

Oznaka poročila: ARRS-RPROJ-ZP-2015/10



ZAKLJUČNO POROČILO RAZISKOVALNEGA PROJEKTA

A. PODATKI O RAZISKOVALNEM PROJEKTU

1. Osnovni podatki o raziskovalnem projektu

Šifra projekta	J2-4237
Naslov projekta	Elektronska mikroskopija in mikroanaliza materialov na submikrometrski skali
Vodja projekta	15597 Zoran Samardžija
Tip projekta	J Temeljni projekt
Obseg raziskovalnih ur	7560
Cenovni razred	
Trajanje projekta	07.2011 - 06.2014
Nosilna raziskovalna organizacija	106 Institut "Jožef Stefan"
Raziskovalne organizacije - soizvajalke	276 Cinkarna, metalurško-kemična industrija, d.d.
Raziskovalno področje po šifrantu ARRS	2 TEHNIKA 2.04 Materiali
Družbeno-ekonomski cilj	13.02 Tehnološke vede - RiR financiran iz drugih virov (ne iz SUF)
Raziskovalno področje po šifrantu FOS	2 Tehniške in tehnološke vede 2.05 Materiali

B. REZULTATI IN DOSEŽKI RAZISKOVALNEGA PROJEKTA

2. Povzetek raziskovalnega projekta¹

SLO

Razvili in implementirali smo napredne metode visokoločljivostne vrstične elektronske mikroskopije (FEGSEM) in elektronske mikroanalize (EPMA) z energijsko-disperzijsko (EDS) in valovno-disperzijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov (WDS), ki so bile optimizirane za preiskave morfologije in kemijske sestave materialov na submikrometrski skali. Pri

raziskovalnem delu smo posebno pozornost namenili (i) razumevanju in študiju fizike interakcije nizkoenergijskih primarnih elektronov ($E < 10$ keV) s trdno snovjo, (ii) testiranju in aplikaciji različnih fizikalnih modelov za porazdelitve vzbujenega rentgenskega sevanja v preiskovanih materialih ter (iii) načrtovanju in določanju optimalnih analitskih pogojev za vsak material posebej z uporabo ab-initio izračunov in simulacij Monte Carlo. Specifične težave, ki so prisotne pri spektroskopiji nizkoenergijskih rentgenskih žarkov (absorpcija, interference oziroma prekrivanje vrhov, pomanjkljivost podatkov za L- in M-spektralne črte, nenatančnost masnih absorpcijskih koeficientov), smo rešili s podrobno optimizacijo spektroskopskih meritev z EDS in/ali WDS, z uporabo primernih in ustrezno pripravljenih referenčnih materialov/standardov ter z izbiro najboljših matričnih korekcijskih metod za kvantitativno mikroanalizo, ki temeljijo na izpopolnjenih fizikalnih modelih porazdelitvene funkcije PhiRoZ. V končni fazi smo tako pridobili izpopolnjene in preverjene analitske postopke, ki so zagotovili verodostojne in točne analize elementne sestave preiskovanih materialov z doseženo dejansko submikrometrsko analitsko ločljivostjo.

Za realizacijo programa dela smo uporabljali najsodobnejšo vrhunsko analitsko opremo s področja visokoločljivostne vrstične elektronske mikroskopije (FEGSEM) in elektronske mikroanalize (EPMA-EDS, WDS), ki se nahaja na Institutu "Jožef Stefan". V okviru projektnih aktivnosti smo opravili naslednje raziskave: (i) karakterizacijo tankih plasti na osnovi Co-Pt in Fe-Pd, (ii) karakterizacijo zaščitnih nano-prevlek na kostnih vsadkih, (iii) analize morfologije in fazne sestave nanopalčk Co-Pt in Fe-Pd, (iv) določanje morfoloških značilnosti nanodelcev TiO_2 in ZnO in (v) elementne analize reakcijskih plasti v dopiranih magnetih Nd-Fe-B. Za sodelavce pri projektnem partnerju Cinkarna Celje smo organizirali strokovno izobraževanje, prenos znanja ter praktično usposabljanje pri uporabi naprednih analiznih metod FEGSEM/EDS.

Rezultati raziskav so omogočili izvajanje natančnih preiskav morfologije in kemijske sestave materialov v nano-pojavnih oblikah oziroma pridobitev verodostojnih, natančnih in točnih kvantitativnih elementnih analiz materialov na submikrometrskem nivoju. Dosežki raziskovalcev projektne skupine so bili predstavljeni v številnih objavljenih znanstvenih publikacijah ter predstavitvah na domačih in mednarodnih konferencah.

ANG

We have developed and implemented the advanced methods of high-resolution scanning electron microscopy (FEGSEM) and electron-probe microanalysis (EPMA) with energy-dispersive (EDS) and wavelength-dispersive X-ray spectroscopy (WDS). These methods were optimized for the investigation of morphology and chemical composition of materials at sub-micrometer scale. In the research work we paid special attention to (i) understanding and studying the physics of interaction of low-energy primary electrons ($E < 10$ keV) with a solid matter, (ii) testing and application of various physical models for the distribution of X-rays excited in the investigated materials, and (iii) planning and determining the optimum analytical conditions for each material separately using ab-initio calculations and Monte Carlo simulations. Specific problems that are present in the low-energy X-ray spectroscopy (absorption, interferences or overlapping peaks, incomplete database for the L- and M spectral lines, imprecision of mass absorption coefficients) were solved with a detailed optimization of spectroscopic measurements with EDS and/or WDS, with use of appropriate and adequately prepared reference materials/standards and by selecting the best matrix correction methods for quantitative microanalysis based on advanced physical models of the distribution function PhiRoZ. In this way, we ultimately acquire sophisticated and proven analytical techniques that provide reliable and accurate analysis of the elemental composition of the investigated materials with actually achieved submicrometer analytical resolution.

For the realization of the program of work we used the modern, superior analytical equipment in the field of high-resolution scanning electron microscopy (FEGSEM) and electron-probe microanalysis (EPMA - EDS, WDS), which is located at the Jožef Stefan Institute. In the context of project activities we have done the following research: (i) characterization of thin films based on Co-Pt and Fe-Pd, (ii) characterization of protective nano-coatings on bone implants, (iii) the analyses of the morphology and phase composition of Co-Pt and Fe-Pd nanorods, (iv) investigation of the morphology of TiO_2 and ZnO nanoparticles, and (v) elemental analysis of the reaction layers in doped Nd-Fe-B magnets. For project co-workers from the partner Cinkarna Celje we have organized professional education, knowledge transfer and practical training related to the use of advanced analytical methods FEGSEM/EDS.

The results of the research made it possible to perform detailed investigation of morphology and chemical composition of materials in nano-forms and to achieve reliable, precise and accurate quantitative elemental analyses of the materials at submicrometer scale. The achievements of the project team of researchers were presented in numerous published scientific articles and presentations at domestic and international scientific conferences.

3. Poročilo o realizaciji predloženega programa dela na raziskovalnem projektu²

V okviru programa dela na projektu smo razvili in implementirali napredne metode visokoločljivostne vrstične elektronske mikroskopije (FEGSEM) in elektronske mikroanalize (EPMA) z energijsko-disperzijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov (EDS) in valovno-disperzijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov (WDS). Metode so bile modificirane in optimizirane za izvajanje preiskav morfologije in kemijske sestave materialov na submikrometrski skali. Za ustrezno in pravilno uporabo metod mikroanalize na "submikro" ali "nano" skali je potrebno popolno poznavanje fizike interakcije elektronov s trdno snovjo in obvladanje celotne eksperimentalne problematike tovrstne kvantitativne elektronske mikroanalize, ki jo izvajamo pri nizkih energijah primarnih elektronov (< 10 keV). Zato smo pri raziskovalnem delu posebno pozornost namenili (i) razumevanju in študiju interakcije nizkoenergijskih elektronov s trdno snovjo, (ii) testiranju in aplikaciji različnih fizikalnih modelov za porazdelitve vzbujenega rentgenskega sevanja v preiskovanih materialih ter (iii) načrtovanju in določanju optimalnih analitskih pogojev za vsak material posebej z uporabo ab-initio izračunov in simulacij Monte Carlo. Specifične težave, ki so prisotne pri spektroskopiji nizkoenergijskih rentgenskih žarkov (močna absorpcija, spektralne interference in prekrivanje vrhov, pomanjkljive podatkovne baze za L- in M- spektralne črte, nenatančnost masnih absorpcijskih koeficientov), smo rešili s podrobno optimizacijo spektroskopskih meritev z EDS in/ali WDS, z uporabo primernih in ustrezno pripravljenih referenčnih materialov/standardov ter z izbiro najboljših matričnih korekcijskih metod za kvantitativno mikroanalizo, ki temeljijo na izpopoljenih fizikalnih modelih porazdelitvene funkcije PhiRoZ, kot je na primer model XPP. Ugotovitve, ki smo jih pridobili iz modeliranja in simulacij smo uporabili kot vhodne parametre za nadaljnjo optimizacijo spektroskopskih meritev na vzorcih. Na ta način smo v končni fazi pridobili izpopolnjene in preverjene analitske postopke, ki so zagotovili verodostojne in točne analize elementne sestave preiskovanih materialov na submikrometrskem nivoju. Za izvajanje projektnih aktivnosti smo uporabljali najsodobnejšo vrhunsko analitsko opremo s področja visokoločljivostne vrstične elektronske mikroskopije (FEGSEM) in elektronske mikroanalize (EPMA-EDS,WDS), ki se nahaja na Institutu "Jožef Stefan" (IJS) ter delno tudi opremo (FEGSEM/EDS) pri projektnem partnerju Cinkarna Celje.

Preiskovali smo različne nanostrukturne materiale, ki so bili predmet raziskav na Odseku za nanostrukturne materiale IJS, kot so: submikrometrsko tanke feromagnetne plasti in nanopalčke na osnovi zlitin Co-Pt in Fe-Pd, nanodelci TiO₂, reakcijske difuzijske plasti v dopiranih permanentnih magnetih na osnovi Nd-Fe-B, nanodelci in keramika na osnovi ZnO, ter materiale na osnovi nanodelcev anatasa in rutila, ki so bili narejeni pri partnerju Cinkarna Celje. Za sodelavce iz Cinkarne, ki so bili vključeni v ta projekt, je bilo organizirano strokovno izobraževanje, prenos znanja ter praktično usposabljanje pri uporabi naprednih analitskih metod FEGSEM/EDS.

Rezultati raziskav so omogočili natančne preiskave morfologije in kemijske sestave materialov v nanopojavnih oblikah oziroma pridobitev verodostojnih, natančnih in točnih kvantitativnih elementnih analiz materialov na submikrometrskem nivoju. Dosežki raziskovalcev projektne skupine so bili predstavljeni v številnih znanstvenih publikacijah in predstavitvah na domačih in mednarodnih konferencah.

