

## TERMIČNA ANALIZA TANKIH PLASTI (2. del)

Romana Cerc Korošec, Peter Bukovec

Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Aškerčeva 5, 1000 Ljubljana, Slovenija.

### POVZETEK

Velikost optične modulacije nikeljoksidnih tankih plasti je pri procesu obarvanja in razbarvanja močno odvisna od stopnje termične obdelave teh plasti. Premalo termično obdelane plasti se kmalu ne razbarvajo več popolnoma. Po drugi strani pa je optična modulacija plasti, ki so bile izpostavljene previsoki temperaturi, majhna. Tako je smiselno iskati optimalno temperaturo in čas toplotne obdelave. V prispevku opisujemo optimizacijo elektrokromnega odziva nikeljoksidnih tankih plasti, pripravljenih iz  $\text{NiSO}_4$ -prekursorja po sol-gel postopku, s termogravimetrično analizo. Iz dinamičnih TG-meritev tankih plasti določimo temperaturo, iz izotermnih pa možni čas termične obdelave. Postopek omogoča pripravo termično različno obdelanih tankih plasti, pri katerih lahko spreminjamo razmerje med termično neobdelano amorfno fazo in nanokristaliničnim nikeljevim oksidom, ki nastaja med toplotno obdelavo. Elektrokromne lastnosti pripravljenih plasti je nato treba določiti s spektroelektrokemijskimi merjenji.

### Thermal analysis of thin films (Part II)

#### ABSTRACT

The magnitude of the optical modulation of nickel oxide thin films after the colouring/bleaching process depends strongly on the degree of thermal treatment of these films. When they are insufficiently heat-treated, they soon lose their ability to bleach to the initial value. On the other hand, their optical modulation is poor, when they are exposed to too high temperature. This behaviour therefore makes it essential to search for the optimal temperature and duration of heat treatment. The optimization of the electrochromic response of nickel oxide thin films, prepared from  $\text{NiSO}_4$  precursor via the sol-gel route is described in this article, using thermogravimetric analysis. The temperature of heat treatment was chosen from dynamic TG measurements, and the duration of heat-treatment from isothermal ones. The described procedure enables the preparation of thin films thermally treated to a different extent where the ratio between the thermally undecomposed amorphous phase and nanocrystalline nickel oxide, which is formed during the heat treatment, is varied. The electrochromic response of these films should be determined using additional spectroelectrochemical measurements.

### 1 UVOD

Lastnost elektrokromnih materialov je reverzibilna in obstojna sprememba optičnih lastnosti, ki jo dosežemo s spremembo električnega potenciala <sup>(1,2)</sup>. Elektrokromni proces v tanki plasti nikeljevega oksida je posledica reverzibilne redoks reakcije, kjer je reducirano stanje ( $\text{Ni}^{2+}$ ) brezbarvno, oksidirano ( $\text{Ni}^{3+}$ ) pa temno rjavo <sup>(2)</sup>. V množici oksidov prehodnih elementov, ki izražajo anodni ali katodni elektrokromizem, je nikeljev oksid kot predstavnik anodnih elektrokromnih materialov posebej zanimiv zaradi visoke vrednosti elektrokromne učinkovitosti (od  $35 \text{ cm}^2 \text{ C}^{-1}$  do  $50 \text{ cm}^2 \text{ C}^{-1}$ ) <sup>(3)</sup>. Tanke plasti nikeljevega oksida, ki jih z različnimi fizikalnimi in kemijskimi postopki nanese na podlago, se med seboj razlikujejo v sestavi, strukturi, velikosti kristalinitov,

stopnji kristaliničnosti, debelini... Posledica tega je, da njihove optične in elektrokemijske lastnosti ter stabilnost variirajo v širokem območju. Plasti že med procesom nanašanja ali pa po njem toplotno obdelamo, da izboljšamo oprijemljivost na podlago in tanki plasti zagotovimo ustrezno strukturo. Ne glede na način priprave nikeljoksidnih plasti je znano, da je stopnja termične obdelave eden od ključnih parametrov, ki vpliva na velikost optične modulacije in stabilnost tanke plasti med večkratnim procesom obarvanja in razbarvanja. Če je tanka plast izpostavljena previsoki temperaturi oz. da je na določeni temperaturi predolgo časa, se njen elektrokromni odziv zelo zmanjša <sup>(4-7)</sup>, v nekaterih primerih postane plast celo neaktivna <sup>(6,8,9)</sup>. Pri termično neobdelanih tankih plasteh se med ciklanjem v alkalnem elektrolitu optična modulacija kmalu zniža glede na začetno vrednost <sup>(10,11)</sup>, ali pa pride do odtapljanja tanke plasti s podlage <sup>(12,13)</sup>.

