



VAKUUMIST

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



43 let
DVTS

LJUBLJANA, MAREC 2002

ISSN 0351-9716

LETNIK 22, ŠT. 1 2002

UDK 533.5.62:539.2:669-982

Wir geben alles für das Nichts



Die neue
Hochleistungs-Turbo für Ihren
Vakuumprozess

2101

- ▶ Maximale Betriebsbereitschaft
- ▶ Maximale Sicherheit
- ▶ Geringste Betriebskosten

Die bessere
Lösung

CCR Ceramic Capacitance Gauges

- ▶ Gasartunabhängige Totaldruckmessung
- ▶ Kompatible Schnittstelle mit allen Halbleiter-Tools
- ▶ Ausgezeichnete Temperaturstabilität



PFEIFFER  **VACUUM**

Pfeiffer Vacuum Austria GmbH

Tel. +43 (0) 1 8941 704 · Fax +43 (0) 1 8941 707 · office@pfeiffer-vacuum.at · www.pfeiffer-vacuum.at

VSEBINA

Energijsko ločljiva masna spektroskopija plazme (Marijan Maček)

Uporaba sinhrotronske svetlobe pri študiju strukture proteinov (Saša Jenko)

Akreditacija Laboratorija za metrologijo tlaka na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (Lidija Irmančnik-Belič, Janez Šetina, Bojan Erjavec)

Zgodovina raziskovanja tekočih kristalov (3. del) (S. Južnič)

Nekaj napotkov za mehansko pripravo površine vzorcev za metalografske preiskave in podlag za nanos vakuumskih tankih plasti (Peter Panjan)

DRUŠTVENE NOVICE

Obvestilo

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 2002.

Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 3000,00 tolarjev.

SPONZORJI VAKUUMISTA:

- **Ministrstvo za šolstvo, znanost in šport, Urad za znanost**
- **Ministrstvo za šolstvo, znanost in šport, Urad za šolstvo**
- **PFEIFFER Vacuum Austria GmbH**

- VAKUUMIST
- Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije
- Glavni in odgovorni urednik: dr. Peter Panjan
- Uredniški odbor: mag. Andrej Demšar, dr. Jože Gasperič (urednik za področje vakuumске tehnike in sistemov), dr. Bojan Jenko, dr. Monika Jenko (urednica za področje vakuumске metalurgije), dr. Stanislav Južnič, dr. Janez Kovač, dr. Ingrid Milošev, dr. Miran Mozetič, dr. Vinko Nemanič, mag. Miha Čekada, dr. Boris Orel, mag. Andrej Pregelj, mag. Janez Šetina in dr. Anton Zalar
- Lektor: dr. Jože Gasperič
- Korektor: mag. Miha Čekada
- Naslov: Uredništvo Vakuumista, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 1000 Ljubljana, tel. (01) 477 66 00
- Elektronska pošta: DVTS.group@guest.arnes.si
- Domača stran DVTS: <http://www2.arnes.si/guest/ljdvts/index.htm>
- Številka žiro računa: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, 50101-678-52240
- Oblikovanje naslovne strani: Ignac Kofol
- Grafična obdelava teksta: Jana Strušnik
- Tisk: Littera picta, d.o.o., Rožna dolina, c. IV/32-36, 1000 Ljubljana
- Naklada: 400 izvodov

ENERGIJSKO LOČLJIVA MASNA SPEKTROSKOPIJA PLAZME

Marijan Maček, Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana; Univerza v Ljubljani, Fakulteta za elektrotehniko, Tržaška 25, 1000 Ljubljana

Energy-resolved mass spectroscopy of plasma

ABSTRACT

Basic principles of quadrupole mass spectrometer (QMS) is described, one of the key elements of energy-resolved mass spectroscopy of plasma and residual gases. From the fundamental Mathieu equations which describe the movement of ions in quadrupole field, stability criteria are derived for the transmission of ions with precisely defined mass-to-charge ratio (M/e) through the spectrometer. Based on the understanding of the QMS principles, two modes of operation are described: by constant resolution $M/\Delta M$ and by constant ΔM , with an emphasis on advantages and disadvantages of respective modes. The construction of modern spectrometers is briefly presented, including ionization chamber, ion optics and counter electronics. Two typical examples of mass spectroscopy of plasma are also given.

POVZETEK

Podan je opis delovanja kvadrupolnega masnega spektrometra (QMS), ključnega elementa energijsko ločljive masne spektroskopije plazme in rezidualnih plinov. Iz osnovnih Mathieuevih enačb, ki opisujejo gibanje iona v kvadrupolnem polju so izvedeni stabilnostni pogoji, pri katerih spektrometer prepušča ione s točno določenim razmerjem med maso iona M in nabojem e , tj. M/e . Na osnovi razumevanja delovanja QMS sta razložena načina delovanja s konstantno resolucijo $M/\Delta M$ in konstantnim ΔM s poudarkom na dobrih in slabih straneh posameznega načina meritve. Na kratko je prikazana tudi izvedba sodobnih spektrometrov od ionizacijske celice oziroma ionske optike do števne elektronike. Podana sta še dva značilna primera uporabe masne spektroskopije plazme.

1 UVOD

Plazemsko podprti procesi so v modernih tehnologijah našli zelo široko uporabo. Tako so danes osnova za nanose tankih plasti v polprevodniških tehnologijah, znane pod nazivi Plasma Enhanced/Assisted Chemical Vapor Deposition (PECVD, PACVD) /1,2/. Za nanose trdih ali korozijsko obstojnih prevlek (TiN, TiAlN, CrN) se uporabljajo postopki, znani z nazivom PVD (Physical Vapor Deposition). Poleg postopkov plazemsko podprtega nanašanja materialov je pomembno tudi plazemsko jedkanje in čiščenje, brez katerega ne bi bilo modernih polprevodniških tehnologij /2/. Široko uporabo so dosegli plazemski postopki tudi pri obdelavi površin /1/, kot je utrjevanje z ionskim nitriranjem, boriranjem ali ogljičenjem. Ti postopki nadomeščajo konvencionalne visokotemperaturne postopke površinske obdelave jekel, ki mnogokrat prav zaradi visoke temperature niso mogoči. Pomembno vlogo pa ima plazma tudi pri čiščenju in aktivaciji površin (predvsem različnih plastičnih mas), s katerim se doseže nižja površinska napetost /1,3/ in s tem omogoči dober oprijem premazov.

Razlog, zakaj so se plazemsko podprti postopki tako uveljavili, je v naravi same plazme. Plazma je četrto stanje materije, ki se odlikuje z visokimi temperaturami. V primeru hladne plazme, kakršna se uporablja za večino tehnoloških procesov, velja slednje le za elektrone, ki imajo povprečne energije od 1 do 10 eV (1 eV ustreza temperaturi 11.600 K), medtem ko imajo težki delci (ioni, vzbujeni radikali) mnogo nižjo temperaturo, vendar višjo od okolice in termično ravnovesnih molekul plina. Iz osnov fizike je znano, da je prenos energije iz lahkega elektrona z maso m_e na težko

molekulo/radikal z maso M pri elastičnem trku minimalen in sicer sorazmeren razmerju mas obeh delcev, $W_{tr} = (2m_e/M)W_i$. Vroči elektroni so potrebni predvsem za vzbujanje molekul plina. Te so namreč v osnovnem stanju, termično ravnovesnem z okolico, sorazmerno kemijsko neaktivne. Ko pa vroči elektroni izmenjajo preko neelastičnega trka energijo z molekulo, jo vzbude v višja rotacijska in vibracijska stanja. Pri dovolj velikih energijah pa pride tudi do ionizacije in cepitve molekule na radikale, ki so med nevtralnimi delci še posebej aktivni, tudi pri nizkih in srednjih temperaturah. Zato večina reakcij v plazmi poteka neprimerno hitreje kot v termično ravnovesnem plinu. Poseben efekt pa dajejo pozitivno nabiti ioni, ki bombardirajo površino z energijo $|q(U_{pl} + U_{bias})|$, in s tem še dodatno povzročajo dovajanje energije med rastjo plasti, kar se izraža v usmerjeni rasti kristalov v tanki plasti, povečani migraciji atomov na površini, kar povzroči boljše pokrivanje stopnic, ali povzroče usmerjeno jedkanje med postopki reaktivnega ionskega jedkanja (RIE).

Če hočemo uspešno uporabljati katerikoli plazemski postopek, moramo poznati osnovne parametre plazme:

- gostoto nevtralnih delcev (n_n)
- gostoto elektronov (n_e) in ionov (n_i), ki sta v kvazi-nevtralni plazmi enaki ($n_i = n_e = n$)
- energijsko porazdelitev nevtralnih delcev, ionov in elektronov ($f_{n,i,e}(W)$)

Medtem ko je temperaturo elektronov in gostoto plazme sorazmerno lahko izračunati iz krivulje I-V, izmerjene z Langmuirjevo sondo, je določitev energijske porazdelitve (energijska spektroskopija) težkih nabitih in nenabitih delcev in tudi sama sestava plazme (masna spektroskopija) opravilo, ki zahteva sorazmerno kompleksno opremo. To je nujno, če hočemo kvalitativno in kvantitativno opisati procese v katerem koli kompleksnejšem plazemskem postopku, kot je to plazemsko jedkanje, ki se izvaja v mešanici plinov (CF_4 , He, Cl_2 , O_2), ali pri depoziciji trdih karbonitridnih prevlek (Ti(CN), Cr(CN)). Pri teh postopkih se namreč tvori množica pozitivnih in negativnih ionov in radikalov v skladu s cepitvenim vzorcem.

2 Masna spektroskopija

Spektroskopija nam poda energijsko in/ali masno porazdelitev analiziranih delcev, v primeru spektroskopije plazme torej porazdelitve nevtralov in pozitivno ter negativno nabitih ionov. Za masno spektroskopijo, ki bo predmet nadaljnje obravnave so na voljo v glavnem tri vrste analizatorjev /1, p.115/:

- magnetni spektrometer, ki selekcionira ione na osnovi gibalne količine (mv)
- spektrometer na čas preleta, ki izmeri hitrost ionov
- kvadrupolni masni spektrometer (QMS), ki določi razmerje M/e /4,5,6/.

Ker opis vseh treh postopkov presega normalni obseg članka, in zaradi aktualnosti QMS, ki se uporablja ne samo za diagnostiko plazme, temveč tudi za analizo

rezidualnih plinov v vakuumskem sistemu (RGA), se bom omejil le na opis delovanja kvadrupolnega masnega spektrometra.

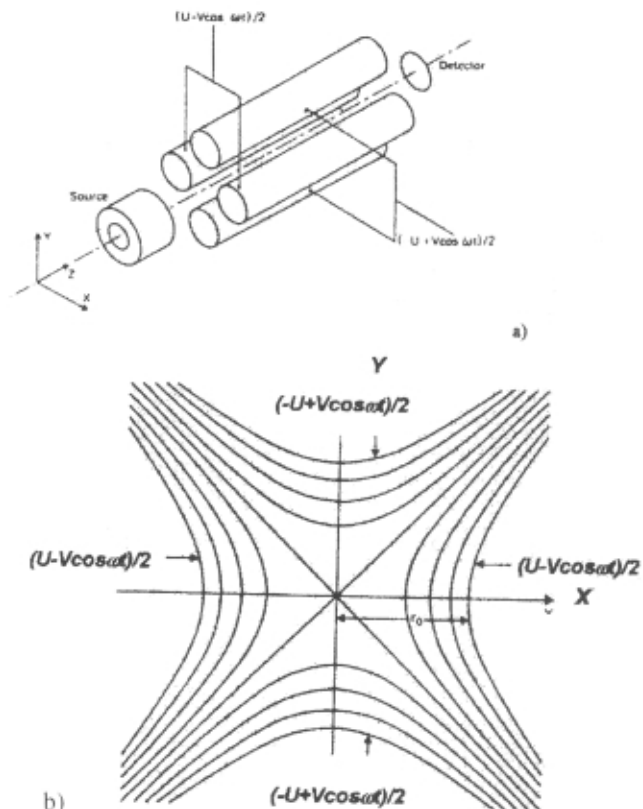
2.1 Principi delovanja kvadrupolnega masnega spektrometra QMS

QMS je od vseh navedenih metod masne spektroskopije doživel najširšo uporabo predvsem zaradi svoje sorazmerno preproste in kompaktne konstrukcije, linearne masne skale in relativno hitre meritve.

Srce spektrometra je kvadrupolni masni filter, ki je sestavljen iz 4 vzporednih, prevodnih palic, kakor je prikazano na sliki 1 a,b. /5,7/. Po opisu v referencah ima električni potencial $\Phi(x,y)$ med neskončno dolgimi palicami analizatorja, razmaknjenimi za radij kvadrupolnega polja r_0 in paroma povezanimi na potencial $\pm\Phi_0/2$, obliko hiperbol:

$$\Phi(x,y) = \Phi_0 \frac{x^2 - y^2}{2r_0^2} \tag{1}$$

za katere so značilne 4 asimptote pod kotom 45°. Gibanje iona v kvadrupolnem električnem polju, napoljanem s konstantno napetostjo (U) in izmeničnim signalom s frekvenco $\omega=2\pi f$ ter amplitudo V, kar je $\pm(U-V\cos(\omega t))$, opišemo v smeri z s t. i. Mathieuevimi enačbami /7/:



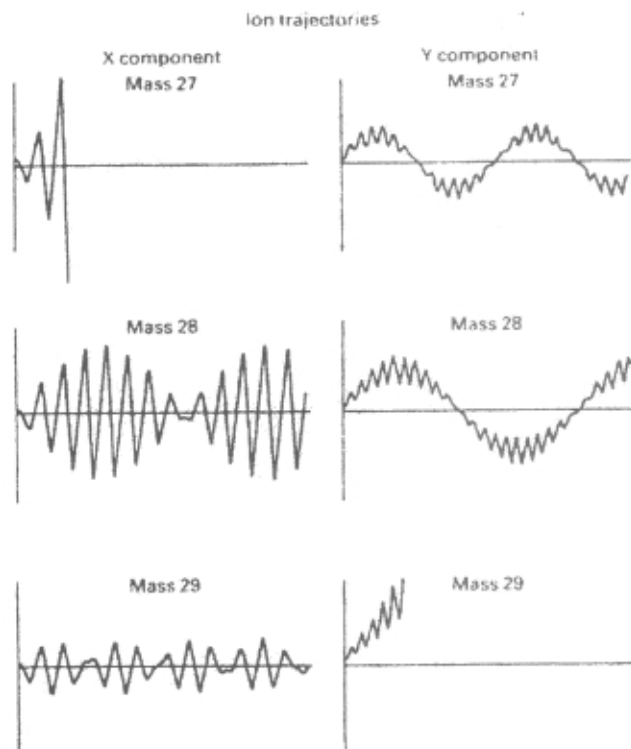
Slika 1: Shematični prikaz kvadrupolnega masnega spektrometra (a) in električnega polja v ravnini x-y (b)

$$\ddot{x} + \frac{e}{Mr_0^2}(U - V\cos(\omega t)) = 0 \tag{2a}$$

$$\ddot{y} + \frac{e}{Mr_0^2}(U - V\cos(\omega t)) = 0 \tag{2b}$$

Gibanje v smeri osi z je neuspešno, $z=0$, ion se giblje konstantno s svojo vstopno hitrostjo, seveda če med vstopom in izstopom filtra ni potencialne razlike.

Gibanje iona, opisano z enačbama (2a, b), je dokaj komplicirano. Numerične rešitve trajektorij za gibanje ionov z $M/e = 27, 28$ in 29 v kvadrupolu ($r_0 = 2,75$ mm, $f = 2$ MHz, $U_{dc} = 20$ V, $V_{rf} = -122$ V) so prikazane na sliki 2. Ioni, lažji od želene mase, so nestabilni v smeri x, težji pa v smeri y. Stabilne rešitve enačb (2a,b) so možne le za določen izbor parametrov (M, r_0 , f, U, V).



Slika 2: Numerično izračunane trajektorije ionov z maso M = 27, 28, in 29 v kvadrupolu z radijem polja $r_0 = 2,75$ mm in frekvenco izmeničnega signala $f = 2$ MHz

Če naredimo substitucije:

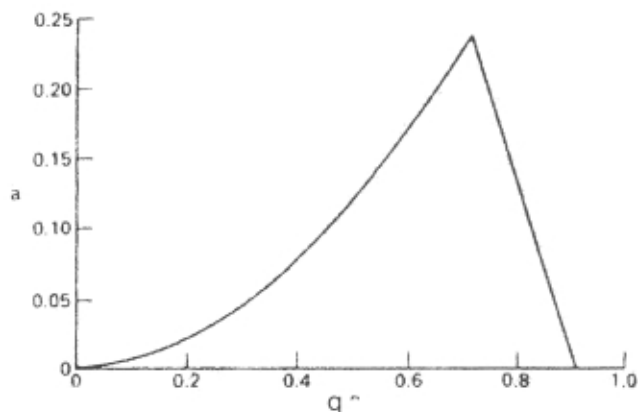
$$a = \frac{4eU}{M\omega^2 r_0^2}, \quad q = \frac{2eV}{M\omega^2 r_0^2}, \quad \zeta = \frac{\omega t}{2} = \pi f t \tag{3}$$

preidejo enačbe (2a, b) v standardno obliko Mathieujeve enačbe:

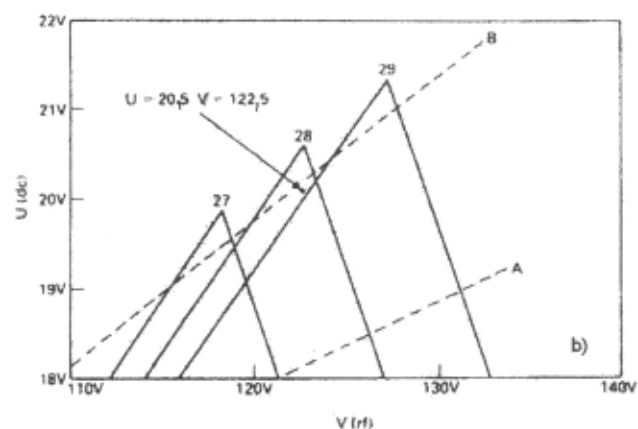
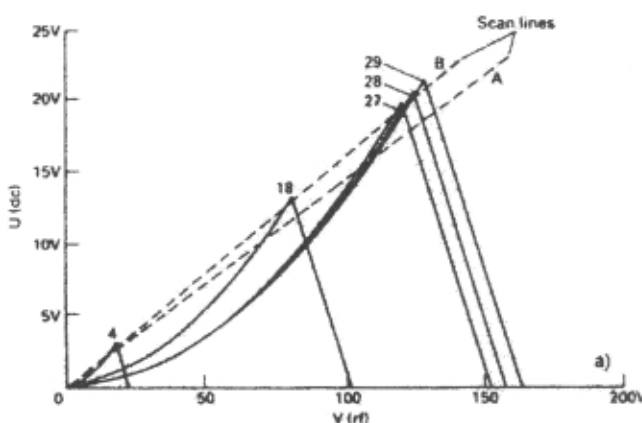
$$\frac{\partial^2 u}{\partial \zeta^2} + (a - 2q\cos(2\zeta))u = 0 \tag{4}$$

V praksi uporabne stabilne rešitve leže znotraj »trikotnika«, prikazanega na sliki 3. Vrh stabilnega področja je pri $q = 0,706$. Iz enačbe (3) izhaja linearna zveza med M/e in amplitudo napetosti RF-signala:

$$\frac{M}{e} = \frac{2V}{r_0^2 \omega^2} \quad (5)$$



Slika 3: Stabilnostni diagram za vrednosti a in q , definirane v enačbi (3)



Slika 4. Stabilnostni diagram za napetosti U_{DC} in V_{RF} in mase do $AMU = 29$ pri skeniranju s konstantno ločljivostjo $M/\Delta M$ (trajektorija A) in konstantnim ΔM (trajektorija B). b) Shematični prikaz skeniranja s konstantnim ΔM (B) in $M/\Delta M$ (A) v okolici $m/e = 28$

Ločljivost spektroskopa $M/\Delta M$ se spreminja, če spreminjamo parameter a , določen v enačbah (3). Večji kot je a , večja je ločljivost QMS (slika 3), dokler noben ion ne more preleteti masnega filtra. Majhna sprememba parametra iz $a = 0,233$ v $a = 0,236$ poveča ločljivost $M/\Delta M$ iz 50 na 500. Seveda se vse nastavitve napetosti U , V in razmerja U/V , ki določa ločljivost, izvajajo avtomatsko z uporabo elektronike.

Meritev lahko izvajamo na dva načina:

- pri meritvah s **konstantno ločljivostjo $M/\Delta M$** vzdržujemo razmerje med enosmerno in izmenično napetostjo nespremenjeno. Ta način ima neprijetno slabost. Z naraščajočim M/e narašča tudi ΔM , vendar ostaja prepustnost nespremenjena v vsem območju M/e . Če torej pri ločljivosti $M/\Delta M = 50$ lahko ločimo 1 AMU (atomska masna enota) pri masi $M = 50$, pa lahko pri masi $M = 500$ ločimo le $\Delta M = 10$. Shematično je meritev s konstantno ločljivostjo prikazana na sliki 4 a, trajektorija A.
- pri meritvi s **konstantnim ΔM** izberemo izmenično napetost tako, da bodo ΔM konstantne (značilno manj kot 1 AMU) za ves obseg M/e . V tem primeru mora konstantna napetost U slediti izmenični napetosti V po naslednji zvezi $U = KV + U_{offset}$, pri čemer je K konstanta in U_{offset} negativna napetost, katere pomen je razviden s slike 4b /8/. Na tej sliki je tudi prikazano območje vrednosti napetosti V pri dani vrednosti U , ko bo filter prepuščal izbrane ione. Manjša kot je U_{offset} , manjša bo širina vrhov v spektru. V literaturi je širina določena dokaj poljubno, vse od širine pri 50% višine vrha, pa do širine pri 5% največje intenzitete. Pomanjkljivost tega načina delovanja je obratno sorazmerna odvisnost prepustnosti masnega filtra od mase ($\propto (M/e)^{-1}$).
- Obstaja tudi možnost meritve pri zelo majhni, **konstantni napetosti U** . V tem primeru bo filter prepuščal vse ione v območju spreminjanja RF-napetosti. Na ta način lahko izmerimo totalni tlak /7/.

2.2 Ločljivost QMS

Čeprav bi moral biti QMS v principu izdelan iz hiperboličnih palic, so skoraj vsi spektrometri izdelani iz okroglih zaradi enostavnosti konstrukcije. Premer palic r je nekoliko večji kot polovični razmik med njimi r_0 , torej je $r/r_0 = 1,148$ /7/. Zelo pomembna je njihova natančna namestitve. Za to so potrebna posebna orodja, kar pomeni, da je to domena servisov. Nепорavnost palic se pokaže v slabo oblikovanih vrhovih, lastnosti pa hitro padajo z naraščajočo maso.

Širina vrhov v spektru ΔM je določena z naslednjo enačbo /7/:

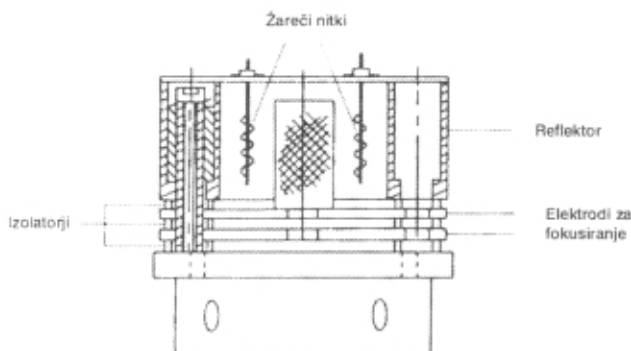
$$\Delta M = \frac{4 \cdot 10^9}{f^2 l^2} V_z \quad (6)$$

Enačba pokaže pomembnost povečevanja frekvence f in dolžine l spektrometra ter zmanjševanje vstopne napetosti V_z , ki je okrog 3 - 15 V /8/. Vendar pa na žalost vstopne energije ne moremo poljubno znižati, prav tako pa smo omejeni s fizično velikostjo QMS-filtra.

Iz enačb (5) in (6) izhaja, da je območje delovanja QMS omejeno le z napetostjo V , vendar se pri delu s konstantnim ΔM pri večjih masah pojavi problem prepustnosti spektrometra. Ta dela namreč s parametri a in q na vrhu konice stabilnega področja (slika 3). Amplitude oscilacije ionov so velike, zato tudi verjetnost, da zadejajo elektrodo. Prepustnost pada hitreje kot $(M/e)^{-1}$, zato govorimo o »masni diskriminaciji«, ki se jo da deloma odpraviti s primernimi vstopnimi in izstopnimi zaslonkami.