Realizacija programa dela po predvidenih aktivnostih

1. Karakterizacija tankih plasti na osnovi Co-Pt in Fe-Pd

Na izbranih vzorcih tankih plasti Co-Pt in Fe-Pd smo raziskovali vpliv procesnih parametrov elektrodepozicije na morfologijo in kemijsko sestavo plasti z namenom pridobitve zanesljivih kvantitativnih podatkov za določanje korelacije med morfologijo, sestavo plasti in njihovimi fizikalnimi lastnosti. Z visokoločljivostno FEGSEM mikroskopijo smo raziskovali morfologijo površine plasti pri visokih povečavah do 100.000x, iz posnetkov prelomnih površin plasti pa smo tudi pridobili informacijo o debelini plasti. Ugotovili smo, da gre za nanostrukturne plastne strukture z velikostjo osnovnih delcev okrog 10-30 nm ter z debelinami plasti od 50 nm do 200 nm. Zaradi zapletene večplastne nanostrukture CoPt(FePd)-Au-Cr, ki je bila narejena na podlagi iz SiO₂, je za analizo kemijske sestave plasti z metodami EDS in/ali WDS bila potrebna posebna optimizacija, ki omogoča submikrometrsko oziroma nanometrsko analitsko ločljivost. Na osnovi simulacij Monte Carlo, ki smo jih naredili za primarne energije elektronov od 4 do 8 keV, smo določili najboljše eksperimentalne parametre za nizkonapetostno EDS (LVEDS) elementno analizo tankih plasti, in sicer: Co-Pt pri 6 keV in Fe-Pd pri 6,5 keV, pri čemer je bila globina eksitacije rentgenskih žarkov za nizkoenergijske spektralne črte Co-L, Pt-M, Fe-L in Pd-

L med 80 nm in 120 nm. S tem smo zmanjšali analitsko prostorsko in lateralno ločljivost na ekvivalentno sfero premera največ 150 nm, kar je neposredno omogočilo, da določimo sestavo plasti na submikrometrski skali. Za primerjavo in vrednotenje zanesljivosti in konvergence kvantitativnih rezultatov smo analizirali Fe-Pd plasti še z implementacijo posebne metode konvencionalne mikroanalize tankih plasti pri različnih energijah primarnih elektronov in z *off-line* kvantifikacijo (TFA). Rezultati analiz LVEDS in TFA so bili popolnoma konsistentni za plasti z debelino $d > 80$ nm, medtem ko so bile TFA-analize bolj zanesljive in točne pri ultratankih vzorcih ($d < 70$ nm). V tem primeru je bilo odstopanje rezultatov LVEDS relativno majhno in znotraj relativne merilne negotovosti $\pm 10-15$ %. Rezultate analiz tankih plasti smo predstavili na konferenci MCEM 2011, Italija (COBISS-25021735) ter v revijah *Materials in Tehnologije* 5/2013 (COBISS-27199783) in *Journal of electroanalytical chemistry* 738/2015 (COBISS-28199975).

2. Karakterizacija zaščitnih nano-prevlek na kostnih vsadkih

Analizirali smo površino in mikrostrukturo prečnih prerezov kovinskih kostnih vsadkov, narejenih iz zlitine Ti6Al4V, ki so bili prevlečeni z zaščitnimi nano-prevlekami iz hidroksiapatita $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ in z nanodelci iz titanovega oksida (TiO_2). Z uporabo mikroskopije FEGSEM pri izredno visokih povečavah (do 300.000x) in s komplementarno metodo mikroskopije na atomsko silo (AFM) smo raziskovali obliko in velikost nanodelcev v prevlekah, hrapavost površin ter adhezijo in prisotnost morebitnih reakcijskih produktov, ki nastanejo med prevleko in kovinsko površino.

3. Analiza morfologije in fazne sestave nanopalčk Co-Pt in Fe-Pd

Nanopalčke oziroma nanožice na osnovi zlitin Co-Pt in Fe-Pd so bile sintetizirane z metodo elektrodepozicije z uporabo šablon iz nanoporoznih polimernih membran in Al_2O_3 membran. Zaradi specifičnosti postopka izdelave so bile nanožice z vidika elektronske mikroanalize nepravilne (zakrivljene) geometrije. Tipični vzorci so bile žičke premera do 200 nm in dolžine 3-10 mikrometrov. V tem primeru smo se odločili za uporabo optimizirane nizkonapetostne LVEDS kvantitativne analize. Pri tem ima pomembno vlogo, poleg nastavitve energije in toka elektronov, tudi izbira lege nanopalčk oziroma njihova relativna orientacija proti EDS-SDD detektorju. Z ustrezno orientacijo so bili rezultati EDS analiz ponovljivi in točni. Z doseženo dejansko nanometrsko analitsko ločljivostjo (≈ 150 nm) smo lahko preiskovali tudi morebitne variacije (gradiente) sestave nanožic po njihovi dolžini in ovrednotili njihovo homogenost. Rezultate analiz nanožic/nanopalčk smo predstavili v prispevkih na konferencah SLONANO 2011 (COBISS-25217319), EUROMAT 2011, Francija (COBISS-25068583), SLONANO 2012 (COBISS-26247463), Konferenca o materialih in tehnologijah 2012, Portorož (COBISS-26192423), INTERMAG 2012, Kanada (COBISS-25798951) ter Microscopy Conference 2013, Nemčija (COBISS-26980903). V letu 2014 je bil objavljen znanstveni članek v reviji *Journal of alloys and compounds* (COBISS-27644199).

4. Določanje morfoloških značilnosti nanodelcev TiO_2 in ZnO

Preiskovali smo praškaste materiale, ki vsebujejo nanodelce TiO_2 in ZnO. Za ta namen smo uporabili in primerjali dva vrhunška FEGSEM-mikroskopa, in sicer: JEOL JSM-7600F na Institutu "Jožef Stefan" in Zeiss Sigma VP pri projektnem partnerju Cinkarna Celje. Poleg preiskav morfologije delcev smo dodatno analizirali teksturiranost tankih plasti ZnO-keramike z metodo EBSD. Po optimizaciji parametrov mikroskopije smo lahko opazovali 5-10 nm velike osnovne nanodelce pri izredno visokih povečavah, celo do 500.000-krat. Najboljše visokoločljivostne posnetke smo dobili z t.i. "in-lens" načinom detekcije sekundarnih elektronov. Primerjali smo različne načine priprave vzorcev in vpliv naprševanja prevodnih plasti (C, Au, Au-Pd, Pt) na kakovost in končno ločljivost mikroskopskih slik oziroma na vidnost osnovnih nanodelcev. Kot komplementarno metodo smo uporabili še presevno mikroskopijo v vrstičnem elektronskem mikroskopu (STEM). Priprava vzorcev za STEM je enostavna, vendar moramo upoštevati, da elektronski curek z visoko energijo (30 keV) lahko poškoduje in/ali spremeni nanodelce pri neposrednem opazovanju. Preiskovali smo tudi vpliv zunanjih motenj iz okolice (elektromagnetnih, mehanskih) v industrijski coni Cinkarne na stabilnost delovanja elektronskega mikroskopa. Rezultate smo predstavili v prispevku na Konferenci o materialih in tehnologijah 2012, Portorož (COBISS-26193447), v znanstvenih publikacijah v revijah *Advanced functional materials* 2012 (COBISS-25764903), *Acta chimica slovenica* 2014 (COBISS-18903605) in *Materials in Tehnologije* 1/2015 (COBISS-28405543).

5. Elementna analiza reakcijskih plasti v dopiranih magnetih Nd-Fe-B

Na Oddelku za nanostrukturne materiale IJS smo modificirali anizotropne sintrane magnetne na osnovi faze $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ s postopkom difuzije terbjia po mejah med zrni sintrane matrice Nd-Fe-B. Kot posledica difuzije Tb so nastale v dopiranih magnetih reakcijske faze na osnovi (Nd,Tb)-Fe-B, ki so bile jasno vidne na BSE-FEGSEM-posnetkih kot t.i. "core-shell" strukture. Ugotovili smo, da se debelina reakcijskih plasti na površini matričnih zrn $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ zmanjšuje proti sredini magneta in znaša od nekaj 10 nm do 1-2 um na robovih dopiranega magneta. Cilj raziskav je bil določiti mikrostrukturno porazdelitev in točno kemijsko sestavo takšnih submikrometrskih reakcijskih plasti. Zaradi specifične kombinacije elementov so glavne težave pri EDS-analizi elementov Nd, Fe in Tb večkratno prekrivanje vrhov spektralnih črt Nd-L, Fe-K in Tb-L. Zato je kvantitativna analiza EDS-spektrov z uporabo omenjenih analitskih črt netočna. To težavo smo rešili na dva načina: (i) z valovno disperzijsko spektroskopijo (WDS) "standardnih" spektralnih črt Nd-L, Tb-L in Fe-K, ob podrobni optimizaciji spektroskopskih meritev pri napetosti 12 kV in (ii) z nizkonapetostno SEM/EDS analizo "nestandardnih" nizkoenergijskih spektralnih črt Nd-M, Tb-M in Fe-L pri napetosti 5 kV, s katero smo dosegli submikrometrsko (150 nm) analitsko ločljivost. Ugotovili smo, da sestava reakcijskih plasti ustreza formuli $(\text{Nd}_x\text{Tb}_{1-x})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ z ravnotežno koncentracijo pri $x=0,5$ oziroma z atomskim razmerjem Nd/Tb=1. Koercitivnost dopiranih magnetov je bila bistveno povečana, za $\approx 30\%$, medtem ko je vrednost remanence ostala enaka kot pri nedopiranih magnetih. Rezultate EDS in WDS kvantitativnih analiz Nd-Fe-B magnetov, dopiranih s Tb smo objavili v reviji *Materials Characterization* 2012 (COBISS-25799207). Rezultate podrobne študije kvantitativne nizkonapetostne EDS-analize dopiranih Nd-Fe-B magnetov smo predstavili na mednarodni konferenci EMAS 2013, Portugal (COBISS-26740007). Dosežke raziskav core-shell struktur smo predstavili v prispevku na konferenci IMC 2014, Češka (COBISS-28090407).

4. Ocena stopnje realizacije programa dela na raziskovalnem projektu in zastavljenih raziskovalnih ciljev³

V okviru realizacije raziskovalnega dela na projektu smo razvili in implementirali napredne metode visokoločljivostne vrstične elektronske mikroskopije (FEGSEM) in elektronske mikroanalize z energijsko-disperzijsko (EDS) in valovno-disperzijsko (WDS) spektroskopijo rentgenskih žarkov za karakterizacijo materialov na submikrometrski skali. Uporabili smo znanja iz fizike interakcije elektronov s trdno snovjo, ab-initio izračune ter simulacije Monte Carlo za načrtovanje in določanje optimalnih eksperimentalnih parametrov za EDS in WDS spektroskopske meritve. Vpeljali smo nove postopke nizkonapetostne elektronske mikroanalize s spektroskopijo nizkoenergijskih spektralnih črt, ki omogočajo, da pridobimo točno in zanesljivo kvantitativno analizo kemijske sestave materialov s submikrometrsko analitsko ločljivostjo. V okviru projektnih aktivnosti smo opravili naslednje raziskave: (i) karakterizacijo tankih plasti na osnovi Co-Pt in Fe-Pd, (ii) karakterizacijo zaščitnih nano-prevlek na kostnih vsadkih, (iii) analize morfologije in fazne sestave nanopalčk Co-Pt in Fe-Pd, (iv) določanje morfoloških značilnosti nanodelcev TiO_2 in ZnO in (v) elementne analize reakcijskih plasti v dopiranih magnetih Nd-Fe-B. Poleg tega smo dodatno implementirali analitsko metodo difrakcije povratno sipanih elektronov (EBSD) za mikrokristalografske analize teksture tankih plasti ZnO ter za preiskave kvazikristalov v določenih kompleksnih kovinskih zlitinah.

Kot vodja projekta sem večkrat obiskal laboratorij za elektronsko mikroskopijo pri projektne partnerju Cinkarna Celje, kjer smo izvajali načrtovano raziskovalno delo na področju preiskav zelo finih prahov nanodelcev anatasa in rutila, mikrostrukturne analize zlitin na osnovi Zn-Cu-Ti in Zn-Cu-Al ter tudi strokovno izobraževanje in praktično usposabljanje sodelavcev, ki so bili vključeni v ta projekt.

