

# VAKUUMIST

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

LJUBLJANA, MAREC 95

LETNIK 15, ŠT. 1, 1995



Fotona<sup>•</sup>

## VSEBINA

- Raziskave s sinhrotronskim sevanjem (M. Pleško)

---

- Osnove termovizije (N. Tršan)

---

- Ogrevanje vzorcev v nizekotlačni vodikovi plazmi (M. Mozetič, M. Drobnič, A. Zalar, B. Praček)

---

- Nizekotlačna argonska plazma v napravi za ionsko prekrivanje (B. Peršak, A. Cvelbar, B. Navinšek)

---

- Zgodovina vakuumske tehnike na Slovenskem - Šantlova vakuumska črpalka (S. Južnič)

---

- NASVETI

---

- OBVESTILA

---

Slika na naslovni strani prikazuje **termovizijsko kamero** PTC-10, vrhunski izdelek podjetja **Fotona** na področju infrardeče tehnike. Nekatere ključne komponente naprave, kot npr. miniaturna katodna cev in Joule-Thompsonov hladilnik, so prav tako rezultat domačega znanja (Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Ljubljana, in Cryoref, d.o.o. iz Škofje Loke).

### Obvestilo

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1995.

Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 1000,00 tolarjev.

### SPONZORJI VAKUUMISTA:

- Ministrstvo za znanost in tehnologijo Slovenije
- Ministrstvo za šolstvo in šport Slovenije
- balzers Balzers Hochvakuum Ges. M.b.H., Dunaj

- VAKUUMIST
- Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije
- Glavni in odgovorni urednik: Peter Panjan
- Uredniški odbor: mag. Andrej Demšar, dr. Jože Gasperič (urednik za področje vakuumske tehnike in sistemov), dr. Bojan Jenko, dr. Monika Jenko (urednica za področje vakuumske metalurgije), dr. Alojzij Križman, dr. Ingrid Milošev, mag. Miran Mozetič, mag. Vinko Nemanič, Marjan Olenik, dr. Boris Orel, mag. Andrej Pregelj, dr. Vasilij Prešern in dr. Anton Zalar
- Lektor: dr. Jože Gasperič
- Korektor: Tomo Bogataj
- Naslov: Uredništvo Vakuumista, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61000 Ljubljana, tel. (061)123-13-41
- Številka žiro računa: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije. 50101-678-52240
- Grafična obdelava teksta: Jana Strušnik
- Tisk: Biro M, Žibertova 1, Ljubljana
- Naklada 400 izvodov

## RAZISKAVE S SINHROTRONSKIM SEVANJEM

Mark Pleško, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

### Research with Synchrotron Radiation

#### Abstract

The main experimental methods for which synchrotron radiation is being used are presented: X-ray absorption spectroscopy, X-ray fluorescence, electron spectroscopy and wide- and small-angle X-ray scattering. Then a multipurpose beamline is described, which is planned to be installed at the synchrotron radiation source ELETTRA at Basovizza, Italy. The beamline provides photon energies in the X-ray region between 2 and 12 keV (from 0,1 to 0,62 nm wavelengths) and covers all mentioned experimental methods.

#### Povzetek

V članku predstavim poglavitne eksperimentalne metode, za katere se uporablja sinhrotronska svetloba: rentgenska absorpcijska spektroskopija, rentgenska fluorescenca, spektroskopija elektronov ter široko- in malokotno sipanje rentgenskih žarkov. Nato opišem večnamensko žarkovno linijo, ki jo nameravamo postaviti ob sinhrotronskem izviru ELETTRA pri Bazovici. Linija deluje v rentgenskem območju sevanja, z energijami fotonov od 2 do 12 keV (0,1 do 0,62 nm valovne dolžine) in pokriva vse omenjene eksperimentalne metode.

#### 1 Uvod

Sinhrotronsko sevanje je elektromagnetno valovanje, ki nastane pri kroženju elektronov, ki se gibljejo z relativističnimi hitrostmi. Oznaka sinhrotronsko sevanje je zgodovinskega izvora, ker so sevanje krožečih elektronov prvič opazili na elektronskem sinhrotronu. Dandanes se kot izvir sinhrotronskega sevanja uporabljajo praktično izključno shranjevalni obroči elektronov in pozitronov. Težji delci v obstoječih pospeševalnikih sevajo le zanemarljiv del.