Primerno temperaturo in čas toplotne obdelave lahko včasih določimo s metodami termične analize, predvsem termogravimetrijo (TG) in diferenčno dinamično kalorimetrijo (DSC). Ker je termična analiza tankih plasti zahtevna tehnika <sup>(14)</sup>, je bila za preučevanje elektrokromnega odziva nikeljoksidnih tankih plasti le-ta narejena le za vzorca pripadajočih prahov <sup>(8,15-18)</sup>. Termična analiza praškastih vzorcev spada h klasičnim analiznim tehnikam, saj se težave, na katere naletimo pri termični analizi tankih plasti <sup>(14)</sup> zaradi mnogo večje količine preučevanega vzorca ne pojavijo. Termični razpad tankih plasti pa se lahko začne pri nižjih temperaturah kot pri prahovih <sup>(19,20)</sup>. V tem primeru iz TG- in DSC-meritev prahov ni mogoče najti ustrezne razlage elektrokromnih, strukturnih in morfoloških lastnosti plasti, pri katerih je prišlo do termično induciranih sprememb pri nižji temperaturi.

V prispevku primerjalno podajava rezultate dinamične in izotermne TG-analize vzorcev tankih plasti in prahov, pripravljenih iz nikeljsulfatnega prekursorja po sol-gel-postopku z metodo potapljanja. Optimizacija toplotne obdelave tanke plasti poteka glede na njen elektrokromni odziv, v veliko pomoč pa so nam tudi dodatne metode za analizo tankih plasti <sup>(21)</sup>.

## 2 EKSPERIMENTALNI DEL

### 2.1 Priprava tankih plasti in kserogelov

Aktivno elektrokromno plast smo pripravili iz 0,5 M- raztopine nikeljevega (II) sulfata, ki smo jo obarjali z 2,0 M-raztopino litijevega hidroksida do pH-vred-

nosti 9,0. Suspenzijo smo centrifugirali. Dobljeno oborino smo peptizirali z ledocetno kislino do pH 4,5. Da bi dosegli želeno viskoznost sola, smo mu dodali destilirano vodo, ga sonificirali in filtrirali.

Kserogel smo pripravili tako, da smo sol, iz katerega smo povlekli tanke plasti, nalili v petrijevko in počakali, da se je posušil.

Tanke plasti na različnih podlagah smo pripravili s tehniko potapljanja s pripravo za vlečenje. Hitrost vlečenja podlage je bila  $5 \text{ cm min}^{-1}$ . Za TG-meritve smo kot podlago uporabili objektno steklo ( $2 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ , debelina 1 mm), krovno steklo (Brandt,  $24 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$ ) in aluminijevo folijo (Al-folija za gospodinjstvo, debelina 0,01 mm). Nanosi so bili obojestranski. Pred nanosom tanke plasti smo podlago omočili z omakalom. Za krovna in objektna stekla smo uporabili raztopino etolata v destilirani vodi (masni delež  $\omega = 0,01$ ), za prevodna stekla in aluminijevo folijo pa raztopino teloksida v etanolu ( $\omega = 0,01$ ).

V objektno steklo debeline 1 mm smo približno pol centimetra pod robom izvrtali luknjico, da smo nato lahko steklo z nanesenim vzorcem s platinskim kavljem obesili na platinsko žičko termoanalizatorja. Robove krovnega stekla, kjer plast ni bila enakomerno nanesena, smo odrezali z diamantno konico, nato pa krovno steklo z nanesenim vzorcem strli med plastmi papirja. Koščki so morali biti dovolj majhni (nekaj  $\text{mm}^2$ ), da smo jih lahko nasuli v platinski lonček 150  $\mu\text{L}$ . Aluminijevo folijo, na katero je bila nanesena tanka plast, smo s škarjami narezali na majhne koščke velikosti približno pol krat pol cm in jih nato vstavili v lonček. Za spektroelektrokemijske analize smo tanko plast nanesli na prevodno steklo  $\text{SnO}_2/\text{F}$  (plastna upornost 13  $\Omega$ ). Po koncu nanašanja smo z destilirano vodo odstranili plast, ki je bila nanesena na neprevodni strani stekla  $\text{SnO}_2/\text{F}$ . Velikost prevodnih stekel za spektroelektrokemijske meritve ( $3,5 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ ) onemogoča termično obdelavo v TG-instrumentu, zato smo v tem primeru termično obdelavo izvedli v komorni peči Instrumentaria Zagreb (programator Iskraterm 2K). Temperaturo v peči smo dodatno nadzorovali s termočlenom Hanna HI 92701C, ki je bil umerjen v Laboratoriju za meritve v procesnem strojništvu (Fakulteta za strojništvo).

