

CENTER ZA ELEKTRONSKO MIKROSKOPIJO (CEM)

Center za elektronsko mikroskopijo (CEM) je infastrukturna enota IJS, ki združuje analitsko opremo s področja elektronske mikroskopije, ki je nujna za izvajanje razvojno-raziskovalnega dela odsekov K5, K6, K7, K8 in K9. Dostop do raziskovalne opreme CEM imajo tudi ostale raziskovalne enote IJS ter tuji inštituti in fakultete. Uporabniki raziskovalne opreme CEM so predvsem tisti raziskovalci, ki jih zanima celovita strukturalna in kemijska karakterizacija anorganskih materialov z različnimi komplementarnimi metodami elektronske mikroskopije in sicer od mikronskega do atomarnega nivoja. V CEM sta dva vrstična elektronska mikroskopa (JSM-840A in JSM-5800), dva presečna elektronska mikroskopa (JEM-2000FX in JEM-2010F) ter oprema za pripravo vzorcev. Sodelavci CEM nadalje skrbijo za delovanje presečnega elektronskega mikroskopa JEM-2100 CO NiN in novega vrstičnega elektronskega mikroskopa JSM-7600F, ki je bil na IJS instaliran v letu 2009 in je skupni nakup desetih raziskovalnih odsekov IJS ter NTF in FKKT Univerze v Ljubljani.

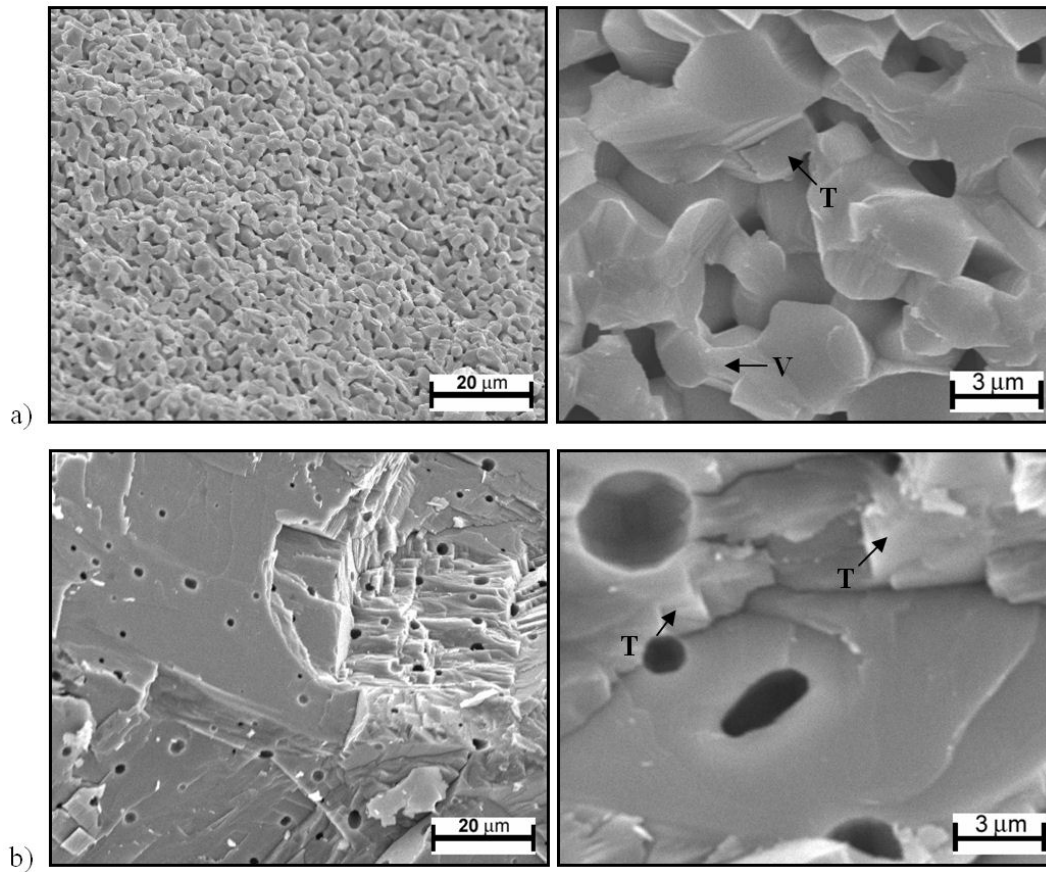
Vrstična elektronska mikroskopija (SEM) se uporablja za opazovanje morfologije in strukture površin. Ker sta oba elektronska mikroskopa dopolnjena z EDXS in/ali WDXS spektroskopijo, omogočata tudi določevanje kemijske sestave preiskovanih materialov. Zaradi majhnega premera elektronskega snopa lahko nedestruktivno analiziramo zgolj nekaj μm^3 materiala, zaradi česar govorimo o t.i. elektronski mikroanalizi (EPMA). Novi FEG-SEM JSM-7600F pa je poleg EDXS in WDXS analiznega sistema opremljen tudi z elektronsko litografijo.

