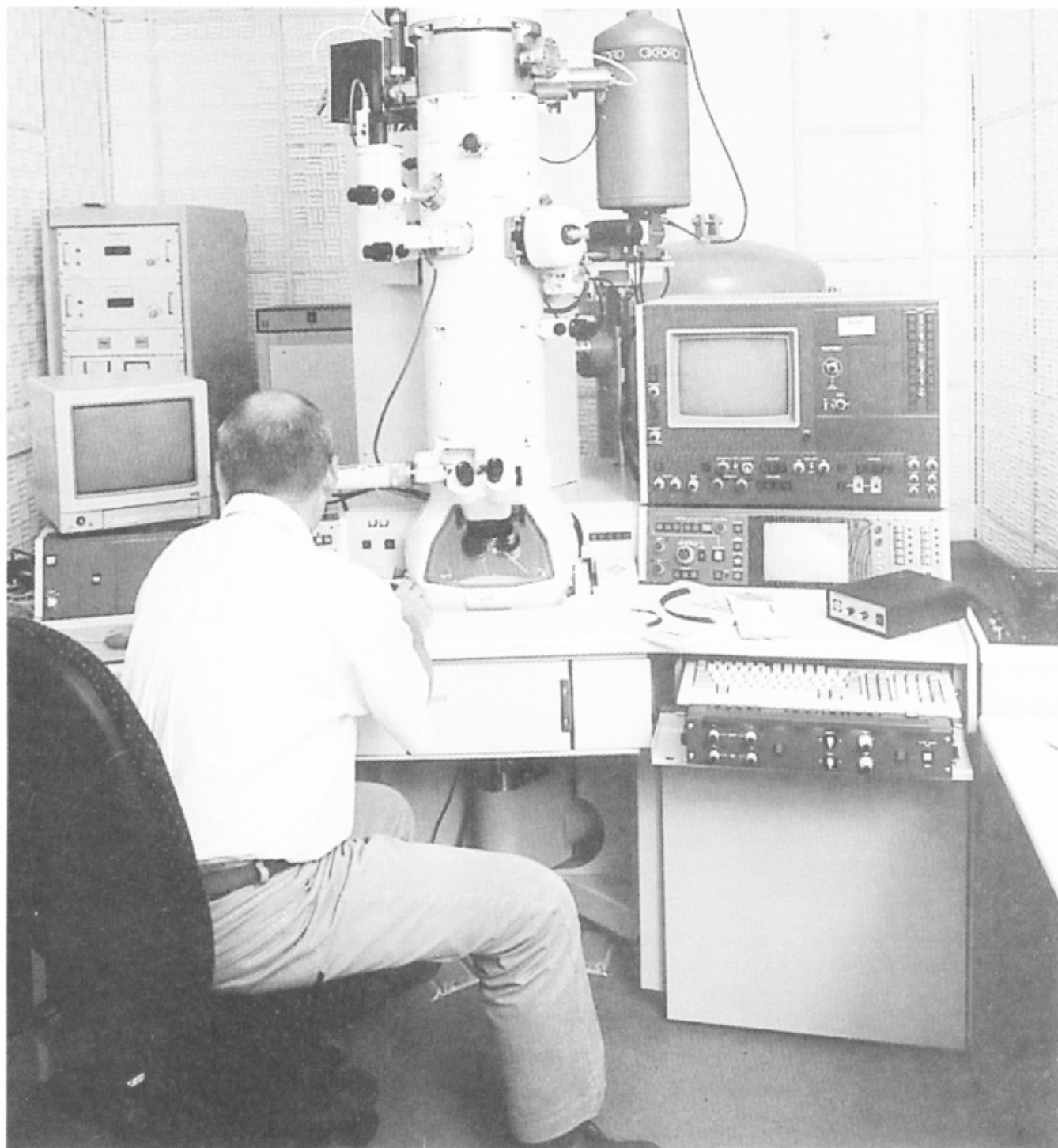


NOVICE - OBVESTILA

Predstavitve novega analitskega elektronskega mikroskopa na Odseku za keramiko, Instituta »Jožef Stefan«



Slika 1: Pogled na analitski elektronski mikroskop JEM-2010F razkriva vso kompleksnost aparature. V ozadju mikroskopa je viden visokonapetostni tank, ki zagotavlja izredno stabilno pospeševalno napetost elektronov 200 kV. Izjemna občutljivost aparature za motnje iz okolice (vibracije, elektromagnetne motnje) zahteva posebno adaptacijo prostora.

