

ICONISMUS XI



Fy. IV.

VAKUUMIST

ČASOPIS ZA VAKUUMSKO ZNANOST, TEHNIKO IN TEHNOLOGIJE, VAKUUMSKO
METALURGIJO, TANKE PLASTI,

POVRŠINE IN FIZIKO PLAZME



Fy. II.

LJUBLJANA, DECEMBER 2015

ISSN 0351-9716

LETNIK 35, ŠT. 3

UDK 533.5.62:539.2:669-982

High Performance Analytical FESEM

JSM-7100F

Thermal field emission electron microscope



JSM-7100F fitted with EDS, WDS, and EBSD(options)

Observation and analysis of nano structures

Observation of nano-structures

The unique high power optics of JSM-7100F guarantees 1.2nm resolution. High magnification for the study of nano-structures is easily obtained.

Stable high precision analysis

The in-lens thermal FEG produces a stable large probe current. You can obtain high quality observation and analysis results. The emitter is guaranteed for 3 years.

Magnetic specimens

The objective lens of the JSM-7100F does not form magnetic field around a specimen. Magnetic specimens can be observed and analyzed without restriction.

Analysis of nano-structures

A small probe diameter is obtained with the patented aperture angle optimizing lens. You can acquire high precision analyses and high quality elemental maps in a short time by using a large probe current.

A variety of analytical equipment including EDS, WDS, and EBSD can be mounted with their ideal geometry.

Clean vacuum

A specimen is introduced through the specimen exchange airlock chamber. The specimen chamber is always kept in a clean high vacuum. The unique one action specimen exchange mechanism lets you insert and remove a specimen with a simple operation. The specimen chamber is pumped with a TMP.

JEOL

Serving Advanced Technology

scan

SCAN d.o.o., Preddvor
Nazorjeva 3 · SI-4000 Kranj · Phone +386-4-2750200
Fax +386-4-2750420 · info@scan.si

VAKUUMIST 35/3, december 2015

VSEBINA

ČLANKI

Monoaktuatorska peristaltska mikročrpalka

Borut Pečar, Matej Možek, Drago Resnik, Danilo Vrtačnik 4

Iskanje alternativnih nosilcev za TiO₂ pri fotokatalizi – priprava in nanos tankih plasti katalizatorja

Rok Oblak, Marko Kete, Urška Lavrenčič Štangar 11

Vakuum kot limita

Stanislav Južnič 17

NASVETI

Jeolovi aparati za pripravo vzorcev za površinske analize

Miro Pečar 24

DRUŠTVENE NOVICE

Sporočilo za javnost – Oprema podjetja Pfeiffer Vacuum za merjenje totalnega tlaka se širi z novim izdelkom... 27

VAKUUMIST

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

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

Glavni in odgovorni urednik: doc. dr. Miha Čekada

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

Tehnični urednik: Miro Pečar

Lektor: dr. Jože Gasperič

Korektor: dr. Matjaž Finšgar

Oblikovanje naslovnice: Ignac Kofol

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

Naklada: 350 izvodov

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

Letna naročnina: 25 EUR

ISSN 0351-9716

UDK 533.5.62:539.2:669-982

Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije

Teslova 30

1000 Ljubljana

Tel. (01) 477 66 00

E-pošta: info@dvts.si

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

Številka transakcijskega računa pri NLB: 02083-0014712647

Uredništvo Vakuumista

doc. dr. Miha Čekada

glavni in odgovorni urednik Vakuumista

Institut »Jožef Stefan«

Jamova 39

1000 Ljubljana

e-pošta: miha.cekada@ijs.si

tel.: (01) 477 38 29

faks.: (01) 251 93 85

MONOAKTUATORSKA PERISTALTSKA MIKROČRPALKA

Borut Pečar, Matej Možek, Drago Resnik, Danilo Vrtačnik

ZNANSTVENI ČLANEK

Univerza v Ljubljani, Fakulteta za elektrotehniko, Tržaška 25, 1000 Ljubljana

POVZETEK

Predstavljamo visokozmogljivo piezoelektrično elastomerno peristaltsko mikročrpalko, realizirano z enim samim piezoelektričnim aktuatorjem. Slednje omogoča krmiljenje z enostavnim enofaznim krmilnikom in ohranja želene lastnosti konvencionalnih večaktuatorovkih peristaltskih mikročrpalk, kot so nezahtevnost za izdelavo, nizka cena produkta, čistost in zanesljivost. Izdelani prototipi se ponašajo z visoko pretočno zmogljivostjo (do $0,24 \text{ mL min}^{-1}$ za vodo in do $0,84 \text{ mL min}^{-1}$ za zrak), tlačno zmogljivostjo (do 360 mbar za vodo in do 80 mbar za zrak), visoko sesalno zmogljivostjo (do 165 mbar za vodo in do 140 mbar za zrak), sposobnostjo črpanja dvofaznih medijev in sposobnostjo samostojnega polnjenja.

Ključne besede: piezoelektrična peristaltska mikročrpalka, numerične simulacije, PDMS-elastomer, mehka litografija, črpanje dvofaznega medija

Peristaltic micropump

ABSTRACT

A high performance piezoelectric PDMS peristaltic micropump with a single actuator is presented that enables driving with less expensive and simpler single-phase controllers while maintaining all superior properties of conventional peristaltic micropumps such as robustness, simplicity and purity due to the absence of the valves. Fabricated prototypes featured high water / air flowrate performance (up to 0.24 mL min^{-1} / up to 0.84 mL min^{-1}), back-pressure performance (up to 360 mbar / up to 80 mbar), high suction pressure performance (down to 165 mbar / down to 140 mbar), bubble tolerance and self-priming.

Keywords: piezoelectric peristaltic micropump, numerical simulations, PDMS-elastomer, soft lithography, bubble tolerance

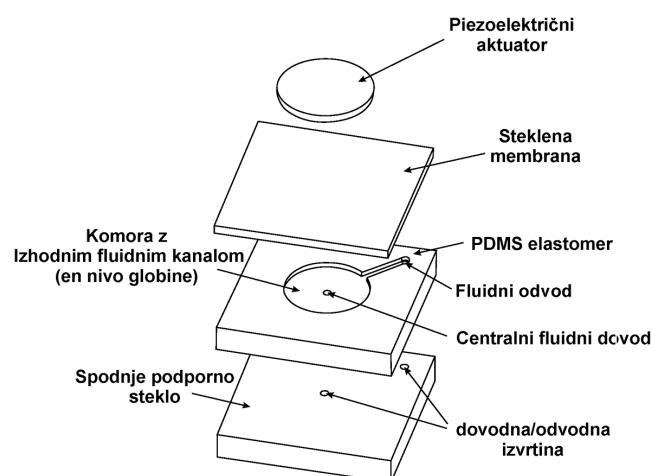
1 UVOD

Piezoelektrična peristaltska mikročrpalka sestoji iz serije v sosledju krmiljenih segmentov, ki po načelu peristaltike deformirajo fluidni kanal in poganjajo tekočino [1]. Prednosti peristaltskih mikročrpalk pred konvencionalnimi ventilnimi mikročrpalkami so preprosta izdelava, nizka cena končnega produkta ter zanesljivost in čistost zaradi odsotnosti ventilov [2]. Prav slednja lastnost, čistost (ni zoženih področij ventilov, na katerih bi se lahko nalagale nečistoče), jim omogoča uvrstitev med številne biomedicinske, farmacevtske in kemijske aplikacije ter aplikacije v prehrambni industriji [3]. Odsotnost ventilov in neagresivno delovanje peristaltskih mikročrpalk omogočata nedestruktivno črpanje občutljivih bioloških medijev ali suspenzij z mikrokapsulami [4].

Slabost piezoelektričnih peristaltskih mikročrpalk je njihova zahteva po naprednih večfaznih krmilnikih, ki omejujejo njihovo uporabo v najširšem naboru potencialnih aplikacij [5].

O prvi piezoelektrični peristaltski mikročrpalki s tremi piezoelektričnimi aktuatorji poroča Smits leta 1990 [6]. Črpalka je bila patentirana v Ameriki leta 1990 [7]. Leta 2003 je Berg s sodel. [8] predstavil delovanje dvostopenjske peristaltske mikročrpalke z dvema črpalnima komorama in dvema aktuatorjem. Z natančnim fazno zamaknjennim krmiljenjem dosežejo podoben učinek delovanja, kot ga izkazuje peristaltska mikročrpalka s tremi aktuatorji. Taka dvostopenjska mikročrpalka je bila patentirana leta 2010 [9].

V Laboratoriju za mikrosenzorske strukture in elektroniko (LMSE) Fakultete za elektrotehniko smo načrtali in izdelali prvo piezoelektrično peristaltsko mikročrpalko z enim samim piezoelektričnim aktuatorjem, s čimer smo omogočili krmiljenje z enostavnim enofaznim krmilnikom. Pri tem smo ohranili ugodne lastnosti konvencionalnih večaktuatorovkih peristaltskih mikročrpalk. Nov princip je rezultat našega dolgoletnega dela na področju naprednega 3-D popolno sklopljenega elektro-mehansko-fluidnega (EMF) modeliranja po metodi končnih elementov (FEM) [10]. Model, ki obsega tudi področje piezoelektričnih mikročrpalk z zapiralnimi ventili, je edinstven v svetovnem merilu, saj se dosedanje odprte objave popolno sklopljenih 3-D EMF-modelov, primernih za virtualno prototipiranje in analizo, nanašajo izključno na področje preprostejših difuzorskih mikročrpalk. Nov tip mikročrpalke smo poimenovali monoaktuatorska peristaltska mikročrpalka, v nadaljevanju okrajšano MAP-mikročrpalka.



Slika 1: Zgradba monoaktuatorske peristaltske mikročrpalke

2 ZASNOVA IN PRINCIP DELOVANJA MAP-MIKROČRPALKE

2.1 Zasnova MAP-mikročrpalke

Zgradba monoaktuatorske peristaltske mikročrpalke je prikazana na **sliki 1**.

Osnova črpalke je PDMS-elastomer, na spodnji strani spojen na podporno steklo. V podpornem steklu sta vrtini za dovod in odvod fluida v/iz črpalke. Na zgornji strani elastomera je odtisnjena enonivojska struktura mikročrpalne komore in fluidnega kanala. V elastomer sta dodatno izdelani dve vrtini, prva v centru črpalne komore, druga pa na koncu mikrofluidnega kanala. Mikročrpalna komora in kanal sta zaprta s stekleno membrano, na kateri je nameščen piezoelektrični aktuator.

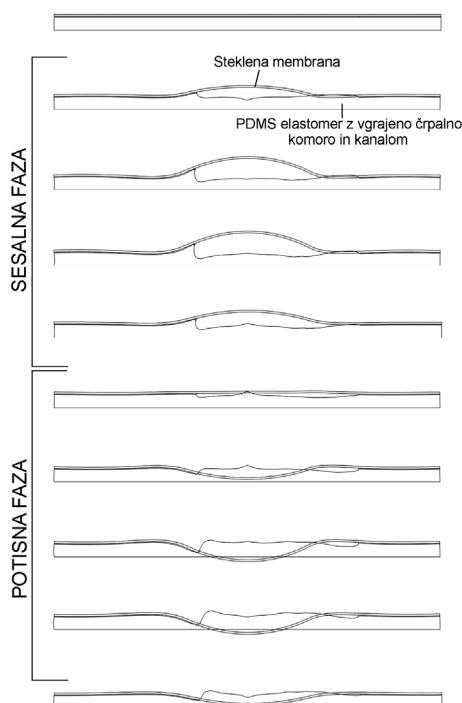
2.2 Princip delovanja

Unikaten koncept monoaktuatorske peristaltske mikročrpalke je rezultat virtualnega prototipiranja po metodi končnih elementov (FEM) z uporabo razvitega naprednega 3-D popolno sklopljenega elektro-mehansko-fluidnega (EMF) modela [10]. Slednji je primeren za detajljno analizo delovanja in optimizacijo ključnih geometrijskih parametrov piezoelektričnih mikročrpalk. S tranzientno numerično simulacijo je mogoče natančno določiti deformacijo vseh sestavnih delov mikročrpalke ter hitrost in tlak medija v vsakem trenutku in v vsaki točki mreže. Na **sliki 2** je prikazana simulirana deformacija membrane in elastomerne

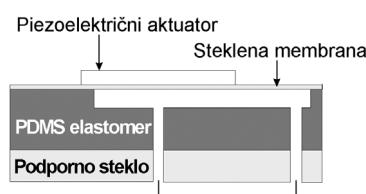
plasti z vgrajeno črpalno komoro in izhodnim fluidnim kanalom v kritičnih trenutkih sesalne in potisne faze pri sinusnem vzbujanju s frekvenco 200 Hz in amplitudo 200 V. Za predstavitev namene je deformacija ojačana 200-krat. Opozoriti velja, da je skalirana deformacija gradnikov črpalke, ne pa njihova geometrija. Zato **slika 2**, ki prikazuje delovanje mikročrpalke v potisni fazi, daje lažen vtis pomika membrane preko dna črpalne komore in izhodnega kanala.

Za nazornejši prikaz in razlago delovanja MAP-mikročrpalke prilagamo še poenostavljen shematski prikaz delovnega cikla (**slika 3**).

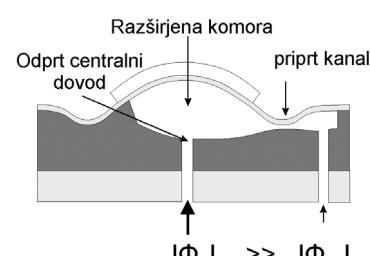
Predstavljena črpalka nima ventilov in deluje po principu aktivnega sekvenčnega pripiranja/razpiranja vhodne dovodne šobe in izhodnega fluidnega kanala. Pripiranje opravlja aktuirana membrana, ki je preko elastičnega elastomera mehko vpeta na spodnje podporno steklo (**slika 3a**). Dinamična deformacija mehko vpete aktuirane membrane se pomembno razlikuje od deformacije trdo vpetic membran konvencionalnih



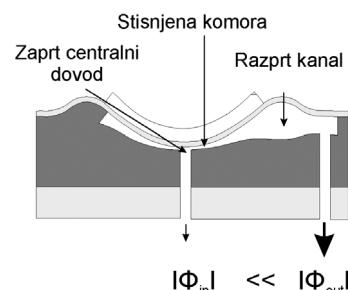
Slika 2: Simulirana deformacija membrane in PDMS-elastomera po vzdolžnem prerezu mikročrpalke med delovanjem. Za predstavitev namene je deformacija ojačana 200-krat.



a) Nevtralna lega



b) Sesalna faza



c) Potisna faza

Slika 3: Shematski prikaz delovanja monoaktuatorske peristaltske mikročrpalke

neelastomernih piezoelektričnih mikročrpalk. Pri mehko vpeti aktuirani membrani se poleg primarnega ekstrem deformacije v centru membrane (v osi piezoelektričnega aktuatorja) pojavita še sekundarni in tercionalni ekstrem v koncentričnih krožnicah na membrani. Značilnost predlagane zasnove je vertikalni fluidni dovod speljan direktno v center velike mikročrpalne komore, torej na mesto največje membranske deformacije.

Delovni cikel mikročrpalke razdelimo na sesalno in potisno fazo. V sesalni fazi (**slika 3b**), torej v času pozitivne polperiode vzbujevalnega signala, se osrednji del membranskega stekla s spojenim aktuatorjem konkavno deformira, s čimer povzroči odpiranje vhodne dovodne šobe. Istočasno napet elastomer pod aktuatorjem in začetni podtlak v črpalni komori (podtlak nastane, ker fluid ne more hipoma vdreti v črpalno komoro) preprečuje premik centra deformiranega dela membranskega stekla navzgor. Zato se krožni obod membrane (tipično 1–2 mm od roba piezoelektričnega aktuatorja za našo geometrijo) pritisne v elastomer. S tem se del izhodnega fluidnega kanala, ki leži pod konveksno deformiranim krožnim obodom, pripre. Center membrane (točka na membrani, ki leži v osi piezoelektričnega aktuatorja) je primarni ekstrem membranske deformacije – maksimum (**slika 3b**), krožni obod pa sekundarni ekstrem membranske deformacije – minimum. Zaradi priprtega izhodnega fluidnega kanala večina tekočine steče skozi vhodno dovodno šobo, podtlak na membrano se zmanjša, zato lahko predhodno stisnjen elastomer na obodu membrane premakne osrednji konkavno deformiran del membrane navzgor in vsesa tekočino v črpalno komoro. Premik se opravi s fazno zakasnitvijo glede na čas priprtja izhodnega kanala.

Fazni zamik med pripiranjem izhodnega kanala in odpiranjem dovodne šobe s sesanjem tekočine se kaže v sekvenčnemu gibanju membrane po načelu peristaltike. Slednje skupaj s primerno geometrijo črpalne komore in izhodnega fluidnega kanala (opisano v nadaljevanju) omogoči veliko tlačno in pretočno zmogljivost črpanja.

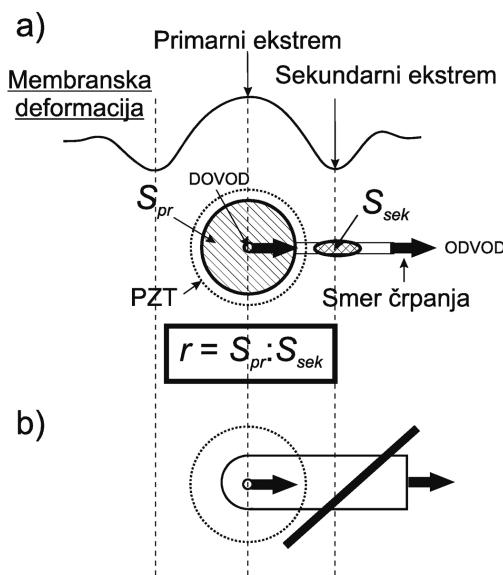
V potisni fazo (**slika 3c**), torej med negativno polperiodo vzbujevalnega signala, se osrednji del membranskega stekla s prilepljenim aktuatorjem konveksno deformira, s čimer se začne pripiranje vhodne dovodne šobe. Istočasno stisnjen elastomer pod aktuatorjem in velik začetni nadtlak v črpalni komori preprečuje hiter premik centra deformiranega dela membranskega stekla navzdol, zaradi česar sili krožni obod membrane – sekundarni ekstrem membranske deformacije – navzgor. S tem se del izhodnega fluidnega kanala, ki leži pod konveksno deformiranim krožnim obodom (sekundarni ekstrem membranske deformacije), razpre. Zaradi razprtrega izhodnega

fluidnega kanala in priprte dovodne šobe teče tekočina proti izhodu. Podtlak na membrano se zmanjša, zato lahko predhodno raztegnjen elastomer na krožnem obodu membrane s faznim zamikom premakne osrednji konveksno deformiran del membrane navzdol in izrine preostanek tekočine iz črpalne komore. Opazen je fazni zamik med razpiranjem izhodnega kanala in pripiranjem dovodne šobe z izrivanjem tekočine.

