CENTER ZA ELEKTRONSKO MIKROSKOPIJO (CEM)

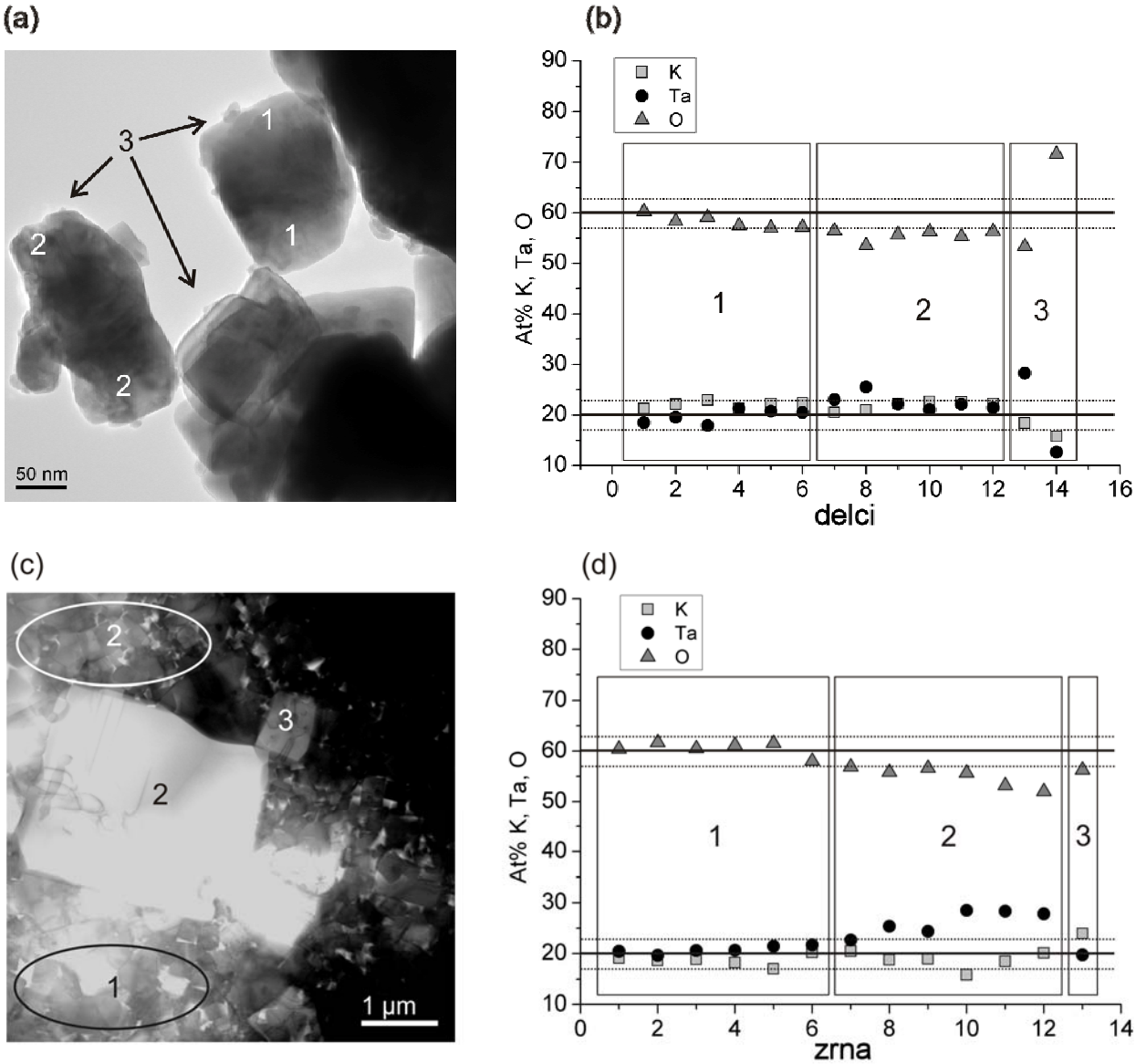
Center za elektronsko mikroskopijo (CEM) je infastrukturna enota IJS, ki združuje analitsko opremo s področja elektronske mikroskopije, ki je nujna za izvajanje razvojno-raziskovalnega dela odsekov K5, K6, K7, K8 in K9. Dostop do raziskovalne opreme CEM imajo tudi ostale raziskovalne enote IJS ter tuji inštituti in fakultete. Uporabniki raziskovalne opreme CEM so predvsem tisti raziskovalci, ki jih zanima celovita strukturna 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 presevna elektronska mikroskopa (JEM-2000FX in JEM-2010F) ter oprema za pripravo vzorcev. Sodelavci CEM nadalje skrbijo za delovanje presevnega 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. V letu 2010 so bili elektronski mikroskopi nadgrajeni z naslednjo analitsko opremo, ki je bila kupljena v okviru CO NAMASTE: CCD kamero na JEM-2010F, ADF detektorjem na JEM-2010F in EBSD sistemom na JSM-7600F.