Kadar nas zanimajo strukturalni elementi nano-dimenzij, uporabljamo presečno elektronsko mikroskopijo (TEM), ki omogoča celovit vpogled v strukturo preiskovanega materiala. Posebno presečni elektronski mikroskop JEM-2010F je vrhunski TEM/STEM mikroskop s FEG izvorom elektronov in z ločljivostjo med dvema točkama pod 0.19 nm, kar omogoča opazovanje materialov na atomarnem nivoju. Poleg tega ima mikroskop JEM-2010F detektor za tako imenovano Z-contrast mikroskopijo (HAADF-STEM), ki omogoča kemijsko analizo posameznih atomskih kolon na podlagi njihove intenzitete. Oba presečna elektronska mikroskopa sta opremljena s spektroskopskimi metodami (EDXS, EELS), ki omogočajo kemijsko analizo materialov na nano nivoju. V CEM je nadalje zbrana spremljajoča in nujna oprema za pripravo SEM in TEM vzorcev. Posebno pomembne so aparature za ionsko tanjšanje, ki omogočajo pripravo tankih folij, ki so prepustne za visokoenergijske elektrone pri presečni elektronski mikroskopiji.

Raziskave, ki jih uporabniki izvajajo na opremi CEM so zelo raznolike, tako glede preiskovanih materialov, kot tudi glede uporabljenih metod. Z vrstično elektronsko mikroskopijo preiskujejo predvsem mikrostrukturo in kemijsko sestavo polikristaliničnih oksidnih in neoksidnih keramičnih materialov (funkcijska keramika, inženirska keramika, biokeramika, kompoziti, itd.), kovinskih magnetnih materialov, kovin, zlitin stekla, itd. S presečno elektronsko mikroskopijo pa v istih materialih preiskujejo strukturo in kemijsko sestavo mej med zrnji, planarnih napak, dislokacij ter precipitativ. Tovrstne preiskave so še posebno pomembne, saj je znano, da so končne fizikalne lastnosti materiala v veliki meri odvisne prav od strukture in kemijske sestave notranjih mej v polikristaliničnih materialih.

