



Fig. IV.

VAKUUMIST

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



57 let
DVTS

Fig. II.

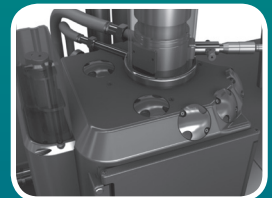
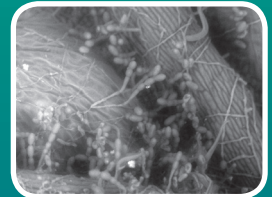
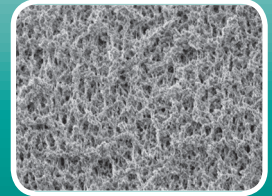
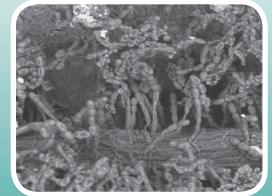
LJUBLJANA, DECEMBER 2016

ISSN 0351-9716

LETNIK 36, ŠT. 3

UDK 533.5.62:539.2:669-982





JSM-IT300

Nova generacija vrstičnih elektronskih mikroskopov JEOL

- ***Povečana zmogljivost nizkega vakuuma***
(650 Pa) (serijsko)
- ***Nov način skeniranja – charge-free***
- ***Nov, hitrejši in tišji oder za vzorce z veliko zmogljivostjo obremenitve***
(2 kg pri nagibu 90°)
- ***Še več načinov detekcije***
(EDS / WDS / EBSD delovna razdalja 10 mm)
- ***Visoko resolucijski okvir zajema slike (5120 x 3920 pik) serijsko***
- ***Visoka zanesljivost***

SCAN, d.o.o.

www.scan.si

Breg ob Kokri 7, SI-4205 Preddvor
tel: +386 (0)4 27 50 200
fax: +386 (0)4 27 50 240
e-mail: info@scan.si

VAKUUMIST 36/3, december 2016

VSEBINA

ČLANKI

Gostota kisikovih atomov v plazemskem reaktorju s pomičnim rekombinatorjem Gregor Primc, Tomaž Gyergyek, Zlatko Kregar, Slobodan Milošević, Alenka Vesel, Miran Mozetič	4
Tehnika vrstične vibrirajoče elektrode in vrstična elektrokemijska mikroskopija Miha Hren, Tadeja Kosec, Andraž Legat, Matjaž Finšgar	15

DRUŠTVENE NOVICE

Občni zbor društva DVTS v 2016 Janez Kovač.	24
Strokovna ekskurzija v podjetje Odelo v Preboldu Janez Kovač.	26
Dvajseti mednarodni vakuumski kongres IVC-20 (22.–26. avgust 2016, Busan, Južna Koreja) Janez Kovač.	27
Devetnajsta generalna skupščina ter 123. in 124. sestanek izvršnega odbora zveze IUVSTA v Južni Koreji Janez Kovač, Miran Mozetič.	28
Sporočilo za javnost – Pfeiffer Vacuum predstavlja novo rotacijsko črpalko z magnetnimi ležaji Duo 11 ATEX . .	29
Pregled konferenc v letu 2017	30

VAKUUMIST

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

Izid publikacije je finančno podprla Javna agencija za raziskovalno dejavnost Republike Slovenije iz naslova razpisa za sofinanciranje domačih znanstvenih periodičnih publikacij

Glavni in odgovorni urednik: doc. dr. Miha Čekada

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

Tehnični urednik: Miro Pečar

Lektor: dr. Jože Gasperič

Korektor: dr. Matjaž Finšgar

Oblikovanje naslovnice: Ignac Kofol

Tisk: NONPAREL, d. o. o., Barletova 4z, 1215 Medvode

Naklada: 300 izvodov

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

Letna naročnina: 25 EUR

ISSN 0351-9716

UDK 533.5.62:539.2:669-982

Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije

Teslova 30

1000 Ljubljana

Tel. (01) 477 66 00

E-pošta: info@dvts.si

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

Številka transakcijskega računa pri NLB: 02083-0014712647

Uredništvo Vakuumista

doc. dr. Miha Čekada

glavni in odgovorni urednik Vakuumista

Institut »Jožef Stefan«

Jamova 39

1000 Ljubljana

e-pošta: miha.cekada@ijs.si

tel.: (01) 477 38 29

faks.: (01) 251 93 85

GOSTOTA KISIKOVIH ATOMOV V PLAZEMSKEM REAKTORJU S POMIČNIM REKOMBINATORJEM

Gregor Primc¹, Tomaž Gyergyek², Zlatko Kregar³, Slobodan Milošević³, Alenka Vesel¹,
Miran Mozetič¹

ZNANSTVENI ČLANEK

¹Institut »Jožef Stefan«, Jamova cesta 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

²Univerza v Ljubljani, Fakulteta za elektrotehniko, Tržaška cesta 25, 1000 Ljubljana, Slovenija

³Institut za fiziku, Bijenička 46, 10000 Zagreb, Hrvaška

POVZETEK

Prikazujemo način za spreminjanje gostote kisikovih atomov v vakuumski posodi, ki je primerna za obdelavo občutljivih organskih materialov, pri katerih želimo spremeniti površinske lastnosti z vezavo kisikovih funkcionalnih skupin. Izvir kisikovih atomov je nizekotlačna plinska plazma, ki jo ustvarimo z radiofrekvenčno razelektritvijo. Gostoto atomov v vakuumski posodi merimo z optično katalitično sondo. Spreminjanje gostote neodvisno od parametrov razelektritve dosežemo z uporabo pomičnega rekombinatorja. Vakuumsko posodo smo izdelali iz borosilikatnega stekla, ki ga odlikuje majhen koeficient površinske rekombinacije atomov. Gostota kisikovih atomov na mestu sonde je odvisna od parametrov razelektritve, kot sta tlak plina in moč generatorja, s pomičnim rekombinatorjem pa jo znižamo na primerno raven glede na zahtevane potrebe. Uporabili smo dva rekombinatorja z različnima koeficientoma za heterogeno površinsko rekombinacijo in ugotovili, da je rekombinator iz aluminija primeren za manjša spreminjanja gostote atomov, rekombinator iz bakra pa za večja, saj lahko pade gostota atomov celo pod detekcijsko mejo naše sonde.

Ključne besede: rekombinator, kisikova plazma, gostota, nevtralni atomi

Density of oxygen atoms in a plasma reactor with a movable recombinator

ABSTRACT

A method for adjustment of oxygen atom density in a vacuum chamber suitable for modification of surface properties of delicate organic materials by functionalization with oxygen groups is presented. The source of oxygen atoms is low-pressure oxygen plasma sustained by a radiofrequency gaseous discharge. The atom density is measured with an optical catalytic probe. Adjustment of the atom density irrespective from the discharge parameters is achieved using movable recombinators. The density of oxygen atoms in the vacuum chamber at the position of the probe depends on discharge parameters such as the gas pressure and the generator power, while fine adjustment to the levels suitable for particular application is achieved by moving the recombinators. A couple of recombinators made from aluminium and copper were applied. The first one was found suitable for small changes of the atom density, while the recombinator made from copper allowed for almost arbitrary adjustment of the atom density down to the detection limit of the probe.

Keywords: recombinator, oxygen plasma, density, neutral atoms

1 UVOD

Dandanes se za obdelavo raznovrstnih materialov vedno večji meri uporablja šibko ionizirano, visoko disociirano plinsko plazmo. Plazemsko obdelavo materialov namreč odlikuje izredna kakovost, stabilnost in ekološka neoporečnost. Zelo pogosto se v različnih tehnologijah uporablja ravno kisikova plazma, predvsem kot alternativa okolju neprijaznim mokrim

kemijskim postopkom. Uporablja se predvsem za plazemsko čiščenje [1, 2], aktivacijo organskih materialov [3–5], selektivno jedkanje polimernih kompozitov [6], hladno upepeljevanje [7] bioloških vzorcev ter v medicinskih aplikacijah za sterilizacijo občutljivih materialov [8, 9] in za sintezo nanomaterialov.

Pri obdelavi materialov je zelo pomembno poznanje gostote plazemskih delcev v okolici obdelovanca, saj sta način in intenziteta obdelave močno odvisna od gostote toka delcev na površino obdelovanca. Poleg tega lahko obstajajo v obdelovalni komori gradienti koncentracije različnih plazemskih delcev, torej ni vseeno, kje se naš obdelovanec nahaja. Pogosto se tudi pripeti, da je obdelovanec močan ponor plazemskih delcev, tako da je gostota toka delcev na površino odvisna tudi od razsežnosti in snovnih značilnosti obdelovanca. Da bi razumeli delovanje plazme, moramo torej ugotoviti, kaj se dogaja z atomi in molekulami v plazmi. Izmed vseh delcev imajo v kisikovi plazmi ravno nevtralni kisikovi atomi najpomembnejši vpliv na fizikalne in kemične reakcije na površini obdelovanega materiala [10].

V tem prispevku pojasnimo spreminjanje koncentracije kisikovih atomov pri različnih vrstah ter položajih rekombinatorjev, ob različnih tlakih in močeh vzbujaanja plinske razelektritve. Pomični rekombinatorji omogočajo dosego domala poljubnih gostot atomov v nizekotlačni posodi, neodvisno od razelektritvenih parametrov.

1.1 O plazmi

V naravi najdemo plazmo v oblikah, kot so npr. plamen ali strele ob nevihtah, kjer se sprosti dovolj energije, da se okoliški zrak delno ionizira. Plazma prevladuje v zgornjih plasteh atmosfere in v vesolju v zvezdah, kot sončni veter, sončna korona in sončne pege, tudi repi kometov so v stanju plazme, nahaja pa se tudi v medplanetarnem in medzvezdnem prostoru. V vesolju je torej večina snovi v stanju plazme, na Zemlji pa jo moramo navadno umetno ustvariti.

Eden izmed načinov za ustvarjanje plazme je segrevanje plina do temperature, ko bi ionizacija atomov ali molekul dosegla zadosten nivo. Takšno plazmo imenujemo termično ravnovesno, saj je plin v termodina-

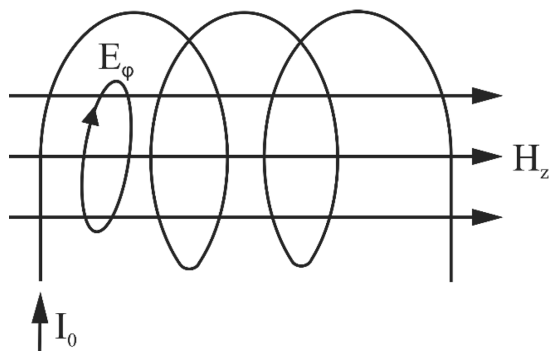
mičnem ravnovesju (koncentracije elektronov, ionov in nevtralnih atomov ter molekul so enolično odvisne od temperature plina, pa tudi kinetična energija termičnega gibanja delcev je enolično odvisna od temperature). Za takšen način ustvarjanja plazme potrebujemo temperaturo višjo od 10^4 K, kar pa ni ravno enostavno (nad to temperaturo dosežemo znatno stopnjo ioniziranosti). Termično ravnovesna plazma torej ni najbolj primerna za uporabo v laboratorijih.

Zato uporabljamo različne druge oblike ionizacije, ki omogočajo bistveno višjo gostoto ionov pri dosti nižjih temperaturah. Pomembnejši načini za ionizacijo atomov ali molekul so fotoionizacija, večfotonska ekscitacija in razelektritev v plinu. Slednje smo uporabili v našem eksperimentalnem delu. Plazmo lahko ustvarimo z različnimi vrstami razelektritev: tleča, enosmerna z vročo katodo, visokofrekvenčna – radiofrekvenčna (RF) in mikrovalovna (MV) ali kombinirana.

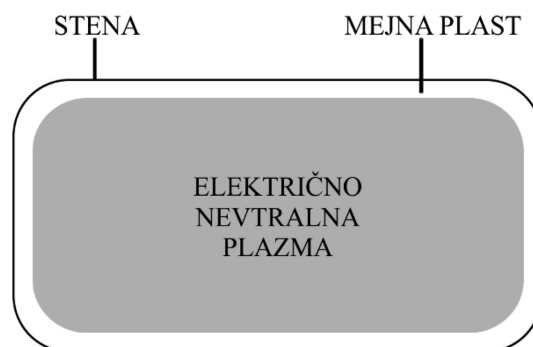
Pri plinski razelektritvi z močnim zunanjim električnim poljem v plinu povzročimo pospešeno gibanje prostih elektronov, ki so v vsakem primeru v plinu v majhnih gostotah, do energije, ki je ustrezna za ionizacijo atomov ali molekul. Zunanje električno polje je lahko enosmerno ali izmenično. Pomembno je le, da se elektroni pospešijo do dovolj visoke energije, ki omogoča ionizacijo. Prenos energije visokofrekvenčnega električnega polja je veliko bolj učinkovit za lahke elektrone kot težke ione, zato je v plazmah, ustvarjenih z visokofrekvenčno razelektritvijo, elektronska temperatura (termična energija elektronov) dosti višja od ionske. Ko pa vir plazme (električno polje) izklopimo, plazma dokaj hitro izgine (v nekaj mikrosekundah) zaradi rekombinacij nabitih delcev v nevtralne molekule plina.

1.2 Radiofrekvenčna (RF) razelektritev

Pri RF razelektritvi priključimo radiofrekvenčni generator kapacitivno ali induktivno na vakuumsko komoro. Če je sklopitev kapacitivna pri nizkem tlaku, se delci – večinoma lahki elektroni – pospešujejo med



Slika 1: Tuljava s prikazanim tokom ter električno in magnetno poljsko jakostjo



Slika 2: Mejna plast ločuje plazmo od stene komore in elektrod

ploščama kondenzatorja, pri induktivni sklopitvi pa v induciranem polju tuljave.

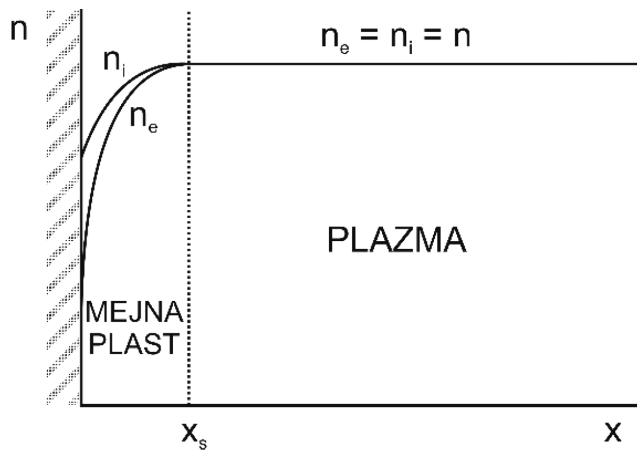
Skozi tuljavo teče visokofrekvenčni izmenični tok, ki v vakuumski komori inducira visokofrekvenčno magnetno polje v smeri osi tuljave (slika 1 – označeno kot H_z). Magnetno polje posledično inducira visokofrekvenčno električno polje, E_{ind} (slika 1 – označeno kot E_ϕ), ki ima glede na prerez tuljave paralelno smer in se pokorava tretji Maxwellovi enačbi oziroma Faradajevemu zakonu:

$$\nabla \times \mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = -\frac{\partial \mathbf{B}(\mathbf{r}, t)}{\partial t} \quad (1)$$

Magnetno polje, ki nastane v tuljavi, je odvisno od toka, inducirano električno polje pa tudi od frekvence generatorja. Za vzdrževanje primerne inducirane električnega polja mora biti frekvenca generatorja dovolj velika, značilno od okoli 0,1 MHz do 100 MHz. Poleg E_{ind} se zaradi napetostne razlike vzdolž tuljave pojavi dodatno električno polje E_0 . Ravno razmerje teh dveh električnih polj ima pomembno vlogo pri E- in H-načinu razelektritve.

Ko omogočimo dotok plina v plazemski reaktor, začne prvih nekaj elektronov – vedno jih je nekaj v komori – pod vplivom RF električnega polja oscilirati, s čimer pridobijo dovolj energije, da začnejo proces ionizacije atomov in molekul. Z ionizacijo se število elektronov le še povečuje in reaktor se hitro napolni s plazmo, pri kateri sta gostota in temperatura nabitih delcev med drugim odvisni od moči vzbujanja in tlaka v razelektritveni cevi. Med plazmo in elektrodami ter stenami komore ali ob objektih v plazmi, kot npr. sonde ali večji delci prahu, se ustvari mejna plast debeline reda λ_D , ki plazmo ločuje od stene (slika 2). To je dolžina, na kateri potencial pade na $1/e$ svoje začetne vrednosti. Za hladne plazme je λ_D (Debyjeva dolžina) definirana kot:

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k_B T_e}{n_e e^2}} \quad (2)$$



Slika 3: Le v mejni plasti nevtralnost ne velja, kar povzroči močno električno polje.

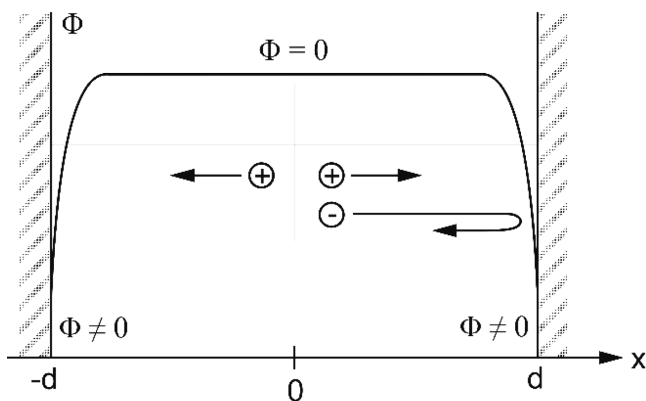
kjer je ϵ_0 dielektričnost vakuumu, k_B Boltzmannova konstanta, T_e temperatura elektronov in n_e gostota elektronov.

Z drugimi besedami je to dolžina, na kateri prihaja do spremembe potenciala med steno in plazmo. Potemtakem se tu pojavi enosmerno električno polje, kar potrjuje enačba:

$$E = -\nabla V \quad (3)$$

V plazmi je potencial konstanten, zaradi česar je električno polje nično.