2.3 Ionski izvir

Če s QMS izvajamo analizo nevtralnih delcev v plazmi ali analizo rezidualnih plinov, mora biti spektrometer opremljen z ionskim izvirom. Značilen primer je prikazan na sliki 5. Ionski izvir značilno deluje s konstantnim tokom 1- 1,5 mA pri napetosti -70 V proti sredinski elektrodi, ki je navadno kovinska mrežica, s čimer se poveča verjetnost ionizacije. Pri izbiri napetosti in kasnejši interpretaciji spektrov radikalov pa je potrebna previdnost. Pri omenjeni energiji elektronov 70 eV lahko pride do razcepitve molekul v samem ionskem izviru. Zato je treba v primeru dvoma izvesti meritev s spremenljivo energijo 0-150 eV in ugotavljati energijo,



Slika 5: Prikaz značilnega ionskega izvira

pri kateri se pojavijo določeni ioni (appearance potential). Kot primer naj navedem podatke za vodik /9/:

- $H_2 \rightarrow H_2^+$, $E_i = 15,4$ eV
- $H_2 \rightarrow H_1^+$, $E_i = 18,1$ eV
- $H_1 \rightarrow H_1^+$, $E_i = 13,6$ eV

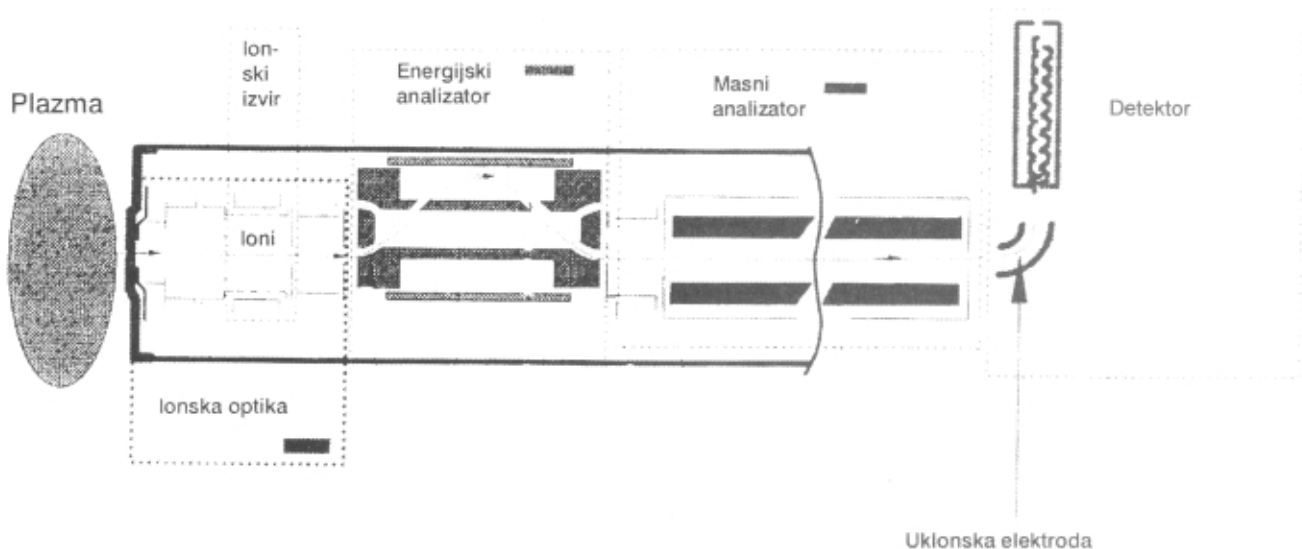
Če torej hočemo zaznati prisotnost atomarnega vodika, mora biti ionizacijska energija izvira pod 18,1 eV.

2.4 Detekcija ionov

Po končanem filtriranju ionov z izbranim razmerjem M/e jih je treba prešteti. Najpreprostejši način je z uporabo Faradayeve čaše, v kateri se ioni nevtralizirajo z elektroni, izmerjen elektronski tok pa je enak ionskemu, saj konstrukcija čaše ne dovoljuje sekundarnim elektronom izhod iz nje. Ker so tokovi zelo majhni, je potreben dober ojačevalnik; kljub temu pa je spodnja meja detekcije dobre Faradayeve čaše okrog 10^{-14} A ali $\approx 6 \cdot 10^4$ ionov/s.

Precej boljšo občutljivost se doseže z uporabo pomnoževalke sekundarnih elektronov (SEM). Ioni iz masnega filtra se pospešijo na napetost 1-3 kV. Ko trčijo ob prvo elektrodo (dinodo, material Cu-Be) izbihejo iz nje sekundarne elektrone, ki se pospešijo na naslednjo elektrodo in ponovno povzročijo nastanek novih sekundarnih elektronov. Proces se ponavlja, tako da se dobi na izhodu iz pomnoževalke množica elektronov, katerih signala ni težko izmeriti s Faradayevo čašo in po potrebi ojačati z ojačevalniki.

Ojačitev pomnoževalke je funkcija pospeševalne napetosti, vstopnega kota, na žalost pa tudi stanja površine elektrod. Značilno ojačanje je reda $10^4 - 10^8$, kar pomeni, da lahko merimo intenzitete nekaj pulzov/s. Na primer 6 ionov/s $\approx 10^{-18}$ A ojačimo v 10^{-12} A, kar ob uporabi ustreznih filtrov zagotavlja sprejemljivo razmerje signala proti šumu. Ker imajo pomnoževalke kratek odzivni čas, značilno manj kot 50 ns, lahko merimo posamezne pulze do intenzitete več kot $2 \cdot 10^7$ /s.



Slika 6: Shematični videz sodobnega energijskega in masnega spektrometra Plasma Process Monitor Balzers PPM 421. Številke poleg imen elektrod so okvirne napetosti v V in tokovi za detekcijo nevtralov.

Še boljšo detekcijo dobimo z uporabo elektronike, ki šteje pulze. Vsak ion ustvari v pomnoževalki okrog 10^7 elektronov, kar je merljiv naboj. Z uporabo dovolj hitre elektronike lahko tako merimo posamezne pulze do hitrosti $10^8/s$. Spodnja meja detekcije pa je šum ozadja, ki je okrog 1 pulz/s, kar je velikostni razred manj kot v primeru analogne detekcije.

Na žalost ima detekcija s pomnoževalko SEM tudi pomembno slabost. Ojačanje namreč s časom pada, še posebej v primeru njene kontaminacije v slabem vakuumu, ali če je pomnoževalka izpostavljena zračnemu tlaku. Zato potrebujejo pogosto kalibracijo, najpreprosteje se jo opravi glede na odčitek s Faradayevu čašo s spremembo vhodne napetosti. Po drugi strani pa SEM-pomnoževalka zahteva tudi vakuum, boljši od 10^{-5} mbar, značilno pod 10^{-6} mbar, medtem ko se Faradayev detektor zadovolji z 10^{-4} mbar. To pomeni, da je treba v značilnih aplikacijah spektrometer diferencialno črpati skozi primerno majhno vstopno odprtino s turbomolekularno črpalko, ki zagotavlja zelo čist vakuum, brez oljnih par.

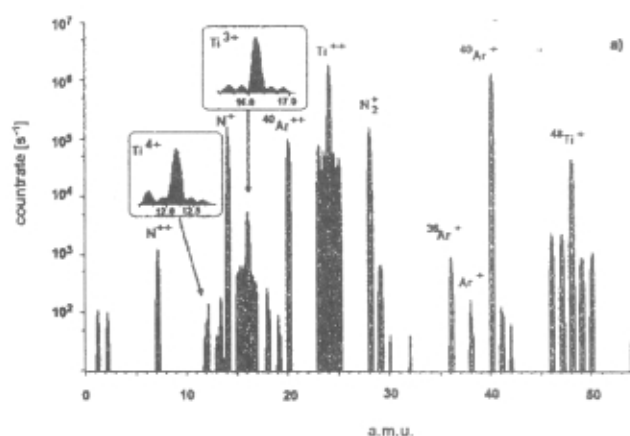
3 Opis spektrometra

Videz sodobnega energijskega in masnega spektrometra (Plasma Process Monitor Balzers PPM 421) je prikazan na sliki 6. Že iz imena izhaja, da je namenjen za energijsko in masno spektroskopijo delcev v plazmi, to je pozitivnih in negativnih ionov ter nevtralnih delcev, molekul in radikalov in seveda tudi analizo rezidualnih plinov. Ioni in/ali nevtralni delci vstopajo v spektrometer skozi majhno ($100 \mu\text{m}$) zaslonko, ki je navadno na plavajočem potencialu, po potrebi pa jo lahko ozemljimo ali povežemo na poljuben potencial. Sledi ionski izvir in ionska optika, ki usmeri ione v zrcalni energijski analizator in masna analiza v QMS. Detektor SEM je nameščen pod kotom 90° , kar še izboljša občutljivost naprave, saj izloči vse nevtralne delce, ki bi lahko vplivali na delovanje detektorja. Na shematičnem prikazu tudi opazimo, da je spektrometer diferencialno črpan, saj se v detektorju SEM zahteva vakuum pod 10^{-6} mbar. Zaslonka s svojo omejeno prevodnostjo omogoča redukcijo tlaka za 3-4 velikostne rede, tako da se meritve lahko opravljajo pri standardnih tlakih nekajkrat 10^{-3} mbar, kakršni se uporabljajo v značilnih plazemskih postopkih (nanašanja tankih plasti, jedkanja). Spektrometri, ki se uporabljajo za meritve v vakuumskih sistemih z večjim tlakom, imajo lahko 2 ali tudi 3 stopnje črpanja. Spektrometer omogoča energijske analize do 512 eV in ima masni obseg do 512 AMU z energijsko ločljivostjo, boljšo od 1 eV, in masno $\Delta M < 1$ AMU v vsem merskem obsegu. S PPM 421 se lahko izvaja masna spektroskopija pri konstantni energiji ali pa energijska spektroskopija različnih ionov. Pri tem je treba poudariti, da spektrometer izmeri »stopping potential«, kar pomeni, da je energija n-krat nabitih ionov enaka $n \cdot e \cdot U_{st}$.

4. Primeri

Na naslednjih slikah so prikazane značilne meritve s spektrometrom, opravljene v napravi za nanos karbo-nitridnih prevlek (M(CN)) Centra za trdne prevleke IJS v Domžalah. Na sliki 7 je prikazan primer masnega spektra pozitivnih ionov z energijo 55 eV (vrh energijske porazdelitve), posnetih med nanosom TiN v triod-

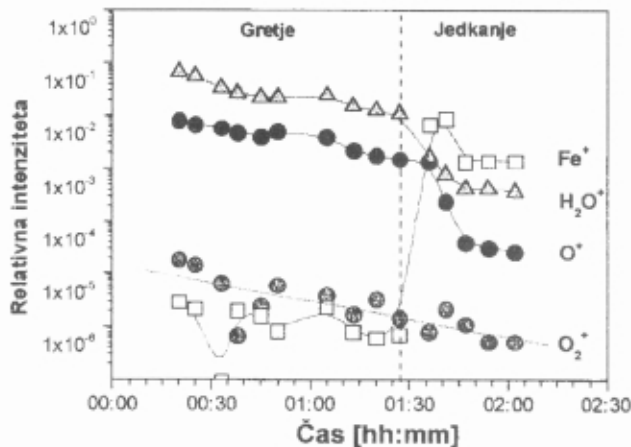
nem sistemu BAI 730 pri standardnih pogojih ($I_{arc} = 200$ A, $p_{Ar} = 1,5 \cdot 10^{-3}$ mbar, $p_{tot} = 2 \cdot 10^{-3}$ mbar, $B = 7$ mT). Na sliki so lepo vidni vrhovi, ki pripadajo enkrat in dvakrat nabitemu ionu argona ^{40}Ar in izotopoma ^{36}Ar in ^{38}Ar ($^{36,38,40}\text{Ar}^+$, $^{36,38,40}\text{Ar}^{++}$), dušiku ($^{14}\text{N}^+$, $^{14}\text{N}_2^+$) ter titanu ^{48}Ti ($^{46,47,48,49,50}\text{Ti}^+$ oziroma Ti^{++}). Slika 7 jasno pokaže zmogljivosti sodobnega spektrometra. Vrhovi okrog $M/e = 12$ in 16 niso ioni ogljika $^{12}\text{C}^+$ in tudi ne kisika $^{16}\text{O}^+$, kot bi se zmotno pričakovalo. Vstavka na sliki 7, posneta z večjo resolucijo, jasno pokaže, da gre za 3- oziroma 4-krat nabite ione Ti. V nasprotju s pričakovanji je v sistemu z močnim magnetnim poljem najštevilnejši dvakrat nabiti Ti-ion, kar pomeni, da je povprečna energija Ti-delcev, ki padajo na podlago, mnogo večja kot v podobnem sistemu s šibkim magnetnim poljem. To ni samo zaradi razlike v plazemskem potencialu ($U_{pl} = 55$ V proti 15-35 V), temveč tudi zaradi razlike v populaciji nabitih delcev /10/.



Slika 7: Masni spekter, posnet med značilnim nanosom TiN s standardnimi pogoji v BAI 730M ($p_{Ar} = 1,5 \cdot 10^{-3}$ mbar, $p_{N_2+Ar} = 2 \cdot 10^{-3}$ mbar, $I_{arc} = 200$ A). Vidna je izotopska sestava enkrat nabitega iona Ti^+ ($M/e = 46,47,48,49,50$) in dvakrat nabitega iona Ti^{++} . Vstavki prikazujejo spektre okrog $M/e = 16$ ($^{48}\text{Ti}^{3+}$, in ne O^+) in $M/e = 12$ ($^{48}\text{Ti}^{4+}$).

V mnogih primerih ionskega jedkanja in čiščenja se postavi vprašanje končanja procesa. Najpogostejše je v uporabi metoda optične spektroskopije, saj vzbujeni delci sevajo značilne emisijske spektre /1,2/. Vendar se vedno bolj uporablja tudi masna spektroskopija z energijsko ločljivostjo. Primer na sliki 8 prikazuje intenzitete (integral energijske porazdelitve, podoben rezultat se dobi z metodo detekcije več ionov pri določeni energiji, MID) najznačilnejših ionov v odvisnosti od časa med pregrevanjem in jedkanjem, posnete v istem sistemu za nanos M(CN) prevlek. Pred vsakim postopkom nanosa M(CN) plasti se izvaja pregrevanje (parametri in čas so odvisni od mase bremena) in jedkanje v Ar-plazmi. Postavlja se vprašanje časa jedkanja. Predpisana vrednost je 15 minut pri -130 V napetosti na podlagah. Slika prikazuje, da v navedenem primeru predpisan čas jedkanja ustreza. Preklopu iz gretja na jedkanje (1-2 minuti) sledi hiter porast deleža ionov $^{56}\text{Fe}^+$, hiter padec ionov kisika $^{16}\text{O}^+$ in vode H_2O^+

(podlage predhodno perejo v vodi) zaradi jedkanja oksidirane površine podlag, medtem ko opazimo tudi, da delež molekularnega kisika O_2^+ še naprej enakomerno eksponentno pada, ne glede na način delovanja naprave. Molekularni kisik zatorej pripišemo kontaminaciji v sistemu. Po približno 15 minutah se intenzitete atomarnega kisika, železa in vode stabilizirajo, površina je očiščena, kisika in vode na površini skorajda ni več, železo pa je čvrsto vezano v jeklenih podlagah. Po tem času je treba jedkanje ustaviti, saj pri predolgem jedkanju pride do jedkalnih poškodb površine.



Slika 8: Intenzitete značilnih ionov med postopkom standardnega pregrevanja ($I_{arc} = 150 A$, $p_{Ar} = 2,5 \cdot 10^{-3} mbar$) in jedkanja ($I_{arc} = 130 A$, $p_{Ar} = 1,5 \cdot 10^{-3} mbar$, $U_{bias} = -130 V$) v napravi za nanos trdih $M(CN)$ prevlek kot na sliki 7

5 Sklepi

Moderne plazemske tehnologije zahtevajo tudi ustrezno merilno tehniko za analizo parametrov plazme. Poleg preproste Langmuirjeve sonde, ki poda predvsem energijo in gostoto elektronov, je treba poznati tudi sestavo nevtralnih in nabitih delcev v plazmi. Zato se vedno bolj uporabljajo merilni sistemi, ki kombinirajo spektrometer QMS z energijskim. Tako se omogoči meritve masne in energijske porazdelitve delcev v plazmi kakor tudi analizo rezidualnih plinov v vakuumskem sistemu. Vendar je QMS-spektrometer dokaj občutljiva naprava in je treba pri kvantitativni interpretaciji rezultatov upoštevati mnoge vplive, kot so nestabilnost pomnoževalke sekundarnih elektronov, kontaminacije spektrometra, masna diskriminacija, ki je odvisna od resolucije, do samega načina zajetja ionov v plazmi, ki je na splošno zelo odvisno od potenciala na ekstrakcijski elektrodi. Vendar je ne glede na omenjene slabosti energijsko ločljiva masna spektroskopija zelo pomembna za razumevanje in temeljito kontrolo kompliciranih procesov v plazmah s kompleksno sestavo.

6 Literatura

- /1/ A. Grill, Cold Plasma in Material Fabrication, IEEE Press, NY, 1993
- /2/ J. D. Plummer, M. D. Deal, P. B. Griffin, Silicon VLSI Technology, Prentice Hall, NJ 07458, 2000
- /3/ M. Mozetič, P. Panjan, Vakuumist, 20/1(2000), 9
- /4/ W. Paul, H. P. Reihard, U. von Zahn, Z. Phys., 152 (1985), 143
- /5/ P. H. Dawson, Quadrupole Mass Spectrometry and its Application, Elsevier, Amsterdam, 1976
- /6/ M. Venugopalan, R. Avni, Thin Films from Free Atoms and Particles, ed. Kenneth J. Klabunde, Academic Press, London, 1985, p. 59
- /7/ J. H. Batey, Vacuum, 37 (1987), 659
- /8/ Foundations of Vacuum Science and Technology, ed. J. M. Lafferty, J. Wiley & Sons Inc. NY, 1998, p. 460
- /9/ Balzers Application report
- /10/ S. Kadlec, M. Maček, S. Wouters, B. Meert, B. Navinšek, P. Panjan, C. Quaeys, L. M. Stals, Surf. Coat. Technol., 116-119, (1999) 1211-1218

KOLEDAR VAKUUMSKIH PRIREDITEV

15. maj 2002. Strokovno srečanje slovenskega in hrvaškega društva za vakuumsko tehniko na gradu Trakošćan v Hrvaškem Zagorju; informacije: dr. Nikola Radić, Institut RB, Bijenička 54, HR 10000 Zagreb, tel 00385 1 4680224, e-pošta: radic@rudjer.irb.hr

16.-20. junij 2002. JVC-9 (vakuumška konferenca sosednjih dežel), grad Seggau pri Gradcu, kontaktna oseba prof. Manfred Leisch, Institut für Festkörperphysik; Petersgasse 16/III, A-8010 Graz, e-pošta: m.leisch@tugraz.at

17.-20. junij 2002. Vakuumgestützte Wissenschaften und Technologien, Magdeburg, Nemčija, vsakoletna konferenca Nemškega vakuumškega društva (letos bo še bolj slovesno, ker je 400-letnica rojstva Otta von Guerickeja); kontaktna oseba: Frau Simone Schulze (Priv. doz. Dr. Tilo P. Drusedau), c/o Otto-von-Guericke Universität Magdeburg, Institut für experimentelle Physik, Postfach 4120, D-39016 Magdeburg

9.-13. sept. 2002. 8th conference on plasma surface engineering, Garmisch-Partenkirchen, Nemčija

15.-20. sept. 2002. 12th International conference on thin films, ICTF-12 (v okviru IUVSTA), Bratislava, Slovaška; office: Institute of Physics SAS, 84228 Bratislava, Slovak Republic, tel 00421-259 410500, e-pošta: ictf12@savba.sk

13.-15. nov. 2002. 10. konferenca o materialih in tehnologijah, KMT-10 in 22. slovensko vakuumsko posvetovanje, Portorož

Zbral: A. Pregelj

UPORABA SINHROTRONSKE SVETLOBE PRI ŠTUDIJU STRUKTURE PROTEINOV

Saša Jenko, Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

Synchrotron Radiation in Macromolecular Crystallography

ABSTRACT

Synchrotron radiation has become a major structural research tool across the world in numerous scientific areas. It is a critical component for many of these developments, and it is essential for high-throughput crystallography. The source characteristics of modern synchrotrons are ideally matched to a number of difficult problems in macromolecular crystallography. Recent studies on viruses, membrane proteins and ribosomes give clear examples of the power of modern macromolecular crystallography using synchrotron radiation. The detailed structural information obtained enables the relationships between structure and function to be addressed with confidence.

POVZETEK

Sinhrotronsko sevanje se zadnjih dvajset let uporablja za raziskave v številnih tehniških in naravoslovnih vedah, kot so fizika, kemija, fizikalna metalurgija, biokemija, farmacija, medicina in druge. Sinhrotronsko sevanje je postalo eno izmed glavnih orodij v biokemiji za strukturne študije proteinov; je nujno potrebno za razvoj »high-throughput« kristalografije, ki bo omogočila avtomatizirano reševanje novih struktur množice proteinov, ki so rezultat hitrega razvoja področja genomike (določevanja zaporedja genov dednega zapisa) in proteomike (določevanja struktur proteinov, ki jih ti geni zapisujejo). Poleg tega moderni sinhrotroni omogočajo reševanje težjih problemov v makromolekulski kristalografiji, kot so strukture virusov, membranskih proteinov idr. Podatki, pridobljeni z uporabo sinhrotronskega sevanja, omogočajo natančnejšo določitev strukture proteinov in s tem posredno njihove funkcije.

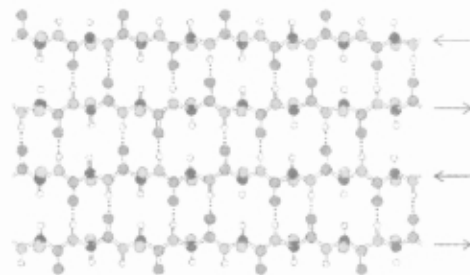
1 Proteini

Proteini so kompleksne makromolekule, ki igrajo pomembno vlogo v vseh bioloških procesih: kot encimi sodelujejo pri katalizi kemijskih reakcij v bioloških sistemih, prenašajo manjše molekule in ione, utrjujejo strukturo celice, sodelujejo pri imunskem odgovoru organizma, pri prenašanju živčnih impulzov ter kontrolirajo izražanje genske informacije, ki je nujna za rast in diferenciacijo celic. Sestavljeni so iz 20 različnih aminokislin, med seboj povezanih s peptidnimi vezmi /1/. Aminokislina se lahko na različne načine povezujejo v polipeptidne verige in s tem omogočijo izredno raznolikost strukture in funkcije proteinov (primer: bak-

terija E. coli vsebuje več kot 1000 različnih proteinov, ki skrbijo za normalni potek življenjskih funkcij organizma).

Strukturo proteina delimo na: primarno, sekundarno, terciarno in kvartarno. Najenostavnejša je primarna struktura, ki nam pove, kakšno je zaporedje aminokislinskih v polipeptidni verigi proteina.

S sekundarno strukturo (npr: vijačnica α , nagubana struktura β) opišemo ponavljajoče se strukturne elemente v proteinu in se nanaša na prostorsko orientacijo aminokislinskih, ki so si blizu skupaj glede na aminokislinsko zaporedje.

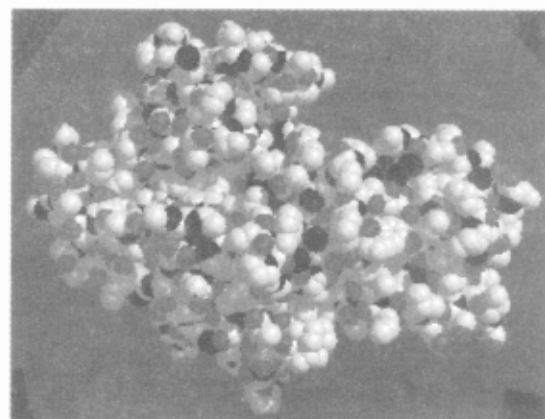


Slika 2: Sekundarna struktura proteina: vijačnica α in nagubana struktura β

```

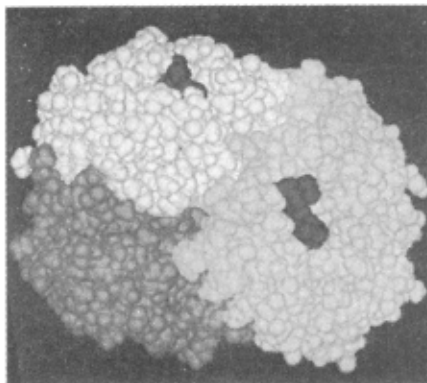
5      10      15      20      25      30
1  A A S X D X S L V E V H X X V F I V F P X I L Q A V V S I A
31 T T R X D D X D S A A A S I P M V P G W V L K Q V X G S Q A
61 G S F L A I V M G G G D L E V I L I X L A G Y Q E S S I X A
91 S R S L A A S M X T T A I P S D L W G N X A X S N A A F S S
121 X E F S S X A G S V P L G F T F X E A G A K E X V I K G Q I
151 T X O A X A F S L A X L X K L I S A M X N A X F P A G D X X
181 X X V A D I X D S H G I L X X V N Y T D A X I K M G I I F G
211 S G V N A A Y W C D S T X I A D A A D A G X X G G A G X M X
241 V C C X Q D S F R K A F P S L P Q I X Y X X T L N X X S P X
271 A X K T F E K N S X A K N X G Q S L R D V L M X Y K X X G Q
301 X H X X X A X D F X A A N V E N S S Y P A K I Q K L P H P D
331 L R X X X D L F X G D Q G I A X K T X M K X V V R R X L F L
361 I A A Y A P R L V V C X I X A I C Q K K G Y S S G H I A A X
391 G S X R D Y S G F S X N S A T X N X N I Y G W P Q S A X X S
421 K P I X I T P A I D G E G A A X X V I X S I A S S Q X X X A
451 X X S A X X A
  
```

Slika 1: Primarna struktura encima heksokinaze



Slika 3: Terciarna struktura encima heksokinaze

Terciarna struktura je tridimezionalna struktura polipeptidne verige. Kvar tar no strukturo pa imajo le proteini, ki so sestavljeni iz več polipeptidnih verig, opisuje pa prostorsko orientacijo in organizacijo vseh polipeptidnih verig /2/.



Slika 4: Kvar tar na struktura hemoglobina

2 Določanje strukture proteinov

Lastnosti proteina in njegova fiziološka vloga v celici so odvisne od njegove tridimenzionalne strukture. To strukturo proteinov lahko določamo na več načinov: z NMR (jedrsko magnetno resonanco), z elektronsko mikroskopijo ter z difrakcijo rentgenskih žarkov ali nevtronov na kristalih. Prva tridimenzionalna struktura biološke makromolekule je bila DNA-vijačnica, določena z difrakcijo rentgenskih žarkov leta 1953, za katero sta leta 1962 Watson in Crick prejela Nobelovo nagrado. Prva tridimenzionalna struktura proteina, ki je prav tako prinesla Nobelovo nagrado, je bila struktura miooglobina, ki sta jo določila Perutz in Kendrew leta 1962.