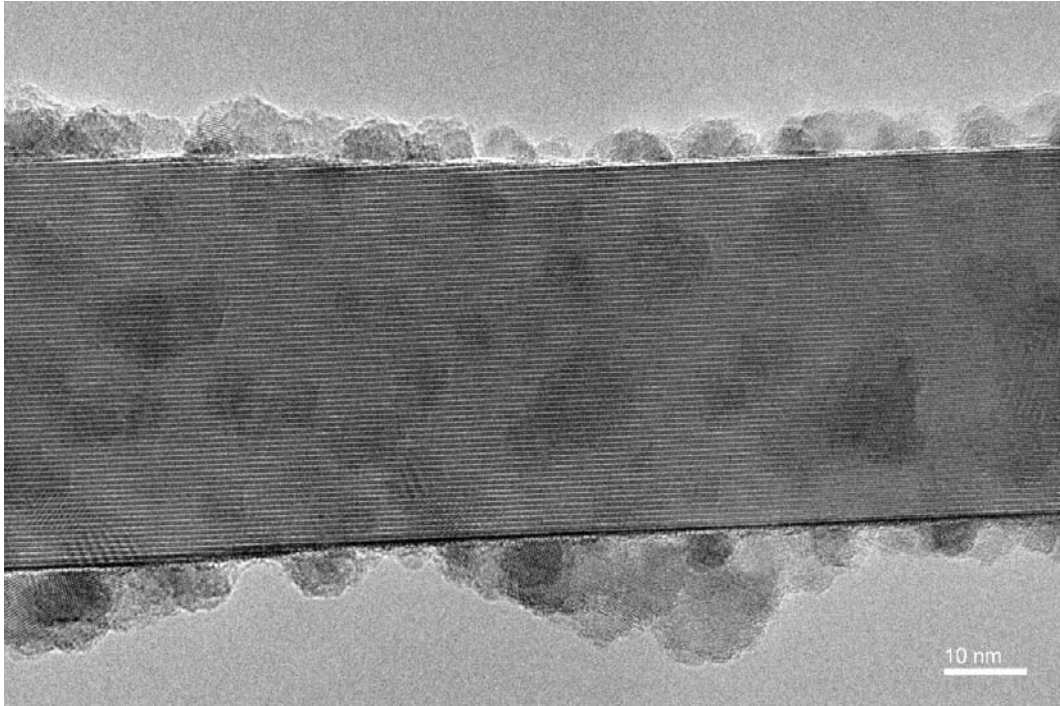
Da lahko uporabniki opreme CEM izvajajo naštetih preiskave z metodami elektronske mikroskopije, mora oprema delovati optimalno. Tako je ključnega pomena za delovanje CEM zagotavljanje čim večje operativnosti elektronskih mikroskopov in spremljajoče

opreme. Te izredno kompleksne in drage aparature namreč poleg servisiranja zahtevajo redno vsakodnevno vzdrževanje. Med ostale dejavnosti CEM sodita še izobraževanje operaterjev in uvajanje novih analitskih metod elektronske mikroskopije ob pomoči zunanjih sodelavcev CEM.