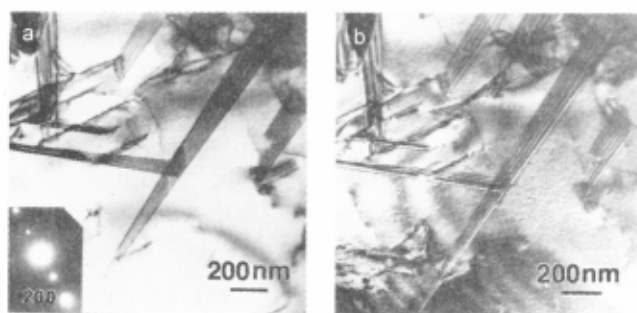
Pri preiskavah keramičnih materialov je nujna uporaba različnih metod elektronske mikroskopije, ki omogočajo nedestruktivni pogled v morfologijo in strukturo materialov, kot tudi določevanje njihove kemijske sestave pri zelo velikih povečavah. Zato je Odsek za keramiko že pred petindvajsetimi leti kupil prvi vrstični elektronski mikroskop (SEM), ki so mu kasneje sledili še drugi vrstični elektronski mikroskopi in leta 1986 presewni (transmisijski) elektronski mikroskop (TEM). Pred nekaj leti pa se je izoblikovala ideja o nujnosti nakupa novega presewnega elektronskega mikroskopa z boljšo ločljivostjo in dodatnimi analitskimi sistemi za kemijsko analizo preiskovanih vzorcev. Dolgotrajni proces pridobivanja podpore in sredstev se je končal 22. junija letos, ko je na Institutu »Jožef Stefan« potekalo uradno odprtje novega analitskega elektronskega mikroskopa Jeol JEM-2010F.

Novi analitski elektronski mikroskop Jeol JEM-2010F spada po načinu delovanja med t.i. presewnne (transmisijske) elektronske mikroskope in omogoča poleg opazovanja materialov pri zelo velikih povečavah tudi kvalitativno in kvantitativno kemijsko analizo preiskovanega vzorca, tako rekoč na atomarnem nivoju. Kot pri vseh presewnih elektronskih mikroskopih tudi pri JEM-2010F »opazujemo« material z uporabo pospešenih elektronov v visokem vakuumu. Kot vir elektronov uporablja JEM-2010F poseben, t.i. *field-emission* vir, pri katerem elektroni tunelirajo iz zelo ostre konice monokristala volframa v visoki vakuum. Krivinski radij na koncu igle meri samo nekaj nm ($1 \text{ nm} = 1 \text{ nanometer} = 1 \cdot 10^{-9} \text{ m} = 10 \text{ \AA}$). V električnem polju ($2 \cdot 10^5 \text{ V}$) se elektroni pospešijo vzdolž kolone mikroskopa in se z magnetnimi lečami oblikujejo v zelo tanek curek. Magnetne leče imajo podobno vlogo kot brušene steklene leče pri optičnih mikroskopih. Curek elektronov nato usmerimo na ustrezno pripravljen vzorec materiala. Osnovna zahteva je, da je vzorec presewn za elektrone (od tod tudi ime presewna oz. transmisijska elektronska mikroskopija). To pa pomeni, da morajo biti vzorci pravzaprav zelo tanke folije materiala, debele samo nekaj deset nm. Elektroni, ki prodrejo skozi vzorec, na koncu trčijo v fluorescenčni zaslon in s pojavom luminescence tvorijo sliko materiala, ki jo lahko neposredno opazujemo ali posnamemo na negativ, ali pa shranimo v digitalni obliki. Posebnost slik, posnetih s presewnim elektronskim mikroskopom je v tem, da na zaslonu opazujemo dvodimenzionalno sliko tridimenzionalnega vzorca, saj slika predstavlja povprečje skozi celotno debelino vzorca. Povečave, pri katerih lahko opazujemo vzorce z analitskim elektronskim mikroskopom JEM-2010F, so res zelo velike, od nekaj tisočkrat pa celo do nekaj milijonkrat. Pri tako imenovani konvencionalni presewni elektronski mikroskopiji je rezultat slika preiskovanega materiala v svetlem oziroma temnem polju ali pa uklonska slika, ki daje podatke o kristalni orientaciji in celičnih parametrih preiskovanega dela materiala. S slikanjem v svetlem in temnem polju lahko tako opazujemo napake v kristalih (dislokacije, planarne napake), meje med zrni v polikristaliničnih materialih, tridimenzionalne precipitate, faze v večfaznih materialih in določamo kristalografske zveze med različnimi fazami v preiskovanem materialu. Povečave, ki jih uporabljamo pri konvencionalni presewni elektronski mikroskopiji, so od nekaj tisoč- pa do nekaj sto tisočkrat, detajli, ki jih opazujemo, pa imajo