Z metodo difrakcije rentgenske svetlobe na proteinskem kristalu lahko določimo položaje vseh atomov v molekuli in s tem strukturo molekule, saj je valovna dolžina vpadne rentgenske svetlobe približno enaka dolžini kovalentnih vezi v molekuli (0,15 nm).

Pri rentgenski difrakciji analiziramo uklonske kote rentgenske svetlobe na monokristalu. (Monokristal je periodično urejena tridimenzionalna struktura molekul, med seboj povezanih z nekovalentnimi interakcijami.) Kristal vpne mo na goniometriško glavo med vir rentgenske svetlobe in detektor. Vpadna svetloba se na navideznih ravninah kristala uklanja, in to tem močnejše, čim gostejše so ravnine zasedene z atomi. Uklonjeno svetlobo, ki jo zazna detektorski sistem, nato računalniško obdelamo.

Določanje strukture proteina z metodo rentgenske difrakcije poteka v več stopnjah:

1. priprava čistega proteina
2. kristalizacija proteina ter rast visokokvalitetnih monokristalov
3. merjenje difrakcijskega vzorca proteina
4. določitev prostorske grupe kristala in vrednotenje merjenih podatkov
5. usklajevanje modela z merjenimi rezultati

2.1 Kristalizacija

Določanje tridimenzionalne strukture proteinov z metodo rentgenske difrakcije se začne s pripravo monokristalov. Glavne razlike med anorganskimi kristali in kristali proteinov so, da slednji vsebujejo velik delež vode (20-80%, podobno kot živa celica) ter da so molekule med seboj povezane s šibkimi nespecifičnimi vezmi: (van der Waalove sile, elektrostatske interakcije, vodikove vezi). Proteinske molekule se lahko posledično urejajo na več različnih načinov v kristalno strukturo, zato lahko en protein kristalizira v več različnih prostorskih grupah.

Proteinski kristali so optično aktivne molekule, sestavljene iz L-optičnih enantiomerov aminokislin, zato ne morejo vsebovati simetrijskih operacij, ki jih opazimo pri anorganskih kristalih in ki zahtevajo enako število D- in L-enantiomerov, kot so: zrcalna ravnina, drsna zrcalna ravnina ali center inverzije. Zaradi teh omejitev proteini kristalizirajo le v 65 prostorskih grupah od skupno 230 /3/.

Proteini kristalizirajo iz prenasičenih raztopin proteinov, v katerih se v določenem trenutku začnejo tvoriti stabilna kristalizacijska jedra, ki rastejo, dokler sistem ne pride v stanje nasičene raztopine, kjer vlada ravnotežje med trdno fazo in molekulami v raztopini /4/.



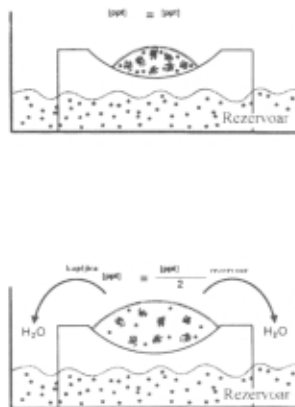
Slika 5: Energijski diagram poteka kristalizacije proteinov /4/

Kristalizacijske pogoje določimo s »screeni«. To je določeno število raztopin z različnimi pH in različnimi koncentracijami aditivov: obarjalnega reagenta in drugih anorganskih in organskih komponent. Raztopinam, v katerih rastejo kristali, še dodatno spreminjamo sestavo, da dobimo monokristal, primeren za strukturno analizo. Pri tem ne smemo pozabiti, da so proteini, ki jih kristaliziramo, vajeni fizioloških pogojev, ki jih imajo v celici /5/.

Za kristalizacijo makromolekul obstaja več metod: dializa, difuzija topila preko plinske faze (angleško: vapour diffusion), difuzija topila med dvema raztopinama (angleško: crystallization by the interface diffusion), metoda vsadka (angleško: batch method).

Najbolj razširjena je metoda izhlapevanja topila z difuzijo preko plinske faze, kjer se stanju prenasičenosti približamo z difuzijo hlapnih molekul topila. Poznamo dve tehniki: z visečo kapljico ter s sedečo kapljico. Kapljica, ki jo sestavljajo protein, pufer in obarjalni reagent, se nahaja v posodici z rezervoarjem, ki vse-

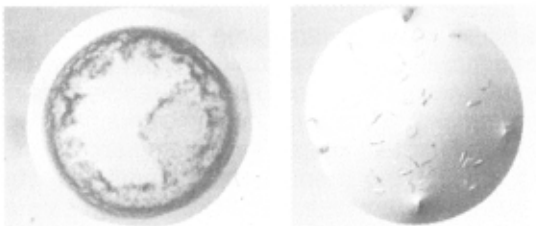
buje višjo koncentracijo obarjalnega reagenta kot kapljica. Hlapne molekule topila (ponavadi vode) difundirajo iz kapljice v rezervoar, dokler se parni tlak topila v kapljici ne izenači s parnim tlakom topila v rezervoarju. Pri tem se v kapljici koncentracija obarjalnega reagenta povečuje in približuje območju prenasajenja raztopine, prične se rast kristala.



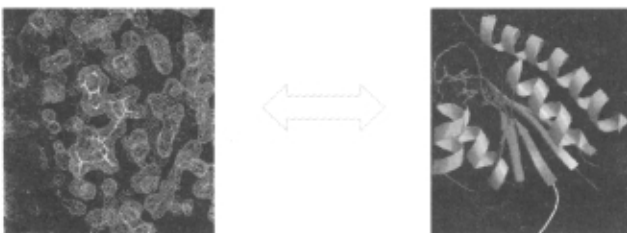
Slika 6: Kristalizacija z metodo izhlapevanja preko plinske faze /4/

Optimalen čas rasti proteinskih kristalov je 14 dni, rastejo pa lahko od nekaj dni do nekaj mesecev.

Pri prehitrem prenasajenju se tvori veliko število majhnih kristalizacijskih jeder, kar ima za posledico nastanek velikega števila majhnih kristalov ali pa celo amorfnе oborine /5/.



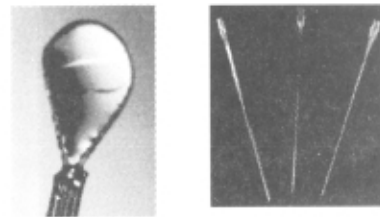
Slika 7: Kapljici z amorfnо oborino in majhnimi kristali



Slika 10: Elektronska gostota in tridimenzionalna struktura proteina (6)

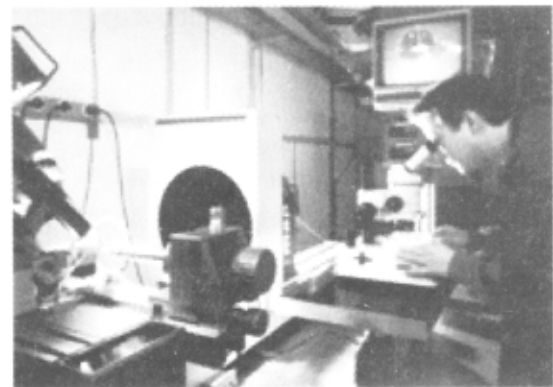
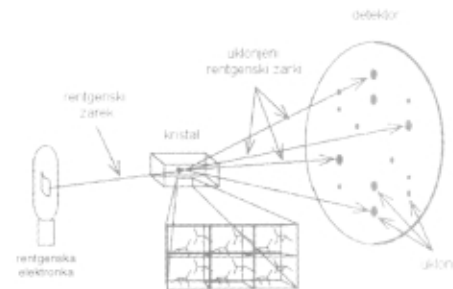
2.2 Meritve difrakcije vzorca

Proteinski monokristal pripravimo za meritev v kapilari oziroma ga ujamemo v zanko, potopimo v tekoči dušik, da v hipu zamrzne ter vpnemo na goniometriško glavo med vir rentgenske svetlobe in detektor.

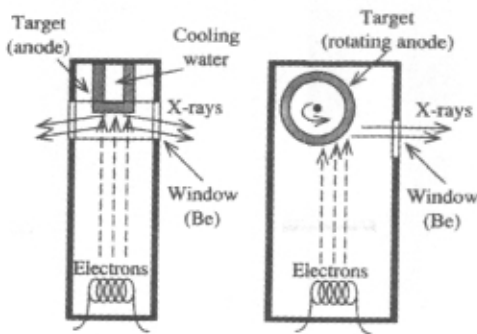


Slika 8: Zanka in kapilara za kristal

Vpadni žarki se na navidezni ravni kristala uklanjajo, in to tem močnejše, čim gostejše so ravnine zasedene z atomi. Kristal med snemanjem difrakcijskega vzorca vrtimo, pri čemer se izpolnjuje interferenčni pogoj za različne navidezne ravnine.



Slika 9: Merjenje proteinskih monokristalov z metodo rentgenske difrakcije



Slika 11: Anoda in rotirajoča anoda /8/

Rentgenska svetloba se dejansko uklanja na elektronskih oblakih atomov v molekulah kristala, zato lahko dobimo iz uklonske slike karto elektronske gostote molekule, ki je osnova za izdelavo modela molekule. Kot vir rentgenske svetlobe se uporabljajo: rentgenska elektronka, rentgenska elektronka z rotirajočo anodo ter pospeševalniki delcev, ki proizvajajo sinhrotronsko sevanje v območju rentgenske svetlobe. V rentgenski elektronki elektrone iz vroče katode pospešimo proti kovinski anodi. Ko jo zadanejo, se v snovi ustavijo in pri tem sevajo svetlobo karakteristične valovne dolžine skozi berilijevo okence. V proteinski kristalografiji uporabljamo karakteristično rentgensko svetlobo K_{α} iz bakrove anode. Gostota toka rentgenske svetlobe je omejena s količino toplote, ki jo prenese anoda. Desetkrat boljši izkoristek dobimo z uporabo rotirajoče anode, pri kateri elektroni zadevajo večjo površino anode, ki se zato počasneje segreva. Najmočnejši vir rentgenske svetlobe pa so pospeševalniki delcev, pri katerih pospešeni elektroni ali pozitroni krožijo v visokem vakuumu s hitrostjo, ki se lahko približa svetlobni hitrosti. Energija je pospeševanim delcem dovedena z radiofrekvenčnimi oddajniki, kroženje pospešenih delcev pa vzdržujemo z močnimi magneti. Pospešeni nabiti delci, kot sta elektron in pozitron, pri kroženju oddajo skoraj celotno energijo v obliki sinhrotronskega sevanja. S sistemom fokusirajočih zrcal in monokromatorjev, ki so nameščeni tangencialno na obroč, lahko izbiramo močne monokromatske rentgenske žarke določenih valovnih dolžin (0,01 - 10 nm) /7/.

Pospeševalniki, namenjeni uporabi v proteinski kristalografiji za določevanje tridimenzionalnih struktur proteinov, so: ELETTRA v Italiji, ESRF v Franciji, DESY v Nemčiji, SRS v Veliki Britaniji, APS, ALS, CHESS, NSLS in SSRL v ZDA in drugi.

Rentgensko svetlobo, ki se uklanja na kristalu, zaznamo z detektorsko ploščo, s CCD-kamero (angleško Charge Coupled Device) ali z večkanalnim proporcionalnim števcem (angl. multiwire proportional chamber). Najbolj uporabljene so detektorske plošče, prekrivane s tanko plastjo anorganske fosforjeve spojine, pri kateri uklonjena rentgenska svetloba vzbudi elektrone. Del elektronov se vrne v izhodno stanje in izseva energijo kot fluorescenčno svetlobo, del elektronov pa ostane ujetih v metastabilnih stanjih. Informacijo o poziciji



Slika 12: Sinhrotron ESRF, Francija

in intenziteti uklonjenih žarkov, shranjeno v detektorski plošči, preberemo z laserjem, ki vzbudi elektrone iz metastabilnih stanj v višja, kratkoživeča stanja. Pri prehodu iz vzbujenega v osnovno stanje pride do oddajanja svetlobe, ki jo zaznamo s fotopomnoževalko. Merjena oddana svetloba je sorazmerna s številom fotonov, ki so padli na ploščo oziroma z intenziteto sipanega žarka /8/.

2.3 Reševanje tridimenzionalne strukture proteina

Pri uklonu rentgenske svetlobe na realni mreži kristala dobimo difrakcijski vzorec oziroma recipročno mrežo, ki ima enako rotacijsko simetrijo kot realna. Vsak uklon na realni mreži lahko opišemo s Fourierovo vrsto v enačbi strukturnih faktorjev.

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^n f_j \cdot e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$$

- F_{hkl} strukturni faktor
- n število atomov v osnovni celici
- h, k, l koordinate uklona v recipročnem prostoru
- x_j, y_j, z_j položaj atoma j v osnovni celici
- f_j uklon žarka na atomu j

Enačba strukturnih faktorjev je torej zveza med recipročno in realno mrežo. Pove, da je posamezna slika uklona na detektorju vsota prispevkov uklonov vsakega posameznega atoma v osnovni celici. Atom predstavlja krogelni delec elektronske gostote in ga zapišemo kot vsoto prispevkov volumskih elementov elektronske gostote v osnovni celici. Gostoto v volumskem elementu zapišemo kot $\rho(x, y, z)$.

Fourierova transformacija je reverzibilna operacija, zato lahko z njeno uporabo izrazimo elektronsko gostoto.

$$\rho(x, y, z) = \frac{1}{V} \cdot \sum_h \sum_k \sum_l F_{hkl} \cdot e^{-2\pi i(hx + ky + lz)}$$

Vsako periodično funkcijo opišemo z amplitudo, s frekvenco in fazo. Pri metodi rentgenske difrakcije izmerimo intenziteto (sorazmerna s kvadratom amplitude funkcije) in pozicijo uklona. Faze navadno ne moremo neposredno meriti, lahko pa jo določimo z derivati molekule, ki vsebujejo težke atome (Pb, Pt, Hg itd.), z anomalnim sipanjem nekaterih elementov (Fe, Cu, Zn, Mn, Se) ter z molekulami s podobno strukturo (metoda molekulske zamenjave).

Najpogostejša je metoda molekulske zamenjave, pri kateri dobimo faze iz strukturnih faktorjev znanega proteina. Faze znanega proteina nam rabijo za začetno oceno faz našega modela. Pričakujemo namreč, da ima naš protein podobno zgradbo kot fazirajoči model /7/:

$$\rho(x, y, z) = \frac{1}{V} \sum_h \sum_k \sum_l |F_{hkl}^{\text{novi}}| \cdot e^{-2\pi i(hx+ky+lz) - i\alpha_{hkl}^{\text{model}}}$$

V.....volumen osnovne celice

α_{hkl}faze fazirajočega modela znanega proteina

Faze, izračunane iz strukturnih faktorjev F_{calc} , in amplitude merjene strukture uporabimo za izračun diferencialnih map elektronske gostote $2F_{\text{obs}} - F_{\text{calc}}$ in $F_{\text{obs}} - F_{\text{calc}}$. Mapa $2F_{\text{obs}} - F_{\text{calc}}$ pomeni celotno elektronsko gostoto, mapa $F_{\text{obs}} - F_{\text{calc}}$ pa dele elektronske gostote, ki v modelu manjkajo.

Po izračunu faz sledi gradnja modela molekule z interpretacijo elektronske gostote. Prvotne faze so bile zgolj grobi približki, zato iterativno izboljšujemo model, do najboljšega ujemanja izračunanih strukturnih faktorjev z merjenimi podatki. Pri tem minimiziramo energijo z metodo najmanjših kvadratov:

$$E = \Phi + E_G$$

$$\Phi = \sum_{hkl} (|F_{\text{obs}}| - |F_{\text{calc}}|)_{hkl}^2$$

E.....celotna energija molekule

E_Genergija geometrije molekule (kotov, vezi, konformacij)

Φvsota kvadratov razlik med merjenimi in izračunanimi amplitudami (kristalografsko minimiziranje)

Z minimizacijo energije želimo doseči konvergenco modela k dejanski strukturi. Merilo za uspešnost je radij konvergence: razdalja do globalnega minimuma. Radij konvergence mora biti na začetku izboljševanja strukture čim večji. To dosežemo z uporabo podatkov nizke resolucije pri računanju funkcije Φ . Z manjšanjem radija konvergence povečujemo resolucijo in čedalje manj omejujemo parametre modela, ki postopno konvergira k merjenim podatkom. Konvergenco merjenih podatkov z modelom dosežemo torej z iterativnim izboljševanjem geometrije molekule; izboljšujemo tudi temperaturne faktorje posameznih atomov, ki so mera za oscilacijo atoma okrog položaja v modelu. Ko je ujemanje med merjenimi in izračunanimi intenzitetami veliko, dodamo še molekule topila. Mera za ujemanje

oziroma za konvergenco je rezidualni indeks ali R-faktor /7/:

$$R = \frac{\|F_{\text{obs}}\| - \|F_{\text{calc}}\|}{\|F_{\text{obs}}\|}$$

R.....R-faktor oz. rezidualni indeks

F_{obs}izmerjeni strukturni faktor

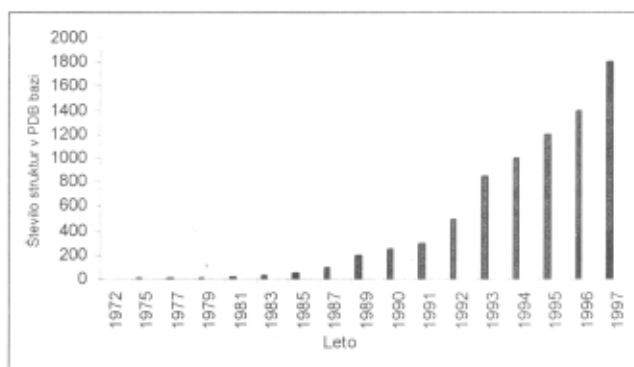
F_{calc}izračunani strukturni faktor

Osnovno merilo za konec iterativnega postopka reševanja strukture proteina je nepretrgana diferencialna mapa elektronske gostote okrog večine atomov in ujemanje le-te z molekulskim modelom. Končni model molekule v kristalu mora biti tudi kemijsko možen, kar pomeni, da nima kiralnega centra inverzije. Dolžine vezi so ustrezne, peptidne vezi so skoraj planarne, neprolinski peptidi so v konformaciji trans, razen če za to ni posebnega vzroka. Konformacijska koža glavne verige Φ in Ψ morata biti v okviru mej, dobljenih z Ramachandrovim diagramom, torzijski koti vezi stranskih skupin pa morajo biti v mejah stabilnih konformacij /7,9/.

2.4 PDB-baza tridimenzionalnih struktur proteinov

Rešene tridimenzionalne strukture proteinov so shranjene v PDB-bazi (Protein Data Bank, <http://www.rcsb.org/pdb/>), kjer vsaka dobi svojo kodo. Od vzpostavitve PDB-baze leta 1972 do danes je število rešenih tridimenzionalnih struktur proteinov naraslo iz nekaj struktur na leto na okoli 50 na teden.

Sedaj je v bazi okoli 17.000 tridimenzionalnih struktur proteinov (19. 2. 2002: 17.357 struktur). K hitremu razvoju in aktualnosti področja so prispevale vedno boljše tehnike pridobivanja proteinov in merjenja proteinskih kristalov ter pojav genomike (določevanja zaporedja genov dednega zapisa).



Slika 13: Zgodovinski razvoj PDB-baze /10/

3 Sklep

Z razcvetom genomike se je pojavilo tudi vprašanje, v kaj se ti geni prepisujejo. S tem se je odprlo novo področje proteomike oziroma strukturne genomike, ki se je naenkrat srečala z ogromnim številom proteinov, pri katerih bi bilo treba določiti tridimenzionalno strukturo. Zaradi množice vhodnih podatkov se prihodnost reševanja tridimenzionalnih struktur nagiba k avtomatizaciji vseh procesov, od pridobivanja proteina do robotske kristalizacije in avtomatskega merjenja kristalov na sinhrotronih /11/. Ob sinhrotronih že rastejo tovarne proteinov, npr.: Protein Production Factory (SRS, Daresbury, Velika Britanija), Protein Structure Factory (Berlin, Nemčija), ki bodo kos novim zahtevam po avtomatizaciji vseh procesov, ki vodijo do rešene tridimenzionalne strukture proteina. Poleg njih se na sinhrotronih tudi navdušujejo nad možnostjo merjenja proteinskih kristalov in določevanje strukture proteina na daljavo preko interneta (protein poslan po hitri pošti na sinhrotron, avtomatske nastavitve ter spremljanje procesov preko interneta).

Čeprav bo avtomatizacija skrajšala čas in povečala učinkovitost reševanja struktur, bo posledično povzročila »poplavo« podatkov, ki jih bo treba smiselno obdelati, ter vsem proteinom, ki jim bo določena tridimenzionalna struktura, tudi pripisati njihovo funkcijo v bioloških procesih. Z razcvetom genomike in proteomike in uporabo vseh tehnik, ki so se posledično razvile, ter

z uporabo sinhrotronske svetlobe, se je odprlo novo, zelo zanimivo področje, ki bo pripomoglo k razumevanju delovanja celotnega organizma na molekularnem nivoju.

4 Literatura

- /1/ Stryer, L., Biochemistry, W. H. Freeman and Company, New York, (1995), 18-72
- /2/ Voet, D., Voet, J. G., Biochemistry, John Wiley & Sons, Inc., New York, (1996), 141-188
- /3/ Eisenberg, D., X-Ray Crystallography and Enzyme Structure, editor: Boyer P. D., The Enzymes, Academic Press New York, (1970), 1-23
- /4/ Mc Pherson, A., Crystallization of biological macromolecules, Cold Spring harbor Laboratory Press, NY (1970), 159-215
- /5/ Ducruix, A., Giegé, R., Methods of Crystallization. Crystallization of Nucleic Acids and Proteins, Oxford University Press, New York, (1992), 73-91
- /6/ Zarembinski, T., Hung, L. W., Mueller-Dieckmann, J., Kim, K. K., Yokota, H., Kim, R., and Kim, H. S., Proc. Natl. Acad. Sci., 15, (1998), 15189
- /7/ Rhodes, G., Crystallography Made Crystal Clear, Academic Press, San Diego, (1993), 85-99
- /8/ Drenth, J., Principles of Protein X-Ray Crystallography, Springer-Verlag, New York (1994), 34-37.
- /9/ Stern, I., Določanje tridimenzionalne strukture kompleksov katepsinov s sintetičnimi inhibitorji, Magistrsko delo, Univerza v Ljubljani, (2001), 21 - 25
- /10/ Weissig, H., Bourne, P. E., Bioinformatics, 15 (1990), 807-831
- /11/ Lamzin, V. S., Perrakis, A., Nature Structural Biology, (2000), 978-981
- /12/ Orengo, C. A., Curr.Opin.Struct.Biol., 4 (1994), 429-440
- /13/ Holm, L., Sander, C., Nucleic Acids Res., 27 (1999), 244-247

In memoriam

DR. AVGUST BELIČ (1928-2002)



Dr. Avgust Belič je izhajal iz skromne železničarske družine na Viču v Ljubljani. Rojen je bil 5. 3. 1928. Po osnovni šoli na Viču se je l. 1939 vpisal na 1. državno moško realno gimnazijo v Ljubljani in jo z odliko končal leta 1947. Jeseni istega leta se je vpisal na Tehniško visoko šolo, Oddelek za elektrotehniko.

Kot mladinec je med vojno sodeloval pri aktivnostih narodnoosvobodilnega boja v domači Rožni dolini. Že zgodaj ga je privlačila tehnika. Med študijem je pričel (1952) kot laborant sodelovati v Inštitutu za šibki tok TVŠ pri prof. Dušanu Lasiču. S tem se je vključil v formiranje nastajajočega Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko, ki mu je ostal zvest vso svojo delovno dobo. Leta 1956 je z odliko diplomiral, postal samostojni raziskovalec, kmalu potem (1960) vodja Laboratorija za optična merjenja v Oddelku za elektronsko vakuumsko tehniko in štiri leta kasneje vodja Odseka za termične elektrone. Vzporedno z ustvarjanjem družine je povečeval aktivnosti na strokovnem področju in bil postavljen za vodjo Oddelka za kontakte in specialne elektrone (1972). Iz tega obdobja se njegovi sodelavci spominjamo razvoja hermetičnih kontaktnikov, številnih patentov, spoznavanja novih tehnologij, stikov s tujino, aktivnosti za rast inštituta (IEVT) in povečevanja oddelka. Sodeloval je pri vodenju razvojnoraziskovalne dejavnosti celotne hiše in po inž. Kobetu postal direktor (1974); njegovi trije mandati so bili najuspešnejše obdobje Inštituta. Doktoriral je l. 1977 in se istočasno trudil za postavitev

močne vodstvene strukture, ki jo je inštitut z nad 300 zaposlenimi nujno potreboval. Upokojil se je leta 1987.

Dr. Belič, vseskozi napredno tehnično misleč, je okrog sebe z veseljem zbiral mlajše sodelavce, jih vpeljeval v raziskovalno delo in skrbel za njihovo napredovanje. Že iz rane mladosti ga je spremljal izreden socialni čut, kar smo velikokrat opazili, ko je z njemu značilno vztrajnostjo pomagal vsakomur, ne glede na stan ali izobrazbo. V prostem času, kolikor mu ga je ostajalo, je poleg družine vlagal svojo energijo še v Združenje rezervnih vojaških starešin, deloval pri lovskih in strelskih družinah, bil strasten radioamater, kasneje tudi računalničar, ekspert za strelna orožja, za letala in sploh za tehnološko zahtevne tehnične izdelke vseh vrst. Prav v zadnjem obdobju se je z vsem žarom posvetil sistemom GPS. Na tem novem področju je svetoval številnim podjetjem, med drugim tudi Ministrstvu za obrambo in Ministrstvu za notranje zadeve, vodil je tečaje za uporabo GPS sistemov in bil celo somentor pri diplomah študentov, ki so se ukvarjali s tem tehnično dokaj zahtevnim področjem.