Na svetu je trenutno okoli 30 delujočih izvirov sinhrotronskega sevanja, še okoli 60 pa je načrtovanih. Izmed njih velja izpostaviti tržaški shranjevalni obroč, imenovan ELETTRA /1/, ki je najmočnejši in najboljši izvir ultravijolične in mehke rentgenske svetlobe na svetu. Za razliko od pospeševalnikov v CERN-u (Ženeva) in v drugih centrih za fiziko osnovnih delcev, pa tržaški pospeševalnik ni namenjen za eksperimente z elektroni. Zato je tudi mnogo manjši - premer je zgolj 80 m. Izključni namen ELETTRA je uporaba ultravijolične in rentgenske svetlobe za raziskovanje strukture snovi in njenih elektronskih lastnosti. Večji shranjevalni obroč stoji v Grenoblu (ESRF - European Synchrotron Radiation Facility) /2/, ki ima podobne kvalitete kot tržaški, toda v področju trdih rentgenskih žarkov.

Sinhrotronsko svetlobo vodimo po tako imenovani žarkovni liniji do eksperimentalne postaje, kjer poteka eksperiment. Žarkovna linija je sistem vakuumskih cevi z zrcali, kristali in zaslonkami, s katerimi zberemo žarke iz sinhrotrona, jih vodimo do približno trideset metrov oddaljene eksperimentalne postaje in jih tam fokusiramo v manj kot milimeter veliko točko /3/. Na enem sinhrotronu je nameščenih tudi do 30 žarkovnih linij z ustreznimi eksperimentalnimi postajami.

Sinhrotronsko sevanje je postalo rutinsko orodje za raziskave v zgodnjih osemdesetih letih. Uporaba tehnik, ki izkoriščajo sinhrotronsko sevanje, je od tedaj precej napredovala. Dandanes njegove edinstvene lastnosti rabijo za poskuse v mnogih naravoslovnih in tehničnih

vedah, kot so: kemija, veda o materialih, fizika, geologija, biologija, biokemija, farmacija, ekologija, medicina in druge /3/. Obstoječim raziskovalnim metodam je sinhrotronsko sevanje odprlo dodatne možnosti, pojavile pa so se povsem nove tehnike.

Izkušnje obstoječih sinhrotronskih centrov, kot sta angleški SRS v Daresburyju in ameriški NSLS v Brookhavnu, kažejo, da industrija zelo pogosto izkorišča sinhrotronsko sevanje, ker nudi izpopolnjene analitične zmogljivosti in druge storitve, ki niso na enakem nivoju, ali celo neizvedljive v domačem industrijskem laboratoriju. Tako je na primer industrija zgradila kar 25 odstotkov žarkovnih linij pri NSLS, na katerih dela okoli 400 zaposlenih iz preko 70 podjetij /7/. Pregled industrijskih aplikacij na sinhrotronu v Daresburyju /8/ kaže, da 47% dejavnosti sloni na merilni tehniki EXAFS in SEXAFS /9/. Sledijo jima praškovna difrakcija (15%) in difrakcija na nekristalnih strukturah (19%).

### 2 Poglavitne eksperimentalne metode

Poglavitne eksperimentalne metode lahko združimo v štiri skupine: absorpcijska, fluorescenčna in fotoelektronska spektroskopija ter sipanje rentgenskih žarkov /3-6,9/. S sipanjem rentgenskih žarkov je mogoče določati strukturo snovi in površin. Absorpcijska spektroskopija omogoča selektivni študij lokalne okolice posameznih elementov v snovi in njihove kemijske vezave. Fluorescenčna spektroskopija omogoča merjenje zelo majhnih koncentracij elementov v snovi, npr. v bioloških vzorcih ali pri meritvah onesnaženja okolja. Fotoelektronska spektroskopija daje informacije o elektronski zgradbi materialov in predvsem njihovih površin.

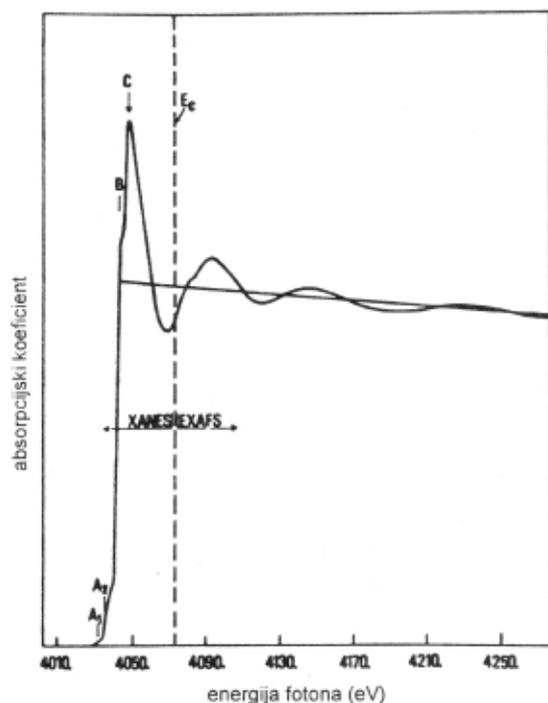
#### 2.1 Rentgenska absorpcijska spektroskopija

