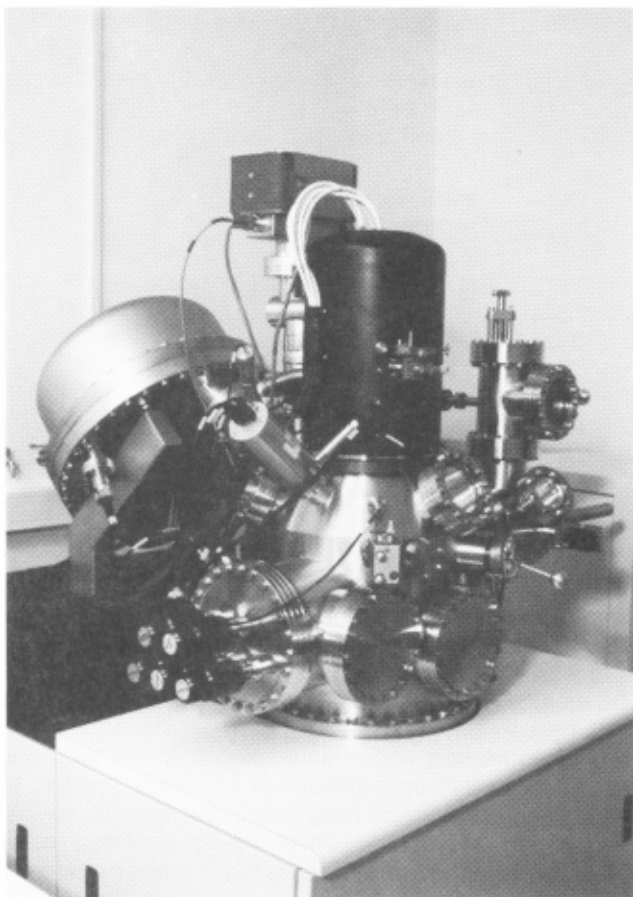


## NOVA VRHUNSKA RAZISKOVALNA OPREMA ZA RAZISKAVE POVRŠIN MATERIALOV V SLOVENIJI

**Monika Jenko**, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, Ljubljana

Novo vrhunsko raziskovalno opremo za raziskave površin faznih mej in mej zrn kovinskih in drugih anorganskih materialov, ki so obstojni v ultra visokem vakuumu smo predstavili slovenskim znanstvenikom in drugim uporabnikom na slovesnosti 10. februarja 1998 na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT). Slovesne predstavitve se je udeležil minister za znanost in tehnologijo dr. Lojze Marinček ter direktorji in raziskovalci uglednih inštitucij.

Na IMT se ukvarjamo z raziskavami površin že od leta 1965, intenzivneje pa zadnjih 10 let. Raziskovalna skupina Odseka za mikrostrukturno in površinsko karakterizacijo materialov tesno sodeluje z Max-Planck-Institutom für Eisenforschung - MPI Düsseldorf, z Inštitutom za fiziko iz Zagreba in IEVT. Na prvih dveh inštitutih se je v okviru skupnih raziskovalnih projektov usposabljala raziskovalna skupina za mikrostrukturno in površinsko karakterizacijo. Poleg tega sodelujemo v okviru slovensko-ameriškega projekta z uglednim inštitutom za standardizacijo in tehnologije NIST (National Institute for Standardization and Technology), Gaithersburg, Washington D.C. Sodelujemo tudi z Inštitutom za raziskavo materialov iz Košic na Slovaškem, z univerzo v Melburnu ter univerzo v Bremnu.



Slika 1 Vrščni spektrometer Augerjevih elektronov na poljsko emisijo, ki je instaliran na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani

Razvoj raziskovalne opreme za karakterizacijo materialov tako v masivnem stanju (bulk) kot za površine je bil v zadnjih desetletjih izreden. Z moderno raziskovalno opremo lahko spremljamo fizikalno-kemijske procese, ki se pričnejo na površinah, kot so adsorpcija, oksidacija, korozija, kataliza, trenje in obraba, in na mejnih površinah, saj so krhkost materiala, lezenje, rekristalizacija in sintranje v direktni povezavi s sestavo le-teh.

Tudi pri zelo čistih kovinah in zlitinah nekateri legirni elementi in drugi, ki so kot nečistoče v sledih, segregirajo po mejnih ploskvah in prostih površinah in lahko po toplotni obdelavi ali pri uporabi v korozivnem procesu povzročijo krhkost materiala.

Za optimalno sestavo in izkoriščanje klasičnih materialov, in predvsem pri razvoju novih materialov in tehnologij, je zato zelo pomembno poznanje resnične strukture in sestave površin.