Vrstična elektronska mikroskopija (SEM) se uporablja za opazovanje morfologije in strukture površin. Ker sta vsi elektronske mikroskope dopolnjena z EDXS in/ali WDXS spektroskopijo, omogočajo 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 strukturni elementi nano-dimenzij, uporabljamo presevno elektronsko mikroskopijo (TEM), ki omogoča celovit vpogled v strukturo preiskovanega materiala. Presevni elektronski mikroskop JEM-2010F s FEG izvorom elektronov ima 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-kontrast mikroskopijo (HAADF-STEM), ki omogoča kemijsko analizo posameznih atomskih kolon na podlagi njihove intenzitete. Vsi presevni elektronski mikroskopi so opremljeni s spektroskopskimi metodami (EDXS in/ali 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 presevni elektronski mikroskopiji. V letu 2010 je bil kupljena nova naprava za ionsko tanjšanje vzorcev (Gatan, PIPS).

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 presevno elektronsko mikroskopijo pa v istih materialih preiskujejo strukturo in kemijsko sestavo mej med zrni, planarnih napak, dislokacij ter precipitatov. 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.

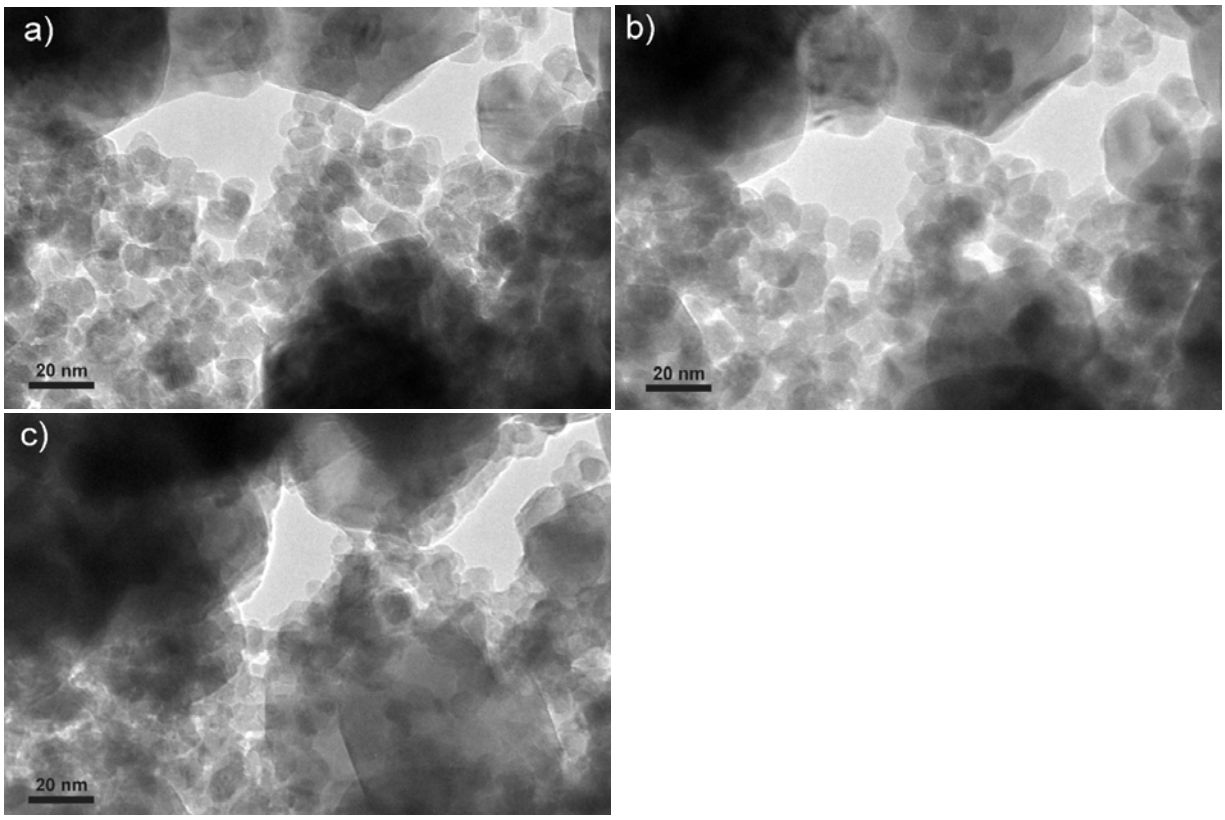
Da lahko uporabniki opreme CEM izvajajo naštete preiskave z metodami elektronske mikroskopije, mora oprema delovati optimalno. Tako je ključnega pomena za delovanje CEM zagotavljanje čim večje operativnosti elektronskih mikroskopov in spremljajoče opreme. Te izredno kompleksne in drage aparature namreč 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.



