

**Temat 5: Otrzymywanie i**

# **charakterystyka wysokowytrzymałych stopów magnezu oraz kompozytów na ich podstawie.**

**Kierownik tematu: Dr hab.  
Lidia Lityńska-Dobrzyńska,  
prof. PAN**

**Cel badań:** Opracowanie technologii otrzymywania stopów magnezu oraz kompozytów na ich podstawie w celu poprawy ich wytrzymałości.

**Metody badawcze:** Stopy będą otrzymywane metodami wykorzystującymi szybką krystalizację, tj. odlewania pod ciśnieniem do kokili miedzianej lub odlewania cienkich taśm na

wirujący walec miedziany. Metody te prowadzą do rozdrobnienia mikrostruktury i uzyskiwania faz metastabilnych, co prowadzi do poprawy ich własności mechanicznych. Planuje się również wykorzystać intensywne odkształcenie plastyczne (ECAP oraz Groove Pressing) prowadzące do uzyskania struktury drobnoziarnistej. Kompozyty na osnowie stopów magnezu z dodatkiem nanocząstek



ceramicznych będą przygotowywane metodą intensywnego mieszania w fazie ciekłej.

Badania mikrostrukturalne będą prowadzone przy pomocy dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) oraz metod transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Ponadto, planuje się przeprowadzenie badań mikrokalorymetrycznych w celu określenia stabilności faz tworzących się podczas

szybkiej krystalizacji. Własności mechaniczne stopów będą określane na podstawie badań twardości lub mikrotwardości oraz badań wytrzymałości na rozciąganie lub ściskanie.

### **Oczekiwane efekty badań:**

Głównym celem prowadzonych badań będzie określenie wpływu zastosowanych metod otrzymywania stopów oraz kompozytów na własności

mechaniczne i mikrostrukturę w porównaniu do stopu wyjściowego otrzymanego metodą konwencjonalną. W szczególności zwróci się uwagę na identyfikację faz tworzących się podczas szybkiej krystalizacji oraz rozdrobnienie struktury. W przypadku kompozytów określi się sposób rozmieszczenia wprowadzanych nanocząstek oraz strukturę granic cząstka/osnowa.

## **Wykorzystanie wyników**

**badań:** Uzyskane wyniki badań będą prezentowane podczas konferencji krajowych i zagranicznych oraz będą publikowane w czasopismach zasięgu międzynarodowym. Otrzymane wyniki będą mogły stanowić podstawę do przygotowania wniosków o projekty badawcze w NCN lub NCBiR.

**Temat zadania realizowanego w roku 2016: Wpływ szybkości krzepnięcia oraz intensywnego odkształcenia plastycznego na strukturę i właściwości stopu magnezu z dodatkiem pierwiastków ziem rzadkich.**

**Temat 6: Wpływ zmiany drogi odkształcenia na formowanie się niestabilności plastycznego płynięcia oraz początkowe stadia rekrytalizacji w silnie rozdrobnionych strukturach metali o sieci rsc.**

**Kierownik tematu: Prof. dr hab. inż. Henryk Paul**

**Cel badań:** Głównym celem prowadzonych prac badawczych będzie określenie zależności krystalograficznych pomiędzy silnie zdeformowaną osnową o strukturze ultra drobnych ziaren a obszarami zlokalizowanego odkształcenia, w postaci (mikro- i makro-) pasm ścinania. Analizy prowadzone będą na poli- i mono- krystalicznych metalach o sieci rsc i o zróżnicowanej energii błędu ułożenia. Zmierzać one będą do

wyjaśnienia mechanizmów prowadzących do pojawienia się tej formy niestabilnego płynięcia a następnie opisu zmian morfologicznych i krystalograficznych jakie towarzyszą pojawieniu się nowych ziaren w procesie rekrytalizacji.