V slovenskem prostoru se je že dolgo kazala potreba po nabavi raziskovalne opreme za raziskovanje procesov na površinah in na mejah kristalnih zrn ter faz tako kovinskih kot tudi anorganskih in polimernih materialov, ki so obstojni v ultra visokem vakuumu.

Zato smo na IMT zaradi visoke cene tovrstne opreme nameravali kupiti staro, prenovljeno raziskovalno opremo. Po posvetovanju z domačimi in tujimi strokovnjaki in priporočilu ekspertnega sistema MZT, se je izkazalo, da taka naložba ni smotrna. Zato smo pričeli skoraj triletni projekt pridobivanja sovlagateljev iz slovenske industrije, inštitutov in univerze za nakup nove raziskovalne opreme.

Po ogledu in temeljitem preskusu primernih instrumentov, ki jih izdelujejo specializirane tovarne v Veliki Britaniji, Nemčiji in ZDA, smo se odločili za nakup instrumenta MICROLAB 310-F, proizvajalca VG-Scientific iz Velike Britanije.

Izbrani instrument MICROLAB 310-F je visokoločljiv vrščni spektrometer Augerjevih elektronov na poljsko emisijo (Field Emission Scanning Auger Microprobe). Dodatno je opremljen z lomilno napravo vzorcev, ki omogoča raziskave na mejah kristalnih zrn, faz in vključkov, in z rentgenskim fotoelektronskim spektrometrom (XPS). Vrhunska raziskovalna oprema združuje naslednje metode:

- spektroskopijo Augerjevih elektronov, AES
- vrščno spektroskopijo Augerjevih elektronov, SAM
- vrščno spektroskopijo sekundarnih elektronov, SEM
- spektroskopijo reflektiranih elektronov z zgubljeno energijo, REELS
- rentgensko fotoelektronsko spektroskopijo, XPS.

MICROLAB 310-F je prvi instrument nove generacije, pri katerem Schottkyjev izvir na poljsko jakost omogoča vgradnjo izvira elektronov, ki ima pri enaki vzbujeni površini 50-krat večji tok kot konvencionalni izvir

LaB<sub>6</sub>. Poleg tega je novi izvir elektronov bolj zanesljiv in ima do petkrat daljšo uporabno dobo. Prednosti izvira elektronov na poljsko emisijo so prikazane v tabeli 1.

**Tabela 1** Primerjava Schottkyjevega izvira elektronov na poljsko emisijo s kovencionalnim LaB<sub>6</sub>

LASTNOSTI	LaB <sub>6</sub>	Schottky FE
Svetlost (A cm <sup>-2</sup> )	10 <sup>6</sup>	5x10 <sup>8</sup>
Porazdelitev energije (eV)	1,0	0,3
Delovni tlak - vakuum (mbar)	<10 <sup>-7</sup>	<10 <sup>-8</sup>
Povprečna uporabna doba (ure)	1000	5000

Schottkyjev izvir elektronov na poljsko emisijo, vgrajen v Augerjev spektrometer, omogoča odlično prostorsko ločljivost. Schottkyjev izvir lahko generira uporabni tok 1nA v pegi s premerom 10 nm, medtem ko izvir LaB<sub>6</sub> generira enak tok v pegi s premerom 100 nm. Z novim izvirom rutinsko dobimo visokoločljive SEM posnetke, ki omogočajo hitro in natančno določitev analiznih mest.

Sekundarna elektronska mikroskopija pri nizkih pospeševalnih napetostih (1-3 keV) je postala izredno pomembna pri analizi materialov, ki so občutljivi za primarno vzbujanje. Le-to povzroča spremembo fizikalnih ali kemijskih lastnosti oziroma staranje pri napetostih, ki se navadno uporabljajo v elektronski mikroskopiji.

Vse bolj pomembna je tudi nizkoenergijska vrstična Augerjeva spektroskopija. Pomembno je, da vemo, da lahko analiziramo najmanjše delce (vključke, precipitate, faze itd) le pri nizkih pospeševalnih napetostih, ker je pri visokih vzbujeni volumen vzorca večji od delca, ki ga analiziramo. Analiza sipanja elektronov v trdnem, narejena s simulacijo po metodi Monte Carlo za območje vzbujenega volumna pri primarnem curku elektronov 3keV in 10 keV, je pokazala, da z nizkoenergijskim curkom elektronov vzbujamo majhen volumen in torej lahko analiziramo res majhne delce, pri visokoenergijskem vzbujanju pa je volumen sipanja elektronov mnogo večji, kar pomeni, da dobimo informacijo tudi iz okolice analiziranega delca.