Pridobljene rezultate raziskav smo predstavili na domačih in tujih konferencah ter objavili v številnih znanstvenih publikacijah, kar neposredno potrjuje kakovost raziskav, ki so bile opravljene v okviru projektnih aktivnosti ter uspešno realizacijo predvidenega programa raziskovalnega dela na projektu. Ocenjujemo, da so bili vsi zastavljeni raziskovalni cilji doseženi, in da je bila realizacija programa dela na projektu v obdobju trajanja projekta 07/2011 – 06/2014 opravljena v celoti.

5. Utemeljitev morebitnih sprememb programa raziskovalnega projekta oziroma sprememb, povečanja ali zmanjšanja sestave projektne skupine⁴

V obdobju trajanja projekta 07/2011 – 06/2014 ni bilo bistvenih odstopanj in sprememb programa dela in sestave projektne skupine.

6. Najpomembnejši znanstveni rezultati projektne skupine⁵

Znanstveni dosežek														
1.	<table border="1"> <tr> <td>COBISS ID</td> <td>25799207</td> <td>Vir: COBISS.SI</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Naslov</td> <td>SLO</td> <td>Mikrostrukturalna in elementna analiza sintranih magnetov Nd-Fe-B, dopiranih s terbijem</td> </tr> <tr> <td>ANG</td> <td>Microstructural and compositional characterization of terbium-doped Nd-Fe-B sintered magnets</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Opis</td> <td>SLO</td> <td>V članku poročamo o napredni mikrostrukturalni karakterizaciji in analizah kemijske sestave submikrometrskih reakcijskih faz v modificiranih sintranih magnetih na osnovi Nd-Fe-B, ki so bili dopirani s terbijem. Z difuzijo Tb, ki poteka prek mej med matričnimi zrnji Nd₂Fe₁₄B pride do nastanka t.i. core-shell reakcijske plasti na površini matričnih zrn z debelino od nekaj deset nanometrov do nekaj mikrometrov. Takšne strukture smo raziskovali z visokoločljivostno FEGSEM vrstično elektronsko mikroskopijo in z elementnimi analizami z energijsko-disperzijsko (EDS) in valovno-disperzijsko (WDS) spektroskopijo rentgenskih žarkov. Za doseganje submikrometrskih analitske ločljivosti smo uporabili dve metodi: (i) WDS z meritvami konvencionalnih spektralnih črt Nd-L, Fe-K in Tb-L in (ii) nizkovoltno analizo z EDS s posebno standardizacijo, prirejeno za meritve nizkoenergijskih spektralnih črt Tb-M, Fe-L in Nd-L. Z izračuni na osnovi simulacij Monte Carlo smo potrdili, da je bila v obeh primerih dosežena izredna, submikrometerska lateralna analitska ločljivost, in sicer 0,4 μm pri WDS in samo 0,15 μm pri EDS. Kvantifikacijo spektroskopskih meritev smo naredili s sodobno matrično korekcijo XPP in z uporabo posebej pripravljenih standardov. Ugotovili smo, da ima reakcijska plast sestavo, ki ustreza formuli (Nd_xTb_{1-x})₂Fe₁₄B z ravnotežno končno koncentracijo pri x=0,5 oziroma z atomskim razmerjem Nd/Tb=1/1. Koncentracijski gradient terbija med reakcijsko plastjo in matrico iz Nd-Fe-B je oster in nastane znotraj dolžine 0,5 μm, pri čemer ostane koncentracija Fe v zrnih Nd-Fe-B nespremenjena. Koercitivnost magnetov Nd-Fe-B, dopiranih s terbijem je bila značilno povečana za okoli 30 %, medtem ko je ostala remanenca na istem nivoju kot pri nedopiranih magnetih.</td> </tr> <tr> <td>ANG</td> <td>In this article we report on the advanced microstructural characterization and compositional analyses of submicrometer-sized reaction phases in modified Nd-Fe-B sintered magnets doped with terbium. Using a grain-boundary diffusion process (GBDP) the Tb reacts with matrix Nd₂Fe₁₄B grains and consequently core-shell structures are formed at the surface of original matrix grains with shell thickness from a few tens of nanometers up to a few micrometers. Such structures were investigated using a high-resolution FEGSEM scanning electron microscopy and energy-dispersive (EDS) and wavelength-dispersive (WDS) X-ray spectroscopies. In order to achieve submicrometer analytical resolution two methods were applied: (i) WDS with measurements of the common Nd-L, Fe-K and Tb-L spectral lines and (ii) low-voltage EDS, analyzing the "atypical" low-energy Nd-M, Tb-M and Fe-L lines with dedicated standardization procedure. The Monte Carlo calculations confirmed that in both cases an enhanced, submicrometer lateral analytical resolution was achieved, i.e. 0.4 μm with the WDS and only 0.15 μm with the EDS. The quantification of spectroscopic measurements was performed using modern matrix correction XPP and with standards specially prepared for those analyses. Quantitative analyses confirmed that the reaction phase (Nd_xTb_{1-x})₂Fe₁₄B is formed after the diffusion of Tb with the equilibrium concentration of Tb being equal to x=0.5, i.e., with the atomic ratio of Nd/Tb equal to 1/1. We also found that</td> </tr> </table>	COBISS ID	25799207	Vir: COBISS.SI	Naslov	SLO	Mikrostrukturalna in elementna analiza sintranih magnetov Nd-Fe-B, dopiranih s terbijem	ANG	Microstructural and compositional characterization of terbium-doped Nd-Fe-B sintered magnets	Opis	SLO	V članku poročamo o napredni mikrostrukturalni karakterizaciji in analizah kemijske sestave submikrometrskih reakcijskih faz v modificiranih sintranih magnetih na osnovi Nd-Fe-B, ki so bili dopirani s terbijem. Z difuzijo Tb, ki poteka prek mej med matričnimi zrnji Nd ₂ Fe ₁₄ B pride do nastanka t.i. core-shell reakcijske plasti na površini matričnih zrn z debelino od nekaj deset nanometrov do nekaj mikrometrov. Takšne strukture smo raziskovali z visokoločljivostno FEGSEM vrstično elektronsko mikroskopijo in z elementnimi analizami z energijsko-disperzijsko (EDS) in valovno-disperzijsko (WDS) spektroskopijo rentgenskih žarkov. Za doseganje submikrometrskih analitske ločljivosti smo uporabili dve metodi: (i) WDS z meritvami konvencionalnih spektralnih črt Nd-L, Fe-K in Tb-L in (ii) nizkovoltno analizo z EDS s posebno standardizacijo, prirejeno za meritve nizkoenergijskih spektralnih črt Tb-M, Fe-L in Nd-L. Z izračuni na osnovi simulacij Monte Carlo smo potrdili, da je bila v obeh primerih dosežena izredna, submikrometerska lateralna analitska ločljivost, in sicer 0,4 μm pri WDS in samo 0,15 μm pri EDS. Kvantifikacijo spektroskopskih meritev smo naredili s sodobno matrično korekcijo XPP in z uporabo posebej pripravljenih standardov. Ugotovili smo, da ima reakcijska plast sestavo, ki ustreza formuli (Nd _x Tb _{1-x}) ₂ Fe ₁₄ B z ravnotežno končno koncentracijo pri x=0,5 oziroma z atomskim razmerjem Nd/Tb=1/1. Koncentracijski gradient terbija med reakcijsko plastjo in matrico iz Nd-Fe-B je oster in nastane znotraj dolžine 0,5 μm, pri čemer ostane koncentracija Fe v zrnih Nd-Fe-B nespremenjena. Koercitivnost magnetov Nd-Fe-B, dopiranih s terbijem je bila značilno povečana za okoli 30 %, medtem ko je ostala remanenca na istem nivoju kot pri nedopiranih magnetih.	ANG	In this article we report on the advanced microstructural characterization and compositional analyses of submicrometer-sized reaction phases in modified Nd-Fe-B sintered magnets doped with terbium. Using a grain-boundary diffusion process (GBDP) the Tb reacts with matrix Nd ₂ Fe ₁₄ B grains and consequently core-shell structures are formed at the surface of original matrix grains with shell thickness from a few tens of nanometers up to a few micrometers. Such structures were investigated using a high-resolution FEGSEM scanning electron microscopy and energy-dispersive (EDS) and wavelength-dispersive (WDS) X-ray spectroscopies. In order to achieve submicrometer analytical resolution two methods were applied: (i) WDS with measurements of the common Nd-L, Fe-K and Tb-L spectral lines and (ii) low-voltage EDS, analyzing the "atypical" low-energy Nd-M, Tb-M and Fe-L lines with dedicated standardization procedure. The Monte Carlo calculations confirmed that in both cases an enhanced, submicrometer lateral analytical resolution was achieved, i.e. 0.4 μm with the WDS and only 0.15 μm with the EDS. The quantification of spectroscopic measurements was performed using modern matrix correction XPP and with standards specially prepared for those analyses. Quantitative analyses confirmed that the reaction phase (Nd _x Tb _{1-x}) ₂ Fe ₁₄ B is formed after the diffusion of Tb with the equilibrium concentration of Tb being equal to x=0.5, i.e., with the atomic ratio of Nd/Tb equal to 1/1. We also found that
COBISS ID	25799207	Vir: COBISS.SI												
Naslov	SLO	Mikrostrukturalna in elementna analiza sintranih magnetov Nd-Fe-B, dopiranih s terbijem												
	ANG	Microstructural and compositional characterization of terbium-doped Nd-Fe-B sintered magnets												
Opis	SLO	V članku poročamo o napredni mikrostrukturalni karakterizaciji in analizah kemijske sestave submikrometrskih reakcijskih faz v modificiranih sintranih magnetih na osnovi Nd-Fe-B, ki so bili dopirani s terbijem. Z difuzijo Tb, ki poteka prek mej med matričnimi zrnji Nd ₂ Fe ₁₄ B pride do nastanka t.i. core-shell reakcijske plasti na površini matričnih zrn z debelino od nekaj deset nanometrov do nekaj mikrometrov. Takšne strukture smo raziskovali z visokoločljivostno FEGSEM vrstično elektronsko mikroskopijo in z elementnimi analizami z energijsko-disperzijsko (EDS) in valovno-disperzijsko (WDS) spektroskopijo rentgenskih žarkov. Za doseganje submikrometrskih analitske ločljivosti smo uporabili dve metodi: (i) WDS z meritvami konvencionalnih spektralnih črt Nd-L, Fe-K in Tb-L in (ii) nizkovoltno analizo z EDS s posebno standardizacijo, prirejeno za meritve nizkoenergijskih spektralnih črt Tb-M, Fe-L in Nd-L. Z izračuni na osnovi simulacij Monte Carlo smo potrdili, da je bila v obeh primerih dosežena izredna, submikrometerska lateralna analitska ločljivost, in sicer 0,4 μm pri WDS in samo 0,15 μm pri EDS. Kvantifikacijo spektroskopskih meritev smo naredili s sodobno matrično korekcijo XPP in z uporabo posebej pripravljenih standardov. Ugotovili smo, da ima reakcijska plast sestavo, ki ustreza formuli (Nd _x Tb _{1-x}) ₂ Fe ₁₄ B z ravnotežno končno koncentracijo pri x=0,5 oziroma z atomskim razmerjem Nd/Tb=1/1. Koncentracijski gradient terbija med reakcijsko plastjo in matrico iz Nd-Fe-B je oster in nastane znotraj dolžine 0,5 μm, pri čemer ostane koncentracija Fe v zrnih Nd-Fe-B nespremenjena. Koercitivnost magnetov Nd-Fe-B, dopiranih s terbijem je bila značilno povečana za okoli 30 %, medtem ko je ostala remanenca na istem nivoju kot pri nedopiranih magnetih.												
	ANG	In this article we report on the advanced microstructural characterization and compositional analyses of submicrometer-sized reaction phases in modified Nd-Fe-B sintered magnets doped with terbium. Using a grain-boundary diffusion process (GBDP) the Tb reacts with matrix Nd ₂ Fe ₁₄ B grains and consequently core-shell structures are formed at the surface of original matrix grains with shell thickness from a few tens of nanometers up to a few micrometers. Such structures were investigated using a high-resolution FEGSEM scanning electron microscopy and energy-dispersive (EDS) and wavelength-dispersive (WDS) X-ray spectroscopies. In order to achieve submicrometer analytical resolution two methods were applied: (i) WDS with measurements of the common Nd-L, Fe-K and Tb-L spectral lines and (ii) low-voltage EDS, analyzing the "atypical" low-energy Nd-M, Tb-M and Fe-L lines with dedicated standardization procedure. The Monte Carlo calculations confirmed that in both cases an enhanced, submicrometer lateral analytical resolution was achieved, i.e. 0.4 μm with the WDS and only 0.15 μm with the EDS. The quantification of spectroscopic measurements was performed using modern matrix correction XPP and with standards specially prepared for those analyses. Quantitative analyses confirmed that the reaction phase (Nd _x Tb _{1-x}) ₂ Fe ₁₄ B is formed after the diffusion of Tb with the equilibrium concentration of Tb being equal to x=0.5, i.e., with the atomic ratio of Nd/Tb equal to 1/1. We also found that												