Rentgenska absorpcijska spektroskopija (XAS - X-ray Absorption Spectroscopy) je najbolj primerna metoda za določanje najbližje okolice specifičnih atomov. Rentgenski absorpcijski spekter je zaradi lažje interpretacije razdeljen v tri območja (slika 1):

- pred robom in na njem
- struktura v bližini roba (XANES - X-ray Absorption Near Edge Structure)
- podaljšana fina struktura (EXAFS - Extended X-ray Absorption Fine Structure).

Izbitje elektrona iz notranjih lupin v kontinuum je lahko povezano s prehodi iz notranjih lupin v zunanja vezana stanja, kar povzroči resonančne vrhove v absorpcijskemu spektru še pred absorpcijskim robom. Njihov položaj in intenziteta sta odvisna od elektronske strukture in lokalne simetrije absorbirajočega atoma, saj so dovoljeni le prehodi, ki zadoščajo izbirnemu pravilu  $\Delta l = \pm 1$ . Hkrati je kemični premik absorpcijskega roba odvisen od povprečnega naboja absorbirajočega atoma in tako posreduje informacijo o njegovem oksidacijskem stanju.

Spektralne karakteristike absorpcijskega spektra preko roba v XANES in EXAFS delu so posledica lokalnega uklona izbitega elektrona. Osnovna razlika med proce-



Slika 1. Absorpcijski spekter kalcijevega aspartata v okolici kalcijevega absorpcijskega roba. Označeno je območje XANES in EXAFS, razvidne pa so tudi strukture (A1, A2 in B) tik pred robom (C).

si, ki vodijo v XANES in EXAFS je, da prvi vsebujejo večkratno sipanje fotoelektrona v skupku atomov, ki so v najbližji okolici absorbirajočega atoma, medtem ko drugi ponavadi tega nimajo. Zato je težko interpretirati XANES spekter, ki tako rabi zgolj kot empiričen - čeprav zelo občutljiv - "prstni odtis" neposredne okolice. Ponavadi primerjamo izmerjene spektre z znanimi, standardnimi.

Podaljšana fina struktura v absorpcijskih spektrih je bila odkrita v tridesetih letih /10/. Modeli, ki jo pojasnjujejo, so napredovali od preprostega približka ravnega vala z enkratnim sipanjem /11/ do modela z vsemi sferičnimi valovi, ki upošteva tudi večkratno sipanje /12/. Numerične analize meritev potekajo v impulznem prostoru  $k$  in vsebujejo simulacijo profilov EXAFS in prilagajanje strukturnih in drugih parametrov, tako da se dobi optimalno ujemanje med teoretičnimi in izmerjenimi krivuljami /9/.

Strukturni parametri, ki jih dobimo iz analize EXAFS spektra, so razdalja do najbližje in včasih še naslednje lupine sosednjih atomov (do kakih 0.3 - 0.5 nm), koordinacijsko število atoma ter Debye-Wallerjev faktor. S pazljivim prilagajanjem modela na izmerjene podatke dobimo tudi vrstno število  $Z$  sosednjih atomov.

Preprosta zveza med EXAFS spektrom in lokalno atomsko okolico, ki so jo prvič omenili v /13/, je zelo pomembna. Pri rentgenski difrakciji dobimo informacijo hkrati od velikega števila atomov v opazovanem sistemu in zato je ta metoda popolnoma nelokalna. V nasprotju EXAFS ni omejen na sisteme z redom dolgega dosega. Metoda EXAFS je zatorej edinstvena za preučevanje kemijske strukture amorfnih trdnih snovi, tekočin, raztopin in pli-

nov. Dodatna moč metode EXAFS je, da se meri absorpcijo na robu danega kemijskega elementa in da se tako določi koordinacijo znanega atoma.

Občutljivost metode za elemente v nizkih koncentracijah se bistveno poveča, če namesto absorpcije merimo sekundarne fluorescenčne fotone /14/, kjer je bistveno manj ozadja. Izkupiček fluorescenčnih fotonov je namreč še vedno sorazmeren z absorpcijo. Tako nam uspe določiti kemijsko okolico posameznih nečistoč v vzorcu /15/. Isto metodo lahko uporabimo pri karakterizaciji debelih vzorcev, kjer je intenziteta prepuščene rentgenske svetlobe prenizka, da bi omogočila natančno meritev absorpcijskega koeficienta.

