

CENTER ZA ELEKTRONSKO MIKROSKOPIJO IN MIKROANALIZO (CEMM)

Center za elektronsko mikroskopijo in mikroanalizo (CEMM) je instrumentalni center IJS, ki združuje analitsko opremo na področju elektronske mikroskopije in mikroanalize. Dostop do raziskovalne opreme CEMMa imajo poleg vseh odsekov IJS, tudi druge raziskovalne institucije, univerze in industrijski partnerji. CEMM opremo uporabljajo raziskovalci, ki jih zanima morfoloģija, strukturna in kemijska karakterizacija materialov med mikrometrskim in atomarnim nivojem. V okviru CEMMa delujejo trije vrstični elektronski mikroskopi (SEM) JXA-840A, JSM-5800, JSM-7600F, dva presevna elektronska mikroskopa (TEM) JEM-2100 (CO NiN) in JEM-2010F, ter oprema za pripravo SEM in TEM vzorcev. Center odličnosti NAMASTE je k opremi za elektronsko mikroskopijo prispeval CCD kamero in detektor temne kontrastne slike (ADF) za mikroskop JEM-2010F, ter sistem za difrakcijo povratno-sipanih elektronov (EBSD) na JSM-7600F. Poleg opisane opreme je IJS solastnik mikroskopa JEM-ARM200F, s Cs popravkom za atomarno ločljivost, lociranega na Kemijskem inštitutu. CEMM skrbi še za nemoteno delovanje SEMa, Helios Nanolab 650, s fokusiranim izvorom ionov (FIB), ki je v lasti Nanocentra.

Raziskave, v katere je vključeno osebje centra in vsa oprema, so različne. Predvsem se razlikujejo glede preiskovanih materialov, ki za analizo zahtevajo uporabo posebnih metod. Vrstična elektronska mikroskopija se uporablja za opazovanje morfoloģije in strukture površin, kot tudi za preiskave mikrostruktur in določevanje kemijske sestave. V večini preiskujemo vzorce keramike (polikristaliničnih oksidnih in neoksidnih sestav), razne nanostrukturne materiale, kovinske magnetne materiale, kovine, zlitine stekla, itd. Vsi trije vrstični elektronski mikroskopi v centru so opremljeni z energijsko-disperzijskimi (EDXS) in/ali z valovno-disperzijskimi spektrometri (WDXS) rentgenskih žarkov, ki omogočajo ne destruktivno določevanje kemijske sestave preiskovanih materialov. Vrstični elektronski mikroskop JSM-7600F je dodatno razširjen še s sistemom za difrakcijo povratno-sipanih elektronov (EBSD) in z elektronsko litografijo.

Presevna elektronska mikroskopija nudi celovit vpogled v strukturo preiskovanega materiala v nanometrskem merilu (atomarni nivo). Omogoča strukturne in kemijske preiskave mej med zrni in študijo raznih vključkov, določitev planarnih napak in dislokacij. Poleg vzorcev keramike preiskujemo še tanke filme na različnih substratih, razne zlitine, rahlo magnetne kovine, polimere, itd. Presevni elektronski mikroskop JEM-2100 je opremljen z energijsko-disperzijskimi spektrometri (EDXS) in CCD kamero, medtem ko je mikroskop JEM-2010F razširjen v vrstični presevni elektronski mikroskop (STEM), in dodatno opremljen s CCD kamero, EDXS spektrometrom in spektroskopijo izgub energije elektronov (EELS). CEMM upravlja še z nujno potrebno opremo za izdelavo in pripravo SEM in TEM vzorcev.

Za delovanje Centra skrbi ustrezno usposobljeno osebje. Med dejavnosti CEMM spada poleg vzdrževanja opreme tudi izobraževanje novih operaterjev opreme, organiziranje strokovnih delavnic in srečanj na temo elektronske mikroskopije, izvajanje storitev za zunanje naročnike, ter uvajanje novih analitskih tehnik. CEMM skrbi tudi za predstavitev elektronske mikroskopije širši javnosti v okviru obiskov, ki jih organizira IJS, ter preko objav v klasičnih in digitalnih medijih. Za uporabnike mikroskopov je CEMM organiziral 6. in 7. delavnico. Predstavljena je bila SEM priprava vzorcev in vrstična elektronska mikroskopija z mikroanalizo – EDS in WDS. Namen izvajanja delavnic je predstaviti delovanje opreme in pravilno uporabo le te. Poleg tega se uporabnikom predstavi še ustrezen način priprave SEM vzorcev. (Slika 1)