Pri manjših amplitudah vzbujanja se šoba in kanal le pripirata, pri višjih pa tudi v celoti zapreta. Ocenjujemo, da je mikročrpalka ob krmiljenju z nižjimi amplitudami vzbujanja (pod 170 V) primerna za črpanje občutljivih bioloških medijev ali suspenzij z mikrokapsulami, pri višjih (nad 170 V) pa dosežemo popolno zapiranje šobe/kanala ter veliko pretočno in tlačno zmogljivost. Predlagana mikročrpalka lahko deluje v režimu ventila, saj je mogoče z enosmerno napetostjo popolnoma zapreti njeni fluidno pot. Izmerjena amplituda za popolno naleganje membrane na centralno dovodno šobo je 170 V, za zatesnitev izhodnega fluidnega kanala pa 240 V. Meritev je bila opravljena s 400 mbar tlačne obremenitve na izhodu. Izmerjeno puščanje zaprte fluidne poti v obeh primerih je bilo manjše od $5 \mu\text{L h}^{-1}$.

3 ANALIZA OSNOVNIH GEOMETRIJSKIH PARAMETrov IN NAČTOVALSKE SMERNICE ZA ZASNOVO UČINKOVITE MAP-MIKROČRPALKE

Na **sliki 4a** je prikazan tipičen vzdolžni prerez deformirane membrane monoaktuatorjske peristaltske mikročrpalke skupaj s pogledom od zgoraj na njeni



Slika 4: Vzdolžni prerez deformirane membrane skupaj s tlorisom mikročrpalne komore in izhodnega fluidnega kanala (a) in primer nedeljujoče MAP-mikročrpalke z nizkim razmerjem $S_{pr} : S_{sek}$ (b).

mikročrpalno komoro in fluidni mikrokanal. Oba prikaza sta med seboj prostorsko usklajena z vertikalnimi črtkanimi črtami.

Primarni ekstrem membranske deformacije se nahaja nad sredino mikročrpalne komore v osi piezoelektričnega aktuatorja. Sekundarna ekstrema membranske deformacije se nahajata zunaj področja piezoelektričnega aktuatorja. Za delovanje mikročrpalke je pomemben sekundarni ekstrem, ki se nahaja nad fluidnim mikrokanalom. Delovanje MAP-mikročrpalke je odvisno od ugodnega razmerja r med površino črpalne komore na področju pod primarnim ekstremom membranske deformacije in površino kanala na področju pod sekundarnim ekstremom membranske deformacije (**slika 4a**). To razmerje naj bo čim večje za čim večjo učinkovitost črpanja. Priporočeno razmerje je vsaj $r = 10$, saj želimo pri potisni fazi čim več tekočine prečrpati iz črpalne komore ven iz črpalke in ne le v razprto področje kanala (**slika 3c**). Ugodno razmerje dosežemo z realizacijo velike črpalne komore in izogibanjem razširitev kanala (pri načrtovanju) v omejenem področju sekundarnega ekstrema membranske deformacije nad fluidnim mikrokanalom.

Slika 4b prikazuje primer zasnove MAP-mikročrpalke s slabo izbranim razmerjem $r \approx 1$. V tem primeru je površina mikročrpalne komore enako velika kot površina kanala pod sekundarnim ekstremom membranske deformacije. Analiza v simulacijskem okolju je pokazala, da takšna geometrija črpalne komore in fluidnega kanala ne zagotavlja funkcionalnosti načrtanega prototipa. Razmerje r našega prototipa je vsaj 40.

Za učinkovito in zanesljivo delovanje MAP-mikročrpalke priporočamo čim večjo površino mikročrpalne komore in komori prilagojeno velikost aktuatorja. Izdelani prototipi imajo črpalno komoro premera 8 mm in aktuatorjem premera 10 mm. Glede na rezultate analize s simulacijskim modelom [10] velika črpalna komora ugodno vpliva na pretočno in tlačno zmogljivost ter omogoči optimalno delovanje že pri nizkih frekvencah vzbujanja ($f < 200$ Hz). Velika površina vhodne šobe, odsotnost ventilov in nizka frekvence delovanja preprečujejo velike hitrosti fluida na dovodu in ob padcu statičnega tlaka zavirajo kavitacijo.

Globina črpalne komore in fluidnega kanala je odvisna od geometrije membrane in aktuatorja. Večji aktuator dovoljuje realizacijo globlje črpalne komore in izhodnega fluidnega kanala, s čimer se manjša možnost za mašenje pri prečrpavanju trdnih delcev ali slučajnih nečistoč v mediju. Globina naših odlitih struktur komore in kanalov je 17 µm. Tako izbrana globina omogoča glede na velikost piezoelektričnega aktuatorja in črpalne komore učinkovito pripiranje

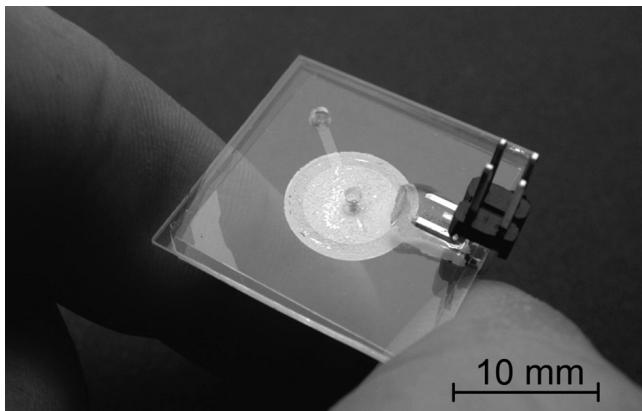
vhodne centralne šobe in izhodnega kanala ter hkrati zagotavlja veliko kompresijsko razmerje črpalke. To posledično omogoči sposobnost črpanja dvofaznega medija in sposobnost samopolnjenja. Črpanje dvofaznega medija in sposobnost samopolnjenja sta odločilni za uporabnost in zanesljivost mikročrpalke v realnih aplikacijah [11].

Izbrana širina kanala je 1000 µm. Rezultati numerične analize kažejo, da ožanje kanala manjša pretok, vendar ohranja zastojni tlak mikročrpalke. 1000 µm debelo spodnje podporno steklo in 800 µm debel PDMS-elastomer sta kvadratne oblike (23 mm × 23 mm). Dimenzije 170 µm debele steklene membrane so nekoliko manjše (21 mm × 21 mm). S tem so njeni krhki robovi pomaknjeni v notranjost, kar jih ščiti pred poškodbami, ki bi lahko nastale pri upravljanju. Piezoelektrični aktuator ima obliko diska s premerom 10 mm, debeline 200 µm.

4 IZDELAVA PRVIH PROTOTIPOV MAP-MIKROČRPALK

Zasnova monoaktuatorske peristaltske črpalke je relativno preprosta (glej **sliko 1**). Izdelavi MAP-mikročrpalk zadošča že preprost enonivojski kalup brez procesno zahtevnih mikrostruktur. Slednje zmanjša zahtevo po visoki ločljivosti mask pri procesu fotolitografije in zmanjša število procesnih korakov, kar pospeši in poceni postopek izdelave. Enonivojska struktura je primerna za realizacijo na enonivojskem elastomerinem čipu v kombinaciji z drugimi enonivojskimi elementi, kot so mikrokanali, mikromešalniki, razdelilni elementi in mikroventili.

Izdelava strukture steklo-PDMS-steklo-PZT je potekala takole: elastomerni del z vgrajenimi strukturami (mikročrpalna komora in fluidni kanal) smo izdelali z mehko litografijo (angl. *soft lithography*). Za izdelavo odlitka smo uporabili dvodelni komplet PDMS Sylgard® 184, proizvajalca Dow Corning Corporation™. Ta sestoji iz prepolimera (base) in prečnega povezovalca (trdilca), zmešanega v razmerju 10 : 1. Kalup za izdelavo odlitka smo izdelali v procesu enostopenjske fotolitografije in globokega reaktivnega ionskega jedkanja (DRIE) silicija. Spajanje PDMS-elastomera z debelim podpornim stekлом in tanko kvadratno stekleno membrano (oboje natrijevo steklo) smo izvedli s predhodno aktivacijo površin v kisikovi plazmi. Z isto tehnologijo smo na podporno steklo spojili še fluidne priključke, preko katerih tekočina priteka v črpalko in izteka iz nje. Za pogon črpalke smo izbrali piezoelektrični aktuator S-51, proizvajalca PI Ceramic™, ki smo ga na vrh steklene membrane prilepili s prevodnim epoksidnim lepilom EPO-TEK EE129-4. **Slika 5** prikazuje izdelano MAP-mikročrpalko.



Slika 5: Izdelana MAP-mikročrpalka

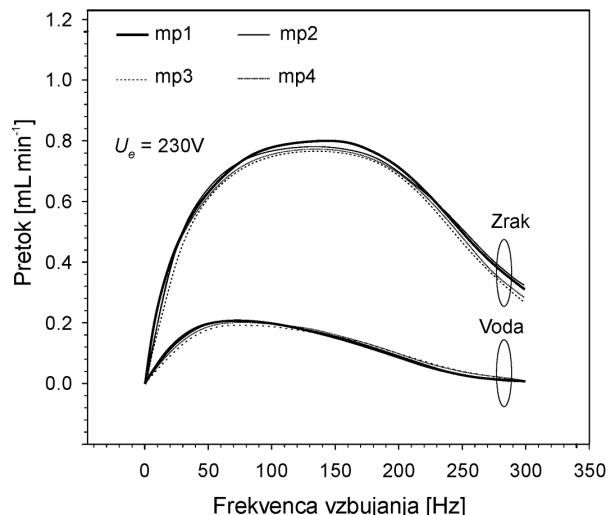
Posebnost preproste zasnove MAP-mikročrpalke je znatna tolerantnost za napake pri sestavljanju med izdelavo. Pri mikropregradni črpalki [12], ki se po delovanju najbolj približa predlaganemu konceptu, sta pretočna in tlačna zmogljivost močno odvisni od lege izhodnega pregradnega ventila. Lega mora biti natančno optimizirana glede na geometrijo in snovne lastnosti elastomera, membrane in piezoelektričnega aktuatorja ter glede na izbrano frekvenco vzbujevalnega signala [10]. Slednje posledično zahteva natančno nameščanje aktuatorja glede na odtisnjeno strukturo pregradnega ventila, kar poveča možnosti za napake pri izdelavi. Predlagana zasnova MAP-mikročrpalke dovoljuje manjše zamike piezoelektričnega aktuatorja zunaj osi vtisnjene mikročrpalne komore, saj se s tem le premakne lega pripiranja izhodnega fluidnega kanala. Učinkovitost samega pripiranja pa se pri tem ne spremeni.

5 REZULTATI KARAKTERIZACIJE IZDELANIH PROTOPIOV MAP-MIKROČRPALK

Izdelali smo štiri enake prototipe MAP-mikročrpalk (mp1, mp2, mp3 in mp4) z namenom, da preučimo konsistentnost med izdelavo. Izdelane prototipe MAP-mikročrpalk smo karakterizirali z avtomatskim merilnim sistemom [13].

Na sliki 6 so izmerjeni pretoki deionizirane vode in zraka za štiri izdelane prototipe MAP-mikročrpalk v odvisnosti od frekvence vzbujanja (od 10 Hz do 300 Hz). Amplituda vzbujanja vseh prototipov je $U_e = 230$ V.

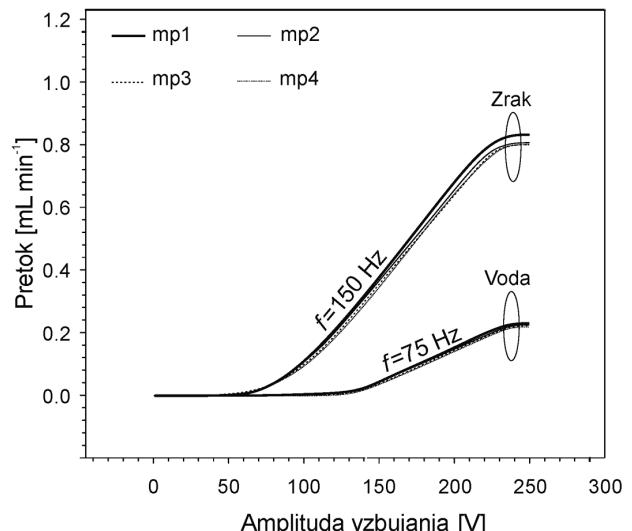
Pri črpanju vode so pretočne karakteristike mikročrpalk še najbolj podobne zlepkom dveh eksponentnih funkcij, prve v smeri naraščanja in druge v smeri upadanja. Strme funkcije lahko v začetnem intervalu od 10 Hz do 30 Hz opišemo z linearno funkcijo s smernim koeficientom $0,0052 \text{ mL min}^{-1} \text{ Hz}^{-1}$. Smer naraščanja se nadaljuje do frekvence 70 Hz, kjer karakteristike dosežejo svoj maksimum ($0,20 \text{ mL min}^{-1}$).



Slika 6: Izmerjeni pretoki pri ničelnem zastojnem tlaku (za vodo in zrak) v odvisnosti od frekvence vzbujanja za štiri prototipe MAP-mikročrpalk

Ekstremi karakteristik nakazujejo na lastno frekvenco sistemov mikročrpalk, napolnjenih z vodo. Na frekvenčnem območju od 110 Hz do 220 Hz pretok linearno upada s koeficientom $-0,00116 \text{ mL min}^{-1} \text{ Hz}^{-1}$. Z večanjem frekvence vzbujanja (nad 230 Hz) pretoki eksponentno pojenajo. Razlike med izmerjenimi karakteristikami prototipov pripisemo ročnemu sestavljanju mikročrpalk. Pri tem poudarjamo izdelavo preboja PDMS-plasti, razlike pri poravnavi preboja na vrtino v podpornem steklu, napake v poravnavi piezoelektričnega aktuatorja glede na center črpalne komore in razlike v debelini prevodnega lepila. Pri črpanju zraka dosežejo prototipi največje vrednosti med $0,77 \text{ mL min}^{-1}$ in $0,81 \text{ mL min}^{-1}$ pri 150 Hz.

Slika 7 prikazuje izmerjene preteke deionizirane vode in zraka za štiri izdelane prototipe MAP-mikro-



Slika 7: Izmerjeni pretoki pri ničelnem zastojnem tlaku (za vodo in zrak) v odvisnosti od amplitude vzbujanja za štiri prototipe MAP-mikročrpalk

črpalk v odvisnosti od amplitudo vzbujanja. Frekvenco vzbujalnega signala nastavimo tako, da dosežemo optimalno zmogljivost glede na črpan medij (**slika 6**).

Pretoki vode vseh prototipov so do amplitude vzbujanja 120 V zanemarljivi. Sledi eksponentno naraščanje v prehodnem območju od 120 V do 160 V, nadaljnjo naraščajočo smer do amplitude 230 V pa najlaže opišemo z linearno funkcijo s smernim koeficientom $0,0022 \text{ mL min}^{-1} \text{ V}^{-1}$. Mikročrpalke dosežajo največji pretok med $0,22 \text{ mL min}^{-1}$ in $0,24 \text{ mL min}^{-1}$.

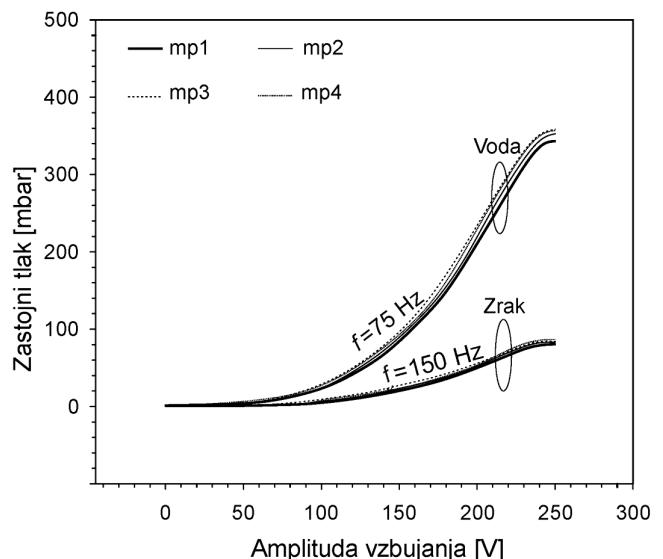
Pretok zraka je za vse prototipe do frekvence 60 Hz zanemarljiv. Nad 60 Hz sledi faza eksponentnega naraščanja do 110 Hz, nato pa še faza skoraj linearne naraščajoče smeri $0,006 \text{ mL min}^{-1} \text{ V}^{-1}$.

Pri vseh prototipi za oba uporabljeni medija opazimo smer stagniranja pri vzbujanju z amplitudo večjo od 230 V. Slednje pripisemo nasičeni polarizaciji piezoelektričnega aktuatorja.

Na **sliki 8** so prikazani izmerjeni zastojni tlaki pri črpanju deionizirane vode in zraka za štiri izdelane prototipe MAP-mikročrpalk v odvisnosti od frekvence vzbujanja (od 10 Hz do 300 Hz). Amplituda vzbujanja vseh prototipov je $U_e = 250 \text{ V}$.

Tlačne karakteristike pri črpanju vode opišemo kot eksponentno naraščajoče do 75 Hz, kjer dosežemo svojo največjo vrednost med 300 mbar in 320 mbar. Z naraščajočo frekvenco vzbujanja (nad 75 Hz) tlak eksponentno upade. Tlačne karakteristike prototipov pri črpanju zraka dosežijo največjo vrednost 75 mbar pri 150 Hz.