Za plazmo velja, da je električno nevtralna, kar pomeni, da je število ioniziranih atomov in molekul približno enako številu elektronov ($n_i \approx n_e$). V mejni plasti je gostota ionov večja od gostote elektronov, zaradi česar se nevtralnost poruši, vzpostavi pa se močno električno polje na kratki razdalji (slika 3). Potencial sten plazemskega reaktorja je glede na potencial plazme negativen, kar povzroči odbijanje elektronov (slika 4). To je nadvse pomembno, saj so hitrosti termičnega gibanja elektronov znatno višje od hitrosti ionov, zaradi česar bi elektroni pobegnili iz plazme.



Slika 4: Mejna plast je električna ovira za elektrone.

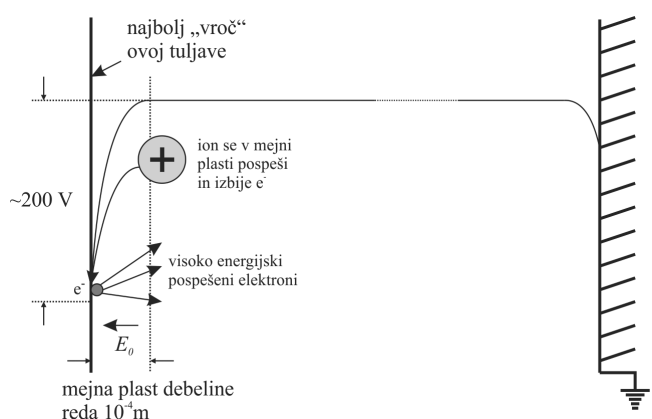
1.3 E- in H-način induktivno sklopljene plazme

V plazmi lahko nastane tudi sprememba načina delovanja oziroma sprememba prevladujočega električnega polja. Pri nižjih močeh in/ali visokih tlakih se plazma nahaja v E-načinu. Takrat imamo nizko gostoto elektronov, šibko emisijo svetlobe ter razmeroma visoko temperaturo elektronov. Plazma je šibka in enakomerno porazdeljena v celotni razelektritveni komori. Če se moč v plazemskem sistemu poveča nad neko kritično vrednost, nastane značilno povečanje intenzitete svetlobe in gostote elektronov, elektronska temperatura pa se nekoliko zmanjša; plazma je v H-načinu (pri višjih močeh in/ali nižjih tlakih). V H-načinu je svetloba intenzivnejša in omejena večinoma le na območje vzbujevalne tuljave.

Tukaj je treba poudariti, da v induktivno sklopljeni plazmi E-načina delovanja ne smemo identificirati s kapacitivno sklopljenim prenosom, H-načina pa z induktivno sklopljenim prenosom RF-moči. Tako kapacitivna kot induktivna komponenta prenosa moči sta vedno pri obeh načinih delovanja. Pri prehodu iz E- v H-način (in obratno) nastane močna sprememba relativnega prispevka teh dveh komponent. V E-načinu, ko prevladuje kapacitivna sklopitev, se tuljava vede kot visokonapetostna ali »vroča« elektroda, medtem ko sta ozemljeni elektrodi, vsaka na svoji strani komore, kar prirobniči razelektritvene cevi.

Med steno komore in tuljavo je mejna plast, v kateri se elektroni, ki so tik ob površini, pospešujejo. Najpomembnejši je prvi ovoj tuljave, ki je najbolj vroč oziroma je med njim in steno komore največja potencialna razlika, pogosto reda ≈ 100 V.

V plazmi imamo poleg pozitivnih tudi negativne ione, ki pa jih polje v mejni plasti zadržuje v plazmi. Njihov nastanek je odvisen od nizkoenergijskih elektronov. Ko se pozitivni ion iz plazme približa mejni plasti, ga električno polje v njej močno pospeši in z veliko hitrostjo trči v steno ob tuljavi (slika 5). Pri tem izbije elektrone, ki pa jih električno polje na kratki



Slika 5: Prikaz pospeševanja elektronov v E-načinu

razdalji – reda 10^{-4} m – v mejni plasti močno pospeši in »izstrelji« v plazmo z visoko energijo (≈ 200 eV). Pri teh visokoenergijskih elektronih se energija preko trkov s počasnimi elektroni, pa tudi ioni, atomi in molekulami zmanjša, dokler ni ravno pravšnja za ionizacijo kisikovih atomov. Pogosto pravimo, da se elektroni termalizirajo – pridobijo Maxwellsko porazdelitev po kinetični energiji.

H-način se pojavi, ko je razmerje med E_0 in E_{ind} vse večje v prid slednjega oziroma ko prevladuje induktivna sklopitev. V H-načinu je gostota plazme največja tam, kjer je inducirano električno polje najmočnejše – to je območje v tuljavi. Elektroni na svoji poti v plazmi trkajo ob atome in molekule ter se od njih odbijajo (slika 6). V trenutku, ko se elektron odbije, prejme energijo oscilirajočega inducirane polja, ki ga pospeši. Ta proces se dogaja toliko časa, dokler elektron nima zadostne energije za ionizacijo atoma ali molekule. To je mogoče le, če je povprečna pot elektronov podobna amplitudi nihanja v induciranem električnem polju. Seveda mora biti tudi povprečna pot elektronov primerna, da imamo veliko verjetnost za trk elektrona in atoma ali molekule.

Prehodi med E- in H-načinom so bili raziskani že z optično emisijsko spektroskopijo. Z Langmuirjevimi sondami so merili gostoto elektronov in njihovo temperaturo s prilagajanjem uskladičvenega člana in merjenjem električnega toka in napetosti na tuljavi. Ugotovljeno je bilo histerezno vedenje plazme. Prehod iz E- v H-način se zgodi pri večji vzbujevalni moči, kot je prehod nazaj iz H- v E-način, kar opisuje histerezna krivulja [11].

1.4 Delci v plazmi

Ionizacija je nujna za obstoj plazme. Izraz »gostota plazme« se navadno navezuje na gostoto elektronov, torej na število prostih elektronov na enoto volumna. Stopnja ionizacije v plazmi je izražena z deležem

ioniziranih atomov ali molekul (atomi, ki so izgubili ali pridobili elektrone). Tudi delno ioniziran plin, v katerem je le 1 % ioniziranih delcev, ima karakteristične lastnosti plazme. V šibko ioniziranih plazmah je stopnja ioniziranosti lahko tudi zelo nizka, reda 10^{-5} ali manj. Stopnja ioniziranosti α je definirana kot:

$$\alpha = \frac{n_i}{n_i + n_n} \quad (4)$$

kjer je n_i gostota ionov, n_n pa gostota nevtralnih atomov ali molekul.

Kot pri večini plazem drugih molekulskih plinov, so tudi v šibko ionizirani plazmi poleg molekul izvirnega plina še številni drugi plazemski delci. Najpomembnejši so nevtralni atomi, ki nastanejo pri disociaciji molekul izvirnega plina.

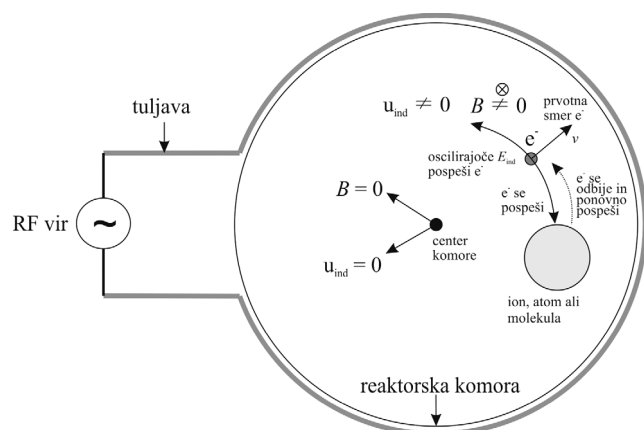
Povprečna energija elektronov v šibko ionizirani plazmi, ustvarjeni z RF-razelektrivijo, je od 1 eV do 10 eV, kar ustreza elektronskim temperaturam od 11.500 K do 115.000 K. Temperatura drugih delcev je enaka kar temperaturi izvirnega plina, torej sobni (ali nekoliko povišani) temperaturi, kar ustreza kinetični energiji nekaj 10 meV. Ker prevladujejo delci z nizko oziroma sobno temperaturo, takšne plazme imenujemo hladne plazme.

Kot je bilo že omenjeno, nastane pri vzbujanju plazme z električnim poljem gibanje nabitih delcev v tem polju. Če predpostavimo električno polje z amplitudo E_0 in frekvenco ω ($E = E_0 \cos \omega t$) ter gibanje nabitega delca v smeri električnega polja ($F = m\ddot{x} = eE_0 \cos \omega t$), ima ta delec največjo kinetično energijo:

$$W_{\text{kin}} = \frac{1}{2} m \dot{x}_{\text{max}}^2 = \frac{(eE)^2}{2m\omega^2} \quad (5)$$

kjer je $\dot{x}_{\text{max}} = \frac{eE_0}{m\omega}$. Amplituda nihanja je $x = \frac{eE_0}{m\omega^2}$.

Električno polje ima bistveno večji vpliv na lahke elektrone kot na pozitivne ione, saj je v zgornji enačbi energija obratno sorazmerna masi. Hitrosti in energije elektronov so za nekaj velikostnih razredov višje od hitrosti in energij kisikovih ionov. To velja za različne jakosti električnega polja pri visoko frekvenčni RF-razelektrivji, ki jo v našem primeru ustvarimo z generatorjem frekvence 13,56 MHz. Amplituda nihanja ionov je obratno sorazmerna kvadratu frekvence polja in je precej manjša od njihove povprečne proste poti (povprečna prosta pot ionov in molekul je približno 0,1 mm pri tlaku 100 Pa). Prav tako je hitrost ionov manjša od povprečne hitrosti termičnega gibanja, kar posledično pomeni, da je njihova kinetična energija, ki jo pridobijo od visokofrekvenčnega polja, manjša od povprečne energije termičnega gibanja, ki je pri sobni temperaturi 0,04 eV. Kadar so energije del-



Slika 6: Prikazan je prerez reaktorske komore in grafična predstavitev inducirane električnega polja ter njegovega vpliva na elektrone v H-načinu plazme.

cev manjše od te, lahko gibanje delcev v električnem polju zanemarimo, torej na gibanje ionov zlahka pozabimo. Dobimo le močno pospešene ali »vroče« elektrone, ki lahko ob neprožnih trkih vzbujajo molekule. Elektroni so glavno sredstvo za prenos energije električnega polja do preostalih delcev v plinu. Z uporabo primerne frekvence RF-generatorja tako dobimo že omenjeno hladno plazmo, v kateri imajo visoko temperaturo zgolj elektroni, drugi plazemski delci pa imajo temperaturo izvirnega plina.

Elektroni s svojo zvišano energijo trkajo ob druge delce v plazmi in pri tem z neelastičnimi trki ustvarjajo nove plazemske delce. Pri elastičnem trku elektrona z molekulo ali atomom je delež kinetične energije, ki jo lahko prenese elektron na molekulo ali atom, zaradi ohranitve skupne energije in gibalne količine zanemarljiv. Pri neprožnem trku pa lahko prenese elektron na molekulo bistveno večji del svoje energije. Mogočih neprožnih trkov je veliko, pomembnejši neelastični trki pa so:

- proces ionizacije – kot ključen element za vzdrževanje plazme – se mora dogajati dovolj pogosto, da se plazma vzdržuje: $e^- + O_2 \rightarrow 2e^- + O_2^+$;
- disociacija je proces, ki sicer ni bistven za sam obstoj plazme, ima pa svojo "težo" v šibko ioniziranih plazmah, saj je pomembna pri nastanku nevtralnih kisikovih atomov: $e^- + O_2 \rightarrow e^- + 2O$;
- ekscitacija je proces, pri katerem elektron, ki tarčo zadane, nima dovolj energije, da bi povzročil ionizacijo ali disociacijo, jo pa lahko vseeno spravi v vzbujeno energijsko stanje: $e^- + O \rightarrow e^- + O^*$.

Ni nujno, da se vsi ti procesi dogajajo vsak zase. Mogoči sta hkratna ionizacija in disociacija ali pa ekscitacija, ki spremlja oba procesa, vendar to na razpadne produkte nima pomembnega vpliva.

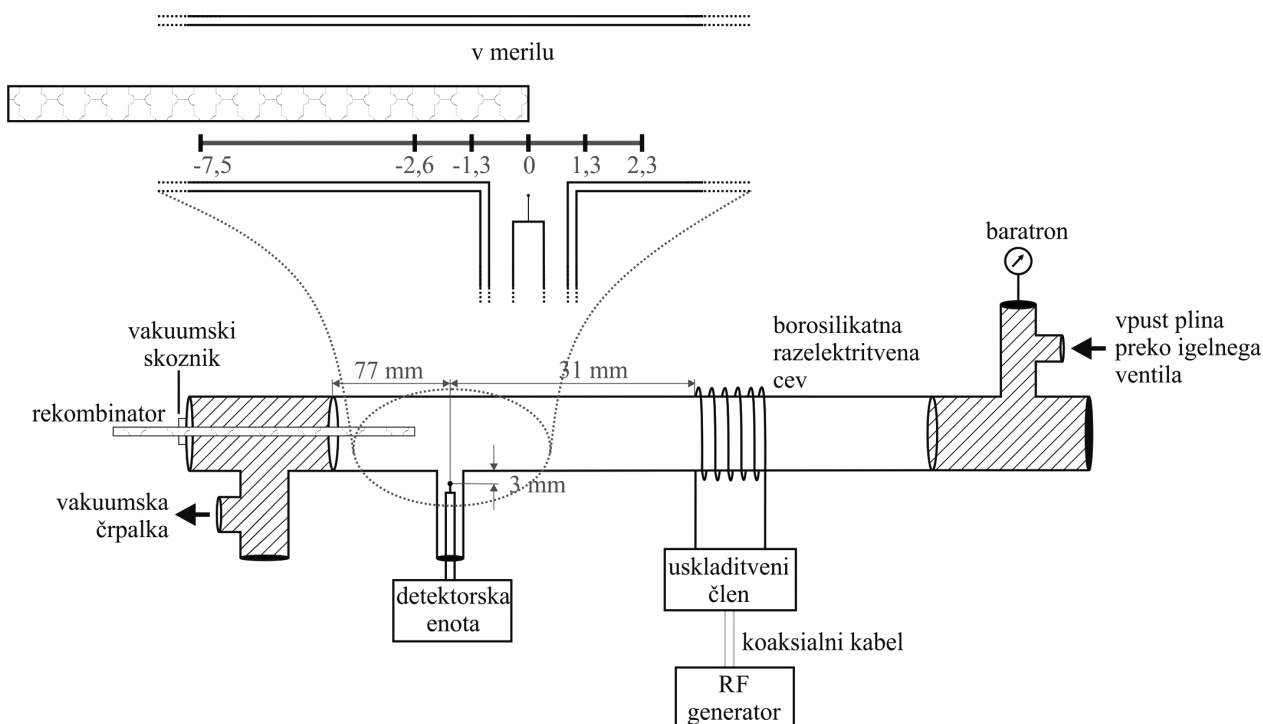
Nastajanje novih plazemskih delcev vzporedno spremlja tudi njihova izguba. Čeprav je vakuumsko izčrpavanje v plazemskih sistemih nujno, saj želeni tlak v plazemski komori dosežemo z vakuumom in primernim pritiskom dovajanja plina, pa je izguba delcev pri izčrpavanju navadno zanemarljiva v primerjavi z nevtralizacijo delcev na površinah (delec se nevtralizira na površini preden ga črpalka izčrpa). Električno nabite delce izgubljam zaradi difuzije na površino, kjer se z veliko verjetnostjo nevtralizirajo, nevtralne atome pa v procesu imenovanem rekombinacija, kjer se atomi združijo nazaj v molekulo: $O + O \rightarrow O_2$. Ta reakcija pri nizkih tlakih poteka le na površini vakuumske komore.

Možnosti za rekombinacijo atomov v molekule je več, med njimi imata največjo verjetno naslednji [12]:

Na površini sta vezana dva atoma, nedaleč drug od drugega. Po površini migrirata eden proti drugemu in se združita v molekulo, ki zapusti površino.

Atom, ki prileti na površino, zadane ob atom, ki je vezan na površino. Združita se v molekulo, ki pa ne čuti istega privlačnega potenciala, zato zapusti površino.

Na prvi in drugi proces močno vplivajo lastnosti površine. Odvisnost od površine opišemo z rekombinacijskim koeficientom γ , ki je definiran kot verjetnost, da se atom ob trku s površino rekombinira



Slika 7: Shema plazemskega sistema

v molekulo. Samo za občutek naj navedemo nekaj rekombinacijskih koeficientov za različne materiale, ki so prikazani v **tabeli 1**.

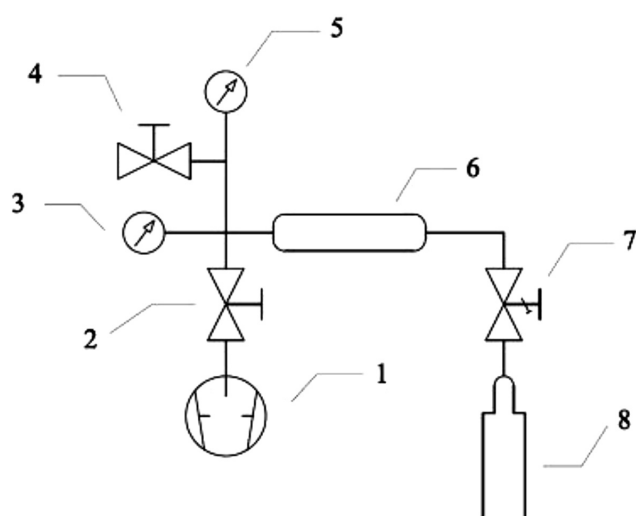
Tabela 1: Rekombinacijski koeficienti različnih materialov za kisikovo plazmo [13, 14]

Material	γ
nikelj	0,27
aluminij	0,0018–0,01
borosilikatno steklo	$1,6 \cdot 10^{-6}$ – 10^{-2}
kremenovo steklo	$3,1 \cdot 10^{-5}$ – $3,2 \cdot 10^{-4}$
teflon	$7,5 \cdot 10^{-5}$

Izguba delcev lahko poteka tudi v plinski fazi s trki tretjega reda, a je verjetnost za tovrstne trke pri tlakih, ki smo jih uporabljali (od 10 Pa do nekaj 100 Pa), zanemarljiva. Posledično potekajo rekombinacije skoraj izključno le na stenah plazemskega reaktorja. Ravno zato je reaktorska cev najpogosteje izdelana iz materiala z nizko verjetnostjo za površinsko rekombinacijo atomov, saj stremimo k čim manjšim izgubam nevtralnih atomov. S tem dosežemo visoko gostoto nevtralnih atomov ob razmeroma nizki gostoti ionov. Kot smo že omenili, je namreč verjetnost za nevtralizacijo ionov na površini domala neodvisna od vrste materiala in je blizu 1.