**Metody badawcze:** W prowadzonych badaniach wykorzystane zostaną techniki



skręcania pod wysokim naciskiem (HPT) oraz wyciskania w kanale równo-kątowym (ECAP) do przetworzenia metali natomiast do charakteryzacji otrzymanych struktur, tj. analizy zmian morfologii oraz orientacji, wykorzystane zostaną techniki oparte o transmisyjną i skaningową mikroskopię elektronową, a zwłaszcza technika pomiaru orientacji lokalnych - SEM/EBSD oraz pomiary mikrokalorymetryczne

efektów cieplnych.

**Oczekiwane efekty badań:** W wyniku prowadzonych prac oczekuje się dokonania opisu zmian, jakie towarzyszą formowaniu się pasm ścinania w silnie rozdrobnionych strukturach metali o sieci rsc oraz wyjaśnienia ich krystalograficznej natury, opisu sposobu w jaki tekstura globalna stanu

zdeformowanego ulega modyfikacji pod wpływem formujących się pasm ścinania, a także opisu mechanizmu transformacji tekstury w początkowych stadiach rekrytalizacji, a zwłaszcza opisu krystalograficznych uwarunkowań pojawienia się zarodków nowych ziaren.

**Wykorzystanie wyników badań:** Transformacja tekstury

w procesie rekrytalizacji jest jednym z ostatnich, ciągle nierozwiązanych 'wielkich problemów metalurgicznych'. Zatem prowadzone prace mają charakter podstawowy. Niemniej jednak przejrzysty opis mechanizmu formowania się pasm ścinania oraz opis natury związku przyczynowo - skutkowego związanego z pojawieniem się nowych ziaren w procesie wyżarzania ma kluczowe znaczenie dla praktyki przemysłowej, np. w

‘świadomym’ sterowaniu  
procesami wytwarzania blach  
cienkich.

Temat zadania realizowanego  
w roku 2016: **Formowanie się  
niestabilności plastycznego  
płynięcia w silnie  
rozdrobnionej strukturze  
polikrystalicznego niklu.**

**Temat 7: Heksagonalne  
materiały metaliczne o  
mikrostrukturze  
modyfikowanej w złożonym  
schemacie odkształcenia w  
zastosowaniu na  
biomateriały.**

Kierownik tematu: **Prof. dr hab.  
inż. K. Sztwiertnia**

**Cel badań:** Celem badań będzie optymalizacja mikrostruktury i tekstury materiału służącego do wytwarzania implantów lub ich części oraz opracowanie

podstaw teoretycznych  
prawidłowej analizy  
mikrostruktur i tekstur  
materiałów o silnie  
rozdrobnionym ziarnie  
(wyciskanych w kanale  
kątowym ECAP, wyciskanych  
hydrostatycznie HE oraz  
wyciskanych  
osiowosymetryczne przy  
nałożeniu cyklicznego  
skręcania wywoływanego  
matrycą - KoBo). Przewiduje  
się badania nad materiałami  
heksagonalnymi mającymi



zastosowanie w implantologii takimi jak tytan i biokompatybilne stopy tytanu, cynk i stopy cynku z magnezem oraz magnez i jego stopy. Równolegle prowadzone badania struktur lekkich biomateriałów kompozytowych, takich jak muszle morskie i drewno) mają na celu poznanie prawidłowości rozwiązań materiałowych ukształtowanych przez Naturę.

**Metody badawcze:** Na wszystkich etapach badań przewidziany jest szeroki zakres mechanicznych prób wytrzymałościowych (w tym badania anizotropii), pomiarów mikrostrukturalnych z wykorzystaniem najnowocześniejszych technik mikroskopii orientacji w skaningowych i transmisyjnych mikroskopach elektronowych (SEM i TEM) oraz technik dyfrakcji i fluorescencji rentgenowskiej. Komputerowe

przetwarzanie danych oparte na własnych rozwiązaniach software'owych (KikSpot, TARSIuS, ODYS) będzie dalej rozwijane.