Kvantitativna TEM-EDXS analiza omogoča natančno določitev kemijske sestave prahu ter keramike $KTaO_3$. S konvencionalno TEM analizo smo ugotovili, da je prah $KTaO_3$ sestavljen iz večjih delcev na katere so pripeti manjši, nano delci. Področje 1, na sliki a, predstavlja dobro kristalizirane delce kubične oblike, področje 2 so večji delci nepravilnih oblik, področje 3 predstavlja manjše, slabo kristalizirane ali amorfne delce vzorca. Na podlagi kemijske analize prahu, predstavljene na sliki b, smo ugotovili, da ima večina delcev sestavo perovskita, z rahlim presežkom K. Prah sestavljajo tudi delci bolj bogati na K ali Ta. V keramiki $KTaO_3$, sintrani pod pritiskom, smo opazili prekomerno rast zrn (slika c), ki jo spremlja kemijska nehomogenost (slika d). Področje 1, na sliki c, predstavlja matrična zrna, področje 2 so zrna bogata na Ta, področje 3 so zrna bogata na K. Slednjih je bilo v keramiki malo. Večina zrn ima sestavo perovskita z rahlim presežkom Ta. Poleg tega keramiko sestavljajo tudi zrna bolj bogata na K ali Ta. V obeh grafih je nominalna sestava označena s polno črto, standardna deviacija $\pm 2\sigma$ je za vse elemente označena s črtkano črto.