		a relatively sharp Tb concentration gradient from the shell to the core occurs within a length of ≈ 0.5 m, while the Fe concentration remains unchanged. In terms of magnetic properties, the Tb-doping significantly increased coercivity by ≈ 30 % while the remanence remained at the same value as in the undoped Nd-Fe-B.
	Objavljeno v	Elsevier; Materials characterization; 2012; Vol. 67, no. 1; str. 27-33; Impact Factor: 1.880; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 0.757; A'': 1; A': 1; WoS: QF; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran, McGuinness Paul J., Soderžnik Marko, Kobe Spomenka, Sagawa Masato
	Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek
2.	COBISS ID	25764903 Vir: COBISS.SI
	Naslov	<i>SLO</i> Sinteza prozornih in prevodnih plasti ZnO na steklu z nizkotemperaturno hidrotermalno metodo
		<i>ANG</i> Growth of transparent and conductive polycrystalline (0001)-ZnO films on glass substrates under low-temperature hydrothermal conditions
	Opis	<i>SLO</i> V delu poročamo o sintezi gostih, prozornih in prevodnih polikristaliničnih plasti ZnO na amorfnih steklenih podlagi z uporabo nizkotemperaturne hidrotermalne sinteze. Poleg drugih metod karakterizacije smo za določanje teksture takšnih orientiranih plasti uporabili analize FEGSEM/EBSD. Zaradi majhne velikosti osnovnih kristalitov smo priredili in optimizirali metodo EBSD za doseganje submikrometerske analitske ločljivosti, ki omogoča zanesljivo določanje orientacije zrn ZnO, ki so manjša od 1 m. Iz pridobljenih EBSD-mappingov smo določili orientacije kristalitov. Na osnovi pripadajočih polarnih diagramov smo neposredno ugotovili, da imajo plasti ZnO izrazito teksturo v smeri kristalografske c-osi oziroma, da imajo kristaliti ZnO bazalne ravnine {0001} orientirane znotraj $\pm 3\sigma$ glede na površino podlage.
		<i>ANG</i> In the present work we report on the synthesis of dense, highly transparent and conductive polycrystalline ZnO films on amorphous glass substrates using low temperature hydrothermal route. Among other characterization methods we have applied the FEGSEM/EBSD analyses in order to determine the texture of the obtained oriented ZnO films. Because of small size of the ZnO crystals the EBSD technique was modified and optimized for achieving the analytical resolution in submicrometer range, which allowed us to confidently determine the orientation of ZnO grains smaller than 1 m. From the recorded EBSD crystal orientation image maps we have defined the orientations of the individual ZnO crystals. From corresponding pole figures we found that ZnO films have prominent texture in crystallographic c-axis direction, i.e. that the ZnO crystals have their basal {0001}-planes oriented within $\pm 3\sigma$ with respect to the substrate surface.
	Objavljeno v	Wiley Interscience; Advanced functional materials; 2012; Vol. 22, no. 15; str. 3136-3145; Impact Factor: 9.765; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 2.402; A'': 1; A': 1; WoS: DY, EI, NS, PM, UB, UK; Avtorji / Authors: Podlogar Matejka, Richardson Jacob J., Vengust Damjan, Daneu Nina, Samardžija Zoran, Bernik Slavko, Rečnik Aleksander
	Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek
3.	COBISS ID	27199783 Vir: COBISS.SI
	Naslov	<i>SLO</i> Elementna in mikrostrukturalna analiza nanostrukturiranih tankih plasti Fe-Pd
		<i>ANG</i> Compositional and microstructural analyses of Fe-Pd nanostructured thin films
		Tanke plasti na osnovi zlitine Fe-Pd z različno sestavo in debelino so bile narejene z metodo elektrodepozicije pri konstantnih potencialih od -1,0 V do -1,3 V. S FEGSEM in AFM preiskavami morfologije smo ugotovili, da je

	Opis	SLO	<p>površina plasti gladka in sestavljena iz nanodelcev, katerih velikost narašča z uporabo bolj negativnih potencialov. Debelino plasti smo določili iz visoko-ločljivostnih FEGSEM-posnetkov prerezov plasti in dodatno z izračuni na osnovi podatkov iz EDS-analiz. Sintetizirane plasti Fe-Pd so imele debelino med 50 nm in 120 nm. Kemijsko sestavo takšnih ultratankih plasti smo določili s kvantitativno elektronsko mikroanalizo z EDS z uporabo dveh neodvisnih metod: (i) analizo pri nizki pospeševalni napetosti (LVEDS) in (ii) analizo pri spremenljivih napetostih s posebnim postopkom za analizo tankih plasti (TFA). Analitski metodi smo priredili in optimirali na osnovi izračunov, narejenih s simulacijo Monte Carlo. Zaželeno stehiometrija Fe₅₀Pd₅₀, ki je pomembna s stališča doseganja dobrih magnetnih lastnosti, je bila dobljena pri potencialih -1,3 V in -1,2 V, medtem ko so bile plasti, narejene pri bolj pozitivnih napetostih bogate na Pd. Rezultati kvantitativnih analiz LVEDS in TFA so bili konsistentni in so se odlično ujemali za plasti Fe-Pd, ki so bile debelejšje od 80 nm. Pri plasteh tanjših od 70 nm smo ugotovili majhen odklon rezultatov LVEDS v primerjavi s TFA, in sicer znotraj relativne razlike ± 10 %. Hitrejša LVEDS-metoda je primerna za rutinske analize in določanje sestave večjega števila Fe-Pd vzorcev. Zahtevnejša metoda TFA je bolj natančna in večstranska, saj poleg analize sestave ultra-tankih Fe-Pd-plasti omogoča tudi določanje debeline le-teh.</p>
		ANG	<p>Fe-Pd thin films with various compositions and thicknesses were produced by electrodeposition using constant potentials from -1.0 to -1.3 V. FEGSEM and AFM analyses revealed a smooth, nanostructured surface morphology of the films, with more granular features appearing at more negative potentials. High-resolution FEGSEM images of the films' cross-sections and complementary calculations using data from the EDS thin-film analyses were used to determine the film thicknesses, showing that 50-nm to 120-nm ultrathin films were obtained. The chemical compositions of the films were measured by quantitative EDS electron-probe microanalysis using two independent approaches: (i) low-voltage analysis (LVEDS) and (ii) variable-voltage analysis with a dedicated thin-film analysis (TFA) method. Both approaches were properly modified and optimized on the basis of Monte Carlo simulation data. The results showed that the composition of the Fe-Pd films was close to the preferred equiatomic Fe₅₀Pd₅₀ stoichiometry (which is important for achieving good magnetic properties) and was obtained at -1.3 V and -1.2 V. At more positive potentials the Fe-Pd films became Pd-rich. The best agreement between the LVEDS and TFA quantitative results was achieved for Fe-Pd films that were thicker than 80 nm, and a slight discrepancy within the ± 10 % relative between the LVEDS and TFA values was observed for films thinner than 70 nm. The faster LVEDS approach is suitable for the routine analyses of numerous Fe-Pd samples, i.e., to obtain information about the film's composition in a short time. The more demanding TFA approach was found to be very appropriate for accurate compositional analyses of Fe-Pd ultrathin films and for determining the film thickness.</p>
	Objavljeno v		Inštitut za kovinske materiale in tehnologije; Materiali in tehnologije; 2013; Letn. 47, št. 5; str. 647-651; Impact Factor: 0.555; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 2.554; WoS: PM; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran, Žužek Rožman Kristina, Pečko Darja, Kobe Spomenka
	Tipologija		1.01 Izvirni znanstveni članek
4.	COBISS ID	27644199	Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO	Sinteza Fe-Pd trdomagnetnih nanožic z elektrodepozicijo v amonij-citratnem mediju
		ANG	Electrodeposited hard-magnetic Fe ₅₀ Pd ₅₀ nanowires from an ammonium-citrate-based bath