Slika 9 prikazuje izmerjene zastojne tlake deionizirane vode in zraka za štiri izdelane prototipe MAP-mikročrpalk v odvisnosti od amplitude vzbujanja. Frekvenco vzbujalnega signala nastavimo tako, da

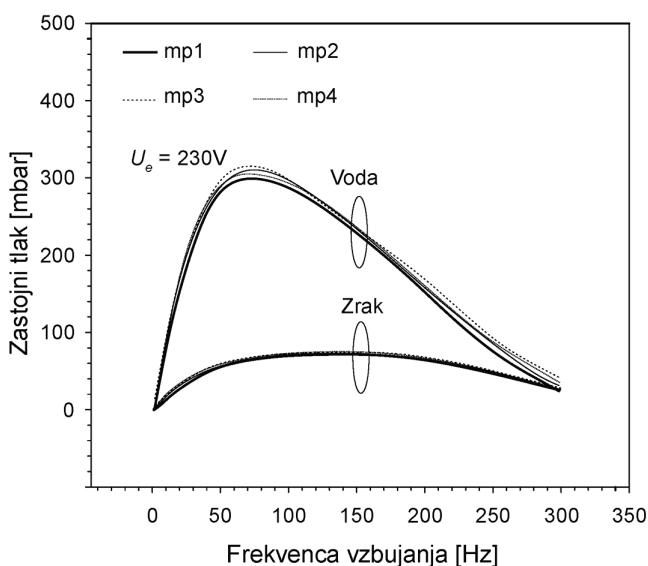


Slika 9: Izmerjeni zastojni tlaci (za vodo in zrak) v odvisnosti od amplitude vzbujanja za štiri prototipe MAP-mikročrpalk

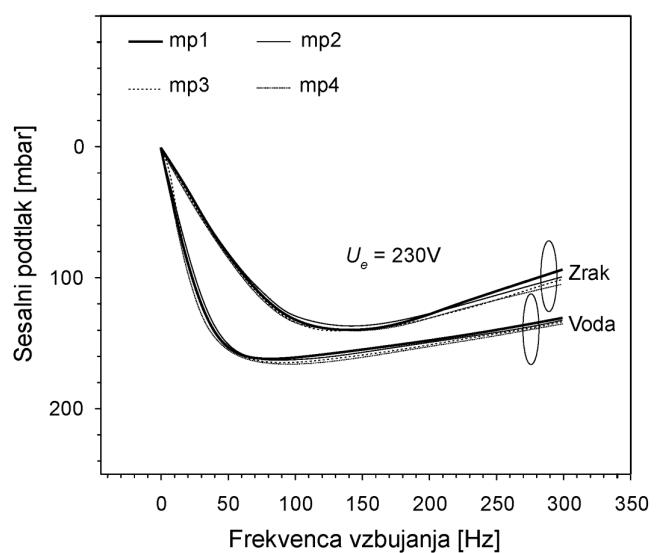
dosežemo optimalno zmogljivost glede na črpan medij (**slika 8**).

Zastojni tlaci vseh prototipov za vodo in zrak so do amplitude vzbujanja 50 V zanemarljivi. Sledi eksponentno naraščanje v prehodnem območju od 50 V do 220 V. Največji dosežen zastojni tlak vode je 360 mbar, zraka pa 80 mbar.

Primernost in zanesljivost mikročrpalke v realnih aplikacijah se poleg zmogljivosti ocenjuje tudi na podlagi njene sposobnosti samostojnega polnjenja in sposobnosti črpanje mešanice plina in tekočine. Samostojno polnjenje omogoči uspešen zagon črpalke brez pomoči zunanjega tlačnega naprave. Sposobnost samostojnega polnjenja se oceni na podlagi karakteristik



Slika 8: Izmerjeni zastojni tlaci (za vodo in zrak) v odvisnosti od frekvence vzbujanja za štiri prototipe MAP-mikročrpalk



Slika 10: Izmerjeni podtlaci (za vodo in zrak) v odvisnosti od frekvence vzbujanja za štiri prototipe MAP-mikročrpalk

podtlaka, ki ga je mikročrpalka sposobna ustvariti pri črpanju medija.

Slika 10 prikazuje karakteristike podtlakov v odvisnosti od frekvence vzbujanja pri konstantni amplitudi 230 V.

Na podlagi primerjav karakteristik podtlakov in zastojnih tlakov (**sliki 8 in 10**) ugotovimo, da sesalna zmogljivost MAP-mikročrpalk ni enaka potisni zmogljivosti. Če je največji črpalni tlak pri črpanju zraka 75 mbar, je največji sesalni podtlak do 140 mbar. MAP-mikročrpalka je pri črpanju zraka bolj učinkovita v vleku kot v potisku, pri črpanju vode pa ravno nasprotno. Če je največji črpalni tlak pri črpanju vode 300 mbar, je največji sesalni podtlak med 160 mbar in 165 mbar. Karakteristike sesalnega podtlaka dosežejo največjo vrednost pri 150 Hz za zrak in pri 75 Hz za vodo.

Doseganje visokega sesalnega podtlaka za vodo in zrak pripomemo plitki (17 µm) črpalni komori ter velikemu piezoelektričnemu aktuatorju (10 mm), ki zagotavlja veliko deformacijo membrane in posledično veliko kompresijsko razmerje. Ocenjeno kompresijsko razmerje predlaganih prototipov je večje od ena. Na podlagi izmerjenih vrednosti lahko sklenemo, da je mikročrpalka samopolnilna.

6 SKLEP

Načrtali, izdelali in karakterizirali smo visoko-zmogljive piezoelektrične peristaltske mikročrpalke z enim samim aktuatorjem. Namen dela je bil zmanjšati ali celo odpraviti poglavitno slabost konvencionalnih piezoelektričnih peristaltskih mikročrpalk. To je zahteva po naprednih večfaznih električnih krmilnikih, ki omejuje uporabo tovrstnih mikročrpalk v najširšem razponu mogočih aplikacij.

Za doseg cilja smo načrtali inovativen vertikalni fluidni dovod, ki vodi direktno v center črpalne komore. Med delovanjem se mehko vpeta steklena membrana in elastomer deformirata na način, ki omogoči pripiranje in razpiranje centralne fluidne šobe in

izhodnega fluidnega kanala po načelu peristaltike (tipičen fazni zamik med aktuiranimi segmentoma).

Za eksperimentalno potrditev principa delovanja in oceno ponovljivosti procesa izdelave smo izdelali in karakterizirali štiri enake prototipe MAP-mikročrpalk.

Izdelani prototipi se ponašajo z visoko pretočno zmogljivostjo (do 0,24 mL min⁻¹ za vodo in do 0,84 mL min⁻¹ za zrak), tlačno zmogljivostjo (do 360 mbar za vodo in do 80 mbar za zrak), visoko sesalno zmogljivostjo (do 165 mbar za vodo in do 140 mbar za zrak), sposobnostjo črpanja dvofaznih medijev in sposobnostjo samostojnega polnjenja.

Prepričani smo, da bodo predlagane MAP-mikročrpalke našle mesto v številnih aplikacijah biomedicine in širše. Povsod tam, kjer se zahteva robustnost, ki jo lahko zagotovi le preprosta enofazna krmilna elektronika.

Zahvala

Avtorji se zahvaljujejo Javnemu agenciji za raziskovalno dejavnost Republike Slovenije in Ministrstvu za izobraževanje, znanost in šport za podporo predstavljenemu delu.

7 LITERATURA

- [1] L. S. Jang, Y. C. Yu, *Microsys. Technol.*, 14 (2008), 241–248
- [2] L. S. Jang, W. H. Kan, *Biomed Microdevices*, 9 (2007), 619–626
- [3] T. T. Nguyen, N. S. Goo, *J. Bionic. Eng.*, 5 (2008), 135–141
- [4] C. W. Huang, G. B. Lee, *J. Micromech. Microeng.*, 7 (2007), 1266
- [5] F. Amiroche, Y. Zhou, T. Johnson, *Microsyst. Technol.*, 15 (2009), 647–666
- [6] J. G. Smits, *Sensors Actuators A*, 21 (1990), 203–206
- [7] J. G. Smits, U.S. Patent No. 4,938,742 (1990)
- [8] J. M. Berg, *Sensors Actuators A*, 104 (2003), 6–10
- [9] M. Kumagae, M. Shibata, T. Wada, U.S. Patent Application 12/585,208 (2009)
- [10] B. Pečar, D. Vrtačnik, D. Resnik, M. Možek, U. Aljančič, T. Dolžan, S. Amon, D. Križaj, *Design and Fabrication Sensors*, 13 (2013), 3092–3108
- [11] M. Richter, R. Linnemann, P. Woias, *Sensor Actuat A-Phys*, 68 (1998), 480–486
- [12] I. D. Johnston, J. B. Davis, R. Richter, G. I. Herbert, M. C. Tracey, *Analyst*, 129 (2004), 829–834
- [13] T. Dolžan, D. Vrtačnik, D. Resnik, U. Aljančič, M. Možek, B. Pečar, S. Amon, 49th Int. Conf. on Microelectronics, Devices and Materials (MIDEM), Kranjska Gora, 2013, str. 151–154

ISKANJE ALTERNATIVNIH NOSILCEV ZA TiO₂ PRI FOTOKATALIZI – PRIPRAVA IN NANOS TANKIH PLASTI KATALIZATORJA

Rok Oblak, Marko Kete, Urška Lavrenčič Štangar

Univerza v Novi Gorici, Laboratorij za raziskave v okolju, Vipavska cesta 13, 5000 Nova Gorica

ZNANSTVENI ČLANEK

POVZETEK

Cilj tega dela je bil poiskati kemijsko inertne in cenovno ugodne nosilce za TiO₂, ki bi jih bilo mogoče uporabiti pri čiščenju odpadnih vod s fotokatalizo, poleg tega pa bi jih bilo enostavno prilagajati obliki reaktorskih celic. Preizkusili smo več vrst steklenih vlaken ter mrežico iz nerjavnega jekla. Skupaj z nosilci smo razvili tudi metode nanašanja TiO₂. Za karakterizacijo plasti smo naredili trdnostne preizkuse v ultrazvočni kopeli in posnetke z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM). Učinkovitost plasti smo preizkusili pri razgradnji modrega barvila Reactive blue 19 in fenola v vodni raztopini. Zarobljena pletena steklena vlakna in mrežica iz nerjavnega jekla so se izkazali kot odlični nosilci, vendar so pri obeh, predvsem pri jekleni mrežici, še mogoče izboljšave.

Ključne besede: TiO₂, fotokataliza, steklena vlakna, mrežica iz nerjavnega jekla

Search of alternative supports for TiO₂ in photocatalysis – preparation and deposition of catalyst thin films

ABSTRACT

Several types of glass fibers and stainless steel mesh were tested as possible supports for TiO₂ in photocatalytic treatment of waste waters. Supports should be chemically inert, economically efficient and easy to handle. Methods for TiO₂ deposition were also developed for both supports. Characterization of layers was obtained by tests of mechanical resistance and surface morphology was examined with scanning electron microscope (SEM). Efficiency of layers was tested by degradation of blue dye Reactive Blue 19 and phenol in aqueous solution. Hemmed knitted glass fibers and stainless steel mesh were both tested as good supports with many possible uses, yet with stainless steel mesh, some improvements are still possible.

Keywords: TiO₂, photocatalysis, glass fibers, stainless steel mesh

1 UVOD

Po podatkih UNESCA [1] se je potreba po sladki vodi v zadnjih petdesetih letih potrojila in še vedno narašča za 64 milijonov kubičnih metrov na leto. Visoka poraba sladke vode pa pomeni tudi velike količine odpadne vode, ki jo je treba pred izpustom v okolje ali pri ponovni uporabi očistiti. Zaradi visokih stroškov, povezanih s čiščenjem odpadnih vod, gre razvoj predvsem v smeri hitrega in učinkovitega čiščenja z glavnim namenom zmanjšanja stroškov.

Fotokataliza spada med tako imenovane napredne oksidacijske metode (NOM). Cilj fotokatalize je z uporabo fotokatalizatorja (npr. TiO₂) in UV-svetlobe mineralizirati obstojna organska onesnaževala do ogljikovega dioksida, vode, mineralnih soli in kislin [2]. V heterogeni fotokatalizi se kot katalizatorje uporablja polprevodnike.

TiO₂ je bil kot fotokatalizator za razgradnjo organskih molekul v vodnih raztopinah prvič uporabljen v sedemdesetih letih [3]. Večina se v fotokatalitske namene uporablja kot nano-prah. Lahko je v obliki suspenzije v vodni raztopini onesnaževala, ki se potem obseva z UV-svetlobo. Druga možnost pa je, da se nanoprah TiO₂ imobilizira na inerten nosilec oz. podlago. Kot nosilci oz. podlage se uporabljajo različni materiali. Shanal s sodel. [4] v preglednem članku navaja silicij, aluminij, kremenov pesek, aktivno oglje, silikagel, steklo, celulozo, nerjavno jeklo, zeolite in še nekatere druge. Vsi našteti nosilci se lahko uporabljajo v reaktorskih celicah pravilnih oblik. Problem nastane, ko bi bilo treba nosilec zaradi boljšega izkoristka oblikovati v kompleksnejše oblike. To je sicer mogoče, vendar je odvisno od cene. V raziskavi smo preizkusili različne alternative sedanjih nosilcev, ki so ekonomsko učinkovite in jih je enostavno prilagajati kateri koli oblik fotoreaktorja.

2 EKSPERIMENTALNE METODE

Tanko plast katalizatorja smo nanesli na zarobljena pletena steklena vlakna (Toolcraft, 10 m × 50 mm) in mrežico iz nerjavnega jekla (Fipis, d. o. o., d = 1,4 mm, w = 0,315 mm, AISI 304). Mrežica iz nerjavnega jekla je bila dovolj kompaktna in ni potrebovala dodatne opore, medtem ko je bilo treba za steklena vlakna uporabiti še dodatno oporo, in sicer mrežo iz nerjavnega jekla (Fipis, d. o. o., d = 1,6 mm, w = 11,2 mm, AISI 304), zvito v tulec. Steklena vlakna so bila potem navita na mrežo.

2.1 Priprava TiO₂-sola za nanos na zarobljena pletena steklena vlakna in mrežico iz nerjavnega jekla

TiO₂-sol z vezivom smo pripravili po sol-gel postopku [5–7], in sicer v dveh korakih. Najprej je bilo treba pripraviti silikin vezivni sol iz tetraetyl ortosilikata (Acros Organics, ≥ 98 %), destilirane vode in 37 % HCl (J. T. Baker). Sol je bilo treba ves čas mešati, po dodatku HCl pa še dodatnih 40 min, tako da je hidroliza potekla do konca in je sol postal homogen.

V drugem koraku smo pripravili končni TiO₂-sol z vezivom na osnovi SiO₂. Uporabili smo predpripravljen TiO₂-sol (4,2 mL) [5–7], ki smo mu dodali 0,6 mL silikinega vezivnega sola, 1 mL Levasila 200/30 %

(H. C. Stark) in 8 mL absolutnega etanola (Carlo Erba). Po dodatku vsake komponente smo zmes mešali 10 min. Na koncu smo dodali še 1,6 g TiO₂ (P-90 in P-25, Evonik; PC-500, Cristal global, Millenium), ki smo ga zatehtali na precizni tehtnici (Kern ABS 120-4). Čašo smo pokrili s parafilmom in nastali sol (oz. solovo suspenzijo) mešali 1 h, nato smo ga dali za 10 min v ultrazvočno kopel (Iskra PIO Sonis 4) in ga še 10 min mešali na mešalu.

Pripravili smo dve različici končnega sola, eno za nanašanje na steklena vlakna, drugo pa za nanos na mrežice iz nerjavnega jekla. Razlika je bila zgolj ta, da je v solu za nanašanje na nerjavno jeklo sorazmerno več topila etanola.

2.2 Karakterizacija plasti

Z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM) smo preverjali enakomernost nanosa plasti TiO₂ na nosilce na mikro- in nanonivoju. Instrument, uporabljen za meritve, vrstični elektronski mikroskop JSM 7001 TTLS (JEOL), je obratoval pri napetosti 30 kV. Uporabljen detektor je bil za sekundarne elektrone. Vzorci na jeklu so bili opazovani brez predhodne priprave. Na vzorce steklenih vlaken pa je bila predhodno naparjena plast ogljika z debelino pribl. 10 nm (Gatan Precision Etching Coating System Model 682).

Trdnostne preizkuse smo opravili le na trakovih steklenih vlaken, saj je bila količina TiO₂ na mrežicah iz nerjavnega jekla premajhna in bi bili odmiki zaradi premajhne mase TiO₂ preveliki, rezultati pa premalo natančni. S trdnostnimi preizkusi smo dobili podatke o adheziji med plastjo TiO₂ in površino nosilca – pletenih steklenih vlaken. S preizkusi smo simulirali razmere v reaktorju, kjer bi bila vlakna zaradi pretoka pod določeno fizikalno obremenitvijo. Pri nestabilnosti plasti bi lahko večje koncentracije TiO₂, ki bi se odkrušil, prehajale v odpadno vodo, ki smo jo čistili. Tako bi nastali nepotrebni stroški mikrofiltracije.

Za trdnostne preizkuse smo pripravili šest trakov (25 mm × 50 mm). Trakove smo sprali z etanolom 96 % in jih 30 min sušili v peči (Bosio EUP-K 6/1200) pri 150 °C in jih nato stehtali. Pri pripravi solov smo uporabili tri različne vrste TiO₂-prahu (P-25, P-90 in PC500), tako da smo vsako vrsto sola nanesli na dva trakova. Sol smo nanašali s pomakanjem (angl. *dip-coating*), potem smo trakove posušili in jih postavili za 1 h v peč na 150 °C.

Po 1 h smo trakove vzeli iz peči in jih pustili, da se ohladijo. Nato smo jih ponovno stehtali in tako določili maso imobiliziranega TiO₂. Potem smo vsak trak dali v svojo čašo (50 mL) in dolili toliko dvakrat deionizirane vode (2 × dH₂O), da so bili trakovi v celoti pokriti. Čaše smo dali za 30 s v ultrazvočno kopel. Trakove smo potem splaknili z 2 × dH₂O in jih 25 min

sušili v peči pri 150 °C. Potem smo jih ponovno stehali in postopek ponovili. V čašah je bila vsakokrat uporabljena sveža 2 × dH₂O. Časi izpostavljenosti trakov ultrazvočni kopeli so bili (30, 60, 120 in 300) s.

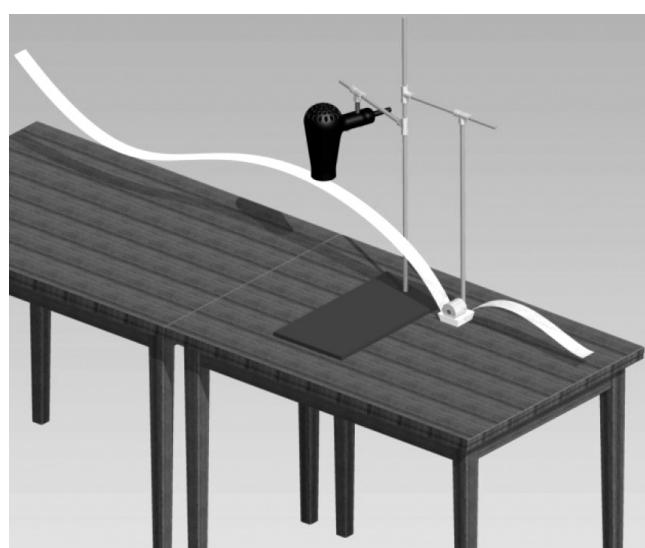
Na koncu eksperimenta smo izračunali razliko med začetno in končno maso ter tako ugotovili, koliko TiO₂ je odpadlo in katera vrsta TiO₂ ima najboljšo adhezijo na izbrani nosilec.