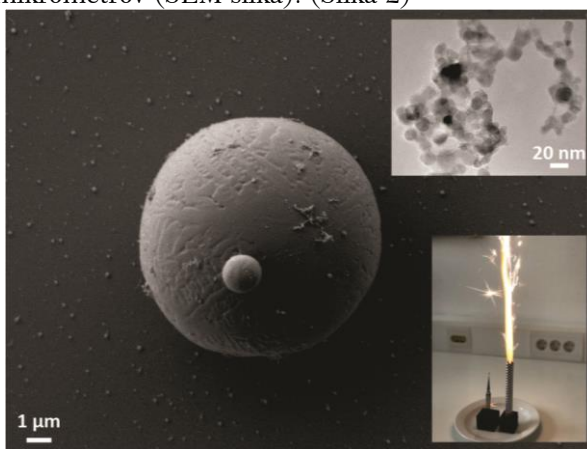


Slika 1: 7. CEMM delavnica (Koblar M, CEMM)

V okviru CEMM delavnic potekajo izobraževanja za nove operaterje na opremi, kjer predstavimo delovanje opreme in pravilno uporabo, ter ustrezne načine priprave vzorcev.

ISO-FOOD spomladanska šola

ISO-FOOD spomladanska šola in delavnica o nanodelcih v hrani je bila namenjena različnim perspektivam nanodelcev v hrani, ki se bodisi pojavijo v hrani med samo proizvodnjo, pakiranjem ali samo pripravo hrane. Lahko so nenamerno dodani ali pa namensko za izboljšanje okusa, barve itd. Ker so zelo majhni jih je težko zaznati, zato smo poleg vrsto poizkusov v laboratorijih, delali tudi na elektronskih mikroskopih, kjer smo lahko ovrednotili velikostni red, kot tudi kemijsko sestavo (EDXS). Slika prikazuje danes popularne fontane, ki se uporabljajo na rojstno dnevnih zabavah. Del nenamensko proizvedenih nanodelcev lahko preide v dihala, del pa se prenese na hrano – npr. torto. Pokazali smo, da so delci različnih velikostnih redov od par nanometrov (TEM slika) do mikrometrov (SEM slika). (Slika 2)

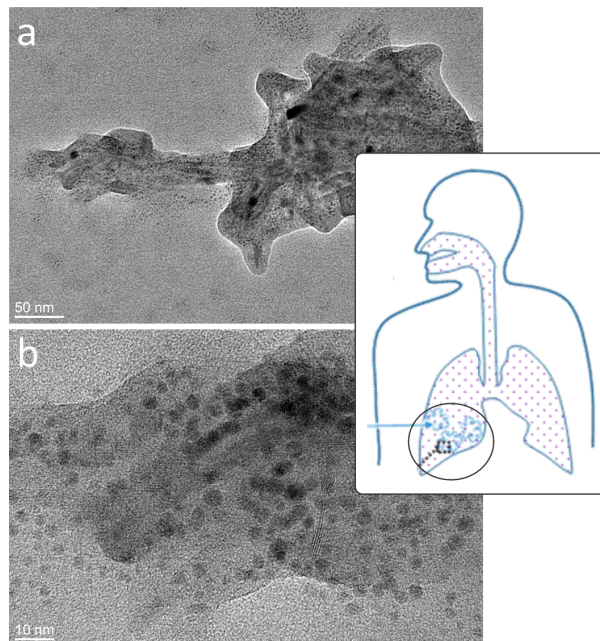


Slika 2: Fontana eksperiment. (Koblar M, CEMM).

V sodelovanju s projektoma, ISO-FOOD in SmartNanoTox, smo raziskovali in analizirali nanodelce, ki so škodljivi zdravju.