	Opis	SLO	Nanožice iz zlitine Fe-Pd so bile narejene z metodami potenciostatske in pulsne elektrodepozicije z uporabo šablon iz anodiziranega aluminijevega oksida. Ugotovili smo, da pridobimo kompaktne in homogene nanožice z uporabo pulsne režime depozicije. Morfologijo in sestavo nanožic smo preiskovali z visokoločljivostnim mikroskopom FEGSEM in z nizkonapetostno kvantitativno elementno analizo EDS, ki je bila optimizirana za doseg submikrometrске analitske ločljivosti. S pulšno depozicijo smo pridobili nanožice s sestavo Fe ₅₅ Pd ₄₅ , premera 200 nm in z dolžino 2,5 μm. Z depozicijo pripravljene, mehkomagnetne nanožice s fcc kristalno strukturo so bile dodatno termično obdelane pri 600 °C, 5 h za sprožitev strukturne transformacije iz fcc v urejeno trdomagnetno L10-fazo, pri čemer je bila dosežena največja koercitivnost 122 kA/m.	
		ANG	Fe-Pd nanowires were synthesised in anodic alumina templates by applying potentiostatic and pulsed electrodeposition regimes. When using potentiostatic deposition, only fragmented nanowires were obtained; however, the use of pulse deposition was shown to be effective for producing solid, homogeneous nanowires. The morphology and the composition of these nanowires were studied by high-resolution FEGSEM and low-voltage EDS quantitative elemental analysis that was optimized for submicrometer spatial analytical resolution. Using the pulse deposition the nanowires with the composition Fe ₅₅ Pd ₄₅ , length of 2.5 μm and diameter of 200 nm were synthesised. The soft-magnetic as-deposited nanowires with a fcc crystal structure were subsequently annealed at 600 °C for 5 h in order to promote the ordering into the hard-magnetic L10 phase, with achieved highest coercivity of 122 kA/m.	
	Objavljeno v	Elsevier Sequoia; Journal of alloys and compounds; 2014; Vol. 605; str. 71-79; Impact Factor: 2.726; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 0.916; A ¹ : 1; WoS: EI, PM, PZ; Avtorji / Authors: Pečko Darja, Žužek Rožman Kristina, Kostevšek Nina, Arshad Muhammad Shahid, Markoli Boštjan, Samardžija Zoran, Kobe Spomenka		
	Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek		
5.	COBISS ID	18903605	Vir: COBISS.SI	
	Naslov	SLO	Gel-sol sinteza nanodelcev rutila	
		ANG	Gel-sol synthesis of rutile nanoparticles	
	Opis	SLO	S kombinacijo metod XRD, FEGSEM in TEM smo raziskovali velikost, obliko, kristalno strukturo in kristaliničnost sintetiziranih nanodelcev rutila (TiO ₂). Rezultati so pokazali, da postopek gel-sol sinteze z ustrezno izbiro reakcijskih parametrov omogoča neposredno kontrolo končnih lastnosti nanodelcev. Z gel-sol sintezo smo pridobili anizotropne nanodelce rutila dolžine 60-160 nm z razmerjem aspect-ratio okoli 5. Predlagali smo tudi mehanizem reakcije, ki pojasnjuje vpliv različnih reakcijskih parametrov na značilnosti nanodelcev TiO ₂ .	
		ANG	The size, morphology, crystal structure and crystallinity of synthesized rutile (TiO ₂) nanoparticles were analyzed using X-ray powder diffraction (XRD), high-resolution scanning electron microscopy (FEGSEM) and transmission electron microscopy (TEM). The results show that the gel-sol process allows control over the final nanoparticle characteristics with the proper choice of reaction parameters. The gel-sol synthesis resulted in anisotropic rutile nanoparticles that are 60–160 nm long, depending on the reaction parameters, and have an aspect ratio of about 5. A reaction mechanism was proposed, explaining the influence of various reaction parameters on the characteristics of the TiO ₂ nanoparticles.	
	Objavljeno v	Slovensko kemijsko društvo = Slovenian Chemical Society; Acta chimica slovenica; 2014; Vol. 61, no. 3; str. 468-479; Impact Factor: 0.810; Srednja vrednost revije / Medium Category Impact Factor: 3.395;		

	WoS: DY; Avtorji / Authors: Verhovšek Dejan, Lešnik Maja, Veronovski Nika, Samardžija Zoran, Žagar Kristina, Čeh Miran
Tipologija	1.01 Izvirni znanstveni članek

7. Najpomembnejši družbeno-ekonomski rezultati projektne skupine⁶

Družbeno-ekonomski dosežek	
1.	COBISS ID 25021735 Vir: COBISS.SI
Naslov	SLO Karakterizacija mikrostrukture in kemijske sestave z elektrodepozicijo narejenih Fe-Pd tankih plasti
	ANG Microstructural and compositional characterization of electrodeposited Fe-Pd thin films
Opis	SLO V govornem konferenčnem prispevku-predavanju sem predstavil optimizacijo metod vrstične elektronske mikroskopije in elektronske mikroanalize z metodo EDS za karakterizacijo tankih plasti na osnovi zlitine Fe-Pd. Analiza morfologije površine nanostrukturiranih plasti Fe-Pd in njihove debeline je bila narejena z uporabo visokoločljivostnih FEGSEM posnetkov. Kemijska sestava tankih plasti je bila določena z uporabo dveh neodvisnih metod EDS: (i) z nizkovoltno EDS analizo Fe-L in Pd-L spektralnih črt ter (ii) z metodo konvencionalne mikroanalize pri različnih pospeševalnih napetostih in z uporabo posebnega kvantitativnega programa za analizo tankih plasti na substratu. Rezultati kvantitativnih EDS analiz so potrdili konzistentnost obeh analitskih metod. Ugotovili smo, da je nizkovoltna EDS analiza hitrejši postopek, ki je primeren in zadostno natančen za pridobitev zanesljivih in natančnih analiz elementne sestave Fe-Pd ultratankih plasti, ki imajo debelino > 80 nm.
	ANG In this contribution the optimization of the scanning electron microscopy methods and electron-probe EDS microanalysis for the characterization of Fe-Pd-based thin films was presented. The analyses of the surface morphology of nanostructured Fe-Pd films and their thicknesses were performed by using the high-resolution FEGSEM imaging. Chemical composition of thin films was determined by two independent analytical approaches: (i) using low-voltage EDS analysis of low-energy Fe-L and Pd-L X-ray spectral lines and (ii) using the method of conventional microanalysis with variable voltage approach and off-line quantitative data processing with dedicated thin film analysis software. The quantitative results confirmed the consistency of both EDS approaches. It was shown that low-voltage EDS analysis is faster method being especially suitable and accurate enough to achieve reliable elemental analyses of the FePd ultrathin films with thickness > 80 nm.
Šifra	B.03 Referat na mednarodni znanstveni konferenci
Objavljeno v	Società Italiana Scienze Microscopiche; MCM 2011; 2011; Str. 69-70; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran, Žužek Rožman Kristina, Pečko Darja, Kobe Spomenka
Tipologija	1.08 Objavljeni znanstveni prispevek na konferenci
2.	COBISS ID 25593639 Vir: COBISS.SI
Naslov	SLO Kvantitativna WDS-analiza keramike BaTiO ₃ , dopirane s cerijem
	ANG Quantitative WDS analysis of cerium-doped BaTiO ₃ ceramics
	V vabljenem predavanju na konferenci ACMM22-Perth/2012 sem predstavil podrobnosti napredne, izpopolnjene elektronske mikroanalize z metodo valovne spektroskopije WDS, ki je bila uporabljena za kvantitativno določanje kemijske sestave BaTiO ₃ , dopiranega s cerijem. Posebej sem

Opis	SLO	poudaril originalne rešitve/metode za evalvacijo inherentnega problema prekrivanja vrhov v valovnih spektrih med Ce-La1 in Ba-Lb1,4. Z uporabo predlaganih metod korekcije prekrivanja vrhov in z natančnimi eksperimentalnimi nastavitvami WDS sem pridobil zanesljive in točne kvantitativne rezultate z relativno merilno negotovostjo < 1 %. Z natančno in točno kvantitativno elementno analizo z WDS sem določil topnost Ce v BaTiO ₃ , formulo trdne raztopine ter posredno tudi način vgrajevanja Ce v perovskitno strukturo BaTiO ₃ in mehanizem kompenzacije donorskega naboja dopanta.	
	ANG	In this invited lecture presented at conference ACMM22-Perth/2012 I reported on the details of advanced, improved electron-probe microanalysis with wavelength-dispersive spectroscopy WDS that was applied for quantitative analysis of chemical composition of Ce-doped BaTiO ₃ . The emphasis was on original solutions/methods for the evaluation of inherent peak-overlap problem between the Ce-La1 and Ba-Lb1,4 that is present even when using the WDS. Using proposed peak-overlap correction methods and correct experimental WDS set-up I was able to achieve reliable and accurate quantitative results with ultimate experimental uncertainty of < 1 % relative. Precise and accurate quantitative WDS results allowed me to accurately determine the solid solubility of Ce in the BaTiO ₃ , to describe the perovskite solid solution formula and indirectly to define the mode of incorporation of Ce and the charge compensation mechanism of the dopant as well.	
Šifra	B.04 Vabljeno predavanje		
Objavljeno v	10th AsiaPacific Microscopy Conference, ICONN2012, 2012 International Conference on Nanoscience and Nanotechnology, ACMM22, 22nd Australian Conference on Microscopy and Microanalysis, Conference proceedings; 2012; Str. 14111413; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran		
Tipologija	1.06 Objavljeni znanstveni prispevek na konferenci (vabljeno predavanje)		
3.	COBISS ID	26980903	Vir: COBISS.SI
Naslov	SLO	Karakterizacija morfologije in kemijske sestave nanopalčk FexPd(1-x) z napredno nizkovoltno analizo FEGSEM-EDS	
	ANG	Characterization of the morphology and chemical composition of Fd _[sub] xPd _[sub] (1-x) nanorods by advanced FEGSEM and low-voltage EDS analyses	
Opis	SLO	V prispevku na konferenci MC2013 (Regensburg) smo predstavili rezultate kvantitativnih elementnih analiz nanopalčk, narejenih iz zlitine Fe-Pd. Analize smo naredili z metodo nizkovoltne spektroskopije EDS rentgenskih žarkov nizkih energij Fe-La in Pd-La pri treh pospeševalnih napetostih: 8, 6.5 in 5 kV. Na osnovi kvantitativnih analiz EDS smo izračunali atomska razmerja Fe/Pd, ki so bila izmerjena v desetih točkah vzdolž izbranih nanopalčk. Pridobljene vrednosti razmerij Fe/Pd so bile konsistentne za vse pospeševalne napetosti. Pri nizkih energijah primarnih elektronov je prednost nizkovoltne analize EDS visoka prostorska analitska ločljivost, ki je posledica majhnega eksitacijskega volumna karakterističnih rentgenskih žarkov izbranih analitskih spektralnih črt. Na ta način smo zanesljivo določili sestavo in tudi izmerili varijacije sestave vzdolž Fe-Pd nanopalčk z lateralno analitsko ločljivostjo ≈ 200 nm, kar je enako kot je premer nanopalčk. V izbranih vzorcih je kvantitativna analiza EDS nedvomno pokazala, da obstaja precejšen koncentracijski gradient Fe in Pd vzdolž palčk. Rezultati so potrdili, da so preiskave FEGSEM v kombinaciji z nizkovoltno spektroskopije EDS zelo primerne za zanesljivo karakterizacijo morfologije in kemijske sestave nanoplačk Fe-Pd.	

