

ICONSISMUS XI



VAKUUMIST

ČASOPIS ZA VAKUUMSKO ZNANOST, TEHNIKO IN TEHNOLOGIJE, VAKUUMSKO
METALURGIJO, TANKE PLASTI, POVRŠINE IN FIZIKO PLAZME



52 let
DVTS

LJUBLJANA, DECEMBER 2011

ISSN 0351-9716

LETNIK 31, ŠT. 4

UDK 533.5.62:539.2:669-982



VAKUUMIST 31/4, december 2011

VSEBINA

ČLANKI

Fotokatalitske tanke plasti in njihova uporaba

Urška Lavrenčič Štangar, Andraž Šuligoj, Marko Kete, Minoo Tasbihi 4

Lasersko inducirana modifikacija sestave in morfologije površin

Suzana Petrović, Biljana Gaković, Miha Čekada, Janez Kovač, Davor Peruško, Peter Panjan, Milan Trtica 10

Stereometrična analiza nanometrskih bemitnih prevlek

Milan Ambrožič, Andraž Kocjan, Tomaž Kosmač 16

Boškovičev vakuum (ob 300-letnici rojstva slovitoga Hrvata)

Stanislav Južnič 20

DRUŠTVENE NOVICE

Pregled konferenc v letu 2012 26

Obvestilo o tečaju osnove vakuumske tehnike za mlade raziskovalce 27

Trideset let vakuumista 28

VAKUUMIST

Časopis za vakuumsko znanost, tehniko in tehnologije, vakuumsko metalurgijo, tanke plasti, površine in fiziko plazme

Izdajanje Vakuumista sofinancira Javna agencija za knjigo Republike Slovenije

Glavni in odgovorni urednik: doc. dr. Miha Čekada

Uredniški odbor: dr. Matjaž Finšgar, dr. Jože Gasperič, prof. dr. Monika Jenko, dr. Stanislav Južnič, doc. dr. Marta Klanjšek Gunde, doc. dr. Janez Kovač, prof. dr. Urška Lavrenčič Štangar, dr. Peter Panjan, mag. Andrej Pregelj, dr. Drago Resnik, doc. dr. Alenka Vesel, prof. dr. Franc Zupanič

Tehnični urednik: Miro Pečar

Lektor: dr. Jože Gasperič

Korektor: dr. Matjaž Finšgar

Oblikovanje naslovnice: Ignac Kofol

Tisk: Littera picta, d. o. o., Rožna dolina, c. IV/32–36, 1000 Ljubljana

Naklada: 320 izvodov

Vakuumist on-line: <http://www.dvts.si/arhiv>

Letna naročnina: 25 EUR

ISSN 0351-9716

UDK 533.5.62:539.2:669-982

Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije

Teslova 30

1000 Ljubljana

Tel. (01) 477 66 00

E-pošta: info@dvts.si

Domača stran društva: <http://www.dvts.si>

Številka transakcijskega računa pri NLB: 02083-0014712647

Uredništvo Vakuumista

doc. dr. Miha Čekada

glavni in odgovorni urednik Vakuumista

Institut »Jožef Stefan«

Jamova 39

1000 Ljubljana

e-pošta: miha.cekada@ijs.si

tel.: (01) 477 37 96

faks.: (01) 251 93 85

FOTOKATALITSKE TANKE PLASTI IN NJIHOVA UPORABA

Urška Lavrenčič Štangar, Andraž Šuligoj, Marko Kete, Minoo Tasbihi

ZNANSTVENI ČLANEK

Univerza v Novi Gorici, Laboratorij za raziskave v okolju. Vipavska 13, 5001 Nova Gorica

POVZETEK

Pri fotokatalitskem čiščenju vode je suspendiran katalizator v vodni fazi navadno bolj učinkovit kakor imobiliziran na inertni podlagi, vendar je v prvem primeru potreben neželjeni ukrep ločevanja/recikliranja katalizatorja. Zato smo se usmerili v pripravo imobiliziranega katalizatorja v obliki tankih plasti na stekleni ali aluminijasti podlagi. V članku sta predstavljena postopka nizkotemperaturne sol-gel priprave prozornih tankih plasti $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ s samočistilnimi lastnostmi in debelejših plasti $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ za učinkovito razgradnjo onesnaževal iz vode in zraka. Sinteza temelji na pripravi nanokristalnega sola titanovega dioksida z vezivom iz silike, ki po nanosu ne potrebuje termične obdelave pri visokih temperaturah. Različni sintezni parametri in preizkusne razmere za preučevanje fotokatalitske aktivnosti so predstavljeni glede na končno aplikacijo. Za tanke plasti, ki se uporabljajo za čiščenje vode, je zelena hitra kinetika, kar je bilo doseženo z dodatkom visokoaktivnih prahov TiO_2 v sol. Isti preparativni postopek je bil uporabljen za pripravo učinkovitih tankih plasti za čiščenje zraka. V nasprotju s temi pa so bile tanke plasti na steklu s samočistilnimi lastnostmi tanjše in prozorne, da so obdržale prvotni videz podlage in se utrdile pri sobnih razmerah oz. zunanji izpostavitvi soncu. V prispevku so predstavljene glavne funkcionalne in strukturne značilnosti fotokatalitskih tankih plasti.

Ključne besede: fotokataliza, titanov dioksid, samočistilna prevleka, nizkotemperaturni sol-gel

Photocatalytic thin films and their application

ABSTRACT

When photocatalytic water treatment is concerned, suspended catalyst in the aqueous phase is usually more efficient than immobilized on an inert support, but in the former case an undesirable separation/recycling step is needed. We have therefore concentrated on the preparation of immobilized catalysts in the form of films on glass and aluminum supports. The low-temperature sol-gel processing route to obtain transparent thin $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ films for self-cleaning purposes and thicker $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ coatings for efficient removal of pollutants in water and air is presented. The synthesis is based on a production of a nanocrystalline titania sol with a silica binder that after deposition does not require thermal treatment at high temperatures. Depending on the target application, some specific synthesis parameters and photocatalytic activity testing conditions are illustrated. For water-cleaning coatings fast kinetics is required, which was achieved by addition of a highly active titania powder into the sol. The same preparation procedure was used to prepare efficient air-cleaning coatings. On the other hand, self-cleaning films were thinner and transparent to keep the original appearance of the substrate and they solidified at ambient conditions. The main functional and structural properties of the photocatalytic coatings are given.

Key words: photocatalysis, titanium dioxide, self-cleaning coating, low-temperature sol-gel

1 UVOD

Titanov dioksid v obliki praškastih disperzij in tankih nanostrukturiranih plasti ostaja najbolj pogost fotokatalizator za čiščenje zraka in vode. Kadar je izpostavljen UVA-svetlobi, ima visoko oksidacijsko

moč in lahko razgradi škodljiva organska onesnaževala do ogljikovega dioksida, vode in mineralnih kislin [1–4]. Z imobiliziranjem TiO_2 na trdno podlago kot tanka (nano- ali mikro-) plast se izognemo problemu separacije fotokatalizatorja iz suspenzije pri uporabi suspenzijskih reaktorjev. Nekatere tehnike, ki omogočajo imobilizacijo fotokatalizatorja na trden nosilec, so: razprševanje, kemijski parni nanos, toplotna oksidacija, sol-gel-tehnika itd. [1].

Sol-gel-tehnike imajo nekaj prednosti pred drugimi tehnikami nanašanja, kot so na primer enostavnost in raznolikost procesa, homogenost na molekularnem nivoju ter blagi pogoji pri pripravi. Obstaja pa tudi nekaj težav s fotokatalitsko aktivnostjo imobiliziranega TiO_2 , na primer (i) nižja stopnja prenosa elektrona in vrzeli preko polprevodnika zaradi zmanjšane površine katalizatorja pri imobiliziranem TiO_2 ; (ii) zmanjšana absorpcija svetlobe zaradi omejene količine delcev TiO_2 na površini, ki so sposobni absorbirati svetlobo; (iii) podlaga, ki ima lahko negativne vplive na fotokatalitsko aktivnost, na primer difuzija natrija iz stekla v notranjost tanke plasti med termično obdelavo. Slednjemu se lahko izognemo z uporabo nizkotemperaturnih postopkov [5], kjer se kristalizacija aktivnega TiO_2 začne že v raztopini. Ti postopki imajo širši spekter mogočih aplikacij, ker ne zahtevajo zahtevnih termičnih obdelav materiala.

Čeprav je bila fotokataliza TiO_2 najprej bolj namenjena čiščenju vode, se je kasneje izkazalo, da so samočistilne površine bolj uporabne s stališča aplikacij kot čiščenje vode ali zraka predvsem zaradi dveh razlogov [3]. Prvič, hitra kinetika fotokatalitske razgradnje v tem primeru ni potrebna, in drugič, visoka stopnja svetlobno inducirane superhidrofilnosti, ki je glavni prispevek pri samočistilnem učinku, je pridobljena tudi z majhnimi svetlobnimi jakostmi. Kljub naraščajočemu številu samočistilnih fotokatalitskih izdelkov na trgu še vedno ni idealne standardne metode za določevanje učinkovitosti samočistilnih materialov.

Nekatere nove metode za določevanje samočistilnih in fotokatalitskih aktivnosti [6,7] smo uporabili za dva tipa tankih plasti, ki so bile pripravljene po nizkotemperaturnem sol-gel-postopku: (i) tanke prozorne plasti $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ za samočistilne namene in (ii) debelejšje plasti $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ za odstranjevanje onesnaževal v vodi in zraku.

2 EKSPERIMENTALNI DEL

2.1. Priprava samočistilnih tankih plasti TiO_2/SiO_2

Priprava je temeljila na patentiranem postopku [8] sinteze kislega vodnega sola, ki je vseboval fotokatalitsko aktivne nanodelce TiO_2 (s to razliko, da smo izhajali iz kisle vodne suspenzije TiO_2 slovenskega proizvajalca Cinkarna Celje), vezivo SiO_2 , dodana pa so mu bila tudi organska topila (1-propanol in 2-propoksietanol).

Raztopino veziva SiO_2 smo pripravili z uporabo tetraetil ortosilikata (TEOS), koloidne silike Levasil 200/30 %, HCl, ki je katalizirala hidrolizo TEOS-a, in 1-propanola. Končni sol za pripravo tankih plasti je vseboval 2,1 % masnega deleža TiO_2 z molskim razmerjem $n(Ti) : n(Si) = 1 : 1$. Sol smo nanесли s potapljanjem ($10 \text{ cm} \cdot \text{min}^{-1}$, objektna stekla) ali s pršenjem na večje steklene površine ($25 \text{ cm} \times 25 \text{ cm}$). Pripravljeni tanki plasti (imenovani *UNG10-7Cdip* in *UNG10-7Cspray*) sta bili popolnoma prepustni za vidno svetlobo in za utrjevanje nista potrebovali toplotne obdelave (plast se v obeh primerih lahko utrdi tako, da steklo s tanko plastjo za en dan postavimo na sonce ali ob radiator, kar je dovolj za dolgotrajno mehansko stabilnost).

2.2 Priprava tankih plasti TiO_2/SiO_2 za razgradnjo organskih snovi v vodi in zraku

Kompozite TiO_2/SiO_2 smo sintetizirali in imobilizirali na aluminijeve ploščice [10], pri čemer sta bila uporabljena dva komercialna praška TiO_2 (Degussa P25 in Millennium PC500, masno razmerje 1:1) in sol-gel-vezivo oz. za primerjavo so bile plasti pripravljene tudi brez veziva.

Vezivo TiO_2/SiO_2 smo sintetizirali iz naslednjih glavnih komponent: refluktiran sol TiO_2 , pripravljen iz prekursorja titanovega izopropoksida, tetraetil ortosilikat in komercialna koloidna silika Levasil 200/30 %. Vir visoko fotokatalitsko aktivnega TiO_2 je bila mešanica prahov Degussa P25 in Millennium PC500, ki smo jo suspendirali v raztopini veziva in dobljeno sol-suspenzijo še homogenizirali v ultrazvočni kopeli. Pred nanosom sol-suspenzije na aluminijeve ploščice ($24 \text{ cm} \times 1,2 \text{ cm}$ za fotokatalizo v vodi in $34 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ za fotokatalizo v zraku) smo le-te zaščitili s plastjo silike, ki je bila pripravljena iz metil trimetoksi silana, tetraetil ortosilikata in Levasila 200/30 % (vzorec *Al-p*). Po vsakem nanosu sol-suspenzije smo nastale tanke plasti TiO_2/SiO_2 termično obdelali pri $150 \text{ }^\circ\text{C}$ eno uro. Postopek smo ponovili, dokler ni bila dosežena količina katalizatorja 1 mg/cm^2 (množinsko razmerje $n(Ti) : n(Si) = 2 : 1$); vzorec smo poimenovali *titania/binder/Al-p*.

Za pripravo kontrolnega fotokatalizatorja smo uporabili suspenzijo dveh komercialnih praškov TiO_2 v etanolu brez veziva, ki smo jo prav tako nanесли na aluminijeve ploščice (vzorec *titania/Al*).

2.3 Instrumentalni del

Uklon rentgenskih žarkov (XRD) na praškastih vzorcih, ki smo jih pridobili z odstranjevanjem plasti na več aluminijastih ploščicah, smo opravili na PANalytical X-žarkovnem difraktometru z uporabo CuK_α radiacije ($0,15406 \text{ nm}$). Morfologijo vzorcev smo preučevali z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM) na Zeiss SupraTM 3VP mikroskopu (samočistilne tanke plasti) na Kemijskem inštitutu v Ljubljani in na FEI-Sirionovem mikroskopu (tanke plasti za čiščenje vode in zraka) na Indijskem inštitutu znanosti (*Indian Institute of Science*), Bangalore.

2.4. Določanje samočistilne sposobnosti

Samočistilno sposobnost pri vzorcu smo določili: (i) s standardno metodo merjenja kontaktnih kotov, pri kateri na samočistilno plast naneseemo tanko plast modelnega maščobnega onesnaževala in (ii) z novejšo fluorescenčno metodo, pri kateri opazujemo fotooksidacijo natrijeve soli tereftalne kisline, ki jo, vgrajeno v polimerni matrici, naneseemo na samočistilno plast.

(i) **Metoda z merjenjem kontaktnega kota (KK).** Kot modelno maščobno onesnaževalo smo uporabili metil stearat. Čiste samočistilne tanke plasti smo pred uporabo 24 h obsevali v UV-osvetljevalniku (sijalke: CLEO 20 W, $438 \text{ mm} \times 26 \text{ mm}$, Philips; široki maksimum pri 355 nm , intenziteta sevanja $2,0\text{--}2,2 \text{ mW/cm}^2$). Po obsevanju smo na tanko plast fotokatalizatorja s potapljanjem (hitrost vlečenja 20 cm/min) v raztopino metil stearata ($0,2 \text{ M}$) v n-heksanu nanесли tanko plast onesnaževala in vzorec ponovno postavili v osvetljevalnik, kjer smo ga obsevali določen čas pri $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Razgradnjo metil stearata (MS) smo določali z merjenjem kontaktnega kota vodne kapljice s površino pri sobni temperaturi s horizontalnim mikroskopom s kotomerom (Contact Angle Meter (CAM-100), KSV Instrument, Ltd. Finska). Vzorci za merjenje KK so bili vzeti iz komore pri različnih časih osvetljevanja.

(ii) **Fluorescenčna metoda.** Pri tej metodi smo na fotokatalitsko aktivno plast s potapljanjem v raztopino natrijeve soli tereftalne kisline (TFK) z dodanim polimerom (hidroksietil-celuloza) nanесли trdno tanko prozorno plast TFK, samočistilno učinkovitost pa določali z visoko občutljivo fluorescenčno detekcijo enega od oksidacijskih produktov TFK, tj. hidroksitereftalna kislina HTFK [6]. Debelina prozorne TFK-plasti je bila približno $1 \text{ }\mu\text{m}$.

Čiste samočistilne tanke plasti smo pred nanosom TFK-plasti obsevali tako, kot je že omenjeno zgoraj. Po nanosu TFK smo vzorce za določen čas obsevali in za HPLC-analizo (HP 1100 Series kromatograf s FLD-detektorjem) plast TFK sprali z mešanico etanola in vode v volumskem razmerju 1 : 1. Analiza eksperimentalnih podatkov, pridobljenih po različnih časih obsevanja, je bila izvedena v skladu s kinetičnim modelom za začetek razgradnje oz. nastajanja HTFK (do platoja krivulje). Razgradnja TFK sledi enačbi psevdoničelnega reda, tako da nastanek HTFK posledično sledi kinetiki ničelnega reda (konstanta reakcijske hitrosti nastanka HTFK = k_1) [6].

2.5 Določanje fotokatalitske aktivnosti v vodi

Fotokatalitsko aktivnost tankih plasti v vodni raztopini smo določali v fotoreaktorju s šestimi nizkotlačnimi živosrebrnimi fluorescenčnimi sijalkami kot vir UVA-svetlobe (CLEO 20 W, 438 mm × 26 mm, Philips; maksimum pri 355 nm). Fotokatalitska celica je bila postavljena v sredini reaktorja in je vsebovala teflonski nosilec za do 12 lamel imobiliziranega katalizatorja, postavljenih okrog njegove osi [11]. V enem eksperimentu smo uporabili 11 aluminijevih ploščic s katalizatorjem TiO₂/SiO₂.

Medij za fotokatalitsko razgradnjo je bila vodna raztopina (250 mL) fenola (50 mg/L), nakisana s perklorno kislino do pH = 3,2. HPLC-analize v temni fazi eksperimenta in ob različnih časih osvetljevanja so bile narejene na kromatografu HP 1100 Series, medtem ko je bila določitev celotnega organskega ogljika (TOC) narejena na aparatu Analytik Jena AG MULTI N/C 3100.