SmartNanoTox

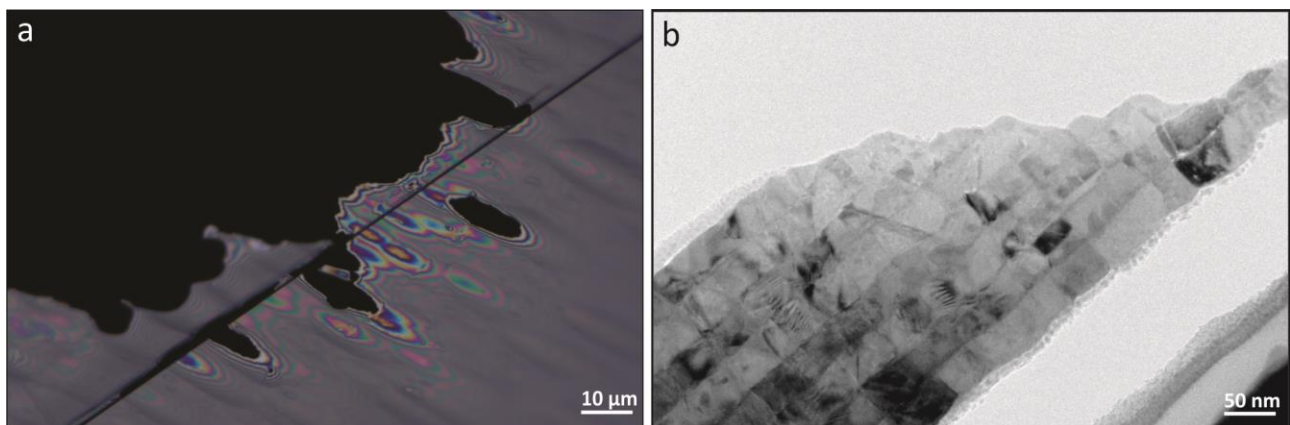
SmartNanoTox je projekt za raziskovanje interakcij med nanomateriali in celicami (še posebej identifikacija začetnih molekularnih dogodkov). Glede na to, da je novih materialov v svetu znanosti čedalje več, je za samo uporabo le teh potrebno vedeti kar največ, še posebej ko gre za njihov vpliv na zdravje. V projekt SmartNanoTox so vključene raziskave povezav med inhalacijo nanodelcev in kardiovaskularno boleznijo. Največji del raziskav je namenjen področju molekularnega mehanizma. Kot center elektronske mikroskopije smo sodelovali pri analizah nanodelcev TiO₂. Uporabili smo presevalni elektronski mikroskop JSM-2100. Iskali smo začetne karakterizacije vhodnega materiala in njegove tipične morfološke značilnosti. Z odsekom F-5 (Odsek za fiziko trdne snovi) smo pripravili nekaj TEM vzorcev proteinov iz LA-4 celičnih plasti. TEM študija je pokazala tipično zgoščene LA-4 celične membrane in nanodelce po 2 dneh inkubacije LA-celičnih plasti z nanodelci v celično razvitem mediju. Nanodelce, lipide in proteine lahko tako identificiramo kot kristalinične cevne strukture obdane z amorfnoplastjo in kot skoraj okrogle temne delce. S kombinacijo elektronske mikroskopije in drugih naprednih tehnologij opazovanja so pomembna odkritja in raziskave objavili v ugledni reviji (Urbancic. I.; Garvas. M.; Kokot. B.; Majaron. H; Umek. P; Cassidy. H.; Škarabot. M.; Schneider, F.; Galiani, S.; Arsov. Z.; Koklic. T.; Matallanas. D.; Čeh. M.; Mušević. I.; Eggeling. C.; Štrancar. J. Nanoparticles Can Wrap Epithelial Cell Membranes and Relocate Them Across the Epithelial Cell Layer. Nano Lett. 2018, 18, 5294-5305). (Figure 3)



Slika 3: TEM analiza proteinov iz LA-4 celične plasti. (a) Tipični agregati LA-4 celičnih membran in (b) nanodelcev po 2 dneh inkubacije (Drev S, CEMM)

