

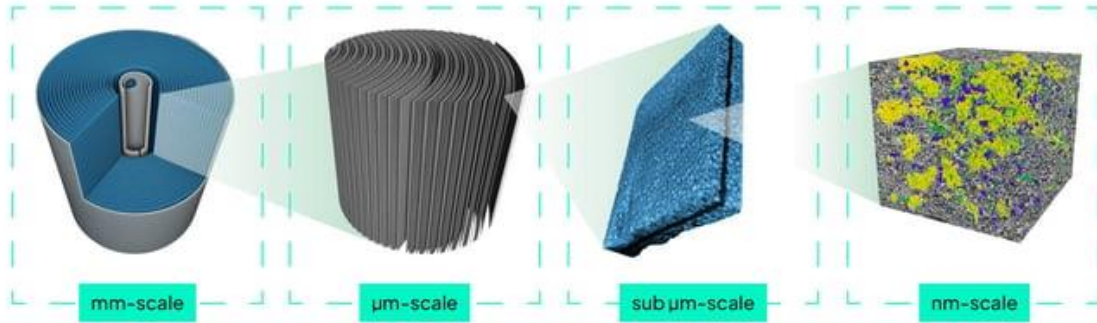
Heterojen Malzemelerin Çok Ölçekli Karakterizasyonu için Mikro-CT ve Plazma FIB-SEM İş Akışları

1. Giriş

Modern malzemeler artık tekdüze katılar değildir. Enerji depolama sistemleri, eklemeli imalat parçaları, elektronik paketler ve jeolojik malzemeler, tasarım gereği heterojen, hiyerarşik ve çok ölçeklidir. Performansları tek bir özellik tarafından değil, milimetrelerden nanometrelere kadar uzanan yapılar arasındaki etkileşimler ve genellikle yerel kimya tarafından yönetilir.

Lityum iyon piller bunun açık bir örneğidir. Tek bir hücre, yoğun metal akım toplayıcıları, kırılğan oksit parçacıkları, yumuşak polimer bağlayıcılar, gözenekli ayırıcılar ve kimyasal olarak aktif arayüzleri bir araya getirir. Bozunma mekanizmaları—çatlama, parçacık ayrılması, bağlayıcı yaşlanması ve ara faz büyümesi—birden fazla uzunluk ölçeğinde meydana gelir ve çalışma sırasında gelişir. Hiçbir tek karakterizasyon tekniği bu karmaşıklığı yakalayamaz.

Bu durum, tahribatsız 3D görüntülemeyi yüksek çözünürlüklü yapısal ve kimyasal analizle birleştiren korelatif, çok ölçekli iş akışlarına olan ihtiyacı ortaya koymaktadır. Pratik ve giderek daha fazla benimsenen bir çözüm, X-ışını mikro-bilgisayarlı tomografinin (micro-CT) plazma FIB-SEM tabanlı 3D analitik ile entegrasyonudur.



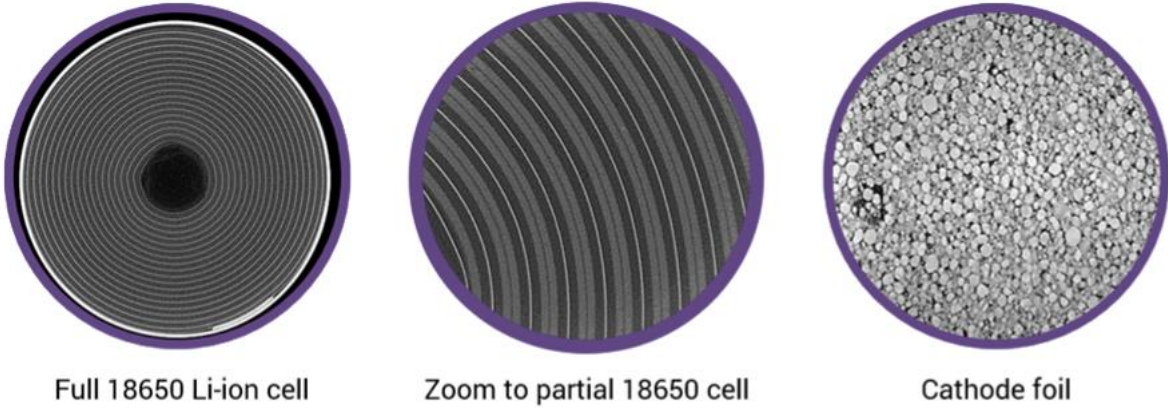
Şekil 1: Tahribatsız micro-CT'den analitik plazma FIB-SEM'e korelatif çok ölçekli iş akışı. Sıra, tüm hücre görüntülemesinden (mm ölçek), elektrot yığını mimarisine (µm ölçek), tek folyo çözünürlüğüne ve son olarak yerel mikro yapısal ve kimyasal özelliklerin nano ölçekli 3D FIB-SEM analizine kadar ilerler.