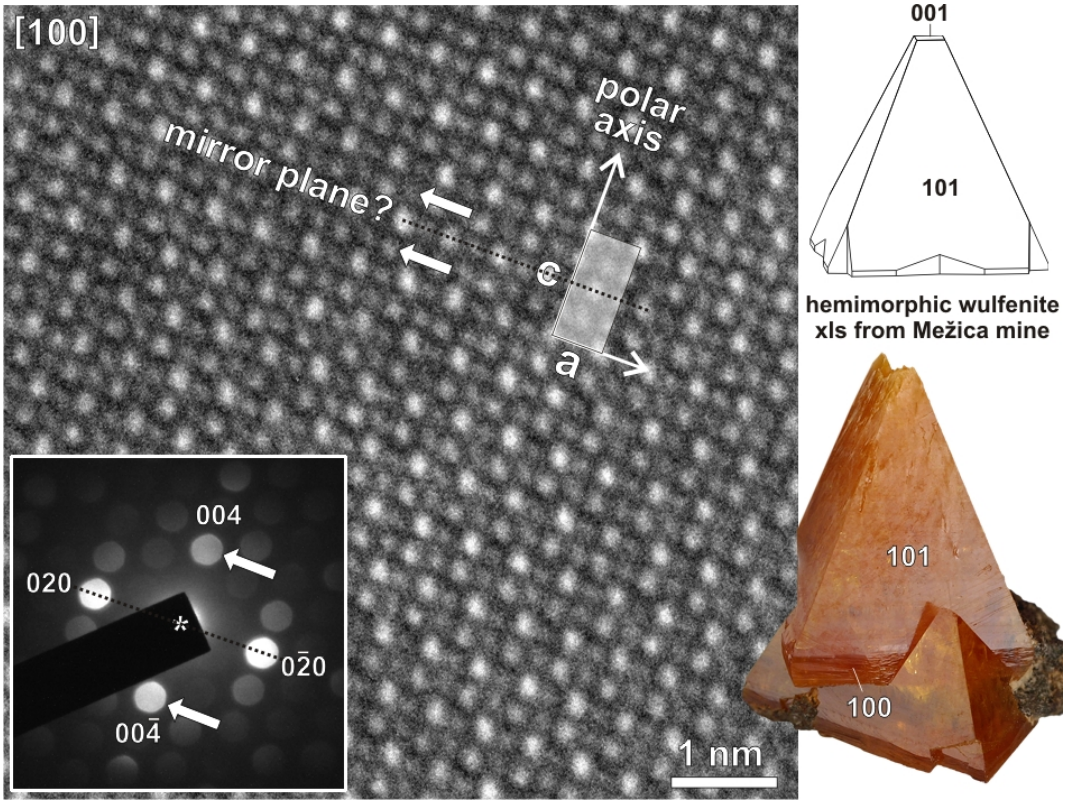
Odsek za elektronsko keramiko: E. Tchernychova

Vir: E. Tchernychova, S. Glinšek, B. Malič and M. Kosec, J. Am. Ceram. Soc., doi: 10.1111/j.1551-2916.2010.04288.x .



Zgoščevanje nano in mikro delcev ZrO_2 med segrevanjem v presevnem elektronskem mikroskopu. a) pred segrevanjem, b) 0,5 h - 800°C, c) 0,5 h - 1000°C.

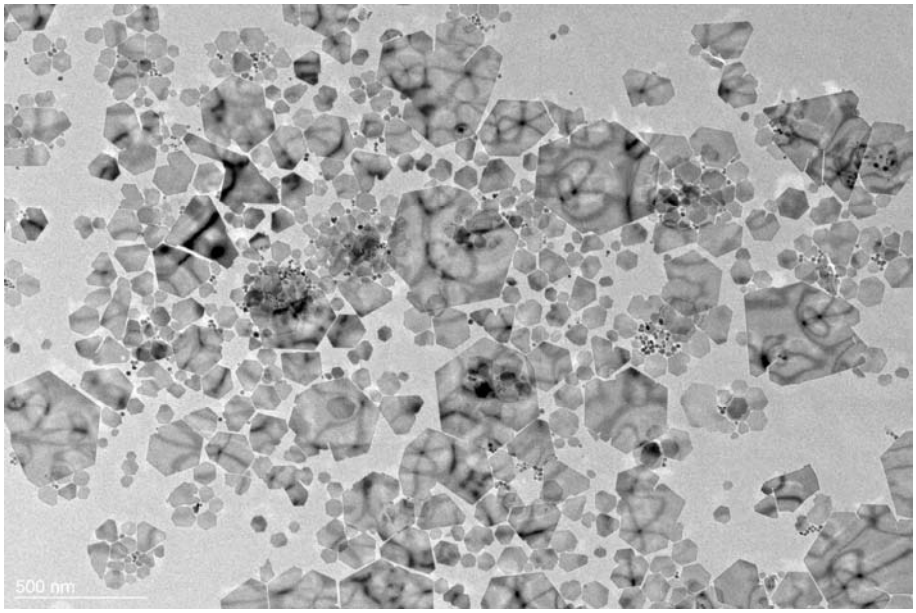
Odsek za inženirsko keramiko: I. Pribošič