2.6 Določanje fotokatalitske aktivnosti v zraku

Fotoreaktor za *in-situ* GC-MS fotokatalitske eksperimente je bil nedavno izdelan in optimiziran za praškaste fotokatalizatorje [7]. Reaktor je sestavljen iz šestih nizkotlačnih živosrebrnih fluorescenčnih sijalk (Philips CLEO 15 W, maksimum pri 355 nm) in iz odbojne površine iz poliranega aluminija, postavljene za sijalkami. Reaktorska celica z imobiliziranim katalizatorjem na aluminijevih ploščicah, pritrjenih okoli osi na posebnem teflonskem nosilcu, je narejena iz borosilikatne steklene cevi (notranji premer 42 mm, višina 42 cm) in postavljena vodoravno na sredini fotoreaktorja. Pri eksperimentu so bile uporabljene tri aluminijaste ploščice z imobiliziranim katalizatorjem.

Regulirani vstopni plin je bil sestavljen iz suhega zraka, vlažnega zraka in toluena. Pretoka tako suhega kot mokrega zraka sta bila nastavljena na 0,2 L/min, tako da je bil celoten pretok zraka 0,4 L/min s 40–45-odstotno vlažnostjo. Pretok toluena je bil

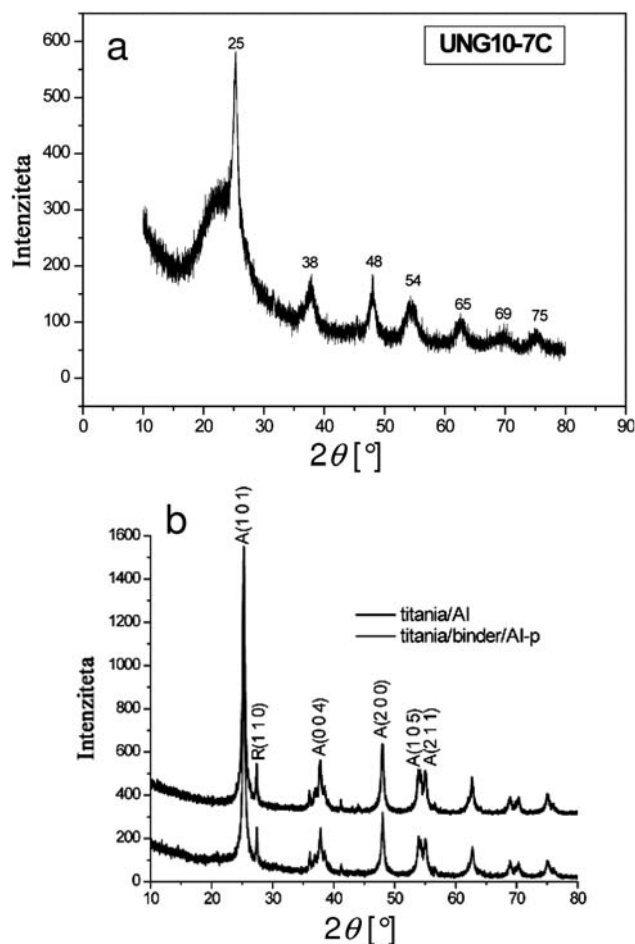
0,25 µL/min, končni volumen injiciranega toluena v sistemu pa je bil 0,140 mL. Koncentracija toluena je bila izmerjena v določenih časovnih intervalih med temno fazo in fotokemijsko reakcijo neposredno s plinskim kromatografom (GC Varian 3900), priklopljenim na masni spektrometer (Saturn 2100 T).

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

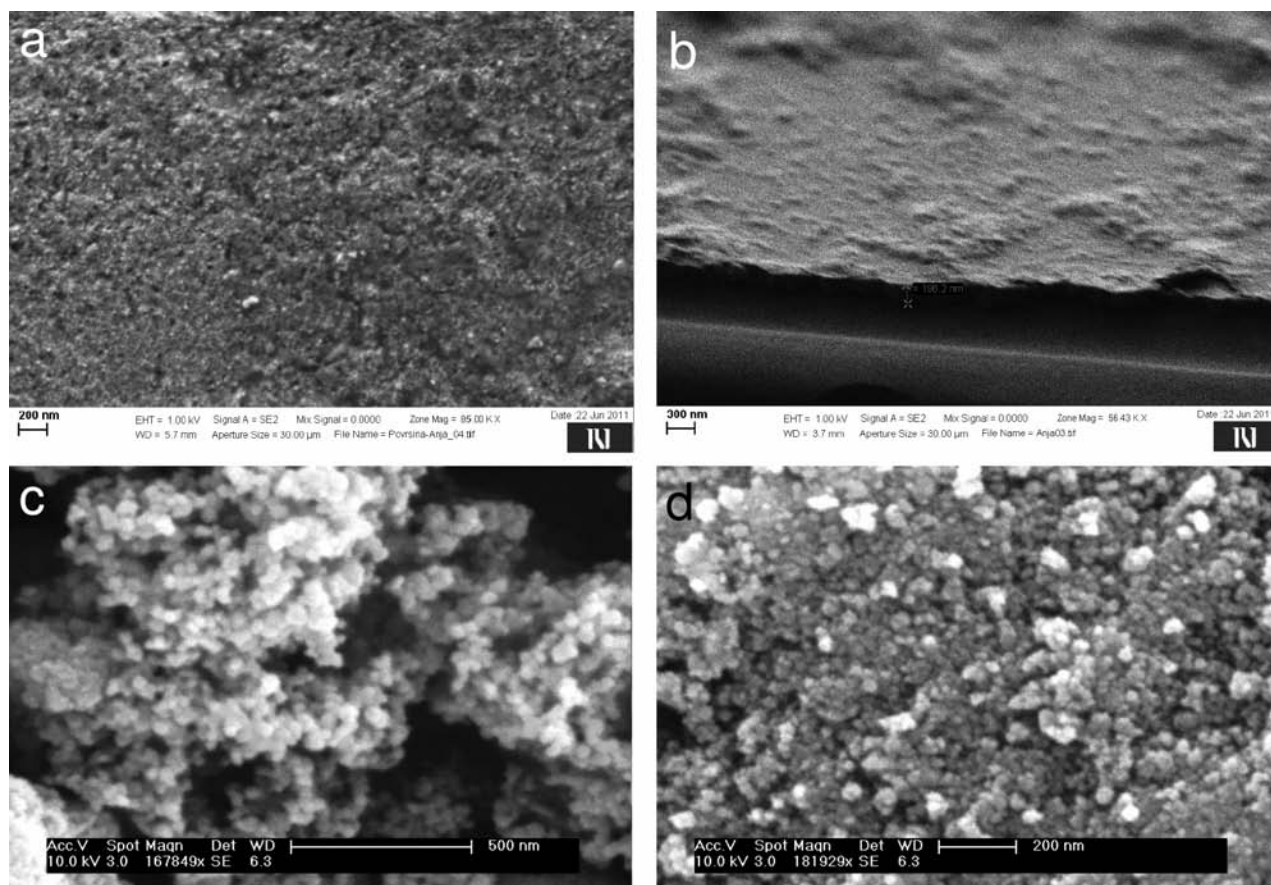
3.1 Struktura in morfologija tankih plasti

Rentgenski difraktogrami (XRD) na **sliki 1** kažejo, da je anatas z najmočnejšim uklonskim vrhom pri $2\theta = 25,3^\circ$ najbolj zastopana kristalinična faza v vseh primerih. Prisotnost amorfnega veziva iz silike v samočistilnih vzorcih je dobro vidna v širokem vrhu med 20° in $30^\circ 2\theta$, medtem ko je v vzorcih za čiščenje vode in zraka videti vrh rutilne faze pri $2\theta = 27,7^\circ$, ta pa je povezan z dodatkom Degusse P25, ki vsebuje manjši delež rutila.

SEM-posnetki vseh vzorcev so prikazani na **sliki 2**. Videti je, da je bila nanostrukturirana površina tanke samočistilne plasti (**slika 2a, b**) homogena in brez razpok. Debelina tanke plasti, ustvarjene z metodo potapljanja, je bila okoli 200 nm. SEM-slika vzorca



Slika 1: XRD-spektri praškastih vzorcev



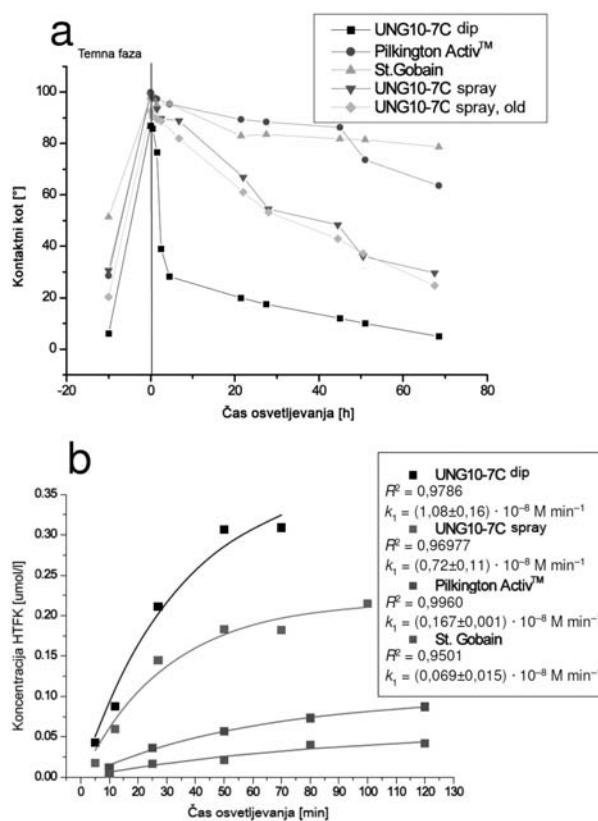
Slika 2: SEM-posnetki tankih plasti $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ UNG10-7C dip na steklu (a, b), titania/Al (c) in titania/binder/Al-p (d)

titania/Al brez veziva (slika 2c) pokaže precej velike ločene skupke. Po uporabi veziva pa je površina postala veliko bolj homogena z med seboj povezanimi delci (slika 2d), tanka plast pa je bila s tem tudi dobro pritrjena na podlago. Debelina tankih plasti, namenjenih čiščenju vode in zraka, je bila več kot 10-krat večja od debeline prozornih samočistilnih tankih plasti.

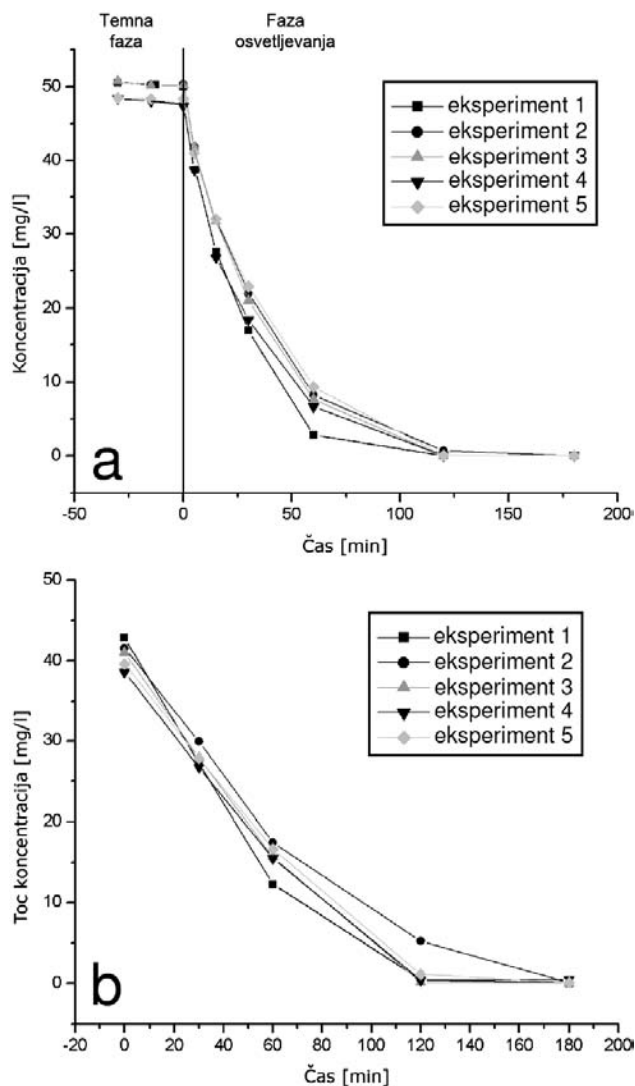
3.2. Samočistilna učinkovitost tankih plasti na steklu

Slika 3 prikazuje samočistilno učinkovitost vzorcev UNG10-7C dip in UNG10-7C spray (sveže in starejše – po dvomesečni izpostavitvi na prostem) v primerjavi s komercialnima samočistilnima stekloma Pilkington in St. Gobain. Učinkovitosti, določene z metodo KK (a) in s fluorescenčno metodo (b), se dobro ujemajo. Kontaktni koti po predobsevanju in pred nanosom MS so majhni, še posebej v primeru najbolj učinkovitega vzorca UNG10-7C dip, ki izkazuje močan fotoinduciran superhidrofilni efekt.

Po nanosu MS postane površina hidrofobna, vendar pride s časom osvetljevanja do razgradnje le-tega, kar neposredno opazimo kot zmanjševanje KK. Vzorec UNG10-7C spray je bil manj učinkovit pri



Slika 3: Samočistilna aktivnost, določena z metodo kontaktnih kotov (a) in fluorescenčno metodo (b)

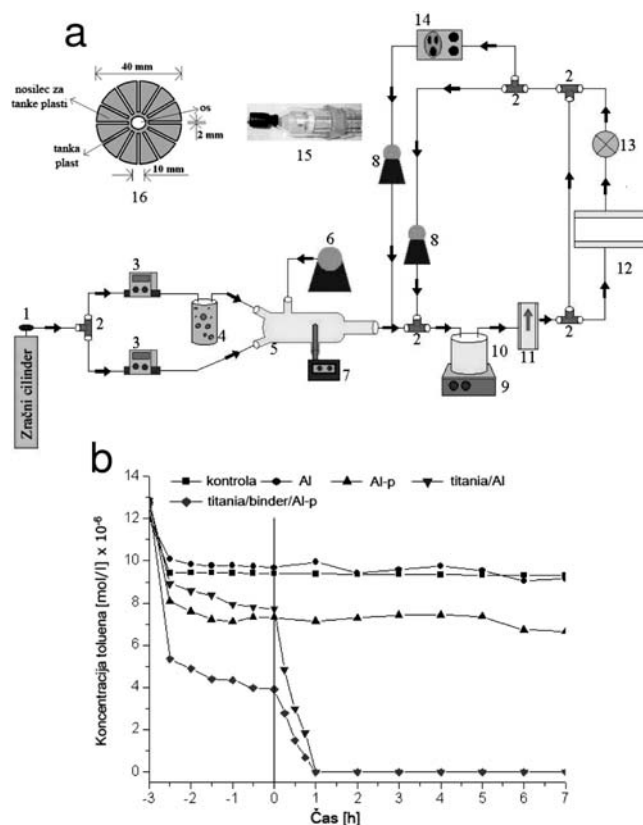


Slika 4: Fotokatalitska aktivnost *titania/binder/Al-p* vzorcev pri razgradnji fenola v vodi (pet poskusov): HPLC-analiza koncentracije fenola pred UVA-osvetljevanjem in med njim (a), ustrezna TOC-analiza (b)

razgradnji organskih plasti MS in TFK, kar gre najverjetneje pripisati manjši debelini te tanke plasti. Vendar pa se sama učinkovitost po dvomesečni izpostavitvi ni poslabšala. Pozornost velja posvetiti časovnemu okviru, ki je potreben za pridobitev rezultatov po dveh metodah; ta jasno kaže prednost fluorescenčne metode v primerjavi z metodo KK.

3.3 Fotokatalitska aktivnost tankih plasti za razgradnjo organskih snovi v vodi in zraku

Slika 4 prikazuje visoko aktivnost (hitro kinetiko) *titania/binder/Al-p* vzorcev za razgradnjo fenola v vodi. S ponavljajočimi se fotodegradacijskimi eksperimenti z uporabo istih ploščic s katalizatorjem (eksperimenti 1 do 5) je bilo zaznati majhen padec v aktivnosti (razpolovni čas se je povečal z 18 min na 26 min), vendar so tanke plasti ostale visoko fotokata-



Slika 5: Shematski diagram postavitve za plinsko fotokatalizo [7] s fotografijo reakcijske celice s teflonskim nosilec za aluminijaste nosilce s katalizatorjem [12] (a), temna adsorpcija in fotorazgradna krivulja za plinasti toluen (b)

litsko aktivne, saj je prišlo do popolne razgradnje raztopine fenola v roku treh ur. To je bilo potrjeno tudi s TOC-analizo. Celotni organski ogljik, izmerjen po treh urah osvetljevanja raztopine fenola v prisotnosti *titania/binder/Al-p*-ploščic katalizatorja, je bil v območju 0–0,5 mg/L. Nasprotno pa vzorci *titania/Al* niso bili stabilni pod enakimi pogoji, njihova aktivnost je hitro padla med ponavljanjem eksperimentov.

Oba tipa vzorcev na aluminijastih ploščicah (*titania/binder/Al-p* in *titania/Al*) sta bila prav tako uporabljena pri razgradnji toluena v toku zraka (slika 5). Hiter padec koncentracije toluena v temni fazi se je pojavil zaradi njegove adsorpcije na lamele katalizatorja in zaradi njegove razredčitve v reaktorski celici. Po pričakovanju vzorci z golim in zaščitnim aluminijem (*Al* in *Al-p*) niso pokazali nobene fotokatalitske aktivnosti. Vzorci s fotokatalizatorjem, imobiliziranim na aluminijeve ploščice, so pokazali zelo dobre fotokatalitske aktivnosti s hitrimi razgradnimi kinetikami. Vezivo je poleg izboljšane mehanske stabilnosti tankih plasti (dobra vezava na nosilec) pripomoglo tudi k občutnem izboljšanju adsorpcije v temni fazi.

Pomembno je omeniti, da fotokatalitska aktivnost ni bila zmanjšana z »razredčenjem« TiO_2 s fotokatalitsko neaktivno siliko v *titania/binder/Al-p*-vzorcih;

tudi tu je bila enaka količina katalizatorja na nosilcu kot pri čistem *titania/Al*-vzorcu (1 mg/cm^2), vendar ustrezno manjša vsebnost TiO_2 .