Za konec smo vsako vrsto TiO₂ nanesli še na trak, ki smo ga potem dali na oporo (opisana v nadaljevanju) in v reaktorsko celico. Sistem smo napolnili z 2 × dH₂O in trak 1 h spirali. Po 1 h smo sistem izpraznili in preverili, ali je v vodi kaj suspendiranih odpadlih delcev TiO₂.

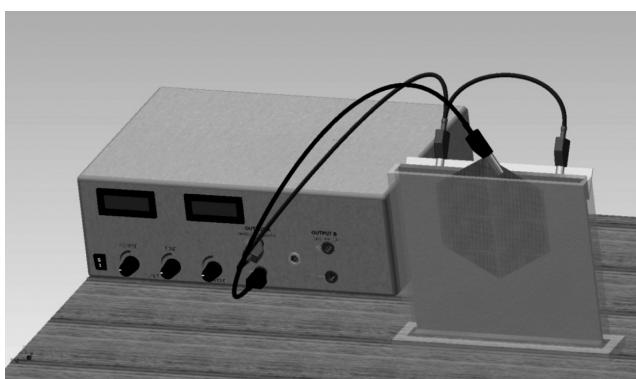
2.3 Nanos TiO₂-sola na izbrane nosilce

Tanke plasti katalizatorja smo na trakove nanesli s pomakanjem na improvizirani napravi (**slika 1**). Narezani so bili trakovi 2 m × 5 cm, ki jih je bilo treba najprej sprati z etanolom (Carlo Erba, ≥ 99,9 %) in sušiti 30 min v peči pri 150 °C. Potem smo na trak nanesli TiO₂-sol. Ta je bil v založni posodi (tehtalna ladjica), kamor je bil pomočen trak. Na trak je pritiskal kovinski valj, ki je bil prostovrteč, vpet pa je bil na laboratorijsko stojalo. Trak je bilo treba počasi vleči skozi založno posodo in potem še pod sušilnikom (**slika 1**). Na trakove smo nanesli samo eno plast. Po tovrstnem nanosu smo katalizator na trakovih še termično utrdili na 150 °C za 1 h, nato pa še odstranili morebitne organske ostanke kserogela na nosilcu z obsevanjem 1 h pod UV-A-svetlobo.

Za nanašanje TiO₂ na mrežico iz nerjavnega jekla smo prilagodili metodo, ki jo je uporabil Yanagida s sodel. [8], za namene primerjave smo uporabili enak sol kot na steklenih vlaknih. Sistem (**slika 2**) je bil se-



Slika 1: Shematski prikaz naprave za kontinuirno nanašanje TiO₂ na trakove steklenih vlaken



Slika 2: Shematski prikaz naprave za elektroforetsko nanašanje TiO₂ na mrežico iz nerjavnega jekla

stavljen iz laboratorijskega napajalnika (Voltcraft PS 405 PRO), plošče iz poliranega aluminija in založne posode iz pleksistekla, v kateri je bil TiO₂-sol. Aluminijeva plošča (anoda) in mrežica iz nerjavnega jekla (katoda) sta bili potopljeni v sol in priklopiljeni na napajalnik. Pred tem smo mrežico narezali v pravilne šesterokotnike ($a = 8\text{ cm}$), ki smo jih sprali z etanolom in 30 min sušili v peči pri 150 °C. Za 20 s smo vključili laboratorijski napajalnik (40 V, 5 A), nato pa mrežico odstranili iz založne posode, spihali s stisnjениm zrakom in posušili s sušilnikom za lase. Mrežico smo termično obdelali v peči na 150 °C za 1 h. Nanesli smo dve plasti, potem pa je bilo treba pod UV-A odstraniti še organske ostanke kserogela (1 h).

2.4 Potek eksperimentov

Fotoreaktorski sistem je bil sestavljen iz reaktorja, peristaltične črpalke (Heidolph PD 5206), založne posode (steklena čaša 600 mL), ozonatorja (Pacific Ozone Technology) in neoprenske cevi (Tygon SC 0360; notranji premer 6,4 mm, zunanjji premer 9,6 mm).

Prototipni fotoreaktor je bil zasnovan in narejen na Univerzi v Novi Gorici v Laboratoriju za raziskave v okolju. Namenjen je izvajanju eksperimentov razgradnje različnih organskih onesnaževal s fotokatalizo. Ohišje fotoreaktorja je narejeno iz poliranega aluminija 1 mm, ki zagotavlja kar najboljšo odbojnost svetlobe. V sredini je odstranjiva reaktorska celica iz borosilikatnega stekla z notranjim premerom 80 mm in volumnom 1,5 L. Celotni volumen sistema je bil izmerjen in je 2150 mL. Vtok je lahko zgoraj ali spodaj, odvisno od namena uporabe. Zgornji del celice je mogoče odpreti, da se lahko v celico vstavi nosilec z imobiliziranim fotokatalizatorjem. Vzporedno okoli celice je razporejenih 6 UV sijalk Philips CLEO Compact 15 W. Omejitve celice v reaktorju sta ozki grli na vtoku in iztoku, kar omogoča preteke le do pribl. 1 L min⁻¹.

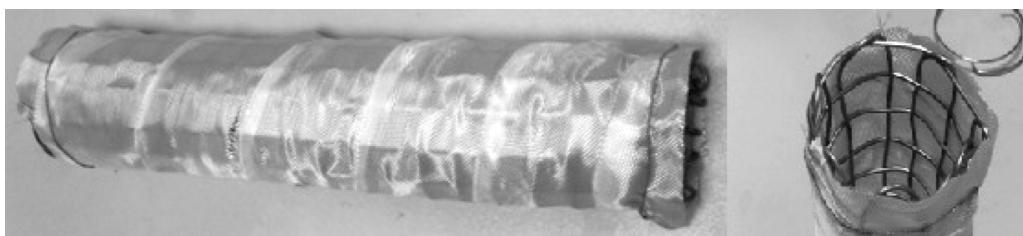
Razgradnja modrega barvila in fenola je potekala tako, da smo v reaktorsko celico postavili nosilec in nato sistem enkrat sprali. Napolnili smo ga s približno 2300 mL 2 × dH₂O in vodo skozi sistem prečrpavali 30 min. Potem smo sistem spraznili in ga ponovno napolnili z 2000 mL 2 × dH₂O. Nastavljen pretok je bil 0,9 L min⁻¹. Nato smo prižgali UV sijalke in vodo krožno prečrpavali 20 min. Po 20 min smo vzeli prvi vzorec (slepi vzorec). Sijalke smo nato ugasnili in počasi dodali 150 mL osnovne raztopine modrega barvila, začetna koncentracija barvila v sistemu je bila 20 mg L⁻¹. Raztopino smo krožno prečrpavali še 20 min, da se je barvilo dobro zmešalo z vodo. Čas smo začeli meriti, ko smo ponovno prižgali UV sijalke. Vzorci za UV-VIS-analizo so bili vzeti po (0, 7, 15, 30, 60, 120, 180 in 240) min, vzorci za analizo celotnega organskega ogljika (angl. *total organic carbon – TOC*) pa po (0, 30, 60, 120, 180 in 240) min. Celoten čas eksperimenta se je v reaktorsko celico preko založne posode vpiholoval kisik. Po končanem eksperimentu smo sistem spraznili.

Pred razgradnjo fenola je bil nosilec v reaktorski celici že od prejšnjega eksperimenta, zato smo sistem samo sprali. Začetna koncentracija fenola v sistemu je bila 40 mg L⁻¹. Vzorci za tekočinsko kromatografijo visoke ločljivosti (angl. *high-performance liquid chromatography – HPLC*) so bili vzeti po (0, 7, 15, 30, 60, 120, 180 in 240) min, vzorci za TOC-analizo pa po (0, 30, 60, 120, 180 in 240) min. Postopek dela je bil enak kot pri razgradnji modrega barvila.

Enak set eksperimentov smo ponovili še ob vpihanju ozona (ozonator Pacific Ozone Technology) v reaktorsko celico. Z meritnikom koncentracije ozona (Multi-sensor Measuring Instrument MS 08 s senzorjem ozona, AMT Analysenmesstechnik GmbH) smo spremljali temperaturo vode in vsebnost ozona.

3 REZULTATI IN RAZPRAVA

Med eksperimentom smo uporabili več vrst steklenih vlaken; trakovi stisnjениh steklenih vlaken, pletena steklena vlakna in zarobljeni trakovi pletenih steklenih vlaken. Nanos je bil v vseh treh primerih narejen na enak način, vendar so bili rezultati najboljši pri zarobljenih trakovih steklenih vlaken. Problema pri stisnjениh steklenih vlaknih sta bila težko ravnanje (stisnjena steklena vlakna povzročajo srbenje) in krhkost samega nosilca; ob prepogibanju se je trak prelomil, posledično je veliko TiO₂ odpadlo. To smo rešili z uporabo pletenih steklenih vlaken (iz platna izrezani trakovi 1 m × 1 m), vendar pa je bila v tem primeru velika težava odpadanje vlaken, saj izrezan trak ni bil zarobljen, sčasoma je tak trak popolnoma razpadel. Zarobljeni trakovi pletenih steklenih vlaken so bili kompaktni, upoglivi in cenovno ugodni, vendar je



Slika 3: Steklena vlakna na opori iz nerjavnega jekla

bilo treba dodati še inertno oporo iz nerjavnega jekla, saj trakovi niso samostoječi. Trakovi steklenih vlaken, oviti na opori iz mreže iz nerjavnega jekla, so prikazani na **sliki 3**.

Najprimernejša metoda za nanašanje TiO₂-sola na steklena vlakna je bila pomakanje, saj so vlakna dobro vpojna, sol pa z njih ne odteka. Problem je bil edino, kako zagotoviti enakomerno porazdelitev sola preko celotne površine traku dolžine 2 metra. Če bi trak zvili v tulec in ga pomočili v čašo, bi bil nanos izredno neenakomeren, saj v notranjost sol sploh ne bi prodrl. Zato smo razvili improvizirano napravo. Jekleni valj, ki pritiska trak v založno posodo, ima tudi vlogo »ožemanja« traku, zato nanos ni predebel. Sušilnik, vpet na laboratorijsko stojalo, je sušil nastajajočo plast katalizatorja na nosilcu, poleg tega pa je odstranil odvečni sol s traku. Tako nanesena plast je bila optimalna, prav tako je bila mehanska odpornost dobra, TiO₂ s traku ni odpadal. Del traku z nanosom TiO₂ je prikazan na **sliki 4**.

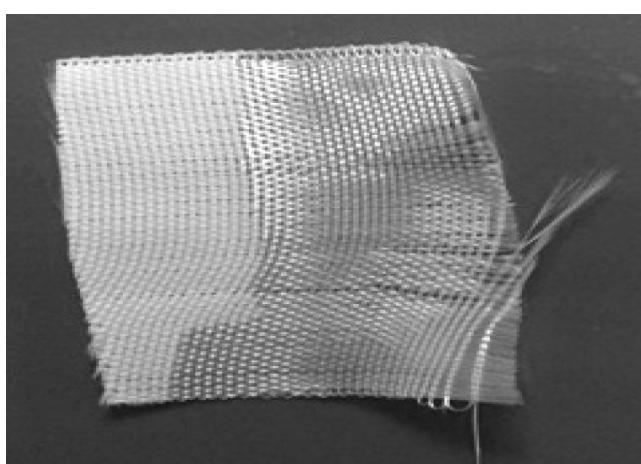
Pomakanje pri mrežici iz nerjavnega jekla ne pride v poštev. Razloga sta predvsem dva; (1) če je bil pripravljen sol pregost, je bila nanesena plast predebela, praznine v mrežici so bile zapolnjene s solom, kar je bistveno zmanjšalo mehansko odpornost plasti; (2) če je bil pripravljen sol preredek, je ves sol odtekel z mrežice in nanašanje ni bilo mogoče. Težava je bila odpravljena tako, da smo uporabili in prilagodili me-

todo elektroforetskega nanašanja. Tako je bil sol nanesen le na površino mrežice, poleg tega pa je bil povsem enakomeren. Naneseni sta bili samo dve plasti, predvsem zaradi omejitve električnega toka. Ob močnejšem laboratorijskem napajalniku bi bilo lahko nanesenih več plasti. Optimalen čas nanašanja je bil 20 s. Če je bil čas daljši, so se na mreži začele tvoriti grudice, tudi razpoke so bile večje, mehanska odpornost plasti pa slabša. Če je bil čas krajši, je bila plast nanesenega TiO₂ tanjša, kar zmanjša fotokatalitsko učinkovitost.

Pred vsakim nanašanjem je bilo treba pripraviti svež sol. Enak eksperiment je bil izveden tudi s solom, kjer smo absolutni etanol zamenjali z izopropanolom (Carlo Erba, ≥ 99,9 %), rezultati so bili slabi, plast je bila razpokana, nanos ni bil enakomeren. Mrežica iz nerjavnega jekla z nanosom TiO₂ je prikazana na **sliki 5**.

Rezultati trdnostnih preizkusov so podani v **tabeli 1**. Pri trdnostnih preizkusih na steklenih vlaknih je bila najbolj obstojna plast P-90. Velika razlika v masi pri rezultatih s P-25 bi lahko bila posledica odpadanja posameznih steklenih vlaken, vendar je že to dokaz, da je trdnost plasti slabša, saj ne povezuje vlaken takoj uspešno kot plast P-90.

Na drugi strani so bili rezultati s PC500 izredno slabi. Po 60 s je odpadla večina TiO₂. To je bil tudi



Slika 4: Zarobljena pletena steklena vlakna z nanosom TiO₂ (P-90) (levo) in brez nanosa (desno)



Slika 5: Mrežica iz nerjavnega jekla z nanosom TiO₂ (P-90) (svetli del) in brez nanosa (temni del)

Tabela 1: Rezultati trdnostnih preizkusov na steklenih vlaknih

Trak	P-25/1	P-25/2	P-90/1	P-90/2	PC500/1	PC500/2
Masa imobiliziranega katalizatorja [g]	0,0175	0,0238	0,0738	0,0445	0,0228	0,0131
Masa traku pred UZK* [g]	0,1769	0,2234	0,2386	0,2129	0,2169	0,1892
Masa traku po 30 s v UZK* [g]	0,1728	0,2188	0,2329	0,2097	0,2071	0,1797
Masa traku po 60 s v UZK* [g]	0,1704	0,2466	0,2320	0,2089	0,2001	0,1716
Masa traku po 120 s v UZK* [g]	0,1678	0,2139	0,2299	0,2073	0,1961	/
Masa traku po 300 s v UZK* [g]	0,1627	0,2082	0,2256	0,2054	0,1924	/
Razlika v masi katalizatorja na začetku in na koncu [%]	81,1	63,9	17,6	16,8	107,5**	134,4**
Končna masa katalizatorja deljena s ploščino (mg cm ⁻²)	0,264	0,688	4,864	3,000	/	/
Končna masa katalizatorja glede na maso traku (mg g ⁻¹)	0,021	0,043	0,369	0,223	/	/

Opombe:

*UZK = ultrazvočna kopel

**Razlika v masi presega 100 % zaradi odpadanja steklenih vlaken po tem, ko je večina TiO₂ že odpadla in ni bilo več vezave med vlakni

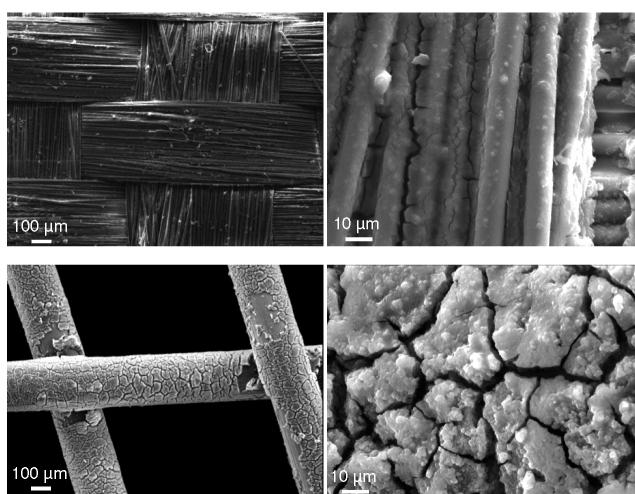
razlog, da sta trakova začela razpadati, saj je plast rabila kot vezava, predvsem na delih, kjer sta bila trakova odrezana. Že pred preizkusi v ultrazvočni kopeli je bilo opaziti več težav; na traku so se naredile grudice, TiO₂ je že ob rahlem dotiku začel odpadati, kepice so se naredile v solu že pred nanašanjem. Odpadna voda po eksperimentu pri drugih dveh vrstah TiO₂ je bila prozorna, tu pa je bila voda mlečno bele barve, kar nakazuje, da je velik del TiO₂ odpadel z nosilca in kot tak ni primeren za uporabo v čiščenju odpadnih vod.

Pod mikroskopom ni bilo videti večjih razpok oz. poškodb nanesene plasti katalizatorja P-90 na steklenih vlaknih. Posnetki pod elektronskim mikroskopom (**slika 6**) prikazujejo primerjavo med plastmi na obeh nosilcih, steklenih vlaknih in mrežici. Če primerjamo dostopno površino katalizatorja, je ta večja pri steklenih vlaknih. Pri večji povečavi je na mrežici vidna le

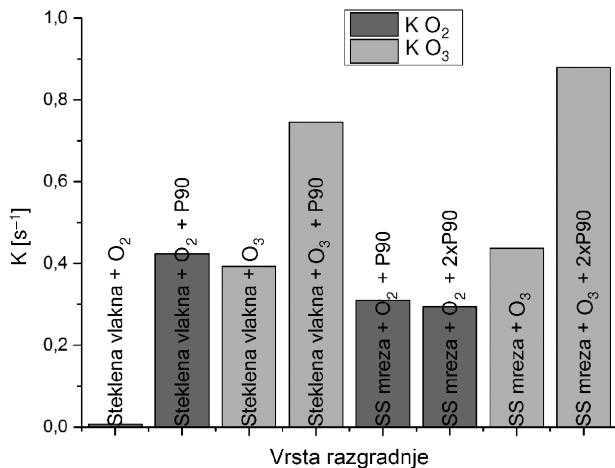
morfologija površine plasti katalizatorja, medtem ko so pri steklenih vlaknih še vidna posamezna vlakna. Količina nanesenega TiO₂ na geometrijsko ploščino je bistveno večja pri steklenih vlaknih, kar posledično lahko pomeni tudi boljšo fotoaktivnost.