2 EKSPERIMENTALNI DEL

Uporabili smo eksperimentalni plazemski reaktor, v katerem smo plazmo vzbujali z radiofrekvenčno razelektritvijo. V šibko ionizirani plazmi smo z optično katalitično sondo merili gostoto nevtralnih atomov ob prisotnosti različnih rekombinatorjev.



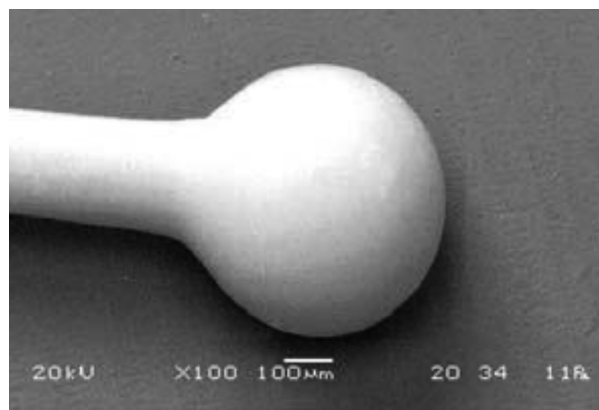
Slika 8: Shema vakuumskega sistema, v katerem smo merili karakteristiko kisikove plazme: 1 – dvostopenjska rotacijska črpalka, 2 – ventil, 3 – optična katalitična sonda, 4 – ventil za vpust zraka, 5 – merilnik tlaka (baratron), 6 – razelektritvena cev, 7 – precizni igelni dozirni ventil, 8 – jeklenka s kisikom

Za plazemski sistem (**slika 7**) smo uporabili cev iz borosilikatnega stekla, zunanjšega premera 4 cm, dolžine približno 80 cm, z dodatno stransko cevjo, kjer smo opravljali tudi meritve. Stranska cev je bila od levega konca glavne cevi oddaljena približno 7,7 cm oziroma 31 cm od prvega ovoja tuljave na desni strani. Sonda je bila od ustja glavne cevi oddaljena 3 mm, kar se je izkazalo kot optimalna oddaljenost, ki je omogočala zadostno količino meritev brez šuma in brez premočnega signala (nasičenje detektorja). Vakuumska shema sistema je prikazana na **sliki 8**. Plazemski sistem sta sestavljala še dvostopenjska rotacijska vakuumska črpalka znamke Edwards s črpalno hitrostjo plina 80 m³/h ter za merjenje tlaka merilnik MKS Baratron.

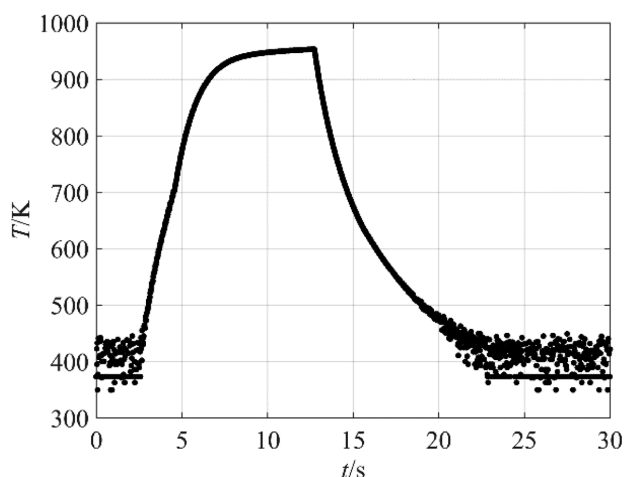
Plazmo smo vzbujali z radiofrekvenčnim elektromagnetnim poljem, ki izvira iz RF tokovne tuljave, zato takšno plazmo imenujemo induktivno sklopljena plazma (ICP) [11]. Uporabili smo industrijski radiofrekvenčni generator pri standardni frekvenci 13,56 MHz.

Za meritve gostote kisikovih atomov smo uporabili izboljšano različico katalitične sonde, imenovano optična katalitična sonda (FOCP) [15]. FOCP ima na optično vlakno pritrjeno majhno stekleno kroglico premera približno 0,45 mm (**slika 9**), okrog nje je ovita tanka nikljeva folija, ki v kisikovi plazmi na površini tvori tanko plast stabilnega nikljevega oksida debeline nekaj nanometrov. Pri povišani temperaturi konica sonde seva kakor Planckovo črno telo. Del tega sevanja po optičnem vlaknu prenesemo do polprevodniškega detektorja, ki je občutljiv za bližnjo IR-svetlobo (do 1,5 μ m). Prednost optičnega signala je, da je neobčutljiv za elektromagnetne motnje (ki jih pri vzbujanju plazme ni malo), ki bi se sicer pojavile na prenosni podatkovni liniji, npr. RS232.

V osnovi deluje katalitična sonda po principu izkoriščanja eksotermičnosti površinske rekombinacije kisikovih atomov:



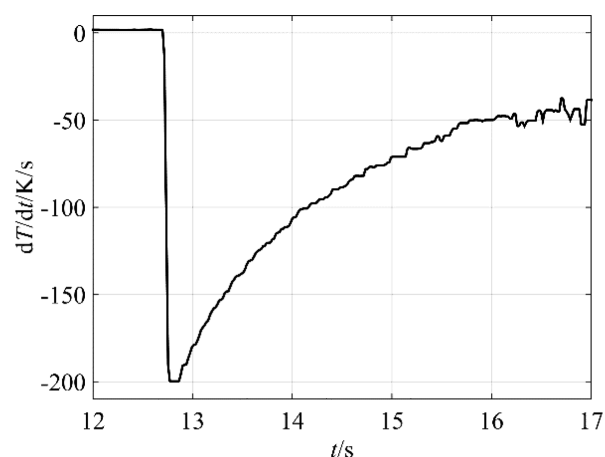
Slika 9: Posnetek povečave konice optičnega vlakna, na katero nanese katalitični material.



Slika 10: Primer časovnega poteka temperature optične katalitične sonde pri merjenju gostote kisikovih atomov v kisikovi plazmi



Pri tej reakciji se sprosti energija, ki je v dobrem približku enaka vezavni energiji kisikove molekule, torej 5,2 eV. Kovina deluje kot katalizator za rekombinacije ter tudi prevzema večji del toplote, ki se sprosti ob rekombinacijah na površini sonde. Ko kisikov atom trči ob površino katalitičnega materiala (v našem primeru nikljev oksid), se združi s kisikom, ki je na površini NiO ter jo zapusti kot molekula O_2 . Večji del sproščene energije prevzame katalizator v obliki povišane temperature, preostalo energijo pa



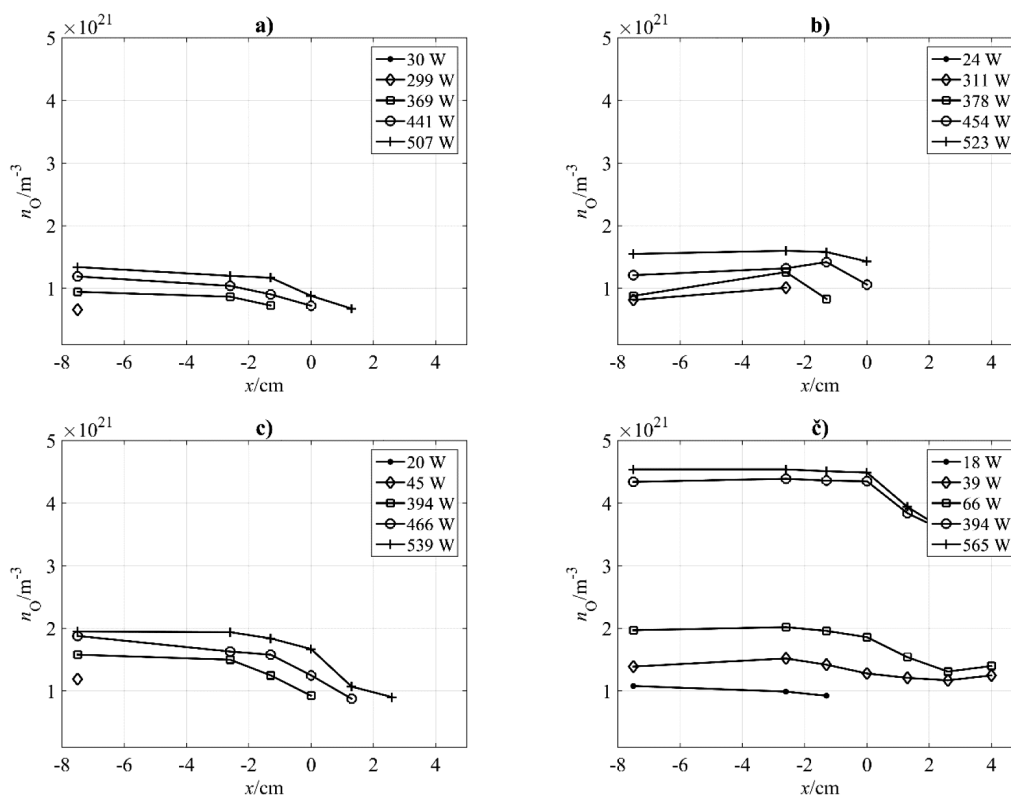
Slika 11: Primer časovnega odvoda poteka temperature optične katalitične sonde pri merjenju gostote kisikovih atomov v kisikovi plazmi

odnesejo molekule v obliki visokih vibracijsko-rotacijsko vzbujenih stanj [16]. Čim bolj so rekombinacije pogoste, tem bolj se sonda greje. Posredno lahko z opazovanjem temperature določimo gostoto atomov v plazmi.

Ob rekombinacijah se sprošča grelna moč:

$$P_{\text{hot}} = \frac{1}{4} n v_{\text{avg}} S \gamma \frac{W_{\text{dis}}}{2} \quad (7)$$

kjer je n številna gostota atomov v plazmi, v_{avg} povprečna velikost hitrosti termičnega gibanja atomov v plazmi, S ploščina sonde, γ rekombinacijski koeficient



Slika 12: Gostote kisikovih atomov pri tlakih a) 50 Pa, b) 70 Pa, c) 90 Pa, č) 120 Pa in aluminijastem rekombinatorju

katalitičnega materiala sonde, W_{dis} pa energija, ki se sprosti, ko se en par atomov (v našem primeru kisikovih) združi v molekulo. Sonda oddaja toploto v okolico po več procesih, kot so: sevanje sonde, prevajanje toplote po ohišju sonde, prevajanje toplote skozi okoliški plin ... Kot lahko ugotovimo, je ohlajanje sonde težko pripisati samo enem procesu in je odvisno od številnih parametrov, izmed katerih nam niso vedno vsi na voljo. Lahko pa uberemo nasprotno pot in med seboj primerjamo moč ohlajanja ter moč gretja. Ko sonda doseže neko ravnovesno temperaturo (slika 10), pri kateri sta moč hlajenja in gretja natanko enaki, sunkovito zaustavimo gretje oziroma prenehamo vzbujanje plazme. Iz poteka ohlajanja sonde tik po izklopu lahko razberemo moč hlajenja in s tem tudi moč gretja, dokler je bila plazma vklopljena:

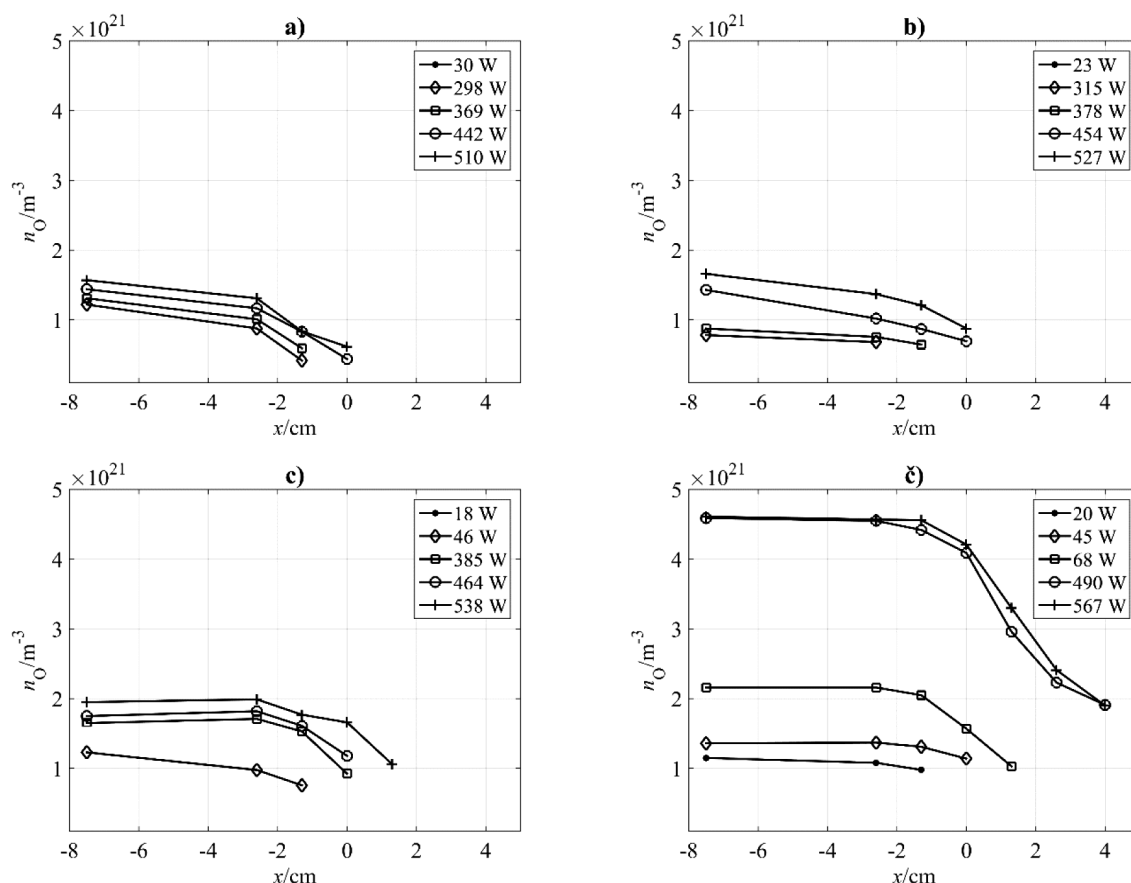
$$P_{\text{cold}} = mc_p \frac{dT}{dt} \quad (8)$$

kjer je m masa katalitične folije sonde, c_p specifična toplotna kapaciteta sonde, dT/dt pa maksimum absolutne vrednosti časovnega odvoda temperaturne krivulje tik za tem, ko smo izklopili vzbujanje plazme (slika 11). Ker je po izklopu vzbujanja temperatura sonde še vedno skoraj enaka ravnovesni temperaturi, je moč hlajenja še približno enaka moči gretja, ko se je

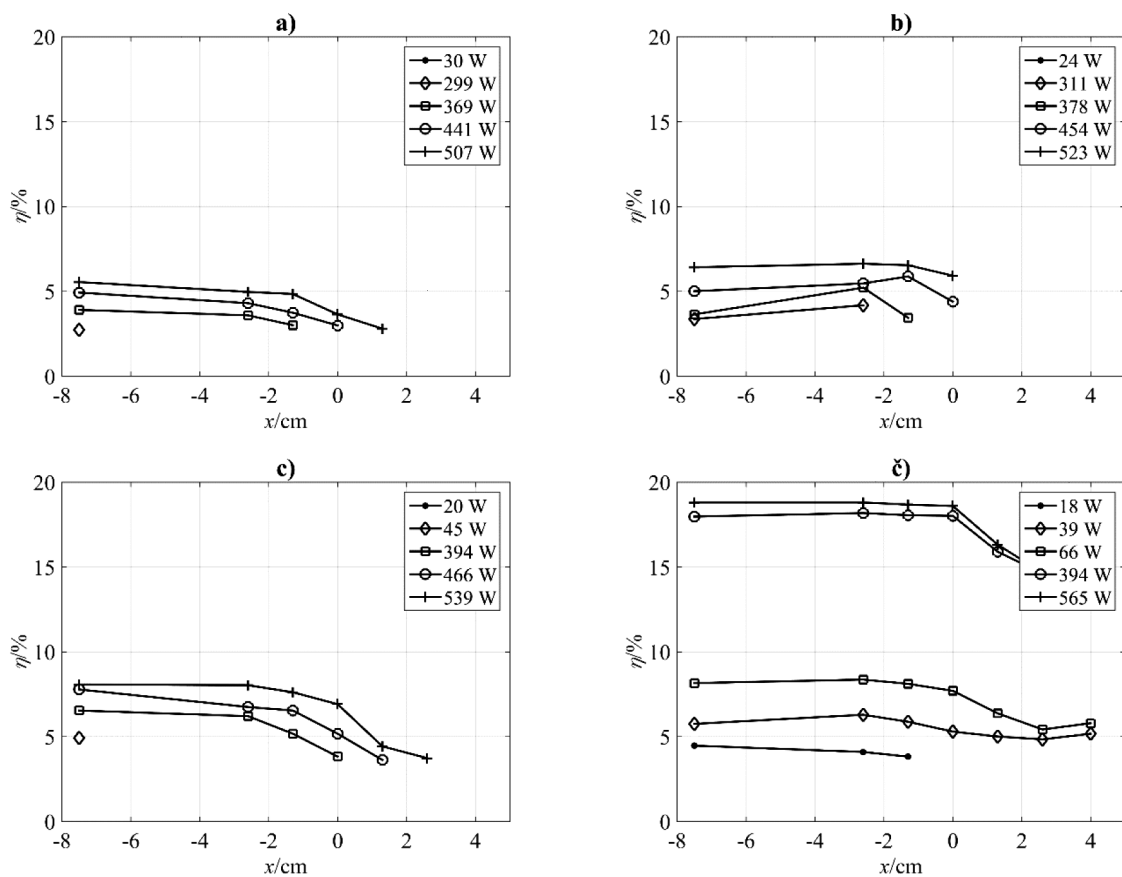
sonda grela zaradi rekombinacij atomov na njeni površini. Iz te moči izračunamo gostoto atomov:

$$n = -\frac{8mc_p}{v_{\text{avg}} S \gamma W_{\text{dis}}} \frac{dT}{dt} \quad (9)$$