SEXAFS (Surface EXAFS) se imenuje verzija metode EXAFS, ki je občutljiva na površine, in torej meri absorpcijo s katerokoli detekcijsko metodo, ki je občutljiva samo za atome na površini. Ena izmed možnosti je meritev izkupička sekundarnih elektronov. Z izbiro energijskega intervala elektronskega detektorja lahko v principu dobimo informacije o posameznih atomskih plasteh tik pod površino. Občutljivost za posamezne kemijske elemente povečamo, če izberemo energijo karakterističnih Augerjevih elektronov, ki nastanejo pri zapolnitvi notranje vrzeli /16/.

Metoda, ki sicer sodi bolj k difrakciji, a je omenjena tu, ker je po uporabi tesno povezana SEXAFS, je metoda stoječih valov. Rentgenski stoječi valovi (XSW - X-ray Standing Waves) nastanejo vzporedno s površino idealnega kristala, kadar interferirata vpadno in odbito valovanje. Odbojna krivulja je širša pri pravokotnem vpadu primarnega žarka. Zato pride tedaj do stoječega valovanja tudi pri manj idealnih kristalih. V takih razmerah je metoda XSW uporabna na širši paleti materialov /17/.

Kadar spreminjamo energijo v območju Braggovega odboja, se položaj stoječega vala nad površino kristala premika. To je ekvivalentno vrtenju kristala pri meritvi kristalove odbojne krivulje. Ko je vozle stoječega vala na mestu adsorbiranih atomov, je signal od njihovih Augerjevih elektronov ali od fluorescence najmanjši. Hrbet valovanja na mestu adsorbiranih atomov pa povzroči maksimalen signal. Tako določimo razdaljo med adsorbirano plastjo in površino kristala na nekaj tisočink nm natančno, celo pri zelo nizkih koncentracijah adsorbantov. Če izmerimo XSW na dveh ali več kristalnih ravninah, dobimo natančen položaj adsorbiranih atomov glede na atoma podlage s preprosto triangulacijo.

Stoječi valovi nastanejo pri pravokotnem vpadu na ravnino z nizkimi Millerjevimi indeksi, če je energija fotonov nekje med 2 in 6 keV. Eksperimenti so relativno preprosti, saj je treba zgolj zvezno spreminjati energijo vpadnih fotonov, tako kot pri meritvi EXAFS. Edini pogoj je, da je energijska ločljivost monokromatorja okoli 5000. Metodi SEXAFS in XSW potrebujeta enako žarkovno linijo in enako eksperimentalno komoro. Zato je logično, da jih uporabljamo skupaj, ko določamo geometrijo adsorpcije na površini.

## 2.2 Rentgenska fluorescenca

Rentgenska fluorescenca (XRF - X-Ray Fluorescence) je zelo primerna metoda za zaznavanje elementov v zelo nizkih koncentracijah, ker ima vsak kemični element drugo karakteristično energijo fluorescenčnega

fotona. Različne eksperimentalne in numerične metode so prirejene za določanje glavnih, nižjih in slednih elementov iz fluorescenčnega spektra z uporabo standardnih vzorcev ali na osnovi fundamentalne analize /18/.

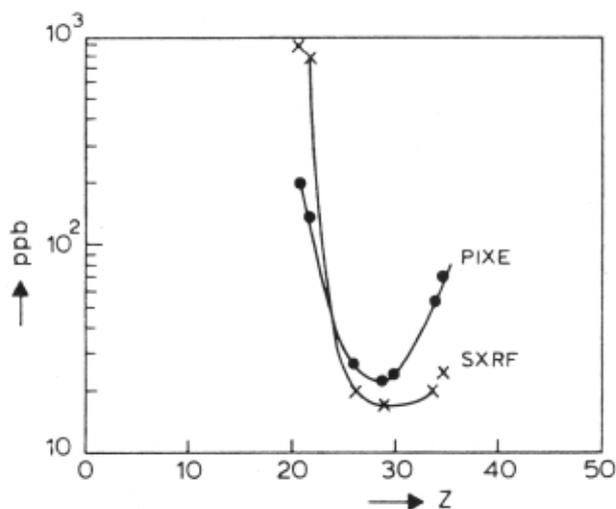
Poleg visokega toka vpadnih rentgenskih fotonov sta naslednji karakteristiki sinhrotronske svetlobe še posebej pomembni za znižanje najnižje meje zaznavnosti pri XRF analizi slednih elementov:

- Zvezno nastavljanje energije vzbujevalnih fotonov omogoča, da dobimo največjo občutljivost na celotnem območju elementov, s tem da postavimo energijo vzbujanja ravno nad vezavno energijo elektronov v dani elektronski lupini iskanega elementa.
- Linearna polarizacija sinhrotronskega žarka omogoča izredno znižanje ozadja, še posebej kadar detektiramo fluorescenčne rentgenske žarke pod kotom  $90^\circ$  glede na vpadno sevanje, kajti v tej smeri ni Comptonovega sipanja.