4 SKLEPI

Tanke plasti $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, pripravljene po nizkotemperaturnem postopku, so se izkazale kot učinkovite pri osvetljevanju z bližnjo UV-svetlobo za razgradnjo organskih onesnaževal v vodi, zraku in trdnih onesnaževal s površine v primeru samočistilnih prevlek. Tanke plasti, ki so bile pripravljene z vezivom, so pokazale večjo homogenost in boljšo oprijemljivost kot tanke plasti brez veziva.

Kadar je fotokatalitska plast nanesena direktno na podlago aluminijska, lahko nastajajo kemijske interakcije med obema. Zaščitna plast pod plastjo katalizatorja se je izkazala za učinkovit način ohranjanja dolgotrajne fotokatalitske aktivnosti. Kemijske interakcije med podlago in fotokatalitsko plastjo smo dodatno zmanjšali z nizkotemperaturno termično obdelavo. Prenos tako pripravljenih plasti iz sistema za čiščenje vode v sistem za čiščenje zraka se je pokazal kot učinkovit.

Vezivo v fotokatalitski plasti vzorcev za čiščenje vode in čiščenje zraka ima vlogo tudi v povečani

adsorpciji plinastega onesnaževala na nosilec v temni fazi fotokatalitskih eksperimentov.

5 LITERATURA

- [1] M. Kaneko, I. Okura, *Photocatalysis: Science and Technology*, Springer, Berlin, 2002
- [2] O. Carp, C. L. Huisman, A. Reller, *Prog. Solid State Chem.*, 32 (2004) 33
- [3] A. Mills, S. K. Lee, *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.*, 152 (2002) 233
- [4] A. Fujishima, X. Zhang, D. A. Tryk, *Surf. Sci. Reports*, 63 (2008) 515
- [5] K. Maver, U. L. Štangar, U. Černigoj, S. Gross, R. C. Korošec, *Photochem. Photobiol. Sci.*, 8 (2009) 657
- [6] U. Černigoj, M. Kete, U. L. Štangar, *Catal. Today*, 151 (2010) 46
- [7] M. Tasbihi, U. L. Štangar, U. Černigoj, J. Jirkovsky, S. Bakardjieva, N. N. Tušar, *Catal. Today*, 161 (2011) 181
- [8] U. Černigoj, U. L. Štangar, *Preparation of $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ sols and use thereof for deposition of self-cleaning and antifogging coatings*, mednarodna številka aplikacije PCT/SI2009/000052, mednarodna številka publikacije WO 2010/053459 A1, European Patent Office, München, 2009
- [9] A. Soklič, Nanos in morebitni vpliv samočistilne tanke plasti $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ na izkoristek fotonapetostnega modula, diplomsko delo, Univerza v Novi Gorici, Nova Gorica, 2011
- [10] A. Šuligoj, U. Černigoj, U. L. Štangar, Postopek priprave obstojnih plasti titanovega dioksida na kovinskih nosilcih za namene fotokatalitskega čiščenja, patentna prijava; št. prijave P-201000432, Urad Republike Slovenije za intelektualno lastnino, Ljubljana, 2010
- [11] U. Černigoj, U. L. Štangar, P. Trebše, *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.*, 188 (2007) 169
- [12] M. Tasbihi, E. Šinigoj, M. Kete, A. M. Raichur, N. N. Tušar, U. L. Štangar, *Environ. Sci. Pollut. Res.*, poslano v objavo, 2011

LASERSKO INDUCIRANA MODIFIKACIJA SESTAVE IN MORFOLOGIJE POVRŠIN

¹Suzana Petrović, ¹Biljana Gaković, ²Miha Čekada, ²Janez Kovač,
¹Davor Peruško, ²Peter Panjan, ¹Milan Trtica

ZNANSTVENI ČLANEK

¹Institut nuklearnih znanosti Vinča, Univerza v Beogradu, p. p. 522, Beograd, Srbija

²Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

Prevedel: Miha Čekada

POVZETEK

Opisani so rezultati modifikacije bimetalnih (WTi), večplastnih (Ni/Ti) in trdih prevlek (TiAlN/TiN) z različno sestavo, strukturo in morfologijo, ki smo jih izpostavili kratkim in ultrakratkim laserskim pulzom. Uporabili smo dva pulzna laserska sistema: pikosekundni laser Nd:YAG in femtosekundni laser Ti:safir. Uporabili smo različne tehnike za karakterizacijo vzorca pred laserskim obsevanjem in po njem. Ugotovili smo, da so lasersko inducirane modifikacije odvisne od trajanja pulza, števila pulzov in valovne dolžine svetlobe. Modifikacija je povezana z znatno spremembo absorpcijskega koeficienta za lasersko svetlobo in tako vpliva na temperaturno polje v materialu in obseg sprememb lastnosti. Večji del absorbirane laserske energije se hitro pretvori v toploto, kar povzroči intenzivne spremembe v sestavi in morfologiji površine tarče. Opazili smo naslednje morfološke spremembe: (i) ablacija/luščenje materiala, (ii) pojav hidrodinamskih vzorcev na pretaljenem materialu in (iii) nastanek struktur na nanonivoju v obliki mozaikov, stožcev in zrn. Lasersko obdelavo vzorcev na zraku spremlja nastanek oksidne plasti na površini. Pri nižjih laserskih fluencah nastanejo valovite strukture, kjer je periodičnost odvisna od valovne dolžine in polarizacije uporabljene svetlobe.

Ključne besede: tanka plast, pikosekundni laser, femtosekundni laser, sevalne poškodbe

Laser induced modification of surface composition and morphology

ABSTRACT

The results on surface modification of bimetal (WTi), multilayer (Ni/Ti) and hard (TiAlN/TiN) coatings with different composition, structure and morphology by exposure with short and ultra-short laser pulses are described. The pulsed laser systems were used: picosecond Nd:YAG laser and femtosecond Ti:Sapphire laser. Various analytical techniques were used for characterization of the sample before and after laser irradiation. The laser-induced modifications showed dependence on laser pulse duration, pulse count and laser wavelength. Modification is associated with significant change of the absorption coefficient for the laser radiation and thus influences the temperature field in the material and level of properties modification. The main part of the absorbed laser energy was rapidly transformed into heat, producing intensive modifications of composition and morphology on the target surface. The following morphological changes were observed: (i) ablation/exfoliation of the materials, (ii) appearance of hydrodynamic features such as resolidified material, and (iii) formation of nano-sized structures in a mosaic, cone and grain patterns. Laser treatment of samples in air is accompanied with formation of oxide layer on the surface. At lower laser fluences formation of laser induced parallel/ripple surface structures was evident, with a periodicity which depends on the wavelength and polarization of the used radiation.

Keywords: thin film, picosecond laser, femtosecond laser, irradiation damage

1 UVOD

Laserska modifikacija in procesiranje materialov je zelo zanimiva in perspektivna veja moderne znanosti in tehnologije na različnih področjih industrije: elektronika, optika, sodobni motorji za delo pri visokih temperaturah, medicina in medicinska oprema itd. [1, 2]. Interakcija med laserskim žarkom in trdno snovjo je kompleksni proces, ki je odvisen od več parametrov.

Pri laserskih poškodbah trdne snovi, predvsem gre za poškodbe na površini, so vplivi naslednji: lastnosti materiala (kemijske in fizikalne lastnosti površine, postopek priprave), parametri laserskega žarka (trajanje pulza, valovna dolžina, število prejetih pulzov, energija in gostota žarka) in pogoji obsevanja (vakuum, sestava plinov, tlak) [3, 4]. Odvisno od jakosti laserskega žarka in časa interakcije so doslej razvili vrsto tehnoloških postopkov, kot so toplotna obdelava, varjenje in odstranjevanje materiala. Posebna metoda laserskega procesiranja pa je dodajanje materiala (legiranje, navarjanje), kjer je osnovni namen izboljšanje lastnosti površine s spremembo njene kemijske sestave.

Procesiranje materialov s kratkimi in ultrakratkimi laserskimi žarki ima več prednosti pri aplikacijah pregrevanja, odstranjevanja in pretaljevanja, še posebej na mikro- in nanonivoju. Z laserskim procesiranjem materiala lahko spremenimo njegovo sestavo, kemijsko stanje, strukturo in morfologijo obsevane površine [5]. Med lasersko obdelavo se površina močno segreje, kar omogoči kemijske reakcije v močno neravnovesnih razmerah med obdelovanim materialom in okolico. Pri obdelavi na zraku ali v kontrolirani kisikovi atmosferi je najpogostejši proces površinska oksidacija. Prednosti oksidacije materiala z laserjem v primerjavi s konvencionalnimi metodami je v omejitvi procesa na majhno območje, kratek čas procesiranja in tvorba novih tipov oksidov [6]. Tako nastala oksidna plast lahko spremeni strukturo površine in lastnosti lasersko obdelanega materiala – mehanske, korozijske in optične [7].

Večina postopkov laserskega procesiranja materialov so dejansko termični postopki, pri katerih se material segreje z absorpcijo velikega števila fotonov,

kar omogoči modifikacijo površine. Laserska modifikacija površin ima širok spekter mehanizmov, začenši z relaksacijo notranjih napetosti, s katero izboljšamo lastnosti površine. Lasersko pretaljevanje je eden fundamentalnih mehanizmov, kjer se površina tarče pod vplivom laserskega žarka lokalno stali in nato ponovno strdi. Ablacija (odstranjevanje) materiala z laserjem je kompleksen proces, kjer je narava interakcije specifična za posamezni material in parametre laserskega procesiranja. Ablacija je po navadi kombinacija izparevanja in odtravanja taline.

V splošnem lahko laserske pulze, daljše od nekaj desetink pikosekunde, imamo za termično aktivirane, kot rezultat sklopitve elektron-fonon, tipično na časovni skali 10^{-12} – 10^{-11} s. Pri majhnih do srednjih intenzitetah pulza lahko imamo laserski žarek kot toplotni izvir, zaradi česar začne naraščati temperatura površine in tudi notranjosti. Pri višjih intenzitetah pulza pride do izparevanja in nastane oblak pare nad površino. Še večja intenziteta omogoči ionizacijo uparjenega materiala, tj. nastanka plazme, ki pospeši ablacijo [8].

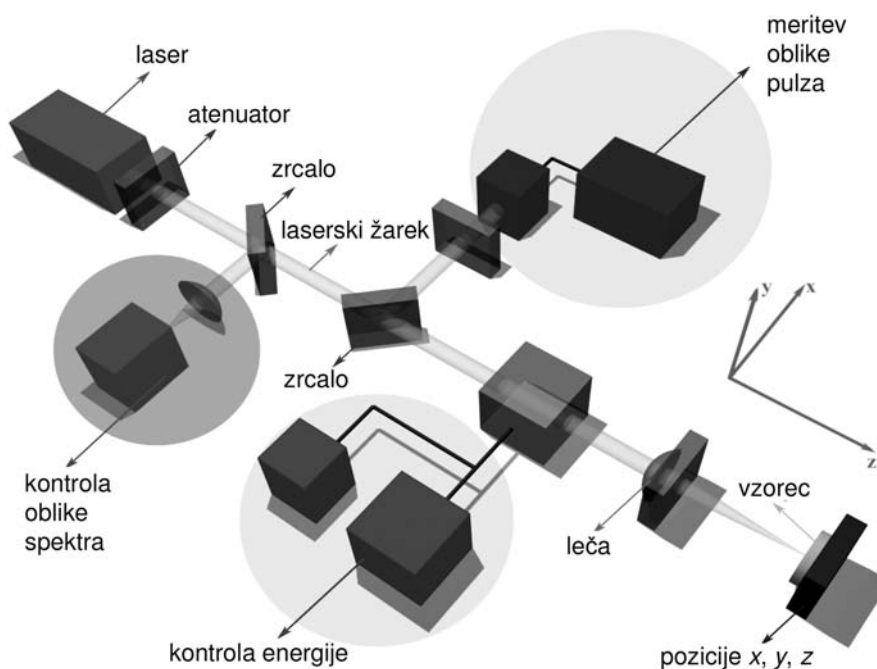
Modifikacija s kratkimi laserskimi pulzi je v uporabi zadnjih deset let, še posebej v nanotehnologiji [9]. V nasprotju z daljšimi laserskimi pulzi pa so pokazali, da lahko femtosekundne laserske pulze enostavno nastavimo tako, da inducirajo malo ali nič postranskih poškodb oz. termičnih vplivov na trdno snov. Značilnost modifikacije v femtosekundnem režimu je v tem, da je prenos toplote v material drastično zmanjšan, mogoč je direkten prehod iz trdne v plinsko fazo, tako da je omogočena precizna modifikacija materiala [10].

2 EKSPERIMENTALNI DEL

Pri eksperimentu smo uporabili vzorce, prekrte s prevlekami, ki so bile pripravljene s PVD-postopki. Enoplastno prevleko volfram-titan (WTi) in večplastno prevleko nikelj-titan (Ni/Ti) smo nanegli s triodnim naprševanjem na podlago silicija (100). Debelina prevleke WTi je bila 190 nm. Večplastna struktura je bila sestavljena iz zaporednih plasti niklja in titana, vsake po pet plasti in skupne debeline 180 nm. Prva plast, nanegena na podlago, je bila titan in vrhnja nikelj. Večplastno prevleko TiAlN/TiN smo nanegli na podlago iz orodnega jekla UTOP Mo1. Plastno strukturo prevleke smo dosegli z zaporednim nanašanjem plasti TiN in TiAlN. Podrobnosti in pogoji nanašanja so opisani drugje [11–13].

Postavitev eksperimenta za obsevanje tarče ter za kontrolo parametrov obsevanja je prikazana na **sliki 1**. Vzorce smo obsevali s fokusiranim in z nefokusiranim laserskim žarkom Nd:YAG (model EKSPLA SL212P in model SYL P2). Obsevanje vzorcev je potekalo v zraku pri tlaku 1013 mbar in standardni relativni vlažnosti. Karakteristike laserskega žarka so bile naslednje: valovna dolžina 1064 nm in 532 nm, trajanje pulza 150 ps in 40 ps, linearna polarizacija. Variacija energije med pulzi je bila manjša od 5 %, frekvenca ponavljanja pulzov pa je bila 10 Hz pri obeh modelih laserjev. Obsevanje smo izvajali pri različnem številu zaporednih laserskih pulzov pri energiji pulza v obsegu 20–85 mJ in ocenjeno fluenco v intervalu 1–10 J/cm².

Za obsevanje večplastne prevleke TiAlN/TiN smo uporabili laser Ti:safir, opremljen s sistemom CPA



Slika 1: Postavitev eksperimenta za obsevanje trdnih tarč

(*chirped pulse amplification*, Clark-MRX 2101). Valovna dolžina ojačanega izhodnega žarka je bila 775 nm, trajanje pulza pa 200 fs. Energija pulza je bila v obsegu 5–500 μJ , krajevni profil žarka pa je bil skoraj Gaussove oblike.

Vzorci smo analizirali z različnimi analitskimi tehnikami pred laserskim obsevanjem in po njem. Sestavo prevlek smo analizirali z energijsko disperzijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov (EDXS) in spektroskopijo Augerjevih elektronov (AES). Optično mikroskopijo smo uporabili za začetni pregled tarče po obsevanju in za oceno premera poškodovanih in odparjenih območij. Natančno analizo morfologije površine smo izvedli z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM) ter z mikroskopom na atomsko silo (AFM).

3 REZULTATI IN DISKUSIJA

3.1 Modifikacija bimetalnih prevlek WTi

Če površino vzorca obsevamo z več zaporednimi laserski pulzi, pride na površini sistema WTi/Si do znatnih poškodb, kot je prikazano na **sliki 2**. Uporabljena tarča je kompleksna, saj jo sestavljata dva materiala z različnimi termičnimi lastnostmi, tako da lahko pričakujemo tudi luščenje plasti, kar smo dejansko opazili. Morfološke spremembe površine lahko povzamemo v naslednjih točkah: (i) ablacija/luščenje plasti WTi, pri čemer je izdatnost pojava odvisna od trajanja in števila pulzov, (ii) delna modifikacija silicijeve podlage z nastankom mozaične strukture po obsevanju s pikosekundnimi pulzi, (iii)

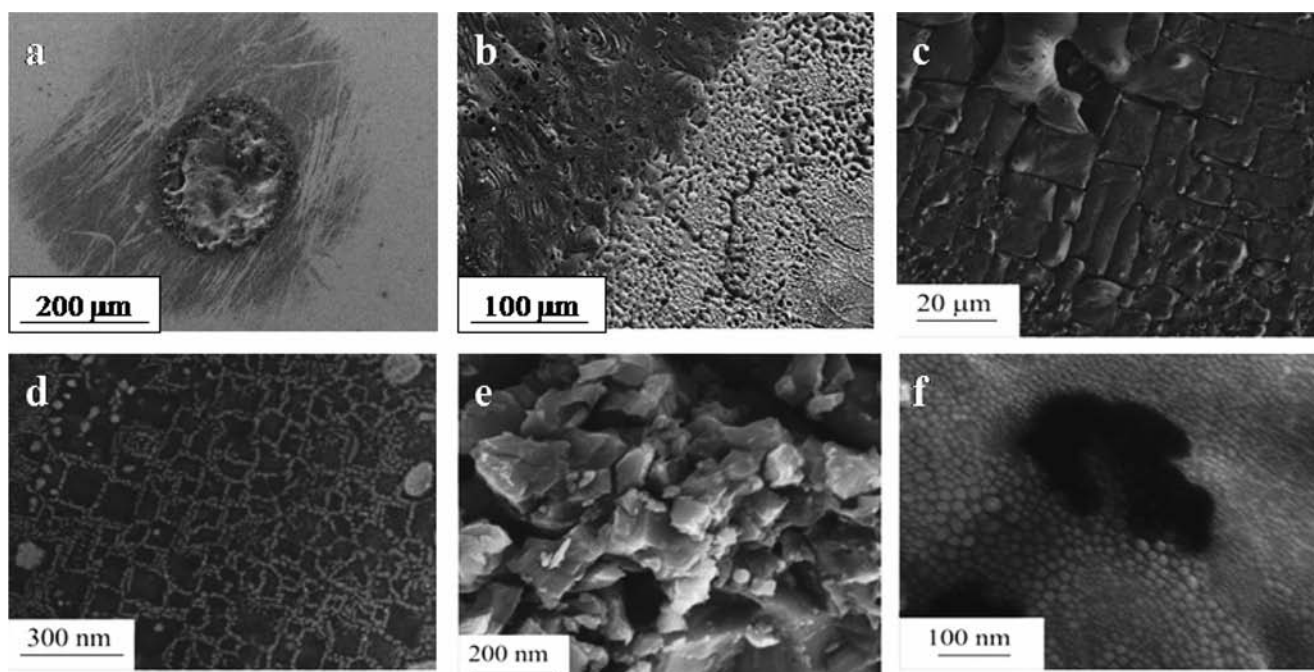
nastanek hidrodinamičnih vzorcev tj. pretaljeni material, nanozrna in globule, (iv) pojav razpok v plasteh.