Microlab 310-F ima visoko energijsko ločljivost, ki jo omogoča hemisferični analizator (SSA-sector spherical analyser). Večkanalni paralelni detektor je oblikovan tako, da omogoča visoko občutljivost in dopušča simultano snemanje profila vrh/ozadje (mapping).

Instrument je dodatno opremljen z izvirom rentgenskih žarkov, in sicer z dvojno anodo, ki omogoča XPS-analize vseh vrst vzorcev. Analizator SSA lahko deluje v konstantnem energijskem CAE- (Constant Analyzer Energy) načinu, kar omogoča visoko energijsko ločljivost metode XPS za kemijsko analizo. Uporaba MgK $\alpha$  izvira rentgenskih žarkov omogoča energijsko ločljivost 0,8 eV.

Instrument omogoča natančno fizikalno metalurško karakterizacijo sprememb v mikrostrukturi jekel, ki so posledica obratovanja termoenergijskih naprav, na

primer identifikacija narave in sestave precipitativ, ev. segregacije površinsko aktivnih elementov na mejah, površinah por in razpok. Naprava je koristna tudi za raziskave utrjevanja površin, na primer nitriranja, saj omogoča ugotavljanje gradienta vsebnosti dušika v nitrirani plasti pa tudi geometrično in kemijsko karakterizacijo precipitativ v njem.

Pomembna je tudi za tribološke raziskave različnih orodij in komponent v strojništvu in raziskave zvarov ter določanja uporabne dobe jeklenih konstrukcij ter termoenergijskih objektov. S simulacijo staranja vzorcev v laboratoriju in analizo fizikalno kemijskih procesov na mejah zrn in faz lahko napovemo uporabno dobo jeklenih konstrukcij v termoenergetiki in tudi v drugih vejah industrije.

Instrument je opremljen z lomilno napravo, ki omogoča, da vzorec, ohlajen s tekočim dušikom, prelomimo v vakuumu in analiziramo prelomne površine. Tako lahko spremljamo procese na kristalnih mejah, ne da bi pri tem prišlo do kontaminacije vzorca zaradi vpliva atmosfere.

Poleg tega lahko v analizi vakuumske posodi vzorce segrevamo do 900°C in "in situ" spremljamo fizikalno kemijske procese, ki nastajajo pri visokih temperaturah.

Nova naprava omogoča natančno analizo vključkov velikosti pod 0,1  $\mu$ m, na primer karbidne in nitridne izločke v jeklih in v aluminiju in njegovih zlitinah, kar je bilo do sedaj mogoče le z metodološko bolj zapleteno presežno elektronsko mikroskopijo.

Take vrhunske raziskovalne opreme v slovenskem prostoru do sedaj ni bilo, je bila pa nujno potrebna za raziskovanje in kakovostne ekspertne storitve za industrijo, s katero IMT ves čas intenzivno sodeluje, in je prvi pogoj, da se področje materialov tudi pri nas obogati in usposobi za sodobno in kakovostno raziskovanje.

Oprema je pomembna tudi za vzgojo in šolanje diplomskih in podiplomskih študentov.

Pri nakupu vrhunske raziskovalne opreme so sodelovali:

1. INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE, LJUBLJANA,
2. KONCERN SLOVENSKE ŽELEZARNE, LJUBLJANA
3. NUKLEARNA ELEKTRARNA KRŠKO
4. KOLEKTOR, IDRJA
5. TALUM, KIDRIČEVO
6. IMPOL, SLOVENSKA BISTRICA
7. UNIVERZA V LJUBLJANI, NARAVOSLOVNOTEHNIŠKA FAKULTETA, ODSEK ZA MATERIALE IN METALURGIJO
8. UNIVERZA V LJUBLJANI, FAKULTETA ZA STROJNIŠTVO, CENTER ZA TRIBOLOGIJU IN TEHNIČNO DIAGNOSTIKO
9. KEMIJSKI INŠTITUT, LJUBLJANA
10. INSTITUT JOŽEF STEFAN, LJUBLJANA.

**Nakup je subvencioniralo Ministrstvo za znanost in tehnologijo REPUBLIKE SLOVENIJE.**

Z vztrajnim delom in seznanjanjem industrijskih partnerjev in potencialnih uporabnikov o možnostih in koristih, ki jih daje vrhunska raziskovalna oprema, smo dokazali, da lahko tudi manjši raziskovalni inštituti dobijo potrebno opremo, se usposobijo ter nudijo slovenskemu gospodarstvu, raziskovalnim inštitucijam ter pedagoškim ustanovam vrhunske storitve.