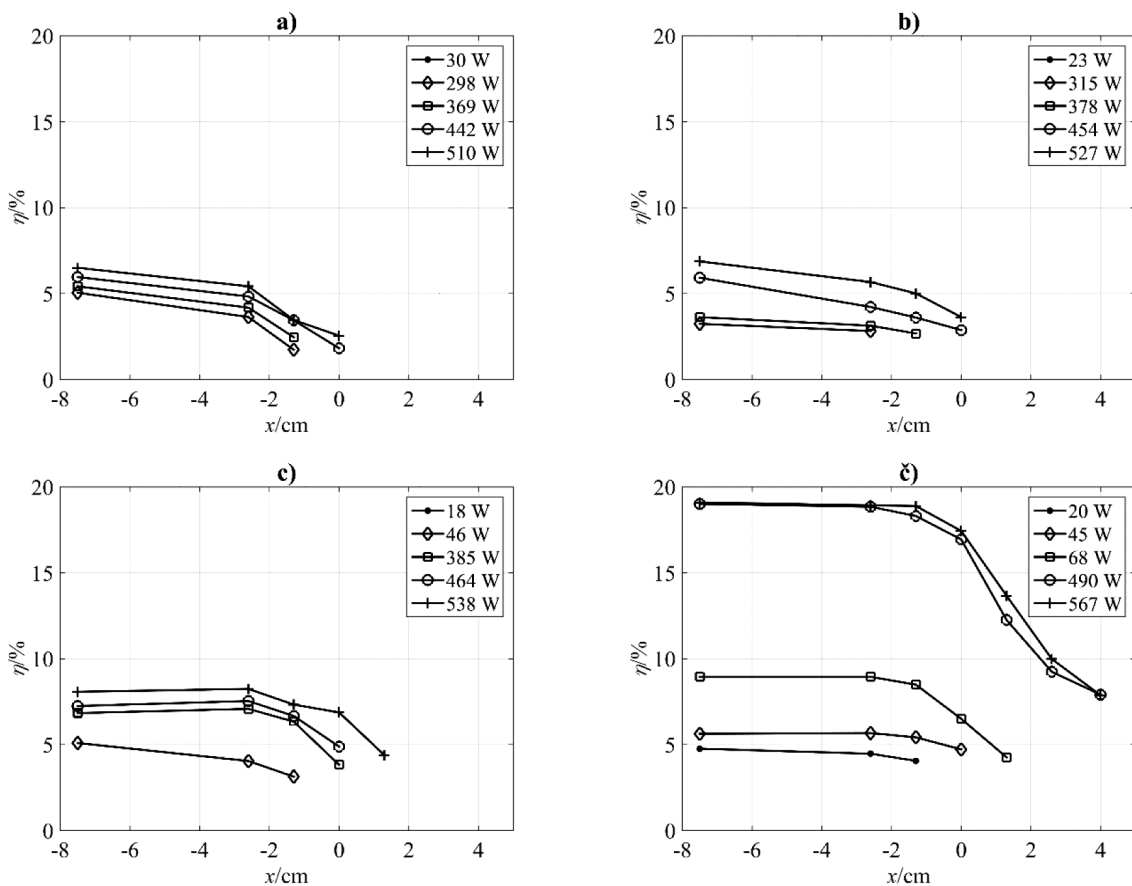
Gostoto kisikovih atomov v vakuumski komori smo izmerili pri različnih nazivnih močeh RF-generatorja, različnih tlakih in najpomembnejše, ob različnih položajih rekombinatorja. Uporabili smo pet različnih moči RF-generatorja (v grobem 200–600 W s korakom 100 W), pri štirih različnih tlakih (50 Pa, 70 Pa, 90 Pa in 120 Pa) ob sedmih različnih položajih rekombinatorja (–7,5 cm, –2,6 cm, –1,3 cm, 0 cm, 1,3 cm, 2,6 cm in 4 cm), relativno glede na sredino stranske cevi oziroma konico merilne sonde. Seveda so bile dejanske moči odvisne od prilagoditve generatorja in so se razlikovale od nazivnih vrednosti, določenih na generatorju. Za rekombinator smo uporabili dva materiala: baker in aluminij. Pri konstantnem tlaku smo spreminjali položaj rekombinatorja glede na središče stranske cevi, kjer se je nahajala sonda. Pri danem tlaku in položaju rekombinatorja pa smo spreminjali še moči, ki smo jih malenkostno priredili glede na uporabljen tlak ter E- in H-način plazme. Ravno zaradi omenjene histerezne krivulje med E- in H-načinom [11] so se pojavili skoki v močeh. V grobem smo moči povečevali v korakih po 100 W.



Slika 13: Gostote kisikovih atomov pri tlakih a) 50 Pa, b) 70 Pa, c) 90 Pa, č) 120 Pa in bakrenem rekombinatorju



Slika 14: Stopnja disociiranosti pri tlakih a) 50 Pa, b) 70 Pa, c) 90 Pa, č) 120 Pa in aluminijastem rekombinatorju



Slika 15: Stopnja disociiranosti pri tlakih a) 50 Pa, b) 70 Pa, c) 90 Pa, č) 120 Pa in bakrenem rekombinatorju

3 REZULTATI

Na **slikah 12** in **13** so prikazani grafi gostot nevtralnih kisikovih atomov, na **slikah 14** in **15** pa grafi stopenj disociiranosti pri različnih tlakih procesnega plina (kisik), različnih močeh radiofrekvenčnega generatorja ter različnih položajih aluminijastega in bakrenega rekombinatorja.

Pri grafih, ki prikazujejo gostoto kisikovih atomov in stopnjo disociiranosti, manjkajo nekatere vrednosti. Teh vrednosti pri določenih tlakih ni bilo mogoče določiti in izračunati, saj so bile v področju šuma sonde. Posledično imajo grafi različno število prikazanih vrednosti gostot glede na položaj rekombinatorja.

4 RAZPRAVA

Slika 10 prikazuje značilen potek temperature katalitične konice, ki kaže na precej visoko temperaturo, ki lahko preseže 900 K. Na prvi pogled se zdijo tolikšne temperature pretirane, saj je plin v okolici sond praktično na sobni temperaturi. Povišano temperaturo sonde si razlagamo z intenzivno rekombinacijo nevtralnih kisikovih atomov na njeni površini. Kot smo že navedli, je plazma bogata s kisikovimi atomi. Na površini steklene razelektrivne cevi se atomi slabo rekombinirajo, saj je rekombinacijski koeficient majhen (glej **tabelo 1**). Izdatna rekombinacija se odvija na površini niklja, ki je katalitičen material pri naši sondi [17]. Pri rekombinaciji se sprosti obilo energije, kar povzroči izdatno segrevanje sonde. Zaradi tega pojava je temperatura, ki jo doseže sonda, krepko višja od temperature okoliškega plina. Kot smo že omenili, je okoliški plin približno na sobni temperaturi.

Ravnovesna temperatura sonde je odvisna od razelektrivne moči in tlaka kisika. Poleg tega je močno odvisna tudi od položaja rekombinatorja. Rekombinator je kot površina, na kateri poteka izdatna rekombinacija atomov kisika. Dokler je rekombinator nameščen daleč od katalitične sonde v smeri pretoka plina, praktično ne vpliva na temperaturo sonde. Očitno je usmerjena hitrost plina, ki je posledica stalnega črpanja razelektrivne cevi, dovolj velika, da nadomesti izgube atomov, ki so posledica rekombinacije na rekombinatorju. Ko pa rekombinator pomaknemo bližje sondi, postane vpliv rekombinacije opazen tudi na mestu sonde. In to kljub temu, da je rekombinator še vedno nameščen levo od položaja sonde, to je v smeri usmerjenega toka plina. Očitno je pri teh razmerah difuzija plinskih molekul in atomov primerljiva z usmerjeno hitrostjo, tako da rekombinator

že vpliva na gostoto atomov kisika v neposredni bližini sonde. Pojav je seveda izrazitejši v primeru, ko pomaknemo rekombinator globlje v cev in je konica že nekoliko desno od položaja sonde. V tem primeru rekombinator povzroči izdatno zmanjšanje gostote atomov v okolici sonde. Gostota, ki jo meri sonda, je pri teh razmerah izredno močno odvisna od položaja sonde. **Sliki 12** in **13** prikazujeta, da rekombinator odlično opravi svojo nalogo – zmanjšanje gostote atomov kisika neodvisno od razelektrivnih parametrov. Ko je rekombinator nameščen globoko v cevi, postane gostota nevtralnih atomov tako majhna, da pade pod mejo šuma optičnega detektorja naše sonde.

Kot je pojasnjeno na **slikah 14** in **15**, je delež disociiranosti kisikovih atomov nekaj odstotkov. Tovrstna stopnja disociiranosti torej zagotavlja ravno pravšnjo obdelavo materialov.

Temperatura sonde daje kvalitativen podatek o gostoti atomov kisika. Kvantitativne podatke lahko določimo z merjenjem časovnega odvoda temperature sonde. Odvodi ne sledijo linearno vedenju temperature sonde zaradi tega, ker je temperatura odvisna ne le od gostote atomov v okolici sonde, ampak tudi od prevladujočega načina ohlajanja sonde. Ohlajanje s toplotno prevodnostjo plina je seveda odvisno od tlaka. Iz odvodov izračunamo gostoto atomov kisika v okolici sonde po formalizmu, ki je opisan v eksperimentalnem delu. Gostote so reda velikosti 10^{21} m^{-3} , kar je značilna vrednost v steklenih razelektrivnih komorah. Tovrstna gostota na primer zadošča za hitro obdelavo organskih materialov s ciljem površinske funkcionalizacije. Organski materiali se zaradi interakcije s kisikovimi atomi ogrevajo, zaradi česar je pogosto potrebno nekoliko zmanjšati njihovo gostoto. Kot je opisano v tem prispevku, lahko to storimo z uporabo gibljivih rekombinatorjev, s katerimi je mogoče izbrati ustrezno vrednost gostote atomov, ne da bi morali spremeniti razelektrivne parametre.

5 SKLEPI

Dokazali smo, da lahko z rekombinatorji izberemo primerno gostoto atomov neodvisno od razelektrivnih parametrov, kar je še posebej pomembno pri obdelavi materialov v plazmi. Obdelavo v plazmi spremljata dva procesa. Koristno prestrukturiranje površine vzorca, ki je bil izpostavljen plazmi, in nezaželeno segrevanje vzorca. Ravno zaradi segrevanja je pomembno poznanje gostote kisikovih atomov, saj lahko previsoke koncentracije povzročijo uničenje vzorca.

6 LITERATURA

- [1] M. Mozetič, *Vacuum*, **61** (2001) 2/4, 367–371
- [2] M. Mozetič, A. Zalar, *Vacuum*, **71** (2003), 233–236
- [3] A. Vesel, M. Mozetič, A. Zalar, *Vacuum*, **82** (2008) 2, 248–251
- [4] M. Mozetič, Activation of polymer materials with oxygen plasma, MIDEM proceedings of 37th International Conference on Microelectronics, Devices and Materials and the Workshop on Optoelectronic Devices and Applications, Bohinj, 2001, 297–301
- [5] A. Vesel, I. Junkar, J. Kovač, M. Mozetič, Activation of PTFE foil by treatment in oxygen and nitrogen plasma, MIDEM proceedings of 43th International Conference on Microelectronics, Devices and Materials and the Workshop on Electronic Testing, Bled, 2007, 75–78
- [6] U. Cvelbar, M. Mozetič, M. Klanjšek Gunde, *IEEE Transactions on Plasma Science*, **33** (2005) 2, 236–237
- [7] M. Mozetič, Cold ashing with oxygen plasma, 7th European Vacuum Conference and 3rd European Topical Conference on Hard Coatings, 2001, 142
- [8] A. Vesel, M. Mozetič, *Vakuumist*, **23** (2003) 4, 9–14
- [9] M. Mozetič, T. Mozetič, P. Panjan, *Vakuumist*, **21** (2001) 3, 11–13
- [10] A. Drenik, U. Cvelbar, A. Vesel, M. Mozetič, Weakly ionized oxygen plasma, MIDEM, **35** (2005), 85–91
- [11] R. Zaplotnik, A. Vesel, M. Mozetič, *EPL (Europhysics Letters)*, **95** (2011), 55001
- [12] M. Mozetič, Disertacija, Univerza v Mariboru, Fakulteta za elektrotehniko, računalništvo in informatiko, 1997
- [13] B. J. Wood, H. Wise, *J. Phys. Chem.*, **66** (1961), 1049
- [14] B. J. Wood, H. Wise, *J. Phys. Chem.*, **65** (1961), 1976
- [15] D. Babič, I. Poberaj, M. Mozetič, *Rev. Sci. Instrum.*, **72** (2001), 4110–4114
- [16] I. Čadež, C. Schermann, M. Landau, F. Pichou, D. Popovič, R. I. Hall, *Zeitung f. Physik D*, **35** (1993), 328–330
- [17] I. Šorli, R. Ročak, *J. Vac. Sci. Tech. A*, **18** (2000), 338

TEHNIKA VRSTIČNE VIBRIRAJOČE ELEKTRODE IN VRSTIČNA ELEKTROKEMIJSKA MIKROSKOPIJA

¹Miha Hren, ¹Tadeja Kosec, ¹Andraž Legat, ²Matjaž Finšgar

STROKOVNI ČLANEK

¹Zavod za gradbeništvo Slovenije, Dimičeva ulica 12, 1000 Ljubljana

²Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Smetanova ulica 17, 2000 Maribor

POVZETEK

Z uvedbo ultramikroelektrod (angl. *ultramicroelectrode* – UME) v raziskovalne namene so se začele razvijati tudi številne tehnike za merjenje lokalnih procesov. Majhna površina elektrod omogoča izvajanje meritev hitrih elektrokemijskih reakcij in merjenje določenih snovi na majhni površini. Z vpeljavo natančnega premikanja elektrod po prostoru so se na področju elektrokemije uveljavile tehnike: vrstična referenčna elektroda (angl. *Scanning Reference Electrode Technique* – SRET), lokalna elektrokemijska impedančna spektroskopija (angl. *Local Electrochemical Impedance Spectroscopy* – LEIS), tehnika vrstične vibrirajoče elektrode (angl. *Scanning Vibrating Electrode Technique* – SVET) in vrstična elektrokemijska mikroskopija (angl. *Scanning Electrochemical Microscopy* – SECM). Zadnji dve tehniki bosta v tem delu podrobno opisani s poudarkom na njunem delovanju, potrebnih napravah za izvedbo meritev in aplikacijah posameznih metod. Navedenih je tudi nekaj primerov, kjer sta metodi komplementarno uporabljani.

Ključne besede: elektrokemija, SVET, SECM

Scanning vibrating electrode technique and scanning electrochemical microscopy

ABSTRACT

With the introduction of ultramicroelectrodes (UMEs) in the field of scientific research, numerous new techniques emerged for studying localized near-surface processes. The small surface area of UMEs allows for measurement of rapid chemical reactions and substances over a small area. In combination with precise motion devices, several measuring techniques were established in the field of electrochemistry. These include Scanning Reference Electrode Technique (SRET), Local Electrochemical Impedance Spectroscopy (LEIS), Scanning Vibrating Electrode Technique (SVET) and Scanning Electrochemical Microscopy (SECM). The latter two techniques are the subject of this paper, with special emphasis on their operation, the required devices and practical applications. Some examples of their complementary usage are also mentioned.

Keywords: electrochemistry, SVET, SECM

1 TEHNIKA VRSTIČNE VIBRIRAJOČE ELEKTRODE

Tehnika vrstične vibrirajoče elektrode je metoda za merjenje porazdelitve električnega potenciala v raztopini tik nad površino korodirajočega kovinskega materiala [1]. Končni rezultat meritve je prikaz porazde-

litve gostote korozijskih tokov na površini delovne elektrode, ki se preračuna iz izmerjenega potencialnega gradienta. Metoda je bila prvotno namenjena za merjenje živčnih impulzov, kasneje pa so jo privedili tudi za elektrokemijske meritve. Deluje po principu vertikalno ali horizontalno vibrirajoče sonde, ki v bližini delovne elektrode zazna izmenični signal z enako frekvenco, kot je frekvenca vibriranja. Amplituda izmenične napetosti je proporcionalna gostoti lokalnega korozijskega toka na tem mestu.

1.1 Postavitev naprav in delovanje

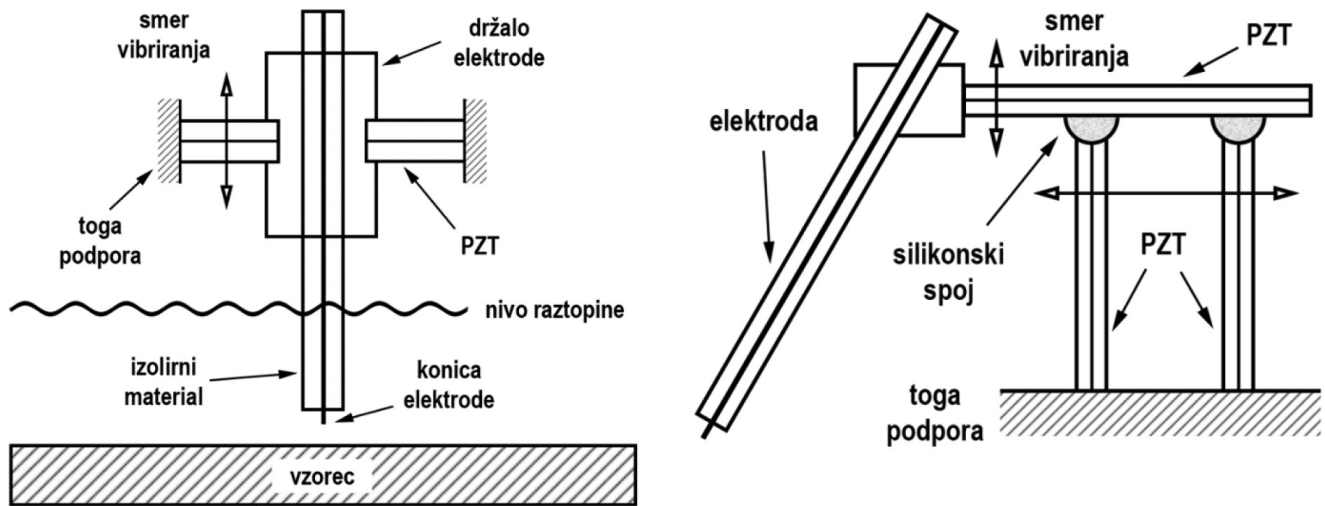
Tehnika vrstične vibrirajoče elektrode (angl. *Scanning Vibrating Electrode Technique* – SVET) za svoje delovanje uporablja sondo (angl. *probe*) iz platine, ki je po večjem delu dolžine obdana z izolativnim materialom (neizolirana je le konica sonde) in je na toge podporne elemente pritrjena preko piezoelektričnih pretvornikov (angl. *piezoelectric transducer* – PZT). Piezoelektrični pretvorniki so naprave, ki se na podlagi električnih impulzov mehansko odzovejo. Ti odzivi so po navadi raztezanje ali krčenje materiala, ki se lahko v specifični aplikaciji uporablja za mehansko premikanje ali ustvarjanje vibracij. **Slika 1** shematsko prikazuje piezoelektrični pretvornik v vzbujenem in nevzbujenem stanju.