2. Tescan Çözümleri

Tescan'ın malzeme karakterizasyon platformları, tek bir temel gereksinim etrafında tasarlanmıştır: örnek işleme kapasitesinden ödün vermeden istatistiksel olarak ilgili hacimleri nano ölçekli mekanizmalara bağlamak.

2.1 Micro-CT'nin Rolü

Micro-CT, iş akışının tahribatsız, hacimsel temelini sağlar. X-ışını zayıflamasından 3D hacimleri yeniden yapılandırarak, araştırmacıların örneği kesmeden veya değiştirmeden iç yapıları görselleştirmelerine olanak tanır.



Şekil 2: Tescan micro-CT'de, numune ölçeğindeki genel bakıştan tek tek parçacıkların yüksek çözünürlüklü görüntülenmesine sorunsuz geçişi sağlayan ilgi alanı hacmi özelliği.

Heterojen malzemeler için micro-CT şu amaçlarla kullanılır:

- Gözenekliliği, çatlakları ve boşluk ağlarını nicelleştirmek
- Gömülü kusurları ve üretim düzensizliklerini tespit etmek
- Döngüsel veya yükleme sırasında yapısal evrimi izlemek (4D görüntüleme)
- Büyük hacimleri görüntüleyerek istatistiksel önemi korumak



Beştepe Mah. Nergiz Sok. Via Flat İş Merkezi 7/2 Kat: 3 Ofis No: 78 06510 Söğütözü **t:** +90 312 219 22 00 **ankara**

Küçükbakkalköy Mah. Kayışdağı Cad. Pınarbaşı Plaza 117/6 34750 Ataşehir **t:** +90 216 456 00 55 **istanbul**

Çınarlı Mah. 1572. Sokak No:33 35170 Konak **t:** +90 232 966 95 93 **izmir**

Tescan micro-CT sistemleri, küresel bağlamı korurken yerel bölgelerin yüksek çözünürlüklü görüntülenmesini sağlayan ilgi alanı hacmi taramasını (VOIS) destekler.

Bu, arıza yerel olarak başladığında ancak elektrot yığını basıncı veya bileşen geometrisi gibi küresel kısıtlamalar tarafından yönlendirildiğinde kritik öneme sahiptir.

Büyük kapasiteli veya dinamik BT sistemleri gibi yüksek verimli mimariler, mekanik, termal veya kimyasal değişiklikler altında zamana bağlı çalışmaları daha da mümkün kılar. Bu, micro-CT'yi tamamen tanımlayıcı bir araçtan, malzeme araştırmaları için nicel, yerinde bir yönetime dönüştürür.

2.2 Plazma FIB-SEM'in Rolü

Micro-CT, kritik özelliklerin nerede bulunduğunu belirler. Plazma FIB-SEM ise neden oluştuklarını ortaya koyar.