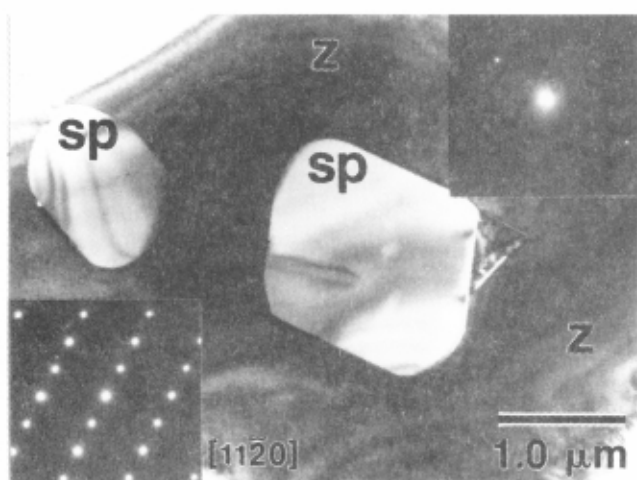
dimenzije nekaj deset nm. Seveda omogoča mikroskop JEM-2010F zaradi izredno kvalitetne izdelave magnetnih leč in zelo stabilnega vira pospeševalne napetosti tudi precej večje povečave s končno ločljivostjo med dvema točkama pod 0,19 nm. Za primerjavo lahko navedemo, da sta si dva natrijeva atoma v kristalu kuhinjske soli oddaljena približno 0,56 nm. Zaradi tako visoke ločljivosti lahko uporabljamo analitski elektronski mikroskop JEM-2010F tudi kot visokoločljivostni presewni elektronski mikroskop, in pri povečavah od nekaj sto tisoč- pa do 1,5-milijonkrat lahko opazujemo atomske kolone v urejeni tridimenzionalni strukturi kristalov. Visokoločljivostna mikroskopija nam tako »pričara« svet urejenosti na atomarnem nivoju in omogoča direktno opazovanje položajev atomov v kristalih, na napakah in mejah med temi oziroma različnimi fazami. Kako pomembne za makroskopske lastnosti materialov so lahko spremembe v samo nekaj atomskih plasteh na površini urejenega kristala oziroma posameznega zrna v polikristaliničnem materialu, kažejo številne novejšje raziskave široko uporabljanih keramičnih materialov, kot so varistorji, pozistorji, feroelektrične in dielektrične tanke plasti, mikrovalovna keramika, superprevodniki. Visokoločljivostni posnetki atomskih kolon pa omogočajo tudi direktno primerjavo z izračunanimi strukturnimi modeli in so lahko eksperimentalna potrditev strukturnega modela.

Novi analitski elektronski mikroskop JEM-2010F ne omogoča samo slikanja materialov pri velikih povečavah, ampak tudi določevanje kemijske sestave preiskovanih materialov *in situ*. Kvalitativno in kvantitativno kemijsko analizo opravljamo z dvema različnima spektroskopskima metodama. Prva je t.i. disperzijska spektroskopija rentgenskih žarkov (EDS). Pri interakciji elektronskega curka z materialom se namreč nekaj energije elektronov porabi za nastanek karakterističnih rentgenskih žarkov elementov, ki material sestavljajo. Z ustreznim detektorjem lahko posnamemo energijski spekter rentgenskih žarkov, iz katerega dobimo podatek o kemijski sestavi. Druga spektroskopska metoda je t.i. spektroskopija izgub energije elektronov (EELS). Pri prehodu elektronov skozi material namreč vsi elektroni ne ohranijo enake energije. Z analizo spektra, ki prikazuje, kako so elektroni izgubili energijo pri prehodu skozi material, dobimo poleg podatkov o sestavi tudi pomembne podatke o koordinaciji in valenčnem stanju atomov. Da lahko opravljamo kemijsko analizo z omenjenima spektroskopskima metodama s čim manjšega področja vzorca, je seveda zaželeno, da ima mikroskop čim manjši premer elektronskega curka, ki ga s posebno »vrstično enoto« lahko kontrolirano pomikamo po vzorcu. Premer elektronskega curka je pri JEM-2010F prav neverjetno majhen in lahko pri posebnih nastavitvah mikroskopa meri samo 0,5 nm! To pa pomeni, da lahko postavimo elektronski curek na določeno kolono atomov in določimo njeno kemijsko sestavo.