S kombinacijo večjega števila piezoelektričnih elementov lahko dosežemo premikanje sonde v vertikalni smeri glede na površino delovne elektrode, horizontalni smeri ali v obeh smereh hkrati. Dve taki aplikaciji sta prikazani na **sliki 2**. Leva slika prikazuje na obeh straneh vpeto sondo, ki ima omogočeno le vertikalno vibriranje, medtem ko je bolj pogosta desna aplikacija, ki prikazuje sondo z vertikalnim in horizontalnim vibriranjem.

Izmenična napetost za vibriranje se ustvari z oscilatorjem. Frekvence vibriranja so med 10 Hz in 1000 Hz, amplitude gonilne napetosti pa med 2 V in 10 V [1]. Enako frekvenco ima tudi signal, ki ga



Slika 1: Piezoelektrični pretvornik v nevzbujenem stanju in obeh vzbujenih stanjih. Siva barva pomeni del PZT, ki je pod električno napetostjo. V tem primeru se ta del skrči.



Slika 2: Primer vertikalno vibrirajoče elektrode (levo) in elektrode z možnostjo vibriranja v obe smeri (desno)

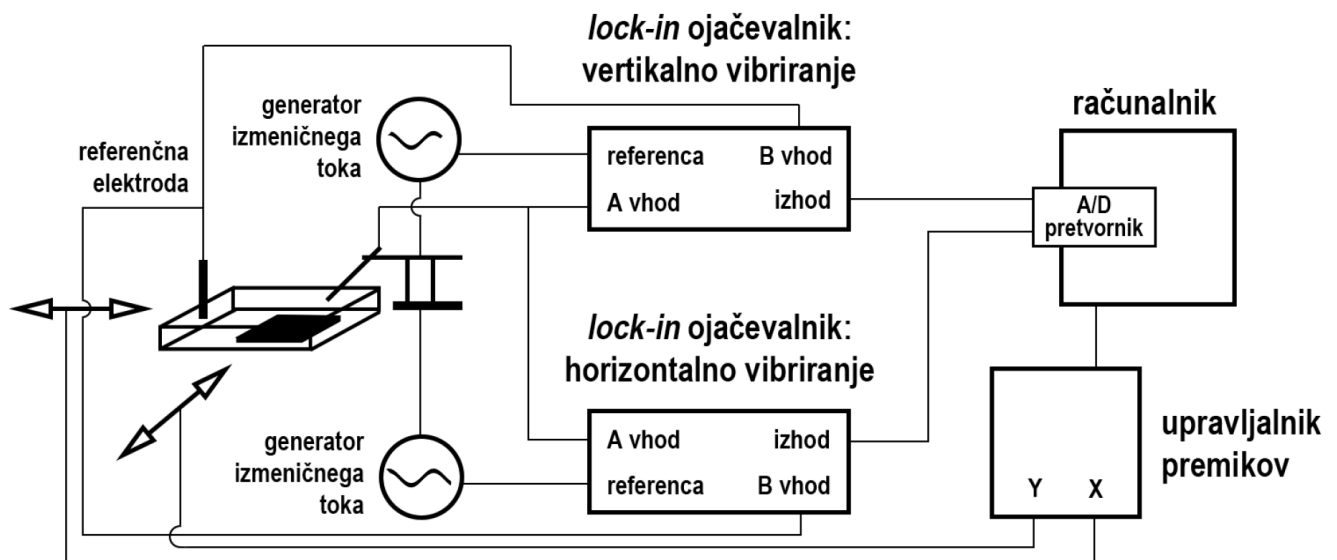
izmeri vibrirajoča sonda v elektrolitu. Ker je pogosto amplituda signala zelo majhna in v enakem velikostnem razredu kot šum, se za ojačenje signala uporablja *lock-in* ojačevalnik (angl. *lock-in amplifier*), ki kot referenčni signal za filtriranje uporabi kar izmenično napetost oscilatorja. Shematsko so vse potrebne naprave za delovanje metode SVET predstavljene na sliki 3.

Pri horizontalnem in vertikalnem vibriranju sta potrebna dva ločena *lock-in* ojačevalnika in oscilatorja, za vsako smer vibriranja svoj par. Izhodni signal ojačevalnikov je preko analogno-digitalnega pretvornika povezan z računalnikom, preko katerega se upravlja tudi miza z vzorcem. Miza omogoča premike v ravnini vzorca in je najpogosteje krmiljena s koračnimi motorji (angl. *stepper motors*), s katerimi se lahko spremlja in določi lokacija meritve na vzorcu. Obstaja tudi hitrejša implementacija s servomotorji,

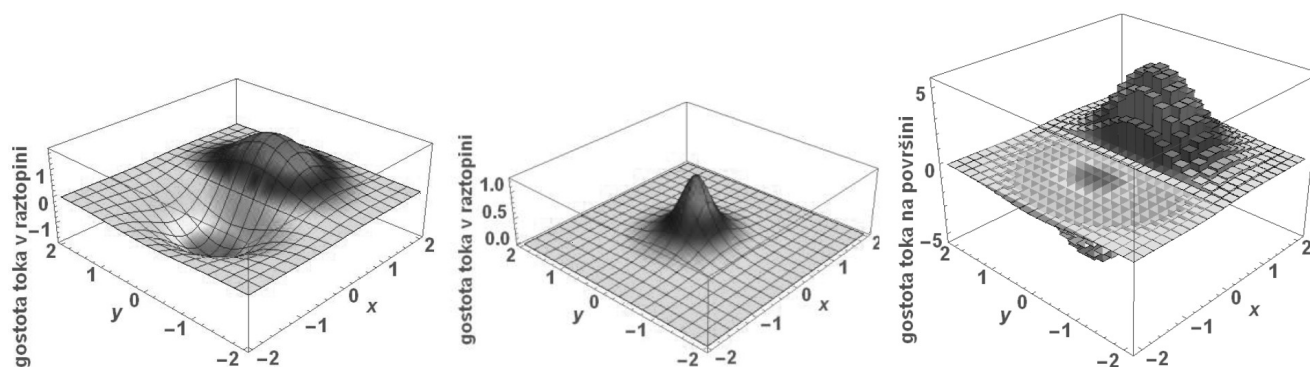
kjer morata biti frekvenci vzorčenja in gonilne napetosti motorjev enaki. Taka implementacija doda šum, zato je pri občutljivih meritvah manj zelena [1].

1.2 Obdelava rezultatov

Izmerjeni rezultati podajo nihanje potenciala med dvema skrajnima legama sonde. Za izračun lokalne gostote toka i_{lokalni} v raztopini, ki se izračuna po enačbi (1), je pomembna razlika potencialov ΔV_{sonde} med tema dvema legama. V enačbi (1) κ pomeni prevodnost raztopine in d razdaljo med obema skrajnima legama vibrirajoče sonde. Ločeni rezultati obeh smeri vibriranja podajo horizontalno in vertikalno skalarno komponento vektorja gostote toka. Lahko se obravnavata ločeno, pogosteje pa so rezultati prikazani v vektorski obliki.



Slika 3: Shematska postavitev naprav, potrebnih za delovanje SVET-metode



Slika 4: Primeri grafov različnih porazdelitev gostote toka. Levo je predstavljena izmerjena gostota toka v raztopini, v sredini gostota toka v elektrolitu, ki jo povzroči točkovni vir na površini vzorca, in desno numerično izračunane vrednosti točkovnih virov na površini vzorca. Grafi so reprezentativni in ne pomenijo dejanskih meritev.

$$i_{\text{lokalni}} = \frac{\Delta V_{\text{sonde}} \cdot \kappa}{d} \quad (1)$$

Kot zadnji korak je treba meritve gostote toka v elektrolitu pretvoriti v gostoto korozijskega toka na površini delovne elektrode. Za to sta bili razviti dve metodi. Prva razdeli površino elektrode na mrežo kvadratnih elementov, kjer se za vsak element predpostavi ponor ali izvir točkovnega električnega toka I [1, 2] na površini vzorca. Tok vsakega elementa po enačbi (2) povzroči v elektrolitu potencial $\phi(x, y)$, pri čemer je κ prevodnost elektrolita, x in y sta koordinati na površini elektrode, h je oddaljenost med delovno elektrodo in ravnino merjenja v elektrolitu in d razdalja med obema skrajnima legama sonde pri vibriranju. Končni (izmerjeni) potencial po tem modelu pomeni superpozicijo potencialov, ki jih povzročijo posamezni točkovni viri toka. Za preračun potenciala ϕ v gostoto toka se uporablja enačba (1).

$$\phi(x, y) = \frac{1}{2\pi\kappa} \left[\frac{1}{\sqrt{x^2 + y^2 + h^2}} - \frac{1}{\sqrt{x^2 + y^2 + (h+d)^2}} \right] \quad (2)$$

Cilj metode je torej določiti jakost posameznih tokov na površini elektrode na podlagi porazdelitve potenciala v elektrolitu blizu površine. To se izvede z iterativnim postopkom, kjer se pri vsakem koraku najprej določi mesto največje gostote električnega toka v absolutnem smislu. Na podlagi izbrane mreže kvadratov se gostota toka pomnoži s površino kvadratnega elementa, pri čemer se 25 % izračunanega toka pripíše pripadajočemu kvadratnemu elementu in z enačbama (1) in (2) določi porazdelitev gostote toka v elektrolitu, ki ga ta delež toka na površini povzroči. Porazdelitev gostote se odšteje od izmerjene gostote toka in s tem se korak konča. V naslednjem koraku se poišče maksimum na novi, odšteti gostoti toka. Iteracija se ponavlja, dokler gostota toka ni zmanjšana do take mere, da je le še 0,5 % izhodiščne vrednosti. Tokovi, ki so bili dodeljeni posameznim elementom na mreži kvadratov, se seštejejo in delijo s površino kvad-

rata. Primeri rezultatov v posamezni fazi postopka so prikazani na **sliki 4**.

Druga metoda [1] za izračun gostote toka na površini elektrode uporablja hitro Fourierjevo transformacijo (angl. *fast Fourier transformation* – FFT). Porazdelitev potencialov nad elektrodo $\phi'(x, y)$ je tukaj predstavljena kot produkt dveh funkcij (enačba (3)), pri čemer je $i(x', y')$ porazdelitev gostote toka na površini, $g(x, y)$ pa je faktor vpliva te gostote na porazdelitev potencialov v elektrolitu. Faktor je opisan z enačbo (4), pri čemer je ϕ za točkovni izvir ali ponor enak kot pri enačbi (2).

$$\phi'(x, y) = i(x', y') * g(x, y) \quad (3)$$

$$g(x, y) = \frac{\phi(x, y)}{I} \quad (4)$$

Ker se podatki pri metodi SVET pridobivajo v konstantnih korakih Δ_x v smeri x in Δ_y v smeri y , se lahko za izračun uporabi diskretna Fourierjeva transformacija po enačbi (5).

$$\begin{aligned} \Delta\phi(x, y) &= \\ &= \sum_{n=-\infty}^{\infty} \sum_{m=-\infty}^{\infty} i(n\Delta_{x'}, m\Delta_{y'}) * g(x - n\Delta_{x'}, y - m\Delta_{y'}) \quad (5) \end{aligned}$$

1.3 Primeri uporabe

Lokalna korozija

Neenakomerno porazdeljena katodna in anodna mesta na površini kovine povzročajo lokalno korozijo, kot je na primer jamičasta korozija. S SVET-tehniko je mogoče izmeriti potencialna mesta za nastanek anodnih mest, še preden je to vidno s prostim očesom. Če z meritvami zajamemo celotno površino elektrode, bi morala biti vsota vseh tokov po površini enaka 0.

Galvanska korozija

Pri sklopitvi dveh kovin, ki imata signifikantno različne korozijske potenciale v določenem mediju, je ena kovina katoda in druga anoda. SVET-metoda omogoča vpogled v porazdelitev galvanskega toka po

površini s posebnim poudarkom na prehodu med obema kovinama. Meritve so se uporabile tudi za opazovanje časa, ki je potreben, da se na obeh elektrodah vzpostavi stabilno anodno oziroma katodno stanje po sklopitvi obeh kovin [3].

Prevleke

Premazi ščitijo kovino pred korozijo, dokler ne nastane poškodba premaza, kjer del kovine postane izpostavljen agresivnemu okolju. Pri organskih premazih nastanejo zaradi majhne anodne površine izpostavljene kovine (nepokrite s premazom, npr. pri poškodbah) in velike katodne površine premaza zelo visoke lokalne korozijske hitrosti. Če pa prevleka deluje kot pasivna katodna zaščita, velja obratno. SVET-metoda omogoča merjenje lokalnih korozijskih tokov v bližini mest z napako in na površini [1].

Korozijski inhibitorji

S SVET-tehniko lahko pridobimo podatke o inhibicijski učinkovitosti korozijskih inhibitorjev glede na porazdelitev lokalnih korozijskih tokov blizu površine podlage. Metoda je posebej uporabna, ko želimo ugotoviti vpliv korozijskega inhibitorja na lokalno korozijo [1].

2 VRSTIČNA ELEKTROKEMIJSKA MIKROSKOPIJA

Vrstična elektrokemijska mikroskopija je metoda za merjenje lokalnih korozijskih tokov in potencialov na prehodu med trdno snovjo in tekočino, med dvema tekočinama ali med tekočino in plinom [4]. Metoda za svoje delovanje izkorišča redokso reakcijo, ki poteka med konico sonde in opazovano površino. Hitrost reakcije je regulirana s potencialom sonde in razdaljo med sondo in mestom opazovanja.

Kot prvi je leta 1989 uporabil izraz SECM (angl. *Scanning Electrochemical Microscopy*) in metodo karakteriziral Allen J. Bard [5], ki je prikazal več različnih načinov uporabe metode za merjenje porazde-

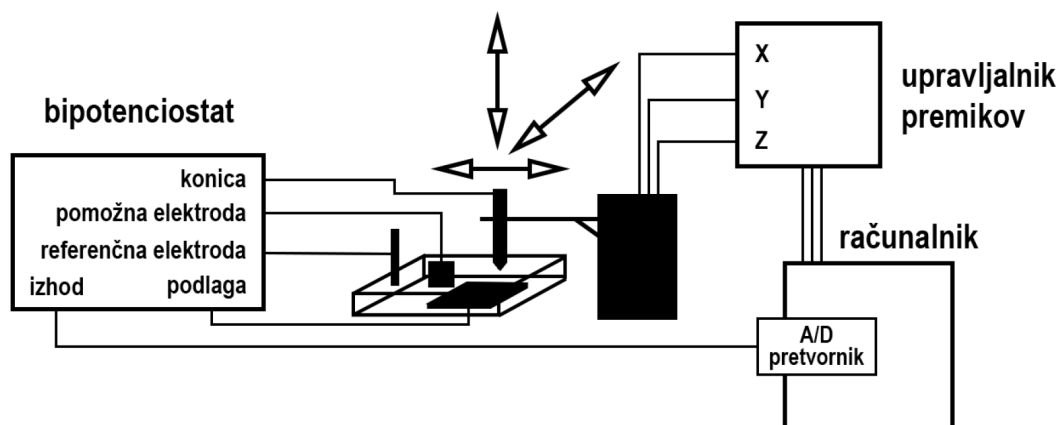
litve potencialov po površini kovinske elektrode. Že takrat je bilo znano, da se bo tehnika lahko uporabila tudi za meritev topografije površine vzorca. Do leta 1994 je bila metoda relativno malo uporabljena v raziskovalne namene [6], nato pa je letno število člankov na temo SECM začelo naraščati, tudi po zaslugi prve komercialne naprave v letu 1999 [4].

2.1 Postavitev naprav in delovanje

Ultramikroelektroda, ki se je kot sonda prvič pojavila pri vrstičnih tunnelskih mikroskopih in nekaj let kasneje pri SECM, je elektroda z nekaj mikrometrov široko konico. Prednosti uporabe take elektrode so zmanjšana ohmska upornost pri meritvah v elektrolitu, hitra vzpostavitev ravnovesnega stanja korozijskega potenciala in majhna velikost, ki omogoča meritve na mikroskopski ravni z visoko ločljivostjo. Najpogostejše elektrode so valjaste oblike iz platine in zaključene z ravno zbrušeno površino v obliki diska, najpomembnejša parametra pa sta polmer izpostavljene kovinske konice a in polmer elektrode skupaj z zunanjo izolacijo r_g . Razmerje r_g/a je v večini primerov manjše ali enako 10 [4].

Obstajajo tudi konice premera nekaj nanometrov, ki pa so zaradi majhne površine manj primerne za ugotavljanje kinetičnih procesov in se uporabljajo za ugotavljanje topografije površine. Pri SECM je ultramikroelektroda (angl. *ultramicroelectrode* – UME) pritrjena na napravo za fino prostorsko premikanje sonde, ki je preko krmilnika povezana in upravljana z računalnikom. Shematsko so komponente za izvajanje SECM-meritev prikazane na **sliki 5**.

Za nastavljanje pozicije UME z nanometrsko natančnostjo skrbijo piezoelektrični pretvorniki, prikazani v prejšnjem poglavju na **sliki 1**. Pri premikanju vertikalno na opazovano površino je potrebna visoka natančnost, saj razdalja med konico in površino vpliva na izračun korozijskih tokov. Za bolj grobo premikanje sonde, predvsem v smereh horizontalno na



Slika 5: Shematska postavitve naprav, potrebnih za delovanje SECM-metode

opazovano površino, so piezoelektričnim pretvornikom pogosto dodani še koračni (angl. *inchworm*) motorji. Potencial na sondi ali opazovani podlagi je reguliran preko bipotenciostata (angl. *bipotentiostat*) glede na referenčno nasičeno kalomelovo elektrodo, pri čemer se ločeno merita tok na sondi in opazovani površini. Miza za držanje vzorca je pogosto izolirana pred vibracijami in obdana s Faradayevo kletko, saj so lahko merjeni tokovi velikostnega razreda femtoampera in premiki sonde velikostnega razreda nanometra.