## **Oczekiwane efekty badań:**

Uzupełnienie wiedzy dotyczącej zalet oraz stabilności właściwości materiałów heksagonalnych o silnie zmodyfikowanej mikrostrukturze, a także

lekkich biomateriałów kompozytowych (takich muszle, drewno). Wyjaśnienie wpływu silnej tekstury krystalograficznej, która pojawia się w materiałach wyciskanych metodami ECAP, HE i KoBo, na anizotropię właściwości mechanicznych i biologicznych. Wyjaśnienie problemów technologicznych, np. w metodach ECAP i KoBo, które ograniczają ich zastosowanie do wytwarzania odpowiedniej jakości materiału

(zwłaszcza tytanu).

Komputerowe przetwarzanie danych pozwoli uzyskać dokładniejsze charakterystyki mikrostruktury (np. naprężenia własne, rozkłady orientacji i dezorientacji) w porównaniu z tym uzyskiwanym przy zastosowaniu oprogramowania komercyjnego.

**Wykorzystanie wyników badań:** Poprawa właściwości

(głównie mechanicznych) w oparciu o modyfikację mikrostrukturę oraz składu chemicznego. Zastąpienia Ti grade 5 (czyli stopu Ti-6Al-4V) i Ti grade 4 tytanem o dużej czystości (np. grade 2) i o zmodyfikowanej mikrostrukturze tak, że jego właściwości mechaniczne i biologiczne będą równe lub lepsze od właściwości Ti grade 5, używanego w implantologii. Wytwarzanie półproduktów (prętów) do nowych generacji

implantów (np. stomatologicznych) oraz implantów bioresorbowalnych. Z kolei wiedza o strukturze naturalnych biomateriałów ułatwi poszukiwania biomimetycznych rozwiązań w obszarze lekkich, funkcjonalnych materiałów gradientowych.

Nazwa zadania realizowanego w roku 2016: **Cynk jako**

**biomateriał z przeznaczeniem  
na bioresorbowalne implanty.  
Badanie mikrostruktur  
naturalnych biomateriałów  
kompozytowych część I.**

**Temat 8: Ewolucja  
mikrostruktury, stabilności**



**termicznej składu fazowego i  
własności  
termo-mechanicznych  
wybranych  
wieloskładnikowych stopów  
amorficznych i  
mikro-krystalicznych z  
udziałem nanokryształów  
dziedziczonych z fazy ciekłej.**

**Kierownik tematu: Dr hab.  
Tomasz Czeppe, prof. PAN**

**Cel badań:** określenie wzajemnej relacji pomiędzy kontrolowanymi termicznie przemianami fazowymi, ewolucją mikrostruktury a wynikającymi z tego własnościami termofizycznymi i termomechanicznymi w przypadku stopów wieloskładnikowych o wyjściowej strukturze amorficznej, częściowo krystalicznej zawierającej nanokryształy zamrożone lub mikrokrystalicznej. W

pierwszym rzędzie planuje się zbadanie stopów na osnowie Ni i Cu typu Ni-Zr-X, Ni-Al-X i Cu-Zr-X, które w warunkach równowagi krystalizują z udziałem faz międzymetalicznych a następnie wykonanie badań fazy amorficznej o właściwościach mechanicznych poprawionych poprzez udział zamrożonych cząstek fazy krystalicznej oraz struktury i przemian fazowych w stopach o strukturze mikrokrystalicznej

z udziałem kilku faz  
dziedziczonych z fazy ciekłej.  
Wykorzystanie zostanie  
również, modelowanie  
termodynamiczne (strategia  
Calphad) do wyznaczenia  
zakresu stabilności faz na  
odpowiednich przekrojach  
przez diagramy równowagi.  
Konkretne dodatki do układów  
metalicznych zostaną  
zaplanowane w rocznych  
planach zadaniowych.