Nanostrukture v obliki globul in mozaične strukture opazimo v pretaljenem območju. Specifična mozaična struktura je nastala kot posledica ohlajanja in strjevanja staljenega materiala. Mozaična struktura je bila pravokotne oblike z orientacijo, ki se je ujemala z orientacijo silicija (100). Nastanek pravokotnih struktur nanozrn z dobro definiranimi mejami lahko povežemo z rekristalizacijo materiala [11].

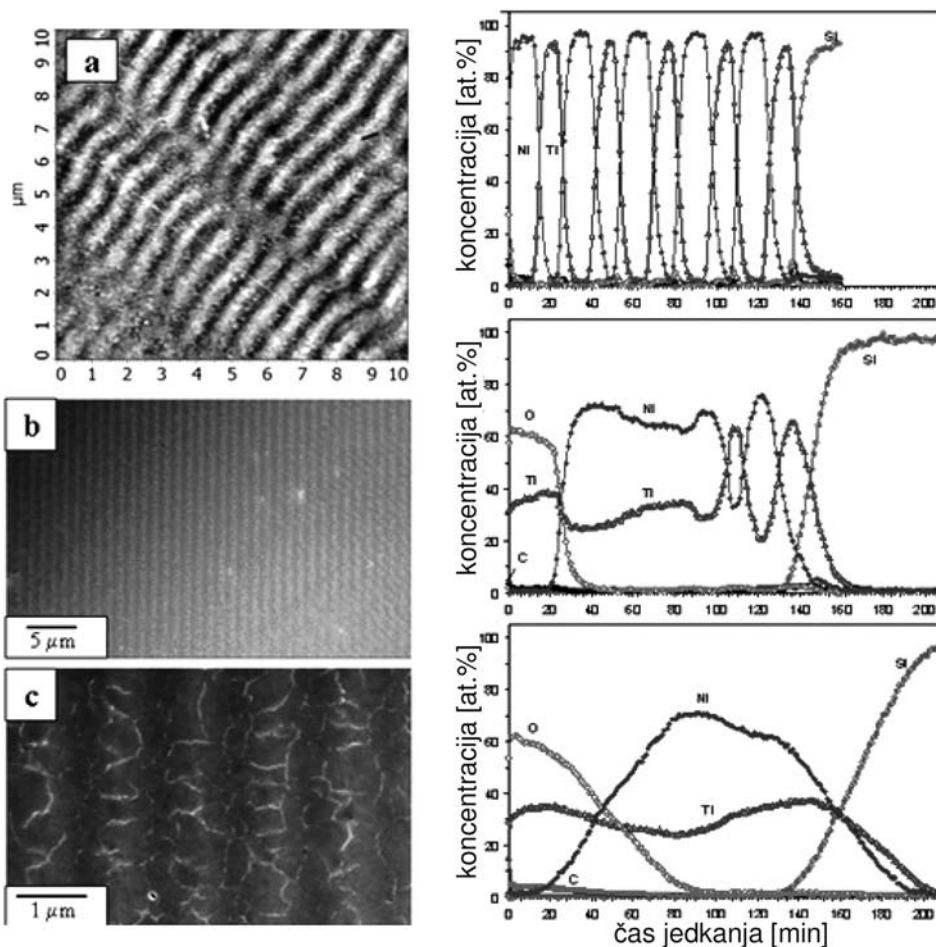
Nanoglobule premera okoli 50 nm so bile urejene v pravokotni mozaični strukturi, pri čemer se osnovna orientacija silicija ni spremenila po obsevanju z laserskimi pulzi. V določenih primerih pa se je odparjeni material redeponiral na površino v obliki sferičnih nanoglobul. Nanostrukture v obliki pravokornih zrn so bile vse manj izrazite pri povečanem številu pulzov. V splošnem lahko nastanek nanostruktur (globule in pravokotniki) pripišemo procesom, kot so rekristalizacija materiala, hidrodinamski efekti, površinske nestabilnosti, kondenzacija itd. [4].

3.2 Modifikacija večplastne prevleke 5x(Ni/Ti)/Si

Morfologija površine večplastne prevleke 5x(Ni/Ti)/Si je po 100 pulzih redno izkazovala valovito strukturo (**slika 3**), ki je prekrivala večino osrednjega dela kraterja. Perioda valov je bila le malenkost manjša od valovne dolžine laserja. Opazili smo tudi določeno število nano- in mikrorazpok na modificirani površini. Nastanek teh razpok pripisu-



Slika 2: SEM-analiza sistema WTi/Si, inducirane z laserjem Nd:YAG ($\lambda = 532 \text{ nm}$; fluenca $\varphi = 13,4 \text{ J/cm}^2$).



Slika 3: Karakterizacija morfologije in sestave sistema 5x(Ni/Ti)/Si, obsevanega s 100- in 200-pikosekundnimi pulzi pri $\lambda = 1064$ nm in fluenci $\varphi = 1$ J/cm²

jemo različnim koeficientom termičnega raztezka niklja in titana [12].

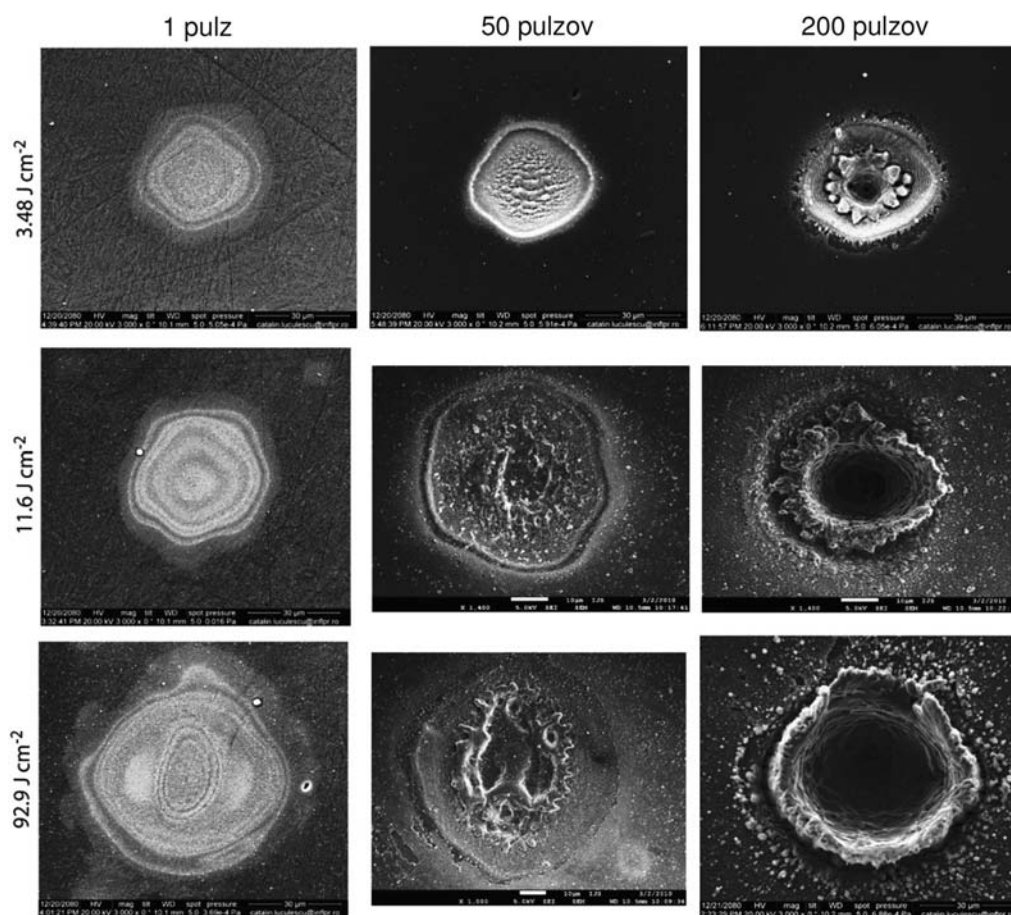
Na obrobju obsevanega območja so se pojavile valovite polkrožne strukture z velikimi razlikami v kontrastu. Valovi so se koncentrično sipali na različnih točkovnih defektih na površini tarče. Zanimiv detajl je, da je njihova periodičnost v grobem enaka kot v primeru vzporednih valovitih struktur v sredini kraterja. Izrazitejše spremembe v morfologiji smo opazili po 200 zaporednih pulzih. V tem primeru je pravilnost valovitih struktur v sredini kraterja očitno popačena, in sicer zaradi velike energije, ki jo je prejela površina tarče. Perioda vzporednih valovitih struktur pa je v obeh primerih enaka, tj. 0,78 μm . Če je število pulzov preseglo 200, se je valovita struktura porušila, čeprav je bila še vedno opazna.

Po vsej verjetnosti izvira valovita struktura oz. lasersko inducirana periodična površinska struktura v interferenci laserske svetlobe z razpršeno ali sipano svetlobo vzporedno s podlago. Sipanje vpadne svetlobe je lahko posledica mikroskopske hrapavosti površine, defektov, krajevnih odmikov dielektrične konstante itd.

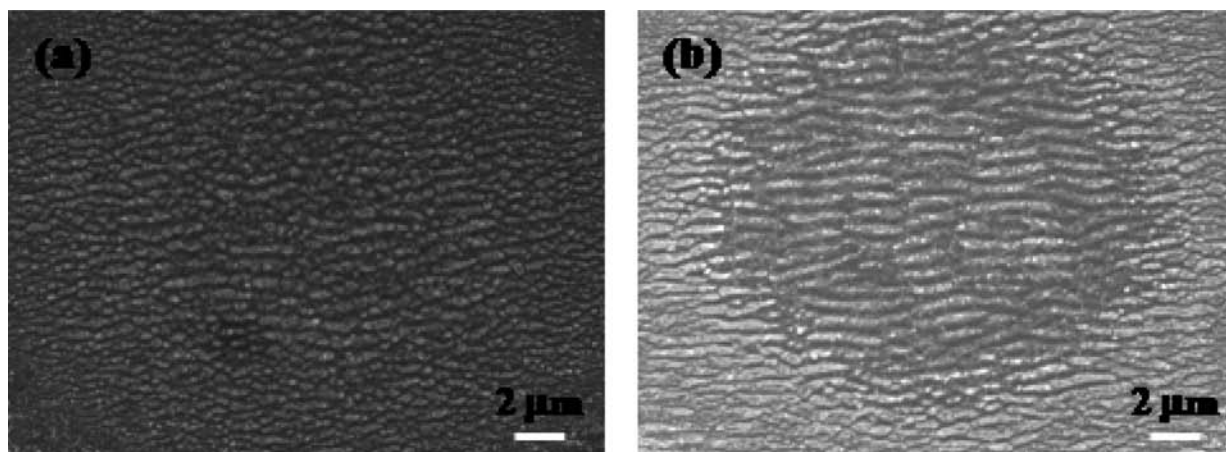
Obsevanje je potekalo v zraku, tako da je nastala na površini oksidna plast debeline 40 nm. Globlje v večplastnem sistemu je prejeta energija omogočila mešanje plasti niklja in titana. Po 200 laserskih pulzih je prišlo do difuzije na meji plast-podlaga. Obsevanje s sto laserskimi pulzi je pri teh eksperimentalnih pogojih povzročila kompleksno globinsko porazdelitev sestave v večplastni strukturi s poudarkom na naslednjih značilnostih: (i) začetna večplastna struktura Ni/Ti se ob podlagi ohrani z ločenimi plastmi, tako da ostanejo skupne lastnosti nespremenjene, poveča pa se adhezija prevleke; (ii) v osrednjem delu večplastne strukture je povečana verjetnost nastanka intermetalnih spojin NiTi z odličnimi lastnostmi; (iii) na vrhu površinska segregacija titana in tvorba TiO₂ poveča biokompatibilnost in načeloma preprečuje sproščanje toksičnih nikljevih ionov.

3.3 Modifikacija trdih prevlek TiAlN/TiN

Femtosekundni laserski pulzi lahko v splošnem omogočijo razmere brez disipacije energije laserskega žarka zunaj obsevanega območja. Razlog je v



Slika 4: SEM-posnetki površine večplastne prevleke TiAlN/TiN po obsevanju z 1, 50 in 200 laserskimi pulzi ter (15, 50 in 350) μJ energije



Slika 5: SEM-posnetki površine večplastne prevleke TiAlN/TiN po obsevanju s 5 in 10 laserskimi pulzi

visokovzbujenih elektronih, ki povzročijo coulombsko eksplozijo in s tem direkten prehod iz trdne v plinasto fazo. Poglavitne morfološke spremembe na tarči so prikazane na **sliki 4**, kjer so predstavljeni rezultati obsevanja s pulzi fluenc (3,48, 11,60 in 92,90) J/cm^2 pri 1, 50 in 200 pulzih. Prvi stolpec **slike 4** prikazuje tipične SEM-posnetke primerov, kjer je prišlo le do površinske modifikacije ali do delne ablacije prevleke. V primerih, prikazanih v drugem stolpcu, je prišlo do

delnega taljenja podlage po popolni ablaciji prevleke. Slike v tretjem stolpcu kažejo globoke kraterje v jekleni podlagi. V slednjih primerih je prišlo do intenzivne redepozicije uparjenega materiala daleč stran od mesta obsevanja [13].

Pri nižjih fluencah je očitna zelo jasna tvorba valovitih struktur. Evolucija njihovega nastanka je prikazana na **sliki 5**. Pri uporabljeni fluenci 1,16 J/cm^2 prvi laserski pulz ustvari seme za prihodnjo strukturo.

Dodatni pulzi pripomorejo k razvoju strukture in celotno obsevano območje postane prekrito z izrazito orientiranimi valovi. Preveč pulzov uniči valovito strukturo v središču obsevanega območja, toda na obrobju se struktura ohrani in celo dodatno razvije. Perioda med valovi je v povprečju okoli 580 nm. To je manj od valovne dolžine uporabljenega laserja pri $\lambda = 775$ nm, torej je perioda valov manjša za faktor 0,75. Valovi so bili orientirani pravokotno na polarizacijo laserskega žarka.

4 SKLEP

Študirali smo spremembe morfologije in sestave tankoplastnih sistemov pod vplivom pikosekundnih in femtosekundnih laserskih pulzov. S fluenco v obsegu 1–10 J/cm² smo modificirali površino sistemov WTi/Si in 5×(Ni/Ti)/Si. Pri pikosekundnih laserjih lahko površinske spremembe pripišemo toploti, ki se generira v tarči zaradi absorpcije laserskega sevanja. Površinske morfološke spremembe vključujejo ablacijo/odluščenje materiala tanke plasti, delno modifikacijo podlage, nastanek mozaičnih in zrnatih struktur in pojav hidrodinamskih vzorcev (pretaljeni material vključno z nanozrni in globulami). Pri obsevanju vzorcev na zraku nastane zelo tanka oksidna plast, sestavljena iz oksidov prisotnih komponent. Debelina te plasti raste s številom laserskih pulzov. V prvih nekaj nanometrih plasti prevladuje TiO₂ zaradi površinske segregacije titana.

S femtosekundnim laserjem smo obstreljevali tarčo z večplastno prevleko TiAlN/TiN, naneseno na jekleno podlago. Laserska fluenca v obsegu 1,16–116

J/cm² je omogočala vrsto modifikacij, od dobro definiranih paralelnih struktur na prevleki do globokih kraterjev na podlagi, odvisno od števila pulzov. Opazili nismo nobenih termičnih efektov na prevleki, saj je odparela. Do taljenja pa je prišlo na jekleni podlagi, ko je lasersko obsevanje odstranilo prevleko.

Zahvala

Ta raziskava je bila sofinancirana od Ministrstva za šolstvo in znanost Republike Srbije, pogodba št. OI 172019, in od Ministrstva za visoko šolstvo, znanost in tehnologijo Republike Slovenije.

6 LITERATURA

- [1] L. L. Sartinski, S. Barchikovski, N. Wagenda, B. M. Rud, I. I. Timofeeva, *Appl. Surf. Sci.*, 253 (2007), 4295
- [2] A. K. Mondal, S. Kumar, C. Blawent, N. B. Dahotre, *Surf. Coat. Technol.*, 202 (2008), 3187
- [3] I. Iordanova, V. Antonov, *Thin Solid Films*, 516 (2008), 7475
- [4] D. Bauerle, *Laser Processing and Chemistry*, Springer, Berlin, 2000
- [5] P. Stefanov, N. Minkovski, I. Belchev, I. Avramova, N. Sabotina, Ts. Marinova, *Appl. Surf. Sci.*, 253 (2006), 1046
- [6] B. N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte, F. von Alvesleben, A. Tunnermann, *Appl. Phys. A*, 63 (1996), 109
- [7] A. Han, D. Gubencu, G. Pillon, *Opt. Laser Technol.*, 37 (2005), 577
- [8] Z. Guo, J. Hu, J. Lain, A. N. Chumakov, *J. Mater. Proc. Technol.*, 184 (2007), 173
- [9] J. Kim, S. Na, *Opt. Laser Technol.*, 39 (2007), 1443
- [10] C. Momma, S. Nolte, B. N. Chichkov, F. V. Alvensleben, A. Tunnermann, *Appl. Surf. Sci.*, 109/110 (1997), 15
- [11] S. Petrović, D. Peruško, D. Milovanović, J. Kovač, M. Čekada, P. Panjan, B. Gaković, M. Trtica, *Journal of Optics*, 12 (2010), 075602
- [12] S. Petrović, D. Peruško, J. Kovač, M. Panjan, B. Gaković, B. Radak, Lj. Janković-Mandić, M. Trtica, *Surf. Coat. Technol.* DOI:10.1016/j.surfcoat.2011.07.035
- [13] B. Gakovic, C. Radu, M. Zamfirescu, B. Radak, M. Trtica, S. Petrovic, P. Panjan, F. Zupanic, C. Ristocu, I. N. Mihailescu, *Surf. Coat. Technol.*, 206 (2011), 411

STEREOMETRIČNA ANALIZA NANOMETRSKIH BEMITNIH PREVLEK

Milan Ambrožič¹, Andraž Kocjan², Tomaž Kosmač²

STROKOVNI ČLANEK

¹Fakulteta za naravoslovje in matematiko, Univerza v Mariboru, 2000 Maribor

²Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Preučevali smo morfološke lastnosti precipitiranih nanometrskih bemitnih prevlek na polirani površini aluminijevega oksida, nastalih s hidrolizo prahu aluminijevega nitrída (AlN) pri povišanih temperaturah. Izvedli smo teste hidrolize 3-odstotnih (masni delež) suspenzij AlN-prahu v temperaturnem območju 50–90 °C, da bi ocenili čas, potreben za sintezo prevlek na keramični površini. Te prevleke so bile sestavljene iz prepletenih lamel bemita, bolj ali manj pravokotnih na keramično površino, katerih velikost in ploščinska gostota sta zelo odvisni od temperature. Namen te raziskave je bila kvantitativna ocena nukleacije in rasti lamel. Na osnovi slik elektronskega mikroskopa smo uporabili tradicionalno stereometrično analizo prevlek in izračunali ustrezne geometrijske parametre lamel. Kljub temperaturni odvisnosti velikosti in ploščinske gostote lamel je bila specifična prostornina prevlek (izražena kot njihova efektivna debelina) podobna za vse temperature.