S tako postavitvijo naprav je mogoče opravljati SECM-meritve na različne načine [4], ki bodo v nadaljevanju podrobneje opisani. To so način povratne zanke (angl. *feedback mode*), način proizvodnje na konici, zbiranja na podlagi (angl. *tip generation/substrate collection mode* – TG/SC), način proizvodnje na podlagi, zbiranja na konici (angl. *substrate generation/tip collection mode* – SG/TC), način penetracije (angl. *penetration mode*) in način povratne zanke preko izmenjave ionov (angl. *ion transfer feedback mode*).

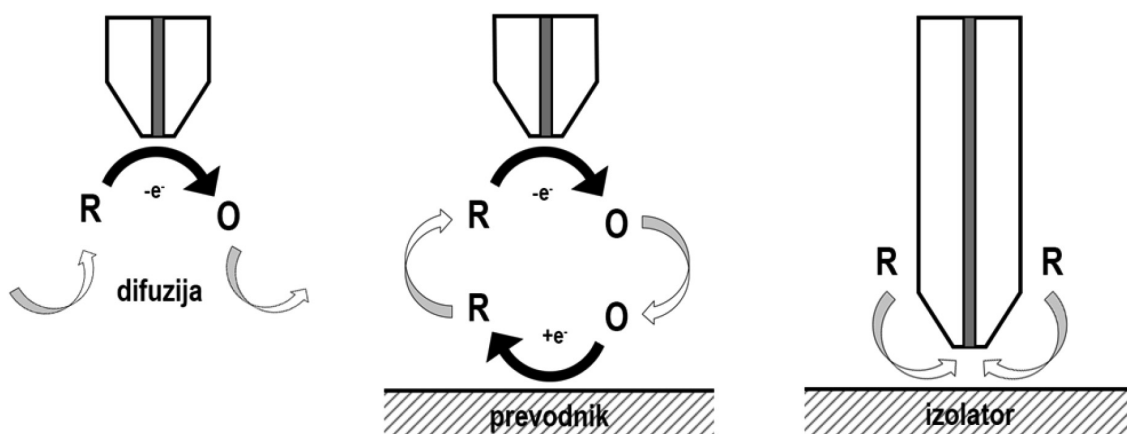
Način povratne zanke

V tem načinu delovanja je konica sonde potopljena v elektrolit, ki vsebuje dovolj visoko koncentracijo reducenta R. Pritisnjen potencial na sondi bo povzročil oksidacijo reducenta po enačbi (6), pri čemer bo hitrost reakcije omejena z difuzijo reducenta do konice.



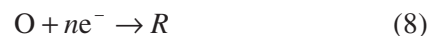
Ko je konica dovolj oddaljena od površine prevodnika ali izolatorja (razdalja vsaj nekajkrat polmera sonde) je tok na konici $i_{T,\infty}$ opisan z enačbo (7), kjer je F Faradayeva konstanta, n število prenesenih elektronov, D difuzijski koeficient, c koncentracija reducenta v raztopini in a polmer elektrode [4].

$$i_{T,\infty} = 4nFDca \quad (7)$$



Slika 6: Tri mogoče situacije merjenja toka v načinu povratne zanke. Levo je hitrost odvisna od difuzije, v sredini hitrost regulira pozitivna povratna zanka in desno hitrost regulira negativna povratna zanka. R je reducent in O oksidant.

V bližini prevodne površine se tok zaradi pozitivne povratne zanke (angl. *positive feedback*) poveča. Ob dovolj majhni razdalji med konico in prevodnikom se namreč oksidanti na površini prevodnika reducirajo po enačbi (8). Lokalno povečana koncentracija reducenta v bližini konice pospeši oksidacijo in poveča tok v elektrodi. Ta je tako odvisen od razdalje med konico elektrode in površino prevodnika in od reaktivnosti prevodne površine.

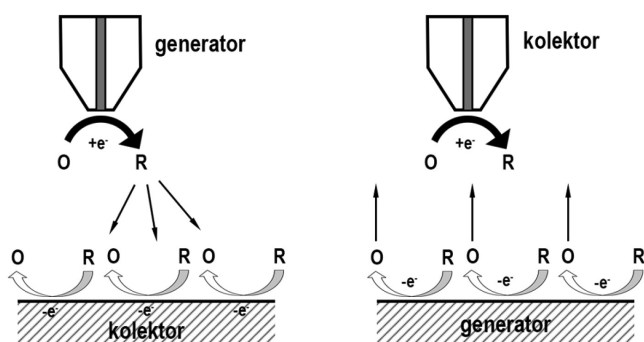


Obraten proces se zgodi, ko konica pride dovolj blizu izolirane površine. Tam proces redukcije ni mogoč, hkrati pa je tudi preprečena difuzija reducenta do elektrode. Na konici nastane zmanjšanje toka, ki s krajšanjem razdalje limitira proti 0. Proces se imenuje negativna povratna zanka (angl. *negative feedback*) in je skupaj s prej omenjenima procesoma shematsko predstavljen na **sliki 6**.

Način proizvodnje na konici, zbiranja na podlagi

Nasprotno od načina delovanja s povratno zanko se pri obeh proizvodnih metodah potencial vzdržuje tako na konici kot tudi na površini vzorca oziroma podlagi. V prvem primeru se pri določenem negativnem potencialu na konici reducira oksidant po enačbi (8), pri čemer se meri tok elektronov i_T . Na drugem koncu pozitivni potencial na vzorcu oksidira nastali reducent. Tudi tukaj se ločeno spremlja tok i_S . Razmerje obeh tokov i_S/i_T pove, kakšen delež generiranega reducenta na konici pride do podlage. Čim manjša je razdalja med elektrodo in vzorcem, tem manjša količina reducenta uide iz vrzeli in bližje je razmerje deležu 1. **Slika 7** shematsko prikazuje oba načina delovanja SECM s proizvodnjo na konici in proizvodnjo na podlagi.

Razmerje pogosto poda tudi informacijo o kinetiki elektrokemijske reakcije. Delež nastalega reducenta lahko že pred prihodom do podlage nepovratno reagira



Slika 7: Levo je prikazan način proizvodnje na konici, zbiranje na podlagi in desno način proizvodnje na podlagi, zbiranje na konici. V obeh primerih se meri tok na konici in tok na podlagi. R je reducent in O oksidant.

v produkt, ki ni več elektrokemijsko aktiven. Pri počasnih reakcijah bo proces difuzije nadziral hitrost oksidacije na vzorcu in izmerjeni tokovi se bodo vedli, kot je opisano zgoraj. Pri hitrih homogenih reakcijah pa bo tudi pri majhnih razdaljah izmerjeni tok $i_s \ll i_T$. S kombiniranjem tega podatka in podatka o razdalji med elektrodo in podlago je mogoče določiti korozivno aktivnost površine vzorca.

Način proizvodnje na podlagi, zbiranja na konici

Delovanje načina proizvodnje na podlagi z zbiranjem na konici je enako kot prejšnji primer s to razliko, da sta vlogi konice elektrode in opazovane površine zamenjani. Tokrat se podlaga uporablja kot vir proizvodnje oksidanta, konica pa ga pretvarja nazaj v reducent. Ta način je zaradi večje občutljivosti za šum in težjega vzdrževanja razdalje med elektrodo in podlago manj pogosto uporabljen. Večinoma je namenjen za merjenje lokalnih koncentracij oksidanta po površini vzorca.

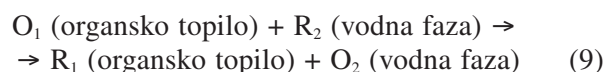
Način penetracije

Pri načinu penetracije je uporabljena koničasta elektroda, ki penetrira v mikrostrukturo organskega ali polimernega vzorca v obliki tanke plasti. Ta je pogosto debeline manj kot 1 μm in predhodno vsebuje ustrezne reducente in oksidante. Vzorec je postavljen na prevodno ali izolativno podlago in deluje po podobnem principu kot način povratne zanke. S spreminjanjem potenciala na konici se opazuje porazdelitev elektroaktivnih snovi v notranjosti vzorca.

Način povratne zanke preko izmenjave ionov

Zadnji način je varianta povratne zanke za preučevanje prehodov med dvema tekočinama, ki se med sabo ne mešata. Najpogosteje so to določena organska topila in voda. Ko je konica sonde s pritisnjenim pozitivnim potencialom potopljena v zgornjo tekočino, tam poteče reakcija (6) in pri tem iz reaktanta R_1 nastane oksidant O_1 . V bližini fazne meje tekočin začne O_1 reagirati z reaktantom R_2 iz spodnje tekočine,

kjer poteče bimolekulska redoksná reakcija (9) (angl. *bimolecular redox reaction*). Sprememba toka i_T s spremembo oddaljenosti konice od fazne meje tekočin je analogna že opisani spremembi v primeru pozitivne povratne zanke.



2.2 Obdelava rezultatov

Izmerjen tok na konici elektrode je posledica dveh parametrov: oddaljenosti od merjene podlage in lokalne korozivne aktivnosti na vzorcu. Za pravilno interpretacijo rezultatov je treba poznati zvezo med oddaljenostjo konice in izmerjenim tokom pri stabilnem potencialu podlage, brez lokalnih nihanj. V ta namen je bilo razvitih več analitičnih in numeričnih rešitev [4]. Od analitičnih rešitev se najpogosteje uporablja model difuzijsko omejene heterogene reakcije, ki je pri načinu merjenja SECM s povratno zanko. Pri tem modelu se predpostavi neskončno velika površina podlage v primerjavi s površino konice, ravna konica sonde v obliki diska in enaka difuzijska koeficienta blizu podlage in konice. Zveza za prevodno podlago med oddaljenostjo konice sonde in tokom na konici I_T^c :

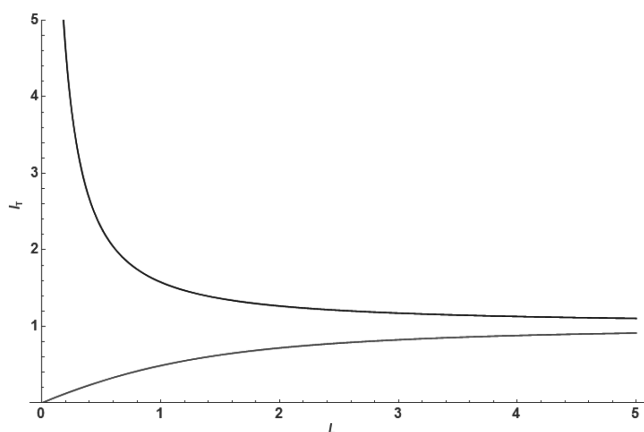
$$I_T^c(L) = \frac{i_T}{t_{T,\infty}} = \frac{0,78377}{L} + 0,3315e^{-\frac{1,0672}{L}} + 0,68 \quad (10)$$

je podana v brezdimenzijskih enotah, kjer je $L = d/a$ kvocient razdalje med podlago in polmerom elektrode, I_T^c pa je definiran kot kvocient izmerjenega toka i_T in difuzijsko omejenega toka $i_{T,\infty}$. Enačba (10) je določena empirično in ima 0,7-odstotno napako pri ujemanju z meritvami. Konkreten primer velja za situacijo, ko je razmerje med zunanjim polmerom elektrode (skupaj z izolacijo) in notranjim polmerom $RG = r_g/a$ večje ali enako 3. Za bolj ostre konice obstajajo podobne enačbe, kjer so vrednosti empirično pridobljenih koeficientov podane v tabeli za različne vrednosti RG . Podobno velja tudi za zvezo v primeru izolativne podlage. V tem primeru ima enačba obliko:

$$I_T^{ins}(L) = \frac{i_T}{t_{T,\infty}} = \frac{1}{A + \frac{B}{L} + Ce^{D/L}} + \frac{EL}{F + L} \quad (11)$$

kjer so A , B , C , D , E in F empirični koeficienti, odvisni od razmerja RG . Obe krivulji sta prikazani na sliki 8. Pri drugi zvezi so bile vzete vrednosti za $RG = 10$.

Medtem ko analitične rešitve podajo točne rezultate za preproste in dobro definirane elektrokemijske sisteme z ravno podlago, je treba pri kompleksnejši geometriji konice ali podlage in kompleksnih procesih



Slika 8: Odvisnost med oddaljenostjo konice od podlage L in izmerjenim tokom na konici I_t . Zgornja krivulja podaja zvezo za prevodno podlago in spodnja za izolativno podlago. Dimenzije dolžine in toka so relativne glede na radij konice in difuzijsko omejen tok.

uporabiti numerične simulacije z računalnikom. V primeru ostrih in tankih konic, kakršne se uporabljajo pri penetracijskem načinu delovanja SECM, se karakterizira njihovo delovanje s primerjavo eksperimentalnih rezultatov in rezultatov, dobljenih z numerično simulacijo. Za uporabo SECM pri zapleteni geometriji vzorca je bila uporabljena numerična metoda (angl. *boundary element method* – BEM) [7]. Ta metoda lahko simulira tokovni odziv za različne konice ob upoštevanju vpliva kompleksne in hitro spreminjajoče se geometrije na difuzijo.

2.3 Primeri uporabe

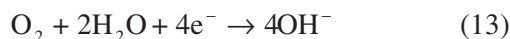
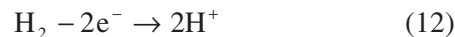
Meritev prenosa elektronov

Meritev prenosa elektronov med trdo in tekočo snovjo potrebuje dovolj visok masni prenos (angl. *mass transfer rate*) in dovolj nizko ohmsko upornost v elektrolitu, da merilne naprave lahko zaznajo majhne spremembe. Način SECM-merjenja s povratno zanko zadosti obema pogojema. Z manjšanjem razdalje se zaradi pozitivne povratne zanke poveča masni pretok v elektrolitu in izmenjava elektronov kot posledica redoksnih reakcij. Dovolj majhna razdalja med sondo in površino omogoči uporabo voltometrije za opazovanje kinetike elektronov med elektrodo in vzorcem, tudi za zelo hitre reakcije. Pogosto se opazujejo tudi lokalni korozijski procesi, ki povzročijo jamičasto korozijo (angl. *pitting corrosion*), in koncentracija določene snovi, ki sodeluje pri redoksnih reakcijah. Takrat se SECM uporablja v načinu proizvodnje na konici, zbiranja na podlagi, kjer je potencial na konici konstanten.

Elektrokataliza

S SECM je mogoče opazovati aktivnost katalitskih procesov na površini podlage [4]. Najpogosteje opa-

zovana procesa sta oksidacija vodika (angl. *hydrogen oxidation reaction*) in redukcija kisika (angl. *oxygen reduction reaction*) zaradi pomembnosti obeh procesov pri gorivnih celicah. Opisana sta z enačbama (12) in (13). Hitrosti obeh reakcij sta močno odvisni od katalitske sposobnosti podlage.



Oksidacijski proces je v kislih ali nevtralnih elektrolitih mogoče opazovati z načinom povratne zanke, medtem ko je za redukcijo kisika potreben način proizvodnje na konici in zbiranja na podlagi. V nasprotnem primeru nastali hidroksidni ioni reagirajo z vodikovimi ioni (H_3O^+), preden pridejo do podlage. V tem načinu je konica nastavljena na potencial, pri katerem voda oksidira do kisika, medtem ko je na podlagi vzdrževan potencial, ki nastali kisik reducira. Hitrost slednje reakcije poda katalitske lastnosti podlage. Ker s premikanjem SECM-elektrode lahko pregledujemo površino, je tehnika uporabna za hitro pregledovanje katalitskih lastnosti večjega števila kovin.

Souporaba z mikroskopom na atomsko silo

Poleg souporabe SECM in SVET, ki je podrobneje opisana v poglavju 3, se vrstična elektrokemijska mikroskopija najpogosteje kombinira z mikroskopom na atomsko silo (angl. *atomic force microscopy* – AFM). Analitična metoda je pogosto zapisana pod kratico AFM-SECM in poda tako podatke o topografiji vzorca kot tudi o lokalni korozijski aktivnosti na površini.

Glavna prednost tehnike je zmožnost natančnega pozicioniranja elektrod zelo blizu površine in vzdrževanja te razdalje s premikanjem elektrode po podlagi. Pri površini s kompleksno topografijo ali neenakomerno porazdelitvijo reaktivnosti se s tem prepreči zatikanje konice ob vzorec in poškodovanje podlage. Za ta namen obstajata dva tipa konic. Za preučevanje prevodnih podlag je konica na koncu izolirana, kar prepreči neposreden električni kontakt med konico in podlago. Konica je torej narejena iz dveh materialov. Za preučevanje neprevodnih podlag je konica lahko iz enotnega prevodnega materiala.

Obdelava površine

SECM se lahko uporabi za nanos kovinskega materiala ali jedkanje podlage na željeno debelino. Obstajata dva načina: direktni in s povratno zanko. Pri prvem načinu [8] je konica pozicionirana blizu podlage, med njima pa je vzpostavljena napetost, ki sproži željeno reakcijo na podlagi. S tem se lahko linijsko nanese kovina na podlago z vmesno prevleko, sestavljeno iz ionov kovine, ki jo nanašamo. Kadar

jedkamo kovine z direktnim načinom, se podlaga vzdržuje na bolj pozitivnem potencialu v primerjavi s potencialom konice. Natančnost jedkanja je slabša kot v primeru nanosa kovine, saj je električno polje na podlagi bolj razpršeno, z manjšo gostoto toka kot na konici. V splošnem je natančnost jedkanja ali nanosa odvisna od velikosti konice, globine jedkanja oziroma debeline nanosa, toka na konici in hitrosti premikanja elektrode.

Drugi način uporablja povratno zanko [9]. V tem načinu je potrebna prisotnost mediatorja (angl. *mediator*) v raztopini, ki reagira na podlagi in konici. Pri jedkanju se mediator na podlagi reducira, pri čemer pride do raztapljanja kovine. Pri nanašanju je prisotna ionska prevleka med konico in prevodno podlago, kjer se kovinski ioni reducirajo v kovino, mediator pa oksidira. Prednost načina povratne zanke pred direktnim načinom je, da se na konici ne formirajo mehurčki plina in ne pride do nalaganja kovine, ki spremeni obliko konice.