			<p>In this contribution (conference MC2013, Regensburg) we reported on quantitative compositional analyses of Fe-Pd nanorods that were carried out using low-voltage EDS approach by analysing the Fe-La and Pd-La low-energy spectral lines at three SEM accelerating voltages: 8, 6.5 and 5 kV. The atomic Fe/Pd ratios obtained from the quantitative EDS analyses at 10 discrete points along a selected Fe-Pd nanorod reveal consistent results for all the applied voltages. The advantage of low-voltage EDS is the high spatial analytical resolution due to the reduced, submicrometer-sized, X-ray excitation volume at low beam energies. This allowed us to measure the composition and/or compositional variations along the Fe-Pd nanorods on a submicrometer scale with achieved lateral analytical resolution of ≈ 200 nm, which is comparable to the diameter of the nanorods. In selected sample quantitative EDS analysis clearly showed that considerable Fe and Pd concentration gradient along the nanorods is present. In conclusion we found that a high-resolution FEGSEM imaging combined with low-voltage EDS analyses are very appropriate tools for reliable analyses of the morphology and chemical composition of the electrodeposited Fe-Pd nanorods.</p>
	Šifra	B.03	Referat na mednarodni znanstveni konferenci
	Objavljeno v	MC 2013; Microscopy Conference 2013; Regensburg, Germany, str. 670671; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran, Žužek Rožman Kristina, Pečko Darja, Kobe Spomenka	
	Tipologija	1.08	Objavljeni znanstveni prispevek na konferenci
4.	COBISS ID	26740007	Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO	Nizkovoltna kvantitativna EDS-SDD analiza intergranularnih reakcijskih faz v Nd-Fe-B magnetih, dopiranih s terbijem
		ANG	Low-voltage EDS-SDD quantitative analyses of the intergranular reaction phases in Tb-doped Nd-Fe-B magnets
	Opis	SLO	<p>V prispevku na konferenci EMAS-2013 (Porto) smo poročali o preiskavah sintranih magnetov na osnovi faze Nd₂Fe₁₄B, ki smo jih dopirali s Tb s postopkom difuzije, ki poteka prek mej med zrni (GBDP). Visokoločljivostni FEGSEM BSE-posnetki mikrostrukture takšnega magneta so pokazali, da v dopiranih magnetih nastane t.i. core-shell struktura s tanko (Nd,Tb)-Fe-B reakcijsko fazo bogato na Tb, ki se nahaja okoli osnovnih zrn primarne matrice Nd₂Fe₁₄B. Debelina reakcijskih faz je bila od samo nekaj 10 nanometrov do nekaj mikrometrov. Verodostojne kvantitativne analize elementne sestave nanometrskih reakcijskih faz smo pridobili z natančno optimizirano analizo EDS, ki omogoča visoko analitsko ločljivost na nanometrski skali. Analize smo izvedli s FEGSEM mikroskopom JEOL JSM-7600F in z analitskim sistemom Oxford INCA Energy 350 z EDS-SDD detektorjem X-max 20. Spektroskopske meritve smo naredili z meritvami "atipičnih" nizkoenergijskih spektralnih črt Nd-Ma, Tb-Ma in Fe-La (namesto običajnih črt Nd-La, Tb-La in Fe-Ka) pri primarni energiji elektronov 5 keV in pri toku 1 nA. S takšnimi analitskimi nastavitvami smo pridobili izredno prostorsko analitsko ločljivost 150 nm. Naredili smo tudi novo standardizacijo za nizkoenergijske spektralne črte Tb-M, Nd-M in Fe-L, ki nam je omogočila natančno kvantifikacijo le-teh z uporabo lastnih standardov, narejenih iz Nd₂Fe₁₄B in Tb. Rezultati nizkovoltne analize EDS so potrdili, da nastane po difuziji Tb intergranularna reakcijska faza s sestavo, ki jo splošno opišemo s formulo (Nd_xTb_(1-x))₂Fe₁₄B. Ugotovili smo, da se difuzijski proces konča z ravnotežno koncentracijo Tb, ki ustreza vrednosti $x = 0.5$, oziroma z enakim atomskim razmerjem med Nd in Tb: Nd/Tb = 1/1. Koncentracijski gradient terbija med primarno matrično fazo Nd₂Fe₁₄B in reakcijsko fazo je oster in nastane znotraj dolžine ≈ 0.5 μm, medtem ko ostane koncentracija Fe nespremenjena v obeh fazah.</p>

		<p>reported on the characterization of sintered magnets based on the Nd₂Fe₁₄B phase, which were modified by doping with Tb using the grain-boundary diffusion process (GBDP). FEGSEM backscattered-electron images of the microstructure showed that in doped magnets a core-shell-type structure is formed with a thin Tb-rich, (Nd,Tb)-Fe-B reaction phase around the primary Nd₂Fe₁₄B matrix grains. These intergranular reaction phases had a thickness from a few tens of nanometers up to a few micrometers. Reliable quantitative compositional analyses of such tiny phases were performed using the EDS analytical set-up that was properly optimized to achieve a high analytical spatial resolution on a nanometer scale. The analyses were undertaken in a JEOL JSM-7600F FEGSEM equipped with an Oxford INCA Energy 350 System and an EDS-SDD X-max-20 silicon drift detector. The "atypical" low-energy Nd-Ma, Tb-Ma and Fe-La spectral lines were measured (instead of the common Nd-La, Tb-La and Fe-Ka) at a primary beam energy of 5 keV and a beam current of 1 nA. With this dedicated set-up we were able to achieve an improved, ultimate analytical resolution of 150 nm. Since the default EDS analytical system does not support the quantification of the low-energy Tb-M and Nd-M lines, a new standardization and our user-defined quantitative set-up for these spectral lines and also for the Fe-L line was created using dedicated standards Nd₂Fe₁₄B and Tb. The results of the quantitative low-voltage EDS analyses verified that after the diffusion of Tb an intergranular reaction phase is formed with a composition described generally by (Nd_xTb_(1-x))₂Fe₁₄B. We also found that the diffusion process is completed with an equilibrium Tb concentration that corresponds to x = 0.5, i.e., with an equiatomic Nd/Tb ratio of 1/1. A relatively sharp Tb concentration gradient from the shell to the core occurs within a length of ≈ 0.5 μm, while the Fe concentration remains unchanged in both the reaction phase and the matrix grains.</p>	
	ANG		
	Šifra	B.03 Referat na mednarodni znanstveni konferenci	
	Objavljeno v	EMAS 2013, 13th European Workshop on Modern Developments and Applications in Microbeam Analysis, Porto, Portugal, Book of tutorial and abstracts; 2013; str. 398; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran, McGuinness Paul J., Soderžnik Marko, Kobe Spomenka	
	Tipologija	1.12 Objavljeni povzetek znanstvenega prispevka na konferenci	
5.	COBISS ID	27961895	Vir: COBISS.SI
	Naslov	SLO Kvantitativna elektronska mikroanaliza feroelektrične keramike PMNT	
		ANG Quantitative EPMA of (1-x)Pb(Mg _{[sub](1/3) Nb_{[sub](2/3))O_{[sub]3} x xPbTiO_{[sub]3} (PMNT) ferroelectric ceramics}}	
	Opis	SLO V vabljenem predavanju sem poročal o optimizirani kvantitativni mikroanalizi EPMA-WDS za določanje sestave in homogenosti feroelektričnega monokristala na osnovi trdne raztopine (1-x)Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ xPbTiO ₃ (PMNT). Koncentracije kationov v materialu so bile izmerjene z maksimalno natančnostjo in z relativno eksperimentalno merilno negotovostjo ≤ ± 1 %. Določena je bila točna kemijska sestava monokristala, ki ustreza formuli Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3}) _{0.67} Ti _{0.33} O ₃ (x = 0.33). Ugotovil sem da v monokristalu PMNT koncentracije kationov Ti ⁴⁺ , Mg ²⁺ and Nb ⁵⁺ , ki zasedajo perovskitna B-mesta, niso enakomerne in kažejo relativne variacije do ± 2.3 %, medtem ko je koncentracija Pb enakomerna v celotnem monokristalu z variacijo pod ± 0.5 %, ki je znotraj merilne negotovosti metode.	
		ANG In the invited lecture I reported on optimized, ultimate quantitative EPMA-WDS microanalysis that was applied for a compositional characterization of a ferroelectric ceramic single crystal made from the perovskite solid-solution (1-x)Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3})O ₃ xPbTiO ₃ . The cation concentrations were measured with an ultimate relative uncertainty of ≤ ± 1 %, showing that the average composition of the crystal corresponds to Pb(Mg _{1/3} Nb _{2/3})	

		0.67Ti0.33O3 (x = 0.33). Over the PMNT crystal, compositional variations up to ± 2.3 % relative for the concentrations of the perovskite B-site cations Ti ⁴⁺ , Mg ²⁺ and Nb ⁵⁺ were found, whereas the Pb concentration remained uniform with a relative variation below ± 0.5 %.
Šifra	B.04	Vabljeni predavanja
Objavljeno v	EMAS 2014, 11th EMAS Regional Workshop, 21-24 September 2014, Leoben, Austria; Book of tutorials and abstracts; 2014; Str. 241-252; Avtorji / Authors: Samardžija Zoran	
Tipologija	1.06	Objavljeni znanstveni prispevek na konferenci (vabljeni predavanja)

8. Drugi pomembni rezultati projektne skupine²

Seminarji za sodelavce na Inštitutu »Jožef Stefan«, za sodelavce iz Cinkarne Celje ter vabljeni predavanja na različnih delavnicah:

1. Predavanje-seminar v okviru strokovnega izobraževanja in izpopolnjevanja projektne skupine sodelavcev iz Cinkarne Celje, v Cinkarni Celje dne 08. 10. 2013:
Predavatelj: dr. Zoran Samardžija; naslov: »Pregled metod vrstične elektronske mikroskopije in elektronske mikroanalize: SEM, EDS, WDS in EBSD«

2. Seminar na Inštitutu »Jožef Stefan«, Odsek za nanostrukturne materiale, 27. 5. 2013:
Predavatelj: dr. Zoran Samardžija; naslov: »Morphology and composition of Fe-Pd thin films«

3. Seminar na Inštitutu »Jožef Stefan«, Odsek za nanostrukturne materiale, 12. 5. 2014:
Predavatelj: dr. Zoran Samardžija; naslov: »EDS analysis in the SEM«

4. Vabljeni predavanja na 1st BioTiNet Workshop, October 23-27 2011, Ljubljana:
Predavatelj: dr. Miran Čeh; naslov: »Bone To Implant Contact-Case Study: Microstructural Analysis of Contact Surface Between the Bone and HA Coated Implant«

Vabljeni predavanja v okviru delavnice Microscopy Workshop 2012 Workshop, 27 February - 2 March 2012, Belgrade, Serbia:

5. Samardžija, Zoran. EBSD - electron backscatter diffraction in scanning electron microscope (SEM) - basics and examples. [COBISS.SI-ID 26556199]

6. Samardžija, Zoran. Microstructural and compositional characterization of electrodeposited Fe-Pd thin films. [COBISS.SI-ID 26555943]

7. Samardžija, Zoran. Quantitative EPMA of the (1-x)Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_{3-x}PbTiO₃ (PMNT) ceramics - problems and solutions. [COBISS.SI-ID 26556711]

Poleg metod FEGSEM/EDS/WDS smo dodatno implementirali analitsko metodo EBSD – elektronsko difrakcijo povratno sipanih elektronov. Z metodo EBSD smo opravili mikrokristalografske preiskave materialov, in sicer: analize kristalografske orientacije zrn v polikristaliničnih kovinskih in keramičnih materialih, analize teksture in identifikacijo kvazikristalov v kompleksnih kovinskih zlitinah.

9. Pomen raziskovalnih rezultatov projektne skupine⁸

9.1. Pomen za razvoj znanosti⁹

SLO

V okviru projekta smo razvili in implementirali izpopolnjene metode vrstične elektronske mikroskopije in elektronske mikroanalize za karakterizacijo materialov na submikrometerski

skali. To relativno novo analitsko področje je postalo aktualno zlasti v zadnjih letih, z razvojem sodobne analitske opreme oziroma novih visokoločljivostnih FEG vrstičnih elektronskih mikroskopov. Glede na vse večjo uporabo novih nanotehnologij tako pri raziskavah kot tudi v industriji, narašča tudi število novih materialov v nano-pojavni obliki, ki zahtevajo aplikacijo novih in/ali modifikacijo obstoječih konvencionalnih metod karakterizacije. V zvezi s tem so bile projektne aktivnosti usmerjene predvsem na uvajanje naprednih metod mikroskopije (FEGSEM) in mikroanalize (EDS, WDS) za preiskave morfologije in kemijske sestave materialov na submikrometrski skali. Raziskave so bile zasnovane na sinergijski povezavi med podrobnim poznavanjem teorije elektronske mikroanalize in fizike interakcije elektron-trdna snov z izvedbo spektroskopskih meritev na izbranih materialih in so bile optimizirane za vsak preiskovani material posebej.