Strokovno in znanstveno delo dr. Beliča obsega številne članke v tujih in domačih revijah, referate na simpozijih in konferencah, strokovna poročila, recenzije in patente. Bil je znanstveno-tehnološki svetovalec v več tujih firmah, dobil dve nagradi za izume in tehnične izboljšave, sodeloval pri snovanju in začetnem delovanju Jugoslovanskega centra za vakuumsko tehniko ter bil predsednik Jugoslovanskega komiteja za vakuumsko tehniko. Ves čas je z velikim razumevanjem podpiral delovanje našega društva, ki je nastalo in živelo v isti stavbi kot Inštitut; številne aktivnosti so se v skupnem okolju dopolnjevale. Nanje in na dr. Beliča nas vežejo mnogi lepi spomini.

Andrej Pregelj

AKREDITACIJA LABORATORIJA ZA METROLOGIJO TLAKA NA INŠTITUTU ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE

Lidija Irmančnik-Belič, Janez Šetina, Bojan Erjavec

Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenija

Akreditirani organi na svojih certifikatih ali poročilih izkazujejo, da je njihova storitev znotraj akreditiranega obsega, izključno z uporabo dodeljenega jim akreditacijskega logotipa ali z nedvoumnim sklicevanjem na akreditacijo.

(Iz kataloga akreditiranih organov SA - Slovenska akreditacija)

Lansko leto smo v Vakuumistu /1/ ter v reviji Materiali in tehnologije /2/ smo predstavili delo LMT (Laboratorij za metrologijo tlaka), tokrat pa vas ponosni obveščamo, da je naš laboratorij v mesecu februarju prejel pri Slovenski akreditaciji (SA) akreditacijsko listino z oznako L-030.

Na sliki 1 je kopija akreditacijske listine. Pridobitev akreditacije dokazuje visoko znanstveno, strokovno in organizacijsko usposobljenost ter vrhunsko merilno opremljenost Laboratorija za metrologijo tlaka na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije.

Akreditacija je uradno priznanje usposobljenosti za opravljanje določenih dejavnosti. Podlaga za delo na področju akreditiranja, preskušanja, certificiranja in kontrole so standardi serije SIST EN 45000 oziroma po novem standard ISO 17025. Prednosti akreditacije sta zaupanje v rezultate preskušanja, kalibriranja, certificiranja in kontrole ter dostop do mednarodnih shem za vzajemno priznavanje certifikatov o kalibraciji, poročil o preskusih in certifikatov o skladnosti oziroma o usposobljenosti ter potrdil o kontroli. Na reguliranem področju pa je akreditacija orodje, ki ga uporabljajo državni organi pri določanju organov za ugotavljanje skladnosti s predpisi /3/.

Takoj po ustanovitvi Laboratorija za metrologijo tlaka leta 1999 smo začeli postopek za pridobitev akreditacije za kalibracije merilnikov tlaka. Istega leta je bil v laboratoriju vpeljan sistem kakovosti po standardu SIST EN 45001. Od takrat dalje je vse delo, ki je povezano s kalibracijami merilnikov tlaka, dokumentirano ter poteka po predpisanih postopkih. Uredili smo laboratorijske prostore, v katerih lahko zagotovimo ustrezne klimatske pogoje za opravljanje kalibracij. Laboratorij smo opremili z vrhunsko merilno opremo. Ključna inštrumenta, na katerih temelji sedanji obseg akreditacije, sta tlačna tehnica in kremenov Bourdonov merilnik tlaka. Oba sta bila kupljena s sredstvi mednarodnega programa Phare v okviru projekta za podporo vzpostavitve slovenskega nacionalnega meroslovnega sistema. Projekt je koordiniral Urad Republike Slovenije za meroslovje (MIRS) pri Ministrstvu za šolstvo, znanost in šport. MIRS nam je tudi pomagal pri zagotavljanju sledljivosti naše merilne opreme.

V mesecu juliju 1999 smo SA poslali uradno zahtevo za akreditacijo skupaj s poslovnikom kakovosti in drugimi dokumenti sistema kakovosti. SA je junija 2000 opravila predpresojno sistema kakovosti v LMT. Pomanjkljivosti, ki jih je SA ugotovila, smo odpravili, sistem dopolnili in se pripravili na akreditacijsko presojo. Akreditacijska presoja je bila opravljena aprila 2001. SA je v presojo vključila tujega strokovnega

presojevalca iz italijanske akreditacijske službe SIT - SERVIZIO DI TARATURA IN ITALIA. Ta je podrobno pregledal in ocenil vse naše kalibracijske postopke merilnikov tlaka, postopke za izračun merilne negotovosti in shemo sledljivosti ter podal pozitivno mnenje. Poglavitna pomanjkljivost, ki jo je tuji strokovni presojevalec ugotovil, je bila, da rezultati medlaboratorijskih primerjav, ki smo jih do tedaj opravili, še niso bili znani in da z njimi nismo imeli pokritega področja tlaka nad 3 kPa. Zato je predložil, da se udeležimo dveh medlaboratorijskih primerjav v območju od 2 kPa do 5 MPa, ki ju je organizirala italijanska akreditacijska služba SIT za preverjanje usposobljenosti njenih akreditiranih laboratorijev. Primerjalne meritve smo izvedli konec avgusta 2001. V začetku oktobra smo SA poslali poročilo o odpravi vseh drugih neskladnosti, ki so bile ugotovljene pri akreditacijski presoji. To poročilo je bilo pozitivno ocenjeno in sprejeto. Rezultati medlaboratorijskih primerjav SIT so tudi potrdili sledljivostno shemo naše merilne opreme in ocenjene merilne negotovosti. S tem je bil izpolnjen še zadnji zahtevan pogoj za podelitev akreditacije v sedanjem obsegu.



Slika 1: Kopija akreditacijske listine, ki jo je Slovenska akreditacija podelila Laboratoriju za metrologijo tlaka

Mednarodne medlaboratorijske primerjave

Ker smo razmeroma »nov« laboratorij v slovenskem in svetovnem meroslovnem okolju, nismo imeli nobenih referenc, razen našega znanstvenega dela na tem področju. Zato smo se že ob začetku delovanja laboratorija zavedali, da bodo uspešno opravljene mednarodne medlaboratorijske primerjave ključne za podelitev akreditacije našemu laboratoriju. Takoj po ustanovitvi laboratorija smo pričeli sistematično iskati možnosti, da se pridružimo medlaboratorijskim primerjavam v našem merilnem območju. To ni bilo lahko, saj take primerjave niso na voljo prav pogosto oziroma, ko bi si jih zaželeli. Pri tem so nam bili v veliko pomoč tudi dobri osebni stiki in znanstveno sodelovanje z vodilnim osebjem v laboratorijih za tlak v tujih nacionalnih meroslovnih inštitutih kot sta PTB v Berlinu in IMGIC v Torinu.

Posamezna medlaboratorijska primerjava traja navadno več kot eno leto. Uradni rezultati so le redko na voljo prej kot dve leti po začetku primerjave, ko referenčne vzorce ali merilne etalone pošljejo iz pilotnega laboratorija. To je bil tudi razlog, da smo dobili akreditacijsko listino tako pozno po presoji laboratorija. Naj naštejemo medlaboratorijske primerjave, ki smo se jih do sedaj udeležili

- V avgustu 2000 smo opravili kalibracije dveh kapacitivnih membranskih merilnikov tlaka v okviru medlaboratorijske primerjave, ki jo je organizirala Belgijska kalibracijska organizacija (BKO/OBE) kot projekt Evropske akreditacije (EA-Pr8). Obseg primerjave je bil absolutni tlak v območju od 0,1 Pa do 3 kPa. Po informacijah, ki smo jih pred kratkim dobili pri Slovenski akreditaciji, so neuradne rezultate za naš laboratorij že dobili, uradno poročilo za celoten projekt pa naj bi bilo izdano v prvi polovici letošnjega leta.

- V septembru 2000 smo sodelovali pri projektu EUROMET št. 442, faza B. To je medlaboratorijska primerjava v področju nizkih absolutnih tlakov od 10^{-4} Pa do 1 Pa. Sodelujoči laboratoriji so: PTB, Berlin, Nemčija, ki je pilotni laboratorij, NPL, Anglija, BNM-LNE, Francija, IMGIC, Italija, SP, Švedska, CEM, Španija, UME, Turčija, SMU, Slovaška, CMI, Češka ter naš laboratorij. Pred kratkim smo dobili informacijo iz PTB, da so v zadnjem laboratoriju, UME v Turčiji, končali meritve v februarju letos, tako da bodo uradni rezultati znani v drugi polovici letošnjega leta.
- V avgustu 2001 smo sodelovali pri dveh mednarodnih medlaboratorijskih primerjavah italijanske akreditacijske službe. Primerjava z oznako SIT ILC 1 je bila v področju absolutnega tlaka med 2 kPa in 120 kPa, primerjava SIT ILC 3 pa je bila v področju relativnega tlaka od 1 MPa do 5 MPa. Tudi tu uradni rezultati še niso znani. Neuradne rezultate te primerjave pa je dobil strokovni presojevalec iz italijanske akreditacije, ki je sodeloval pri presoji našega laboratorija in jih pozitivno ocenil.

Obseg akreditacije LMT

V prilogi k akreditacijski listini št. L-30, ki jo je SA izdala 18. 2. 2002, je naveden natančen obseg akreditacije /4/.

Kalibriranje na področjih (šifra harmonizirane klasifikacijske sheme v EA):

- Tlak (5.4): instrumenti za merjenje tlaka.

Podroben opis obsega akreditacije je v tabeli 1.

Tabela 1: Kalibracije v laboratoriju

Merjena veličina	Območje	Najboljša merilna zmogljivost ($k=2$) *	Opombe	
5.	MEHANSKE VELIČINE			
5.4	TLAK - instrumenti za merjenje tlaka		P je merjeni tlak	
	Instrumenti za merjenje absolutnega tlaka	1,4 kPa do 170 kPa (14 mbar do 1,7 bar)	$9 \cdot 10^{-5} \cdot P + 0,2 \text{ Pa}$	Plinski medij
		0,170 do 7,0 MPa (1,7 bar do 70 bar)	$9 \cdot 10^{-5} \cdot P + 0,6 \text{ Pa}$	Plinski medij
	Instrumenti za merjenje relativnega tlaka (relativno glede na atmosferski tlak)	1,4 do 170 kPa (14 mbar do 1,7 bar)	$9 \cdot 10^{-5} \cdot P + 0,02 \text{ Pa}$	Plinski medij
		0,170 do 7,0 MPa (1,7 bar do 70 bar)	$9 \cdot 10^{-5} \cdot P + 0,6 \text{ Pa}$	Plinski medij

* Najboljša merilna zmogljivost je izražena z najboljšo merilno negotovostjo meritev v podanem območju. Merilna negotovost je podana kot standardna deviacija, pomnožena s faktorjem pokritja dve , tj. $k=2$. Standardna deviacija je izračunana iz prispevkov negotovosti, ki izvirajo iz etalona, kalibracijskega postopka in iz pogojev okolja, skladno z dokumentom A13 oziroma EA-4/02.

Izvajanje kalibracij merilnikov tlaka v LMT

V laboratoriju izvajamo kalibracije merilnikov tlaka in zanje izdajamo akreditirane kalibracijske certifikate za področje tlaka, kot je navedeno v tabeli 1. Ti certifikati so opremljeni s posebnim znakom (logo), slika 2, ki nam ga je izdala SA. Logo se lahko uporablja izključno na dokumentih, ki se nanašajo na dejavnosti, za katere je laboratorij akreditiran in so v skladu z navodili SA za uporabo tega znaka /3/.

Poleg kalibracij v okviru sedanjega obsega akreditacije imamo v laboratoriju tudi merilno opremo, s katero lahko opravimo sledljive kalibracije merilnikov tlaka v območju od zelo nizkih tlakov (10^{-5} Pa) do zelo visokih tlakov (200 MPa). Žal teh področij tlaka še nimamo pokritih z mednarodnimi medlaboratorijskimi primerjavami, oziroma rezultati še niso znani. Zato za ta področja še nismo mogli pridobiti akreditacije in pri takih kalibracijah izdamo neakreditiran certifikat. Poudariti pa moramo, da so tudi te kalibracije sledljive do ustreznih mednarodnih etalonov in da jih izvajamo v skladu z zahtevami našega sistema kakovosti kot pri akreditirani dejavnosti.

Načrti LMT

V letih 2002 in 2003 načrtujemo postopno razširitev obsega naše akreditacije za kalibracije merilnikov tlaka v področje od 10^{-5} Pa do 200 MPa, tako da bomo pokrili praktično celoten obseg potreb po zagotavljanju sledljivosti tlaka v Sloveniji. Tudi merilna negotovost bo zadoščala večini potreb.

Uspelo nam je, da smo se uveljavili v mednarodnem prostoru, kjer smo lahko enakovreden partner vrhunskim tujim meroslovnim laboratorijem. To dokazujeta bilateralna raziskovalna projekta z Istituto di Metrologia »G. Colonnetti« (IMGC) iz Italije (1999 do 2001) in z National Institute of Standards and Technology (NIST) iz ZDA (2001 do 2003). V začetku letošnjega leta nam je uspelo priključiti se projektu petega okvirnega programa EZ. Sodelovanje v mednarodnih projektih nam bo utrdilo mednarodno prepoznavnost in veljavo ter omogočilo dostop do vrhunske raziskovalne in merilne opreme v tujih laboratorijih.

Slovenski nacionalni meroslovni sistem je organiziran kot distribuiran sistem nacionalnih merilnih etalonov, ki ga koordinira MIRS. Z vrhunsko raziskovalno in merilno

opremo ter znanjem, ki ga neprestano širimo in dopolnjujemo z aktivnim delom na področju znanstvenega meroslovja, lahko v slovenskem meroslovnem sistemu prevzamemo vlogo laboratorija na najvišji ravni za merljivo veličino tlak.

Kontaktne osebe za informacije v zvezi z kalibracijo merilnikov tlakov sta:

dr. Bojan Erjavec (bojan.erjavec@imt.si) in
mag. Janez Šetina (janez.setina@imt.si).

Literatura

- /1/ J. Šetina, B. Erjavec, L. I. Belič, Vakuumist 21/2(2001), 8
- /2/ J. Šetina, B. Erjavec, L. I. Belič, Laboratorij za metrologijo tlaka na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije, Mater.tehnol., 35 (2001) 321
- /3/ Informacije SA: Informacija o akreditaciji za kalibracijske in preskusne laboratorije, certifikacijske organe in kontrolne organe, maj 2001
- /4/ Priloga k akreditacijski listini št. L-030, SA št. 811-10/99-83



Slika 2: Logo, ki ga je Slovenska akreditacija izdala LMT

ZGODOVINA RAZISKOVANJA TEKOČIH KRISTALOV (3. del)

Stanislav Južnič*

The History of Liquid Crystals Research
(Part 3)

5.7 Lehmann v Achnu, Dresdnu in Karlsruheju: raziskovanje tekočih kristalov znotraj nove veje znanosti, fizikalne kemije

(nadaljevanje iz prejšnje številke)

Lehmann se je dolgo boril za priznanje obstoja kemijsko enotnih tekočih kristalov. Njegove težave so izvirale iz stoletne Haüyjeve definicije kristala kot trdne snovi, ki jo je bilo treba spremeniti glede na nova odkritja. Med Lehmannovi nasprotniki je bil tudi Quincke, ki je 25.7.1894 opazoval kristal benzenholesterola, ki mu ga je priskrbel prijatelj Hans Heinrich Landolt¹. Zaradi svojih izkušenj z liotropnimi tekočimi kristali je menil, da so tudi termotropni tekoči kristali zmesi z oljnato tekočino, podobni mielinu, in je kritiziral Lehmannove trditve². Quincke je menil, da podlaga vpliva na nastanek anizotropije v usedlini, Lehmann pa je dokazoval, da gre za notranjo lastnost tekočih kristalov³. Po drugi strani pa je Quincke že v naslov 25.7.1894 postavil idejo o Rungovi in Lehmannovi »tvorni sili« oziroma prosti volji pri tvorbi mehurčkov, pen in mielinskih oblik. Ideja je dve desetletji pozneje močno vplivala na opis preskokov elektronov med Bohrovimi orbitalami⁴.

Lehmann je leta 1895 opravil prva opazovanja liotropnih tekočih kristalov v dobro definiranih kemijskih sistemih s polarizirano svetlobo. Opazoval je amonijsko kislino v majhni količini vode, ki so jo pogosto uporabljali tudi kot mazivo za stroje⁵. Quincke je opisal mielinske oblike v raztopinah nekaterih mil kot zmesi, ki vsebujejo trdne kristale in zato kažejo dvojni lom. Dokazal je, da površinska napetost na meji med oljem

in alkalijsko snovjo ali milnico vpliva na tvorbo mielinskih oblik⁶.

Quincke je izpostavil celo Forbesovo prvenstvo pri uporabi izraza »tekoči kristal«, vendar ga je Lehmann na 78. zborovanju nemških naravoslovcev in zdravnikov 21.9.1906 hudomušno zavrnil z navedbo dialoga med prijateljem kemikom Müllerjem in kristalografom Schultzom iz Züricha o Heraklitu, ki je že pred tisočletji trdil, da »vse teče«. Podobne navedbe je Lehmann našel tudi v Goethejevem Faustu in Haecklovi splošni morfologiji iz leta 1866⁷. Tekočim kristalom kot posebnemu stanju snovi je nasprotoval tudi Tammann. Motnost tekočih kristalov je bila zanj dodaten argument za njihovo sestavljenost. Vendar pa so bili poskusi njegovega učenca Rotarskega za dokazovanje emulzijske sestave tekočih kristalov leta 1901 in 1903 izvedeni preveč pomanjkljivo. Schenck, ki mu je Tammann dostavil Rotarskijeve preparate, je ugotovil, da niso bili dovolj čisti. To je seveda sprožilo kritike tudi proti drugim Tammannovim trditvam⁸.

Na Tammannovo kritiko, poslano februarja 1902, je že 30.5.1902 odgovoril Lehmann z ugotovitvijo, da pod mikroskopom ni opaziti motnosti enostavnih tekočih kristalov. Z novo teorijo svetlobe in W. Kaufmannovo teorijo elektronov je zavračal staro teorijo prostorske mreže, po kateri bi simetričnost in sestava posameznih molekul določala optične lastnosti kristala. Teorija o treh agregatnih stanjih snovi pa se mu je tako ali tako zdela nevzdržna, glede na to, da so pri amoniaku poznali pet trdnih stanj, tako da se mu zveznost agregatnih stanj v Van der Waalsovem pomenu ni zdela sprejemljiva. Sprejemljivejša se mu je zdela termodinamika Gibbsa s faznim pravilom iz leta 1876, ki je bilo objavljeno sočasno z Lehmannovimi raziskovanji rasti kristalov in izomerije v doktoratu iz leta 1877⁹.

Tammann je posebno ostro nastopil proti tekočim kristalom na 12. zborovanju Bunsenove družbe v Leh-

* Dr. Stanislav Južnič je profesor fizike in računalništva na srednji šoli v Kočevju. Leta 1980 je diplomiral iz tehniške fizike na Fakulteti za naravoslovje in tehnologijo, magistriral leta 1984 iz zgodovine fizike na Filozofski fakulteti v Ljubljani, kjer je leta 1999 tudi doktoriral.

- 1 Quincke, 1894, 613. Hans Heinrich Landolt je študiral pri Bunsenu, pozneje pa je postal profesor v Bonnu, Achnu in Berlinu. Prizadeval se je za povezavo med fizikalnimi lastnostmi in kemijsko sestavo snovi. Bil je član uredniškega odbora Zeit. Phys. Chem. (Servos, 1996, 12, 47).
- 2 Quincke, 1894, 632; Kelker, 1973, 3; Sonin, 1988, 33-35; Lehmann, 1900, 694.
- 3 Kelker, 1986, 244.
- 4 Kerker, 1986, 240, 243.
- 5 Petrov, 1999, 4.
- 6 Quincke, 1904, 4.
- 7 Knoll, Kelker, 1988, 93-94; Reinitzer, 1908, 215. Ernst Heinrich Haeckel (1834-1919) je bil rojen v Potsdamu in je študiral medicino v Würzburgu, Berlinu in na Dunaju. Po kratki zdravniški praksi v Berlinu se je začel ukvarjati z zoologijo. Po študiju v Helgolandu in v Italiji je začel leta 1862 poučevati anatomijo in leta 1865 zoologijo na univerzi v Jeni, kjer se je leta 1908 upokojil. Leta 1872 je postal dopisni član Dunajske akademije. Bil je zagovornik teorije Charlesa Darwina. Darwin je ob koncu življenja tudi sam raziskoval pojave rasti ledenih rož (Kelker, 1986, 244).
- 8 Tammann, 1901, 526, 527-530; Tammann, 1902, 105, 108; Lehmann, 1902a, 910, 917. Thadeus Feliksovič Rotarski je sodeloval pri Tammannovem eksperimentalnem delu na univerzi Tartu. Po Tammannovem odhodu v Göttingen je Rotarski postal mlajši laborant (asistent) na katedri za analitično kemijo v pravkar oktobra 1902 organiziranem Politehničnem inštitutu v Sankt Petersburgu. Tam je Rotarski nadaljeval z raziskovanjem tekočih kristalov in dokazovanjem Tammannove emulzijske hipoteze do leta 1908, ko se je le prepričal v obstoj tekočih kristalov. Vendar je jeseni leta 1908 težko zbolel in dve leti pozneje umrl (Sonin, 1988, 64, 71, 72, 73-74, 76, 80).
- 9 Lehmann, 1902a, 911, 913, 921. Američan Josiah Willard Gibbs (1839-1903) je med letoma 1863-1869 študiral v Franciji in Nemčiji.

mannovem domačem Karlsruheju med 1.6. in 4.6. 1905, v letu Lehmannovega petdesetega rojstnega dneva¹⁰. Ob burni izmenjavi mnenj med Lehmannom in Tammannom je Lehmann podpiral tudi Schenck 3.6.1905 v uvodnem referatu zborovanja, ki se je nadaljevalo z Lehmannovimi slovitimi projekcijami mikroskopskih slik pri stokratni povečavi¹¹. Schenck je leta 1905 menil, da je opazil nezvezen prehod v fazo tekočega kristala, vendar je njegove rezultate tri leta pozneje popravil Bose¹². V tistem času so poznali 21 vrst tekočih kristalov, vendar so se zavedali, da se bo število hitro povečevalo¹³. Schencku se je zdelo, da tekoči kristali spominjajo na zračne balone, ki se premikajo, ko se jih dotaknemo s ostjo. Tammann in Quincke sta imela tekoče kristale za dvokomponentne in nehomogene s kristali, plavajočimi v tekočini. Lehmann ju je zavračal z ugotovitvijo, da se absorpcija svetlobe ne spreminja s temperaturo, kar je značilno za emulzije, katerih kaplje razpadejo pri nižjih temperaturah¹⁴. Tammann je zagovornikom tekočih kristalov odgovoril z vzklikom:

»Kateri kristali obstajajo, je dvomljivo, zavoljo mene naj bodo tudi kristali, ki tečejo (Fließende). Toda tekoči (Flüssige) kristali? Nikoli!¹⁵«

Seveda je šlo predvsem za učinkovito izjavo, saj je bilo jasno, da je med »kristali, ki tečejo, in »tekočimi kristali« le korak¹⁶.

Po koncu zborovanja 4.6.1905 so v Lehmannovem inštitutu v Karlsruheju na Van't Hoffov predlog ustanovili posebno komisijo za vprašanje o obstoju tekočih kristalov v naravi pod predsedstvom Van't Hoffa in člani Tammannom, Grothom in Schenckom.

Komisija naj bi podala poročilo do leta 1908. Julius Wagner je 22.1.1906 k pristopu v komisijo (znova) povabil tudi Lehmann, ki pa vabila ni sprejel, čeravno mu je 22.6.1905 pisal tudi Tammann. Lehmann si je dopisoval tudi z Van't Hoffom že od leta 1882¹⁷.

Na kongresu uporabne kemije v Rimu med 26.4. in 3.5.1906 se je razprava nadaljevala z Nernstovim referatom, ki je tedaj še podpiral Tammannovo domnevo o dvokomponentnosti tekočih kristalov. Na 78. zborovanju nemških naravoslovcev in zdravnikov v Stuttgartu je Lehmann 21.9.1906 že neposredno povezal tekoče kristale s teorijami življenja, saj je bil tudi naslov predavanja »Tekoči in navidez živi kristali«. Na predavanju je kazal tudi Vorländerjeve preparate v podporo analogiji med tekočimi kristali in življenjem. Naslednje leto je predavanje natisnil v monografiji »Tekoči kristali in teorije življenja«. Pozneje je tekoče kristale opisal kot živo snov še v številnih delih¹⁸.

Lehmannove ideje o povezavi tekočih kristalov in žive snovi so bile dobro sprejete tudi v bolj odročnih središčih raziskovanja, kot je bila Sofija s prvim profesorjem fizike P.I. Bahmetievim. Ta je že septembra 1906 objavil razpravo o bioloških analogijah s kristali, v kateri je upošteval Lehmannova dognanja¹⁹.

Med Lehmannovimi nasprotniki je bil tudi Vulf, čeprav sta bila oba Grothova učenca. Vulf je leta 1909 opisoval tekoče kristale kot sestavljene snovi²⁰. Nasprotovanje odkritju tekočih kristalov je bilo normalno in pričakovano v dobi, ko so si sledila številna odkritja: rentgenski in radioaktivni žarki, elektroni in tudi številni delci, ki jih poznejša raziskovanja niso potrdila.