Ključne besede: stereometrična analiza, bemitna prevleka, hidroliza aluminijevega nitrída

Stereometric analysis of nanostructured boehmite coatings

ABSTRACT

We studied morphological properties of precipitated nanostructured boehmite coatings on a polished alumina surface by exploiting aluminum nitride (AlN) powder hydrolysis at elevated temperatures. The hydrolysis tests of the mass fraction of AlN powder suspension 3 % in the temperature range 50–90 °C were performed in order to estimate the time needed for the synthesis of the coatings on the ceramic surfaces. The coatings consisted of interlocked boehmite lamellas, positioned more or less perpendicularly to the ceramic surface, and they exhibited a strong temperature-dependent size and surface density. The aim of this research was the quantitative assessment of the lamellas' nucleation and growth. Based on the electron microscopy micrographs, the traditional stereometric analysis of the as-prepared coatings was performed, in order to estimate the relevant geometric parameters of lamellas. In spite of the temperature-dependent lamellas' size and surface density, the specific volume of the coatings (expressed as their effective thickness) was similar for all synthesis temperatures.

Keywords: stereometric analysis, boehmite coating, hydrolysis of aluminum nitride

1 UVOD

Hidroliza prahu aluminijevega nitrída (AlN) v stiku z vodo je že dolgo znan pojav in v začetku dvajsetega stoletja, pred odkritjem Haber-Boschovega postopka, so jo izkoriščali za pridobivanje amonijaka. V zadnjem času pa uporabljajo AlN tudi kot reaktant za izdelavo goste ali pa porozne keramike na osnovi postopka HAS (angl. *hydrolysis-assisted solidification*). Pri tem postopku poteka pri povišani temperaturi hidroliza in strjevanje vodne suspenzije keramičnega

prahu v neprepustnem kalupu, na primer pri pripravi cirkonijevega ali aluminijevega oksida [1–5].

Če potopimo keramično ploščico v vodno suspenzijo AlN, lahko pride do heterogene precipitacije bemitne strukture na njeni površini [6]. Bemitno plast sestavljajo značilni lamelarni delci, ki so pravokotni na površino in med seboj zelo prepleteni [7, 8]. Zaradi takšne kompleksne geometrije je za oceno raznih parametrov delcev, kot so njihova površinska gostota, oblika in velikost, zelo težko uporabljati standardne tehnike, npr. mikroskopijo na atomsko silo, optično in kontaktno profilometrijo. Namesto tega si lahko pomagamo s stereometrično analizo, multidisciplinarno tehniko za kvantitativno oceno tridimenzionalne (3D) kompleksne strukture na osnovi slik dvodimenzionalnih (2D) prereзов, dobljenih z optično ali elektronsko mikroskopijo [8, 9]. V primeru bemitnih prevlek uporabimo npr. slike vrstične elektronske mikroskopije (SEM) pri primerni povečavi, tako da so podrobnosti dovolj velike, hkrati pa je na sliki dovolj bemitnih lamel za statistično obdelavo.

V raziskavi smo izvedli hidrolizne poskuse s 3-odstotnimi (masni delež) praškovnimi suspenzijami aluminijevega nitrída (AlN) v temperaturnem območju 50–90 °C. Med drugim smo izmerili temperaturni porast suspenzij (eksotermna reakcija!), da bi ocenili čas, potreben za nastanek bemitnih prevlek na poliranih površinah v suspenzijo potopljene korundne keramike (Al₂O₃). Opravili smo stereometrično analizo SEM-slik teh prevlek in ocenili ploščinsko gostoto lamel ter njihovo širino, višino in debelino, potem pa izračunali še efektivno debelino prevlek, to je njihovo prostornino na enoto površine podlage, specifično površino in parameter povečanja površine (S_{dr}); njihove definicije so podane v tretjem poglavju.

2 PRIPRAVA MATERIALOV IN OPAZOVANJE LAMEL

Korundne keramične podlage v obliki okroglih ploščic (premer $\Phi = 15,5$ mm, debelina $h = 2$ mm) smo pripravili iz komercialnih prahov Ceralox alumina APA 0.5 (Sasol, ZDA) s sintranjem pri temperaturi 1550 °C štiri ure v zraku. Eno stran ploščic smo brusili in polirali, neposredno pred hidrolizo pa smo ploščice po vrsti očistili z acetonom, etanolom in z deionizirano vodo v ultrazvočni kopeli.

Potem smo ploščice potopili v deionizirano vodo pri različnih temperaturah: 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C

in 90 °C. Nato smo – 30 s po potopitvi ploščic – dodali vodi prah aluminijevega nitrida (AlN, H. C. Starck, Berlin), tako da smo dobili 3-odstotno (masni delež) AlN-suspenzijo. Po določenem času (gl. spodaj o določitvi primerne časa v odvisnosti od izbrane temperature) smo vzeli ploščice iz suspenzije, jih očistili z deionizirano vodo, posušili in shranili.

Vzorci smo opazovali z SEM-mikroskopom na poljsko emisijo (Supra 35LV; Carl Zeiss, Oberkochen, Nemčija) pri delovni napetosti 1 kV in 300 000-kratni povečavi. Za ugotavljanje višine bemitnih lamel smo vzorce nagnili za 30°. S teh slik smo lahko ugotovili višino in širino lamel ter seveda njihovo število na enoto plosčine podlage. Za meritev debelin lamel, ki so bile veliko manjše od drugih dimenzij, pa smo morali uporabiti presewni elektronski mikroskop (TEM; JEM-2100, JEOL, Tokyo) pri delovni napetosti 200 kV.

3 REZULTATI IN RAZPRAVA

3.1 Segrevanje suspenzij pri hidrolizi AlN-prahu

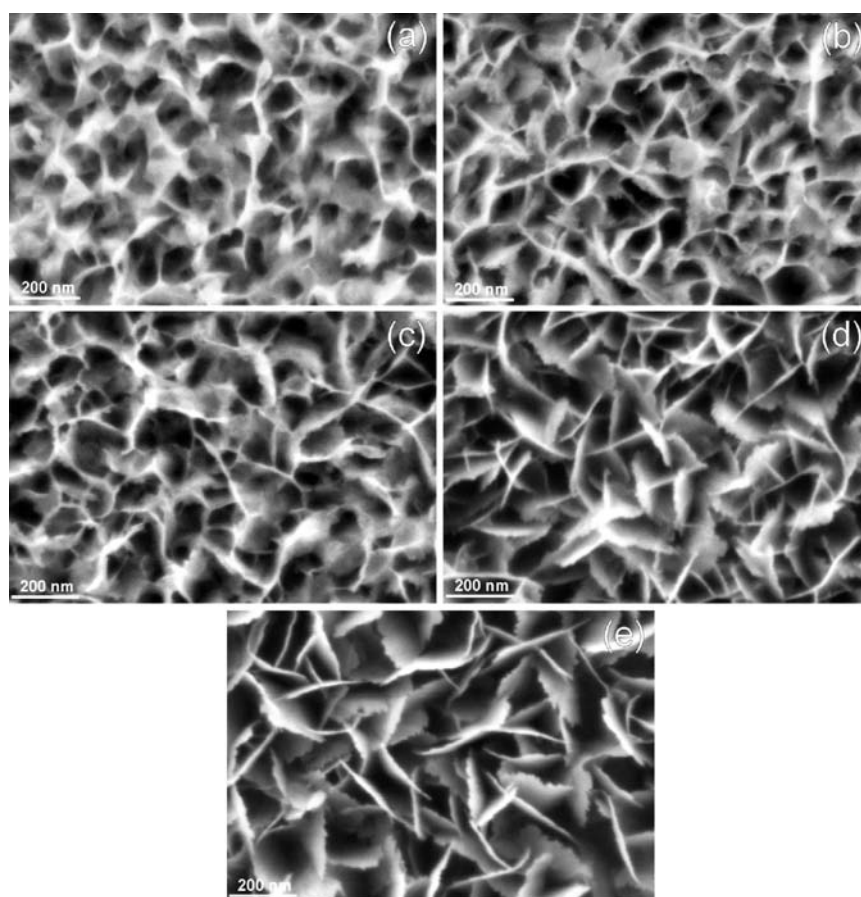
Glede na eksotermno naravo hidrolize AlN smo opazovali naraščanje temperature suspenzij s časom za različne začetne temperature. Največje spremembe

temperatur ΔT za suspenzije z začetnimi temperaturami 50 °C, 60 °C in 70 °C so bile po vrsti 17,8 °C, 16,6 °C in 17,2 °C, medtem ko sta suspenziji z začetnima temperaturama 80 °C in 90 °C zaradi sproščene toplote zavreli. Z višjo začetno temperaturo je temperatura suspenzij tudi hitreje naraščala s časom do doseženega maksimuma, nato pa je temperatura spet padla.

Izmerili smo čase t_M za doseganja maksimuma temperature: 50 min, 27 min in 12,5 min za začetne temperature 50 °C, 60 °C in 70 °C. Za temperaturi 80 °C in 90 °C pa smo lahko naredili le grobo oceno časov: 8,5 min in 5 min. Pozneje smo z analizo faz ugotovili, da omenjenim časom t_M ustreza 90 % reagiranega AlN in konec hitre rasti bemitnih plasti. V nadaljnjih poskusih smo uporabili te izmerjene/ocenjene čase za hidrolizo in potem vzorce takoj vzeli iz suspenzije.

3.2 Opazovanje bemitnih prevlek

SEM-slike za različne začetne temperature suspenzij prikazuje **slika 1**. Lamelle povsem prekrivajo Al₂O₃-podlago, so pravokotne nanjo in med seboj prepletene. S slik je razvidno, da dobimo pri višjih



Slika 1: SEM-slike nanometrskih bemitnih prevlek na Al₂O₃-podlagi pri začetnih temperaturah suspenzij: 50 °C (a), 60 °C (b), 70 °C (c), 80 °C (d) in 90 °C (e)

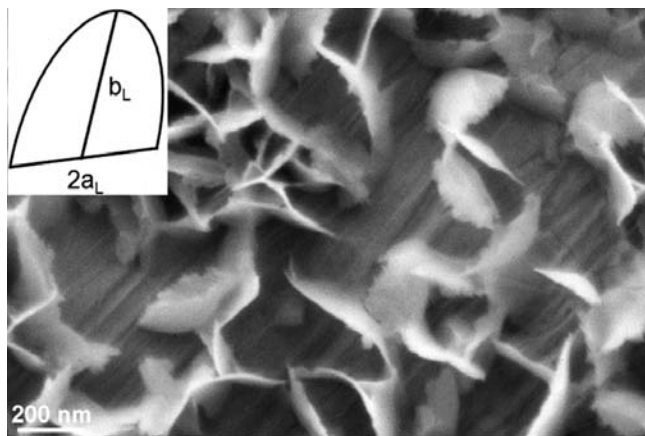
temperaturah manj lamel, a so večje. Zato se pojavi vprašanje, ali je njihova skupna prostornina morda v vseh primerih podobna.

3.3 Stereometrična analiza

Na osnovi SEM-slik smo izvedli stereometrično analizo bemitnih lamel. Najprej smo večkrat prešteli in povprečili število lamel, ki sekajo poljubno izbrano ravno črto na sliki, potem smo iz tega podatka in povečave izračunali število lamel na ploščinsko enoto podlage (N/S , **tabela 1**). Ploščinska gostota N/S je bila približno padajoča linearna funkcija temperature: v območju od 50 °C do 90 °C se je zmanjšala trikrat. Lamelle, prikazane na **sliki 1**, ki so nastale v omenjenih razmerah, so bile pregoste in preveč prepletene, da bi se dalo razbrati razsežnosti ene same lamelle.

Zato smo dodatno sintetizirali prevleke pri spremenjenih pogojih: namesto 3-odstotne suspenzije smo uporabili 0,1-odstotno. Količina AlN v suspenziji je bila v tem primeru dovolj majhna, da površina Al_2O_3 ni bila v celoti prekrita z bemitno prevleko in je bilo lažje opazovati geometrijo posameznih lamel (**slika 2**). Lamelo lahko aproksimiramo kot poleiptično tanko ploščico z dimenzijami $2a_L$ (širina ali dvojna eliptična vodoravna polos), b_L (višina ali navpična eliptična polos) in d_L (debelina) [9].

Na slikah smo lahko neposredno izmerili povprečno širino lamel $2a_L$, za kar smo vzeli povprečje širin desetih lamel. Da bi lahko izmerili višino b_L , je bilo treba podlage v SEM-mikroskopu nagniti za kot 30°, ker so lamelle pravokotne na podlago in iz »tlorisa« pač ne moremo razbrati višin. Izmerjene vrednosti $2a_L$ in b_L so v **tabeli 1**. Že iz SEM-slik je razvidno, da je tretji parameter lamel, debelina d_L , velikostnega reda nekaj nanometrov. Za njegovo natančnejšo meritev smo uporabili TEM na vzorcu desetih lamel in ugotovili: $d_L = (3,3 \pm 0,5)$ nm, ne glede na začetno temperaturo suspenzije. (Zaradi



Slika 2: SEM-slike nanometrskih bemitnih prevlek na Al_2O_3 podlagi; 0,1-odstotna AlN-suspenzija, 90 °C

dokaj velike nenatančnosti smo potem v nadaljnjih računih uporabili zaokroženo vrednost 3 nm.) Opazili smo, da so tudi posamezna kristalna zrna, iz katerih so narejene polikristalne lamelle, vedno približno enake velikosti, okrog 6 nm, ne glede na začetno temperaturo suspenzij. Splošno je znano, da imajo monokristali bemita lamelarno strukturo, ker med kristalizacijo rastejo samo v dveh smereh; zato ni čudno, da so tudi njihovi agregati v prevlekah lamelarni delci.

Z opisanimi parametri lahko izračunamo efektivno debelino bemitnih prevlek, to je njihovo prostornino V_B na ploščinsko enoto podlage:

$$h_{\text{ef}} = \frac{V_B}{S} = \frac{1}{2} \cdot \frac{N}{S} \cdot \pi \cdot a_L b_L d_L \quad (1)$$

Rezultati računa so prikazani v **tabeli 1** in ugotavljamo, da so efektivne debeline plasti v vseh primerih podobne, okrog 8 nm.

Podobno izračunamo tudi specifično površino prevlek, to je površino S_B vseh polelips na enoto njihove mase m_B :

$$S_{\text{spec}} = \frac{S_B}{m_B} = \frac{2}{\rho d_L} \quad (2)$$

kjer je gostota bemita $\rho = 3,03 \text{ g/cm}^3$. Enačba (2) je preprostejša kot (1) zato, ker se parametra a_L in b_L , ki se pojavljata tako pri izračunu površine kot mase, krajšata. S podatkom $d_L \approx 3 \text{ nm}$ dobimo $S_{\text{spec}} = 222 \text{ m}^2/\text{g}$. Zanimarili smo del površine, ki jo dobimo na ukrivljenem obodu poleiptične lamelle, ker je debelina majhna.

Nazadnje izračunamo parameter povečanja površine (S_{dr}), to je površino S_B vseh polelips na ploščinsko enoto podlage:

$$S_{\text{dr}} = \frac{S_B}{S} = \frac{N}{S} \cdot \pi \cdot a_L b_L \quad (3)$$

Rezultati meritev in izračunov so prikazani v **tabeli 1**.

Tabela 1: Parametri bemitnih prevlek, izmerjeni na osnovi SEM-slik ali izračunani s stereometrično analizo

$T/^\circ\text{C}$	$(N/S)/\mu\text{m}^{-2}$	$2a_L/\text{nm}$	b_L/nm	h_{ef}/nm	$S_{\text{dr}}/\%$
50	158 ± 12	135 ± 18	159 ± 34	8,0	550
60	125 ± 8	159 ± 23	176 ± 19	8,2	637
70	103 ± 4	188 ± 23	196 ± 24	8,9	610
80	72 ± 3	223 ± 23	222 ± 16	8,4	572
90	51 ± 4	259 ± 41	237 ± 16	7,4	505

Visoke vrednosti S_{spec} in S_{dr} prevlek so med glavnimi razlogi za njihovo morebitno uporabnost, npr. v zobozdravstvu, saj povečana površina izboljša adhezijo, npr. med cirkonijevim oksidom ZrO_2 in veznim cementom.

4 SKLEP

S stereometrično analizo bemitnih prevlek na korundni keramiki smo ugotovili, da imajo podobno prostornino na enoto ploščine podlage za različne začetne temperature vhodne suspenzije prahu AlN. Prevleke so sestavljene iz poleiptičnih ploščic, ki jih je pri višjih začetnih temperaturah sicer manj, a so večje. Njihova debelina pa je v vseh primerih približno enaka, okrog 3 nm.