## 2.2 Merilne tehnike in postopki

Termogravimetrične analize prahov kserogelov in tankih plasti na različnih podlagah so bile narejene na termonalizatorju Perkin Elmer TGA7 in Mettler Toledo TGA/SDTA 851<sup>e</sup> \* v platinskih lončkih pre-

mera 8 mm in pretoku zraka  $100 \text{ mL min}^{-1}$ . Pri dinamičnih TG-meritvah je bila hitrost gretja  $5 \text{ K min}^{-1}$ . Izotermne termogravimetrične krivulje so bile posnete z naslednjim temperaturnim programom: do zelene izotermne temperature se je peč segrevala s hitrostjo  $2 \text{ K min}^{-1}$ , na izotermni temperaturi je ostala 90 minut in se nato zopet segrevala do  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  s hitrostjo  $2 \text{ K min}^{-1}$ . Pri vseh TG-krivuljah je bazna linija odšteta. Masa vzorcev kserogelov je bila približno 10 mg. Masa tankih plasti, nanesenih na različnih podlagah (tanka plast + podlaga) je za dinamične meritve vpisana v tabeli 1. Pri izotermnih meritvah je bila masa tanke plasti in krovnega stekla skupaj  $\sim 100 \text{ mg}$ .

Ciklovoltametrične in kronokolumetrične meritve smo izvedli s potenciostat-galvanostatom EG&G PAR Model 273, ki smo ga upravljali z računalniškim programom Model 270 Electrochemical analysis Software. Meritve smo izvajali v merilni celici 50 mL domače izvedbe. V trielektrodnem sistemu smo kot delovno elektrodo vezali tanko plast elektrokromnega materiala, naneseno na prevodno prevodno steklo  $\text{SnO}_2/\text{F}$ . Nasprotna elektroda je bila platinska žička, referenčna pa  $\text{Ag}/\text{AgCl}/\text{nasičen KCl}$ . Površina tankih plasti, ki je bila med meritvami v stiku z 0,1-molarnim  $\text{LiOH}$ , je bila med  $2 \text{ cm}^2$  in  $3 \text{ cm}^2$ . Ciklovoltametrične meritve tankih plasti so bile narejene v potencialnem območju od 0,00 V do 0,65 V glede na  $\text{Ag}/\text{AgCl}$  referenčno elektrodo s hitrostjo preleta potenciala  $10 \text{ mV s}^{-1}$ . Pri kronokolumetričnih meritvah smo tanko plast najprej obarvali pri potencialu 0,6 V glede na referenčno elektrodo (30 sekund), nato pa jo razbarvali pri potencialu 0,0 V (30 sekund).

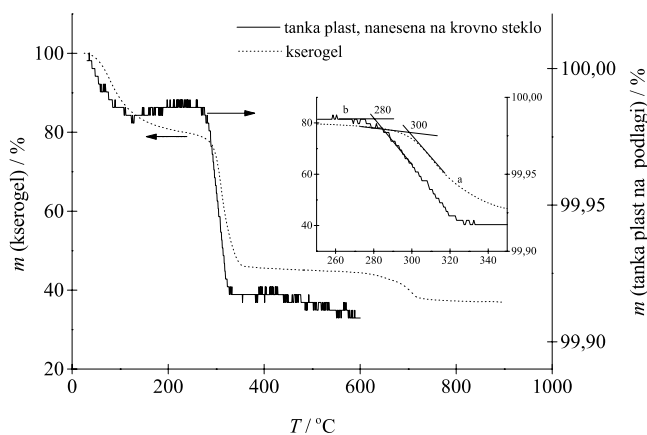
In-situ spektroelektrokemijske meritve UV-VIS smo opravili na spektrometru UV/VIS Perkin Elmer Lambda 2, povezanim s potenciostat-galvanostatom EG&G PAR Model 273. Spektroelektrokemijsko celico smo vstavili v prostor za vzorec spektrofotometra. Kot ozadje smo posneli spekter celice, napolnjene z elektrolitom.

Debelina plasti je bila določena s profilometrom Talysurf (Taylor Hobson).

## 3 REZULTATI IN DISKUSIJA

Na sliki 1 sta prikazani dinamični termogravimetrični meritvi kserogela ter tanke plasti, nanesene na krovno steklo. Od  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  do  $240 \text{ }^\circ\text{C}$  poteka dehidracija<sup>(21)</sup>. Nad  $240 \text{ }^\circ\text{C}$  se začne termični razpad acetatnih skupin, pri čemer nastaja nikljev oksid<sup>(21)</sup>. Začetna temperatura termičnega razpada ("onset"

\*Princip merjenja TG/SDTA (SDTA pomeni *single differential thermal analysis*) je naslednji: pod nosilcem lončka, ki je povezan s tehtnico (ta meri izgubo mase), je vgrajen termočlen, ki meri temperaturo pod lončkom. Če pred merjenjem vzorca naredimo meritev za prazen lonček (bazno linijo) v identičnih razmerah kot kasneje vzorec, nato pa od merjenih vzorcev odštejemo bazno linijo, dobimo podobno informacijo, kot jo da DTA. Prednost analize SDTA je, da hkrati dobimo informacijo o izgubi mase in entalpijskih spremembah.



**Slika 1:** Primerjava dinamičnih termogravimetričnih krivulj kserogela (leva ordinata) in tanke plasti (desna ordinata)

vrednost) za tanko plast na krovnem steklu je 280 °C, za kserogel pa 300 °C.