- 10 Knoll, Kelker, 1988, 79. Estonski kemik Gustav (Heinrich Johann Arocon) Tammann (1861-1938) je bil rojen v Jamburgu v Rusiji. Leta 1882 je 5 let za Ostwaldom diplomiral na ruski univerzi v Derptu (Dorpat, Jurjev), ki se je po letu 1893 preimenoval v Tartu in je danes v Estoniji. Tam je leta 1881 nadomestil asistenta Ostwalda, ki je postal leta 1881 profesor v Rigi. Leta 1892 je po priporočilu Dmitrija Ivanoviča Mendelejeva (1834-1907) postal profesor kemije in direktor Kemijskega inštituta v Tartuju. Tammann in Svante Arrhenius (1859-1927) sta si pogosto dopisovala v 1890-ih letih, saj sta pripadala istemu krogu fizikalnih kemikov Friedricka Wilhelma Ostwalda (1853-1932) (Solovev, Figurovskii, 1959, 162-168; Sonin, 1988, 70-71; Servos, 1996, 3, 23). Leta 1903 je Tammann nasledil Nernsta kot profesor na univerzi v Göttingenu. Tam je začel sistematično raziskovati zlitine najbolj znanih kovin. Postal je najvplivnejši kristalograf svoje dobe in obenem eden redkih raziskovalcev, ki ni nikoli priznal tekoče kristale za enokomponentne snovi. Eksperimentalno in teorijsko je raziskoval predvsem kristalizacijo in taljenje pri navadnih in visokih tlakih (Kelker, 1988, 34; Servos, 1996, 184).
- 11 Knoll, Kelker, 1988, 79; Lehmann, 1905, 955; Kelker, 1988, 35. Rudolf Schenck (1870-1965) je bil rojen v mestu Halle, kjer je študiral najprej umetnost, nato pa kemijo pri Volhardu, učencu Liebiga in Wöhlerja. V Halleju je Schenck sodeloval tudi s svojim vrstnikom Vorländerjem in Friedrichom Ernstom Dornom (1848-1916). Fizik Dorn je tesno sodeloval z oddelkom za kemijo, podobno kot so to počeli v Göttingenu, kjer se je razvil velik del sodobne fizike trdne snovi in tako imenovane fizikalne kemije. Leta 1894 je Schenck doktoriral iz organske kemije in začel raziskovati tekoče kristale na univerzi v Halleju pod vplivom Ostwalda in Van't Hoffa. Schenck je sedem let raziskoval tekoče kristale. Pri tem je uporabil globoko poznavanje Gibbsove in Helmholtzove statistične fizike in termodinamike, ki se ju je naučil pri Dornu. Dorn je pozneje tudi sam objavil pomembne raziskave o optiki tekočih kristalov. Leta 1897 je Schenck s temo o tekočih kristalih habilitiral na univerzi v Marburgu in postal tam prvi asistent v kemijskem laboratoriju in nato privatni docent. Zanimal se je predvsem za stanja molekul med faznim prehodom. Pri njem je v Marburgu leta 1899 doktoriral F. Schneider s tezo o tekočih kristalih. Fizikalni laboratorij univerze v Marburgu je do konca 19. stoletja vodil Franz Melde. Leta 1906 je Schenck odšel na Visoko šolo v Aachen, kjer je dve desetletji pred njim poučeval Lehmann, s katerim sta imela podobne nazore o tekočih kristalih (Sonin, 1988, 59; Kelker, 1988, 7-8, 28, 29, 32).
- 12 Tammann, 1925, 285.
- 13 Schenck, 1905, 952.
- 14 Schenck, 1905, 951, 953.
- 15 Knoll, Kelker, 1988, 79.
- 16 Reinitzer, 1908, 224.
- 17 Lehmann, 1902a, 922.
- 18 Sonin, 1988, 108; Knoll, Kelker, 1988, 80, 81, 86, 90; Kelker, 1988, 36-37; Kelker, 1986, 239-240. Lehmannov boj za priznanje tekočih kristalov je bil do neke mere podoben sočasnemu Boltzmannovemu boju za priznanje atomov v istih nemško govorečih prostorih.
- 19 Petrov, 1999, 6.
- 20 Prvi pomembni ruski kristalograf Jurij (Georgij) Viktorovič Vulf (1863-1925) je bil rojen v Nežini. Študiral in delal je na univerzi v Varšavi. Vmes je v letu 1889 raziskoval pri Grothu, ki ga je usmeril k raziskovanju tekočih kristalov. Leta 1897 je Vulf zapustil Varšavo in postal profesor na univerzi v Kazanu, med letoma 1899-1906 pa se je znova vrnil na univerzo v Varšavi. Leta 1908 je postal privatni docent univerze v Moskvi, ki jo je skupaj s Petrom Nikolajevičem Lebedevom (1866-1912) in nekaterimi drugimi sodelavci leta 1911 zapustil v znak protesta proti nazadnjaškemu ministru za izobraževanje in županu. Vulf je prvi v Rusiji začel s preučevanjem strukture z rentgenskimi žarki. Leto dni po meritvah uklona rentgenskih žarkov na kristalu Maxa von Laueja (1879-1960), Walterja Fredericha (1883-1968) in Paula Knippinga (1883-1935) v Münchnu leta 1912 je Vulf neodvisno od Bragga določil pogoje za interferenčni odboj rentgenskih žarkov na kristalu. Po revoluciji leta 1917 je Vulf znova poučeval na univerzi v Moskvi (Sonin, 1988, 83, 86, 88; Lembessis, 2001, 16).

S priznanjem tekočih kristalov so se začeli tudi spori za prioriteto ob njihovem odkritju. Čeprav sta Lehmann in Reinitzer sprva objavljala raziskovanja v soglasju²¹, je pozneje Lehmann leta 1908 zanikal Reinitzerjeve zasluge, ki so jih izpostavljali Nernst, Quincke in drugi²².

Vorländer je v monografiji iz leta 1908 za odkritelja proglasil tako Lehmana, kot Reinitzerja. Lehmann je temu nasprotoval s trditvijo, da je na tekoče kristale pomislil pri opazovanju skozi kristalizacijski mikroskop, še preden je Reinitzer slučajno opazil barvne in polarizacijske pojave v motnih raztopinah. Vprašanje je bilo, koliko je opazovanje snovi, ki mu jih je poslal Reinitzer, pripomoglo k razvoju Lehmannovih idej²³.

Quincke je zasluge za odkritje pripisal Reinitzerju in celo Forbesu. Tudi sam Reinitzer ni mogel molčati, čeprav že dolgo ni več objavjal o tekočih kristalih, hranil pa je svoje stare izpiske o delu predhodnikov in predvsem Lehmannova pisma. S svojo korespondenco z Lehmannom je 9.6.1908 dokazal svoj odločilen vpliv na razvoj ideje o tekočih kristalih.

Lehmann mu seveda ni ostal dolžan in je že 21.11.1908 poslal svoj odgovor v isto revijo *Ann. Phys.* Zavrnil je Quinckovo izpostavljanje Forbesovih zaslug in prav tako Reinitzerjevo potegovanje za prioriteto pri odkritju tekočih kristalov. Raziskovanja amorfnih snovi je opisal kot pglavitne težave stare definicije kristala in njegovih deformacij. Zato je postavil svojo definicijo »kristala kot anizotropne faze brez nezveznosti«. Definicija je bila boljša od opisa amorfne trdne snovi, saj je dobro napovedovala tudi rast kristalov in ravnovesje z drugimi fazami.

Lehmann je ponovno izpostavil svoja zgodnja raziskovanja amorfnih modifikacij srebrovega jodida: »Da obstajajo kristali, ki tečejo, sem najprej ugotovil pri srebrom jodidu, mnogo pred Reinitzerjevim odkritjem«. Reinitzer tako ni prispeval k postavitvi samega pojma, saj njegova razlaga dvojnega loma ni bila sprejemljiva. Lehmann je uporabil razlago Maillarda iz leta 1884, ki je dopuščala zgradbo izotropnih teles iz anizotropnih molekul²⁴. S tem se je oddaljil od Haüyjeve in Vorländerjeve ideje o obliki molekul, ki določajo makroskopske lastnosti snovi.

Lehmann naj tekočih kristalov in njihovih pojavov polarizacije ne bi odkril pri raziskovanju Reinitzerjevega holesterilbenzoata, temveč med opazovanjem amonijskega oleata. Reinitzer je kot biolog razmišljal pred-

vsem o barvnih pojavih, ki niso bili osnova Lehmannovega fizikalnega opisa tekočih kristalov. Lehmann je raziskoval tudi mielinske oblike, v katerih naj bi prav tako že videl obliko tekočih kristalov. Quinckeja, Nernsta in Tammanna je ponovno obtožil nasprotovanja tekočim kristalom²⁵, čeprav sta prva dva med tem že spremenila mnenje. Lehmannovo zanikanje Reinitzerjevih zaslug vsekakor ni bilo pravično.

5.8. Vorländer v Halleju

Od začetka 20. stoletja do 1. svetovne vojne so pri Vorländerju v Halleju zagovarjali 35 doktorskih disertacij o tekočih kristalih, pozneje pa še 50. Po 1. svetovni vojni so poznali že nad 1000 vrst tekočih kristalov, ki so jih večinoma odkrili Vorländer in njegovi sodelavci²⁶. Med prvimi Vorländerjevimi doktorandi sta bila F. Meyer (1902) in K. Dahlem (1903), ki sta leta 1902 pridobila prvi smektik²⁷. Leta 1903 in 1908 so v Vorländerjevem laboratoriju pridobili prve smektične termotropne spojine²⁸.

Leta 1907 je Vorländer objavil, da so podolgovate molekule posebno primerne za tvorbo tekočih kristalov, kar je potrdil H. Hermmann z merjenjem sipanja rentgenskih žarkov²⁹. Lehmannova ideja o medsebojni vzporednosti molekul in Vorländerjevo pravilo o linearni strukturi molekul sta postali temelj statističnega opisa tekočih kristalov³⁰. Leta 1908 je Vorländer podprl Lehmana z novo shemo agregatnih stanj snovi in potrditvijo obstoja dveh faz in celo treh faz tekočih kristalov pri eni sami kemijski snovi³¹. Vsa tri agregatna stanja so imela amorfno izotropno obliko. Vendar so bili kristali v izotropni (pravilni) ali anizotropni obliki znani le za trdnine in kapljevine. Po uspehih tri desetletja starejših Mendelejevih napovedi v periodičnem sistemu kemijskih elementov je Vorländer leta 1908 napovedal tudi kristalne oblike plinov, ki pa niso bile nikoli odkrite³².

Vorländer je raziskoval tekoče kristale kar 35 let, vse do leta 1938. Vedno znova je dokazoval povežavo med kemijsko sestavo in razvojem anizotropne tekoče faze. Nasprotno od Graetza je bil prepričan, da oblika molekul snovi vpliva na obstoj tekoče kristalne faze, kar je bilo nadaljevanje dobro stoletje starejših Haüyjevih idej in v nasprotju z Boškovičevimi točkastimi središči sil. Po Vorländerju tekoči kristali nastanejo iz skupin atomov, ki vplivajo na fizikalne lastnosti, kot so: lom svetlobe, barva in optična aktivnost snovi³³.

21 Sonin, 1988, 11, 20-21; Reinitzer, 1888, 167-187.

22 Sonin, 1988, 114-117.

23 Lehmann, 1908a, 853; Reinitzer, 1908, 214-215

24 Lehmann, 1908c, 1099-1101. Francoz E. Maillard je leta 1874 razvil principe sodobne kristalografije iz Bravaisove teorije.

25 Lehmann, 1908c, 1101-1102.

26 Sonin, 1988, 106; Kelker, 173, 41.

27 Kelker, 1973, 16; Kelker, 1988, 34.

28 Demus, 1988, 46.

29 Vorländer, 1933, 901.

30 Lehmann, 1900, 657, 689; Demus, 1988, 49.

31 Vill, 10. Schenckovo raziskovanje tekočih kristalov v Halleju je 6 let po njegovem odhodu v Marburg nadaljeval Daniel Vorländer (Vorländer, 1867-1941) iz okolice Aachna, ki je študiral kemijo v Kielu, študij pa je nadaljeval v Münchnu, Kölnu, Halleju in Berlinu. V Berlinu je doktoriral leta 1890, potem ko je leta 1887/88 tam služil vojaški rok. Leta 1902 je na univerzi v Halleju postal izredni profesor organske kemije, na podobni katedri, na kateri je nekoč predaval Heintz. Leta 1908 je Vorländer nasledil Jacoba Volharda (1834-1910) kot redni profesor in direktor kemijskega instituta. Vorländer se je udeležil 1. svetovne vojne kot poveljnik na fronti in nato oficir oddelka za kemijo, tako da leta 1916 in 1917 ni raziskoval tekočih kristalov (Sonin, 1988, 99-100, 105-106; Voll, 1998, 23; Kelker, 1988, 7).

32 Lehmann je že leta 1900 in 1903 zavrnil obstoj anizotropnih plinov oziroma plinastih kristalov. Plini namreč nimajo površinske napetosti, zato molekule na »površini« plina niso usmerjene. Vendar pa imajo lahko kristalno obliko plasti plinov, kondenzirane na površinah kristalov, kot je pokazal Braun leta 1896 (Sonin, 1988, 106; Lehmann, 1900, 696; Braun, 1896).

6 Drugo obdobje raziskovanja tekočih kristalov (1908-1922)

V drugem obdobju so raziskovalci objavili prva teorijska dela in utemeljili sistematizacijo tekočih kristalov. Objavili pa so tudi nekaj odkritij, ki so zaznamovala poznejši razvoj. Mauguin je leta 1911 prvi opazil in opisal zasukano nematsko strukturo, ki je pozneje postala temelj industrije prikazovalnikov po patentih iz let 1969 in 1971³⁴. Leta 1911 sta Nemca Fischer³⁵ in B. Helferich poročala o dveh tališčih heksadecil- β -D-glukopiranozida, kar je bil prvi opisani tekoči kristal iz ogljikovih hidratov. Podrobno sta opisala taljenje in točno izmerila tališni temperaturi, vendar nista omenila tekočih kristalov. Njuno odkritje je dve leti pozneje potrdil A. H. Salvay. Vendar je bilo njuno odkritje pozabljeno, tako da sta o njem ponovno poročala R. Hori in Y. Ikegami leta 1959. Tudi njuno poročilo ni obveljalo v znanstvenem svetu, saj je bilo objavljeno v japonskem jeziku. Francoz M. Gaubert je leta 1919 opisal tekoči kristal iz ogljikovih hidratov s tako zapleteno molekulo, da odkritja tedanji raziskovalci tekočih kristalov niso priznali. Tako so bili prvi tekoči kristali iz ogljikovih hidratov »odkriti« šele v sodobnem času³⁶.

Nemška fizika in kemija je bila v tem času daleč pred drugimi in je bila štiri desetletja po odkritju tekočih kristalov vodilna tudi pri njihovem raziskovanju. Tudi začetke raziskovanja tekočih kristalov v Franciji so spodbudila predvsem Lehmannova predavanja s poskusi in projekcijami na konferencah v Parizu in v Ženevi leta 1909³⁷. Ob narodnostno nestrpnih izbruhih v času 1. svetovne vojne so mnogi poskušali omejiti nemško prevlado v znanosti. Francoz Friedel³⁸ je leta 1922 zavrnil obstoj sile, ki oblikuje površino kristala.

Takšno silo je zaničljivo povezoval z »idealizmom nemškega duha«. Zavrnil je Lehmannov »slab naziv tekoči kristal«, ki:

»mnoge zapelje k mnenju, da se od navadnih kristalov razlikujejo le po večji ali manjši fluidnosti, medtem ko je zadeva v resnici neskončno bolj zanimiva. Lehmannove snovi ne označuje večja ali manjša fluidnost, temveč njihova struktura z vedno enakim številom različic. Menim, da so Lehmannove snovi dve povsem novi vrsti materije, ki sta nedvomno ločeni od kristalnih in amorfnih oblik z nezveznostmi, podobno kot nezveznosti med seboj ločujejo kristalne in amorfne oblike. Dve različni obliki Lehmannovih snovi lahko obstajajo v istih telesih... Naziva dvolumna ali anizotropna kapljevin nista ustrezna, saj nekatere med temi snovi nisi kapljevine... Torej so mezomorfne.«³⁹

Problem se je tako prenesel na jezikovno raven definicije kristala, kar je bilo povezano tudi s sočasnim prehajanjem raziskovanja tekočih kristalov od biologije k fiziki. Lehmann je menil, da že dvojni lom svetlobe dokazuje obstoj kristala. Njegovi nasprotniki so kristal povezovali z ravno površino preloma, ki je tekoči kristali seveda nimajo⁴⁰.

6.1. Boseja teorija rojev v Göttingenu in Gdanku

Po uspehih Vorländerja in njegovih učencev je postalo jasno, da so tekoči kristali samostojna termodinamično stabilna faza, določena s strukturo vsebovanih molekul. V zvezi s tem se je pojavilo vprašanje vzroka za anizotropnost fizikalnih lastnosti tekočih kristalov, ki ga je prvi poskusil rešiti Bose po letu 1906⁴¹. Delal je tudi poskuse v magnetnih poljih⁴². Uporabil je Boltz-

33 Sonin, 1988, 100-101, 106.

34 Castellano, 1988, 389, 406. Charles Mauguin je raziskoval v francoskem mestu Nancy, kjer je Millardet že leta 1874 raziskoval sestavo holesterola (Reinitzer, 1886, 228).

35 Emil Fischer (1852-1919) je študiral pri Baeyerju v Strasbourgu eno leto pred Lehmannom. Leta 1902 je prejel Nobelovo nagrado iz kemije za sintezo sladkorjev iz leta 1895.

36 Voll, 1998, 21.

37 Kelker, 1973, 18.

38 Več generacij pariške družine Friedel je imelo prav tako pomembno vlogo v francoski kristalografiji, kot jo je imela družina Becquerel v fizikalni kemiji ali pozneje Curie pri raziskovanju radioaktivnosti. Georges Friedel (1865-1933) je bil sin Charlesa Friedla (1832-1898) iz Strasbourga, ki je doktoriral leta 1869. Med letoma 1876-1884 je bil profesor mineralogije in pozneje organske kemije na pariški Sorbonni. Član Pariške akademije je postal leta 1876. Raziskoval je tudi sintezo umetnih diamantov. Georges je študiral mineralogijo pri očetu, medtem ko je študiral na École Polytechnique in na École Supérieure des Mines. Leta 1893 je začel predavati fiziko, metalurgijo, mineralogijo, geologijo, analitične metode in uporabo elektrotehnike na Visoki (rudarski) šoli za inženirje Saint Etienne v Parizu. Tekoče kristale je raziskoval med letoma 1907-1929 kot vodja skupine, v kateri so sodelovali tudi njegov sin Edmond, Švicar Francois Grandjean in Louis Royer. Leta 1929 je Friedel postal vodja Geološkega inštituta univerze v Strasbourgu, ki je po 1. svetovni vojni pripadel Francozom (Sonin, 1988, 120). Friedlov naslednik pri raziskovanju tekočih kristalov v Stasbourgju je bil G. Foex, ki je poročal na srečanju Faradayeve družbe leta 1933. Na srečanju Faradayeve družbe leta 1958 pa so poročali V. Luzzati, H. Mustacchi in A. Skoulios s Centre de Recherches sur les Macromolécules v Strasbourgu.

39 Friedel, 1922, 273-275.

40 Sonin, 1988, 120-121. Francoski duhovnik René Just Haüy (1743-1832) je po letu 1781 novo znanost kristalografije utemeljil na odkritju ravnih površin preloma. V poldrugem stoletju odkritij pa so v ospredje prišle druge lastnosti kristala, zaradi katerih je bilo treba prvotno definicijo spremeniti.

41 Emil Hermann Bose (1874-1911) je bil rojen v Bremnu. Leta 1895 je začel študirati fiziko in kemijo v Göttingenu pod močnim vplivom profesorja elektrokemije Nernsta, nekdanjega Boltzmannovega študenta. Študij je končal leta 1899 in pri tem nekaj časa poslušal tudi predavanja na univerzi v Ženevi. Leta 1898 je Bose postal Nernstov asistent, vendar je že naslednje leto odšel za privatnega docenta in asistenta v Wrocławu. Leta 1901 se je vrnil na Nernstov inštitut v Göttingen. Leta 1906 je tam doktoriral tudi American Irving Langmuir (1881-1957), ki pa mu je bolj kot Nernst pomagal nekdanji Plückerjev učenec matematik Felix Klein (1849-1925). Klein je med letoma 1886-1910 prav tako poučeval na univerzi v Göttingenu. Leta 1903 je Bose postal privatni docent Fizikalnega inštituta univerze v Göttingenu, ki ga je med letoma 1883-1914 vodil kristalograf Woldemar Voigt (1850-1919) iz Leipziga, med tem ko je katedro za fiziko imel Eduard Riecke (1845-1915), direktor fizikalnega inštituta od leta 1881. Voigt je bil eden zadnjih in najboljših študentov Franza Neumanna (1798-1895), profesorja kristalografije v Königsbergu (Kalinogradu). Voigt je najprej poučeval na srednji šoli in nato na univerzi v Leipzigu. Po Nemannovi upokojitvi je med letoma 1876-1883 prevzel njegovo katedro v Königsbergu, nato pa je odšel v Göttingen. Leta 1906 je Bose postal redni profesor fizikalne kemije in elektrokemije na Visoki tehnični šoli v Gdanku. V začetku leta 1909 je Bose prevzel katedro za fiziko na univerzi La-Plata pri Buenos Airesu v Argentini. Tam je dal zgraditi sodoben fizikalni inštitut, vendar je kmalu umrl za tifusom (Sonin, 1988, 107, 132; Sonin, 1986, 6, 166, 186; Kelker, 1988, 29, 31, 36).

42 Kelker, 1973, 17.

mannovo statistično mehaniko na podoben način, kot sta jo uporabila Francoza Paul Langevin (1872-1946) v teoriji diamagnetizma in paramagnetizma ter Pierre Ernest Weiss (1865-1940) v teoriji feromagnetizma. Weill je povzel Amperovo idejo o molekulskem električnem toku, ki jo je Lehmann povezal z molekulo kot miniaturnim, povsem trdnim kristalom⁴³. Weissovo teorijo je pozneje uporabil tudi G. Friedel, ki je leta 1922 skupaj z Weissom poučeval v Strasbourgu. Weissov model je leta 1934 uporabil tudi W. L. Bragg pri obravnavi zlitin⁴⁴, za njim pa sta ga uporabila Maier in Saupe pri opisu nematikov leta 1958⁴⁵.

V maju 1907 se Bose še ni opredelil glede obstoja tekočih kristalov na 14. zborovanju Bunsenovega društva pod predsedstvom Van't Hoffa⁴⁶ v Hamburgu. Vendar se je bolj nagibal k Tammannovim kritikam tekočih kristalov in k Tammannovi emulzijski domnevi, ki jo je branil pred Schenckovimi kritikami. V naslednjih letih je pod vplivom Vorländerja povsem spremenil mnenje in je začel dvomiti v emulzijsko domnevo. Še istega leta je Bose objavil teorijo »rojev« molekul. Molekule je sprva opisal kot dvoosne elipsoide, dve leti pozneje pa jih je zamenjal s triosnimi. Idejo o elipsoidni oziroma jajčasti obliki molekul je povzel po Lehmannu⁴⁷. Ko postane povprečna razdalja med molekulami primerljiva z njihovo daljšo polosjo, se podolgovati elipsoidi molekul v prostorski stiski ne morejo več sukati okoli krajših osi. Zato se usmerijo in tako poskrbijo za urejenost tekočega kristala.

Bose je bil eden prvih, ki je razumel premoč Vorländerjevega načina. Maja 1910 je Bosejevo novo teorijo na 17. zborovanju Bunsenovega kemijskega društva v Hessnu predstavil predsednik društva, Bosejev nekdanji učitelj Nernst. Tajni svetnik Nernst je najprej opisal lastna opazovanja spektra vidne svetlobe s

spektroskopom in termoelementom ob »točki razbitve«. Nato je Bosejevo teorijo primerjal s Vorländerjevo, Schenckovo in Lehmannovo. Nernst je posebej izpostavil, da so Bosejevi roji čisto drugačni od delcev kristalov, saj so v njih molekule proste⁴⁸.

V razpravi po Nernstovem referatu so ugotavljali, da naj bi imeli roji premer okoli stotinke milimetra in bi jih bilo mogoče opazovati z vidno svetlobo v bližini točke razbitve. Tammann je ugovarjal, saj je znova poudarjal, da je tudi pri drugih kristalih težko določiti tališče in da tekoči kristali niso enokomponentna snov. Nernst ga je zavrnil s trditvijo, da pač ostajajo enokomponentni, dokler jih ni mogoče ločiti na sestavine s sredobežno silo. Ob poročilo o Bosejevih poskusih v magnetnem polju v snovi, katere imena se F. Krüger iz Gdanska ni mogel spomniti, je Tammann zajedljivo navrgel, da je takšna vrsta pogovora o neznanih snoveh »sploh značilna za pogovore o tekočih kristalih«. V nadaljevanju srečanja je Tammann poročal o polimorfizmu vode in drugih kapljev⁴⁹.

Nernstova predstavitev je kljub Tammannovim kritikam omogočila hiter sprejem Bosejevega modela, čeprav ga niso sprejeli Lehmann, Schenck in Vorländer⁵⁰. Organski kemik Vorländer se je nasploh upiral vstopu teorijskih fizikov, kot sta bila Bose in Born, v »svoje« področje raziskovanja tekočih kristalov⁵¹. Nasprotno si je Nernst prizadeval za kvantitativno fizikalno raziskovanje tekočih kristalov, namesto do tedaj prevladujoče objave opisov in lepih fotografij, ki je bila značilna predvsem za Lehmannovo dobo⁵². Raziskovanje tekočih kristalov je pod vplivom Nernsta in drugih z območja opisnega naravoslovja prehajalo v fiziko, kjer je bila v navadi matematična obdelava opazovanj.

Zaradi Bosejeve nenadne smrti je njegovo teorijo najprej dopolnil Born leta 1916 na univerzi v Berlinu⁵³.

