

CENTER ZA ELEKTRONSKO MIKROSKOPIJO IN MIKROANALIZO (CEMM)

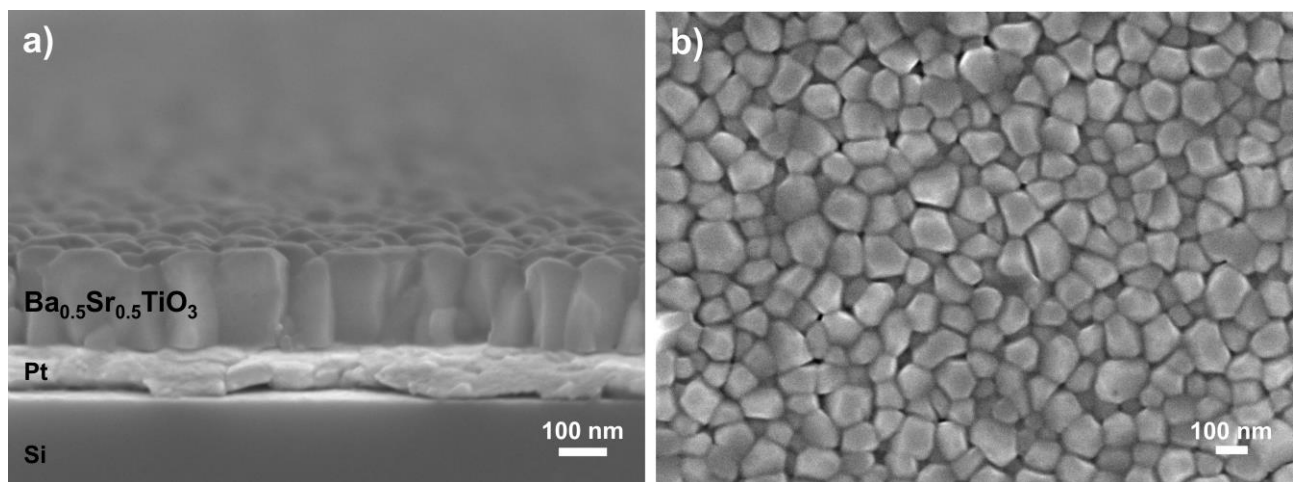
Center za elektronsko mikroskopijo in mikroanalizo (CEMM) je instrumentalni center IJS, ki je bil ustanovljen 01.01.2014 kot nadgradnja prej obstoječega Centra za elektronsko mikroskopijo (CEM). CEMM združuje analitsko opremo s področja elektronske mikroskopije in mikroanalize, ki je nujna za izvajanje razvojno-raziskovalnega dela odsekov IJS. Dostop do raziskovalne opreme CEMM imajo tudi druge raziskovalne institucije, univerze ter industrija. Uporabniki raziskovalne opreme CEMM 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 CEMM so trije vrstični elektronski mikroskopi (JSM-840A, JSM-5800, JSM-7600F), dva presevna elektronska mikroskopa (JEM-2100 (CO NiN) in JEM-2010F) ter oprema za pripravo vzorcev. CO NAMASTE pa je k opremi prispeval za elektronsko mikroskopijo prispeval CCD kamero za JEM-2010F, ADF detektorjem za JEM-2010F in EBSD sistemom za JSM-7600F.

Vrstična elektronska mikroskopija (SEM) se uporablja za opazovanje morfologije in strukture površin. Ker so vsi vrstični elektronski mikroskopi dopolnjeni 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). Vrstični elektronski mikroskop JSM-7600F pa je poleg EDXS in WDXS opremljen še s sistemom za detekcijo povratno sipanih elektronov (EBSD) in 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 je opremljen s STEM enoto, EDXS, EELS in CCD kamero, medtem ko je JEM-2100 opremljen z EDSX in CCD kamero. V CEMM 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 in pa sistem za pripravo vzorcev z metodo mehanskega tanjšanja.