Pri raziskavah smo posebno pozornost namenili (i) študiju fizike interakcije nizkoenergijskih primarnih elektronov ($E < 10$ keV) s trdno snovjo, (ii) testiranju in aplikaciji različnih fizikalnih modelov porazdelitev vzbujenega rentgenskega sevanja v preiskovanih materialih ter (iii) načrtovanju in določanju optimalnih analitskih parametrov za spektroskopijo nizkoenergijskih rentgenskih žarkov (< 3 keV) z uporabo ab-initio izračunov in simulacij Monte Carlo. Pridobljena znanja so omogočila izboljšane in preverjene analitske postopke, ki zagotavljajo verodostojno, natančno in točno kvantitativno elektronsko mikroanalizo z dejansko

submikrometrsko/nanometrsko prostorsko analitsko ločljivostjo. Izpopolnjene analitske metode smo uspešno uporabili za preiskave različnih materialov v nano-pojavni obliki, kot so: tanke nanostrukturne feromagnetne plasti in nano-palčke na osnovi zlitin Co-Pt in Fe-Pd, nanodelci titanovega oksida TiO₂, reakcijske difuzijske plasti v dopiranih permanentnih magnetih na osnovi Nd-Fe-B, nanodelci in keramične tanke plasti na osnovi ZnO in drugi.

Dosežki raziskav so bili predstavljeni v številnih znanstvenih publikacijah ter predstavitev na domačih in mednarodnih znanstvenih konferencah, kar potrjuje relevantnost raziskovalnih rezultatov projektne skupine.

ANG

Within the project we have developed and implemented improved methods of scanning electron microscopy and electron-probe microanalysis for the characterization of materials on submicrometer scale. This relatively new field of analysis has been actualized in particular in recent years with the development of modern analytical equipment, i.e. new high-resolution FEG scanning electron microscopes. With the increasing use of new nanotechnologies, either in research or industry, the number of new nanostructured materials also increases requiring the application of new methods and/or modification of existing conventional methods of characterization. In this context, the project activities were mainly focused on introducing advanced methods of microscopy (FEGSEM) and microanalysis (EDS, WDS) for the investigation of morphology and chemical composition of materials on the sub-micrometer scale. The research was based on synergistic combination of detailed knowledge of theory of electron-probe microanalysis and physics of electron-solid interaction solid with the performance of spectroscopic measurements on selected materials that were optimized for each material separately.

In the research, we paid special attention to (i) study the physics of interaction of low-energy primary electrons ($E < 10$ keV) with a solid matter, (ii) testing and application of various physical models of the depth-distribution of X-rays excited in the investigated materials, and (iii) planning and determining the optimal analytical parameters for the low-energy X-ray spectroscopy (< 3 keV) using ab initio-calculations and simulations Monte Carlo. The obtained knowledge made it possible to achieve improved and verified analytical methods that provide reliable, precise and accurate quantitative electron probe microanalysis with actual submicrometer/nanometer spatial analytical resolution. The advanced analytical methods were successfully applied for the investigation of various materials, such as: nanostructured thin ferromagnetic layers and nano-rods based on Co-Fe-Pt and Pd alloys, nanoparticles of titanium dioxide, TiO₂, reaction diffusion layers in doped permanent magnets based on Nd-Fe-B, ZnO nanoparticles and ceramic thin films, and others.

The results of research were presented in numerous scientific publications and presentations at national and international scientific conferences, which confirm the relevance of research results of the project team.

9.2. Pomen za razvoj Slovenije¹⁰

SLO

Rezultati raziskav, ki smo jih predstavili v publikacijah in na mednarodnih znanstvenih konferencah so prispevali k promociji Slovenije v tujini. Prav tako so objavljene znanstvene publikacije, vabljeni predavanja, referati in drugi prispevki na konferencah dejansko potrdili, da so raziskave, ki so bile narejene na relevantnem raziskovalnem področju, na primerljivem nivoju kot so drugje v svetu. Udeležbe na konferencah so nam omogočile številne stike s tujimi strokovnjaki in znanstveniki, ki smo jih seznanili z našim raziskovalnim delom. Na konferencah smo imeli dostop do najnovejših predstavljenih dosežkov in znanj ter priložnost za konstruktivne pogovore in izmenjavo izkušenj na področju karakterizacije materialov z naprednimi metodami elektronske mikroanalize.

Neposredni pomen projekta za gospodarstvo pa je bil v tem, da smo pridobljena nova znanja iz raziskav na projektu uporabili pri izobraževanju kadrov pri projektnem partnerju iz industrije (Cinkarna Celje). Obenem smo industrijskemu partnerju omogočili dostop do vrhunske raziskovalne opreme na Institutu "Jožef Stefan".

Splošni pomen raziskovalnih rezultatov je vsekakor njihov neposreden vpliv na dvig kakovosti raziskav in nivoja znanja iz relevantnega področja ter na uvajanje in uporabo modificiranih in naprednih metod visokoločljivostne elektronske mikroskopije in mikroanalize za karakterizacijo sodobnih materialov.

ANG

The results of the research that were presented in scientific journals and at international scientific conferences have contributed to the promotion of Slovenia abroad. Published scientific papers, invited lectures, presentations and other contributions to conferences actually confirm that the performed research in the relevant research field is on a comparable level as elsewhere in the world. Participation at conferences enabled us to have numerous contacts with foreign experts and scientists, which we have informed about our research work and achieved results. At the conferences we had access to the latest presented achievements and knowledge as well as the opportunity for constructive discussions and exchange of experience in the field of materials characterization with advanced electron-probe microanalysis methods.

Direct importance of the project for the economy was in the fact that we have used new knowledge acquired from the project research for the education and training of the co-workers from our industrial project partner (Cinkarna Celje). At the same time we have enabled to industrial partner to gain access to modern, top-level research equipment at the Institute "Jožef Stefan".

The general importance of research results is certainly their direct impact on raising the quality of research and the level of knowledge in the relevant field and on the introduction and use of modified and advanced methods of high-resolution electron microscopy and microanalysis for the characterization of modern materials.

10. Samo za aplikativne projekte in podoktorske projekte iz gospodarstva!

Označite, katerega od navedenih ciljev ste si zastavili pri projektu, katere konkretne rezultate ste dosegli in v kakšni meri so doseženi rezultati uporabljeni

Cilj	
F.01	Pridobitev novih praktičnih znanj, informacij in veščin
	Zastavljen cilj <input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat <input type="text"/>
	Uporaba rezultatov <input type="text"/>
F.02	Pridobitev novih znanstvenih spoznanj
	Zastavljen cilj <input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat <input type="text"/>
	Uporaba rezultatov <input type="text"/>
F.03	Večja usposobljenost raziskovalno-razvojnega osebja
	Zastavljen cilj <input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat <input type="text"/>

	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.04	Dvig tehnološke ravni	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.05	Sposobnost za začetek novega tehnološkega razvoja	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.06	Razvoj novega izdelka	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.07	Izboljšanje obstoječega izdelka	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.08	Razvoj in izdelava prototipa	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.09	Razvoj novega tehnološkega procesa oz. tehnologije	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.10	Izboljšanje obstoječega tehnološkega procesa oz. tehnologije	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.11	Razvoj nove storitve	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.12	Izboljšanje obstoječe storitve	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.13	Razvoj novih proizvodnih metod in instrumentov oz. proizvodnih procesov	

	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.14	Izboljšanje obstoječih proizvodnih metod in instrumentov oz. proizvodnih procesov	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.15	Razvoj novega informacijskega sistema/podatkovnih baz	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.16	Izboljšanje obstoječega informacijskega sistema/podatkovnih baz	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.17	Prenos obstoječih tehnologij, znanj, metod in postopkov v prakso	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.18	Posredovanje novih znanj neposrednim uporabnikom (seminarji, forumi, konference)	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.19	Znanje, ki vodi k ustanovitvi novega podjetja ("spin off")	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.20	Ustanovitev novega podjetja ("spin off")	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.21	Razvoj novih zdravstvenih/diagnostičnih metod/postopkov	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.22	Izboljšanje obstoječih zdravstvenih/diagnostičnih metod/postopkov	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE

	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.23	Razvoj novih sistemskih, normativnih, programskih in metodoloških rešitev	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.24	Izboljšanje obstoječih sistemskih, normativnih, programskih in metodoloških rešitev	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.25	Razvoj novih organizacijskih in upravljavskih rešitev	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.26	Izboljšanje obstoječih organizacijskih in upravljavskih rešitev	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.27	Prispevek k ohranjanju/varovanje naravne in kulturne dediščine	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.28	Priprava/organizacija razstave	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.29	Prispevek k razvoju nacionalne kulturne identitete	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.30	Strokovna ocena stanja	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.31	Razvoj standardov	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>

	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.32	Mednarodni patent	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.33	Patent v Sloveniji	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.34	Svetovalna dejavnost	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>
F.35	Drugo	
	Zastavljen cilj	<input type="radio"/> DA <input type="radio"/> NE
	Rezultat	<input type="text"/>
	Uporaba rezultatov	<input type="text"/>

Komentar

11.Samo za aplikativne projekte in podoktorske projekte iz gospodarstva!**Označite potencialne vplive oziroma učinke vaših rezultatov na navedena področja**

	Vpliv	Ni vpliva	Majhen vpliv	Srednji vpliv	Velik vpliv	
G.01	Razvoj visokošolskega izobraževanja					
G.01.01.	Razvoj dodiplomskega izobraževanja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.01.02.	Razvoj podiplomskega izobraževanja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.01.03.	Drugo: <input type="text"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02	Gospodarski razvoj					
G.02.01	Razširitev ponudbe novih izdelkov/storitev na trgu	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.02.	Širitev obstoječih trgov	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.03.	Znižanje stroškov proizvodnje	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.04.	Zmanjšanje porabe materialov in energije	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.05.	Razširitev področja dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.06.	Večja konkurenčna sposobnost	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.07.	Večji delež izvoza	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.08.	Povečanje dobička	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.09.	Nova delovna mesta	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	

G.02.10.	Dvig izobrazbene strukture zaposlenih	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.11.	Nov investicijski zagon	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.02.12.	Drugo:	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03	Tehnološki razvoj					
G.03.01.	Tehnološka razširitev/posodobitev dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03.02.	Tehnološko prestrukturiranje dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03.03.	Uvajanje novih tehnologij	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.03.04.	Drugo:	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04	Družbeni razvoj					
G.04.01	Dvig kvalitete življenja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.02.	Izboljšanje vodenja in upravljanja	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.03.	Izboljšanje delovanja administracije in javne uprave	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.04.	Razvoj socialnih dejavnosti	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.05.	Razvoj civilne družbe	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.04.06.	Drugo:	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.05.	Ohranjanje in razvoj nacionalne naravne in kulturne dediščine in identitete					
G.06.	Varovanje okolja in trajnostni razvoj					
G.07	Razvoj družbene infrastrukture					
G.07.01.	Informacijsko-komunikacijska infrastruktura	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.07.02.	Prometna infrastruktura	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.07.03.	Energetska infrastruktura	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.07.04.	Drugo:	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
G.08.	Varovanje zdravja in razvoj zdravstvenega varstva					
G.09.	Drugo:					

Komentar

--

12.Pomen raziskovanja za sofinancerje¹¹

	Sofinancer		
1.	Naziv		
	Naslov		
	Vrednost sofinanciranja za celotno obdobje trajanja projekta je znašala:		EUR
	Odstotek od utemeljenih stroškov projekta:		%
	Najpomembnejši rezultati raziskovanja za sofinancerja	Šifra	