**Metody badawcze:** Stopy będą wykonane metodą lewitacji i szybkiego chłodzenia na wirującym dysku lub zasysania do wlewnicy miedzianej. Mikrostruktura i skład fazowy będą określane metodami XRD, SEM, TEM, HREM. Właściwości termofizyczne ( $C_p$ , moduły sprężystości, współczynniki rozszerzalności cieplnej, stabilność termiczna struktury, entalpia i kinetyka przemian fazowych oraz gęstość) będą

mierzone metoda analizy termicznej i termomechanicznej a możliwości typowania najbardziej prawdopodobnych faz krystalicznych przeprowadzone zostaną na drodze modelowania diagramów fazowych przy użyciu programów Thermocalc i DICTRA. Struktura taka otrzymana zostanie metodami stosowanymi w przypadku szkielek metalicznych tj. poprzez szybkie chłodzenie z fazy ciekłej. Szybkie zestalenie

często wprowadza do struktury nanokryształy zamrożone z fazy ciekłej.

## **Oczekiwane wyniki badań:**

Charakterystyka właściwości mikrostrukturalnych, termofizycznych i termomechanicznych użytecznych w ocenie aplikacyjności stopów, charakteryzacja nanokryształizacji z fazy ciekłej i

jej wpływu na właściwości stopów. Ocena przydatności uzyskanych mikrostruktur w katalizie lub do zwiększenia odkształcalności fazy amorficznej.

**Wykorzystanie wyników badań:** Publikacje i prezentacje naukowe, możliwość wystąpienia o projekt badawczy.



**Temat zadania realizowanego w roku 2016: Wytworzenie stopów i zbadanie mikrostruktury, składu fazowego i własności termo-mechanicznych szybko krystalizowanych stopów na osnowie Ni z dodatkami Nb, Sn i V, amorficznych oraz mikrokryształicznych;**

# **Materiały funkcjonalne**

## **Temat 9: Materiały metaliczne do magazynowania energii i wodoru.**

**Kierownik tematu: Prof. dr  
hab. inż. Władysław**

# Gąsior

**Temat 9/1: Własności  
termodynamiczne  
trójskładnikowych stopów  
Li-Sb-Pb oraz Li-Ag-Sb.**

Kierownik tematu: **Dr hab.  
inż. Przemysław Fima,  
prof. PAN**

**Cel badań:** Pomiar  
aktywność litu oraz entalpii  
mieszania trójskładnikowych

ciekłych stopów Li-Sb-X,  
gdzie X to Ag lub Pb,  
opracowanie właściwości  
fazy ciekłej oraz obliczenia  
wykresów fazowych.

**Metody badawcze:** Planow  
ane jest zastosowanie  
dwóch metod  
doświadczalnych do  
pomiaru danych

termodynamicznych.  
Planuje się badania entalpii mieszania cieczy metodą kalorymetrii typu rozpuszczania (dla każdego z badanych układów trójskładnikowych wykonane zostaną pomiary dla kilku przekrojów). Badania aktywności litu wykonane zostaną metodą pomiaru sił elektromotorycznych ogniw stężeniowych dla stopów o

stałym stosunku Sb/Pb oraz Sb/Ag (2-3 dla każdego układu). Zarówno pomiary kalorymetryczne jaki i sił elektromotorycznych, prowadzone w szerokim zakresie stężeń i temperatur dostarczą informacji o położeniu likwidusu w układach Li-Sb-X.

## Oczekiwane efekty badań:

Głównym efektem badań będzie zgromadzenie danych termodynamicznych dla badanych układów, dla których ani diagramy fazowe, ani ich właściwości termodynamiczne nie zostały dotąd zbadane.

## Wykorzystanie wyników



**badań:** Planowana jest prezentacja wyników na najważniejszych konferencjach krajowych i zagranicznych poświęconych termodynamice stopów, jak i publikacje w wiodących czasopismach indeksowanych przez Journal Citation Reports. W szczególności zebrane dane mogą zostać wykorzystane

do opracowania termodynamicznego badanych układów i obliczenia ich diagramów fazowych. Proponowana tematyka ma charakter badań podstawowych, stąd uzyskane wyniki mogą być podstawą dla przyszłych wniosków o projekty badawcze wnioskowane do Narodowego Centrum Nauki jak i European Research

Council. Zebrane dane mogą zostać wykorzystane również do wyjaśnienia zjawisk zachodzących podczas ładowania i rozładowania ogniw, w których jedna z elektrod wykonana jest ze stopu będącego przedmiotem proponowanych badań.