Hrapavost površine na mikro- ali makronivoju je med ključnimi dejavniki pri mehanski odpornosti plasti. Čim večja je hrapavost, tem manjša je mehanska odpornost plasti. Medtem ko na steklenih vlaknih pri 1000-kratni povečavi razpok skorajda ni videti, so te na kovinski mrežici vidne že pri 75-kratni povečavi. Do tega lahko pride tudi zaradi različnih metod nanosa. Čeprav je plast na kovinski mrežici razpokana, pa je nanos še vedno bolj enakomeren kot pri steklenih vlaknih. Poleg tega je ob primerni postavitvi v fotoreaktorju na kovinski mrežici osvetljen bistveno večji delež nanosa. V skladu s pripravo optično kvalitetnih plasti katalizatorja na kovinski mrežici z elektrokemijsko metodo [8] obstaja še veliko možnosti za izboljšave nanosa tudi z našim TiO₂-solum.

Na **sliki 7** so prikazane začetne konstante hitrosti razgradnje modrega barvila, izračunane po enačbi, ki ustreza reakciji razpada 1. reda (iz rezultatov TOC). Čim višja je konstanta, tem hitrejša je razgradnja. Slike je razvidno, da je bila razgradnja s fotokatalitsko ozonacijo in uporabo mrežic iz nerjavnega jekla najhitrejša, sledila je fotokatalitska ozonacija z uporabo steklenih vlaken. Višja konstanta reakcijske hitrosti v primeru mrežic je lahko zaradi večje interakcije ozona s samim nosilcem (pravokotni pretok glede na nosilec) – ozon lahko še dodatno razgrajuje organske ostanke na površini nosilca. Zanimiva je tudi primerjava med fotokatalitsko oksidacijo na steklenih vlaknih in ozonacijo na mrežicah iz nerjavnega jekla. Ti dve konstanti sta primerljivi, čeprav v drugem primeru ni bil uporabljen fotokatalizator. Najslabše se je obnesla fotokataliza na mrežici iz nerjavnega jekla, za kar je



Slika 6: SEM-posnetki: steklena vlakna z nanosom TiO₂ (P-90) pri 75-kratni povečavi (levo zgoraj), steklena vlakna z nanosom TiO₂ pri 1000-kratni povečavi (desno zgoraj), mrežica iz nerjavnega jekla z nanosom TiO₂ pri 75-kratni povečavi (levo spodaj) in mrežica iz nerjavnega jekla z nanosom TiO₂ pri 1000-kratni povečavi (desno).



Slika 7: Začetne konstante hitrosti razgradnje modrega barvila

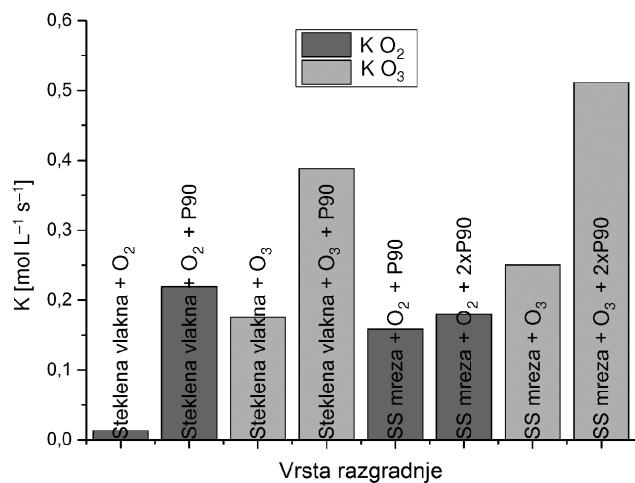
najbrž kriva manjša količina nanesenega TiO₂ na geometrijsko površino nosilca v primerjavi s steklenimi vlakni.

Iz rezultatov je razvidno, koliko različnih dejavnikov je treba upoštevati pri načrtovanju reaktorja, reaktorske celice in nosilcev za uporabo v fotokatalizi in da na učinkovitost procesa ne vpliva samo en dejavnik.

Na **sliki 8** so prikazane začetne konstante hitrosti razgradnje fenola, izračunane iz linearnih ekstrapolacij rezultatov (prvih sedem točk) iz rezultatov TOC. Lepo je razvidno, da je bila najučinkovitejša metoda razgradnja fenola s fotokatalitsko ozonacijo z mrežico iz nerjavnega jekla kot nosilcem za katalizator. Fotokatalitska ozonacija je bila pri razgradnji fenola glede na konstante razgradnje pri TOC-meritvah najučinkovitejša metoda.

4 SKLEPI

V raziskavi smo preizkusili različne materiale kot mogoče nosilce za TiO₂ v procesih fotokatalize skupaj z metodami nanosa na izbrane nosilce. Rezultati kažejo, da so tako steklena vlakna kot mrežica iz nerjavnega jekla primerni nosilci. Prav tako se je izkazalo, da je za nanos sola na steklena vlakna najprimernejše pomakanje, v tem primeru z improvizirano napravo za kontinuirano nanašanje. Plast je bila nanesena so-



Slika 8: Začetne konstante hitrosti reakcije mineralizacije fenola

razmerno enakomerno, tudi poraba sola ni bila velika. Na drugi strani pomakanje za nanašanje na kovinsko mrežico ni primerno, saj preredek sol odteče, pregost sol pa se zadrži med odprtinami v mrežici, kar zmanjša mehansko odpornost plasti. Pri nanašanju sola na kovinsko mrežico je bilo najučinkovitejše elektroforetsko nanašanje. Čeprav so v plasti nastale razpoke, je bila mehansko dobro odporna. Obstajajo pa, predvsem pri kovinski mrežici, še možnosti za izboljšave. Uspešno smo dokazali tudi učinkovitost obeh nosilcev pri fotokatalitski razgradnji fenola in modrega barvila.

5 VIRI IN LITERATURA

- [1] UNESCO, World Water Development Report 3: Water in a Changing World. World Water Assessment Programme, Routledge, 2012
- [2] U. Černigoj, U. Lavrenčič Štangar, P. Trebše, *Applied catalysis B: Environmental*, 75 (2007), 229–238
- [3] A. L. Pruden, D. F. Ollis, *Journal of Catalysis*, 82 (1983), 404–417
- [4] A. Y. Shan, T. I. M. Ghazi, S. A. Rashid, *Applied Catalysis A: General*, 389 (2010), 1–8
- [5] A. Šuligoj, U. Černigoj, U. Lavrenčič Štangar, Patent SI 23585 A, Urad Republike Slovenije za intelektualno lastnino, Ljubljana, 2010
- [6] A. Šuligoj, Optimizacija tankih plasti titanovega dioksida na aluminiiju za namene fotokatalitskega čiščenja vode, diplomsko delo, Univerza v Novi Gorici, Fakulteta za znanosti o okolju, Nova Gorica, 2011
- [7] M. Kete, E. Pavlica, F. Fresno, G. Bratina, U. Lavrenčič Štangar, *Environmental Science and pollution research*, 21 (2014), 11238–11249
- [8] S. Yanagida, A. Nakajima, Y. Kameshima, N. Yoshida, T. Watanabe, K. Okada, *Materials Research Bulletin*, 40 (2005), 1335–1344

VAKUUM KOT LIMITA

Stanislav Južnič

Univerza v Oklahomi, Oddelek za zgodovino znanosti, Norman, Oklahoma, ZDA; Arhiv Slovenske jezuitske province, Ljubljana

ZNANSTVENI ČLANEK

POVZETEK

Naši evropski predniki so večino temeljnih pripomočkov sodobne eksperimentalne fizike razvili oziroma po vzhodnjaskih vzorcih priredili v kratkih desetletjih verskih vojn prve polovice 17. stoletja. Odtlej so na voljo teleskopi, mikroskopi, termometri, kitajske prenosne ure, tehtnice, barometri in končno še vakuumske črpalke kot najdražji in najbolj prevratni med vsemi. Po meritvah s temi na novo izumljenimi napravami so se med temeljnimi fizikalnimi količinami nekatere izkazale za omejene v eni smeri, druge v obeh smerih navzgor in navzdol, tretje pa bržkone nimajo meja. Vakuumske tehnologije spadajo med prve ali med druge, saj popoln vakuum ni dosegljiv kot povsem prazen prostor, medtem ko nadtlaki oziroma velike gostote nimajo pravih omejitev, pač glede na trenutno veljavno prepričanje astrofizikov.

Stoletne zagate o niču, vakuumu in podobnih limitah so sad nekritičnega evropskega sposojanja teh za Zahodnjake zapletenih pojmov iz povsem drugače naravnane indijske znanosti v zadnjem tisočletju. Evropejci so novosti vpregli v jarem uspešnih tehnologij, ki prinašajo dobiček. Indijcem pa so rade volje prepustili duhovno znanje, ki ne daje pravih gmotnih koristi, vsaj na hitro roko ne. Zato sodobna zahodnjaka vakuumska tehnologija le počasi vpliva na vsakdanja razmišljanja in pogovore ljudi, ki pa svoje vseeno skušajo soodločati o pridobivanju gmotnih sredstev za raziskovalno dejavnost. Nerazumljivost osnovnih teoretičnih vprašanj v obliki »kaj manjka v vakuumu« tako postaja svojevrstna cokla morebitnih višjih gmotnih podpor bolj razumljivim vakuumskim tehnologijam.

Nerazumevanje sodobne kopenhagenske interpretacije kvantne mehanike zna biti med osnovnimi povodi za sodobno prehajanje največjega dela raziskovalnega denarja iz fizike k raziskovanju genoma, ki s svojimi triindvajsetimi človeškimi kromosomami ponuja tudi neizobraženemu človeku dojemljivo vizijo svojih ciljev. Premik znanosti namenjenih podpor pa ni usoden za razvoj vakuumskih tehnologij, saj le-te ostajajo temeljnega pomena tako pri fiziki kot pri nanotehnoloških poskusih z genomi.

Ključne besede: zgodovina vakuumskih tehnik, javno mnenje o znanosti, financiranje raziskav

Vacuum as a limit

ABSTRACT

Our European academic ancestors developed or borrowed from Easterners most of the basic experimental tools of modern physics in short decades torn apart with religious wars of the first half of 17th Century. In a row the European scientists began to use the new microscopes, telescopes, thermometers, movable Chinese clocks, balances, barometers, and vacuum pumps as the most expensive and most revolutionary of them all. After the measurements with those newly invented tools, some of the fundamental variables of physics proved to be limited in one direction, the others proved to be limited in both direction of smallness and greatness, and the rest do not have the real limits at all. The vacuum technologies are among the first or the second group because the perfect vacuum proved to be unreachable in the form of total emptiness while the greatest pressures-densities do not seem to have any proved limits eventually depending of currently prevailing theory of astrophysics.

The centuries of European problems with nothing, vacuum, and similar limits were the products of uncritical European borrowing of those ideas from the very differently shaped Indian sciences during the last millennia. The Europeans used the novelties for the

developments of their new technologies which brought profits. They were willing to leave to Indian literati the deeper theoretical knowledge which did not offer any immediate surplus of money. For that reason the modern Western vacuum technologies just slowly influence the everyday thinking and debates among the ordinarily people who in their own way try to influence the decisions about the support and financing of scientific research. The lack of understanding of basic theoretical questions as is »what is missing in a vacuum« in that way obstacle the supposed higher supports to be offered to more understandable vacuum technologies.

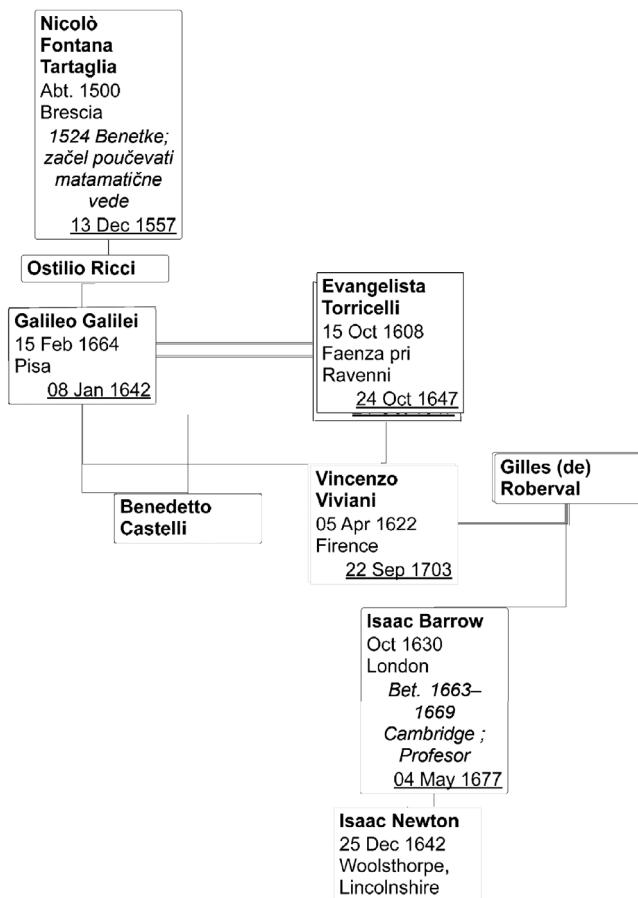
The modern Copenhagen interpretation of quantum mechanics which does not try to be understandable even to the experts was probably one of the reasons why the bulk of the research money recently passed from the research in physics to the research of genome which with its twenty-three chromosomes offers much more reasonable visions even to the uneducated lay people. The transfer of research money brought no fatal blows to the developments of the vacuum technologies which still keep the basic positions in the fundamental research of physics, as well as in nano-technological experiments on genomes.

Keywords: history of vacuum technologies, public opinion about sciences, funding of research

1 UVOD

Ko so s Herkulovih stebrov ob današnjem Gibraltarju dokončno zbrisali omejitev »*Non plus ultra*«, je magnetna igla postala nepogrešljiva, njeni nenavadni odkloni, opaženi med jadranjem Kolumba in S. Cabota, pa so cveteli kot želeni in zato dobro plačani raziskovalni projekti. Tip filozofa, pripravnega za tovrstna opazovanja, je bil nujno zasukan v eksperimentalno smer, vakuumske tehnologije pa so kmalu postale poglavitne zvezde na njegovem praporu.

Sodobna fizika se je začela razvijati kmalu potem, ko so si spretneži zaporedoma privoščili odkritja ključnih merilnih naprav: teleskopa, mikroskopa, termometra, barometra, vakuumske črpalke, prenosne ure in dovolj natančne tehtnice v prvi polovici 17. stoletja. V različnih obdobjih so znanstveniki različno gledali na domnevne meje svojih raziskovanj, z razvojem eksperimentalnih orodij pa so bile njihove domneve postavljene pred realne preizkušnje. V fiziki imamo odtlej opraviti s količinami, ki so v eno smer omejene v drugo smer pa je njihova omejenost dvomljiva. Takšni sta tlak-gostota ali temperatura, ki imata spodnji limiti (vakuum in absolutno temperaturno ničlo), medtem ko se njuni zgornji limiti (najvišja mogoča gostota-tlak ali temperatura) včasih zdita verjetni, drugič pa ne, pač glede na trenutno stanje raziskav v astrofiziki in fiziki delcev. Podobno, a vendarle drugače je z naelektritvijo; lahko je povsem nič,



Slika 1: Italijanski izumitelji barometra, prvič opisanega leta 1644 v Torricellijevem pismu, in njegovi angleški uporabniki

njena zgornja meja oziroma gostota naboja pa je najverjetneje prav tako na svoj način omejena. Nekaj podobnega pripisujemo gostoti svetlobnega toka ali elektromagnetnega valovanja nasploh.

Vseobsežnost zakona o ohranitvi energije je bila fizikom ali celo nešolanim ljudem hitro očitna, prav tako omejevanje Nernstovega zakona, ki je iz absolutne temperaturne ničle naredilo limito, podobno Einsteinovi svetlobni hitrosti ali vakuumu kot limite praznega.¹ Seveda je Einstein hitrosti omejil navzgor, vakuumišti in Nernst pa so gostoto-tlak in temperaturo omejili navzdol. Nasprotno od vakuumskih omejitve gostot-tlakov so hitrosti v obe smeri omejene med mirovanjem in hitrostjo svetlobe v vakuumu. V tem primeru ne gre zgolj za limiti, temveč za dejanski številki hitrosti nič in svetlobne hitrosti, čeprav se svetlobna hitrost pri praktičnih poskusih s pospeševanjem delcev v vakuumu dejansko izkaže za nedosegljivo limito.

Seveda pa je drugi zakon termodinamike s svojo entropijsko časovno puščico ostal skrivnost vseh skrivnosti in boter statistične interpretacije sveta v

kvantni mehaniki, ki obvladuje fiziko in sorodne vede že krepko čez stoletje. Boltzmann je po svoje združeval mehaniko in toploto kot dva izraza istega nevidnega fizikalnega pojava,² vendar se mu je entropijski zakon kmalu izmuznil iz klasičnih mehanskih rok. Tako je moral omejiti možnosti za združevanje opazljivih makroskopskih pojavov s tistimi nevidnimi s submikroskopskega sveta. Medtem ko so bili termometer in za vakuumske poskuse neobhodna barometer in vakuumska črpalka na voljo že sredi 17. stoletja, pa uporabnega merilnika električnega naboja ni bilo na spregled še nadaljnjih sto let.

Z najmanjšimi in največjimi deli snovi je zagata podoba. Z razvojem fizike-kemije se je čast najmanjšega delca snovi po vrsti pripisovala atomom, pozneje pa jedrom vse do kvarkov in še dlje oziroma globlje. Limite pravzaprav niti ni (še) na obzorju. Pri največjih zvezdah je položaj po svoje primerljiv, saj se dimenzijske vseskozi premikajo z novimi odkritji, podobno kot pri starosti in velikosti vesolja. Mikroskop in teleskop sta se sprva za obe smeri meritev kazali kot uporabni napravi, dodelani potem, ko je razvoj predelave stekla v Holandiji in Benečiji omogočil okoli leta 1600 iznajdbi teleskopa in mikroskopa. Izum pripisemo najraje obrtnikom, kot so bili Cornelis Jacobszoon Drebbel (Drebel), Jakob Metius, Hans Lippershey, ali Zacharias na Nizozemskem okoli leta 1600, največ pa je z njim zaslužil iznajdljivi Galilei nekoliko pozneje. Tista posrečena »kdo prvi pride, prvi melje« ni vedno veljavna, treba je pač biti tudi ob pravem času na praven mestu, saj je Galileiju sekirca padla v med bogatih lahkovernih Benečanov; da ni bil prvi je svojim petičnim občudovalcem pač previdno zamolčal.