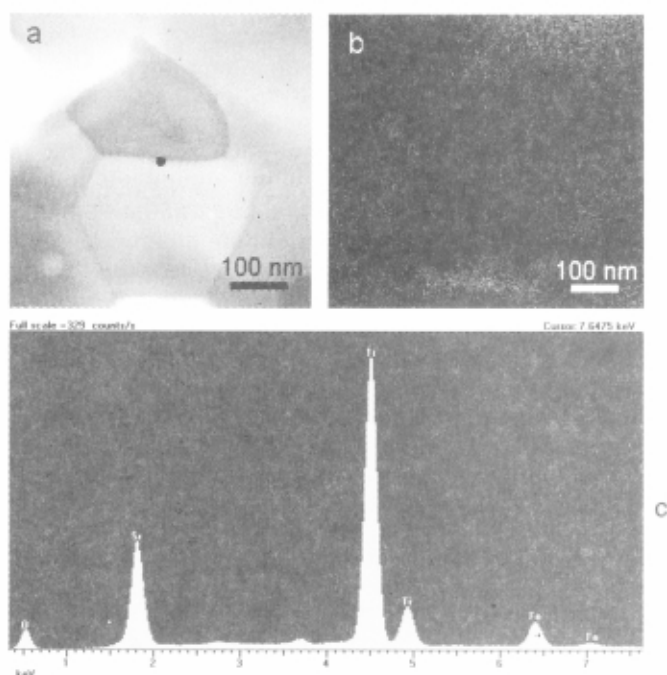
Analitski elektronski mikroskop JEM-2010F je zelo kompleksna vrhunška aparatura, ki omogoča celovito strukturno in kemijsko karakterizacijo materialov v zelo širokem področju povečav in celo na atomarnem nivoju. Z nakupom omenjenega mikroskopa se je bistveno zmanjšala razlika med opremljenostjo v našem prostoru in tisto v tujih laboratorijih, ki se ukvarjajo z raziskavami materialov z metodami elektronske



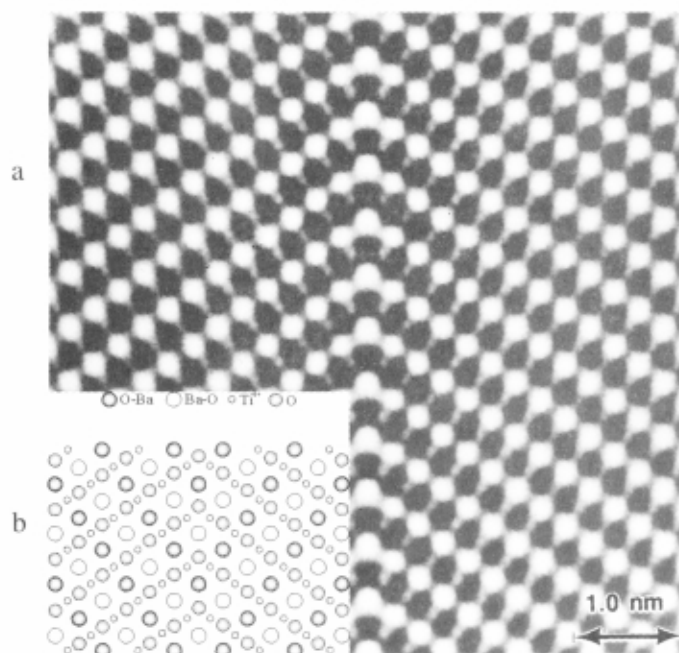
Slika 2: Konvencionalna presečna elektronska mikroskopija ploskovnih izločkov v keramiki BaTiO₃. Detajl je bil posnet v svetlem (a) in temnem (b) polju.