Temat zadania  
realizowanego w roku 2016:  
**Właściwości  
termodynamiczne  
trójskładnikowych stopów  
Li-Sb-X**

**Temat 9/2: Badania sorpcyjne wodoru w magnezie, azotku magnezu, węgłu drzewnym i nanorurkach węglowych oraz badania fizykochemiczne dla stopów Pb-Sb oraz Pb-Sb-Li.**

Kierownik zadania: **Prof. dr  
hab. inż. Władysław  
Gąsior**

**Cel badań:** Określenie  
napięcia powierzchniowego,  
gęstości i lepkości ciekłych

roztworów  
dwuskładnikowych Pb-Sb  
oraz Li-Pb-Sb w warunkach  
argonu wysokiej czystości  
metodą wypływu oraz  
przeprowadzenie badań  
sorpcji wodoru dla magnezu,  
azotku magnezu, węgla  
drzewnego oraz nanorurek  
grafenowych.

## **Metody badawcze:**

Badania właściwości fizykochemiczne będą prowadzone na aparaturze zbudowanej w Instytucie a badania sorpcyjne na profesjonalnej aparaturze firmy ISOCHEMIA do badań sorpcji w ciałach stałych i cieczach.

Oczekiwane efekty badań:  
Określenie zależności temperaturowych napięcia



powierzchniowego, lepkości i gęstości oraz skonfrontowania ich z wartościami uzyskanymi z modelowanie a także wyznaczenie optymalnych warunków (temperatura, ciśnienie wodoru) absorpcji i desorpcji dla cytowanych materiałów.

**Wykorzystanie wyników badań:** Wyniki badań zostaną opublikowane w czasopiśmie cytowanym przez JCR a także będą prezentowane na konferencjach międzynarodowych i krajowych. Ponadto, zmierzone dane właściwości fizykochemicznych będą wprowadzone do ogólnodostępnej bazy

**SURDAT sukcesywnie  
modyfikowanej w Instytucie.**

**Temat zadania  
realizowanego w roku 2016:  
Pomiary sorpcji wodoru w  
magnezie oraz pomiary  
napięcia  
powierzchniowego,  
lepkości i gęstości  
ciekłych roztworów Pb-Sb.**

# **Temat 10: Strukturalne aspekty przemiany martenzytycznej w materiałach funkcjonalnych na podstawie stopów Heuslera.**

**Kierownik tematu: Dr hab. inż. Wojciech Maziarz, prof. PAN**

**Cel badań:** Optymalizacja właściwości funkcjonalnych (chłodzenie magnetyczne, magnetyczna pamięć kształtu) stopów Heuslera poprzez modyfikację składu chemicznego, struktury krystalicznej i mikrostruktury.

**Metody badawcze:** Planuje się zastosowanie szeregu metod badawczych pozwalających na charakterystykę strukturalną i mikrostrukturalną stopów Heuslera wytwarzanych odmiennymi technologiami charakteryzującymi się właściwościami funkcjonalnymi (efekt magnetokaloryczny, magnetyczna pamięć

kształtu) w pobliży temperatury pokojowej. Planuje się badania stopów polikrystalicznych otrzymanych drogą konwencjonalnej metalurgii, metalurgii proszków oraz metodą szybkiej krystalizacji, jak również monokryształów hodowanych metodą Bridgmana. Zakres temperaturowy

występowania przemiany  
martenzytycznej i odwrotnej  
zostanie określony metoda  
kalorymetryczną (DSC).  
Struktura krystaliczna,  
stopień uporządkowania  
fazy macierzystej (austenitu)  
oraz zależności  
krystalograficzne pomiędzy  
wariantami martenzytów i  
różnymi typami granic  
określane będą z  
wykorzystaniem dyfrakcji



promieniowania rentgenowskiego (RTG) oraz dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM) zostanie wykorzystana dla określenia typu i rozmiaru ziaren, mikrosegregacji składu chemicznego, procesów wydzielania oraz struktury krystalicznej w mikro i

nanoobszarach.