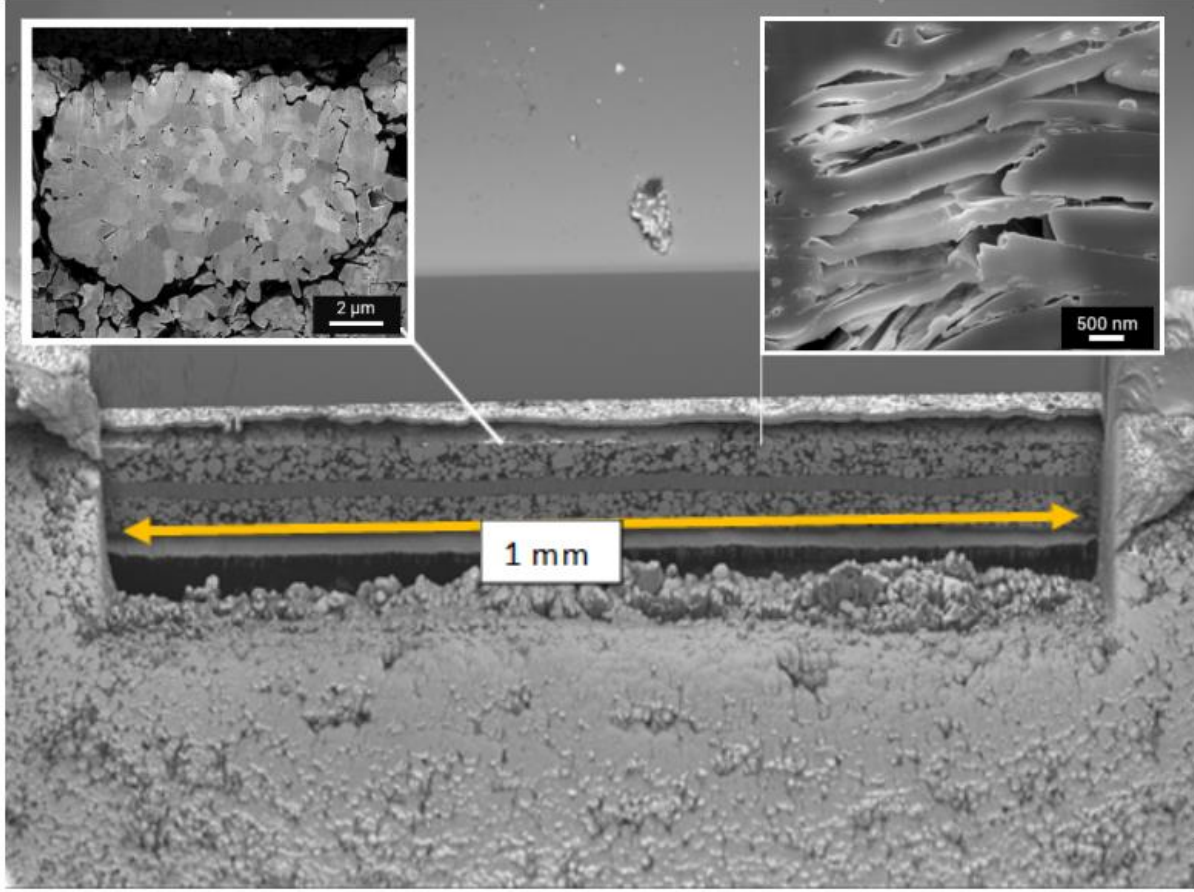
Odaklanmış iyon demeti-tarama elektron mikroskobu, alt mikron ila nanometre çözünürlükte bölgeye özgü kesit alma ve 3 boyutlu tomografi sağlar. Bununla birlikte, geleneksel galyum FIB sistemleri, düşük öğütme hızları ve iyon kaynaklı artefaktlar nedeniyle büyük, heterojen hacimler için pek uygun değildir.

Plazma FIB-SEM, yüksek akımlı bir ksenon iyon kaynağı kullanarak bu sınırlamaların üstesinden gelir:

- Ga⁺ FIB'den ~50 kat daha hızlı öğütme hızları
- Milimetre boyutlarına yaklaşan kesitler
- Galyum implantasyonu veya alaşımlama etkileri yok
- Polimerler, kompozitler ve pil malzemeleri için geliştirilmiş uygunluk

Bu, plazma FIB-SEM'i, sınırlı istatistiksel anlamı olan izole nanometre ölçekli özellikler yerine, gerçek malzemelerde temsili temel hacimleri yakalamak için vazgeçilmez kılar.