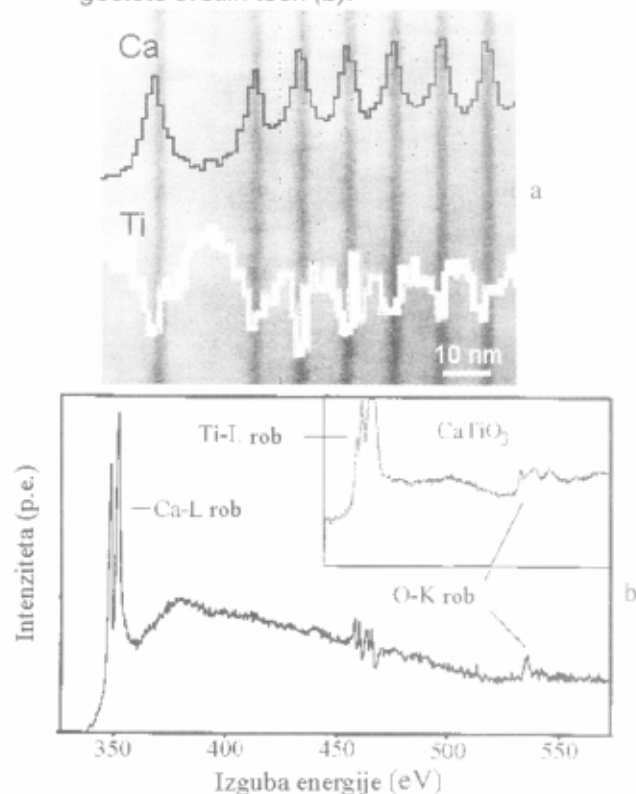
Slika 3: Posnetek vključkov faze spinela (sp) v varistor-ski keramiki (z). Uklonska slika elektronov pokaže, da so vključki poljubno orientirani v keramiki.



Slika 5: Kemijska analiza keramike SrTiO₃ z dodatkom železa z rentgensko spektroskopijo (EDS). Slika keramike prikazuje majhna zrna SrTiO₃ (a). Na mejah med posameznimi zrnji je povečana koncentracija železa, kar je razvidno iz rentgenskega spektra, posnetega v označeni točki na meji, kot tudi iz večje gostote svetlih točk (b).



Slika 4: Visokoločljivostna presečna elektronska mikroskopija dvojčične meje v feroelektrični keramiki BaTiO₃ s perovskitno strukturo in strukturi model napake. Svetle pike ustrezajo položajem atomskih kolon, ki so paralelne z elektronskim curkom.



Slika 6: Koncentracijski profili kalcija in titana preko ploskovnih napak v nestehiometrični keramiki. Koncentracija kalcija je veliko večja na 0,2 nm debelih plasteh (temne proge), kot v preostalem vzorcu. Koncentracijski profil je bil narejen na podlagi spektroskopije izgub energije elektronov (EELS) in s kontroliranim pomikom elektronskega curka po preiskovanem področju pri povečavi 8 milijonkrat.

Pozdravni govor prof. dr. Marije Kosec, vodje Odseka za keramiko IJS, ob odprtju analitskega elektronskega mikroskopa JEM-2010F, dne 22. junija 2000 na Institutu "Jožef Stefan" v Ljubljani

Gospo in gospodje,

dobrodošli na slavnostnem delu odprtja novega analitskega elektronskega mikroskopa JEM-2010F na Odseku za keramiko Instituta "Jožef Stefan".

Danes je za skupino za mikroskopijo na Odseku za keramiko, ki je obenem vključena v Nacionalni center za mikrostrukturno in površinsko analizo, za vse sodelavce Odseka za keramiko, za mnoge druge sodelavce IJS pa tudi za mnoge druge v raziskovalnem okolju in industriji, ki delajo z materiali, velik dan. Nova oprema, ki z jutrišnjim dnem začne uradno delovati, omogoča namreč analize strukture in sestave na nanonivoju. Mnogi od vas, ki delate na področju materialov, veste, da je srž lastnosti, ki omogočajo delovanje različnih elementov, ne le v neki povprečni strukturi in kemijski sestavi, pač pa prav v specifični strukturi in sestavi majhnih področij. Zato si danes ne moremo zamisliti niti raziskovalnega niti razvojnega dela brez tovrstne opreme. Brez nje smo raziskovalci preprosto slepi. Tega se seveda na Odseku za keramiko dobro zavedamo in v skladu s tem imamo kar nekaj primerne opreme.