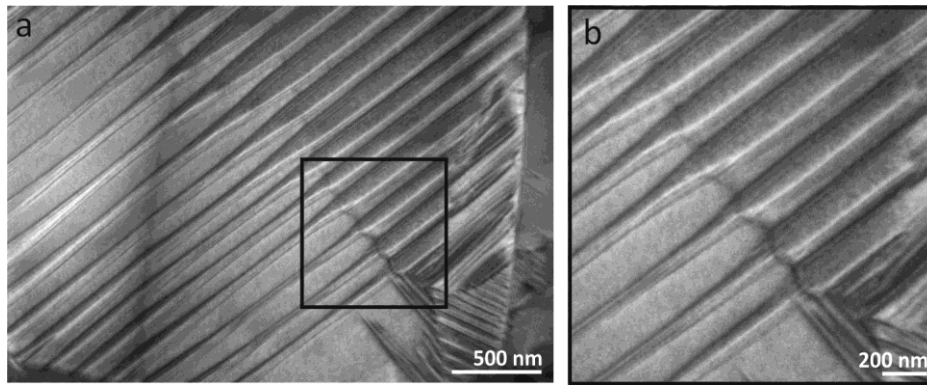
Ostale analize znotraj centra

Nanašanje tankih plasti Ag in Ni v večplastnem sloju na Si substrat. Pripravljen je bil vzorec tankega filma na substratu. Skupaj je osem plasti, kjer se plasti Ag in Ni izmenjujeta. Z uporabo preseвне elektronke mikroskopije (JEM-2010F) smo najprej želeli pokazati debeline posamezne plasti. Po predhodni analizi večplastne strukture-(Ag/Ni) \times 4/Si z Auger elektronsko spektroskopijo (AES) je sklepati, da so posamezne plasti podobnih debelin. Primerjava AES profila s TEM sliko je torej potrdila globino (debelino) plasti, to je 20-25nm še več, določili smo tudi da so plasti dejansko konstantnih debelin (Hofmann. S.; Zhou. G.; Kovač. J.; Drev. S.; Lian. S. Y.; Lin. B.; Liu. Y.; Wang. J. Y. Preferential sputtering effects in depth profiling of multilayers with SIMS, XPS and AES. Applied Surface Science (in press). (Slika 4)



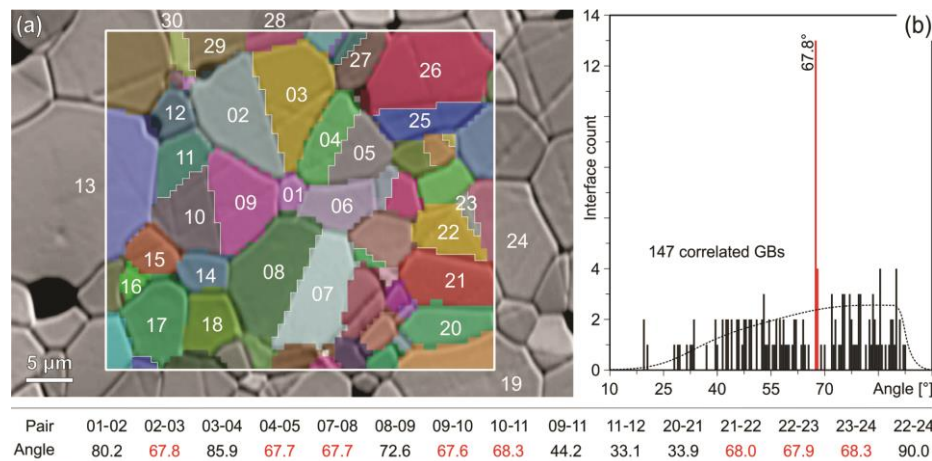
Slika 4: Študija prednostnega nanašalnega efekta z globino v večplastnem nanosu. (Drev S, CEMM)

Trdna raztopina $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-xPbTiO}_3$ predstavlja sistem relaksorskih feroelektrikov z visokimi odzivi polarizacije in deformacij na zunanje polje. Ti so posledica posebnih polarnih skupkov na nanometrskem nivoju, ki vplivajo na premike mikroskopskih feroelektričnih domen. Z uporabo presevnega elektronskega mikroskopa (JEM-2100) so opazili 90° tetragonalno domensko zgradbo, kjer so 90° domene zgrajene iz 180° domen (povečava: karakteristični cik-cak vzorec) in polarnih nanoskupkov (Otonicar. M.; Ursic. H.; Dragomir. M.; Bradesko. A.; Esteves. G., Jones. J. L.; Bencan. A.; Malic. B.; Rojac. T. Multiscale field-induced structure of $(1-x)\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nd}_{2/3})\text{O}_3\text{-xPbTiO}_3$ ceramics from combined techniques. Acta materialia. 2018, 154, 14-24). (Slika 5)