Tescan'ın gelişmiş frezeleme stratejileri, perdeleme artefaktlarını daha da bastırarak, yüksek kaliteli analitik haritalama için uygun, düz ve hasar en aza indirilmiş yüzeyler üretir.



Şekil 3: Ksenon plazma FIB ile hazırlanan geniş alanlı (~1 mm) kesit, elektrot kalınlığının tamamında parçacık ölçeğinde çatlamaı ortaya koymaktadır. Yüksek büyütmeli SEM görüntüleme, tek tek ikincil parçacıklar içindeki nano ölçekli kırılma özelliklerini çözerek, makroskopik hasarı alt parçacık arıza mekanizmalarına bağlar.

2.3 3D Tomografi ve ToF-SIMS ile 3D Tomografi

Plazma FIB-SEM'in tam değeri, çok modlu 3D analitiklerle birleştirildiğinde ortaya çıkar. Ardışık FIB dilimleme ve SEM görüntüleme, parçacık ağları, çatlaklar ve ara fazlar gibi mikro yapıların gerçek 3D rekonstrüksiyonunu sağlar. Analitik dedektörlerle birleştirildiğinde, bu yapısal veriler doğrudan kimya ve kristalografi ile ilişkilendirilebilir.

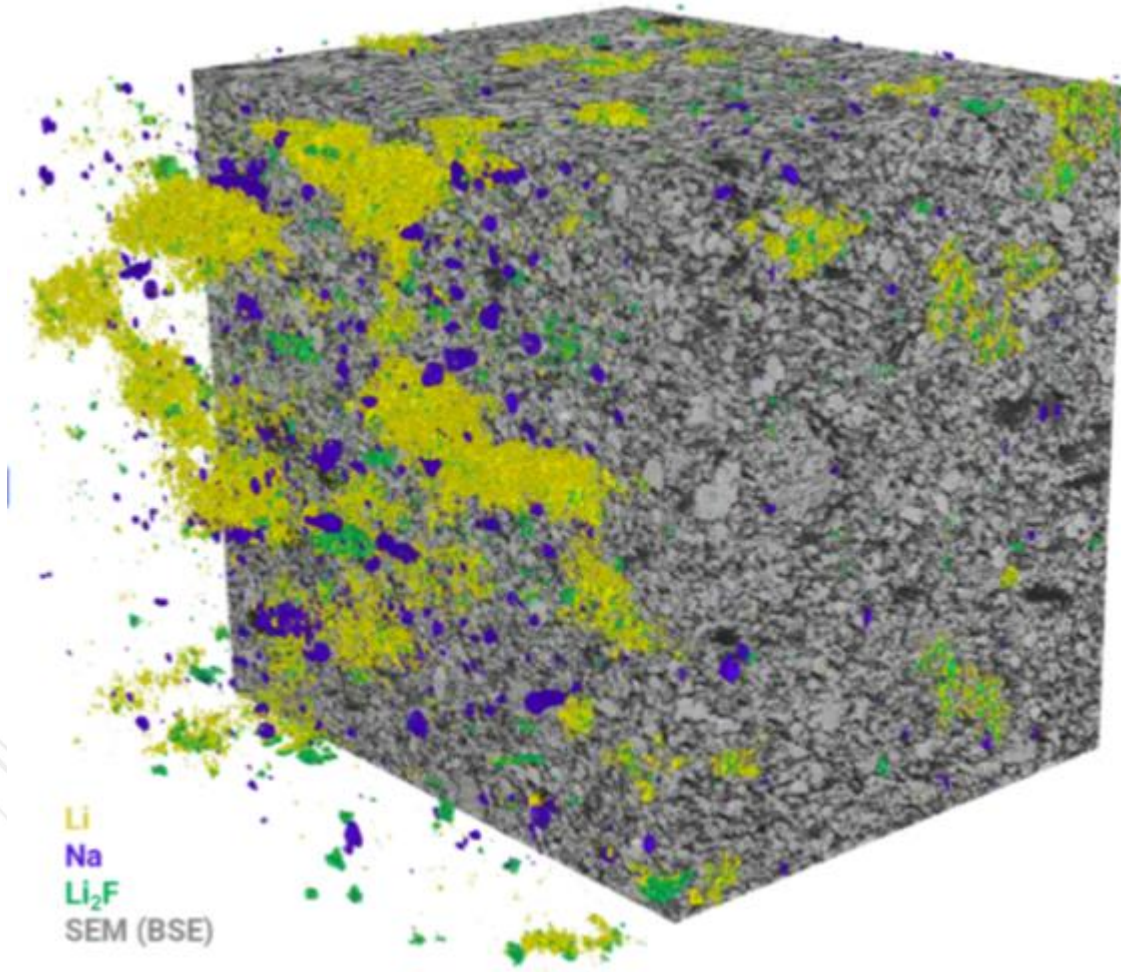


Beştepe Mah. Nergiz Sok. Via Flat İş Merkezi 7/2 Kat: 3 Ofis No: 78 06510 Söğütözü t: +90 312 219 22 00

Küçükbakkalköy Mah. Kayışdağı Cad. Pınarbaşı Plaza 117/6 34750 Ataşehir t: +90 216 456 00 55

izmir

Çınarlı Mah. 1572. Sokak No:33 35170 Konak t: +90 232 966 95 93



Şekil 4: Döngüsel bir LiFePO₄ (LFP) katodunun üç boyutlu ToF-SIMS kimyasal haritalaması, lityum, sodyum ve Li₂F'nin uzamsal dağılımını ve bağlantısını ortaya koymaktadır. Kimyasal sinyallerin 3D mikro yapı ile korelasyonu, iyon taşıma yollarının ve bunların katot gözenekliliği ile ilişkisinin doğrudan analizini sağlar.