## **Oczekiwane efekty badań:**

Głównym efektem badań będzie wyjaśnienie zależności pomiędzy strukturą a właściwościami funkcjonalnymi materiałów na osnowie stopów Heuslera. W szczególności oczekuje się uzyskania

odpowiedzi na temat wpływu procesu uporządkowania na przemianę martenzytyczną i wielkość efektu magnetokalorycznego w stopach polikrystalicznych. W przypadku monokryształów planuje się określenie roli procesu „trenowania” stopów metamagnetycznych w uzyskaniu jednowariantowej struktury martenzytycznej

oraz możliwości ich zastosowania jako zamienniki dla stopów z układu Ni-Mn-Ga.

**Wykorzystanie wyników badań:** Wyniki planuje się prezentować na najważniejszych konferencjach krajowych i zagranicznych związanych z

niniejszą tematyka, jak również będą publikowane w liczących się czasopismach. Ponieważ proponowana tematyka posiada charakter badań podstawowych jak i aplikacyjnych, uzyskane wyniki mogą posłużyć jako baza dla przyszłych wniosków o projekty badawcze zarówno w Narodowym Centrum Nauki

jak i Narodowym Centrum  
Badań i Rozwoju.

Temat zadania  
realizowanego w roku 2016:  
**Wpływ obróbki  
cieplno-mechanicznej na  
właściwości  
magneto-kaloryczne  
monokryształu stopu  
Heuslera z układu**

# Ni-Mn-Sn

**Temat 11: Otrzymanie i właściwości powłok Ni-P oraz Ni-Re-P osadzanych bezprądowo oraz ich**

# **reaktywność z lutowiami bezołowiowymi.**

**Kierownik tematu: Dr hab.  
Joanna Wojewoda-Budka,  
prof. PAN**



**Cel badań:** Optymalizacja składu chemicznego powłok Ni-P oraz Ni-Re-P osadzanych bezprądowo na miedzi poprzez charakterystykę mikrostrukturalną, składu chemicznego i właściwości mechanicznych połączeń uzyskanych powłok z lutowiami bezołowiowymi.

**Metody badawcze:** Opracowana zostanie technologia otrzymywania powłok Ni-P oraz Ni-Re-P o różnej zawartości fosforu i dodatku renu na miedzi. Powłoki te będą uzyskiwane bezprądowo w ramach już trwającej współpracy z Instytutem Katalizy i Fizykochemii Powierzchni PAN. Charakterystyka mikrostruktury powłok oraz

połączeń powłoka/lutowie zostanie dokonana metodami skaningowej oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Badania składu chemicznego i fazowego zostaną przeprowadzone przy użyciu technik spektroskopii dyspersji energii prom. X, dyfrakcji rentgenowskiej oraz elektronowej, które pozwolą określić charakter

uzyskanej powłoki  
(amorficzna/nanokrystaliczn  
a) oraz skład  
chemiczny/fazowy  
utworzonej strefy reakcji. W  
celu wyznaczenia  
stabilności termicznej, w tym  
temperatury krystalizacji dla  
powłok amorficznych,  
przeprowadzony zostanie  
eksperyment z  
zastosowaniem skaningowej  
różnicowej kalorymetrii.