Tako se je odprl pogled v občutek neskončno majhnega, neskončno velikega in neskončno oddaljenega. Kmalu se je uveljavil še v diferencialnem računu, kjer je našel prvo splošno in uporabno evropsko obliko v 1660. letih pri Newtonu in Leibnizu sposojen od indijskih raziskovalcev s posredovanjem jezuitskih misijonarjev, kot je nedavno dokazal Chandra Kant Raju (* 1954).³ Mehanika z balistikijo in astronomijo z naukom o orientaciji v prostoru sta največ pridobili s temi novostmi. Komunikacije med znanstveniki so s pospešeno izmenjavo idej sprožile nov, filozofiji (skoraj) sovražen način mišljenja. To novost so Angleži sredi 17. stoletja poimenovali *Experimental Philosophy*. Zakaj je do tega prišlo ravno sredi 17. stoletja? Gotovo tudi zato, ker se je kmalu izkazalo, da je znanost z vakuumskimi črpalkami vred mogoče tudi prodajati za pošteno zasoljeno ceno.

¹ Feynman, 2000, 118

² Heisenberg, 1998, 15, 69; Petković, 1998, 143

³ Raju, 2007; Raju, 2009; <http://ckraju.net>

Tabela 1: Rojevanje moderne nove znanosti

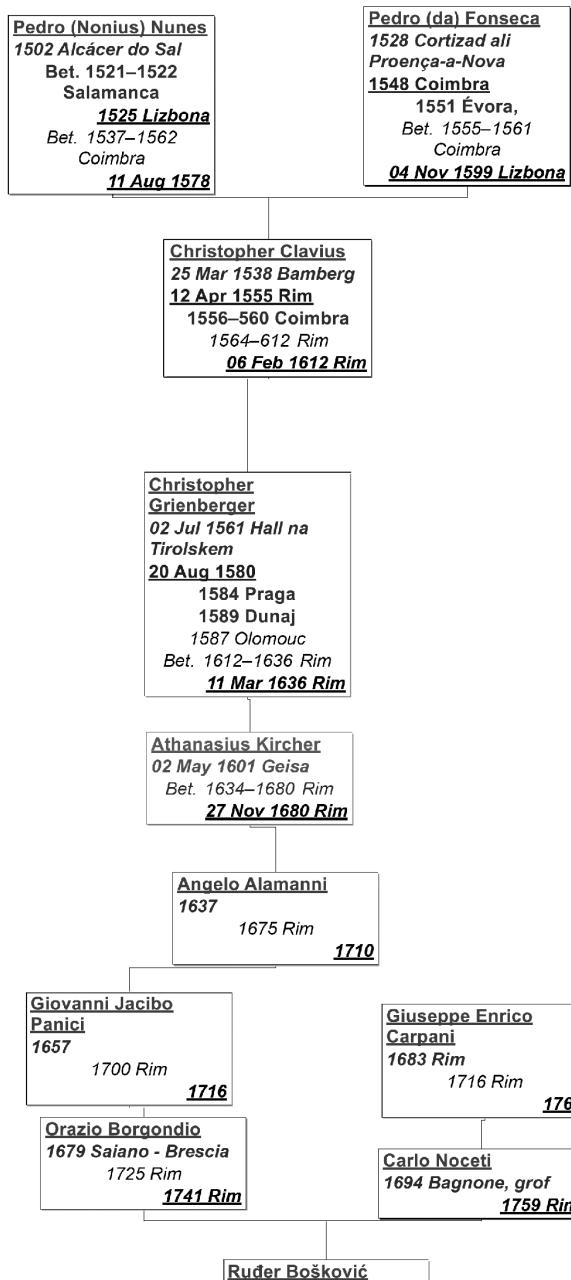
	Nova orodja	Območja poskusov	Metode	Organizacije	Teorije	Misleci
1550					Gibanje Zemlje	Kopernik
1600	Teleskop, mikroskop	Astronomija, biologija	Eksperiment			Galilei
1650	Barometer, vakuumska črpalka, uporabne ure na vzmet in nihalo	Mehanika, optika	Infinitezimalni račun	Akademije	Optika, splošna gravitacija	
1700				Naravoslovni časopisi		Newton

Kmalu se je, žal, pokazalo, da so atomi submikroskopski, večina zvezd pa daleč za zmogljivostjo teleskopov. Tako jim nista kos niti posebni oborožitvi človeškega očesa z lečami, nekaj več možnosti pa dajejo opazovanja zunaj vidne svetlobe po naravi namenjene človeku, ki se je tako raje lotil elektronskih mikroskopov in »teleskopov« na nevidne žarke. Že v zgodnjem 19. stoletju je namreč postalo jasno, da ima svetloba mnogo širši spekter, kot ga zaznamo s človeškimi očmi. Ultravijolično in infrardečo svetlobo so izsledili predvsem po njunih kemičnih in toplotnih vplivih. Pred Röntgenovimi odkritji ni nič omejevalo njuna spektra. Frekvenca nihanja je uvrščala toplotne pojave k infrardeči svetlobi, elektromagnetna nihanja pa še nižje.

Tako se je v novi preobleki povampirila poldruge stoletje stara flogistonska teorija, ki je prav tako zatrjevala, da so elektrika, toplota in svetloba stopnje gorljivega principa, imenovanega flogiston. V novi Maxwellovi teoriji elektromagnetnega valovanja v vakuumu, ki je bila, seveda, matematično mnogo bolj dovršena, je flogistonski princip enostavno nadomestila energija. Ko so z Židom Heinrichom Hertzom in hrvaškim Srbom Nikolo Teslo Maxwellova valovanja vstopila v svet industrije in zabave, so se urno podrlje pregraje med izmenjavo informacij Zemljjanov v sodobni globalizaciji.

Spet drugačni količini sta prostor-razdalja ali čas. Obe imata spodnji limiti, ki pa nista dosegljivi, tako kot ne pri temperaturi ali vakuumski gostoti-tlaku. Razdalja nič med predmetoma bi namreč nasprotovala načelu izključitve Dunajčana Wolfganga Paulija. Časovni interval nič v pogovornem jeziku sicer radi opišemo kot »v trenutku bom tam«; v resnici pa ni mogoč zaradi Einsteinove relativnostne teorije. V nasprotu smer pa sta čas in razdalja-prostор omejeni količini ali pač ne, spet odvisno od teorije, ki trenutno prevladuje v astrofiziki in ima, še posebej glede časa, tudi velikanski teološki pomen.

Vzopredno z vakuumskimi črpalkami so tudi ure postajale vedno bolj natančne,⁴ danes pa je čas daleč najnatančneje definirana fizikalna enota. Najna-



Slika 2: Akademski predniki jezuitskega fizika Boškovića do nemško-rimskega jezuitskega vakuumista Athanasiusa Kircherja. Številke zaporedoma kažejo datume rojstev, študija fizike z matematiko oziroma ustreznih akademskih promocij, profesure fizike oziroma matematike in smrti.

⁴ Pipunov, 1982

tančnejše ure so vseskozi uporabljali astronomi, saj so bili ob pomorcih tisti, ki so jih vojaki in trgovci najbolj podpirali. Po drugi strani pa so točnejše ure omogočale natančnejši opis sosledja naravnih pojavov. Prvič, zaenkrat še sramežljivo in nezavedno, so raziskovalci vpeljali časovno komponento v študij naravnih pojavov, potem ko je humanizem vpeljal občutek časa in estetike, ponazorjene v delu Francesca Petrarke v 14. stoletju. Čas pa je bil pri Hindujsih vseskozi prisoten v obliki neizbežnega časa *kale*, ki je istoveten s samim Bogom.⁵

Zavest o dinamiki (časovni komponenti) dogajanju v naravi pa je dokončno prodrla komaj sredi 19. stoletja z Darwinovo evolucijo in Boltzmannovo entropijo. Puščica časa-entropije je bila rojena za znanstvenike in zamujajoče delavce v tovarnah, Japonci pa so svojo danes prislovno točnost začeli uvajati z državnimi dekreti komaj pol stoletja pozneje.

Vakuum je kmalu postal tudi pomemben element singularnosti, ki nastopa v domala vseh domnevno točkastih središčih sil, o katerih je verjetno najbolj odmevno razmišljal jezuit Bošković iz Dubrovnika, ki je vsaj trikrat obiskal Ljubljano in svoje domislice razširil med našimi predniki. Kmalu za njim se je njegov posredni učenec Jurij Vega lotil reševanja naloge o telesu, ki bi skozi vakuum priletelo v središče Zemlje – bi tam obstalo, odletelo skozi, se vrnilo nazaj, ali pa bi morda raje osciliralo okoli središča? V vseh primerih je šlo za idealizirano gibanje v vakuumu, preprič o mogočih ali sprejemljivih rešitvah pa je bil nadvse odmeven in glasen.

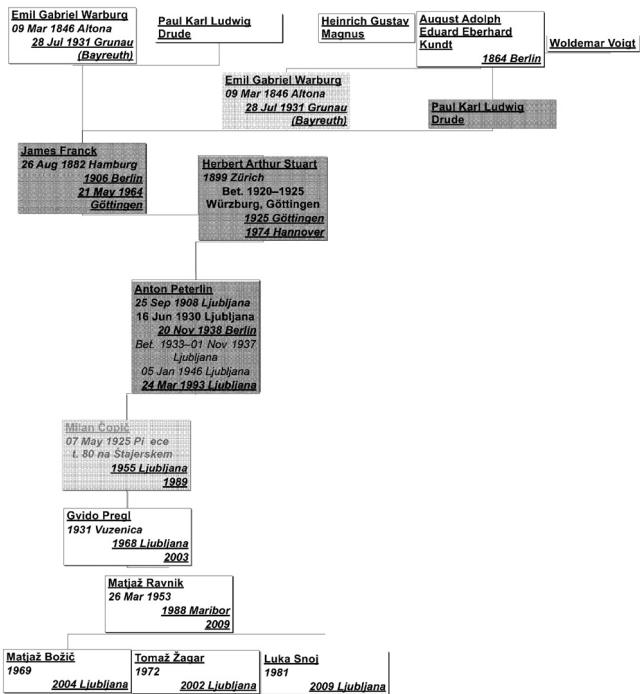
2 LIMITE ZUNAJ FIZIKE

V matematiki so seveda zadeve povsem drugače postavljene in tam ni niti toliko meja, kot smo si jih vsilili fiziki. Precej bolj podvržene mejam pa so druge znanosti, ki v moderni dobi postopoma izbjijo vodilno žezlo iz rok fizikom. Tako imamo v kemiji opraviti z 92 stabilnimi kemijskimi elementi in ni verjetno, da bi kdaj v naravi našli triindevetdesetega. Zato pa ni prave omejitve nad elementi, ki jih lahko ustvarimo umetno. Število 92 je gotovo zanimivo obenem z zahodnjaškim priznanjem, ki ga je bil s periodnim sistemom prvič soglasno deležen um slovanskega rodu. Pred Mendelejevim so Lavoisier in številni drugi skušali sestaviti drugačne tabele elementov, ki so vsebovale še kakšen medij za prenos energije za povrhu.

Podobno je v biologiji, kjer imamo opraviti resda z velikanskim številom živih bitij, a njihovo število vendarle ni neskončno. Človek ima 23 parov kromo-

somov, kar je znova znamenita omejitev in prav z njo si raziskovalci genoma danes in v prihodnje obetajo največ raziskovalnega denarja. Podobno je z dolgostjo življenja: lahko je nadvse kratka, njegova zgornja meja pa je videti omejena, čeprav (še) ni nikakrsnega biološkega zakona, ki bi oznanjal nujnost smrti. Zato si je zviti Newyorčan Richard Feynman celo domišljal, da lahko smrt celo prelisiči ali celo podkupi, saj naj bi napredek biologije in medicine kmalu prinesel ozdravitev od (v evropskih očeh) hude bolezni imenovane smrt.⁶ Kljub tako znamenitim domislicam je celo genialnega šaljivca Feynmana svoj čas pobralo leta 1988.

Podobno je pri sodobnih tehnologijah, tudi tistih najvažnejših: medtem ko se že pol stoletja lomijo kopja okoli dobe, ko naj bi zmanjkalo nafte, kažejo sodobne študije, da nafta bržkone sproti nastaja v notranosti Zemlje in gre potem takem za lažni alarm na rovaš dobičkov povsem določenih med seboj tekmajočih industrij.⁷ Tako je prezgodaj umrli priatelj pisca teh vrstic, vodja reaktorja TRIGA Matjaž Ravnik, v svoji knjigi *Topla greda* kritiziral uporabo fosilnih goriv pod vplivom tedaj priljubljenih razmišljanj o Mejah rasti,⁸ ki sem jih sam v svojih fizikalnih študentskih razmišljanjih, objavljenih pri ljubljanski študentski Tribuni, prekrstil v travniško Rast Omejenosti.⁹ Večina poklicnih ekologov seveda ne zavrača



Slika 3: Akademski predniki Matjaža Ravnika do nemških vakuumistov Warburga, Kundta, Magnusa in Drudeja

⁵ Kohler, 2011, 22

⁶ Feynman, 2000, 100

⁷ Engdahl, 2014

⁸ Meadows; Meadows; Randers; Behrens, 1972; Ravnik, 1997

zgolj fosilnih goriv, temveč tudi jedrske reaktorje, ki pa za fizika seveda niso povsem enake baže.

3 EVROPSKE LIMITE

Vakuum je danes očitno stanje, ki se mu limitno približujemo s črpanjem; v preteklih stoletjih so se nedvomno kresala še številna druga mnenja o tovrstni dejavnosti. V evropski tradiciji pogled na vakuum, praznoto, število nič, limito in infinitezimalni račun ostaja zagaten. Večino teh pojmov so si Evropejci namreč izposodili od Vzhodnjakov, predvsem od Indijcev, pri čemer pa so se na indijsko filozofijo slej ko prej spoznali kot zajci na boben. Tako so število nič, limito in infinitezimalni račun privzeli zgolj zaradi lažjega računanja, ne da bi dojeli, kaj sploh med računanjem počnejo. Pri številu nič so bili posredniki Arabci in poteka sposojanja ni bilo nikoli mogoče zares prikriti. Pri limitah in infinitezimalnem računu pa sta se evropski skupini, zbrani okoli Leibnizovih *Acta Eruditorum* v Leipzigu in Newtonovih londonskih *Philosophical Transactions*, dajali za prioriteto in sta pri tem večše prikrili, da so postopek predhodno in niti ne zares tajno prinesli jezuitski misjonarji iz Indije, kjer je bil tudi sloviti Matteo Ricci.

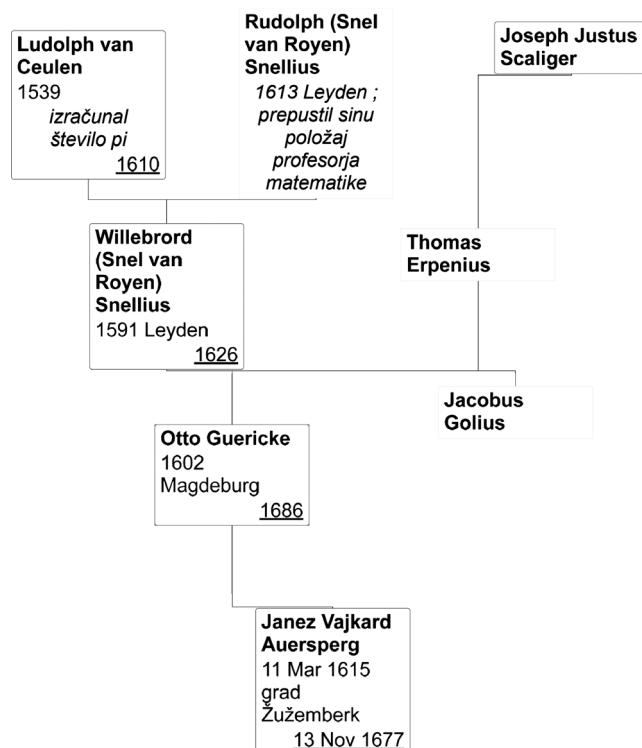
Obenem z infinitezimalnim računom je Evropejce »okužil« še verjetnostni račun, razvit iz teorije iger, ki so bile zelo priljubljene v visokih družbah evropskega 17. stoletja. Centralizirane države s splošno vojaško obveznostjo so spodbujale demografske statistike in z njimi statistične metode v matematiki. Obenem se je rojeval mehanski pogled na fiziko; vendar se obe novosti nista srečali vse do druge polovice 19. stoletja, torej celih dvesto let. Potrebe mehanske fizike so zahtevali neki nov matematični prijem, ki bi lahko v mehaniki odigral vlogo drobnogleda, mikroskopa.

Ideja neskončno majhnega in neomejeno velikega se tako ni uveljavila le v biologiji in astronomiji. Številske vrste so jo zanesle v matematiko, potreba po določitvi površine nepravilnih teles (vrtenin, zavrttvenih krivulj) pa jo je prinesla tudi v mehaniko v obliku infinitezimalnega računa. Takšen račun so že Huygens in angleški matematiki ponujali za reševanje posameznih primerov, komaj Newton in Leibniz pa sta mu dala splošno obliko po indijskem vzoru, ki je postal drobnogled za dogajanja v mehaniki in astronomiji. Zaradi spremljajočega prestiža se je razplamtel kar najgloblji spor okoli infinitezimalnega računa, ki pa so ga obema protagonistoma, Newtonu in Leibnizu, v resnici h koritu prinesli jezuitski misjonarji iz Indije. Indijcem navkljub sodobni zahodnjaški zgodovinarji znanosti še vedno radi poudarjajo Newtonovo prvenstvo ob Leibnizevi neodvisnosti z veliko uporab-

nejšim Leibnizovim zapisom kot osnovo sodobnega. Indijci šele danes upravičeno nastopajo kot svojevrstna moderna sinteza v tem nekoč na videz evropskem sporu.