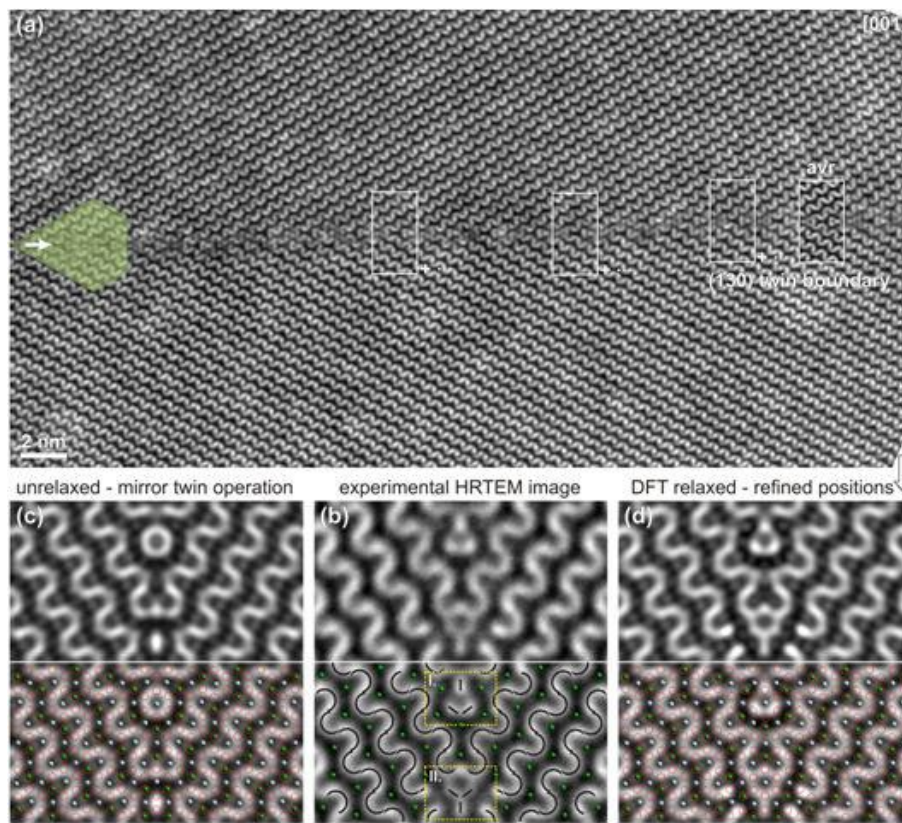
Raziskave, ki jih uporabniki izvajajo na opremi CEM so zelo raznolike, tako glede preiskovanih materialov, kot tudi glede uporabljenih metod. Z vrstično elektronsko mikroskopijo preiskujejo predvsem mikrostrukturo in kemijsko sestavo polikristaliničnih oksidnih in neoksidnih keramičnih materialov (funkcijska 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 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 CEMM izvajajo našteje preiskave, je ključno optimalno delovanje opreme, kar zagotavlja strokovni kader, ki je zaposlen v CEMM. Med dejavnosti CEMM spada še izobraževanje kadrov, izvajanje storitev in uvajanje novih analitskih tehnik elektronske mikroskopije.



FE-SEM posnetka a) preloma in b) površine tanke plasti $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$ na platinizirani silicijski podlagi, pripravljene s sintezo iz raztopin in segrevanjem pri $900\text{ }^{\circ}\text{C}$. Plast ima stebričasto in gosto mikrostrukturo s povprečno lateralno velikostjo zrn okrog 80 nm . Tankoplastne kondenzatorje na osnovi $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{TiO}_3$, ki ima Curiejevo temperaturo pri $\sim 250\text{ K}$, raziskujemo za uporabo v mikrovalovnem območju, na primer kot fazne sukalnike, zaradi njihove izrazite odvisnosti dielektričnosti od zunanjega električnega polja.