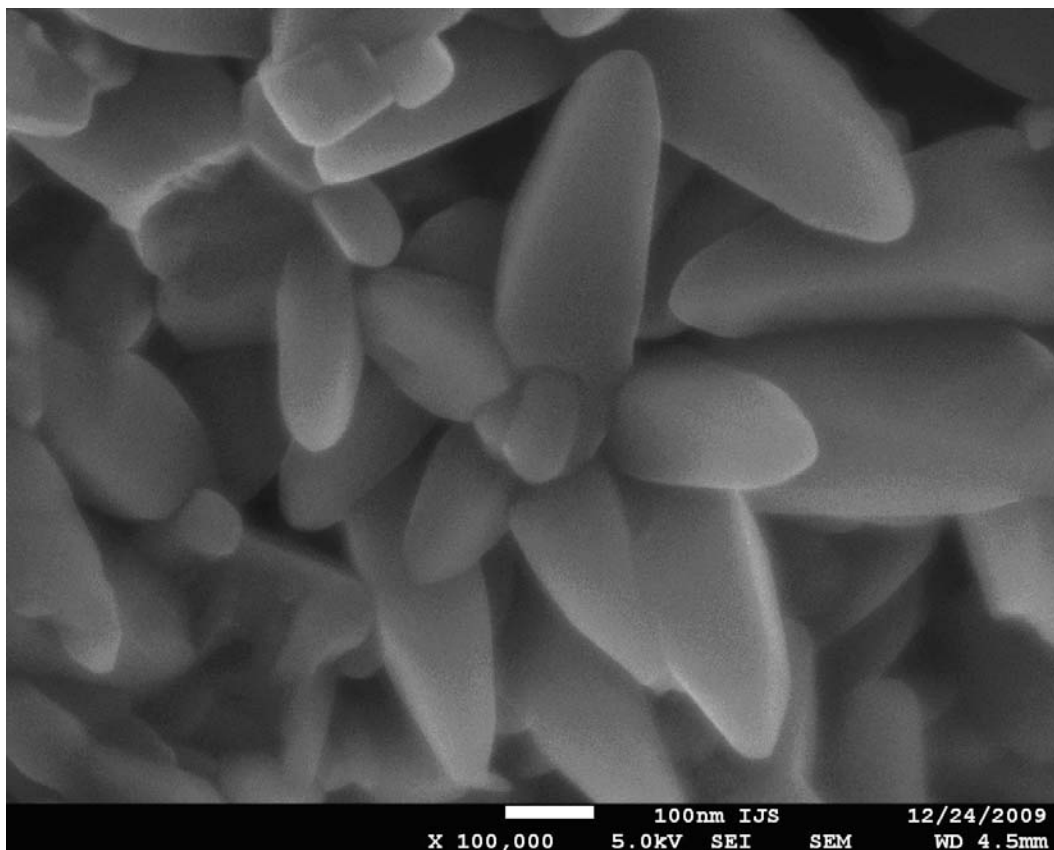
Razvoj mikrostrukture natrijevega niobata, pripravljenega iz mehansko aktiviranega natrijevega karbonata. Slike prikazujejo prelome vzorcev, sintranih pri različnih temperaturah: a) 1250 °C in b) 1350 °C, iz katerih je razviden potek zgoščevanja tega materiala ter vrsta preloma (prelom po vratovih (V) in transkristalni prelom s cepljenjem (T)). SEM Jeol, JSM 5800; sekundarni elektroni.

Odsek za elektronsko keramiko: Jurij Koruza, diplomsko delo

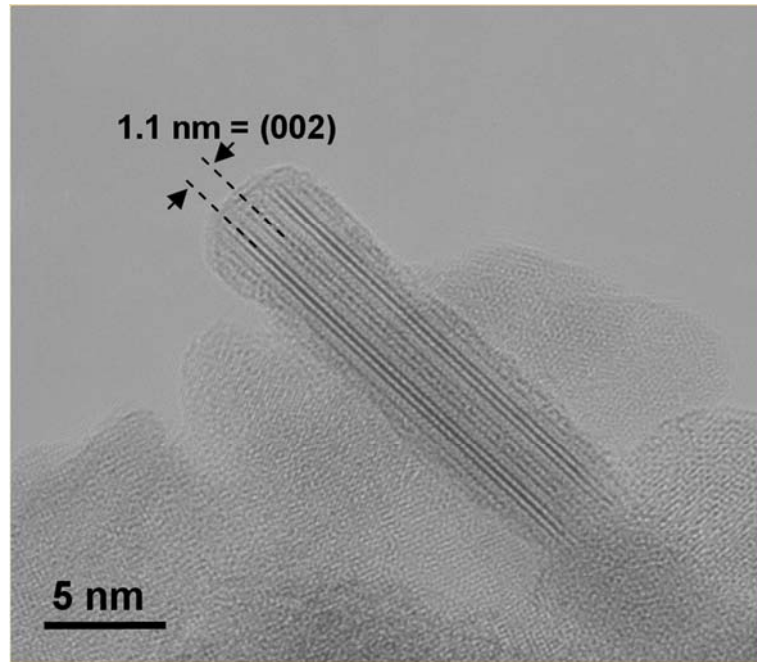


TEM-posnetek Si_3N_4 -delcev, oblečenih z nanodelci TiO_2 , po kalcinaciji na $600\text{ }^\circ\text{C}$ 2h v zraku.