5 LITERATURA

- [1] Aleš Dakskobler, Andraž Kocjan, Tomaž Kosmač, *J. Am. Ceram. Soc.*, 94 (2011), 1374–1379
- [2] Kristoffer Krnel, Andraž Kocjan, Tomaž Kosmač, *J. Am. Ceram. Soc.*, 92 (2009), 2451–2454
- [3] Peter Jevnikar, Kristoffer Krnel, Andraž Kocjan, Nenad Funduk, Tomaž Kosmač, *Dent. Mater.*, 26 (2010), 688–696
- [4] S. C. Zhang, A. Kocjan, F. Lehmann, T. Kosmač, M. Kern, *Eur. J. Oral. Sci.*, 118 (2010), 396–403
- [5] Andraž Kocjan, Aleš Dakskobler, Tomaž Kosmač, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 8 (2011), 848–853
- [6] J. P. Jolivet, *Metal oxide chemistry and synthesis—from solution to solid state*. Chichester: Wiley 2000
- [7] P. Euzen, P. Raybaud, X. Krokidis, H. Toulhoat, J. L. Le Loarer, J. P. Jolivet, C. Froidefond, »Alumina«, *Handbook of Porous Solids*
- [8] M. Kališnik, Temelji stereologije, *Stereologia Yugoslavia* 3 (1982), 1
- [9] Andraž Kocjan, Aleš Dakskobler, Kristoffer Krnel, Tomaž Kosmač, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 31 (2011), 815–823

BOŠKOVIČEV VAKUUM (ob 300-letnici rojstva slovitega Hrvata)

Stanislav Južnič

ZNAJSTVENI ČLANEK

Univerza v Oklahomi, Oddelek za zgodovino znanosti, Norman, Oklahoma, ZDA / Občina Kostel, 1336 Kostel

POVZETEK

Bošković je s svojim opisom praznega in sil v njem zaznamoval svoj čas, prav tako pa našo fiziko. Ob Boškovičevi tristoletnici rojstva opisujemo njegovo pojmovanje vakuuma in dva vakuumska poskusa, povezana z njegovim imenom: primerjava med praznim in z vodo napolnjenim teleskopom ter potovanje z vakuumskim balonom, kot ga je opeval Boškovičev študent in dubrovniški rojak Brno Džamanjić (Zamagna).

Ključne besede: Brno Džamanjić (Zamagna), Ruđer Bošković, zgodovina vakuumskih tehnik, zgodovina astronomije, zgodovina letalstva

Bošković's Vacuum (300th anniversary of birth of the famous Croatian)

ABSTRACT

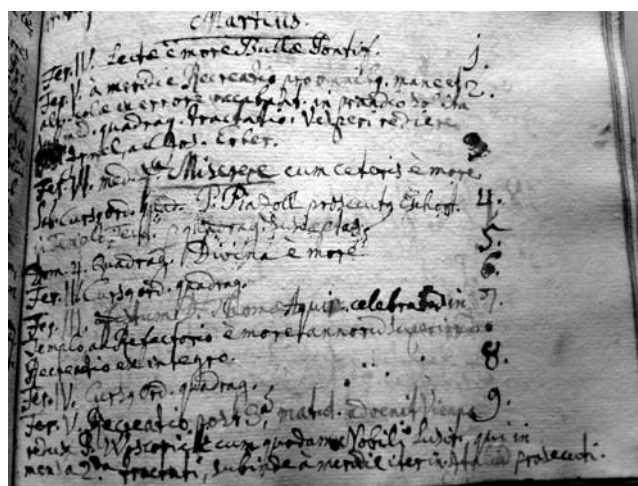
Bošković's description of vacuum and forces within it were put in the physicists' limelight of his and eventually also of our times. On 300th anniversary of Bošković's birth his vacuum theory and two vacuum experiments connected with his name were described. One of them was Bošković's appeal for water-filled and vacuum telescopic observation of parallax, and the other was vacuum balloon versified by Bošković's Ragusa compatriot and student Brno Džamanjić (Zamagna).

Keywords: Brno Džamanjić (Zamagna), Ruđer Bošković, history of vacuum techniques, history of astronomy, history of aeronautics

1 UVOD

Gibanje v vakuumu je bilo najtrši oreh Aristotelove fizike, ki je prevladovala v Evropi in v arabskih deželah domala natančno dve tisočletji. Kljub prepričljivim poskusom Torricellija, Guerickeja, Boyla in Pascala se iz zamotanih čeri gibanj v praznem prostoru nista znala razrešiti celo misleca tolikšne ravni, kot sta bila Descartes ali Leibniz. Bošković je bil prvi, ki se mu je posrečila dolgo pričakovana razlaga vakuuma z upoštevanjem Aristotelovih tradicij, Newtonove fizike in Leibnizove narave, ki ne dela skokov. Bošković si je vakuum zamislil kot domovanje množice nedeljivih točkastih središč sil brez dimenzij, prednic sodobnih atomov ali celo osnovnih delcev. Domiselna Boškovičeva fizika je po najmanj treh njegovih obiskih v Ljubljani postala temelj ljubljanskih predavanj fizike, prav tako pa srž pouka v vsej srednji Evropi najmanj tri generacije, ki so vključevale Boškovičevega dunajskega prijatelja Karla Scherfferja, Scherfferjevega učenca Gabrijela Gruberja, Gruberjevega študenta Jurija Vego, Vego-vega dijaka ...

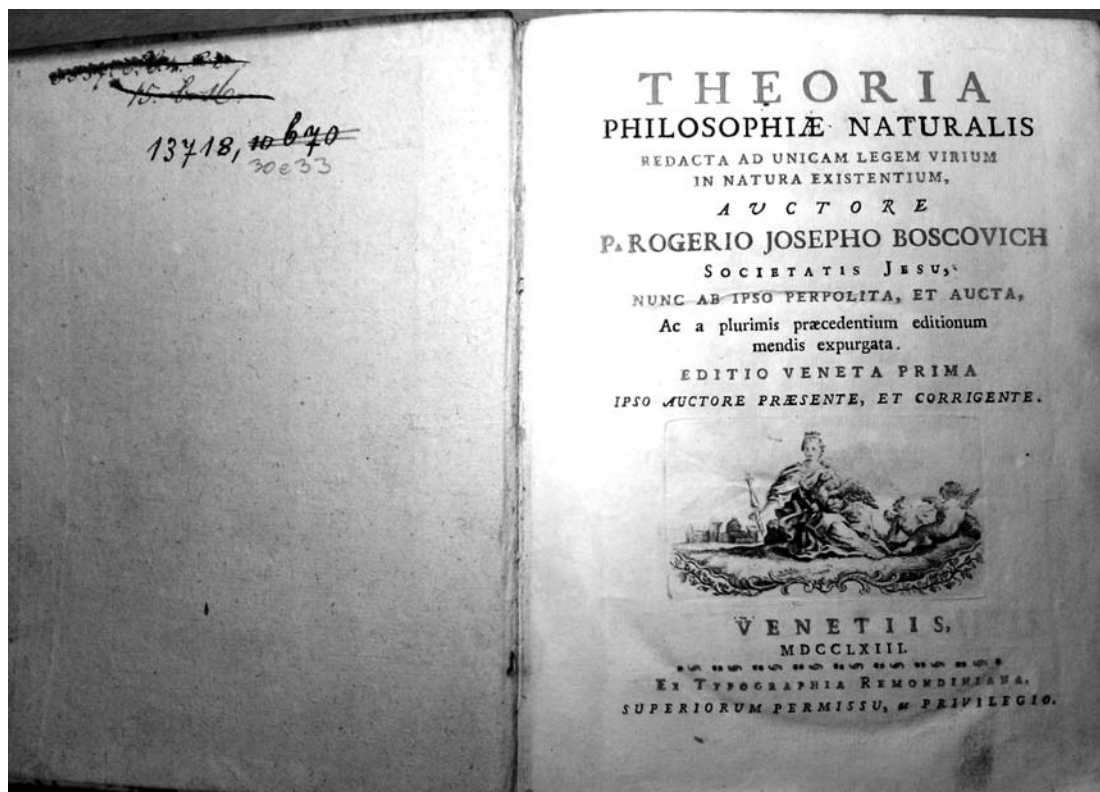
Teorijska rešitev Aristotelove zagate je pestila toliko mislecev, podložnih verskim dogmam, da niso videli drugega izhoda razen za rep privlečene domneve o nemogočem vakuumu, ki pa ga zna ustvariti vsemogočni Bog. Bošković jih je rešil tovrstnih tegob, obenem pa je bil domet njegovih zaslug velik tudi na eksperimentalni ravni. Opisali bomo predvsem dve, povezani z vakuumskimi tehnikami tedanjih dni: meritev hitrosti svetlobe v praznem prostoru oziroma v vodi za razrešitev spora



Slika 1: Bernard Ferdinand Erbergov(?) zapis o Boškovičevi prenočitvi pri ljubljanskih jezuitih 9. marca 1758 (Erberg, 1758, list 1742^f)



Slika 2: Spominska plošča na Boškovičevi hiši v Dubrovniku



Slika 3: Beneška izdaja poglavitnega Boškovičevega dela (1763) pri ljubljanskih frančiškanih (z dovoljenjem prof. dr. Mirana Špeliča, OFM).

med zagovorniki delčne in valovne narave svetlobe ter raziskovanje vakuuma v Sončevem sistemu kot podlaga za polet z vakuumskim balonom.

2 BOŠKOVIČEV TELESKOP

Newton je bil prepričan, da svetlobo sestavljajo delci. Huygens in Euler sta imela raje valove, medtem ko si je Descartes slednjima v prid vse skupaj raje predstavljal kot pritisk med svetilom in opazovalcem. Boškovič je občudoval Newtona, čeprav je občasno podvomil v vseobsežnost njegovega gravitacijskega zakona. Da bi razvozlal osnovni spor tedanje optike, je leta 1768, kot profesor matematike v Pavii in nato na milanski dvorni (palatinski) šoli, predlagal meritev s teleskopoma. Enemu je nameraval cev napolniti z vodo, pri drugem pa je hotel opazovati zvezdo skozi vakuum oziroma zrak. O domisljici je pisal prijatelju Lalandu (1773),¹ pariškemu prostožidarskemu astronomu; le-ta je Boškovičeve nasvete seveda nemudoma objavil v učbeniku, natisnjenem leta 1781.

¹ Tomić, 2005, 263

² Tomić, 2005, 267

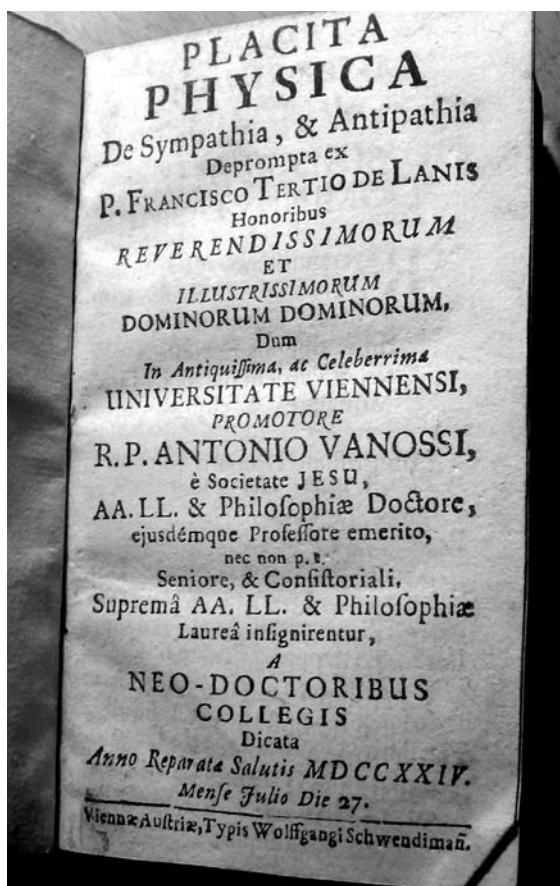
³ Tomić, 2005, 268

Boškovič je domneval, da bo med pogledoma skozi teleskop s prazno cevjo in onim s cevjo, polno vode, opazil spremembo kota aberacije te ali one zvezde stalnice. James Bradley (* 1693; † 1762) je v Londonu leta 1725 in 1728 prvi opazil aberacijo kot majhno elipso, ki jo opiše slika navpično opazovane zvezde med letno eliptično potjo Zemlje okoli Sonca.² Elipsa postane odsev Zemljine lastne poti. Domiselni Boškovič je sklepal, da se mora takšna elipsa povečati pri opazovanju skozi cev teleskopa, napolnjeno z vodo. Nadebudni jezuit je vedel, da se hitrost svetlobnih valov zmanjša v vodi in s tem poveča kot aberacije. Delcem svetlobe pa bi se, nasprotno, kot aberacije povečal v vodi. Tako je hotel ujeti dve muhi na en mah: potrditi Kopernikovo kroženje Zemlje, za povrhu pa še odločiti zagato med delci in valovi svetlobe.

Zaradi sporov v jezuitski opazovalnici Brera blizu strogega središča Milana Boškovič ni mogel postaviti svojega poskusa med vrliimi Lahii; znova ga je opisal v svojih zbranih delih leta 1785,³ le malo pred svojo nič kaj prijetno smrtjo. Britanski nadaljevalec Boškovičevih domisljic, Škot John Robison (* 1733 Boggall pri Glasgowu; † 30. 1.

1805 Edinburgh), je leta 1788 in 1790 ugotavljal, da bi Boškovičeva primerjava med vodnim in vakuumskim teleskopom omogočila dokaz absolutnega gibanja Zemlje; pričakoval je neuspeh, torej nič kaj obetajoč enak rezultat za pogleda skozi oba teleskopa. Podobnih misli je bil Robisonov prijatelj, glasgowski asistent praktične astronomije Patrick Wilson (* 1743; † 1811).⁴

Kmalu se je njuni skepsi pridružil še Augustin-Jean Fresnel onstran Rokavskega preliva leta 1818. Boškovičevi napravi je preizkusil komaj marca in jeseni leta 1871 direktor cambriške opazovalnice Georg Biddell Airy (* 1801; † 1892) na zvezdi γ Draconis.⁵ Po svoje pa je kar sreča, da si česa podobnega ni privoščil sam Boškovič. Robison je namreč prerokoval povsem pravilno. Vrli Airy namreč ni izmeril prav nobene razlike ob meritvah skozi prazen in z vodo napolnjen teleskop, kar bi nepotrpežljivega Boškoviča gotovo pognalo v bes. Airy pa je bil že tako posebnež, saj se ni prav nič

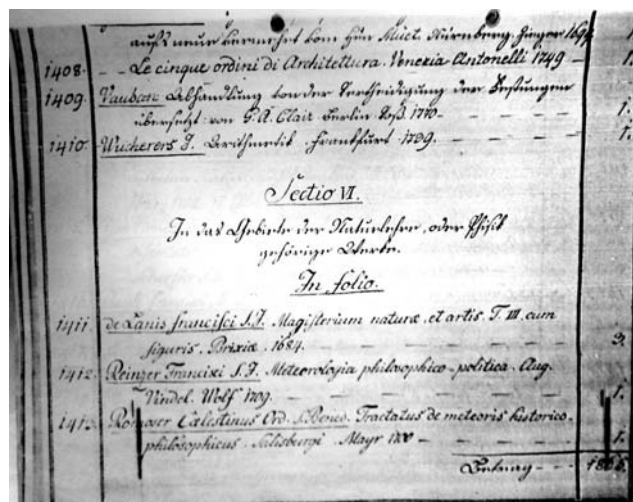


Slika 4: Naslovna stran Lanove Fizike v natisu iz leta 1724 pri ljubljanskih frančiškanih (z dovoljenjem prof. dr. Mirana Špeliča, OFM)



Slika 5: Signatura Lanove Fizike v natisu iz leta 1724 pri ljubljanskih frančiškanih (z dovoljenjem prof. dr. Mirana Špeliča, OFM)

zmenil za novoodkritega Neptuna, še manj pa mu je bilo mar Faradayevih domislic; sama kraljica Viktorija je kar štirikrat preslišala predloge, naj jeznoritega Airya poviša v naziv »sir«, dokler se končno ni le vdala njegovim nespornim znanstvenim zaslugam julija 1872 in mu privoščila udarec z mečem za modro kri. Airyjeva za marsikoga presenetljiva meritev je postala eden temeljev reform fizikalnega sveta v Einsteinovi teoriji relativnosti,⁶ ki pa je Airy ni več doživel; gotovo bi se mu zdela za lase privlečena, ko pa ni mogel prebaviti niti Faradayeve teorije polja.

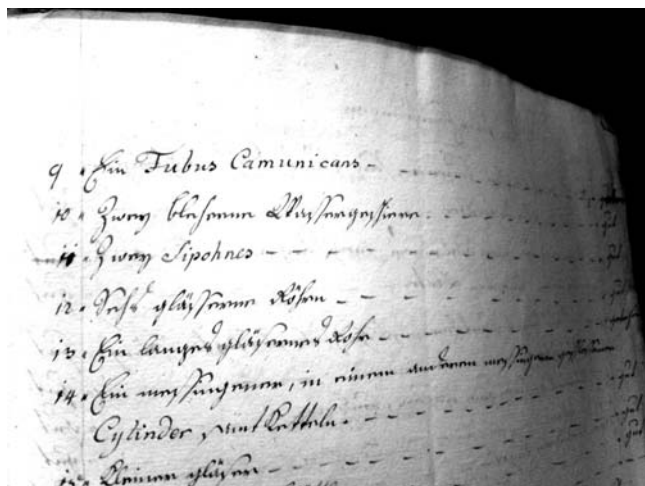


Slika 6: Lanov *Magisterium* (1684) v popisu ljubljanskega licejskega knjižničarja Wilda leta 1800 (Wilde, 1803. stran 117, številka 1408)

⁴ Wilson, 1782, 58

⁵ Airy, 1871–1872, 37

⁶ Tomić, 2005, 270



Slika 10: Vakuumske naprave Kranjske kmetijske družbe v Ambschloovem popisu iz leta 1785. (Ambschell, 1785)

njič je povzel dosežke profesorja matematike v Pisi in v Rimu, učenca Galilejevega učenca Benedetta Castellija, Giovannija Alfonsa Borella (* 1608 Neapelj; † 1679 šola pijaristov v Rimu); le-ta je slovel kot eden vodilnih raziskovalcev letenja. Borelli je zavrnil posnemanje ptičev zavoljo prešibkih človeških mišic, oporekal pa je tudi stabilnosti vakuumskih krogel Lanovega plovila. Zgodovina mu je v obeh primerih dala prav.