Tanko plast smo nanesli na tri različno masivne podlage: objektno in krovno steklo ter aluminijevo folijo. Dinamične TG-krivulje na teh podlagah so prikazane na sliki 2. Ne glede na uporabljeno podlago pri 300 °C opazimo izgubo mase, ki nastane zaradi termičnega razpada acetatnih skupin. Na osnovi predpostavke, da je odstotek razpada tanke plasti v tem območju enak kot pri kserogelu (34,5 %), lahko izračunamo začetno maso tanke plasti, masno razmerje med podlago in tanko plastjo (S/F) ter začetno maso tanke plasti, nanesene na  $\text{cm}^2$  podlage (m/A) – tabela 1. Razmerje m/A je približno dvakrat večje, če smo kot podlago uporabili objektno steklo (zaradi

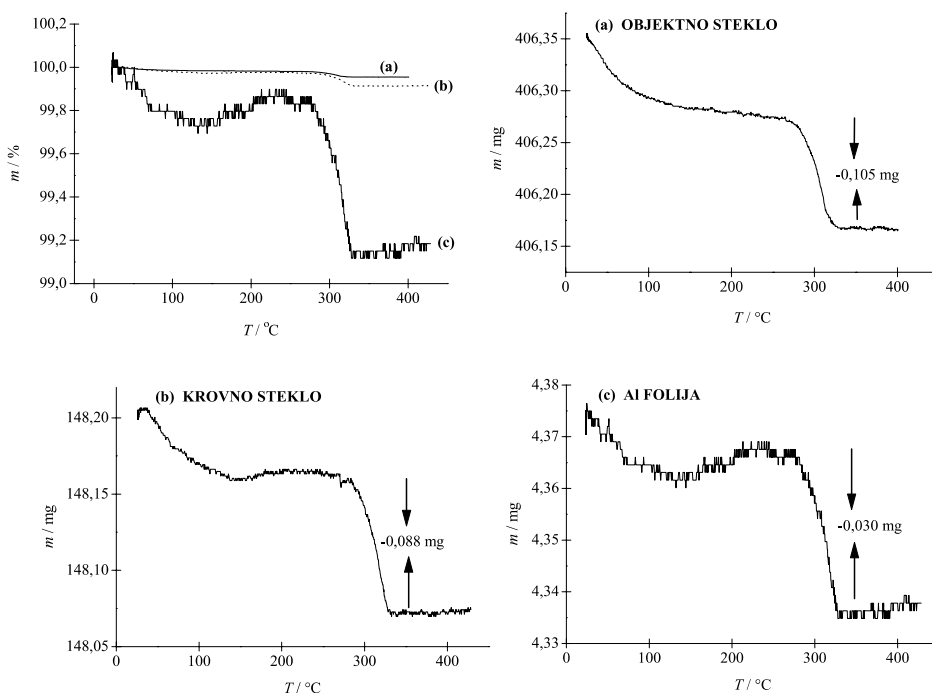
masivne podlage smo v tem primeru tanko plast nanesli zaporedoma dvakrat).

Uporaba aluminijeve folije za podlago omogoči bistveno zmanjšati razmerje S/F (tabela 1), zato z izbiro čim lažje podlage na odstotni skali povečamo merjeni efekt izgube mase. Le-ta je v primeru Al-folije okoli 1 %. Če je podlaga krovno steklo, doseže vrednost 0,1 % oz. pri objektnem steklu le 0,04 %. Po drugi strani pa je na miligramski skali velikost izgube mase največja v primeru, ko smo kot podlago uporabili objektno steklo (razlog smo že navedli). Kadar je izguba mase zelo majhna (0,030 mg, slika 2c), še vedno opazimo vzgonski efekt (povečanje mase), verjetno zaradi majhne spremembe pretoka plina skozi peč med merjenjem vzorca oz. bazne linije.

**Tabela 1:** Začetne mase vzorca (tanka plast + podlaga), razmerje mas med podlago in tanko plastjo (S/F) in začetna masa tanke plasti na  $\text{cm}^2$  podlage (m/A)

Podlaga	Začetna masa vzorca – tanka plast + podlaga (mg)	S/F	m/A ( $\text{mg cm}^{-2}$ )
Objektno steklo	406,352	1350	0,1
Krovno steklo	148,199	580	0,06
Aluminijeva folija	4,373	50	0,06

Po termičnem razpadu acetatnih skupin ostane na podlagi nanozrnat kubični nikljev oksid (premer zrn med 2 nm in 3 nm). Prisotnosti amorfne faze ne moremo izključiti, vendar njen delež ne presega 10 %. V IR-spekttru tanke plasti so poleg valenčnega nihanja nikelj-kisik prisotna še nihanja enovezno koordi-