Odsek za elektronsko keramiko: Tanja Pečnik

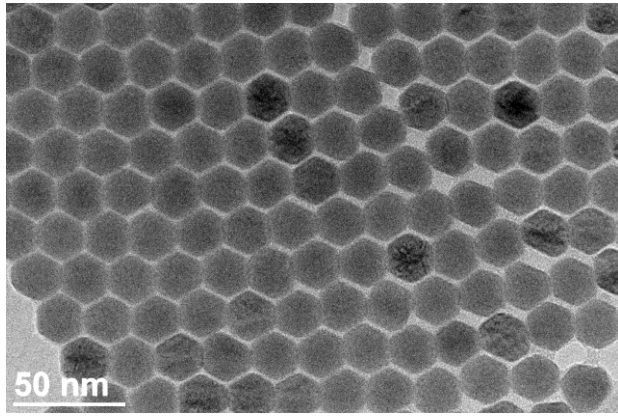


(130) dvojček v hrizoberilu

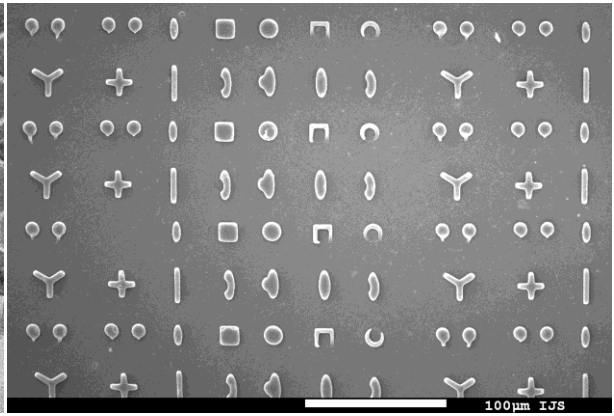
HRTEM analiza (130) dvojčične meje v hrizoberilu. Študija je opravljena na konvencionalnem 200 kV presevnem elektronskem mikroskopu JEM 2100 z W-izvorom elektronov. (a) Neprocesirana eksperimentalna HRTEM slika. Dvojčična meja je neravna in se stopničasto dviga z leve proti desni z diskretnimi $\frac{1}{2} \cdot d_{130}$ prehodi na vzporedne (260) ravnine. V ravnih segmentih je vidna periodičnost (označene super-celice). Seštevek periodičnih celic (glej zadnji vrinec v seriji; avr) smo uporabili kot osnovo pri izdelavi rigidnega modela meje. (b) Povprečna eksperimentalna slika (2 super-celici po višini). Značilen valovit kontrast se ujema z legami O-atomov v strukturi (izrisano s črnimi vijugami), medtem ko temna področja med vijugami ustrezajo legam Be-atomov (zelene točke). Segment I. in II. označujeta dve značilni konfiguraciji, ki se periodično ponavljata ob meji. (c) Simulirana HRTEM slika na osnovi rigidnega atomarnega modela dvojčka, konstruiranega z zrcalno operacijo preko (130) ravnine s propadajočimi pozicijami atomov (O – rdeči, Al – sivi, Be – zeleni). (d) Simulirana HRTEM slika na osnovi DFT relaksiranega atomarnega modela s premaknjenimi legami Be in O atomov v konfiguraciji-I, in spremenjenimi pozicijami Be atomov na sosednja tetraedrska mesta v konfiguraciji-II.

Vir: Sandra Drev, Matej Komelj, Matjaž Mazaj, Nina Daneu and Aleksander Rečnik. *Strukturna študija (130) dvojčkov in rutilnih precipitátov v hrizoberilu z lokacije Rio das Pratinhas (Brazilija)*. American Mineralogist **100**/4 (2015) v tisku.

Odsek za nanostrukturne materiale: Sandra Drev

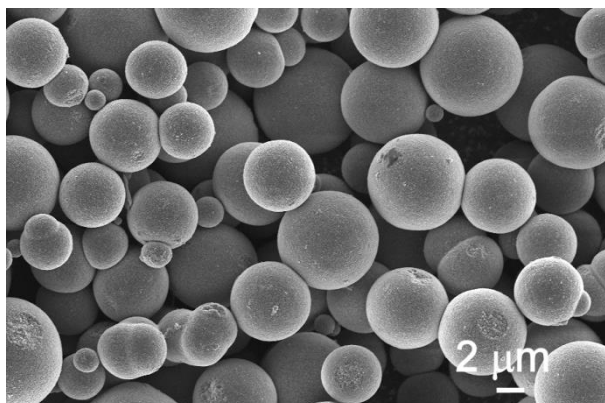


Samourejeni nanodelci NaYF_4 (Jeol 2010).