Preučevanje bioloških sistemov

Z uporabo SECM se lahko reakcije, ki vključujejo prenos naboja, preučuje na celicah, encimih, DNK in proteinih [4]. Na primer pri celicah se z načinom proizvodnje in zbiranja lahko s konico spremlja koncentracija in tok oksidantov ali reductentov, ki jih generirajo ali porabljajo celice, medtem ko način povratne zanke lahko poda topografijo celice ali njeno reaktivnost za redoksne reakcije. Pri encimih so raziskave koncentrirane na njihovo katalitsko aktivnost in sposobnost nalaganja na podlago v obliki mikro-vzorcev (angl. *micropatterning*).

3 SOUPORABA OBEH METOD

Medtem ko se SVET v elektrokemiji bolj ali manj uporablja za določanje porazdelitve katodnih in anodnih tokov v raztopini ali na površini elektrode, SECM dopolni rezultate s podatki o koncentracijah snovi, na primer koncentracije kisika in pH. V raziskavah se kombinacija obeh metod pojavi v dveh aplikacijah: preučevanje galvanske korozije in preučevanje premazov z defekti.

Galvanska korozija

Simoes s sodel. [3] je uporabil kombinacijo SVET in SECM za opazovanje lokalnih procesov na površini cinkove in železove elektrode, ko sta bili v prvem delu eksperimenta galvansko ločeni, v drugem delu pa povezani. Šlo je za opazovanje korozije v realnem primeru, brez polarizacije vzorcev. Izpostavljena površina vzorca je bila v obeh primerih 1 mm^2 v raztopini $0,1 \text{ M NaCl}$. Pri metodi SVET je bila uporabljena platinasta konica s premerom $20 \text{ }\mu\text{m}$, ki je vibrirala z

amplitudo prav tako $20 \text{ }\mu\text{m}$. Od površine vzorca je bila oddaljena $200 \text{ }\mu\text{m}$. Konverzija izmerjenih potencialov v gostoto toka na površini je bila izvedena po prvem postopku, opisanem v prejšnjem poglavju.

Pri SECM-metodi je bila uporabljena platinasta konica v obliki diska, premera $10 \text{ }\mu\text{m}$. Potencial konice je bil nastavljen na dovolj veliko negativno ali pozitivno vrednost, da je potekla želena reakcija. Metoda je delovala v načinu generacije na konici, zbiranja na podlagi, kjer se predpostavi, da je tok na konici omejen z difuzijo po enačbi (7). Hitrost izmerjenega toka je torej odvisna od koncentracije reaktantov, ki sodelujejo pri proizvodnji reductenta ali oksidanta. Prav z namenom merjenja koncentracije kisika in železovih ionov se v tem primeru SECM-metoda tudi uporablja.

Rezultati obeh metod so pokazali dobro ujemanje. Kjer je SVET izmeril visok anodni tok, je SECM pokazal višjo koncentracijo kovinskih ionov. V bližini katodnih tokov je bila manjša koncentracija kisika zaradi redukcije po enačbi (13). Pri merjenju nesklepljenih elektrod je cinkova elektroda imela bolj izrazito jamičasto korozijo, s čimer so se ujemale rezultati obeh metod. Po galvanski sklenitvi je cink deloval pretežno kot anoda in železo kot katoda. SECM-metoda se je v tem primeru za majhne oddaljenosti od površine izkazala za bolj občutljivo pri meritvah redukcije kisika na železu, medtem ko je bila SVET-metoda bolj občutljiva pri meritvah anodnih tokov na cinku. Tam je bil ob manjših oddaljenosti tok bolj izrazito lokaliziran, medtem ko je ob oddaljevanju elektrode od vzorca porazdelitev anodnega toka postala bolj enakomerna.

Zelo podobna raziskava je bila ponovljena [10] z uporabljenim manj agresivno raztopino $0,01 \text{ M NaCl}$ in drugimi razdaljami med konico in vzorcem. Ugotovitve so bile podobne. Ob galvanski sklenitvi je bila na cinku zaznana korozija, na železu pa je potekala redukcija kisika. Šele ko so avtorji približali SVET-elektrodo vzorcem in s tem izboljšali ločljivost, je metoda pokazala prisotnost jamičaste korozije na cinku in manjše katodno mesto. S tem so se rezultati SECM in SVET bolj točno ujemale.

Premazi

Za opazovanje lokalnih korozijskih aktivnosti poškodovanih in nepoškodovanih premazov sta bila SVET in SECM v kombinaciji uporabljena v dveh primerih.

Prvi primer je polimerni premaz, obogaten z magnezijem, ki katodno in fizično ščiti aluminij [11, 12]. V raziskavi sta bila narejena dva galvansko ločena vzorca iz aluminija v isti epoksidni masi. Eden je bil premazan z omenjenim premazom, drugi ne. Izpostavljena površina vsakega vzorca je bila 2 mm^2 v

0,35-odstotni $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ in 0,05-odstotni raztopini NaCl. SVET- in SECM-parametri so bili enaki kot v primeru galvanske korozije. Ena SVET-meritev površine je trajala približno 10 min, pri čemer se je merila mreža točk 20×20 . Po nekaj urah izpostave se je na površini nezaščitenega aluminija ustvarilo lokalno anodno mesto, preostali del elektrode je bil enakomerno katoden. Po galvanski sklenitvi s premazanim aluminijem, kar naj bi simuliralo poškodovan del na sicer zaščitenem aluminiju, je s časom anodno mesto začelo prehajati v katodno, dokler ni aluminij po treh urah od sklenitve postal popolnoma katoden.

Na drugi strani so se SECM-meritve izvedle nad aluminijevo in magnezijevo elektrodo. Kot prej se je merila koncentracija kisika na podlagi njegove redukcije po enačbi (13). Pred galvansko sklenitvijo obeh kovin je metoda pokazala skoraj konstantno koncentracijo kisika nad aluminijevo elektrodo. Po sklenitvi z magnezijem pa je blizu sredine elektrode koncentracija kisika močno upadla, kar nakazuje na potek katodne reakcije, s čimer so rezultati obeh metod skladni.

Drugi primer je uporaba SVET in SECM za ugotavljanje mikrostrukture in korozijske odpornosti polimernega premaza na zlitini magnezija [13]. Z metodo SVET so avtorji vsakih 30 min izmerili korozijske tokove na $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ veliki elektrodi, ki je bila čez polovico prekrita s prevleko. Uporabili so raztopino 0,01 M NaCl, platinasto konico, amplitudo $30 \mu\text{m}$ in frekvenco vibriranja 80 Hz. SECM je bil uporabljen v načinu proizvodnje na podlagi, zbiranja na konici, s konstantnim potencialom. Izmerjeni tok na konici je bil sorazmeren koncentraciji H_2 , ki je v dotiku z mikroelektrodo oksidiral. Poleg tega so SECM uporabili za meritve lokalnih koncentracij pH. Rezultati obeh metod so pokazali, da je kmalu po začetku izpostavitve del brez prevleke anoden, v 24 h pa je korozijski produkt prevleko uničil. Takrat so po vsej površini začele nastajati lokalne koncentracije anodnih tokov, medtem ko sta bila pH in H_2 relativno enakomerno porazdeljena po merjeni površini.

4 SKLEP

Tehnika vrstične vibrirajoče elektrode (SVET) je metoda za merjenje lokalnih potencialov v elektrolitu. Uporaba je omejena predvsem na korozijske raziskave, saj se da izmerjeni potencial preračunati v gostoto toka na površini podlage blizu elektrode. S tem se poda površinska porazdelitev anodnih in katodnih tokov. Po drugi strani vrstična elektrokemijska mikroskopija (SECM) meri izmenjavo naboja pri elektrokemijskih reakcijah in ima več aplikacij. V kombinaciji s SVET se uporablja za merjenje lokalnih koncentracij kisika ali pH, drugače pa se uporablja tudi za elektrokatalizo, jedkanje ali nanašanje materiala, merjenje topografije površine in merjenje lokalnih ionskih transportov v organizmih. Obe tehniki sta močno odvisni od oddaljenosti konice od opazovanega procesa, kar v večini primerov določa natančnost meritev. Metodi sta komplementarni in z meritvijo različnih fizikalnih količin podajata raziskovalcu skladne informacije o opazovanem procesu.

5 LITERATURA

- [1] P. Marcus, F. Mansfeld, *Analytical Methods in Corrosion Science and Engineering*, CRC Press, Boca Raton, 2006
- [2] H. S. Isaacs, *Corrosion Science*, 28 (1988), 547–558
- [3] A. M. Simões, A. C. Bastos, M. G. Ferreira, Y. González-García, S. González, R. M. Souto, *Corrosion Science*, 49 (2007), 726–739
- [4] P. Sun, F. O. Laforge, M. V. Mirkin, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 9 (2007), 802–823
- [5] A. J. Bard, F. R. F. Fan, J. Kwak, O. Lev, *Analytical Chemistry*, 61 (1989), 132–138
- [6] G. Wittstock, P. D. K. Wandelt, P. D. S. Thurgate, *Solid - Liquid Interfaces*, Springer Berlin Heidelberg, 2003
- [7] Q. Fulian, A. C. Fisher, G. Denuault, *The Journal of Physical Chemistry B*, 103 (1999), 4387–4392
- [8] D. H. Craston, C. W. Lin, A. J. Bard, *Journal of The Electrochemical Society*, 135 (1988), 785–786
- [9] D. Mandler, A. J. Bard, *Journal of The Electrochemical Society*, 136 (1989), 3143–3144
- [10] J. Izquierdo, L. Nagy, S. González, J. J. Santana, G. Nagy, R. M. Souto, *Electrochemistry Communications*, 27 (2013), 50–53
- [11] A. Simões, D. Battocchi, D. Tallman, G. Bierwagen, *Progress in Organic Coatings*, 63 (2008), 260–266
- [12] A. M. Simões, D. Battocchi, D. E. Tallman, G. P. Bierwagen, *Corrosion Science*, 49 (2007), 3838–3849
- [13] U. M. Tefashe, P. Dauphin-Ducharme, M. Danaie, Z. P. Cano, J. R. Kish, G. A. Botton, J. Mauzeroll, *Journal of The Electrochemical Society*, 162 (2015), C536–C544

DRUŠTVENE NOVICE

OBČNI ZBOR DRUŠTVA DVTS V 2016

Po strokovni ekskurziji v podjetje Odelo v Preboldu, ki ga je organiziralo naše društvo, je v sredo, 9. 11. 2016, ob 17. uri sledil občni zbor društva DVTS.

Občni zbor je bil v gostišču Grof na Vranskem. Udeležilo se ga je 26 članov društva. Dnevni red občnega zbora je bil: volitev delovnega predsedstva, potrditev dnevnega reda, poročila o preteklem delu društva, razprava o poročilih, razrešnica starim funkcionarjem in odboru, volitve novih organov društva, program dela v naslednjem odboru in razno. Občni zbor je vodilo delovno predsedstvo v sestavi doc. dr. Miha Čekada, mag. Andrej Pregelj in Miro Pečar. Zapisnikar je bil Aljaž Drnovšek.

Na občnem zboru je bilo predstavljeno delo v preteklem obdobju 2013–2016. Poročilo o aktivnostih DVTS v obdobju 2013–2016 je podal predsednik doc. dr. Janez Kovača. Finančno poročilo za obdobje 2013–2016 je predstavila blagajničarka doc. dr. Alenka Vesel. Poročilo nadzornega odbora je zaradi odsotnosti članov prebral predsednik delovnega predsedstva. Častno razsodišče, katerega predstavnica je prof. dr. Marta Klanjšek Gunde, je prebrala v svojem poročilu, da ni bilo nobenega primera, naslov-

ljenega na častno razsodišče. Vsa poročila so bila soglasno sprejeta. Soglasno so bili razrešeni funkcionarji in odbori, ki so delovali v obdobju 2013–2016.

Kandidacijska komisija je predstavila kandidate za predsednika društva, člane izvršnega odbora društva, člane častnega razsodišča in kandidate za člane nadzornega odbora v obdobju 2016–2019. Udeleženci občnega zbora so soglasno izvolili vse predlagane kandidate za vodstvo društva, ki so:

Predsednik društva: doc. dr. Janez Kovač

Izvršni odbor: doc. dr. Janez Kovač, doc. dr. Miha Čekada, prof. dr. Miran Mozetič, doc. dr. Alenka Vesel, dr. Matjaž Panjan, dr. Robert Rozman, doc. dr. Matjaž Godec, dr. Jože Gasperič, prof. dr. Franc Zupanič, dr. Gregor Primc, prof. dr. Monika Jenko, prof. dr. Marta Klanjšek Gunde, dr. Peter Panjan, mag. Andrej Pregelj, dr. Drago Resnik, dr. Ita Junkar, dr. Janez Šetina, Slavko Žižek in dr. Barbara Šetina - Batič

Nadzorni odbor: prof. dr. Uroš Cvelbar, Miro Pečar, Tatjana Filipič

Častno razsodišče: dr. Bojan Jenko, dr. Vincenc Nemanič, Marjan Drab



Slika: Občni zbor društva DVTS dne 9. 11. 2016 na Vranskem je vodilo delovno predsedstvo v sestavi doc. dr. Miha Čekada, mag. Andrej Pregelj in Miro Pečar. Na sliki je tudi novoizvoljeni predsednik društva Janez Kovač za obdobje 2016–2019, ki je društvo vodil že v obdobju 2013–2016.

Aktivnosti društva DVTS v obdobju 2013–2016

- Redna izdaja glasila Vakuumist v obsegu 3 ali 4 številke letno
- Junij 2013: organizacija 20. slovensko-hrvaškega znanstvenega srečanja »Vakuumska znanost in tehnika« v Jeruzalemu
- Avgust 2013: sodelovanje pri organizaciji svetovnega vakuumskega kongresa IVC-19 v Parizu
- Januar 2014: organizacija »9th EU-Japan joint symposium on plasma processing« v Bohinjski Bistrici
- Oktober 2014: sodelovanje pri organizaciji konference ICTF-16 v Dubrovniku
- Januar 2015: organizacija dvodnevnega vakuumskega tečaja z 22 udeleženci
- Januar 2015: organizacija »75th IUVSTA workshop on sheath phenomena in plasma processing of advanced materials« v Cerkljah na Gorenjskem
- Maj 2015: organizacija 22. slovensko-hrvaškega znanstvenega srečanja: »Vakuumska znanost in tehnika« v Osilnici
- April 2016: organizacija 1. srednjeevropske tematske delavnice o plazemskem kmetijstvu v Ljubljani
- Junij 2016: organizacija 16. združene vakuumske konference JVC-16 in 14. evropske vakuumske konference EVC-14 in 23. slovensko-hrvaškega znanstvenega srečanja »Vakuumska znanost in tehnika« v Portorožu
- Udeležba predstavnikov DVTS na ECM-sestankih zveze IUVSTA
- Strokovna ekskurzija v podjetje Odelo v Preboldu v novembru 2016
- Aktivnosti društva DVTS pri Elektrotehniški zvezi Slovenije
- Sodelovanje pri razstavi »Slovenska elektronika«
- Obnovljena spletna stran DVTS: www.dvts.si

Predsednik društva DVTS Janez Kovač je predstavil načrt dela za obdobje 2016–2019. Poudaril je nadaljevanje dosedanjih aktivnosti društva, kamor spadajo redno izdajanje časopisa »Vakuumist«, organizacija tečajev in strokovnih ekskurzij ter

organizacija tematskih delavnic in konferenc. Poudaril je tudi pomankanje strokovnih člankov za revijo Vakuumist in povečanje zanimanja za vakuumski tečaj iz industrije.

Doc. dr. Janez Kovač, predsednik DVTS

STROKOVNA EKSKURZIJA V PODJETJE ODELO V PREBOLDU

Naše društvo je v torek, 9. 11. 2016, organiziralo strokovno ekskurzijo v podjetje Odelo za člane in simpatizerje našega društva. Izleta se je udeležilo 27 udeležencev.

Podjetje Odelo v Preboldu deluje na področju izdelave avtomobilskih žarometov v Preboldu. V njem izdelujejo konstrukcijsko zahtevne in napredne luči za avtomobile znamk Mercedes, Audi, Volkswagen, BMW, Porsche, Ferrari, Rolls-Royce in druge. V podjetju Odelo nas je sprejel g. Damir Tehovnik, vodja proizvodnje. Na začetku obiska so nam gostitelji predstavili razvoj podjetja Odelo, njihov proizvodni program, kupce, pojem vitke proizvodnje, standarde za kakovost itd.

Podjetje je ustanovila družba Schefenacker leta 2005 na mestu, kjer je bila Tekstilna tovarna Prebold. Kasneje je družba kupila Bayraktarlar Holding A. S. s sedežem v Istanbulu, ki je eden vodilnih proizvajalcev avtomobilskih luči v Turčiji. Odelo danes zaposluje več kot 1000 delavcev in namerava povečati število zaposlenih za 30 % v naslednjih letih. Skupina ima v Nemčiji in Sloveniji pet obratov z 2000 zaposlenimi, slovenska tovarna je njihova največja. Podjetje Odelo v Preboldu razvija in proizvaja zapletene sisteme

zadnjih luči in LED-luči za avtomobilsko industrijo. Z neprestanimi inovacijami in uporabo najsodobnejših tehnologij (tudi vakuumskih) si zagotavlja vodilno vlogo v proizvodnji avtomobilskih zadnjih luči. V podjetju Odelo so prvi uvedli zadnjo luč z izključno LED-diodami. Večino svojih izdelkov podjetje Odelo dobavi nemški avtomobilski industriji – tu ima podjetje Odelo 20-odstotni tržni delež.

V njihovi proizvodnji je pomemben tehnološki korak tudi vakuumsko metalizacija luči, ki smo si jo pogloblje ogledali. Kot vakuumiste nas je predvsem zanimala vakuumsko tehnologija za pripravo tankih kovinskih plasti v žarometih. Plasti pripravljajo s kombinacijo plazemske aktivacije polimerne podlage, z napajanjem aluminija v vakuumu na to podlago in plazemskim nanosom zaščitne plasti polimera na aluminijevo plast. Metalizacijo luči izvajajo v velikih vakuumskih komorah. Pred eno od takih komor je nastala tudi skupinska slika udeležencev izleta.

Po obisku podjetja Odelo smo se ustavili še na popoldanskem kosilu v gostilni Grof na Vranskem, kjer je bil tudi občni zbor društva.