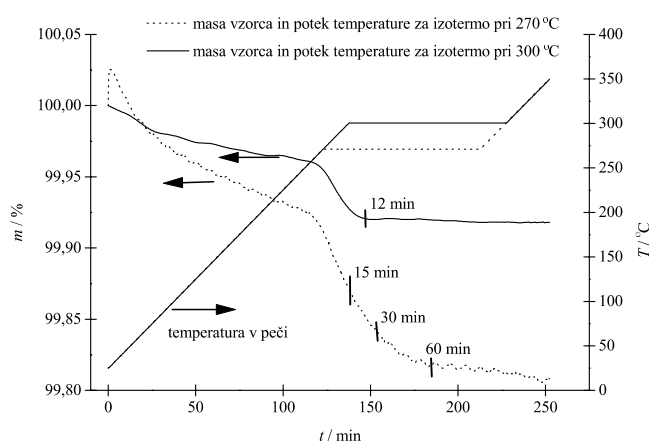


**Slika 2:** Dinamične TG-krivulje tanke plasti (odstotna skala), nanesene na objektno steklo (a), krovno steklo (b) oz. aluminijevo folijo (c)

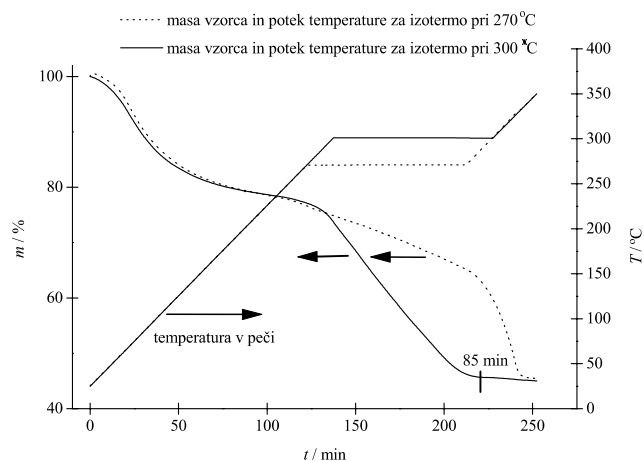
niranih sulfatnih skupin. Te so najverjetneje vezane na nikljeve ione, ki so na površini zrn nanokristalitiv ali pa v majhnem delu amorfne faze med zrnji <sup>(21)</sup>. Termični razpad sulfatnih skupin poteče pri vzorcu kserogela nad 600 °C, na dinamični TG-krivulji je zato vidna še ena stopnja v temperaturnem območju med 600 °C in 730 °C (slika 1). Tanke plasti na omenjenih podlagah nismo merili nad temperaturami, višjimi od 600 °C, saj se steklo prične mehčati, Al-folija pa pri 660 °C taliti.

Izotermne termogravimetrične krivulje tankih plasti in kserogela pri temperaturi 270 °C in 300 °C so prikazane na slikah 3 in 4. Temperaturi sta bili izbrani na osnovi rezultatov dinamičnih meritev. Po izotermi obdelavi pri 270 °C oz. 300 °C smo temperaturo v peči povišali do 350 °C, kjer termični razpad acetatnih skupin poteče do konca za oba vzorca, tanko plast in kserogel. Iz razmerja med izotermno izgubo mase vzorca pri izbranem času in izgubo mase po koncu razpada acetatnih skupin smo ocenili odstotek razpada (za 0 % smo vzeli začetek razpada acetatnih skupin, za 100 % pa maso na koncu razpada). Pri temperaturi 270 °C v času 15 minut termično razpade približno 50 % tanke plasti, v 30 minutah 80 % in v eni uri 100 %. Pri 300 °C je termični razpad končan po 12 minutah. Pri temperaturi 270 °C v času 60 minut razpade okoli 30 % amorfne kserogela (slika 4). Pri 300 °C termični razpad kserogela poteče v 85 minutah. Z izmerjenimi izotermnimi TG-krivuljami lahko pripravimo več tankih plasti z različnim razmerjem med termično še nerazpadlo amorfno fazo in nanokristaliničnim NiO, ki začne nastajati med razpadom.

Monokromatsko spreminjanje prepustnosti ( $\lambda = 480$  nm) toplotno različno obdelanih tankih plasti med ciklovoltametričnimi meritvami prikazuje slika 5. Med anodnim preletom potenciala pride pri potencialu od 0,4 V do 0,5 V do oksidacije  $\text{Ni}^{2+}$  v  $\text{Ni}^{3+}$ . Pri tem procesu plast potemni in njena prepustnost za svetlobo se zmanjša. V nasprotni smeri preleta potenciala pride