Med obdobjema Matthea Riccija in A. Hallersteina bi težko našli tako samostojne povratne vplive Kitajske na Evropo oziroma samostojne kitajske usmeritve v matematični fiziki, ki bi bili primerljivi z domnevnim indijskim pionirskim izumom infinitezimalnega računa. Podobno je s sodobno angleško kuhinjo, ki ji je dobrote sposojala po vsem svetu angleških kolonij, nikoli pa ni iz pridobljenega znala ustvariti lastne domačnosti. Vakuumski tehnologija je prinašala dobičke, njeno teorijsko ozadje pa je ostalo skrivnost in kmalu tudi neželen predmet ugibanja, slično kot se je dogajalo pri utišanju neubogljivih dvomljivcev v nemogoče temelje kopenhangenske interpretacije kvantne mehanike z zanimim *shut up and calculate*.

Kot se rado zgodi, je med vročimi debatami glede realnosti rezultatov vakuumskih poskusov v zadnjem stoletju postalo jasno, da vakuum niti ne more biti zares prazen energije sevanja, saj smo iz njega črpali zgolj snov. Ob Einsteinovi povezavi med energijo in maso bi to najbrž pomenilo, da je črpanje zelo nizkih podtlakov globoko nad sodobnimi zmogljivosti pravzaprav prelaganje iz votlega v prazno, saj bi izčrpani delci snovi mimogrede lahko sproti nastajali iz ne-



Slika 4: Akademski predniki izumitelja vakuumski črpale Otta Guerickeja kot svojevrstnega učitelja poldruge desetletje mlajšega kneza Turjaškega

⁹ Južnič, 1979, 10

izčrpane energije. Tako se je žoga vrnila na Descartesovo črto izpred štirih stoletij ob vprašanju, česa v resnici manjka v praznem kozarcu oziroma v vakuumskem recipientu. Spor med Ottom Guerickejem in kranjskim knezom Janezom Vajkardom Turjaškim ob pionirskeh vakuumskih poskusih v Regensburgu daljnega leta 1654 očitno dobiva mlade.

4 PROJEKCIJE VAKUUMA PRIHODNOSTI

Zdrav razum izgublja svoj absolutni pomen vzporedno z razvojem znanosti. Najprej ga je Galilei nadomestil z bolj eksperimentalnim načinom dojemanja narave, nato pa se je Newton celo odrekel postavljanju vsake zdravorazumske hipoteze. Thomas Young in Fresnel sta pozneje odkrila pojave, ki nasprotujejo izkušnjam zdravega razuma. To pomeni, da postajajo sodobna eksperimentalna orodja natančnejša od človeških čutil, ki jim ni več mogoče povsem zaupati, vsaj v znanosti ne; seveda ostajajo merodajna ob medčloveških odnosih in ljubezni. Kot spomin na nekdanjo veljavno, človekova čutila še dandanes opredeljujejo jezik znanosti, saj se fizika v svoji klasični obliki deli na mehaniko (otip, sluh), optiko (vid), toplotno teorijo (otip) in elektromagnetizem z jezikom kot prvotnim elektroskopom.

Za Maxwella je bil zdrav razum zgolj še priročna ilustracija znanstveno-matematičnega razuma. Vendar je takšna zamisel nekoliko prehitevala njegov čas, saj je zavestno zanikovala objektivnost človekovih predstav, podobno kot so eksperimenti pred tem storili s človeškimi čustvi. V naslednjih generacijah je relativnostna teorija še nadalje podirala mit o absolutnosti človekovih predstav. Kvantna mehanika pa je končno uzakonila zgrešenost človekovih predstav na vseh tistih dimenzijah in hitrostih, ki so presegale normalno človeško izkustveno okolje. Človeška zdravorazumska presoja je ostala v veljavi kot limitni primer zgolj do tam, do koder je bilo mogoče zaupati človeškim čutilom po znani Prešernovi zbadljivki *Le čevlje sodi naj kopitar*; zunaj vidnega in zunaj področja J. Kopitarjeve strokovnosti naj bi odločala druga ekspertna merila. S tem je antropomorfizem prišel ob temelj svojih okopov, čeprav se z novimi tehnologijami meje človekovih zaznav in normalnega življenjskega okolja morda lahko še razširijo v obetajoči prihodnosti svetovnega spleta in antropocena.

Razvoj znanstveno-matematičnega razuma seveda vpliva na ljudski zdrav razum, še posebej med obveznim šolanjem in morebitnim branjem poljudnoznanstvene periodike. Tako danes nič več ne dvomimo, da je Zemlja okrogle. Podobo verjamemo v gibanje Zemlje, ki je tako zavdalo človeku Galileiju in ga

obenem proslavila kot znanstvenika. Prav tako sprejemamo Newtonovo barvo kot objektivno lastnost svetlobe in ne zgolj kot posledico fiziologije očesa ali slikarskih mešanj barv, kar sta si že lela pesnik Goethe in revolucionarni priatelj naroda Jean-Paul Marat. Neodvisnost težnega pospeška od mase pa že spravlja zdrav razum v zagato, medtem ko ga valovne lastnosti elektromagnetskih valovanj in svetlobe sploh (še) ne zanimajo. Razvoj fizike majhnih in hitrih delcev je omejila človekov razum na območja, ki jih še lahko obvladuje.

Zdrav razum tako caplja nekaj stoletij za temeljnimi odkritji fizike. Kako pa je z jezikom, ki ga uporabljamo pri pogovoru? Po njem bi Sonce še vedno vzhajalo, njegovi žarki so bolj delci kot valovi, njegova toplota ni videti povezana z gibanjem delcev. Pogovorni jezik ostaja gluh za spremembe v razvoju fizike oziroma za njimi močno zaostaja.¹⁰ Tako vakuum še dandanes nima pravega položaja v sodobnih pogovornih jezikih, čeprav pogosto modrijemo o prelaganju iz votlega v prazno ali o votlem strahu, ki ga naokoli nič ni.

Odmev znanstvenih dosežkov v zdravorazumskih mnenjih večine ima močan povratni vpliv na gmotno podporo znanosti. Mnenje o znanosti je v poglavitni zahodnoevropskih raziskovalnih središčih bilo slabo okoli let 1710–1740, 1930 in 2000, dobro pa leta 1660, 1800 in 1900. Visoka mnenja so prinašala več raziskovalnega denarja. Po prvi svetovni vojni so Nemci ustanavljali odbore proti omejevanju učnih ur matematike v šolah, kot se je spominjal A. Sommerfield,¹¹ dvomi pa so še naraščali med ekonomsko krizo. Nezaupanje v znanost odpira vrata bioenergijam, kot sta bili Mesmerjeva ali Wilhelmova Reichenova, podobni pa so vesoljci Ericha von Dänikena. Ni pa lahko povezati ugled znanosti med povprečnimi ljudmi z njihovim gospodarskim ali znanstvenim vsakdanom:

1. Vojne ne zmanjšajo vedno priljubljenosti znanosti; če je to storila prva svetovna vojna, pa je bil učinek druge svetovne vojne ravno nasproten.
2. Nihanja priljubljenosti znanosti ni mogoče enoznačno povezati s periodami gospodarskih kriz, ki so mnogo krajše; kljub temu pa povezava med obema pojavnoma obstaja.
3. V prvi polovici 19. stoletja je priljubljenost znanosti močno spodbudila raziskovanja. Po prvi svetovni vojni in med veliko gospodarsko krizo pa se je kvantna mehanika rojevala sredi velike nepriljubljenosti matematičnih ved.
4. Nepriljubljenost znanosti med širokimi ljudskimi množicami ne pomeni vedno tudi manjši denar

¹⁰ De Solla Price, 1980, 45–65

¹¹ Heisenberg, 1975

zanjo. Odločajo pač tisti, ki imajo obilo »cvenka« pod palcem, ne pa ljudske množice kar vsevprek, čeprav tudi njihov vpliv ni od muh.

V tem smislu je zelo težko napovedati, katera poteka bi utegnila tako ali drugače vplivati na priljubljenost raziskovanja vakuumskih tehnik pri povprečnih ljudeh ali celo pri oblastnikih, ki imajo v rokah škarje in platno. Zelo težko, a nikakor ne nemogoče.

5 SKLEP

Sodobni razvoj astrofizike vzpostavlja možnost opazovanja zgodovine iz globalne perspektive razvoja vesolja od Velikega poka do njegovih sodobnih nasprotij. S tem tudi zgodovina fizike postaja del fizike z raziskovalnem vakuma vred, čeprav se je Karl Marx svoj čas zavzemal za sedanjost kot zadnji zaključni del zgodovine. Seveda astrofizika ponuja predvsem pogled s ptičje perspektive; z njim ne moremo odtehtati prizadevanj posameznih vrst znanosti, ki se vsaka zase trudijo obvladovati svoje polje raziskav s posebnimi v stoletne tradicije vgrajenimi metodami. Astrofizikalni pogled na svet si, seveda, nikoli ne bo privoščil pogleda na posameznika ali na kakšen ožji problem razvoja vakuumskih tehnologij, temveč bo kvečemu lahko statistično opisal njegovo širše okolje. S tem bo dal nove robne pogoje posameznim zgodovinam in samim panogam raziskovanja, nikakor pa ne bo ukinil meje med njimi in jih združil v enotno znanost teorije celotnega globalnega atropocena kot nove dobe, v kateri človek (ne)odgovorno zaznavno vpliva na Zemljo.

Kaj takega bi bilo preprosto predrago, podobno kot se je raziskovanje genoma svoj čas moralo omejiti na nekaj tisoč vzorcev, vnaprej vedoč, da je to premalo za resen vpogled, a komajda dovolj za pogled na človeka z oddaljene ptičje perspektive. Seveda se podarjenemu konju ne gleda v zobe in raziskovalci genoma seveda niso zavrnili dobrih plač na rovaš nekih globokih dnov v smiselnost projekta.

Osnovni problem fizike in njene zgodovine pa ostaja metamorfoza, skozi katero gresta obe dan za dnem. Danes raziskujemo fiziko kot del eksaktnih znanosti, toda jutri bo naše današnje delo postalo del zgodovine fizike kot dela humanističnih ved, vsaj z ameriškega zornega kota delitve raziskovalnih disciplin. Afera profesorja fizike-matematike Alana Sokala (* 1955), ki se je veličastno ponorčeval iz filozofov znanosti,¹² kaže na nikdar premoščeni prepad med eksaktnimi znanostmi in humanistiko; zato si lahko mislimo, kako težko ali že kar shizofreno se mora počutiti fizik, razpet med včerajšnjim in jutrišnjim raziskovalnim delom, ko njegovi lastni dosežki sproti

pripadejo njegovemu zakletemu sovražniku. Konkurenca med eksaktnimi vedami in humanistiko je posledica sodobnega šolskega sistema, ki ima danes zvečine raje prve; jezuitski ali klasični kitajski šolski-izpitni sistem sta favorizirala humanistiko in nista dovoljevala tako hudih nasprotij med obema načinoma nabiranja znanja.

Sam se čutim tako zgodovinarja fizike, kot fizika – morda mi to daje možnost, da stopim na rep konfliktu dveh kultur Charlesa Percya barona Snowa of the City of Leicester (* 1905; † 1980) z bodočimi Sokali vred in izposlujem nekaj strpnosti med obema sprtima stranema, ki bi obema prineslo boljše financiranje? Oblastniki so spor med evropskimi eksaktnimi znanstveniki in humanisti namreč očitno izdelali po načelu *Divide et impera*: v resnici si obe sprte strani prizadevata k iskanju resnice, medtem ko bi bil resnicoljben politik poguba za svojo stranko v predvolilnem boju. Naravno je tako lahko le (tiho) zavezništvo med obema načinoma iskanja resnice proti polresnicam oblastnikov, ki odločajo o deležih raziskovalne pogače.

6 LITERATURA

6.1 Tiskani viri

- De Solla Price, D. J. 1980. Towards a comprehensive system of science indicators. *Sci. Yugoslav.* 6 (1/4): 45–65
 Engdahl, William F. 2014. *Vojne za Nafto*. Mengeš: Ciceron
 Feynman, Richard P. 2000. *The Pleasure of Finding Things Out*. London: Allen Lane
 Heisenberg, Werner. 1975. *Del in celota*. Ljubljana
 Heisenberg, Werner. 1998. Promjene u osnovama prirodne znanosti šest predavanja. *Slika svijeta savremene fizike*. Zagreb: Kruzak
 Južnič, Stanislav. 1979. Mati narava se pritožuje. *Tribuna. Študentski časopis*. 27. 3. 1979. Letnik 1978/79, volumen 28, številka 12, str. 10
 Kohler, Alfred. 2011. Humanizem v Srednji Evropi. *Tu felix Europa* (ur. Rajšper, Vincenc in drugi). Wien: Slovenski znanstveni inštitut/Ljubljana: ZRC SAZU
 Meadows, Donella H.; Meadows, Dennis, L.; Randers, Jorgen; Behrens III., William W. 1972. *The Limits to Growth*. New York: Universe Books
 Petković, Tomislav. 1998. Kvantna mehanika na Heisenbergovem tragu.
 Heisenberg, Werner. *Promjene u osnovama prirodne znanosti šest predavanja. Slika svijeta savremene fizike*. Zagreb: Kruzak
 Pipunov, V.N. 1982. *Istoria časov*. Moskva
 Raju, Chandra Kant. 2007. *Cultural Foundations of Mathematics: The Nature of Mathematical Proof and the Transmission of the Calculus from India to Europe in the 16th c. AD*. Delhi: Pearson Longman.
 Raju, Chandra Kant. 2009. *Is Science Western in Origin?* Penang, Malaysia: Multiversity and Citizen's International
 Ravnik, Matjaž. 1997. Topla greda: podnebne spremembe, ki jih povzroča človek. Ljubljana: Tangram
 Sokal, Alan. 1996. Transgressing the Boundaries: Towards a Transformative Hermeneutics of Quantum Gravity. *Social Text* spring/summer 1996 (Številka: Science Wars).
 Sokal, Alan. 1996. *Lingua Franca*, maj 1996

6.2 Spletni vir

<http://ckraju.net>, zadnjič dostopano 20. 10. 2015

¹² Sokal, 1996; Sokal, 1996

NASVETI

JEOLOVI APARATI ZA PRIPRAVO VZORCEV ZA POVRŠINSKE ANALIZE

Miro Pečar

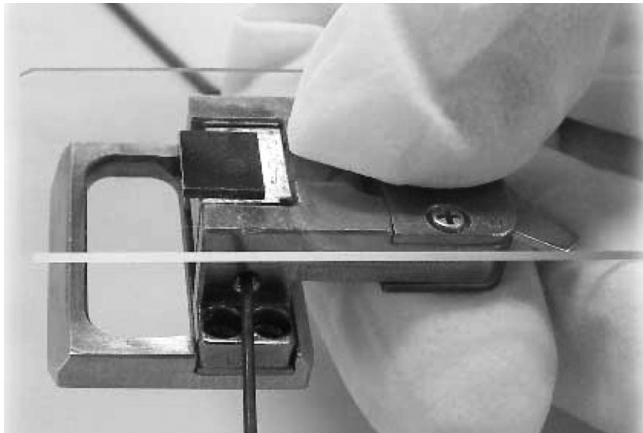
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, Ljubljana

1 UVOD

Na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije smo s presevnim elektronskim mikroskopom **JEM2100** kupili tudi aparate za pripravo vzorcev za površinske analize, in sicer **SM09010 Cross section polisher** (naprava za poliranje prereza specifičnih vzorcev) in **EM09100IS Ion slicer** (ionsko rezilo, tj. naprava za pripravo vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo). Obe napravi omogočata pripravo vzorcev brez njihove obsežne predhodne obdelave.

2 NAPRAVA ZA POLIRANJE PREREZA SPECIFIČNIH VZORCEV

Naprava za poliranje prereza specifičnih vzorcev je namenjena za enostavno pripravo vzorcev za uporabo pri SEM, AES, EPMA in SAM. Z minimalno poškodbo ali deformacijo ter brez umazane priprave lahko z njim pripravimo mehke, trde ali kompozitne vzorce in tiste, ki ne dovolijo uporabe tekočin (baker, aluminij, zlato, spajka, polimeri ter keramika in

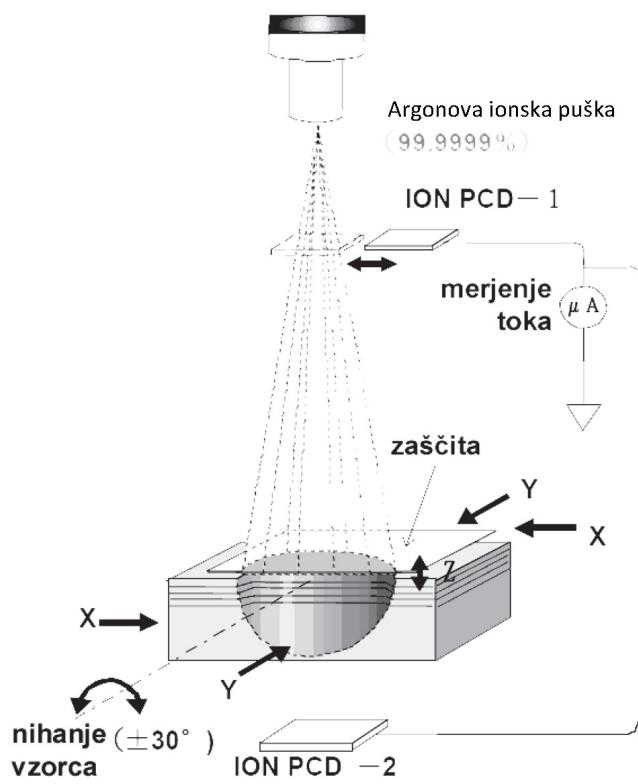


Slika 2: Vzorec, zaledjen na nosilcu, ki je pritrjen v držalu. Z objektnim steklom pritisnemo vzorec tako, da je zgornja površina vzorca poravnana z nosilcem.

steklo). Ionski curek polira prerezno površino vzorca katerega koli materiala in naredi čisto, polirano



Slika 1: JEOL SM09010 Cross section polisher (naprava za poliranje prereza specifičnih vzorcev, CP)



Slika 3: Princip poliranja vzorca z ionskim curkom

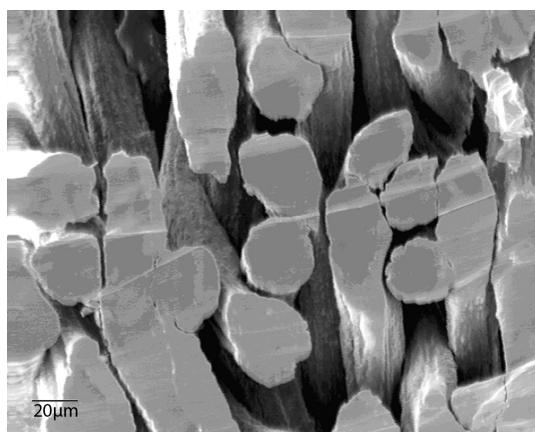
površino na dovolj velikem področju za analizo, in to v enem koraku (**slika 1**).