43 Lehmann, 1900, 704.

44 Saupe, 1998, 409. William Lawrence Bragg (1890-1971) je bil sin Angleža Williama Henryja Bragga (1862-1942), profesorja na univerzi Adelaide v Avstraliji. Leta 1908 je končal univerzo v Adelaide, leta 1911 pa v Cambridgeu. Med letoma 1908-1919 je bil polovično zaposlen pri Charlesu Thomsonu Reesu Wilsonu (1869-1959) na Cavendishu. Do leta 1937 je bil profesor na univerzi v Manchesteru, nato leto dni direktor nacionalnega fizikalnega laboratorija, med letoma 1938-1953 je vodil Cavendishove laboratorije, med letoma 1953-1966 pa je bil direktor RI.

45 Kelker, 1973, 30; De Gennes, 1974, 42.

46 Nizozemec Jacobus Henricus Van't Hoff (1852-1911) je bil rojen v Rotterdamu. Po študiju organske kemije v Delftu, Leydnu, Bonnu in Parizu je leta 1874 doktoriral v Utrechtu. Poučeval je na veterinarski šoli v Utrechtu. Leta 1878 je postal profesor kemije, mineralogije in geologije na novoustanovljeni univerzi v Amsterdamu. Od leta 1896 do smrti je raziskoval pri akademiji znanosti v Berlinu (Servos, 1996, 21, 24). Prejel je prvo Nobelovo nagrado iz kemije leta 1901 za odkritje zakonov kemijske dinamike in osmotskega tlaka v raztopinah.

47 Lehmann, 1900, 691.

48 Nernst, 1910, 704.

49 Tammann, 1910, 796-798, 716-720.

50 Sonin, 1988, 109-110, 134, 141-142.

51 Kelker, 1973, 19.

52 Sonin, 1988, 188; Kelker, 1988, 20. Walther Hermann Nernst (1864-1941) je bil rojen v mestu Briesen (Wabrzezno), ki je bilo tedaj v zahodni Prusiji, danes pa je na Poljskem. Študiral je fiziko pri Helmholtzu v Berlinu, nato pa je bil poleg Arrheniusa eden redkih zelo sposobnih Boltzmannovih študentov na univerzi v Gradcu. Študij je končal pri Kohlrauchu v Würzburgu. Leta 1890 je po Arrheniusovem priporočilu postal Ostwaldov glavni asistent za fizikalno kemijo v Leipzigu in nato Rieckov asistent in od leta 1894 profesor fizikalne kemije in direktor instituta v Göttingenu. Leta 1905 je ob podpori Maxa Plancka odšel na univerzo v Berlin. Pri svojih raziskavah tekočih kristalov je Nernst uporabljal za primerjavo osmijevo vakuumsko žarnico (Nernst, 1910, 703; Servos, 1996, 48). Ta uporaba ga je verjetno napeljala k izumu žarnice z magnezijevim oksidom. V čast tega Nernstovega izuma je Boltzmann priredil posebno zabavo s številnimi povabljenici na Dunaju (Lindley, 2001, 68, 148). Nernstov poskus uporabe magnezijevega oksida se je šele pozneje izkazal za predhodnika fluorescenčne žarnice. Siemens ga je zavrnil, vendar je AEG odkupila njegov patent za 50000 funtov, da bi se izognila grozeči konkurenci. Leta 1920 je Nernst dobil Nobelovo nagrado iz kemije za raziskovanje »termokemije«, čeprav bi bila pravilnejša označba »kemijska termodinamika«.

53 Max Born (1882-1970) je bil rojen v mestu Breslau (Wrocław) v družini univerzitetnega profesorja embriologije židovskega rodu. Študiral je v domačem mestu, Heidelbergu in Zürichu in doktoriral januarja 1907 v Göttingenu, kjer ga je optiko in kristalografije učil profesor teoretične fizike Voigt. Spomladi 1915 je začel Born predavati na univerzi v Berlinu, leta 1919 v Frankfurtu in med letoma 1921-1933 v Göttingenu. Ker je bil pod Hitlerjevo oblastjo ob službo, je odšel v Anglijo in do leta 1936 delal v Cambridgeu. Med letoma 1936-1953 je vodil katedro za teorijsko fiziko v Edinburghu, naslednje leto pa se je vrnil v Nemčijo v okolico Göttingena.

Born je molekulo opisal kot sestavljen sistem. Vendar pa je v svojem opisu mešal teorijo molekul s teorijo kontinuov, kar je vodilo k težavam. Po Bornu nastane tekoči kristal zaradi medsebojnega delovanja med permanentnimi električnimi dipoli (kvadrupoli in multipoli) molekul. Zunanje osi molekul so tem bolj vzporedne druga drugi, čim višja je temperatura. Nad določeno temperaturo pride do skoraj splošne usmeritve dipolov. Nasprotno od drugih opisov je Bornova teorija napovedovala Kerrov pojav tudi v izotropnih fazah tekočih kristalov, kar je bilo mogoče neposredno preveriti s poskusi⁵⁴. Bornova teorija je še desetletje po objavi veljala za najuspešnejšo teorijo tekočih kristalov, ki so jo potrjevali tudi piezoelektrični in piroelektrični pojavi v trdnih fazah tekočih kristalov.

Med starejšimi raziskovalci Lehmannove generacije je predvsem Tammannov sodelavec Voigt, predstojnik fizikalnega inštituta v Göttingenu, sčasoma začel podpirati idejo o tekočih kristalih, ki so jih raziskovali številni njegovi učenci, med njimi Bose, Born in Frederiks. Voigt je tekočim kristalom posvetil manj kot dve strani

svojega odmevnega učbenika⁵⁵. Pozneje je razliko med tekočimi in trdnimi kristali pojasnjeval z domnevo, da so enote prvih atomi, drugih pa molekule. Zato med gradniki v obeh primerih delujejo različne sile⁵⁶.

6.2 Sklep

Konec drugega obdobja raziskovanja tekočih kristalov se je na območju nekdanje habsburške monarhije poleg Prage razvilo še drugo središče raziskovanja tekočih kristalov v Krakovu pod vodstvom Jezewskega⁵⁷. S tem so nadaljevali uspehe pri raziskovanju nizkih temperatur in visokih tlakov Karola Olszewskega (1846-1915) in Szygmunta Florentyja Wroblewskega (1845-1888) z univerze v Krakovu.

Tekoče kristale so sprva raziskovali predvsem v Nemčiji in v habsburški monarhiji v času, ko na Slovenskem ni bilo univerze. Odkritja tedanjih raziskovalcev v skupni državi so vplivala na velike sodobne uspehe slovenskih raziskovalcev tekočih kristalov, ki jih bomo opisali v nadaljevanju razprave.

54 Born, 1916, 2063. John Kerr je leta 1876 poročal o polarizaciji svetlobe, odbite od magnetne površine (Gründberg, 2001, 31).

55 Voigt, 1910, 17-19.

56 Voigt, 1916, 2064.

57 Kelker, 1973, 1, 33

NASVETI

Nekaj napotkov za mehansko pripravo površine vzorcev za metalografske preiskave in podlag za nanos vakuumskih tankih plasti

Nanos tankih plasti na kovinske podlage (npr. trdih zaščitnih prevlek na orodja) zahteva ustrezno predpripravo površine le-teh. V splošnem velja, da hrpavost ne sme biti večja od debeline plasti. Nezaželene so tudi oksidne (npr. rja) in druge plasti (npr. bela plast, ki nastane med pripravo kovinskih podlag s potopno erozijo) na površini, ker poslabšajo oprijemljivost tanke plasti. Za ustrezno pripravo površine zato uporabljamo postopke, kot so brušenje in poliranje. Iste postopke uporabljamo tudi za pripravo vzorcev za metalografske preiskave. V ta namen potrebujemo majhne vzorce (zlasti za preiskave z vrstičnim in presevnim elektronskim mikroskopom), ki pa jih je treba izrezati iz masivnega vzorca. Zato bom najprej na kratko razložil, katere postopke imamo za to delo.

Za **izrez** vzorcev iz masivnega kosa obstaja veliko postopkov (s plamenom, z mehansko (diamantno) žago, s peščenim curkom, z žično erozijo, laserjem, elektronskim curkom, ultrazvokom, žico, prekrito z diamantnimi zrni itd.), katerih uporaba je odvisna od vrste materiala, ki ga želimo razrezati. Še najbolj ekonomične in univerzalno uporabne so tehnike abrazivnega rezanja. Prva zahteva je, da razrez ne sme povzročiti strukturnih sprememb v materialu, ki bi nastale kot posledica deformacije ali nastanka razpok zaradi tvorbe toplote, rekristalizacije, lokalnega popuščenja in v skrajnem primeru lokalne stalitve. Tem problemom se lahko izognemo, če med rezanjem uporabimo zadostno količino maziv in hladilnih sredstev (voda, olje, stisnjen zrak). Ko režemo material, moramo biti pazljivi, da je rez dovolj daleč od površine, ki jo želimo analizirati, da bi se tako izognili škodljivim vplivom. Primernejša je tista metoda rezanja, ki da površino, primerno za takojšnje fino brušenje ali celo poliranje. Takšni postopki so rezanje z abrazivi, ultrazvokom, elektrokemijsko obdelavo itd. Vendar pa so nekatere od teh metod zelo zamudne in težavne, primerne le za specifične primere uporabe (npr. za monokristale, polprevodnike in krhke materiale). Za rutinsko uporabo zato niso primerne. V primeru monokristalov dobimo idelano čisto in ravno površino s cepljenjem le-tega v smeri izbrane kristalne ravnine. Če hočemo ohraniti čisto površino vzorca, moramo postopek cepljenja monokristala izvesti v visokem vakuumu, da preprečimo adsorpcijo residualnih plinov. Če hočemo, da bo površina ostala absolutno čista dlje časa (npr. nekaj dni), potem mora biti vzorec shranjen v vakuumski posodi, kjer je vakuum boljši od 10^{-10} mbar.

Za izrez vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo se standardno uporablja **ultrazvočna obdelava**. Zato bom ta postopek na kratko opisal. Pri ultrazvočnem rezanju je orodje z odgovarjajočo obliko vpeto v glavo ultrazvočnega generatorja, ki deluje s frekvenco 20-30 kHz in z močjo okrog 600 W. Del te energije

(100-300 W) se prenese na konico orodja. Ko orodje približamo površini obdelovanca, le-to spravi v nihanje zrna brusilnega sredstva (npr. iz SiC, borovega karbida, diamanta) v polirni pasti, ki jo nanese med obdelovanec in orodje. Pri tem abrazivni delci odnašajo material obdelovanca samo na stični površini orodja s površino obdelovanca. Ko počasi premikamo orodja proti obdelovancu, se globina reza povečuje. Tako lahko režemo zelo trde in krhke materiale.

Pred nadaljnjo obdelavo (brušenje, poliranje) moramo vzorec vpeti v nosilec, kar naredimo tako, da ga zalijemo v polimerno maso ali pa ga z voskom pritrdimo na usterzen nosilec.

Namen **brušenja** in **poliranja** je pripraviti ravno in gladko površino, ki ima odgovarjajočo strukturo vzorca. Zato moramo s površine vzorca najprej odstraniti poškodovane in deformirane dele. Odnášanje materiala je posledica struženja površine vzorca z abrazivnimi delci (npr. SiC), v manjšem obsegu pa je lahko tudi posledica adhezijske interakcije. Med samim postopkom brušenja in poliranja vnašamo nove deformacije v površinsko plast vzorca, ki pomeni odmik od izhodne realne mikrostrukture. Globina deformacijske zone je odvisna od zrnatosti brusnega papirja in od pogojev obdelave. Grobo brušenje povzroči nastanek nekaj deset mikrometrov debele deformacijske plasti. Ni torej dovolj, da med brušenjem odstranimo raze s površine. Pomembno je odstraniti deformirano plast. Zato moramo grobo brušenje zmanjšati na minimum, ker je le-to glavni vzrok za nastanek globoke deformacijske zone. Postopek brušenja naj poteka postopoma (zato da debelino deformirane plasti čim bolj zmanjšamo): od brusnega papirja 80 (velikost abrazivnih zrn 200 μm) do 1200 (5 μm). Po vsaki stopnji brušenja vzorec obrnemo za 90° in čas brušenja podaljšamo za dvakrat. Hrapavost površine, ki jo dosežemo po grobem brušenju, je med 10 in 100 mikrometrov, po finem brušenju pa okrog 1 mikrometra. Ne smemo pozabiti, da se obdelovanec na stični površini zaradi trenja segreje, kar lahko pripelje celo do spremembe mikrostrukture. Temu se lahko v veliki meri izognemo z ustrezno izbiro hladilnega sredstva. Na površini obdelovanca lahko pride tudi do kemijskih reakcij. Pri prehodu na bolj fino brušenje moramo biti pozorni tudi na nevarnost onesnaženja površine vzorca z grobimi abrazivnimi delci. Zato je priporočljivo obdelovanec po vsakem koraku skrbno očistiti.

Za **poliranje** lahko uporabimo enaka abrazivna sredstva kot za brušenje, le njihova zrnatost mora biti manjša. Abrazivne delce pomešamo z ustrezno tekočino (olje, petrolej, voda), mastjo ali voskom, da dobimo polirno pasto. Le-to nanese na polirni kolut, ki se vrti (značilne hitrosti so 25 do 40 m/s za grobo poliranje in 50 m/s za fino poliranje). Polirni kolut mora biti pred-

vsem elastičen in odporen proti polirnim in čistilnim sredstvom (npr. platno, usnje, klobučevina). Med kotaljenjem abrazivnih zrn pride tako do odrezovanja materiala kot tudi do plastične deformacije. Nastala površina ima zelo majhno hrapavost. Če je polirni kolut iz premeheke podlage, obstaja nevarnost, da se bodo zaoblili robovi vzorca, kar je zlasti problem, ko pripravljamo obruse za metalografske preiskve. Če polirno pasto nanese na kalup, potem obdelovanec privzame obliko le-tega. Ta postopek poliranja imenujemo **lepanje**. Nasprotno od poliranja s kolutom se pri lepanju abrazivna zrna kotalijo med obdelovancem in kalupom in zato drobijo. Med spodsavanjem odrezujejo delčke površine obdelovanca. Z lepanjem dosežemo zelo natančne oblike obdelovancev. Pogosto se v praksi uporablja tudi **vibracijsko poliranje**, ki je zlasti primerno za poliranje krhkih materialov, vzorcev, kjer se zahtevajo ostri robovi, in materialov, ki imajo heterogeno mikrostrukturo. Deformirana cona je manjša kot pri ročnem poliranju.

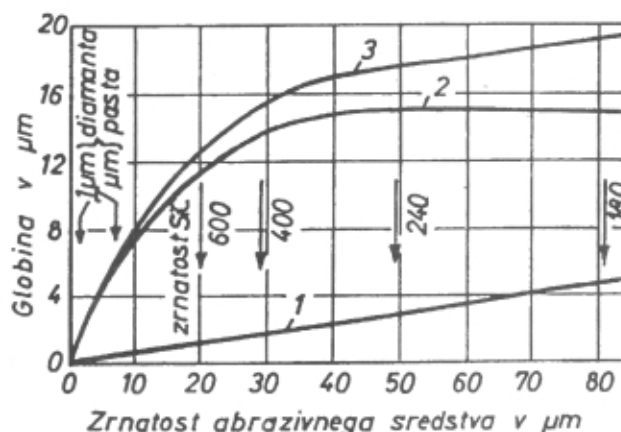
S prekomernim poliranjem ne moremo popraviti napak, ki so nastale v predhodnih fazah mehanske obdelave površine. Nasprotno, prekomerno poliranje povzroči reliefnost površine vzorca.

Povprečna velikost abrazivnih zrn v polirnih pastah je 0,2 do 2 μm . Na voljo imamo veliko izbiro polirnih past. Izbira abraziva je odvisna od vrste materiala vzorca, njegove velikosti in oblike, od začetne hrapavosti in od zelene končne hrapavosti. Univezalnno sredstvo za mehansko poliranje je glinica Al_2O_3 (zrnatost od 1 do 0,05 μm). Glinica je uporabna predvsem za poliranje žilavih kovin, kot so legirna in hitroreznna jekla ter kovano in lito železo. V praksi se uporabljajo tudi polirne paste na osnovi železovega oksida Fe_2O_3 (rdeča polirna pasta - uporablja se za poliranje mehkih kovin in zlitin), kromovega oksida Cr_2O_3 (zelena pasta, ki je nekoliko ostrejša - uporablja se za poliranje trdih kovin in zlitin). Diamantna pasta se uporablja za bolj občutljive materiale s heterogeno mikrostrukturo.

Delovni parametri pri brušenju in poliranju so pritisk, hitrost in čas brušenja. Prevelik pritisk vzorca ob brusni papir oz. polirni kolut lahko povzroči segrevanje le-tega in posledično spremembe v mikrostrukturi. Zato pritisk na vzorec ne sme biti prevelik, še zlasti ne pri poliranju. V splošnem je zaželeno, da so časi brušenja kratki, čas poliranja pa čim daljši. Vendar pa se pri dolgih časih poliranja z vsemi polirnimi pastami razen z diamantno lahko pojavi reliefna površina. Čim trši je material vzorca, tem manjša naj bo hitrost brušenja in poliranja, da se vzorec preveč ne segreje. To pa ne velja za ekstremno trde materiale, kot je npr. keramika. Da bi se med brušenjem in poliranjem izognili preferenčno orientiranim brazdam na površini vzorca, ga moramo pri vsakem koraku obdelave zavrteti za 90°.

Na kratko omenimo še **elektropoliranje**, o katerem smo v Vakuumistu že pisali /4/. Elektropoliranje je obratni proces galvanizacije. Obdelovanec je anoda, ki se raztaplja v elektrolitu, in sicer najbolj na mestih, kjer je gostota električnega toka največja (konice in druge izbokline na površini vzorca).

Za čiščenje površin pred nanosom tako galvanskih kot tudi vakuumskih tankih plasti se pogosto uporablja postopek **finega peskanja**. Pri peskanju uporabljamo kot rezalno sredstvo kremenov pesek (ne pozabimo, da je le-ta nevaren zdravju, saj povzroča silikozo), zmlet korund, litoželezne ali jeklene kroglice. Značilna velikost zrn je 0,5-2 μm , tlak zraka pa okrog 5 barov za kremenov pesek oz. 3-4 bare za korund. Za litoželezne in jeklene kroglice so potrebni še višji tlaki.



Slika 1: Hrapavost (1) in globina deformiranega področja (2) po brušenju in poliranju v odvisnosti od zrnatosti brusnih in polirnih sredstev /1,2/

- /1/ G. Petzow, Metalographisches Ätzen, Gebrüder Bornträger, Berlin, 1976, angleško verzijo knjige je izdala American Soc. For Metals, Metals Park, Ohio
 /2/ S. Spaič, Metalografska analiza, Univerza v Ljubljani, 1993
 /3/ B. Bhushan, B. K. Gupta, Handbook of tribology, McGraw-Hill, New York, 1991, pog. 7
 /4/ J. Gasperič, Vakuumist, 15, 1 (1995) 32

Dr. Peter Panjan
 Institut "Jožef Stefan"
 Jamova 39, 1000 Ljubljana

DRUŠTVENE NOVICE

DR. JOŽE GASPERIČ PRAZNUJE SEDEMDESETLETNICO

Vodilni slovenski vakuumist, dr. Jože Gasperič, ki se je rodil v Ljubljani 7. marca 1932, letos praznuje svojo sedemdesetletnico in vsega spoštovanja vredno petinštiridesetletnico svojega strokovnega delovanja. Po končani osnovni šoli, klasični ter realni gimnaziji je na Univerzi v Ljubljani študiral elektrotehniko, kjer je s področja vakuumske elektronike diplomiral januarja 1958. Že leta 1957 se je zaposlil na Inštitutu za elektroniko pri prof. Dušanu Lasiču. Že kmalu je dr. Gasperič začel delo na področju vakuumske tehnike. V



Slika 1: Dr. Jože Gasperič

letih 1959-1964 je bil tudi predavatelj iz predmeta Vakuumska tehnika na Tehnični srednji šoli v Ljubljani na Oddelku za elektrotehniko. Dr. Gasperič je svoje magistrsko delo s področja elektronske optike in elektrooptičnih naprav končal leta 1964, nato pa leta 1972 s področja vakuumskih tankih plasti uspešno zagovarjal svojo doktorsko nalogo.

Leta 1972 je na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko (IEVT) postal samostojni raziskovalec, nato pa je leta 1980 od dr. Franceta Lahe, ki je odšel v pokoj, prevzel Oddelka za vakuumsko tehniko in ga vodil do

leta 1985. Danes, iz časovne razdalje in na podlagi kasnejših dogodkov, lahko ocenimo, da je aktivnost dr. Jožeta Gasperiča v navedenem obdobju prispevala k do sedaj največjemu razcvetu vakuumske tehnike v Sloveniji.

Dr. Gasperič se je vseskozi zavedal pomena mednarodnega sodelovanja. Na podlagi njegovih odličnih znanstvenih referenc in izjemne človeške topline, ki jo zna prenašati na svoje sogovornike, je dobil iz Indije povabilo za gostujočega profesorja. Od leta 1986 je predaval in delal na Univerzi Sri Venketeswara v Tirupatiju v Laboratoriju za tanke plasti, nato pa je bil še na Indijskem inštitutu za znanost v Bangaloru. Po vrnitvi v Ljubljano leta 1987 se je zaradi že takrat neurejenih razmer na IEVT zaposlil na Institutu »Jožef Stefan«, na Odseku za fiziko trdne snovi, ki ga je in ga še vedno vodi akademik prof. dr. Robert Blinc.

Dr. Gasperič je dobro poznal izjemen pomen pedagoškega dela in je vedno z velikim navdušenjem prenašal svoje strokovno znanje na mlajše vakuumiste. V letih od 1978 do 1989 je bil na Fakulteti za elektrotehniko Univerze v Ljubljani docent na področju mikroelektronskih tehnologij. V letih od 1989 do 1995 je bil izredni profesor na univerzah v Ljubljani in v Mariboru, leta 1995 pa mu je bil podeljen tudi naziv znanstveni svetnik. Bil je tudi raziskovalni in šolski mentor mladim raziskovalcem. Veliko let je predaval in sodeloval pri organizaciji tečajev iz osnov vakuumske tehnike, ki jih je prirejalo Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije (DVTS). Eden od osnovnih pisnih učnih pripomočkov je bil dve desetletji zbornik predavanj sodelavcev IEVT Osnove vakuumske tehnike, ki ga je uredil dr. Gasperič leta 1981.

Kaj izbrati za ilustracijo izjemne strokovne aktivnosti dr. Gasperiča na področju vakuumske tehnike, znanosti in aplikacije? Praviloma je njegovo razvojno delo pripeljalo do izdelave končnih izdelkov, kot so različne vakuumske črpalke, merilniki vakuumu in raznovrstni vakuumski sistemi za nanos prevlek in impregnacij ter sušenje materialov v vakuumu. Še posebej z veseljem je delal na področju medicinskih aparatov, ki so bili tudi po njegovem odhodu na IJS, na IEVT-ju »železni« proizvodni program. Pri razvoju, proizvodnji in uporabi medicinskih instrumentov je sodeloval tudi z medicinskimi strokovnjaki in organiziral ustanovitev centrov v Sloveniji, v katerih so si matere prezgodaj rojenih otrok lahko sposojale aparate za odvzem materinega mleka. Med njegovimi zadnjimi večjimi projekti je bila vakuumska naprava za impregnacijo okostja mamuta za Prirodoslovni muzej Slovenije.

Posebno pozornost je posvečal razvoju in kalibraciji vakuumskih merilnikov in sistemov za meritve karakteristik rotacijskih, difuzijskih in membranskih črpalk. Pri tem je sodeloval s slovensko industrijo, kjer sta bila njegova pomoč in strokovno znanje nepogrešljiva.

Na področju znanosti o materialih je dr. Gasperič delal vse od svoje doktorske naloge naprej, in sicer na področju tankih kovinskih in kermetnih plasti ter dekorativnih prevlek. V novejšem času je delal tudi na področju superprevodnih tankih plasti in fulerenov. Njegov neprecenljiv prispevek, še posebej v slabših ekonomskih obdobjih, je bil v tem, da je za nanos navedenih tankoplastnih materialov najprej potreben vakuumski sistem s pripadajočimi elementi konstruiral, razvil, sestavil in sam spravil v pogon. Pri tem je velikokrat ob delu šolal mlajše sodelavce, ki so se v večdisciplinarno področje vakuumske tehnike šele uvajali.

Zelo uspešen je bil dr. Gasperič pri društvenem delu, izkazal pa se je tudi kot odličen organizator različnih domačih in mednarodnih znanstvenih in strokovnih srečanj. Od vsega začetka, to je od 1959, je aktiven član Društva za vakuumsko tehniko Slovenije (DVTS). V letih 1980-1986 je bil predsednik Zveze društev za vakuumsko tehniko Jugoslavije (JUVAK) in član izvršilnega odbora Mednarodne zveze za vakuumsko znanost, tehnologijo in aplikacije (IUVSTA).



Slika 2: Na slavlje ob svoji 70-letnici je dr. Jože Gasperič povabil dolgoletne prijatelje in sodelavce Društva za vakuumsko tehniko Slovenije

V okviru aktivnosti DVTS in JUVAK je dr. Gasperič pogosto prevzel in s sodelavci na zavidljivi ravni organiziral veliko število domačih in mednarodnih strokovnih srečanj, konferenc, kongresov in simpozijev. Tu naj posebej poudarimo njegove zasluge pri organizaciji Jugoslovanskih vakuumskih kongresov in Združenih vakuumskih konferenc z vakuumskimi društvi Jugoslavije in sosednjih držav: Avstrije in Madžarske. Kot odličnega organizatorja so ga in ga še vabijo k sodelovanju pri organiziranju različnih pomembnih znanstvenih in strokovnih srečanj, kot so

bila SPIG, Forum Bled, European Conference on Applications of Polar Dielectrics, Solid State Protonic Conductors in drugih.

Organizacija navedenih srečanj je skoraj vedno zahtevala tudi objavo prispevkov, ki so jih udeleženci predstavili. To delo je dr. Gasperič vedno opravil z veliko angažiranostjo in profesionalnostjo. Je urednik mnogih zbornikov konferenc in kongresov, ki sta jih organizirala DVTS in JUVAK. Bil je tudi mentor inštitutskega glasila IEVT Impulzi, nadalje urednik Novic Društva za medicinsko in biološko tehniko, še danes pa je sourednik strokovnega glasila Vakuumist.