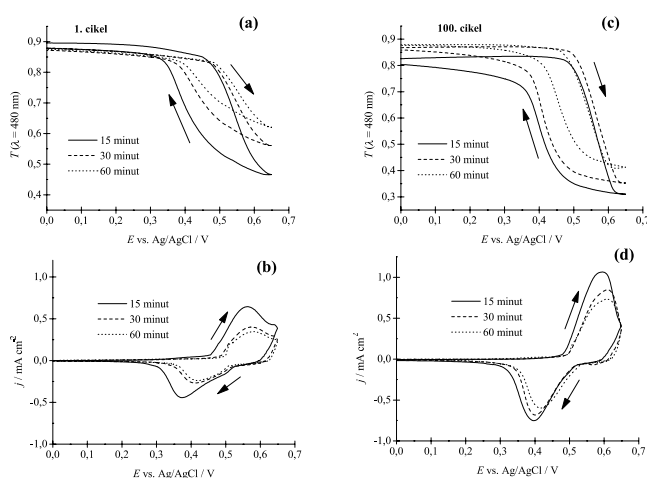


**Slika 3:** Izotermni termogravimetrični krivulji tanke plasti, nanesene na krovno steklo

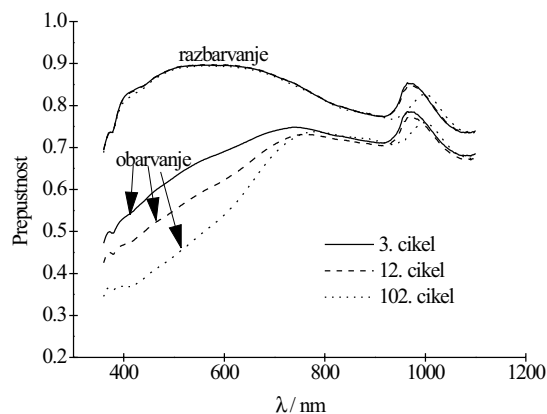


**Slika 4:** Izotermni termogravimetrični krivulji kserogela

do redukcije ionov  $\text{Ni}^{3+}$ , kar vodi do osnovnega razbarvanega stanja. V prvem ciklu največjo spremembo prepustnosti opazimo pri tanki plasti, ki je bila na temperaturi 270 °C 15 minut. (43,1 %). Ta plast pa se pri redukciji ne razbarva popolnoma, saj je njena prepustnost za 1,9 % manjša kot na začetku cikla. Tanka plast, ki je bila izpostavljena izotermni temperaturi 30 minut, kaže do približno 100. cikla dobro reverzibilnost procesa  $\text{Ni}^{2+} \leftrightarrow \text{Ni}^{3+}$ . V 100. ciklu je sprememba prepustnosti med obarvanim in razbarvanim stanjem 51,5 %, vendar se po koncu 100. cikla ne razbarva več popolnoma (slika 5c). Odlično reverzibilnost elektrokromnega procesa kaže tudi v 100. ciklu plast, ki je bila eno uro izpostavljena temperaturi 270 °C. Sprememba prepustnosti med obarvanim in razbarvanim stanjem v prvem ciklu pri  $\lambda = 480$  nm je 25,7 %, do 100. cikla pa se poveča na 46,5 %.



**Slika 5:** Primerjava monokromatskega spreminjanja prepustnosti 35 nm debele plasti v 1. in 100. ciklu (a, c) ter pripadajočih ciklovoltametričnih krivulj (b, d) v 0,10 M LiOH. Tanke plasti so bile toplotno obdelane pri 270 °C od 15 do 60 minut.



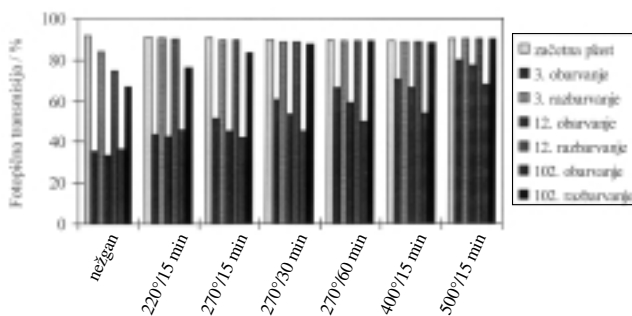
**Slika 6:** Spektralni odziv 35 nm debele plasti, ki je bila 60 minut izpostavljena 270 °C. Plast smo obarvali v 0,1 M LiOH pri 0,6 V(30 s) in jo razbarvali pri 0,0 V v 30 s.

Ciklovoltametrične meritve se skladajo z izmerjenimi optičnimi lastnostmi. Večje število aktivnih nikljevih ionov ima termično najmanj obdelana tanka plast, gostota toka je zato največja. Položaj anodnih in katodnih vrhov nakazuje, da ima plast, ki je bila 60 minut na 270 °C, kompaktnjšo strukturo. Med ciklanjem narašča število aktivnih nikljevih ionov, v 100. ciklu so gostote tokov približno dvainpolkrat večje kot v prvem ciklu.

Spekter tanke plasti (60 minut na 270 °C) med 360 nm in 1100 nm v obarvanem in razbarvanem stanju je prikazan na sliki 6. Na podlagi teh spektrov lahko izračunamo, kakšno stopnjo barvne spremembe bo med zatemnitvijo in osvetlitvijo zaznalo človeško oko, če vzorec opazujemo pri dnevni svetlobi <sup>(22)</sup>.