Maksimalna velikost vzorca je $(11 \times 10 \times 2)$ mm. Vzorec odrežemo s krožno žago (kovinske vzorce) ali z diamantnim nožem (steklo, keramika), ga z lepilom (angl. *mounting wax*) pri 80°C nalepimo na nosilec (**slika 2**) ter ga pritrdimo v držalu vzorca.

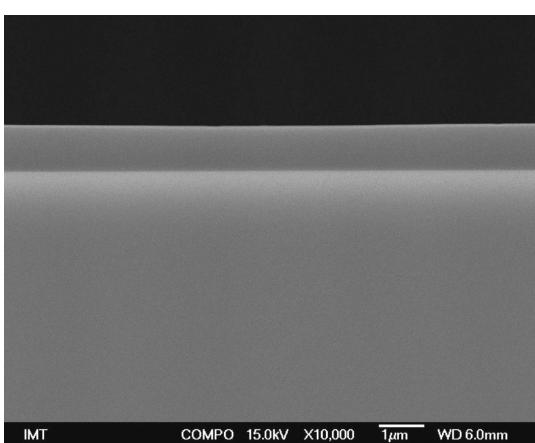
Držalo vstavimo v aparat, z justirnimi vijaki ga z vzorcem vred premaknemo v začetno lego in z lupo natančno pozicioniramo. Lupa ima okular s črtami, tako lahko točno določeno mesto na vzorcu pozicioniramo pod curek ionov argona.

Na vzorec spustimo še zaščito in jo ponovno z lupo pozicioniramo tako, da je približno $100\text{--}200\text{ }\mu\text{m}$ vzorca zunaj zaščite. Teh $100\text{--}200\text{ }\mu\text{m}$ vzorca ionski curk odreže. Princip rezanja/poliranja je prikazan na **sliki 3**.

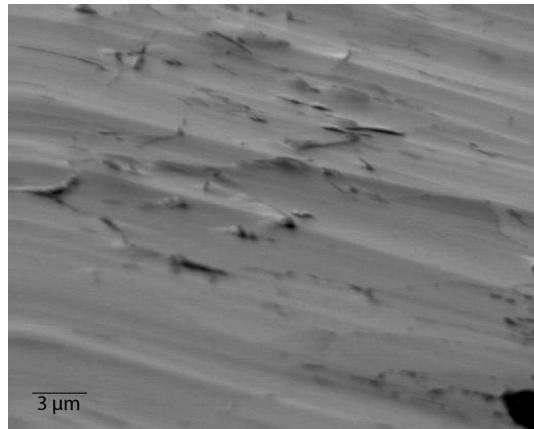
Ko je vzorec v redu pozicioniran, zapremo komoro in jo evakuiramo z rotacijsko in turbomolekularno črpalko do tlaka približno $2 \cdot 10^{-4}$ Pa (20 min). Takrat vklopimo ionsko puško, ki pri $5\text{ kV}/50\text{--}100\text{ }\mu\text{A}$ in tlaku $2 \cdot 10^{-3}$ Pa začne rezati vzorec. Hkrati vklopimo še nagibanje vzorca za $\pm 30^{\circ}$ glede na curek ionov argona, da je prerez čim bolj enakomeren in gladek.



Slika 4: Sintrana vlakna FeCrAl



Slika 5: 1 μm debela plast polimera na podlagi



Slika 6: Za zelo trdmi delci v mehkejšem materialu ostanejo »valovi«.

Rezanje traja 4–16 h, odvisno od debeline vzorca in trdote materiala.

Na **slikah 4–6** je nekaj primerov vzorcev, izdelanih s CP.

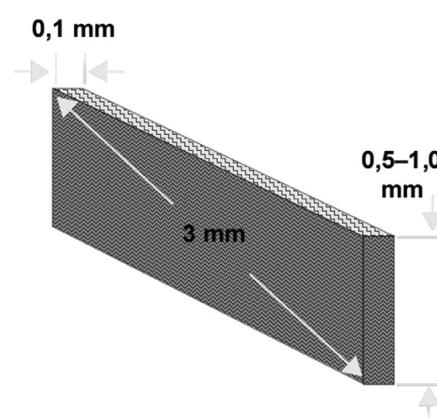
S CP lahko režemo tako trde kot mehke materiale, težava pa nastane, če imamo zelo trde delce v mehkejšem materialu in se trdi delci počasneje režejo. Takrat za trdimi delci ostanejo »valovi« neodrezane mehkejše kovine (**slika 6**).

3 NAPRAVA ZA PRIPRAVO VZORCEV ZA PRESEVNO ELEKTRONSKO MIKROSKOPIJO

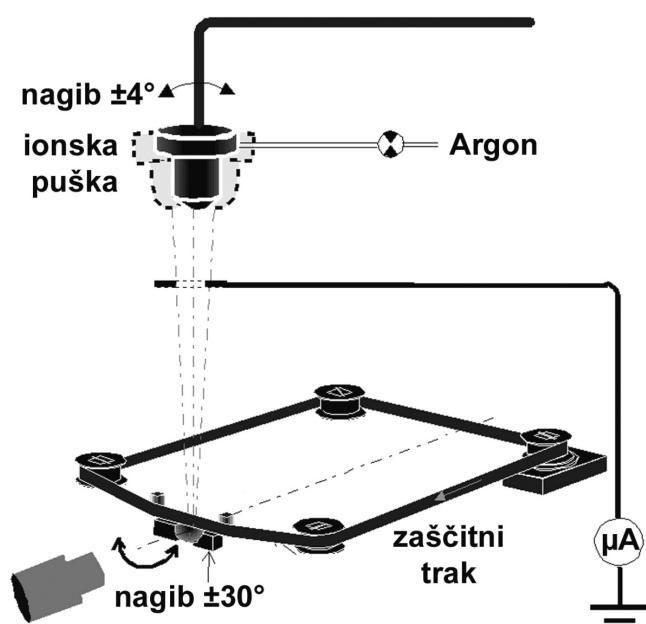
Z napravo za pripravo vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo lahko izdelamo vzorec s tankostenskimi področji brez uporabe topil ali tekočin, kar ne zahteva obsežne predpriprave vzorca. Pri izdelavi se vzorec mehansko ne poškoduje in tanke plasti se ne lupijo.

Vzorec s krožno žago odrežemo na dimenziije $2,5\text{ mm} \times 0,7\text{ mm} \times 0,1\text{ mm}$ (**slika 7**). Ostre robove vzorca lahko tudi rahlo spoliramo, nato vzorec zalepimo na nosilec.

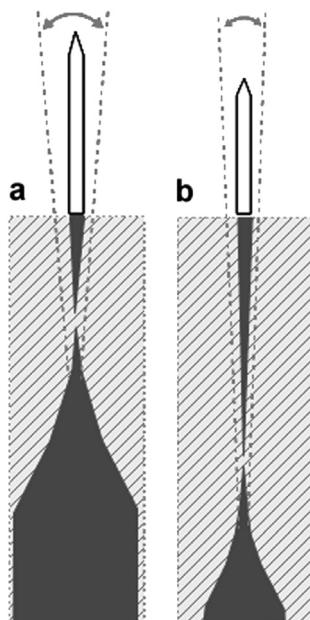
Nosilec vstavimo v aparat, vzorec z lupo centriramo v center ionskega curka, pritrdimo nosilec zaščit-



Slika 7: Dimenziije vzorca



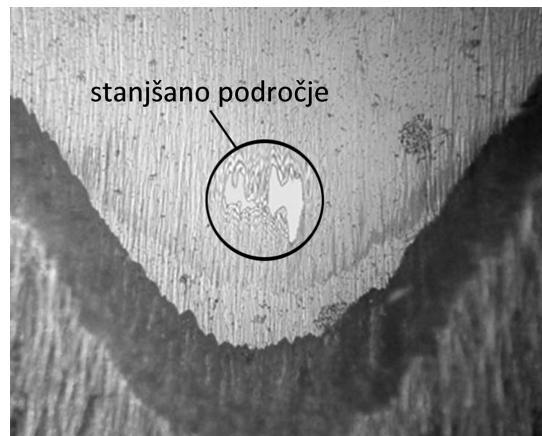
Slika 8: Princip rezanja/poliranja vzorca



Slika 9: Stanjšanje vzorca pri večjem kotu (a) je višje kakor pri manjšem kotu (b)

nega traku (slika 8) in zapremo komoro naprave. Zaščitni trak iz nerjavnega jekla je debel $10 \mu\text{m}$, postavimo pa ga vzporedno z vzorcem na sredino debeline vzorca.

Komora enako kot CP evakuiramo z rotacijsko in turbomolekularno črpalko do tlaka približno $2 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$



Slika 10: Vzorec, izdelan z ionskim rezalom (ion slicer)

(pribl. 20 min). Takrat vklopimo ionsko puško, ki pri $5 \text{ kV}/50-100 \mu\text{A}$ in tlaku $2 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}$ začne rezati vzorec. Ionska puška ima mehanizem, ki jo nagiba za do $\pm 4^\circ$ in reže vzorec nekaj časa s prednje strani, nato z zadnje strani. Časovni interval lahko nastavljamo, navadno je 30 s (slika 8).

S spremenjanjem kota ionske puške spremenimo tudi stanjšanje na vzorcu. Pri večjem kotu nastane stanjšanje na vzorcu višje (slika 9a) kakor pri manjšem kotu (slika 9b). Zaradi zaščitnega traku se vzorec najbolj reže na sredini vzorca oz. lahko center rezanja določimo tako, da je stanjšano mesto na točno določenem delu vzorca.

Rezanje traja 2–6 h, odvisno od trdote materiala. V komori sta dve luči: ena osvetjuje vzorec s prednje strani, kar lahko ves čas rezanja spremo na zaslonu in s tem kontroliramo potek rezanja, druga luč osvetluje vzorec z zadnje strani, njeno svetlobo pa zagledamo šele, ko vzorec postane prosojen oziroma nastane luknja v vzorcu. Takrat rezanje ustavimo, nastavimo parametre za poliranje vzorca (2 kV) in ga še 10 min poliramo (slika 10).

Ko je obdelava vzorca končana, vzamemo nosilec z vzorcem iz naprave in nanj z drugim lepilom nalepimo bakreni obroček, s katerim vzorec vstavimo v presevni elektronski mikroskop.

Za analizo tankih plasti na podlagi lahko dva vzorca s tankimi plastmi zlepimo skupaj in mehansko izrežemo vzorec tako, da so tanke plasti približno na sredini vzorca. Seveda pa je pri takih vzorcih potrebno precej izkušenj oz. ponavljanj rezanja, da dobimo stanjšano mesto ravno na tankih plasteh.

DRUŠTVENE NOVICE

SPOROČILO ZA JAVNOST

Oprema podjetja Pfeiffer Vacuum za merjenje totalnega tlaka se širi z novim izdelkom

- Od ultravisočega vakuma do nadtlaka
- Popoln analogni in digitalni obseg
- Razširitev s serijo CenterLine

Asslar, Nemčija, 15. oktober 2015. Mnogo vakuumskih aplikacij deluje le v določenem območju tlaka. Da bi lahko vakuumski sistemi delovali z visoko natančnostjo, je treba zanesljivo izmeriti totalni tlak. V ta namen Pfeiffer Vacuum ponuja vrsto različnih serij merilne opreme z digitalnim ali analognim izhodom, ki ga odslej razširja z vpeljavo serije CenterLine.

DigiLine, ActiveLine in ModulLine

Pri seriji DigiLine lahko zaradi modularne oblike izhoda signala uporabnik izbere digitalne vmesnike, tako da ustrezajo posameznim zahtevam. Vsi merilniki imajo vmesnik RS-485, opcionalno pa sta na voljo tudi vmesnika Profibus DP in DeviceNet. To omogoča

uporabnikom, da merilnike DigiLine uporabljajo v velikih sistemih v okviru komunikacijskega omrežja.

Dodatne možnosti ponuja vmesnik, poznan pod imenom AR interface (analogni izhod z relejem). Razred zaščite IP54 in konektorji M12 dovoljujejo uporabo teh merilnikov v aplikacijah, ki potekajo v težkih razmerah. Poleg tega lahko te merilnike uporabljamo s priključki iz serije turbočrpalk HiPace v komunikacijskem omrežju.

ActiveLine ima le en analogni izhod. Ta kompaktna serija omogoča največjo izbiro principov merjenja v obsegu Pfeiffer Vacuum. Tako omogoča merjenje totalnega tlaka od območja ultravisočega vakuma do nadtlaka. Uporabnik lahko kombinira merilnike z eno-, dvo- in šestkanalnimi kontrolerji.

Vakuumski merilniki serije ModulLine nimajo nobene elektronike. Primerni so za delo v okoljih, ki



Slika 1: Pfeiffer Vacuumova analogna oprema za merjenje totalnega tlaka CenterLine

so močno izpostavljena sevanju, kot sta medicinska tehnologija in pospeševalniki delcev.

Nova analogna merilna oprema v seriji CenterLine

Tako kot v seriji ActiveLine ima tudi serija CenterLine analogni izhod. S kompaktno konstrukcijo omogoča minimalno porabo prostora pri instalaciji v vakuumski procesne sisteme, analitične instrumente, detektorje netesnosti in številne druge aplikacije. V nasprotju s serijo ActiveLine, ki uporablja Hirschmannov konektor, so merilniki serije CenterLine opremljeni bodisi z 8-pinskim konektorjem FCC ali pa 15-pinskim konektorjem D-sub. Ta dva tipa konektorjev se široko uporablja v industriji, kar kupcu olajša njihovo integracijo v obstoječe sisteme. Kupec lahko izbira med različnimi principi merjenja od ultravisokega vakuma do atmosferskega tlaka.

CenterLine uporablja sodobne kontrolerje, ki omogočajo komunikacijo preko vmesnikov USB in Ethernet, ter svetli LCD-zaslon za olajšano branje izmerjene vrednosti. Kontroler samodejno zazna posamezne merilnike, kar omogoča varno in enostavno instalacijo. Poleg analognega izhoda pa imajo nekateri merilniki tudi nastavitevne točke za boljšo kontrolo procesa.

CenterLine je sestavljena iz:

CenterOne, CenterTwo, CenterThree	Kontrolerji z 1 do 3 merilnimi kanali
TTR 91/96	Piranijevi merilniki
TTR 101	Pirani/kapacitivni merilniki
ITR 90	Pirani/Bayard-Alpertov merilnik z vročo katodo
PTR 91	Merilnik Pirani/hladna katoda
PTR 225 in PTR 237	Penningovi merilniki
CCR 36x in CCR 37x	Kapacitivni merilniki
PS 113 A in PS 115	Preklopi tlaka

Posebej je treba omeniti merilnik FullRange® PTR 91. Ta merilnik zmanjša na minimum magnetno polje v hladni katodi, ki je tam že zaradi samega principa delovanja. Ta inovativna oblika merilne celice znatno poveča njeno trajnostno dobo. Izmenljiva dvojna celica zagotavlja enostavno in cenovno ugodno vzdrževanje, ki ga lahko enostavno opravlja že uporabnik.

Več informacij na: www.pfeiffer-vacuum.com.

JVC16 - 16th Joint Vacuum Conference

EVC14 - 14th European Vacuum Conference

SloCroVM-23

Portorož, Slovenia, June 6-10. 2016



CONFERENCE VENUE

Conference will take place at the Bernardin Congress Centre which is located at a tourist resort on the Adriatic coast walking distance from the medieval towns of Piran and the modern seaside resort of Portorož in Slovenia.

CONFERENCE TOPICS

- Applied surface science
- Surface science
- Vacuum science and technology
- Thin films and coatings
- Nanotechnology
- Plasma science and technology
- Electronic materials
- Surface engineering
- Biointerfaces

Selected papers will be published as a special issue of the *Vacuum* journal.



IMPORTANT DATES

- Registration: 1st January 2016
- Abstract deadline: 29th February 2016
- Early registration: 30th April 2016
- Preliminary program: 1st May 2016



ORGANIZER

Slovenian Society for Vacuum Technique

Contact person

Janez Kovač, Chair of JVC-16/EVC-14
Jozef Stefan Institute, Jamova 39,
SI-1000 Ljubljana, Slovenia
janez.kovac@ijs.si

www.jvc-evc-2016.org

NAVODILA AVTORJEM PRI PRIPRAVI PRISPEVKOV

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

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

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

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

VSEBINA ROKOPISA

Rokopis naj bo sestavljen iz naslednjih delov:

1. naslov članka (v slovenskem in angleškem jeziku)
2. podatki o avtorjih (ime in priimek, institucija, naslov institucije)
3. povzetek (v slovenskem in angleškem jeziku, 100–200 besed)
4. ključne besede (v slovenskem in angleškem jeziku, 3–6 besed)
5. besedilo članka v skladu s shemo IMRAD (uvod, eksperimentalne metode, rezultati in diskusija, sklepi)
6. seznam literature
7. morebitne tabele z nadnapiši
8. podnapisi k slikam
9. slike (risbe, fotografije), ki naj bodo priložene posebej

Praktični nasveti in kratke novice so brez povzetka, ključnih besed in literature, vsebinska zasnova besedila pa ni strogo določena.

TEHNIČNE ZAHTEVE ZA ROKOPIS

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

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

UREDNIŠTVO

Rokopise pošljite na naslov miha.cekada@ijs.si. Kontaktne podatki uredništva so:
doc. dr. Miha Čekada
glavni in odgovorni urednik Vakuumista
Institut »Jožef Stefan«
Jamova 39
1000 Ljubljana
e-pošta: miha.cekada@ijs.si
tel.: (01) 477 38 29
faks: (01) 251 93 85



ASM 340

Best in class leak detector, using helium and hydrogen

- Unique capability to detect leaks starting at 100 hPa
- Fastest time to test in its class
- Low maintenance due to rugged design
- User friendly and customizable interface



Everything about
leak detection

leak-detection.pfeiffer-vacuum.com



Are you looking for a perfect vacuum solution? Please contact us:

SCAN d.o.o. Preddvor · T +386 4 2750200 · F +386 4 2750240 · info@scan.si

Pfeiffer Vacuum Austria GmbH · T +43 1 8941704 · F +43 1 8941707 · office@pfeiffer-vacuum.at
www.pfeiffer-vacuum.com