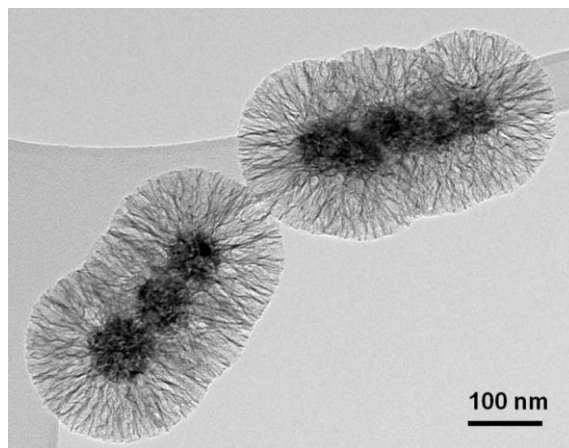
Slika 5: Domenska zgradba v zrnih $Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3-xPbTiO_3$ (Otoničar M, K5)

Analiza dvojčenja v SnO_2 keramiki je bila opravljena na vrstičnem elektronskem mikroskopu JSM-7600F. Narejena je bila EBSD analiza. Ta vključuje 3231 točk na katerih so bili zajeti Kikuchijevi vzorci s podatki o kristalografskih orientacijah v opisanem območju. Zrna so zaradi lažje prepoznavnosti in samega razlikovanja med njimi označili s številkami. Pod sliko z barvnimi oznakami so navedene vrednosti, ki predstavljajo posamezne kotne odnose med zrnji. Dobljene vrednosti, ki so izpisane z rdečo barvo, so pokazale mejo med zrnji, ki ustreza zrnem v $\{101\}$ dvojčni orientaciji. Te meje med zrnji so označene z belo črto. Narejena je bila še analiza z uporabo MacKenziejeve krivulje relativne pogostnosti kotnih relacij med zrnji SnO_2 . Z rdečo linijo pa je označena lega kristalografskega odnosa značilnega za $\{101\}$ dvojčke v SnO_2 (Tominc. S.; Rečnik. A.; Samardžija. Z.; Dražić. G.; Podlogar. M.; Bernik. S.; Daneu. N. Twinning and charge compensation in Nb_2O_5 -doped SnO_2-CoO ceramics exhibiting promising varistor characteristics. *Ceramics International*. 2018, 44, 1603-1613). (Slika 6)



Slika 6: Analiza dvojčenja v SnO_2 keramiki (Samardžija Z, K7)

Superparamagnetni nanodelci so danes v intenzivnem razvoju, saj so uporabni v različnih biomedicinskih aplikacijah (predvsem v bioseparaciji), *in vitro* manipuliranji s celicami in vodenju zdravila znotraj organizma s pomočjo magnetizacije. (Kralj. S. and Makovec. D. The chemically directed assembly of nanoparticle clusters from superparamagnetic iron-oxide nanoparticles. *Royal Society of Chemistry*. 2014, 4, 13167-13171). Na sliki so predstavljeni superparamagnetni nanoskupki prevlečeni s silikatno plastjo s posebno velikimi, radikalno usmerjenimi porami. Superparamagnetni vzorci so bili posneti na presevnem elektronskem mikroskopu JEM-2100. (Slika 7)



Slika 7: Superparamagnetni nanoskupki (Kralj S, K8)

ZAPOSLjeni

Raziskovalec

1. Prof. Miran Čeh, vodja

Podoktorski sodelavci

2. Dr. Sandra Drev
3. Dr. Jitka Hreščak
4. Dr. Janez Zavašnik

Mlajši raziskovalci

5. Andreja Šestan Zavašnik

Strokovni sodelavec:

6. Maja Koblar, univ. dipl. fiz.

BIBLIOGRAFIJA