Džamanjiča je zanimalo mnenje Newtona⁹ in Boškoviča o sestavi atmosfere Lune,¹⁰ prav tako pa Boškovičev model Severnega sija.¹¹ Opisal je Boškovičevo prigodo z nameravanim ogledom prehoda Venere v Kaliforniji leta 1769 s Kuničevo slavnostno pesmijo; žal se je Boškovičeva pot ponesrečila, saj so španski lastniki Kalifornije prepovedali Boškovičeve sobrate jezuite. Zvesti Džamanjič je nadaljeval poročilo o Boškovičevi bolezni v Carigradu,¹² kjer je Boškovič znova brez haska skušal doživeti prehod Venere. Seveda je Džamanjič zavrnil zastarel strah pred praznim, imenovan *horror vacui*,¹³ v pomoč sta mu bila mnenja francoskega minorita Mersenna in Skota.¹⁴

Džamanjičeva potnika sta kot prava zračna vakuumska pomorščaka uporabljala Harrisonovo pomorsko uro za točno določanje položaja njenega vakuumskega plovila;¹⁵ nista pozabila s seboj vzeti kompas in zemljevide, posebej pa ju je zanimala navpična razporeditev oblakov. Tu je bila resnična čer, saj pred balonarji nihče ni zagotovo vedel, kako se oblaki vedejo do svojih spodnjih ali zgornjih sotrpinov.

Džamanjič je zgodbo svojih junakov pod štirimi vakuumskimi baloni povezal s tedaj modnim pionirskim cepljenjem proti kozam pri ubogi nevesti



Slika 11: Boškovičeva cesta v sodobnem Milanu, nedaleč od njegovega observatorija v Breri (foto: Taisa Štupar)

⁹ Džamanjič, 1768, 1: 6

¹⁰ Džamanjič, 1768, 1: 7, 2: 54

¹¹ Džamanjič, 1768, 1: 8

¹² Džamanjič, 1768, 1: 2: 70–72

¹³ Džamanjič, 1768, 1: 11

¹⁴ Džamanjič, 1768, 2: 46

¹⁵ Džamanjič, 1768, 2: 54

cesarjeviča Jožefa II. in na dvoru njegove matere Marije Terezije;¹⁶ predvsem se je skliceval na angleškega proizvajalca vakuumskih naprav Benjamina Martina,¹⁷ Kopernika in francoskega misleca neskončnosti svetov, Bernarda le Bouyiera de Fontenella (* 1657; † 1757).¹⁸

4 SKLEP

Vakuumska tehnika Boškovičevih dni je močno prehitela jezuitski pouk fizike na šolah katoliških dežel, vključno z našo belo Ljubljano. Delovanje vakuumskih črpalk je bilo očitno učinkovito in Aristotel, Descartes ali Leibniz niso upravičeno dvomili v obstojnost praznega prostora. Dejstva se niso skladala s teorijo in Heglova »tem slabše za dejstva« je bila brez haska, saj je bil pogumni Hegel rojen šele mnogo pozneje. Boškovič je prvi odkril ljubljanskim in drugim jezuitom všečno pot, po kateri je mogoče vakuum vcepiti v Aristotelov nauk z uporabo točkastih središč sil, ki so Boškovičeve dediče popeljale tudi k vakuumskemu teleskopu in k posrečeno zamišljenim vakuumskim balonom. Medtem ko je prva domislica že čez borih sto let doživela svoj epilog v viktorijanski Airyjevi Angliji, pa druga še čaka na nove iznajditelje novih mate-

rialov, ki bi se znali uspešno zoperstaviti visokim tlačnim razlikam ob površju vakuumskega balona. Morda čaka zaman, a nič ne de, kot pravijo hudomušni Lahi: če že ni res, je vsaj dobro izmišljeno (*se non è vero è ben trovato*).

5 LITERATURA

5.1 Arhivski rokopisi

- Ambshell, Anton. 7. 11. 1785. Arhiv Republike Slovenije, AS 533. Kranjska Kmetijska Družba, Spisi, Statut 1780–1820, Začetni dokumenti
- Erberg (?), Bernard Ferdinand. 9. 3. 1758. Diarium Ministri jezuitskega kolegija v Ljubljani. Arhiv Republike Slovenije. Ljubljana, AS 1073, Zbirka Rokopisov, I./40r (1754–1772), list številka 1742
- Wilde, Franz. 1803. Catalogi Librorum Bibliothecae Publicae Lycei Labacensis in Ducatu Carnioliae. Alphabethisches literarisches Verzeichniss der in der Laybacher Lycealbibliothek vorhandenen Werke (NUK, rokopisni oddelek)

5.2 Tiskana dela

- Airy, Georg Biddell. 1871–1872. *Proceedings of the Royal Society (London)*. 20: 35–39
- Džamanjić, Brno (Zamagna, Bernardo). 1768. *Navis aëria et elegiarum monobiblos*. Rim: Paullus Giunchius
- Tomić, Aleksandar. 2005. Ruđer Bošković i čestično-talasn dualizam. *Zbornik radova konferencije »Razvoj astronomije kod Srba III« Beograd 25.–28. April 2004* (ur. Dimitrijević, Milan S.) Beograd: Astronomsko društvo »Ruđer Bošković«. 263–271
- Wilson, Patrick. 1782. Experiments for determining by aberration of the fixed stars whether the rays of light pervading in different media ... *Phil. Trans.* 1782, 62: 58

¹⁶ Džamanjić, 1768, 2: 57–58

¹⁷ Džamanjić, 1768, 2: 62

¹⁸ Džamanjić, 1768, 2: 26, 66

DRUŠTVENE NOVICE

PREGLED KONFERENC V LETU 2012

39th International conference on metallurgical coatings & thin films – ICMCTF 2012

23.–27. april 2012, San Diego, ZDA
 (rok za povzetek: 1. oktober 2011)
www2.avs.org/conferences/icmctf

European materials research society spring meeting – EMRS

15.–17. maj 2012, Strasbourg, Francija
 rok za povzetek: 12. januar 2012
www.emrs-strasbourg.com

20th International conference on plasma surface interactions 2012

21.–25. maj 2012, Aachen, Nemčija
 (rok za povzetek: 9. december 2011)
www.congressa.de/PSI2012

2nd Austrian symposium on carbon based coatings

30.–31. maj 2012, Leoben, Avstrija
 rok za povzetek: 15. februar 2012
www.asmet.at/cbc2012

14th Joint vacuum conference – JVC-14

Vključuje tudi 12th European vacuum conference – EVC-12 in 19. mednarodno znanstveno srečanje »Vakuumska znanost in tehnika«
 4.–8. junij 2012, Dubrovnik, Hrvaška
 rok za povzetek: 5. marec 2012
www.jvc-evc-2012.com

8th Coatings science international conference – COSI 2012

25.–29. junij 2012, Noordwijk, Nizozemska
 (rok za povzetek: 15. december 2011)
www.coatings-science.com

6th International meeting on developments in materials, processes and applications of emerging technologies

2.–4. julij 2012, Alvar, Portugalska
 rok za povzetek: 15. marec 2012
www.mpa-meeting.com

63rd Annual meeting of the International society of electrochemistry

19.–24. avgust, Praga, Češka
 rok za povzetek: 1. marec 2012
event12.ise-online.org

23rd European conference on diamond, diamond-like materials, carbon nanotubes and nitrides – Diamond 2012

2.–6. september 2012, Granada, Španija
 rok za povzetek: 16. marec 2012
www.diamond-conference.elsevier.com

14nd Annual conference YUCOMAT

3.–7. september 2012, Herceg Novi, Črna gora
 rok za povzetek: 1. maj 2012
www.mrs-serbia.org.rs

39th International research conference Advances in printing and media technology – Graphic communication and beyond

9.–12. september 2012, Ljubljana
 rok za povzetek: 13. februar 2012
www.iarigai-ljubljana.org

The European corrosion congress – EUROCORR 2012

9.–13. september 2012, Istanbul, Turčija
 rok za povzetek: 10. februar 2012
www.eurocorr.org

13th International conference on plasma surface engineering – PSE 2012

10.–14. september 2012, Garmisch-Partenkirchen, Nemčija
 rok za povzetek: 31. januar 2012
www.pse2012.net

European materials research society fall meeting – EMRS

17.–21. september 2012, Varšava, Poljska
 rok za povzetek: 28. maj 2012
www.emrs-strasbourg.com

48th International conference on microelectronics, devices and materials – MIDEM 2012

19.–21. september 2012, Slovenija
 (rok za povzetek: spomladi 2012)
www.midem-drustvo.si/conferences.htm

20. mednarodna konferenca o materialih in tehnologijah

17.–19. oktober 2012, Portorož, Slovenija
 rok za povzetek: 20. september 2012
<http://konferenca2012.imt.si>

6th Vacuum and surface sciences conference of Asia and Australia (VASSCAA-6)

9.–13. oktober 2012, Islamabad, Pakistan
 rok za povzetek: 15. marec 2012
www.vasscaa6.com.pk

20th Congress of International federation for heat treatment and surface engineering

23.–25. oktober 2012, Peking, Kitajska
 rok za povzetek: 15. januar 2012
www.20ifhtse.org

OBVESTILO O TEČAJU OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE ZA MLADE RAZISKOVALCE

Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije – DVTS bo organiziralo dvodnevni tečaj Osnove vakuumske tehnike za mlade raziskovalce. Tečaj bo potekal v četrtek in petek, 15. in 16. marca 2012, na Institutu »Jožef Stefan« v Ljubljani, deloma pa tudi na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije. Obsegal bo teoretični in praktični del. Cena tečaja je 400 EUR (brez DDV). V ceni je všteta literatura (knjiga Vakuumska znanost in tehnika) in dve kosili.

Vsebina tečaja

Področja uporabe vakuumske tehnike, fizikalne osnove vakuumske tehnike, črpalke za grobi in srednji vakuum, črpalke za visoki in ultra visoki vakuum, vakuumski sistemi, meritve totalnega in parcialnega tlaka, metode iskanja netesnih mest, vakuumski materiali, vakuumski spoji in elementi, vakuumske tehnologije, čiščenje in priprava materialov za ultra visoki vakuum, fizikalni vakuumski poskusi (vaje), pomen in preiskave površin, neravnovesna stanja plina in plazma, ogled laboratorijev na IJS in na IMT.

Ciljne skupine

Tečaj je namenjen vsem mladim raziskovalcem s področja naravoslovnih znanosti in tehnike ter tudi drugim zainteresiranim, ki se srečujejo pri svojem delu z vakuumom.

Prijava in informacije

Kandidati se na tečaj prijavijo dr. Janezu Kovaču na elektronski naslov: janez.kovac@ijs.si ali po telefonu (01) 477 3403. Ob prijavi naj kandidati navedejo, iz katere organizacije/podjetja prihajajo in svoj naslov ter na katerem področju delujejo oz. katero vakuumsko področje jih najbolj zanima. Po tečaju bo poslan račun organizaciji/podjetju, od koder prihaja tečajnik.

Dr. Janez Kovač, tajnik DVTS
 Institut »Jožef Stefan«
 Jamova 39, Ljubljana
 tel. (01) 477 3403
 e-pošta: janez.kovac@ijs.si

TRIDESET LET VAKUUMISTA

Septembra je minilo trideset let od izdaje prve številke naše revije. Nekaj zgodovinskih utrinkov o začetku izhajanja je bilo že objavljenih ob preteklih jubilejih, kot je bila 40-letnica društva. Vakuumistu je bilo posvečeno kratko poglavje v sicer obširnem članku o zgodovini društva (J. Gasperič, *Vakuumist*, 19 (1993) 3, 4–14). Ob 20-letnici revije je takratni urednik opisal, kako so potekala prva leta izhajanja in kako se je odtlej revija vsebinsko razvijala (P. Panjan, *Vakuumist*, 21 (2001) 3, 34). Nekoliko bolj faktografski pregled čez zgodovino je bil objavljen leto kasneje (M. Čekada, *Vakuumist*, 22 (2002) 1, 29), temu prispevku pa je bil na štirih straneh dodan zgoščen pregled vseh strokovnih in znanstvenih člankov, objavljenih v letih 1981–2001. Omenimo še zapis o objavi arhiva revije na internetu (M. Čekada, *Vakuumist*, 24 (2005) 4, 50).

Največ sprememb, pa tudi najbolj očitna rast revije, je bilo v prvem desetletju njenega obstoja. Nato se je vsebina ustalila, nekoliko kasneje pa tudi oblika. Zadnja pomembnejša novost je bila prej omenjena vzpostavitev arhiva revije na internetu, ki je prosto dostopen na strani www.dvts.si/arhiv. Tam so na voljo vsi članki od prve številke naprej v obliki pdf-datotek, sprti pa dodajamo tudi številke, izdane v preteklem letu.

Verjetno nima smisla ponavljati ugotovitev, ki so bile že objavljene v zgoraj omenjenih prispevkih. Vseeno pa morda ne bo napak, če naredimo kratek kronološki pregled najpomembnejših mejnikov v razvoju naše revije.

leto	letnik/ številka	dogodek
1981	1	izid prve številke, urednik je mag. Andrej Pregelj
1983	4	objava prve fotografije
1986	10	namesto s pisalnim strojem je tekst pripravljen z računalnikom
1987	14	profesionalno oblikovanje strani, pravi tisk
1988	16/2	prenovljena naslovnica, opremljena s sliko
1989	17	broširan zvezek namesto ob robu spetih listov
1991	22	urejanje prevzame dr. Peter Panjan; začetek sofinanciranja od ministrstva za znanost in za šolstvo; začetek objavljanja »Nasvetov« izpod peresa dr. Jožeta Gasperiča
1992	27/2	poltrde platnice
1993	13/1	sprememba številčenja iz zaporednih števil v letnike
1993	13/3	prvi članek o zgodovini vakuumske tehnike dr. Stanislava Južniča
1999	19/3	današnja oblika naslovnice
2005	25/4	postavitev arhiva na internetu
2010	30/1	urejanja prevzame doc. dr. Miha Čekada
2011	31/1	objava prvih barvnih slik



VSEBINA

1. Splošveni vakuumisti (ob izidu prve številke Glasila)
2. Islovanje društva v slobodju sednjih dveh let - poročilo predsednika društva na obširni skupu 2. 4. 1981
3. Zbirka "Dobro vakuumske tehnike" januarja 1981
4. Uski senzorčni vakuumski krmilnici - Čekada, Jakič, 1982
5. Instrumenti za analizo plinov - poročila s učilne razstave v Čukcovu
6. Iskanje vakuumskih neternosti
7. Pomavitel info, a
8. Mednarodni dnevnost vakuumistov
9. In sesorici dr. Andrej Galo
10. Koledar posebnostnih vakuumskih pripravitev v letu 1981
11. Knjige Jugoslovenskih vinarjev v potrošja vakuuma

Splošveni vakuumisti

Izvršni odbor Društva za vakuumsko tehniko Slovenije je še pravec časa raziskoval o družbenem glasilu, ki bi omogočilo boljše obveščanje svojih članov o strokovnem dogajanju na področju vakuumske tehnike. Sprelo nam je s najljubši člani društva prebiti led in prve številke našega glasila "Vakuumist" je pred vami. Šeprav zasnovan še v skromni obliki, prepričani smo, da bomo s pomočjo vseh naših članov zagotovili redno izhajanje.

Kako smo izbrali naslov glasila? Kaj bo glasilo prinašalo in kako bo izhajalo? V diskusiji o naslovu je bilo več predlogov, npr.: Vakuum, Vakuumske novice, Vakuumski informativ, Vakuumist, Vakuumica, Vakuumica itd. Bili smo malce v zadregi katerega izbrati. Da bi bila odločitev lažja, smo izvedli med našimi člani anketo. Skrajna polovica oboje odločila se je odločila za naslov "Vakuumist", druga polovica pa se je opredelila za drugo ime. Da s izbrati



VSEBINA

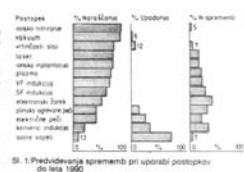
- Predstavitev enokomorne vakuumske pečl Ipsen VTC 324-R s homogenim plinskim hlajenjem pod visokim tlakom
- 15 godina rada Društva za vakuumsko tehniko Srbije
- Četrta združena vakuumska konferenca Jugoslavije, Avstrije in Madžarske
- Male vakuumske spojke
- Ogled firme Edwards v Veliki Britaniji
- Koledar
- Kratke novice in obvestila

PREDSTAVITEV ENOKOMORNE VAKUUMSKE PEČI IPSEN VTC 324-R S HOMOGENIM PLINSKIM HLAJENJEM POD VISOKIM TLAKOM

A. UVOD

Trend sprememb pri uporabi sodobnih komercialnih postopkov toplotne obdelave po izvedeni anketi (1) v svetu za razdobje 1985 do 1990, je prikazan na sliki 1. Za največje obdobje kažejo največje potencialno rast med komercialnimi postopki toplotne obdelave, toplotne obdelave v vrtnčastih stojih, toplotna obdelava z laserjem in ionska implantacija.