Jakość uzyskanych połączeń zostanie zweryfikowana poprzez poddanie ich serii cykliów termicznych zgodnie z normami obowiązującymi w przemyśle elektronicznym. Poddane szokom termicznym połączenia zostaną przebadane za pomocą skaningowej mikroskopii elektronicznej oraz, jeśli to okaże się

koniecznym, transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Ponadto, dla wybranych składów przeprowadzone zostaną badania mikrotwardości oraz testy na ścinanie wzbogacające w sposób istotny wiedzę na temat możliwych miejsc propagacji pęknięć i pozwalających na wskazanie optymalnego składu powłoki.

## Oczekiwane efekty badań:

Obecnie w montażu powierzchniowym w przemyśle elektronicznym szerokie zastosowanie znajdują powłoki Ni-P/Au (Electroless Nickel Immersion Gold - ENIG), nanoszone bezprądowo, które pomimo licznych zalet posiadają również szereg wad (porowate złoto, kruche złoto oraz tzw. czarne pola).

Rozwiązania istniejących problemów należy szukać w modyfikacji składu powłok. Dotychczasowe badania dotyczące reaktywności powłok Ni-P z lutowiami wskazują na znaczący wpływ zawartości fosforu na ilość i rodzaj tworzących się niepożądanych faz typu  $NixPy$ . Doniesienia literaturowe sugerują, że ren obniża zawartość fosforu w



powłóce, co powinno korzystnie wpływać na jakość lutownych połączeń. Niemniej jednak do tej pory nie prowadzono badań nad reaktywnością lutowi z powłokami Ni-P z dodatkiem renu, dlatego proponowane badania mają charakter nowatorski.

**Wykorzystanie wyników badań:** Wyniki planuje się prezentować na najważniejszych konferencjach krajowych i zagranicznych związanych z niniejszą tematyką, jak również będą publikowane w liczących się czasopiśmiech.

Proponowana tematyka posiada charakter badań podstawowych jak i

aplikacyjnych, uzyskane  
wyniki mogą posłużyć jako  
baza dla przyszłych  
wniosków o projekty  
badawcze zarówno w  
Narodowym Centrum Nauki  
jak i Narodowym Centrum  
Badań i Rozwoju.

# **Rozwijanie narzędzi i technik badawczych**

**Temat 12: Analiza orientacji krystalograficznych, sprężystych odkształceń sieci krystalicznej i granic ziaren w materiałach polikrystalicznych.**

Kierownik tematu: **dr hab.  
Adam Morawiec, prof.  
PAN**

**Cel badań:** Celem zadania jest rozwój teoretycznych oraz numerycznych metod analizy tekstur krystalograficznych,

pojedynczych orientacji krystalitów i relacji między orientacjami kryształów i granic ziaren w materiałach polikrystalicznych. Część prac będzie dotyczyć wyznaczania i analizy sprężystych odkształceń sieci krystalicznej.

**Metody badawcze:**  
Metody teoretyczne i  
numeryczne.

**Oczekiwane efekty  
badań:** Rozwój  
teoretycznych oraz  
numerycznych metod  
dotyczących orientacji  
kryształitów służy

usprawnieniu  
wyznaczania i analizy  
pojedynczych orientacji,  
tekstur, map orientacji czy  
relacji orientacji między  
kryształitami różnych faz.

**Wykorzystanie wyników  
badań:** Wyniki badań  
będą publikowane.



Nazwa zadania  
realizowanego w roku  
2016: **Parametry  
Rodriguesa w  
niekarterzjańskich  
układach  
współrzędnych.**

# **Temat 13: Rozwój spektroskopowych i dyfrakcyjnych metod analitycznych oraz badań in-situ w SEM.**

**Kierownik tematu: Prof.  
dr hab. inż. Marek  
Faryna**

**Cel badań:** Celem zadania jest poszerzenie możliwości badawczych zaawansowanych metod analitycznych w wysokorozdzielczym skaningowym mikroskopie

elektronowym.