Na sliki 7 so prikazane svetlosti plasti v obarvanem in razbarvanem stanju za sedem toplotno različno obdelanih plasti.

Optična modulacija termično neobdelanih plasti je v začetnih ciklih velika, sprememba fotopične prepustnosti med obarvanim in razbarvanim stanjem je ~ 50 % (debelina plasti 40 nm). Razbarvanje amorfne plasti pa že v začetnih ciklih ni reverzibilno, zato se optična prepustnost pri potencialu razbarvanja znatno zniža (v prvih desetih ciklih za ~ 10 %). Po procesu dehidracije postane optična modulacija plasti po nekaj začetnih ciklih primerljiva z optično modulacijo



**Slika 7:** Odvisnost fotopične transmisije (v procentih) toplotno različno obdelanih tankih plasti


termično neobdelanih plasti, razbarvanje pa poteče do višje stopnje. Še vedno pa plast elektrokromno ni stabilna. Boljšo reverzibilnost kažejo tanke plasti, ki vsebujejo nanokristalinično NiO-fazo. Tanke plasti, ki poleg amorfne faze vsebujejo tudi nanokristalinično fazo (toplotna obdelava 15 minut na 270 °C – 50-procentni termični razpad oziroma 30 minut na 270 °C – 80-odstotni termični razpad), odsevajo boljšo reverzibilnost elektrokromnega procesa. Z manjšanjem deleža amorfne faze se optična modulacija v začetnih ciklih zniža glede na termično neobdelano plast, reverzibilnost razbarvanja pa se znatno izboljša. Fotopična prepustnost razbarvanega stanja v 102. ciklu kaže, da ti dve plasti še vedno nista elektrokromno stabilni. Pri plasti, ki je bila 15 minut na 270 °C, se prepustnost v 102. ciklu pri potencialu razbarvanega stanja zmanjša za 7 % glede na začetno tanko plast, pri plasti, ki je bila na enaki temperaturi 30 minut, pa za 2 %. Do 100. cikla je elektrokromno stabilna tanka plast, ki je bila na 270 °C 60 minut. Pri tej plasti je termični razpad acetatnih skupin končan (100-procentni termični razpad). TEM-posnetek te plasti, nanosene na silicij, kaže homogeno enakomerno debelo plast (35 nm), v kateri je premer nanokristalinitov NiO od 2 nm do 3 nm. Fotopična prepustnost v 3. ciklu je za obarvano stanje 66 %, za razbarvano pa 89 %. Z naraščajočim številom ciklov se vrednost v obarvanem stanju zmanjšuje. V 12. ciklu doseže 59 %, v stotem pa 50 %, pri čemer se v razbarvanem stanju pri vseh ciklih vrne na prvotno vrednost 89 %. Tanka plast, ki je bila izpostavljena 400 °C 15 minut, ima podobne lastnosti kot zgoraj opisana plast, le fotopična prepustnost v obarvanem stanju je v povprečju manjša za 5 % ne glede na čas ciklanja. Vzrok so verjetno večji nanokristaliti, saj je s TEM-posnetka plasti, ki je bila 15 minut na 500 °C, razvidno, da se je premer nanokristalinitov NiO povečal na približno 5 nm <sup>(21)</sup>.

#### 4 SKLEP

Rezultati dinamične termične analize nikelj-oksidskih tankih plasti, pripravljenih po sol-gel-postopku, pomagajo pri določitvi temperature termične obdelave plasti. S poznanjem poteka izotermnih krivulj lahko pripravimo plasti z različno sestavo, strukturo in morfologijo, pri čemer vnaprej ne vemo, katera bo imela boljše lastnosti. Te moramo določiti s spektroeletrokemijskimi merjenji posameznih plasti. Še popolnejšo sliko procesa, ki se dogaja med termično obdelavo, pa dobimo s kombinacijo dodatnih analiznih tehnik kot so IR, TEM in AFM <sup>(21)</sup>.