Na osnovi usmeritve Metalurškega inštituta (MI) v razvoj novih materialov in na osnovi trendov v Slovenskih železarnah (SZ) in v domači kovinsko-pretolovni industriji, smo se na MI odločili za nabavo



Slika 1: Predvidevanja sprememb pri uporabi postopkov do leta 1990

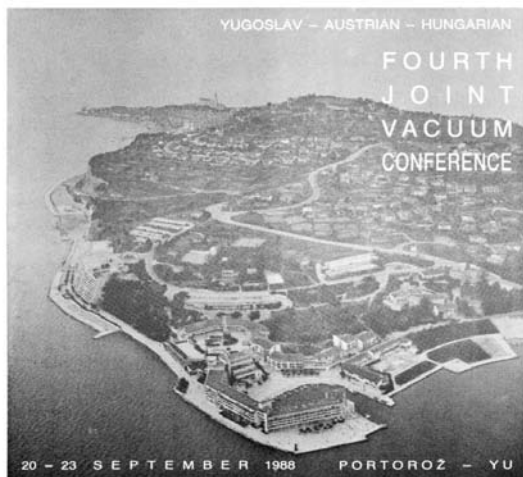
Slika 1: Prvih 13 števil (1981–1987) je imelo preprosto naslovnico, prvi članek se začne takoj za kazalom. Tekst je bil stavljen s pisalnim strojem do devete številke (1981–1985).

Slika 2: S 14. številko smo uvedli profesionalno oblikovanje, oblika revije pa je ostala nespremenjena.

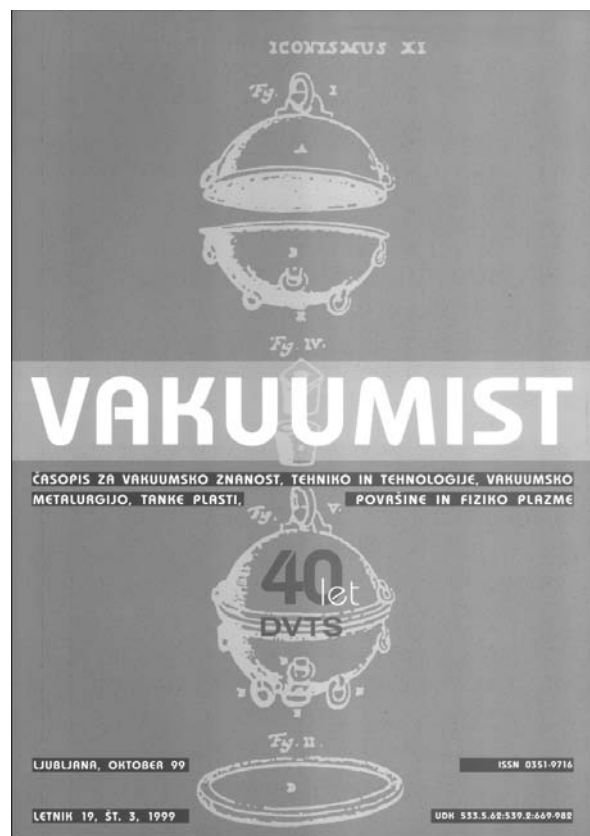
VAKUUMIST

GLASILO DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE

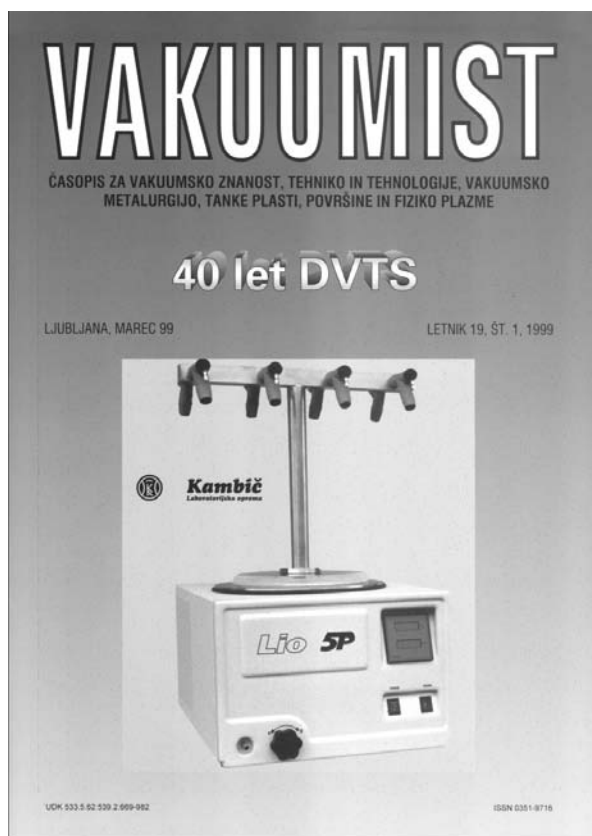
LJUBLJANA, DECEMBER 88, ŠTEVILKA 16 – 1988/2



Slika 3: Posodobljena oblika s sliko na naslovnici. Ta oblika je z manjšimi spremembami ostala v veljavi do leta 1998.



Slika 5: Prva številka z današnjo obliko naslovnice, ki obstaja že 13 let.



Slika 4: V začetku leta 1999 sta izšli dve številki z nekakšno vmesno obliko, vsaka z malce drugačno barvo ozadja.

Na koncu še malo statistike. V teh 30 letih smo izdali 93 številke na skupaj 3168 straneh. Objavili smo 458 strokovnih oz. znanstvenih člankov. Najbolj plodoviti pisci so dr. Stanislav Južnič (72-krat avtor ali soavtor članka), dr. Peter Panjan (70), in dr. Jože Gasperič (50), nad 15 člankov pa imajo še prof. dr. Miran Mozetič, doc. dr. Miha Čekada, mag. Andrej Pregelj in dr. Ingrid Milošev.

Kakšna je prihodnost revije? Posebej bi rad poudaril dve težavi. Prva je denar. Če smo sredi 90. let objavili tudi po sedem strani oglasov, je v tej številki le še ena. Sofinanciranje od države (Javna agencija za knjigo) je sicer stabilno, vendar se pogoji za sodelovanje na razpisu zaostrejejo, konkurenca je vse večja. To niti ne bi bil takšen problem, če bi tekmovali z enakimi. Vendar pa vedno več revij prehaja na izdajanje v angleškem jeziku, v izdajanje strogo znanstvenih člankov, kar pa je v nasprotju z osnovno idejo Vakuumista – da razširja znanje o vakuumu in sorodnih področjih v slovenščini, da povezuje domače pisce, skrbi za slovensko terminologijo itd. Za drugo težavo pa smo si precej krivi sami, to pa je pomanjkanje člankov. Resda smo vse bolj zasedeni, članki v Vakuumistu pa ne prinašajo teh vsemogočnih točk.

doc. dr. Miha Čekada
urednik Vakuumista

NAVODILA AVTORJEM PRI PRIPRAVI PRISPEVKOV

Tematsko Vakuumist obsega širše področje vakuumskih znanosti in tehnologij, fiziko in kemijo tankih plasti in površin, analitiko površin, fiziko plazme, vakuumsko metalurgijo ter zgodovino vakuumske znanosti. Vsebinsko objavljamo štiri skupine prispevkov:

- **znanstveni članki** o aktualnih raziskavah s področja vakuumske znanosti in sorodnih področij;
- **strokovni članki**, kot so predstavitev novosti v svetu, zgoščen pregled nekega področja, primeri uvajanja tehnologij v prakso ipd.;
- **praktični nasveti** reševanja konkretnih vakuumskih problemov v laboratoriju;
- **kratke novice** o društvenem dogajanju, organizaciji konferenc, predstavitve knjig ipd.

Znanstveni in strokovni prispevki so recenzirani. Če je članek sprejet (po recenzentovem in lektorjevem pregledu), avtor vrne popravljen članek uredniku Vakuumista. Prispevki morajo biti napisani v slovenskem jeziku.

Avtorji prispevka so v celoti odgovorni za vsebino objavljenega sestavka. Z objavo preidejo avtorske pravice na izdajatelja. Pri morebitnih kasnejših objavah mora biti periodična publikacija Vakuumist navedena kot vir.

VSEBINA ROKOPISA

Rokopis naj bo sestavljen iz naslednjih delov:

1. naslov članka (v slovenskem in angleškem jeziku)
 2. podatki o avtorjih (ime in priimek, institucija, naslov institucije)
 3. povzetek (v slovenskem in angleškem jeziku, 100–200 besed)
 4. ključne besede (v slovenskem in angleškem jeziku, 3–6 besed)
 5. besedilo članka v skladu s shemo IMRAD (uvod, eksperimentalne metode, rezultati in diskusija, sklepi)
 6. seznam literature
 7. morebitne tabele z nadnapisi
 8. podnapisi k slikam
 9. slike (risbe, fotografije), ki naj bodo priložene posebej
- Praktični nasveti in kratke novice so brez povzetka, ključnih besed in literature, vsebinska zasnova besedila pa ni strogo določena.

TEHNIČNE ZAHTEVE ZA ROKOPIS

- Tekst naj bo shranjen v formatu doc, docx ali rtf. Formata tex ali pdf za tekst nista primerna.
- V dokumentu naj bo čim manj avtomatskih indeksov, križnih povezav (linkov) in stilističnih posebnosti (različni font, formati, poravnave, deljenje besed). Pri oblikovanju se omejite na ukaze **mastno**, *poševno*, ^{indeks} ^{potenca} in posebni znaki. Formule oblikujte bodisi tekstovno ali z urejevalnikom (npr. equation editor), lahko pa jih vključite v tekst kot slikovni objekt.
- Tekst naj bo smiselno razdeljen na poglavja in podpoglavja (detajlnejša delitev ni zelena), naslovi pa naj bodo oštevilčeni z vrstilci, npr. »2.1 Meritve tlaka«.

- Na vse literaturne vire, tabele in slike morajo biti sklici v tekstu. Vrstni red literaturnih virov, tabel in slik naj sledi vrstnemu redu prvega sklica nanje.
- Primeri sklicevanja: na literaturne vire [1], na enačbe (1), na tabele tabela 1, na slike slika 1. Vse samostojno stoječe enačbe naj bodo ob robu označene, npr. (1). Če je slika iz več delov, naj bodo posamezni deli označeni s črkami: a), b), c), č) itd., in sicer tako na sliki kot na podnapisu.
- Literaturni viri morajo biti popolni (brez okrajšav et al., ibid ...). Izogibajte se težko dostopnih virov (prospekti, seminarske naloge, neobjavljene raziskave, osebna korespondenca). Primeri pravilnih zapisov:
 - monografija: S. Južnič, Zgodovina raziskovanja vakuuma in vakuumskih tehnik, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Ljubljana, 2004, str. 203
 - članek v periodični publikaciji: M. Finšgar, I. Milošev, *Vakuumist*, 29 (2009) 4, 4–8
 - prispevek v zbornikih posvetovanj: Novejši razvoj trdih zaščitnih PVD-prevlek za zaščito orodij in strojnih delov, Zbornik posvetovanja Orodjarstvo, Portorož, 2003, 121–124
 - dostopno na svetovnem spletu: UK ESCA Users Group Database of Auger parameters, <http://www.uksaf.org/data/table.html>, zadnjič dostopano: 11. 2. 2010
- Tabele naj bodo oblikovno enostavne. V rokopisu naj stojijo na koncu dokumenta. Za ločevanje stolpcev uporabljajte tabulatorje (ne presledkov) ali tabelarično formo urejevalnika.
- Slike naj bodo shranjene posebej v navadnih formatih (tif, png, jpg), lahko tudi združeni v en dokument (pdf, ppt). Slik ne vstavljajte v tekstualni del rokopisa! Poskrbite za ustrezno resolucijo, še posebej pri linijskih slikah. Slike naj bodo črno-bele ali v sivih tonih, ne barvne.
- Črkovne oznake na slikah naj bodo take velikosti, da je po pomanjšavi na širino enega stolpca (7,9 cm) velikost znakov najmanj 1,2 mm. Priporočljiv je oblikovno enostaven font, npr. Arial
- Pri pisanju veličin in enot se držite načel standarda ISO-31 (veličine pišemo poševno, enote pokončno, isto pravilo velja tudi za grške črke). Osi grafov in vodilne vrstice tabel pišemo v obliki *veličina*/enota, npr. *m/kg*.

UREDNIŠTVO

Rokopise pošljite na naslov miha.cekada@ijs.si. Kontaktni podatki uredništva so:

doc. dr. Miha Čekada
glavni in odgovorni urednik Vakuumista
Institut »Jožef Stefan«
Jamova 39
1000 Ljubljana

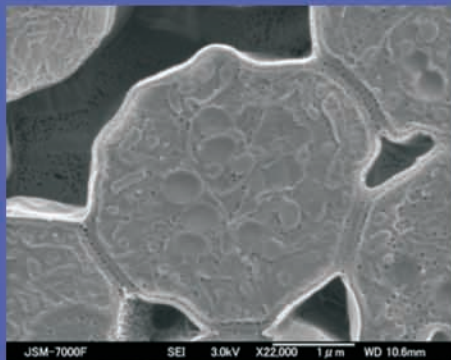
e-pošta: miha.cekada@ijs.si

tel.: (01) 477 37 96

faks: (01) 251 93 85

Cross Section Perfection

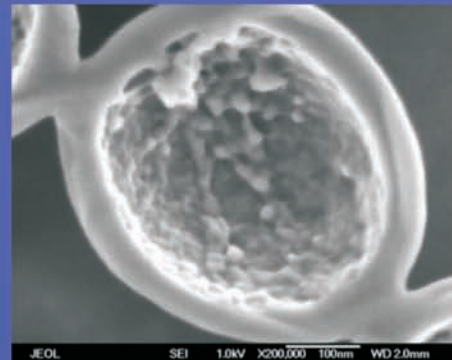
JEOL Ion Beam Cross Section Polisher



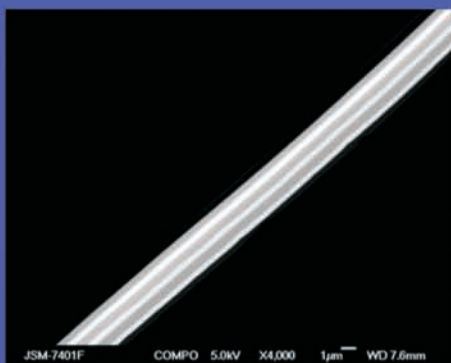
Yeast cells



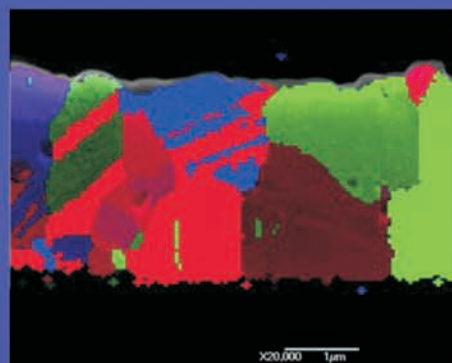
EBSD grain orientation map of Mo (Ti,Zr) alloy



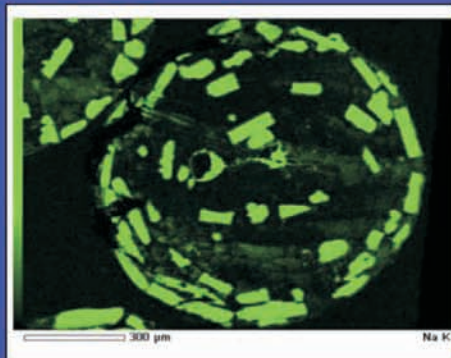
Latex spheres



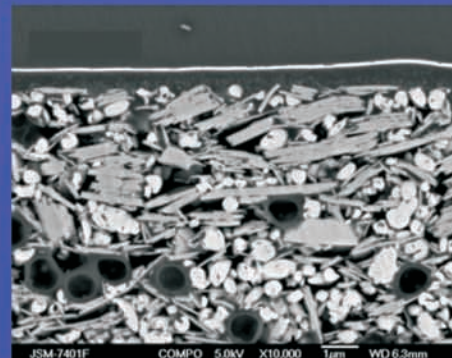
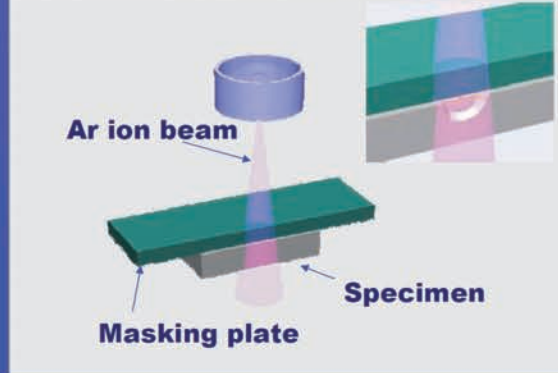
Fiber optic



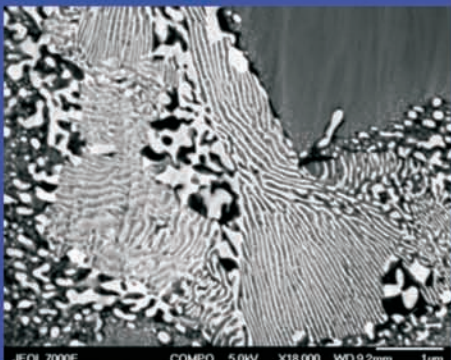
EBSD grain orientation map of solar panel thin film



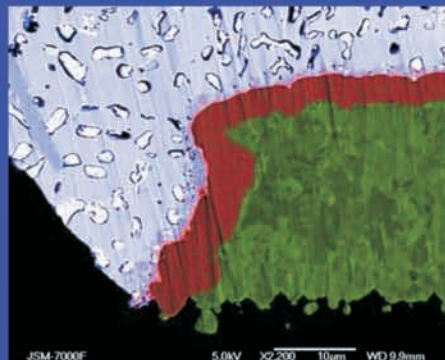
EDS map of Na distribution in effervescent agent



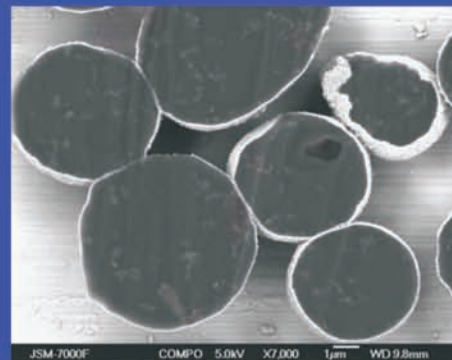
Paper coating



Eutectic phase in galvanized coating



EDS map of solder bump



Toner particles



SCAN d.o.o. Preddvor
 Breg ob Kokri 7 · SI-4205 Preddvor · Phone +386-4-2750200
 Fax +386-4-2750420 · scan@siol.net