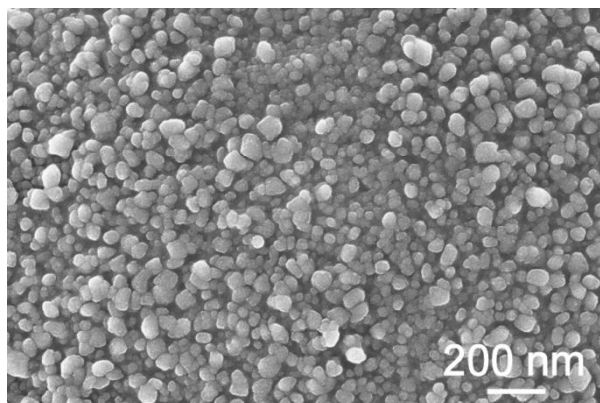


Magnetni delci PDMS (sSPIONs™ | PDMS, podjetje Nanos SCI d.o.o.) mikrostrukturirani s fotolitografijo (Jeol 7600F).

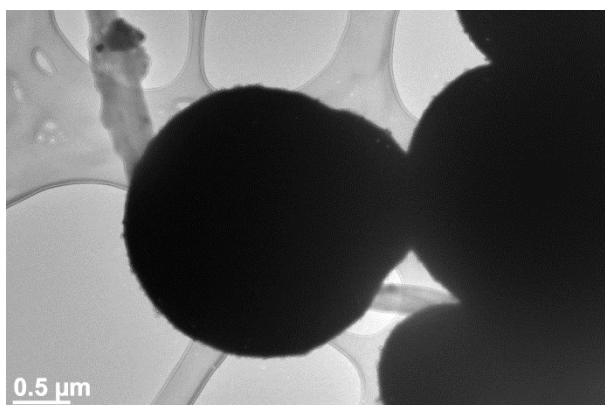
Odsek za sintezo materialov: Darja Lisjak