## 5 LITERATURA

- <sup>1</sup>B. Orel, U. Opara, U. Lavrenčič-Štangar, M. Maček, A. Šurca, M. Gaberšček, A. Krainer, *Vakuumist*, 26 (1996), 10
- <sup>2</sup>A. Šurca, *Vakuumist*, 19/1 (1999), 12
- <sup>3</sup>B. Scrosati: *Laminated Electrochromic Displays and Windows v: Applications of Electroactive Polymers*, Chapman & Hall, London, 1993
- <sup>4</sup>A. M. Andersson, W. Estrada, C. G. Granqvist, A. Gorenstein, F. Decker, *SPIE Proceedings*, 1272 (1990), 96
- <sup>5</sup>K. Yoshimura, T. Miki, S. Tanemura, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 34 (1995), 2440
- <sup>6</sup>Z. Xuping, C. Guoping, *Thin Solid Films*, 298 (1997), 53
- <sup>7</sup>T. Miki, K. Yoshimura, Y. Tai, M. Tazawa, P. Jin, S. Tanemura, *The 3<sup>rd</sup> IUMRS International Conference on Advanced Materials*, Tokyo, Japan, August 31 – September 4, 1993 (članek št. KP12)
- <sup>8</sup>A. Šurca, B. Orel, B. Pihlar, P. Bukovec, *J. of Electroanal. Chem.*, 48 (1996), 83
- <sup>9</sup>X. Chen, X. Hu, J. Feng, *Nanostructured Materials*, 6 (1995), 309
- <sup>10</sup>M. Chigane, M. Ishikawa, *J. Electrochem. Soc.*, 14 (1994), 3439
- <sup>11</sup>R. M. Torresi, M. V. Vázquez, A. Gorenstein, S. I. Córdoba de Torresi, *Thin Solid Films*, 229 (1993), 180
- <sup>12</sup>A. Gorenstein, F. Decker, M. Fantini, W. Estrada, *SPIE Proceedings*, 4 (1988), 272
- <sup>13</sup>C. Natarajan, H. Matsumoto, G. Nogami, *J. Electrochem. Soc.*, 114 (1997), 121
- <sup>14</sup>R. Cerc Korošec, *Vakuumist*, 22 (2002), 4
- <sup>15</sup>M. C. A. Fantini, G. H. Bezerra, C. R. C. Carvalho, A. Gorenstein, *SPIE Proceedings*, 1536 (1991), 81
- <sup>16</sup>P. K. Sharma, M. C. A. Fantini, A. Gorenstein, *Solid State Ionics*, 113-115 (1998), 457
- <sup>17</sup>A. Šurca, B. Orel, R. Cerc-Korošec, P. Bukovec, B. Pihlar, *J. Electroanal. Chem.*, 433 (1997), 57
- <sup>18</sup>A. Šurca, B. Orel, B. Pihlar, *J. Solid State Electrochem.*, 2 (1998), 38
- <sup>19</sup>Y. Sawada, N. Mizutani, *Netsu Sokutei* 16 (1989), 185, prevod I. Godler
- <sup>20</sup>R. Cerc Korošec, P. Bukovec, *J. Therm. Anal. Cal.*, 56 (1999), 587
- <sup>21</sup>R. Cerc Korošec, *Doktorska disertacija*, Ljubljana, 2001
- <sup>22</sup>S. Benčič, B. Orel, A. Šurca, U. Lavrenčič Štangar, *Sol. Energy* 68 (2000), 499






### MEDICINSKA OPREMA

Smo relativno mlado podjetje, vendar imajo naši strokovnjaki dolgoletne izkušnje v razvoju in izdelavi vakuumskih sistemov in komponent za uporabo v medicini. Naše znanje nam omogoča stalno izboljševanje zasnov in tehnologije izdelave naših proizvodov. Vacutech, d.o.o. je član Tehnološkega parka Ljubljana, kar nam omogoča večjo prilagodljivost zahtevam tržišča in še povečuje razvojno-raziskovalne možnosti podjetja. Naš proizvodni program obsega izdelavo:

- vakuumskih aspiratorjev,
- inhalatorjev,
- odvzemnikov materinega mleka.



Naše naprave so namenjene uporabi v bolnišnicah in zdravstvenih domovih, kot tudi pri domači negi. Njihova zasnova zagotavlja preprosto uporabo in upošteva mednarodne standarde ter zahteve medicinske in vakuumске tehnike.

### KJE SMO

Vacutech d.o.o.,  
 Teslova 30,  
 1000 Ljubljana

tel.: 01/477 66 55  
 fax: 01/477 66 70  
 url: [www.vacutech.si](http://www.vacutech.si)  
 e-pošta: [info@vacutech.si](mailto:info@vacutech.si)

### VAKUUMSKA TEHNIKA

Vacutech je eno izmed redkih, če ne celo edino slovensko podjetje, ki se ukvarja z razvojem in serijsko proizvodnjo visokovakuumskih sistemov in komponent. Zaradi malega števila podjetij v Sloveniji, ki uporabljajo vakuumsko tehniko, je naša orientacija predvsem tuje tržišče. Ker smo relativno mlado podjetje, naš program trenutno obsega razvoj in proizvodnjo:

- oljnodifuzijskih črpalk,
- vakuumskih veznih elementov,
- vakuumskih komor,
- kotnih ventilov in stikal.



Pripravljamo pa že proizvodnjo vakuumskih ploščnih ventilov. Naši proizvodi so narejeni v skladu z ultra- in visokovakuumskimi zahtevami ter mednarodnimi vakuumskimi standardi in predpisi. Konstantno izboljševanje zasnov in tehnologije izdelave naše izdelke uvršča ob bok izdelkom ostalih svetovnih proizvajalcev vakuumskih komponent.

### SMO ČLANI

Vacutech je član Tehnološkega parka Ljubljana