Dr. Gasperič je velik ljubitelj in izjemen poznavalec slovenskega jezika. Le malokdo izmed njegovih pišočih sodelavcev ni doživel njegovih kritičnih, toda vedno dobronamernih pripomb in obenem napotkov za izboljšanje pisane tehniške besede. Je lektor za slovenski knjižni jezik, in to delo opravlja še danes pri različnih glasilih, kot so npr. revija Materiali in tehnologije, glasilo Vakuumist ter inštitutski glasili Novice IJS in Obvestila IRC, pogosto pa ga sodelavci in kolegi zaprosijo za kritične pripombe in izboljšavo slovenščine v različnih strokovnih publikacijah, knjigah, diplomah ali doktorskih disertacijah. Pri tem naj omenimo, da dr. Gasperič s tem visoko strokovnim in zahtevnim delom ni obogatel, saj ga pogosto opravlja volontersko.

Pričujoča zbirka vakuumskih nasvetov kaže njegovo veliko ustvarjalno moč. Na področju vakuumske znanosti in tehnike je v mednarodnih revijah sam ali skupaj s svojimi sodelavci objavil preko sto del, približno toliko pa jih je objavil še v domačih virih.

Za svojo dolgoletno prizadevno in uspešno delo je dr. Gasperič dobil več častnih priznanj. Je častni član JUVAK in Elektrotehnične zveze Slovenije ter član indijskega vakuumskega društva. Od IUVSTA je dobil diplomu za delo v tej mednarodni zvezi vakuumistov za obdobje od 1980 do 1986, kjer je bil še posebej aktiven v komiteju za izobraževanje. Leta 1984 je dobil skupaj s svojimi sodelavci tudi nagrado Raziskovalne skupnosti Slovenije.

Dr. Jože Gasperič, ob visokem jubileju ti tvoji sodelavci in prijatelji čestitamo in ti želimo še mnogo zdravih in aktivnih let. Zdi se, da prihajajo taki časi, ko bo mlajša generacija na tehničnem področju tvoje znanje vakuumistike še zlasti potrebovala, tvoja skrb za slovenščino pa bo v časih globalizacije še bolj potrebna. Veselimo se sodelovanja s teboj. Vemo, da imaš rad planine in sploh naravo, zato te pozdravljamo kar po planinsko: Jože, srečno!

mag. Andrej Pregelj
prof. dr. Anton Zalar

Pregled člankov v Vakuumistu 1981-2001

Septembra je minilo dvajset let, odkar je izšla prva številka Vakuumista. Ta, ki je pred nami, pa je že triinšestdeseta. Ob tej okrogli obletnici je na mestu, da spregovorimo nekaj besed o zgodovini revije, kako se je s časom razvijala njena podoba in vsebina. Obenem pa na naslednjih straneh predstavljamo vse številke, ki so izšle do danes, z naslovi strokovnih in znanstvenih člankov. Priložena je tudi reprodukcija naslovnice prve številke.

Zelo zanimivo je opazovati evolucijo Vakuumista. V grobem lahko izhajanje razdelimo na dve desetletni obdobji. V prvem, nekako do leta 1990, je bil Vakuumist predvsem društveno glasilo. Težišče vsebine je bilo na poročilih o delovanju društva, občnih zborih, tečajih, udeležbi na konferencah, koledarju dogodkov ipd. Občasno se je objavljalo seznam članov Društva za vakuumsko tehniko Slovenije. Najdemo tudi precej kratkih predstavitev novih izdelkov slovenskih proizvajalcev, ki se nanašajo na vakuumsko tehniko. Strokovnih člankov v pravem pomenu besede je bilo malo, po dva ali trije na številko, večinoma pa so bili krajši od današnjih, tako da jim je bilo namenjeno do deset strani na številko.

V tem zgodnjem obdobju je izšlo devetnajst števil, torej po dve na leto. Čeprav je bilo prvih devet števil še natipkanih na pisalni stroj, pa je imel natisnjeno glavo - velik napis modre barve »VAKUUMIST« - že od vsega začetka. Prva fotografija je bila objavljena v četrti številki, in sicer gre za zanimivost: na IEVT so našli v žarnici - veččo! Od pisalnega stroja so se poslovili leta 1986 (št. 10), štirinajsta številka dobro leto pozneje pa je prinesla pravi tisk. Večje spremembe sta doživeli številki 16 in 17 (leta 1988/89): namesto preprostega

spenjanja listov na vogalu je revija dobila obliko zvezka, na prvo stran je prišla slika, kazalo pa je bilo umaknjeno na drugo stran.

Obdobje med koncem leta 1989 in začetkom leta 1992 zaznamuje hiter razcvet. Na sredi tega prehoda je prišlo do zamenjave urednikov. Mag. Andrej Pregelj, bil je urednik od prve številke, je z začetkom leta 1991 predal uredništvo dr. Petru Panjanu, ki ga ureja še danes. Lahko rečemo, da je stari urednik dal zagon za spremembo, novi pa jo je dokončal. Število strani, ki se je v prvih osmih letih gibalo med 14 in 20, se je povzpelo na današnjih 36. Tudi delež strani, namenjenih strokovnim prispevkom, se je ustalil na današnjih treh četrtinah. Pojavili so se prvi oglasi. Od leta 1992 Vakuumist izhaja s poltrdimi platnicami, kazalo pa je od tedaj na tretji strani. Poslej večjih sprememb ni bilo, razen spremenjene grafične podobe platnic, ki so od leta 1999 vijolične barve. Danes je v Vakuumistu objavljenih med štiri in sedem strokovnih/znanstvenih prispevkov s povprečno dolžino 5 strani na članek.

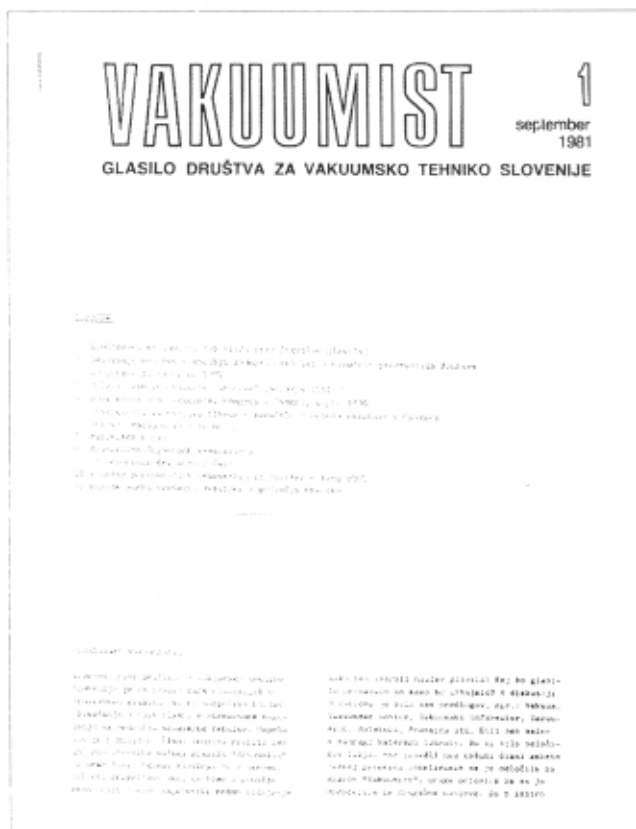
Čeprav je članke med seboj težko primerjati, pa vseeno napišimo lestvico »prvih pet«, kdo je najpogosteje objavjal v Vakuumistu. Na prvem mestu je dr. Jože Gasperič, ki je objavil skupaj 44 prispevkov, večinoma kot edini avtor (štejemo vse prispevke, tudi udeležba kot soavtor). Drugo mesto si »delita« dr. Peter Panjan in dr. Stanislav Južnič (vsak po 36 prispevkov). Sledita jim dr. Miran Mozetič (23 prispevkov) in mag. Andrej Pregelj (18 prispevkov).

Omeniti je treba še manjšo nedoslednost pri označevanju števil. Prvih petnajst števil je bilo označenih z enotno številko ter mesecem in letom izdaje (npr. 15, maj 1988). Nato se je k letu izdaje pridajalo še zapovrstno številko izdaje tega leta, pa še oblika zapisa se je spremenila (npr. december 88, številka 16 - 1988/2). Malce nerodno je tudi številčenje dvojne številke 19/20 (dec. 89/jan. 90, št. 19 - 1989/3, št. 20 - 1990/1). Današnji sistem štetja je bil uveden leta 1993. Številki 29 tako ni sledila številka 30, temveč je bila prva izdaja leta 1993 na novo oštevilčena (marec 93, letnik 13, št. 1, 1993). Od tedaj izhaja Vakuumist štirikrat letno, le ob koncu tisočletja je izšla dvojna številka (december 2000, letnik 20, št. 3-4, 2000).

Pregled avtorjev in naslovov člankov v vseh številkah Vakuumista

V tem pregledu so zbrani vsi strokovni/znanstveni prispevki iz vseh 62 števil Vakuumista, koliko jih je izšlo do danes. Pregled ne vsebuje raznih obvestil, novic društvenega pomena, poročil z obiskov in konferenc, nekrologov itd. V začetnih številkah je veliko kratkih prispevkov, kjer je težko postaviti ločnico med strokovnim člankom in novico. Odločili smo se, da v seznam uvrstimo le tiste prispevke, ki so dolgi vsaj eno polno stran. Vključili smo tudi vse članke iz rubrike »Nasveti«, skupaj s prvim prispevkom iz leta 1991, ki edini nima naslova. Izjemoma smo v seznam vključili tudi dva prispevka, bolje rečeno pregleda, ki nista niti podpisana, sta pa vseeno zanimiva za strokovno javnost: eden je pregled standardov, drugi pa pregled simbolov iz vakuumске tehnike. V številki 11 (julij 1986) ni bil predstavljen noben prispevek, ki bi ustrejal omenjenim pogojem.

Pregled pripravil: mag. Miha Čekada



Slika 1: Naslovnica prve številke Vakuumista

Pregled strokovnih in znanstvenih člankov

1. september 1981

8 10 Gala Andrej Instrumenti za analizo plinov
10 11 Zavašnik Rastislav Iskanje vakuumskih netesnosti

2. marec 1982

2 5 Povh Bojan Merilniki vakuuma
5 7 Lindav Janez Uvod v tanke dielektrične plasti
7 8 Praček Borut Augerova spektrometrija

3. september 1982

6 9 Pavli Peter Analizne možnosti z elektronskim
mikroanalizatorjem
9 10 Kambič Anton Metalizirane plastične folije za izdelavo
kondenzatorjev

4. april 1983

5 7 Tasevski Milan »SiO₂ - nSi« sončne celice

5. november 1983

1 5 Pavli Peter Vrščini elektronski mikroskop
5 7 Pribošek Marko, Novi ionizacijski vakuummeter
Gasperič Jože, Povh Bojan

6. marec 1984

3 4 Šetina Janez Vakuumski ventili z novim načinom
tesnjenja
5 7 Belič Igor Prisotnost računalnika v vakuumskih
sistemih
7 9 Nemanič Vinko Elektroluminescentni kazalniki
9 10 Praček Borut Uporabnost sorpcijskih črpalk

7. avgust 1984

8 9 Jenko Bojan Reševanje vakuumsko tehnoloških
problemov pri gradnji velikih
pospeševalnikov

8. februar 1985

1 3 Kansky Evgen Rasterska tunelska mikroskopija - nova
metoda za opazovanje atomske zgradbe
površin trdnih snovi
3 6 Jenko Monika Eksperimentalna naprava za študij
oksidacije tekočega indija

9. avgust 1985

3 6 Tasevski Milan, Polprevodniške lastnosti tankoplastnega
Pavli Peter, amorfne silicija
Likar Radovan
7 8 Podbrežnik Igor Pilotna proizvodnja vakuumskih črpalnih
sistemov na IEVT

10. januar 1986

1 5 Demšar Andrej Antirefleksna pokritja
5 9 Jenko Monika Vakuumsko difuzijsko kromiranje
mekkega železa za releje

11. julij 1986

brez strokovnih/znanstvenih prispevkov

12. december 1986

1 3 Sulčić Slavko, Naprava za napajanje prozornih in
Knoll Milena električno prevodnih tankih plasti za
prikazalnike na tekoče kristale
5 7 Verčko Lovro Začetek in razvoj vakuumске tehnike v
Saturnusu
8 9 Pribošek Marko Novi Pirani-Penning vakuummeter

13. junij 1987

1 3 Drab Marjan Visokovakuumski sistem VVS 500
3 6 Trček Matija Zaščitno napajanje v napravi
BAH-2000-Balzers
8 9 Jerič Smiljan Razvoj IR-senzorja za termovizijo s
HgCdTe-kristali na IEVT

14. november 1987

1 5 Leskovšek Vojteh Predstavitel enokomorne vakuumске
peči Ipsen VTC 324-R s homogenim
plinskim hlajenjem pod visokim tlakom
9 11 Pregelj Andrej Male vakuumске spojke

15. maj 1988

1 3 Kralj Marko Razstavljeni vakuumski kriostat na
hlajenje s tekočim dušikom (77K)
3 5 Pavli Peter Rentgenska fluorescenčna analiza v
vrščinem elektronskem mikroskopu
5 6 Mozetič Miran Plazma
6 7 Brecej France, Redukcija tankih plasti kovinskih oksidov
Mozetič Miran s plazmo

december 88, številka 16 - 1988/2

4 7 Panjan Peter, Problem sten reaktorske posode pri
Žabkar Anton, termounuklearnem reaktorju
Navinšek Boris

april 89, številka 17 - 1989/1

3 5 Banovec Andrej Črpanje s kriocrpalkami
5 7 Panjan Peter Plazemske tehnologije
7 9 Potočki Branko Taljenje in litje zlitin nizkolegiranega
bakra v elektroinducijski vakuumski peči
11 12 Mozetič Miran Gojenje diamantov v vakuumu

september 89, številka 18 - 1989/2

3 4 Žabkar Anton Reaktivno ionsko prekrivanje orodij
5 7 Prosenec Mirko Rast silicijevega monokristala po metodi
Czoehralski
8 10 Stariha Borut Karakteristike elastomernih tesnil za
uporabo v vakuumski tehniki
11 12 Mozetič Miran, Meritve pretoka atomarnega vodika
Brecej France, Pregelj Andrej

december 89/januar 90, št. 19 - 1989/3, št. 20 - 1990/1

3 6 Stanković S., Visokovakuumski postopki za nanos
Hudomalj Marjan uporovnih plasti
6 8 Žabkar Anton Merjenje in kontrola plinskega pretoka v
vakuumskih sistemih
9 12 Pregelj Andrej, Sodobni visokovakuumski ventili
Drab Marjan

november 90, številka 21 - 1990/2

3 6 Panjan Peter, Mikrostrukturna karakterizacija tankih
Mandrino Djordje plasti
12 13 - Pregled standardov s področja
vakuumске tehnike

februar 91, številka 22 - 1991/1

4 5 Gasperič Jože -
6 11 Zalar Anton Metode za analizo površin
12 14 Pregelj Andrej, Eksperimentalna naprava za VF-obdela-
Brecej France vo kovin v vakuumu in zaščitni atmosferi
15 17 Panjan Peter Tankoplastni temperaturni senzorji
24 25 - Grafični simboli v vakuumski tehnologiji
po DIN 28 401-standardu

maj 91, številka 23-24 - 1991/2-3

3 8 Prešeren Vasilij Stanje in razvoj vakuumске izdelave jekla
9 15 Šuštaršič Borivoj, Izdelava prahov hitroreznih jekel z vodno
Torkar Matjaž atomizacijo
16 19 Vodopivec Franc, Stanje površine in mikrostrukture
Jenko Monika kovinskih trakov
20 24 Pribošek Marko Avtomatizirani vakuumski sistem za
proizvodnjo baktericidnih seval
25 27 Demšar Andrej, Dielektrični barvni filtri
Lindav Janez, Rus Slavko
28 31 Žabkar Anton Tankoplastni pomnilniki v obdelavi
podatkov
32 32 Bratina Gvido Nov laboratorij za napajanje
polprevodnikov v Trstu
33 34 Gasperič Jože Preprosto ugotavljanje velikosti puščanja
ali netesnosti

december 91, številka 25 - 1991/4

3 5 Nemanič Vinko Miniatura katodna elektronika
6 9 Jenko Monika, Študij segregacij na površini
Vodopivec Franc, neorientirane elektroplodčevine z metodo
Osojnik A., AES
Praček Borut
10 13 Planinšič Gorazd Vakuumski merilnik na vrtečo se kroglico
14 20 Vretenar Petar Uvid u moderne optičke tanke slojeve
21 22 Gasperič Jože Kako ukrojimo in vgradimo veliko tesnilo

marec 92, številka 26 - 1992/1

3 7 Marinković Velibor Tunelska mikroskopija
8 11 Holc Janez Kemijski senzorji
12 14 Spruk Sonja, Vakuumsko tesni laserski zvari
Jenko Monika, Koller Lidija, Ralič D.
15 18 Panjan Peter, Reaktivno naprševanje
Cvelbar Andrej
19 22 Pregelj Andrej CF-spojki za vakuumске sisteme
23 24 Gasperič Jože Pogoste konstrukcijske napake
24 26 Gasperič Jože Področja uporabe vakuumskih tehnologij

junij 92, številka 27 - 1992/2

3 5 Trontelj Lojze Mikroelektronski laboratorij na Fakulteti
za elektrotehniko in računalništvo
6 9 Nemanič Vinko Tanke plasti v sodobnih zasteklitvah
10 15 Demšar Andrej, Lindav Janez Nanašanje optičnih tankih plasti

16	19	Panjan Peter, Navinšek Boris, Demšar Andrej	Mehanske napetosti v vakuumskih tankih plasteh
20	22	Jerić Smiljan, Kocmur Miha	Netokovno nanašanje prevlek Ni-P na Al in zlitine
23	24	Gasperić Jože	Izračun predvakuumske posode

oktober 92, številka 28 - 1992/3

3	6	Brecelj Franc	Materiali v vakuumski tehniki
7	11	Gasperić Jože	Kovinski mehovi v vakuumski tehniki
12	17	Cvelbar Andrej	Visokotemperaturne superprevodne tanke plasti
18	23	Leskovšek Vojteh, Ule B., Rodič A., Lazar D., Pogačnik M.	Optimiranje vakuumске toplotne obdelave rezilnih orodij iz hitroreznih jekel
24	26	Drab Marjan	Varjenje vakuumskih komponent iz nerjavnega jekla
27	29	Gasperić Jože	Vakuumsko izrazje

december 92, številka 29 - 1992/4

4	6	Koroušič Blaženko	Metalurške zakonitosti vakuumске obdelave zlitin na osnovi niklja
7	9	Mozetić Miran, Kveder Miha	Plazemsko čiščenje
10	14	Kralj Marko	Izdelava optičnih vlaken po MCVD-metodi
15	20	Cvikl Bruno	Nanašanje tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS
21	23	Gasperić Jože	Olja za vakuumске črpalke
24	25	Panjan Peter, Gasperić Jože	Pomen vakuumске tehnike v razvitih državah - Japonska
26	27	Gasperić Jože, Marinković Velibor	Vakuumsko izrazje - nadaljevanje

marec 93, letnik 13, št. 1, 1993

4	6	Irmačnik Belič Lidija	Visokovakuumsko tesni spoji med keramiko in kovino
7	10	Leskovšek Vojteh, Kmetič D.	Visokotemperaturno vakuumsko spajkanje hitroreznih orodnih jekel na konstrukcijska, z istočasno toplotno obdelavo v vakuumski peči
11	13	Pregelj Andrej	Vakuumska močnostna stikala
14	17	Panjan Peter, Žabkar Anton, Navinšek Boris	Ionski izviri
18	21	Cvikl Bruno	Tanke plasti, naparjene po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS - vpliv na potencialno bariero sistema Ag/n-Si(111)
22	22	Gasperić Jože, Venturini Peter	Pridobivanje fullerena C ₆₀ z naprevanjem
23	26	Gasperić Jože	Obtočni vod v visokovakuumskem sistemu
26	27	Gasperić Jože	Preprosti merilni metodi za ugotavljanje velikosti puščanja vakuumskih sistemov

junij 93, letnik 13, št. 2, 1993

4	8	Nemanić Vinko	Vakuumska ploskovna izolacija
9	12	Pregelj Andrej, Mozetić Miran, Paulin Alojz	Kriostati in vakuumska tehnika
13	16	Gorišek Željko	Vakuumsko sušenje lesa v praksi
17	20	Šventner-Kosmos A., Jerić Smiljan	Spoji stekla s kovino v vakuumski tehniki
21	22	Mozetić Miran, Kveder Miha,	Izviri atomarnega vodika
23	25	Pregelj Andrej, Drobnič Matjaž Kveder Miha,	Površinska difuzija atomarnega vodika
26	30	Mozetić Miran, Brecelj France, Drobnič Matija Cvikl Bruno,	I-V-karakteristike Ag/n-Si(111)
31	33	Mrdjen Tomo, Koželj Matjaž, Kramberger Miran	Schottkyjeve barriere, nanesene po metodi curka ioniziranih skupkov CIS
34	34	Jelić Nikola, Čerček Milan, Gyergyek Tomaž, Mozetić Miran, Stanojević Mladen	Lastnosti plazme v pilotski RF plazemski napravi
		Mozetić Miran, Kveder Miha	Kako izmeriti parametre plazme

oktober 93, letnik 13, št. 3, 1993

4	6	Demšar Andrej, Lukač A.	Laserji in optična prekritja za laserje
7	11	Panjan Peter, Šmit Žiga, Cvelbar Andrej, Batagelj A., Budnar Miloš, Pelicon Primož, Navinšek Boris, Dražič Goran, Remškar Maja, Zalar Anton, Praček Borut	Spektroskopija tankih plasti z Rutherfordovim povratnim sipanjem (RBS)

12	15	Olenik Marijan, Dotžan Aleš	Uporaba tankih plasti v projekcijskih aparatih
16	21	Čadež Iztok	Termodisociacija vodika v celici z vročo volframsko nitko
22	26	Južnič Stanislav	Zgodovina vakuumске tehnike (I. del)
27	27	Gasperić Jože	Čiščenje površin

december 93, letnik 13, št. 4, 1993

4	8	Remškar Maja, Prodan Albert, Marinković Velibor, Pribaković-Borštnik Ana,	Površinske modifikacije NbSe ₂ s tunelskim mikroskopom
9	12	Mozetić Miran, Štuhec Matjaž	Pischof Kaj A. Sinhotronska svetloba
13	17	Povh Bojan, Šetina Janez, Jenko Bojan	Kalibracija ionizacijskih merilnikov na IEVT
18	21	Ambrožič Milan	Ramansko sipanje na kristalih
22	24	Panjan Peter, Navinšek Boris, Žabkar Anton	Trde zaščitne prevleke (I. del)
25	29	Južnič Stanislav	Zgodovina vakuumске tehnike (II. del)
30	32	Gasperić Jože	Smisel dodajanja zraka (»gas ballast«) pri nekaterih pretočnih črpalkah

marec 94, letnik 14, št. 1, 1994

4	12	Milošev Ingrid	Korozija materialov
13	20	Hozjan Jožef	Zaprti mini TEA CO ₂ laser za uporabe v merilni tehniki
21	23	Panjan Peter, Navinšek Boris, Žabkar Anton, Cvelbar Andrej	Trde zaščitne prevleke (II. del)
24	26	Ivanda M., Gracin D., Lugomer S., Furić K., Gamulin O.	Študij ozadja v ramanskih spektrih a-Si:H
27	31	Južnič Stanislav	Zgodovina vakuumске tehnike (III. del)
32	32	Gasperić Jože	Izganjanje vodnih par iz rotacijskih črpalk

junij 94, letnik 14, št. 2, 1994

4	7	Nemanić Vinko	Vakuumska mikroelektronika
8	12	Milošev Ingrid	Rentgenska fotoelektronska spektroskopija
13	20	Popović Arkadije	Masnospetrometrična metoda za študij kinetike heterogenih sistemov: plin-trdna snov
21	25	Pregelj Andrej, Drab Marjan, Mozetić Miran, Paulin Alojz	Vakuumске prevodnice
26	30	Južnič Stanislav	Zgodovina vakuumске tehnike (IV. del)
31	32	Gasperić Jože	Regeneracija Dewarjevih posod

september 94, letnik 14, št. 3, 1994

4	9	Žigon Dušan	Hibridni večsektorski masni spektrometer
10	18	Gasperić Jože	Ultra in ekstremni visoki vakuum
19	21	Budnar Miloš, Cvelbar Andrej, Panjan Peter, Pelicon Primož, Šmit Žiga, Zorko Benjamin	Nizkoenergijski pospeševalnik za analizo materialov
22	28	Južnič Stanislav	Zgodovina raziskovanja »katodnih žarkov« in (katodnega) razprševanja kovin
29	30	Mozetić Miran	Kako uporabiti spektrometer za karakterizacijo plazme?

december 94, letnik 14, št. 4, 1994

4	10	Kopač Samo, Pirš Janez	Laserska litografija merilnih letev: naprava za direktni laserski vpis rastra
11	14	Ambrožič Milan	Prikazovalniki s tekočimi kristali
15	19	Kump Peter	Rentgenska fluorescenčna spektroskopija s totalnim odbojem (TXRF)
20	25	Južnič Stanislav	Zgodovina elektronskega mikroskopa
26	27	Gasperić Jože	Ugotavljanje in odpravljanje najpogostejših okvar rotacijskih črpalk

marec 95, letnik 15, št. 1, 1995

4	10	Pleško Mark	Raziskave s sinhotronskim sevanjem
11	17	Tršan Niko	Osnove termovizije
18	22	Mozetić Miran, Drobnič Matija, Zalar Anton, Praček Borut	Ogrevanje vzorcev v nizkotlačni vodikovi plazmi
23	28	Peršak Boštjan, Cvelbar Andrej, Navinšek Boris	Nizkotlačna argonska plazma v napravi za ionsko prekrivanje
29	31	Južnič Stanislav	Zgodovina vakuumске tehnike na Slovenskem: Šantlova vakuumska črpalka