O novem, zmogljivejšem analitskem elektronskem mikroskopu smo začeli sanjati že davno, leta 1995. Vložili smo prijavo na MZT in po mnogih utemeljitvah dobili odobritev sofinanciranja. Pri nakupu so prispevali sredstva še Kemijski inštitut, Ljubljana, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana, Naravoslovno-tehniška fakulteta, Ljubljana in nekateri odseki IJS: Odsek za fiziko trdne snovi, Odsek za tanke plasti in površine ter Odsek za fizikalno in organsko kemijo.

Vsem se za to toplo zahvaljujem.

Taka oprema je seveda velika prednost, obenem pa tudi velika odgovornost in obremenitev. Resnično bi bili veseli, da bi tovrstna oprema delovala v centrih, ki upam, da bodo tako kot v svetu zaživi tudi pri nas.

Za to nabavo seveda stoji mnogo ljudi na MZT, na Institutu "Jožef Stefan", na Odseku za keramiko, vendar dovolite, da posebej omenim naše kolege iz skupine Elektronska mikroskopija materialov, ki jo vodi dr. Miran Čeh, in ki so speljali izbiro, ureditev prostora, montažo, skratka vse, da lahko danes mikroskop deluje. Če me občutek ne vara, dr. Miran Čeh v zadnjih dveh letih niti enega dne ni preživel brez tega mikroskopa.

Še nekomu gre zahvala, pa je žal ne more slišati. Našemu učitelju, prof. Kolarju, ki nas je učil o vrednostih analitskih rezultatov pri našem delu. On bi bil verjetno danes najbolj vesel. Naj bo njegovemu spominu posvečeno vsaj nekaj trenutkov današnje slovesnosti.

Hvala za pozornost.

mikroskopije. Tako je danes na Odseku za keramiko zbrana vrhunska in edinstvena oprema v Republiki Sloveniji za preiskave anorganskih materialov z metodami elektronske mikroskopije, ki vključuje poleg novega analitskega elektronskega mikroskopa še tri vrstične elektronske mikroskopske, en presevni elektronski mikroskop in aparature za pripravo vzorcev. Omenjena oprema je obenem del infrastrukturnega Centra za mikrostrukturno in površinsko analizo (CEMP), ki ga je Ministrstvo za znanost in tehnologijo ustanovilo leta 1992 kot prvi instrumentalni center v Republiki Sloveniji. Z elektronskimi mikroskopi delajo visoko specializirani in kvalificirani raziskovalci, kot tudi mladi raziskovalci v okviru njihovega podiplomskega izobraževanja. Analize z mikroskopi se izvajajo v okviru številnih raziskovalnih in razvojnih projektov nacionalnega programa, projektov za domačo in tujo industrijo ter mednarodnih projektov. Številne pa so tudi raziskovalne in izobraževalne institucije ter domača industrija, ki pogosto uporablja servisne storitve elektronske mikroskopije. Naj jih naštejemo samo nekaj: Kemijski inštitut, Ljubljana; Fakulteta za farmacijo, Ljubljana; NTF, Oddelek za geologijo, Ljubljana; NTF, Oddelek za materiale in metalurgijo, Ljubljana; Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana; Narodni muzej,

Ljubljana; Restavratorski center RS, Ljubljana; Lek, d.d., Ljubljana; Swaty, d.d., Maribor; EMO, d.o.o., Celje; Akripol, d.d., Trebnje; AET, d.o.o., Tolmin; Termoelektrarna-Toplarna, Ljubljana; Mehanika, d.d., Trbovlje in Sinter, Ljubljana.

Za nakup analitskega elektronskega mikroskopa JEM-2010F so prispevali sredstva naslednji sovlagatelji: Ministrstvo za znanost in tehnologijo Republike Slovenije, Kemijski inštitut, Ljubljana, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana, Naravoslovnotehniška fakulteta Univerze v Ljubljani in naslednji odseki Instituta »Jožef Stefan«: Odsek za fiziko trdne snovi, Odsek za tanke plasti in površine ter Odsek za fizikalno in organsko kemijo.

Dr. Miran Čeh
Odsek za keramiko, IJS

Posnetke so prispevali: dr. Aleksander Rečnik, dr. Darko Makovec, Nina Daneu, univ. dipl. inž., Sašo Šturm, univ. dipl. inž., dr. Miran Čeh.