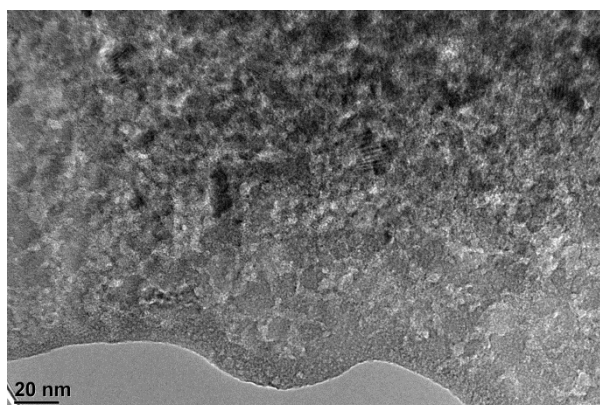
Slika 1a



Slika 1b



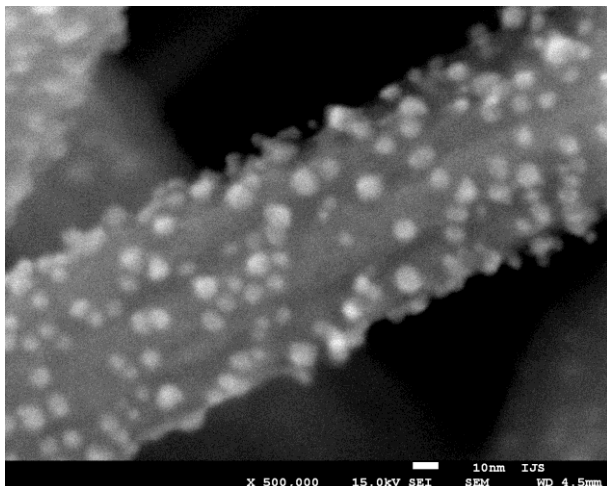
Slika 2a



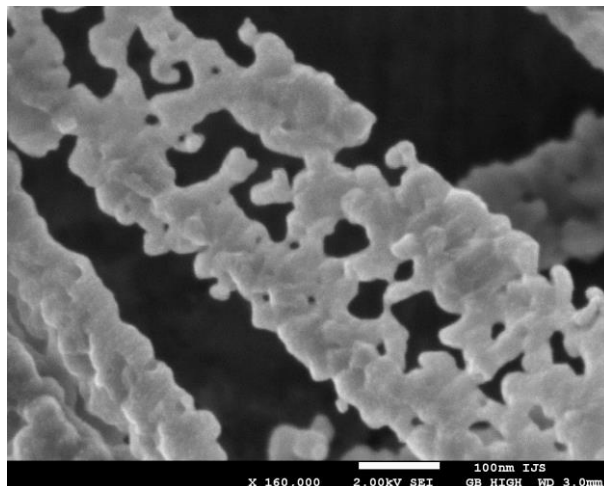
Slika 2b

S solvotermalno sintezo smo pripravili nanostrukturirane anatazne okrogle delce, velikosti od 2 do 7 μm , v odvisnosti od sinteznih parametrov (Slika 1a). Ti materiali se odlikujejo z zanimivo fotokatalitsko aktivnostjo v UV področju. Z rentgensko praškovno difrakcijo smo z uporabo Shererrjeve enačbe določili, da je velikost primarnih kristalitov, ki sestavljajo okrogle delce, od 10 do 20 nm, kar se tudi vidi pri visoki povečavi s FESEM analizo (Slika 1b). Merjenje specifične površine z BET pokaže, da imajo ti material specifično površino do $208 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Zaradi velikosti so takšni delci neustrezni za TEM analizo, ker so netransparentni za elektronski snop (Slika 2a). Z ustrezno pripravo teh delcev, kjer jih vgrajene v polimerno smolo stanjšamo na debelino nekaj 10 nm pa lahko s TEM analizo študiramo njihovo notranjo mezoporozno strukturo, Slika 2b.

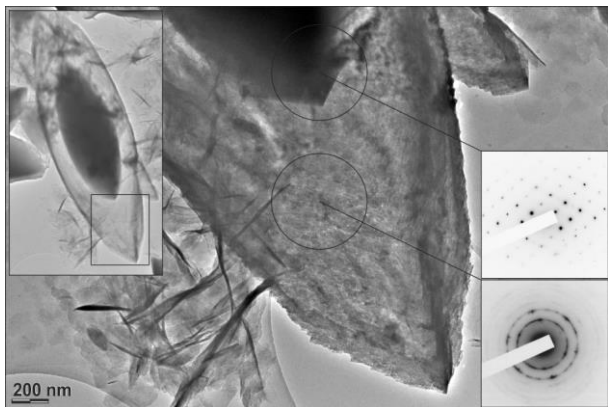
Odsek za raziskave sodobnih materialov: Srečo Škapin



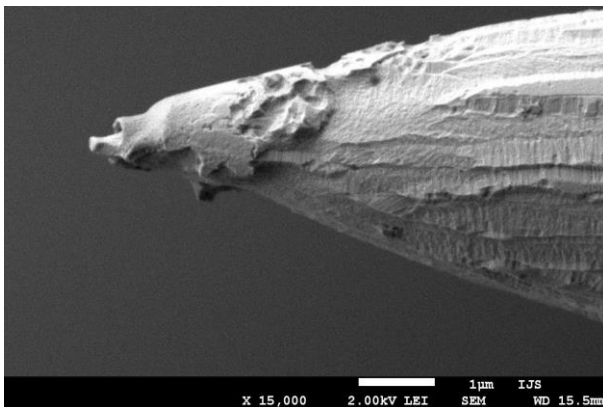
Nanostorž koruze: WO_3 nanopas dekoriranih z Au nanodelci. Material je bil sintetiziran po AACVD (aerosol assisted catalytic vapor deposition) postopku.



Nanočipka: Nanopasovi titanovega oksinitrida, ki so bili pripravljene s kalcinacijo nanopasov protoniranega titanata v $\text{NH}_3(\text{g})$.



CaCO₃ precipitat: Med fiksacijo atmosferskega CO₂ na lugih lahko opazujemo različne stopnje kristalizacije Ca-karbonata (kalcita). Slika prikazuje monokristalno kalcitno jedro, ki ga obdaja polikristalinična ovojnica kalcitnih nanodelcev. (Material: XXXX).



Volfram konica narejena z elektrokemijsko jedkanjem v NaOH topilu, za vrstično tunelsko mikroskopijo. (Material: Andrej Kranjec F7).

Center za elektronsko mikroskopijo in mikroanalizo: Janez Zavašnik, Maja Češarek