Başlıca yöntemler şunlardır:

- Heterojen malzemeler, tek bir cihaz yerine çok ölçekli iş akışları gerektirir.
 - Micro-CT, tahribatsız, istatistiksel olarak anlamlı 3 boyutlu bağlam sağlar.
 - Plazma FIB-SEM, yüksek verimlilik ve minimum artefakt ile nano ölçekli mekanizmalara köprü kurar.
 - Korelatif 3 boyutlu analizler (EDS, Raman, ToF-SIMS), yapı, kimya ve performansı birbirine bağlar.
- Pil malzemeleri zorluğun bir örneğini oluşturur, ancak iş akışı eklemeli imalat, yarı iletkenler, jeoloji ve kompozitlere genelleştirilebilir.
- 3 boyutlu ToF-SIMS tomografisi, özellikle pil araştırmalarında güçlüdür; burada lityum taşınımını, ara faz oluşumunu ve kimyasal gradyanları nanometre çözünürlük ve ppm hassasiyetle görselleştirmeyi sağlar – bu yetenekler yalnızca EDS veya X-ışını yöntemleriyle elde edilemez.

3. Önemli Çıkarımlar

- Elementel faz dağılımı için EDS
- Tane yönelimi ve faz tanımlaması için EBSD
- Moleküler ve polimer karakterizasyonu için Raman-SEM (RISE)
- İz elementler ve hafif türler (örneğin lityum) için ToF-SIMS

Malzeme bilimcileri, mikro-CT'yi plazma FIB-SEM tabanlı 3D tomografi ile entegre ederek, bileşen düzeyindeki davranışlardan gömülü arayüzlerdeki kimyasal süreçlere kadar, tüm uzunluk ölçeklerinde mekanistik anlayışa doğru izole gözlemlerin ötesine geçebilirler.

Petr Klimek, PhD tarafından yazılmıştır.