- 32 32 Gasperič Jože Elektropoliranje za vakuumsko tehniko
- julij 95, letnik 15, št. 2, 1995**
- 4 10 Leskovšek Vojteh Nitiranje v pulzirajoči plazmi
- 11 16 Panjan Peter, Navinšek Boris Pregled metod za pripravo trdih prevlek
- 17 22 Južnič Stanislav Zgodovina pospeševalnikov: Od idej do prvih izvedb
- 23 25 Gasperič Jože Kriočrpalke, hlajene s helijevimi kriogeneratorji
- oktober 95, letnik 15, št. 3, 1995**
- 4 11 Pavlin Marko Silicijevi senzori tlaka
- 12 19 Dražič Goran Analitska elektronska mikroskopija sodobnih keramičnih materialov
- 20 24 Pregelj Andrej, Južnič Stanislav Rentgenska elektronika
- 25 26 Gasperič Jože Vakuumaska impregnacija
- december 95, letnik 15, št. 4, 1995**
- 4 9 Gasperič Jože, Sulčić Slavko, Drab Marjan, Pregelj Andrej Razvoj visokovakuumske oljne difuzijske frakcionirne črpalke s premerom sesalne odprtine 650 mm
- 10 12 Zorko Benjamin, Budnar Miloš, Čadež Iztok Merjenje globinske porazdelitve koncentracije vodika z metodo ERDA
- 13 17 Čadež Iztok Določanje relativne koncentracije vibracijsko ekscitiranih molekul vodika
- 18 23 Južnič Stanislav Zgodovina tehnologije tankih plasti
- 24 25 Gasperič Jože Vakuummeter McLeod
- marec 96, letnik 16, št. 1, 1996**
- 4 9 Lavrenčić Borut B. Tanke feroelektrične plasti
- 10 18 Orel Boris, Opara Urša, Svegl Franc, Lavrenčić-Štangar Urška, Maček Marjeta, Šurca Angela, Gabersček Miran, Krainer Aleš Optične in elektrokemijske lastnosti elektrokromnih sklopov, pripravljenih po sol-gel postopkih
- 19 24 Južnič Stanislav, Nemanič Vinko Iznajdba in razvoj katodne elektronke in drugih vakuumskih elementov za televizijo (I. del)
- 25 27 Gasperič Jože Pravilno upravljanje visokovakuumskega črpalnega sistema
- julij 96, letnik 16, št. 2, 1996**
- 4 7 Orel Boris Sodobne zasteklitve: visoko izolativna in inteligentna («smart») okna
- 8 9 Ferrario Bruno Kemično črpanje v vakuumskih tehnologijah
- 10 14 Pregelj Andrej, Drab Marjan, Grašič Igor Naprševalne ionsko-geterske črpalke
- 15 23 Južnič Stanislav, Nemanič Vinko Iznajdba in razvoj katodne elektronke in drugih vakuumskih elementov za televizijo (II. del)
- 24 24 Gasperič Jože Uporaba Rootsovih predčrpalk v visokovakuumskih sistemih
- 25 26 Panjan Peter Kako določimo barvne koordinate dekorativnih (trdih) prevlek?
- oktober 96, letnik 16, št. 3, 1996**
- 4 8 Pavlin Marko Sončne celice v debeloplastni tehnologiji
- 9 13 Javorič Saša Visokotemperaturna oksidacija grafita
- 14 19 Županc Mežnar Lea Luminiscentne snovi (I. del)
- 20 27 Južnič Stanislav, Nemanič Vinko Termovka: odkritje in razvoj vakuumске izolacije
- 28 28 Gasperič Jože Vdor oljnih par v visokovakuumske komoro
- december 96, letnik 16, št. 4, 1996**
- 4 8 Pelicon Primož, Čadež Iztok, Žitnik Matjaž, Šmit Žiga Elektrostatski elektronski spektrometer za merjenje Augerovih spektrov v plinih
- 9 12 Bratina Gvido Elektronske lastnosti mejnih plasti v heterostrukturah ZnSe/GaAs(001): ključ do modrega laserja?
- 13 17 Županc Mežnar Lea Zaslони za katodne elektronke (II. del)
- 18 19 Belič Igor Kvantno računanje
- 20 24 Južnič Stanislav Zgodovina raziskovanja luminiscentnih snovi (I. del)
- 26 28 Panjan Peter, Navinšek Boris Balzers AG - v 50 letih od vojaške barake do multinacionalne visoke tehnologije
- 29 29 Gasperič Jože Vakuumski lovilniki in pasti
- marec 97, letnik 17, št. 1, 1997**
- 4 16 Arčon Iztok Slovenska večnamenska rentgenska žarkovna linija pri sinhrotronu Elettra - Idejni načrt
- 17 22 Mozetič Miran, Drobnič Matija, Pregelj Andrej, Južnič Stanislav Osnovne značilnosti nizkotlačne šibkoionizirane plazme
- 23 26 Južnič Stanislav Zgodovina raziskovanja luminiscentnih snovi (II. del)
- 27 28 Gasperič Jože Konstruiranje razstavljivih elastomernih spojev
- julij 97, letnik 17, št. 2, 1997**
- 4 12 Malič Barbara Priprava feroelektričnih tankih plasti iz raztopin
- 13 19 Panjan Peter Gorivne celice s trdnim elektrolitom
- 20 25 Južnič Stanislav Zgodovina raziskovanja luminiscentnih snovi (III. del)
- 26 27 Panjan Peter, Južnič Stanislav, Gasperič Jože Sto let elektrona
- 28 29 Gasperič Jože Regeneracija vročih volframskih katod, kontaminiranih z oljnimi parami
- oktober 97, letnik 17, št. 3, 1997**
- 4 8 Panjan Peter, Navinšek Boris Možnosti nadomeščanja galvanskih postopkov nanašanja tankih zaščitnih prevlek z ekološko neoporečnimi PVD-prevlekami (I. del)
- 9 13 Nemanič Vinko Teorija črpanja posod oz. sistemov in opredelitev velikosti puščanja
- 14 17 Pregelj Andrej, Novak Janez, Drab Marjan Nastajanje standardov o netesnosti sistemov in naprav
- 18 25 Južnič Stanislav Žarnica (I. del)
- 26 27 Gasperič Jože Preventiva in odpravljanje netesnih mest
- december 97, letnik 17, št. 4, 1997**
- 4 7 Resnik Drago Mikroobdelava silicija (II. del)
- 8 14 Panjan Peter, Navinšek Boris Možnosti nadomeščanja galvanskih postopkov nanašanja tankih zaščitnih prevlek z ekološko neoporečnimi PVD-prevlekami (II. del)
- 15 18 Ambrožič Milan Fizikalne osnove metod za analizo površin trdnih snovi in tankih plasti
- 19 24 Milošev Ingrid Elektrokemijske in površinsko analitične raziskave trdih nitridnih prevlek
- 25 30 Južnič Stanislav Žarnica (II. del)
- 31 31 Gasperič Jože Čiščenje Penningovih merilnih glav
- marec 98, letnik 18, št. 1, 1998**
- 4 11 Resnik Drago, Aljancič Uroš, Vrtačnik Danilo, Cvar Matjaž, Amon Slavko Mikroobdelava silicija (II. del)
- 12 15 Mozetič Miran, Spruk Sonja, Pregelj Andrej, Zorko Benjamin Površinska obdelava titanovih trakov iz ionske črpalke
- 16 17 Navinšek Boris Kako smo opremljali na IJS Odsek za tanke plasti in površine z raziskovalno opremo
- 18 19 Budnar Miloš Tandemski pospeševalnik
- 20 21 Jenko Monika Nova vrhunska raziskovalna oprema za raziskave površin materialov v Sloveniji
- 22 29 Južnič Stanislav, Gasperič Jože, Maček Marjan Petdesetletnica tranzistorja (I. del)
- 30 31 Čistoča okolja pri pripravi podlag za vakuumске tanke plasti
- junij 98, letnik 18, št. 2, 1998**
- 4 11 Kovač Janez Rentgenska fotoelektronska spektroskopija z visoko lateralno ločljivostjo - mikro XPS
- 12 16 Panjan Peter Supertrde zaščitne prevleke
- 17 20 Korošak Dean, Cvikl Bruno Schottkyjeva bariera - moderni pogledi na star problem (I. del)
- 21 22 Paulin Alojz, Pregelj Andrej Vodenje in diagnosticiranje curka naelektrnih delcev
- 23 27 Južnič Stanislav, Panjan Peter Petdesetletnica tranzistorja (II. del)
- 28 29 Priprava površine podlag pred nanosom tankih plasti - čiščenje
- september 98, letnik 18, št. 3, 1998**
- 4 12 Panjan Peter, Kralj Teodor, Mozetič Miran, Maček Marjan Industrijska uporaba plazemskih površinskih tehnologij
- 13 16 Korošak Dean, Cvikl Bruno Schottkyjeva bariera - moderni pogledi na star problem (II. del) - transport naboja skozi stik kovina-polprevodnik
- 17 25 Južnič Stanislav Zgodovina raziskovanja plazme (I. del)
- 26 27 Panjan Peter Priprava površin podlag pred nanosom vakuumskih tankih plasti - modifikacija površin

december 98, letnik 18, št. 4, 1998

4	7	Mozetič Miran, Požun Karol, Koller Lidija, Bizjak Martin	Metoda za oceno stopnje neravnovesnosti kisika pri nizkem tlaku
8	10	Panjan Peter, Čekada Miha	Ionski izviri za pogon vesoljskih plovil
11	13	Povh Bojan	Osnove liofilizacije (I. del)
14	18	Vesel Alenka, Mozetič Miran, Kovač Janez	Izračun koeficienta razprševanja
19	22	Ambrožič Milan	Optična polarizacijska mikroskopija za analizo struktur v tekočih kristalih
23	29	Južnič Stanislav	Zgodovina raziskovanja plazme - magnetohidrodinamika (II. del)
30	31	Gasperič Jože, Pregelj Andrej	Suhe vakuumske rotacijske črpalke

marec 99, letnik 19, št. 1, 1999

4	11	Povh Bojan	Osnove liofilizacije (II. del)
12	19	Šurca Angela	Določanje elektrokemijskih lastnosti elektrokromnih tankih plasti
20	23	Zalar Anton, Kovač Janez, Praček Borut, Kunert Maik	Karakterizacija krom-nitridne prevleke, nanesene na nerjavno jeklo s postopkom IBAD
24	29	Južnič Stanislav	Zgodovina raziskovanja plazme - fuzijski reaktorji (III. del)
30	31	Gasperič Jože	Uporaba termoelektričnega hlajenja v vakuumski tehniki in drugje

junij 99, letnik 19, št. 2, 1999

4	8	Nemanič Vinko	Ekstremni visoki vakuum - novi pogledi
9	15	Povh Bojan	Osnove liofilizacije (III. del)
16	19	Panjan Peter	Plazemsko inženirstvo površin
20	26	Južnič Stanislav	O zgodovini vakuumske tehnike na Slovenskem (I. del): Slovenski vakuumisti nekoč in danes
27	28	Panjan Peter	Kontrola čistosti površine podlag z metodo merjenja kota omočljivosti

oktober 99, letnik 19, št. 3, 1999

4	14	Gasperič Jože	Zgodovina delovanja Društva za vakuumsko tehniko Slovenije - DVTS
16	22	Južnič Stanislav	Kratka zgodovina vakuumske tehnike (Razvoj raziskovanja vakuuma in vakuumskih društev)
23	27	Povh Bojan	Vakuumska molekularna destilacija
28	33	Južnič Stanislav	O zgodovini vakuumske tehnike na Slovenskem (II. del)

december 99, letnik 19, št. 4, 1999

4	9	Barden Raimund, Erjavec Bojan	Kanalna fotopomnoževalka CPM - nova generacija visoko zmogljivih fotodetektorjev
10	15	Klampfer Peter, Jesih Adolf	Kemijske reakcije v nizkotemperaturni plazmi
16	19	Povh Bojan	Vakuumska molekularna destilacija (II. del)
20	27	Južnič Stanislav	Radiometer in prizadevanja za popolni vakuum
28	30	Čekada Miha, Panjan Peter	Kako merimo mikrotrdoto in Youngov modul tankih plasti

april 2000, letnik 20, št. 1, 2000

4	8	Kek Darja, Pejovnik Stane	Vpliv faznih mej na električne lastnosti keramičnih gorivnih celic
9	11	Mozetič Miran, Panjan Peter	Uporaba kisikove plazme v sodobnih tehnologijah
12	15	Povh Bojan	Vakuumska molekularna destilacija (III. del)
16	19	Čekada Miha	Primerjava metod merjenja debeline tankih plasti
20	22	Gasperič Jože	Kako je visoki vakuum vdri v Saturnus
23	31	Južnič Stanislav	Zgodovina vakuumske metalurgije
32	32	Gasperič Jože	Peristaltične črpalke

julij 2000, letnik 20, št. 2, 2000

4	7	Županc Mežnar Lea	Sol-gel postopek za pripravo luminiscenčnih spojin (I. del)
8	12	Minovič Aleksandra, Milošev Ingrid	Biokompatibilnost materialov za izdelavo umetnih kolčnih sklepov
13	15	Vesel Alenka, Mozetič Miran, Ricard Andre	Določanje koncentracije atomarnega kisika s titracijo
16	24	Južnič Stanislav	Merjenje tlaka v vakuumski tehniki
25	29	Panjan Peter	Prednosti in slabosti različnih vakuum- skih postopkov nanašanja tankih plasti

30	33	Čeh Miran	Predstavitve novega analitskega elektronskega mikroskopa na Odseku za keramiko Instituta »Jožef Stefan«
----	----	-----------	---

december 2000, letnik 20, št. 3-4, 2000

4	7	Čekada Miha	Merjenje adhezije tankih plasti
8	11	Šmid Petr	Razelektrivna optična spektroskopija (GDOES)
12	14	Nemanič Vincenc, Zajec Bojan	Vpliv vakuumskega merilnika na tlak in sestavo preostale atmosfere
15	33	Južnič Stanislav	Zgodovina ionske implantacije
34	41	Panjan Peter	Uporaba vakuumske tehnike v sodobni industriji
42	46	Kralj Teodor, Panjan Peter	Kriočrpalke Polycold za črpanje vodnih par
47	47	Gasperič Jože	Večstopenjska plinska ejektorska črpalka

marec 2001, letnik 21, št. 1, 2001

4	8	Kovač Janez	Fazna meja kovina/polprevodnik
9	16	Šurca Vuk Angela, Živkovič Jelica, Opara Krašovec Urša, Orel Boris, Köhl Michael	Spektralno selektivne površine za sončne zbiralnike in sončne fasade zgradb: Strukturne in optične lastnosti spinelnih prevlek Ti:CoCuMnO _x in CoCuMnO _x , pripravljenih po postopkih sol-gel
17	20	Čekada Miha, Panjan Peter	Priprava tankoplastnih vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo
21	24	Vesel Alenka, Mozetič Miran, Panjan Peter	Aktivacija površine poliestra Mylar v kisikovi plazmi
25	33	Južnič Stanislav	J.J. Thomsonovo raziskovanje »negativnih in pozitivnih žarkov« (I. del): J.J. Thomsonovo raziskovanje »katodnih žarkov«
34	34	Gasperič Jože	Meritve končnega tlaka rotacijskih vakuumskih črpalk

junij 2001, letnik 21, št. 2, 2001

4	7	Kek Darja, Panjan Peter	Nanašanje tankih plasti s pulznim laserjem
8	11	Šetina Janez, Erjavec Bojan, Irmačnik-Belič Lidija	Vakuumsko meroslovje v Laboratoriju za metrologijo tlaka
12	14	Čekada Miha, Pregelj Andrej	Plazemska krogla
15	16	Panjan Peter	Sinteza nanocevk MoS ₂ - odmevno odkritje znanstvenikov z Instituta »Jožef Stefan«
17	24	Južnič Stanislav	Vakuumski poskusi na Boškovičevem Rimskem kolegiju
25	29	Južnič Stanislav	J.J. Thomsonovo raziskovanje »negativnih in pozitivnih žarkov« (II. del): Thomsonovo raziskovanje »pozitivnih žarkov« (1906-1914)
30	31	Gasperič Jože	Vakuumsko prijemanje in transport predmetov

oktober 2001, letnik 21, št. 3, 2001

4	7	Čekada Miha	Vakuum v vesolju
8	10	Milošev Ingrid, Pišot Venčeslav	Umetni kolčni sklepi kovina/kovina
11	13	Mozetič Miran, Mozetič T., Panjan Peter	Plazemska sterilizacija
14	30	Južnič Stanislav	Zgodovina raziskovanja tekočih kristalov (i. del): Začetki kristalografije in odkritje tekočih kristalov
31	33	Gasperič Jože	Vakuumsko prijemanje in transport predmetov

december 2001, letnik 21, št. 4, 2001

4	11	Zorko Benjamin, Budnar Miloš, Čarstanjen Heinz Dieter, Čadež Iztok, Žitnik Matjaž	Študij interakcije med vodikom in titanom z jedrsko spektroskopsko metodo ERDA (I. del)
12	14	Demšar Andrej, Marin Bojan, Pesek Miha	Avtomatski valilni filter
15	18	Čadež Iztok	Meritve nekaterih lastnosti večkrat nabitih ionov, ki so pomembne za astrofiziko
19	23	Čekada Miha	Vakuum in plazma v zemeljski atmosferi
24	30	Južnič Stanislav	Zgodovina raziskovanja tekočih kristalov (II. del): Uveljavitev tekočih kristalov
31	32	Kek Darja	Uporaba impedančne spektroskopije za študij električnih lastnosti tankih plasti

STIKI DRUŠTVA Z MEDNARODNO ZVEZO V ZADNJEM OBDOBJU

Mednarodna organizacija za vakuumsko stroko IUVESTA (International Union for Vacuum Science, Technique and Applications) ima seje svojega izvršnega odbora (IO) dvakrat na leto, na tri leta pa je redno organiziran občni zbor, t. i. generalna skupščina vseh vključenih držav. Spomladi smo v Brightonu (16.-18. marca) imeli 87. sestanek IO (Executive council meeting, ECM-87), jesensko srečanje pa je letos, ko je ravno na sredini med dvema trilettjema, poteklo v znamenju generalne skupščine (General meeting, GM), ki je 14. po vrsti v zgodovini obstoja zveze.

Vse aktivnosti so bile načrtovane v okviru dveh mednarodnih kongresov (o vakuumu in o površinah trdnih snovi, tj. IVC-15 in ICSS-11, ki sta potekala od 29. 10. do 2. 11. 2001 v San Franciscu), in sicer priprave in zaključna seja starega IO (tj. ECM-88) v sob. in ned. 27. in 28. 10. 2001, generalna skupščina GM-14 v sredo 31. 10. 2001 in prva seja novega IO (tj. ECM-89) v petek 2. 11. 2001

ECM-88 (88th executive council of the IUVESTA)

Prvi in drugi dan dopoldne (27. in 28. 10. 2001) so potekali sestanki tehničnih odborov (vakuumsko znanost, nanotehnologije, plazma, tanke plasti, materiali za elektroniko, znanost o površinah, metalurgija) in administrativnih odborov (financiranje zveze, daljnoročno planiranje aktivnosti, kongresi in konference, izobraževanje, publikacije, nagrade itd.).

Na seji ECM-88 v nedeljo popoldne so bila podana poročila o izvedenih aktivnostih, dogovori o pripravi skupščine (lista novih članov odborov, organiziranje,...) in tekli so pogovori o nadaljnjem razvoju Zveze. Najpomembnejše poročilo o delu STD (Scientific technical directory) je podal prof. Valbusa, skupaj s predsedniki tehničnih odborov. Poseben poudarek je bil dan izobraževanju in v tem okviru skrbi za manj razvite države, s katerimi se je v zadnjih letih že poskušalo navezovati stike; pri tem je bila zelo aktivna tudi naša dr. Monika Jenko, delno sama delno v sodelovanju s prof. Greenom iz ZDA, ki sicer pokriva področje vzgoje in izobraževanja. Veliko je pri povezovanju članic IUVESTA in obveščanju prispeval internet; zato se bo še vztrajalo na posodabljanju te tehnike pa tudi skrbi za publikacije, za kar je zavezan dr. Westerberg iz Švedske.

GM-14 (14. generalna skupščina IUVESTA)

Generalna skupščina se je pričela v sredo, 31. 10. 2001 in je potekala v kletni dvorani hotela Marriotte. Pričakovana je bila navzočnost tričlanskih delegacij vseh članic. Slovenijo smo zastopali dr. Jenkova, mag. Šetina in mag. Pregelj. Zasedanje je odprl dosedanji predsednik dr. Woodruff. Po ugotavljanju prisotnosti (cca 33) in predstavljanju delegatov držav smo najprej z glasovanjem (vsi ZA, razen trije vzdržani) sprejeli novo članico Vakuumsko društvo Pakistana in nekaj sprememb Statuta (vsi ZA) ter pregledali poročilo s prejšnje skupščine (GM-13, leta 1998 v Birminghamu). Nato je svoje poročilo o delovanju zveze v preteklem obdobju podal sekretar Westwood. Poročilo o delu STD (Scientific technical directory) je podal skupaj z zastopniki sekcij (Applied surface science, Electronic materials and processing, Nanometer structures, Plasma science and technique, Surface science, Thin films, Vacuum metallurgy, Vacuum science) prof. Valbusa. Sledilo je finančno poročilo, ki ga je podal blagajnik dr.

Wahl, in poročila komitejev, ki so obravnavala: nagrade, šolnine, dolgoročne načrte, publiciranje, vzgojo in izobraževanje po internetu, tehnične seminarje oz. tečaje na lokacijah v manj razvitih državah itd. Po govoru umikajočega se predsednika Woodruffa je sledil prenos funkcije na novo osebo, ki bo v naslednjem trilettju gospa dr. M.-G. Barthes-Labrousse iz Francije.

V naslednjih točkah smo obravnavali še:

- pregled in komentar k financam IUVESTA
- volitve predsednika za obdobje 2004-2007 (president-elect postane dr. Valbusa)
- volitve generalnega sekretarja (ostane Westwood), blagajnika (ostane Wahl) ter znanstvenega direktorja (postane Sancrotti) in sekretarja (postane Mazzolini)
- predstavitev zastopnikov držav in njihovih namestnikov za obdobje 2004-2007
- govor nove predsednice (zahvala bivšim in vzpodbuda ekipi, ki bo delovala sedaj)

Pod točko razno ni bilo posebnosti, razen kosila (v obliki dobre zakuske) za vse navzoče.

ECM-89

Zaključno sejo celotnih dogajanj in hkrati prvo sejo novega izvršnega odbora je v petek popoldne odprla predsednica zveze gospa dr. M.-G. Barthes-Labrousse. Pozdravila je vse prisotne in predložila dnevni red. Po ugotavljanju prisotnosti in predstavljanju delegatov držav je predstavila novi sedež in naslov sekretariata IUVESTA ter načrt dela organov. Načrt dejavnosti STD je opisal novi direktor STD dr. Sancrotti, skupaj z novimi predsedniki sekcij. Odbor bo poskušal čim bolj nadaljevati začete aktivnosti Zveze, hkrati pa bo poskušal ojačati stike z industrijo in s šolami. Razvilo se je precej debate o načrtih in možnostih, kar kaže na vsestransko zanimanje za delo. Tudi po referatu o financah, ki ga je predstavil dr. Wahl (prihodki in izdatki Zveze, vložki v delnice itd.), je spontano vzniknila razprava. Američan dr. Rogers je nato podal poročilo o pravkar končanem 15. mednarodnem vakuumskem kongresu. Sledil je predstavnik Italije s poročilom o pripravah za 16. kongres IVC-16, ki bo leta 2004 v Benetkah, in nato še dr. Westerberg, ki ima na skrbi organizacijo IVC-17 julija 2007 v Stockholmu. Sekretar je dal še obvestilo o naslednji seji ECM-90, ki bo 8.-11. marca 2002 v Regensburgu; za nadaljnje sestanke (ECM-91, 92 in 93) še nista bila določena kraj in datum, pač pa bo ECM-94 februarja 2004, kajti seja ECM-95 bo potekala že v sklopu GM-15 poleti v Benetkah. G. Westwood je še zaprosil navzoče, da pošljejo osebne podatke in fotografije za arhiv IUVESTA (članom Zveze bodo dostopni preko gesla), ter obvezno ob priliki naslednjih srečanj poverilnico za drugo osebo za glasovanje, če sami ne morejo priti. Sledilo je poročilo prof. Robinsa o pripravi ponovne izdaje knjižice o zgodovini IUVESTA in njenih članic; navzoči smo dobili CD s sedanjim tekstom; še je možno dati pripombe in popravke, hkrati pa je seveda treba izbrati slikovno gradivo.

Mag. Andrej Pregelj, predsednik DVTS

scan

in
PFEIFFER VACUUM

VSE ZA VAKUUM

tel.: 04-27 50 200 fax.: 04-27 50 240

www.scan.si

scan@siol.net

MVP035ohnePos



www.pfeiffer-vacuum.de

Podtlačni zgoščevalnik



Prvi ročni detektor
nevarnih kemijskih snovi
CHEMPRO 100



CHEMPRO
100



MILESTONE



M I C R O W A V E
L A B O R A T O R Y S Y S T E M S

Analizator živega srebra (DMA-80) omogoča kvantitativno analizo vseh vrst vzorcev v 5 minutah brez predhodne kemijske priprave (meritev je v skladu z normami US EPA 7470A, 7471A in 7472)



Podrobnejše informacije dobite v podjetju

DR. NEMO, d.o.o.

proizvodnja, zastopstvo, tehnična podpora
in svetovanje

Štrekljeva 3, 1000 Ljubljana

tel.: 01/241 03 00

fax: 01/241 03 10

elektronska pošta: dr-nemo@dr-nemo.si