	1.		
	2.		
	3.		
	4.		
	5.		
Komentar			
Ocena			

13. Izjemni dosežek v letu 2014¹²

13.1. Izjemni znanstveni dosežek

Analiza morfologije in kemijske sestave nanožic iz zlitine Fe-Pd

Z visokoločljivostno vrstično elektronsko mikroskopijo FEGSEM in z nizkonapetostno energijsko-disperzijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov (LVEDS) smo preiskovali nanožice iz zlitine Fe-Pd, ki so bile narejene z elektrodepozicijo. Nanožice so imele premer 200 nm in dolžino med 3 in 6 mikrometrov. Kvantitativne LVEDS-analize smo naredili pri energiji primarnih elektronov 5 keV in z meritvami nizkoenergijskih spektralnih črt Fe-L in Pd-L. Z ustrezno kalibracijo EDS-SDD spektrometra in s posebno standardizacijo smo izboljšali učinkovitost štetja in natančnost analiz ter točno določili kemijsko sestavo nanožic Fe-Pd. Postopek optimizacije metode z uporabo ab-initio izračunov in Monte-Carlo simulacij nam je omogočil, da pridobimo zanesljive kvantitativne analize z nanometrsko prostorsko analitsko ločljivostjo <100 nm. Na ta način smo tudi izmerili morebitne variacije sestave vzdolž nekaj mikrometrov dolgih nanožic

13.2. Izjemni družbeno-ekonomski dosežek

--

C. IZJAVE

Podpisani izjavljam/o, da:

- so vsi podatki, ki jih navajamo v poročilu, resnični in točni
- se strinjamo z obdelavo podatkov v skladu z zakonodajo o varstvu osebnih podatkov za potrebe ocenjevanja ter obdelavo teh podatkov za evidence ARRS
- so vsi podatki v obrazcu v elektronski obliki identični podatkom v obrazcu v pisni obliki
- so z vsebino zaključnega poročila seznanjeni in se strinjajo vsi soizvajalci projekta

Podpisi:

*zastopnik oz. pooblaščen oseba
raziskovalne organizacije:*

in

vodja raziskovalnega projekta:

Institut "Jožef Stefan"

Zoran Samardžija

ŽIG

Kraj in datum:

Ljubljana

9.3.2015

Oznaka poročila: ARRS-RPROJ-ZP-2015/10

- ¹ Napišite povzetek raziskovalnega projekta (največ 3.000 znakov v slovenskem in angleškem jeziku) [Nazaj](#)
- ² Napišite kratko vsebinsko poročilo, kjer boste predstavili raziskovalno hipotezo in opis raziskovanja. Navedite ključne ugotovitve, znanstvena spoznanja, rezultate in učinke raziskovalnega projekta in njihovo uporabo ter sodelovanje s tujimi partnerji. Največ 12.000 znakov vključno s presledki (približno dve strani, velikost pisave 11). [Nazaj](#)
- ³ Realizacija raziskovalne hipoteze. Največ 3.000 znakov vključno s presledki (približno pol strani, velikost pisave 11) [Nazaj](#)
- ⁴ V primeru bistvenih odstopanj in sprememb od predvidenega programa raziskovalnega projekta, kot je bil zapisan v predlogu raziskovalnega projekta oziroma v primeru sprememb, povečanja ali zmanjšanja sestave projektne skupine v zadnjem letu izvajanja projekta, napišite obrazložitev. V primeru, da sprememb ni bilo, to navedite. Največ 6.000 znakov vključno s presledki (približno ena stran, velikost pisave 11). [Nazaj](#)
- ⁵ Navedite znanstvene dosežke, ki so nastali v okviru tega projekta. Raziskovalni dosežek iz obdobja izvajanja projekta (do oddaje zaključnega poročila) vpišete tako, da izpolnite COBISS kodo dosežka – sistem nato sam izpolni naslov objave, naziv, IF in srednjo vrednost revije, naziv FOS področja ter podatek, ali je dosežek uvrščen v A'' ali A'. [Nazaj](#)
- ⁶ Navedite družbeno-ekonomske dosežke, ki so nastali v okviru tega projekta. Družbeno-ekonomski rezultat iz obdobja izvajanja projekta (do oddaje zaključnega poročila) vpišete tako, da izpolnite COBISS kodo dosežka – sistem nato sam izpolni naslov objave, naziv, IF in srednjo vrednost revije, naziv FOS področja ter podatek, ali je dosežek uvrščen v A'' ali A'.
- Družbeno-ekonomski dosežek je po svoji strukturi drugačen kot znanstveni dosežek. Povzetek znanstvenega dosežka je praviloma povzetek bibliografske enote (članka, knjige), v kateri je dosežek objavljen.
- Povzetek družbeno-ekonomskega dosežka praviloma ni povzetek bibliografske enote, ki ta dosežek dokumentira, ker je dosežek sklop več rezultatov raziskovanja, ki je lahko dokumentiran v različnih bibliografskih enotah. COBISS ID zato ni enoznačen, izjemoma pa ga lahko tudi ni (npr. prehod mlajših sodelavcev v gospodarstvo na pomembnih raziskovalnih nalogah, ali ustanovitev podjetja kot rezultat projekta ... - v obeh primerih ni COBISS ID). [Nazaj](#)
- ⁷ Navedite rezultate raziskovalnega projekta iz obdobja izvajanja projekta (do oddaje zaključnega poročila) v primeru, da katerega od rezultatov ni mogoče navesti v točkah 6 in 7 (npr. ni voden v sistemu COBISS). Največ 2.000 znakov, vključno s presledki. [Nazaj](#)
- ⁸ Pomen raziskovalnih rezultatov za razvoj znanosti in za razvoj Slovenije bo objavljen na spletni strani: <http://sicris.izum.si/> za posamezen projekt, ki je predmet poročanja [Nazaj](#)
- ⁹ Največ 4.000 znakov, vključno s presledki [Nazaj](#)
- ¹⁰ Največ 4.000 znakov, vključno s presledki [Nazaj](#)
- ¹¹ Rubrike izpolnite / prepisite skladno z obrazcem "izjava sofinancerja" <http://www.arrs.gov.si/sl/progproj/rproj/gradivo/>, ki ga mora izpolniti sofinancer. Podpisan obrazec "Izjava sofinancerja" pridobi in hrani nosilna raziskovalna organizacija – izvajalka projekta. [Nazaj](#)
- ¹² Navedite en izjemni znanstveni dosežek in/ali en izjemni družbeno-ekonomski dosežek raziskovalnega projekta v letu 2014 (največ 1000 znakov, vključno s presledki). Za dosežek pripravite diapozitiv, ki vsebuje sliko ali drugo slikovno gradivo v zvezi z izjemnim dosežkom (velikost pisave najmanj 16, približno pol strani) in opis izjemnega dosežka (velikost pisave 12, približno pol strani). Diapozitiv/-a priložite kot priponko/-i k temu poročilu. Vzorec diapozitiva je objavljen na spletni strani ARRS <http://www.arrs.gov.si/sl/gradivo/>, predstavitev dosežkov za pretekla leta pa so objavljena na spletni strani <http://www.arrs.gov.si/sl/analize/dosez/>. [Nazaj](#)

Obrazec: ARRS-RPROJ-ZP/2015 v1.00a
20-57-46-09-6D-C1-FC-58-AF-F8-65-D5-64-05-B6-F6-3B-25-2F-C5

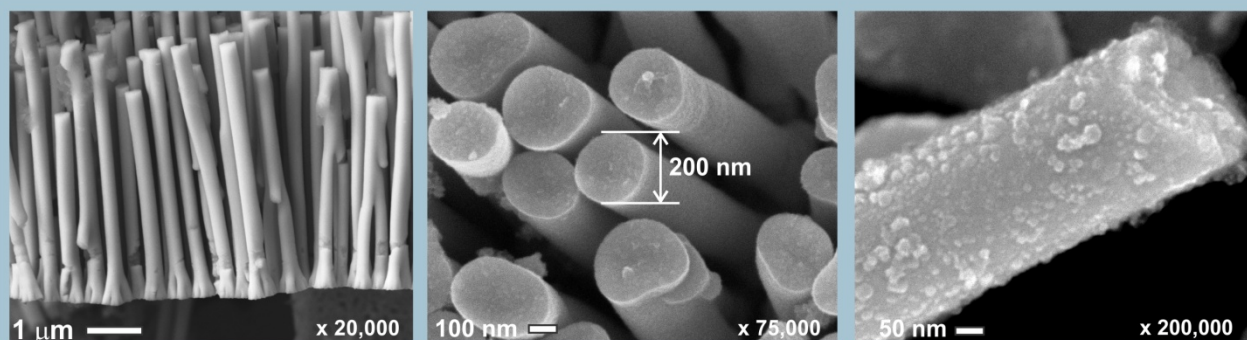
Priloga 1

TEHNIKA

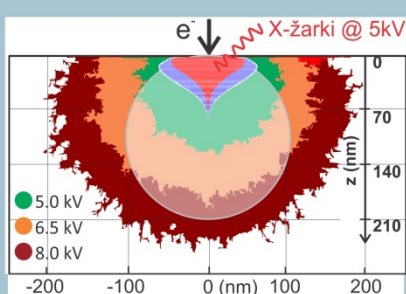
Področje: 2.04 – Materiali

Dosežek: Analiza morfologije in kemijske sestave nanožic Fe-Pd

Vir: Pečko, D., Žužek Rožman, K., Kostevšek, N., Arshad, M. S., Markoli, B., Samardžija, Z., Kobe, S., *Journal of alloys and compounds*, 2014, vol. 605, str. 71-79, [COBISS.SI-ID 27644199]

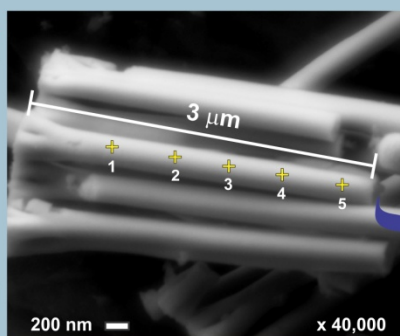


Visokoločljivostni FEGSEM-posnetki morfologije nanožic Fe-Pd s premerom 200 nm

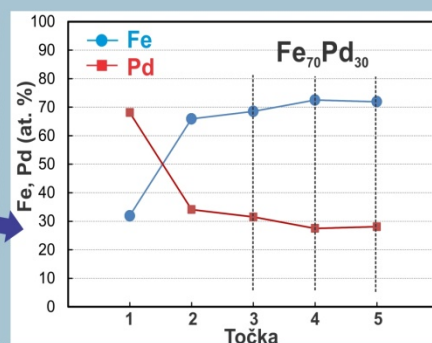


Simulacija Monte Carlo

- interakcijski volumen elektronov pri 5, 6,5 in 8 kV
- $\Phi(\rho z)$ -porazdelitev X-žarkov v nanožici Fe-Pd pri 5 kV



Analiza sestave vzdolž 3 μm nanožice z nanometrsko (< 100 nm) prostorsko analitsko ločljivostjo



Kvantitativna LVEDS-analiza sestave nanožice Fe-Pd

J2-4237

Z viskoločljivostno vrstično elektronsko mikroskopijo FEGSEM in z nizkonapetostno energijsko-disperzijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov (LVEDS) smo preiskovali morfologijo in sestavo nanožic iz zlitine Fe-Pd, ki so bile narejene s postopkom elektrodepozicije. Z optimizirano kvantitativno LVEDS-analizo nizkoenergijskih spektralnih črt Fe-L α in Pd-L α smo natančno in točno določili kemijsko sestavo nanožic Fe-Pd z nanometrsko analitsko ločljivostjo (< 100 nm) ter tudi izmerili variacije sestave vzdolž nekaj mikrometrov dolgih nanožic.