Hemimorfija wulfenitovih kristalov iz svinčevo-cinkovega rudišča v Mežici (Slovenija). Wulfeniti iz Mežice so svetovna posebnost zaradi svoje nenavadno nizke simetrije. Poleg navadnih z I4/m simetrijo (tetragonalna bipiramidalna) tu nastopajo tudi hemimorfni kristali z nižjo, I4 simetrijo (tetragonalno piramidalna), pri katerih je ena terminacija ravna, druga pa piramidalna. Z metodo mikrodifrakcije smo na kristalih zaznali šibko razliko v intenzitetah odsevov +g in -g parov. Podobno asimetrijo vzdolž kristalografske c-osi opazimo tudi na visokoločljivostnih slikah v faznem kontrastu.
Posnetek: HRTEM posnetek necentrosimetričnega kristala wulfenita z mikrodifracijskim vzorcem sta posledica hemimorfnosti strukture vzdolž c-osi. Razlika v intenzitetah odsevnih parov in razlik v kontrastu slike kažeta na porušitev Friedlovega zakona in prisotnost polarne osi.

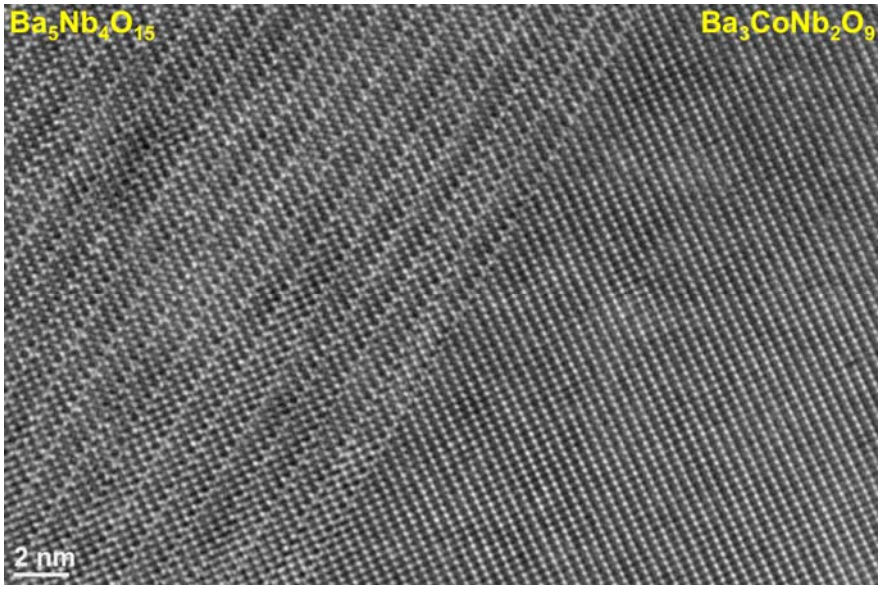
Odsek za nanostrukturne materiale: A. Rečnik.

Vir: J. Zavašnik, A. Rečnik, Z. Samardžija, A. Meden, I. Dódony, Hemimorphic wulfenite crystals from lead-zinc ore deposit Mežica (Slovenia) . [20th General Meeting of the International Mineralogical Association 21-27 August, 2010, Budapest, Hungary]. Acta Univ. Szeged. ***6*** *(2010) 727.*



Tanke ploščice barijevega ferita pripravljenega s hidrotermalno sintezo.

Odsek za sintezo materialov: D. Lisjak (sinteza: S. Ovtar)



Koherentna zraščenost med heksagonalnim perovskitom z urejenimi kationskimi vrzelmi $Ba_5Nb_4O_{15}$ in kubičnim perovskitom z urejenimi B kationi $Ba_3CoNb_2O_9$.

Odsek za raziskave sodobnih materialov: B. Jančar