Doc. dr. Janez Kovač, predsednik DVTS



Slika: Udeleženci strokovne ekskurzije v podjetje Odelo v Preboldu dne 9. 11. 2016

DVAJSETI MEDNARODNI VAKUUMSKI KONGRES IVC-20 (22.–26. AVGUST 2016, BUSAN, JUŽNA KOREJA)

V mestu Busan na jugovzhodni obali Korejskega polotoka je od 22. do 26. avgusta 2016 potekal 20. mednarodni vakuumski kongres IVC-20. Kongres je organiziralo Vakuumsko društvo Južne Koreje, ki šteje več kot 2000 članov. Kongresu so bile pridružene še štiri druge konference, med njimi International Conference on Nanoscience and Technology (ICN+T 2016) in 16th International Conference on Solid Surfaces (ICSS-16).

Na kongresu je prejel nagrado IUVSTA za znanost za svoje življenjsko delo Jean-Marie Dubois za delo na področju kovinskih stekel, kvazikristalov in kompleksnih kovinskih zlitin. Omenimo naj, da je prof. Jean-Marie Dubois sodelavec in častni član Instituta »Jožef Stefan«, da smo na to nagrado še posebej ponosni in mu ob tem čestitamo. Dobitnik nagrade IUVSTA za tehnologijo je bil prof. Taeghwan Hyeon iz Južne Koreje za svoj prispevek k razvoju kovinskih oksidnih nanodelcev za medicinske aplikacije.

Kongres je potekal v 16 vzporednih sekcijah, ki so obsegala področja znanosti o površinah, nanoznanosti, tankih plasti, površinskih tehnologij, elektronskih materialov, znanosti o plazmi, vakuumske znanosti, bioloških aplikacij, razvoja novih tehnik ... Udeležilo se ga je okoli 1300 udeležencev, večinoma iz Južne Koreje, Kitajske in Japonske.

Na kongresu je bilo več kot 1000 predavanj in 500 predstavitev v obliki posterjev. Na kongresu je bilo veliko zanimivih znanstvenih predavanj ter predstavljeno mnogo posterjev z zanimivimi rezultati. Veliko prispevkov je bilo s področja optoelektronskih materialov, kot so LED- in OLED-zaslone, ki so jih predstavili predvsem raziskovalci iz Južne Koreje, kar izraža visok tehnološki razvoj, povezan s korejskimi podjetji Samsung in LG. Omenim naj, da izdelava

OLED-zaslonov vključuje številne postopke, ki vključujejo vakuumske tehnologije.

Kongresi IVC se prirejajo vsake tri leta, zadnja dva sta bila leta 2010 v Pekingu in 2013 v Parizu, naslednji pa bo leta 2019 v kraju Malmö na Švedskem. Več o kongresu IVC-20 je mogoče prebrati na spletnem naslovu www.ivc20.com.

doc. dr. Janez Kovač, predsednik DVTS



Slika 2: Nagrado IUVSTA za znanost je prejel Jean-Marie Dubois, sodelavec in častni član Instituta »Jožef Stefan«.



Slika 1: Mednarodni vakuumski kongres IVC-20 je bil letos v mestu Busan, ki je drugo največje mesto v Južni Koreji.



Slika 3: Na kongresu je bilo veliko razstavljalcev vakuumske opreme, še posebej iz vzhodne Azije.

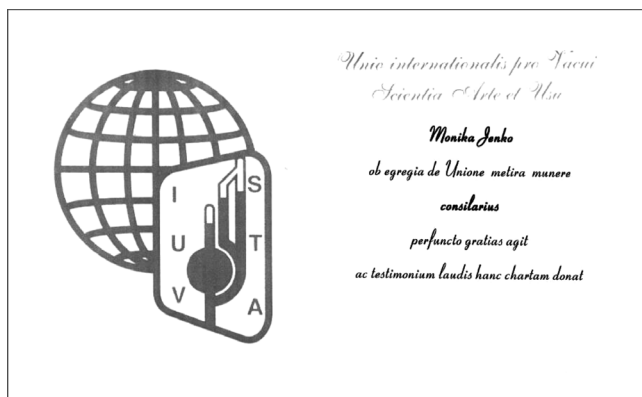
DEVETNAJSTA GENERALNA SKUPŠČINA TER 123. IN 124. SESTANEK IZVRŠNEGA ODBORA ZVEZE IUVSTA V JUŽNI KOREJI

Mednarodna zveza IUVSTA (*International Union for Vacuum Science, Technique and Applications*), katere polnopravni član je tudi Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, deluje v triletnih ciklih. Obdobje 2013–2016 se je končalo letos avgusta z 19. generalno skupščino, z njo pa se je začelo tudi naslednje obdobje. Letos je dogodek organiziralo korejsko društvo, skupaj z mednarodnim vakuumskim kongresom, ki prav tako poteka vsake tri leta.

Najprej je v kraju Gyeongju potekal 123. sestanek izvršnega odbora (Executive Council Meeting; 19.–21. 8. 2016), ki se ga je udeležilo 42 delegatov iz domala vseh držav članic zveze. Sestankov ECM in generalne skupščine sva se kot predstavnika DVTS udeležila doc. dr. Janez Kovač in prof. dr. Miran Mozetič. V obdobju 2013–16 je bil Miran Mozetič predsednik komiteja za izobraževanje. Na sestanku je poročal o aktivnostih odbora v triletnem obdobju, posebej pri pripravi tečajev, izobraževalnega gradiva in skupnih preglednih znanstvenih člankov. Predstavil je pobudo za organizacijo tematske delavnice o interakciji plazemsko obdelanega medija z biološkimi materiali. Izvršni odbor je soglasno potrdil organizacijo te specializirane delavnice, ki bo v marcu 2017 na Rogli (Slovenija).

Devetnajsta generalna skupščina zveze IUVSTA je bila 24. 8. 2016 v kraju Busan v Južni Koreji, kjer je potekal mednarodni vakuumski kongres IVC-20. Na skupščini je bilo izbrano in potrjeno novo vodstvo zveze IUVSTA, ki ga sestavljajo:

- Lars Montelius (predsednik, 2016–2019)
- Anouk Galtayries (bodoča predsednica)
- Mariano Anderle (pretekli predsednik, 2013–2016)



Slika 1: Zahvalna plaketa, ki jo je vodstvo mednarodne zveze IUVSTA podelilo naši članici Moniki Jenko za njen pomemben prispevek k delovanju te zveze v preteklih letih.

- Christoph Eisenmenger - Sittner (generalni tajnik)
- David Ruzic (znanstveni direktor)
- Andrej Vincze (znanstveni tajnik)
- François Reniers (blagajnik)
- Deborah O'Connell (zapisnikar)

Na skupščini sta bili sprejeti v polnopravno članstvo dve novi društvi iz Filipinov in Bolgarije. Potrdili smo tudi finančni načrt za prihodnje triletnje. Na generalni skupščini so bile podeljene tudi zahvalne plakete članom, ki so v preteklosti pomembno prispevali k delovanju te zveze. Plaketo je prejela tudi naša članica prof. dr. Monika Jenko za svoj dolgoletni prispevek pri delovanju IUVSTE. Izbran je bil tudi kraj vakuumskega kongresa IVC-22 v letu 2022, ki bo na Japonskem v mestu Sapporo. Skupni predlog konzorcija osmih evropskih vakuumskih društev (med njimi tudi slovenskega društva), da bi bil kongres IVC-22 v Edinburghu na Škotskem, ni dobil zadostne podpore. Naslednji vakuumski kongres IVC-21 bo leta 2019 v kraju Malmö na Švedskem.

V Busanu je bil 25. 8. 2016 sestanek izvršnega odbora ECM-124 v novi zasedbi. Novi predsednik Lars Montelius je imenoval predsedujoče komitejev za obdobje 2016–19. Miran Mozetič je bil imenovan za predsednika odbora za izobraževanje.

Naslednji sestanek izvršilnega odbora ECM-125 bo organiziralo naše vakuumsko društvo od 10. do 12. marca 2017 na Rogli.

Doc. dr. Janez Kovač, prof. dr. Miran Mozetič



Slika 2: Predsedniki zveze IUVSTA: Mariano Anderle na levi je bil dosedanji predsednik (2013–2016), Lars Montelius na sredini je sedanji predsednik in Anouk Galtayries na desni bo bodoča predsednica.



Slika 3: V kraju Gyeongju je potekal 123. sestanek izvršnega odbora zveze IUVESTA (Executive Council Meeting; 19.–21. 8.), ki se ga je udeležilo 42 delegatov iz domala vseh držav članic zveze.



Slika 4: Slovensko vakuumsko društvo je predstavljal njegov predsednik doc. dr. Janez Kovač.

SPOROČILO ZA JAVNOST

Pfeiffer Vacuum predstavlja novo rotacijsko črpalko z magnetnimi ležaji Duo 11 ATEX

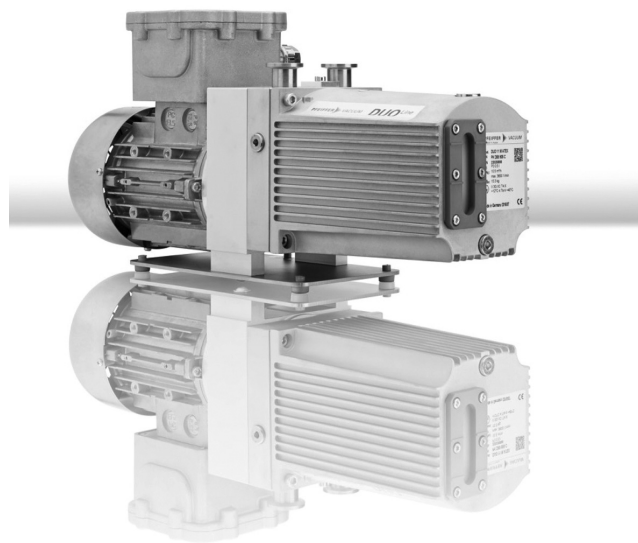
Asslar, Nemčija, 28. september 2016. Rotacijsko črpalko Duo 11 ATEX, ustrezno direktivi ATEX (2014/34/EU), je Pfeiffer Vacuum razvil za procese, ki potekajo v potencialno eksplozivnih atmosferah, ter za črpanje eksplozivnih plinov in par. Zato ustreza najstrožjim zahtevam zaščite pred eksplozijo.

Certifikat ATEX obsega zahteve tako za notranjost kot zunanost črpalke. Črpalka Duo 11 ATEX je certificirana kot oprema kategorije 3G temperaturnega razreda T4. Uporabljamo jo lahko za črpanje vseh plinov do vključno eksplozijske skupine IIC.

Črpalna hitrost pri 50 Hz je 9 m³/h, pri 60 Hz pa 10,5 m³/h. Črpalka Duo 11 ATEX je opremljena z magnetnimi ležaji brez trenja, zato ne potrebuje tesnil kot druge rotacijske črpalke. Magnetni ležaji omogočajo pomembno dodatno varnost v eksplozivnih atmosferah: ker tesnil ni, plin iz črpalke ne more uhajati skozi morebitno okvarjeno tesnilo.

Oprema, varna pred eksplozijo, je pomembna v različnih aplikacijah: potencialno eksplozivne pline se namreč uporablja v različnih industrijskih procesih. Atmosfere nevarnih plinov najdemo pri znanstvenih

eksperimentih, različnih proizvodnih procesih, v biotehnologiji in kemijskih laboratorijih. Naprave za polnjenje plinov so prav tako občutljive za eksplozijo. Novo Pfeifferjevo vakuumsko črpalko Duo 11 ATEX lahko uporabimo v vseh teh primerih.



Slika: Pfeifferjeva vakuumsko rotacijska črpalka z magnetnimi ležaji, ki ima certifikat ATEX

PREGLED KONFERENC V LETU 2017

44th International conference on metallurgical coatings & thin films – ICMCTF 2017

24.–28. april 2017, San Diego, ZDA
 (rok za povzetek: 1. oktober 2016)
www2.avs.org/conferences/icmctf

European materials research society spring meeting – EMRS

22.–26. maj 2017, Strasbourg, Francija
 rok za povzetek: 18. januar 2017
www.emrs-strasbourg.com

Mednarodni znanstveni sestanek Vakuumska znanost in tehnika

Hrvaško-slovensko srečanje vakuumistov
 maj/junij 2017, Hrvaška
 rok za povzetek: april/maj 2017
cro-vacuum.hr (domača stran društva)

Eighth international conference on fundamentals and industrial applications of HIPIMS 2017

13.–14. junij 2017, Braunschweig, Nemčija
 rok za povzetek: 31. januar 2017
extra.shu.ac.uk/hipimsconference/

21st International conference on solid state ionics

18.–23. junij 2017, Padova, Italija
 rok za povzetek: 6. februar 2017
www.chimica.unipd.it/ssi21/index.html

21st International colloquim on plasma processes – CIP 2017 / 5th magnetron, ion processing & arc technologies European conference – MIATEC 2017

26.–30. junij 2017, Nica, Francija
 rok za povzetek: 19. marec 2017
<http://www.cip-miatec.com>

13th Coatings science international – COSI 2017

26.–30. junij 2017, Noordwijk, Nizozemska
 (rok za povzetek: 16. december 2016)
www.coatings-science.com

The 14th international symposium on sputtering & plasma processes

5.–7. julij 2017, Kanazawa, Japonska
 rok za povzetek: 16. januar 2017
issp2017.org

International conference on phenomena in ionized gases – ICPIG 2017

9.–14. julij 2017, Lizbona, Portugalska
 rok za povzetek: 3. marec 2017
icpig2017.tecnico.ulisboa.pt

23rd International symposium on plasma chemistry – ISPC 23

30. julij–4. avgust 2017, Montreal, Kanada
 rok za povzetek: 1. februar 2017
ispc23.com

33rd European Conference on Surface Science – ECOSS-33

27. avgust–1. september 2017, Szeged, Madžarska
 rok za povzetek: 30. april 2017
www.ecoss2017.org

68th Annual meeting of the International society of electrochemistry

27. avgust–1. september 2017, Providence, ZDA
 rok za povzetek: 15. marec 2017
annual68.ise-online.org

28th International conference on diamond and carbon materials

3.–7. september 2017, Göteborg, Švedska
 rok za povzetek: 24. marec 2017
www.diamond-conference.elsevier.com

20th International corrosion congress – EUROCORR 2017

3.–7. september 2016, Praga, Češka
 rok za povzetek: 17. januar 2017
www.eurocorr.org

19th annual conference YUCOMAT 2017

4.–8. september 2017, Herceg Novi, Črna gora
 rok za povzetek: 1. maj 2017
www.mrs-serbia.org.rs/index.php/yucomat-2017m

European congress and exhibition on advanced materials and processes – EUROMAT 2017

17.–22. september 2017, Solun, Grčija
 rok za povzetek: 31. januar 2017
euromat2017.fems.eu

European materials research society fall meeting – EMRS

18.–21. september 2017, Varšava, Poljska
 (rok za povzetek: 31. oktober 2016)
www.emrs-strasbourg.com

17th European conference on applications of surface and interface analysis – ECASIA 2017

24.–29. september 2017, Montpellier, Francija

rok za povzetek: 31. marec 2017

www.ecasia2017.com**25. konferenca o materialih in tehnologijah**

16.–19. oktober 2017, Portorož, Slovenija

rok za povzetek: poleti 2017

www.imt.si (domača stran inštituta)**53rd International conference on microelectronics, devices and materials – MIDEM 2017**

s pridruženimi delavnici »Materials for energy conversion and their applications: Electrocalorics and Thermoelectrics«

4.–6. oktober 2017, Ljubljana, Slovenija

rok za povzetek: 1. maj 2017

www.midem-drustvo.si/conf2017/**17th International conference on innovations in thin film processing and characterization – ITFPC 2017**

23.–27. oktober 2017, Nancy, Francija

rok za povzetek: 30. april 2017

www.itfpc.com**17th International conference on thin films – ICTF17**

13.–17. november 2017, New Delhi, Indija

rok za povzetek: 10. februar 2017

www.ivsnet.org/ictf/ICTF17**15th International conference on reactive sputter deposition – RSD 2017**

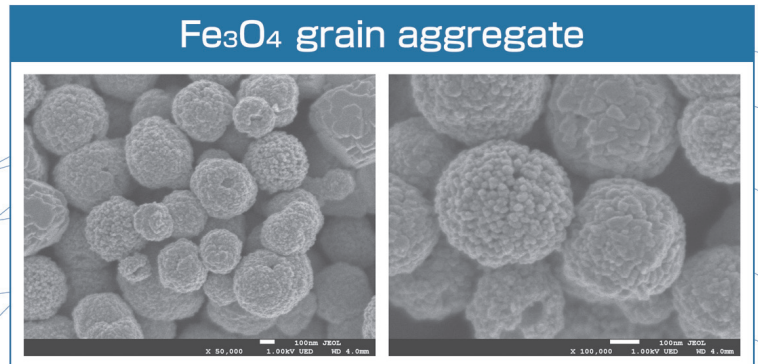
4.–6. december 2017, Plzen, Češka

rok za povzetek: jeseni 2017

vs08154.virtualserver.priorweb.be/index.php?p=93

Ultimate Analysis Tool Applicable for Wide Research Field

Thermal Field Emission Scanning Electron Microscope JSM-7800F



Photograph : Courtesy of WPPI-AIMR
Dr. Takanari Togashi
WPPI-AIMR = Tohoku University

Our super hybrid objective lens enables researchers to approach to the Nano World further. This objective lens can provide high resolution at a very low electron energy which is inevitable for nano structure observation of specimen surface. Our super hybrid objective lens enables high magnification observation and analysis even for magnetic material.

Ultimate Resolution

Our super hybrid objective lens provides high resolution of 0.8nm (15kV), 1.2nm(1kV). High performance electron optical system with built-in Gentle Beam displays fine structure of specimen surface. The distribution of composition can be observed at a low voltage of 0.5kV.

High Speed and High Accuracy Analysis

Our Aperture Angle Optimization Lens enables small electron probe diameter even if electric current is increased. By using large electric current, short time analysis is possible without degrading the quality of analysis accuracy or elemental map. Use of various analytical instruments such as EDS, WDS, and EBSD is possible. As the EBSD pattern with little distortion is possible to obtain, highly accurate crystal orientation analysis is possible.

Stable High Performance Data by Highly Stable Electron Probe

Thanks to in-lens thermal field emission electron source, electron probe which is stable for a long time can be obtained. High performance can be always possible. It is not necessary to wait until probe current becomes stable. Easy comparison of data obtained by several users, or data obtained on different day is possible.

High Performance for Any Kind of Specimen

Our super hybrid objective lens does not cause magnetic field at the analysis position. This can provide observation and analysis of magnetic materials at high magnification. Observation of non-conductive specimen can be easily done.