**Metody badawcze:**  
wysokorozdzielcza  
skaningowa mikroskopia  
elektronowa.

**Oczekiwane efekty**

**badań:** Poprawa efektywności procesu pomiarowego zarówno w spektrometrii dyspersji energii jak i dyspersji długości fali promieniowania rentgenowskiego. Poszerzenie granic fizycznej i efektywnej zdolności rozdzielczej dyfrakcji elektronów

wstecznie rozproszonych  
poprzez analizy  
elektronów  
rozpraszanych do przodu  
(FSD). Rozwój techniki  
in-situ

**Wykorzystanie wyników  
badań:** Uzyskane wyniki  
badań będą

prezentowane podczas konferencji krajowych i zagranicznych oraz zostaną opublikowane w czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym. Otrzymane wyniki badań będą mogły stanowić podstawę do przygotowania wniosków o projekty badawcze finansowane przez NCN.

# Temat Zadanie realizowanego w roku 2016:

**Rozwój procedur  
określających  
zawartość  
kontaminowanego  
węgla analizowanego za**



**pomocą techniki  
dyspersji długości fali  
promieniowania  
rentgenowskiego WDXS  
(kontynuacja zadania  
statutowego z roku  
2014)**

**Poprawa przestrzennej  
zdolności rozdzielczej w**

**mikroskopii orientacji  
poprzez zastosowanie  
transmisyjnej wiązki  
elektronowej w SEM do  
akwizycji dyfrakcji  
elektronów wstecznie  
rozproszonych(t-EBSD)  
(kontynuacja zadania  
statutowego z roku  
2015)**

# **Temat 14: Obserwacje przemian fazowych in-situ w czasie grzania próbek w TEM.**

**Kierownik tematu: Prof.  
dr hab. inż. Jerzy  
Morgiel**

**Cel badań:** Opis mechanizmu przemian fazowych w wybranych materiałach w celu optymalizacji ich własności użytkowych.  
Metody badawcze:  
Badania będą

skoncentrowane na kompleksowej charakterystyce mikrostruktury materiałów z wykorzystaniem zaawansowanych technik mikroskopii transmisyjnej takich jak mikroskopia analityczna (oparta na mikroanalizie z wykorzystaniem przystawki EDS) oraz

wysokorozdzielcza (HREM). Eksperymenty te będą prowadzone z wykorzystaniem nowo zakupionego uchwytu do grzania próbek w transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Uchwyt ten wyposażony jest w własny system chłodzenia wodą co zapewnia wysoki

poziom stabilizacji obrazu w czasie prowadzonych obserwacji. Badania in-situ zostaną w wybranych przypadkach uzupełnione obserwacjami ex-situ.

**Oczekiwane efekty badań:** Głównym celem

prorowadzonych badań  
będzie opis mechanizmu  
przemian fazowych wraz  
ze wskazaniem wpływu  
poszczególnych  
składników mikrostruktury  
oraz gradientów składu  
chemicznego na ich  
przebieg.

Przeprowadzone  
obserwacje powinny  
pozwolić na optymalizacje



końcowych własności  
badanych materiałów. W  
szczególności podjęta  
zostanie kwestia  
mechanizmu wydzielania  
faz z przesyconych  
roztworów stałych (a w  
tym w stopach magnezu  
oraz nowo  
opracowywanych  
stalach), jak też  
elementów

warunkujących różnych faz martenzytycznych w stopach Hausera oraz przemian fazowych w nanomaterialach.

**Wykorzystanie wyników badań:** Prowadzone eksperymenty powinny uzupełnić i powiązać

prace badawcze  
prowadzone w pracowni  
DN-3, a ich wyniki badań  
będą prezentowane  
podczas konferencji  
krajowych i  
zagranicznych oraz będą  
publikowane w  
czasopismach zasięgu  
międzynarodowym.  
Zebrane doświadczenia  
będą stanowić podstawę

do przygotowania  
wniosków o projekty  
badawcze finansowane  
poprzez NCN.

Temat zadania  
realizowanego w roku  
2016: **Obserwacje  
przemian fazowych  
in-situ w czasie grzania**

# próbek w TEM.