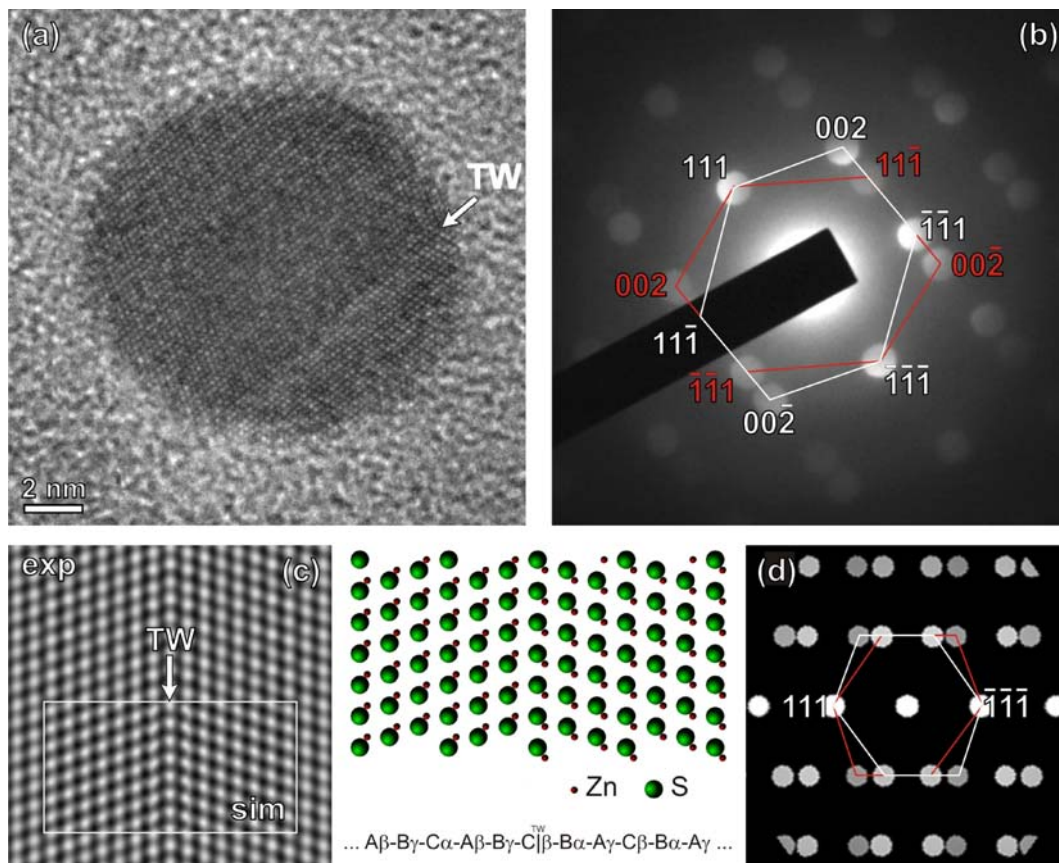
Odsek za inženirsko keramiko: A. Maglica



Visokoločljivostni posnetek nanokristalov anatasa (TiO₂), narejen z FEGSEM mikroskopom JEOL JSM-7600F.
Odsek za nanostrukturne materiale: Z.Samardžija.



Posnetek nanodelcev BaFe₁₂O₁₉ narejen s presevnim elektronskim mikroskopom. Nanodelec na sredini je orientiran z bazalno ravnino svoje heksagonalne strukture vzporedno z elektronskim žarkom.
Odsek za sintezo materialov: D. Makovec.



(a) (111) dvojčična meja v sfaleritnem ZnS nanokristalu sintetiziranem v večplastni polielektrolitni matrici, (b) eksperimentalni elektronski mikro-difrakcijski vzorec, (c) primerjava HRTEM slike z simulacijo na osnovi dvojčičnega modela (111) sfaleritne kristalne strukture (na sredini) in (d) Simulacija mikro-difrakcijskega vzorca za ZnS kristal velikosti 10 nm

Odsek za raziskave sodobnih materialov: M. Logar v sodelovanju z A. Rečnik