V primerjavi z ionskim obstreljevanjem, kot npr. PIXE, so sevalne poškodbe na vzorcu bistveno manjše. To je pomembna prednost predvsem za biološke vzorce. Poleg tega lahko izvajamo meritve XRF v zraku ali v zaščitni atmosferi namesto v vakuumu, ki ga potrebujemo za ione.

Ker je gostota toka zelo velika, lahko uporabimo valovno disperzivni detektor z večjo ločljivostjo in zatoj z boljšim razmerjem signal/šum namesto bolj običajnega polprevodniškega energijsko disperzivnega detektorja. Najnižja meja zaznavnosti je odvisna v splošnem od elementa in od matrike. Najnižje meje, ki jih najdemo v literaturi, so od nekaj ppb /19/ do nekaj deset ppb /20/ (slika 2).

Kadar je kot vpadnega fotona manjši od kritičnega, pride do totalnega odboja. Vdorna globina je zelo majhna, zato je občutljivost za elemente na površini zelo dobra. Sipalno ozadje je reducirano praktično v celoti. Metoda XRF s totalnim odbojem se uspešno uporablja s konvencionalnimi rentgenskimi elektronkami /21/, na sinhrotronih pa njene moči še niso izkoristili v polni meri.

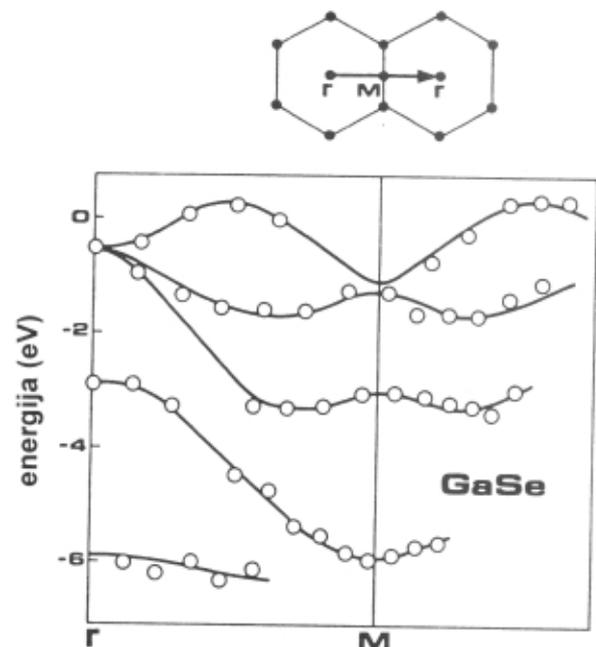


Slika 2. Primerjava med občutljivostjo na koncentracije kot funkcijo atomskega vrstnega števila metod PIXE in sinhrotronsko XRF

### 2.3 Spektroskopija elektronov

Fotoemisija elektronov je posledica kvantne narave elektromagnetnega valovanja. Kadar je energija vzbujajočega sevanja nekje med 5 in 150 eV (valovna dolžina med 10 in 200 nm), govorimo o ultravijolični fotoelektronski spektroskopiji (UPS - Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy). Kratico XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) - rentgenska fotoelektronska spektroskopija) uporabljamo za večje energije (150 do 3000 eV) oziroma krajše valovne dolžine (0.5 do 10 nm). Razlikovanje med UPS in XPS izhaja iz zgodovine izvirov (za UPS so uporabljali helijeve žarnice, za XPS pa rentgenske elektronke) in je pri sinhrotronskem sevanju, ki obsega celoten spekter, bolj stvar osebnega okusa.

Ponavadi se pojem UPS nanaša na raziskave šibko vezanih valenčnih stanj v trdni snovi. Tedaj namreč uporabimo fotone dolgih valovnih dolžin, tako da imajo fotoelektroni čim manjšo energijo, ker s tem dosežemo najboljšo energijsko ločljivost. Spektri, ki jih dobimo z UPS, ko integriramo po vseh smereh fotoelektronov, so kar sorazmerni produktu gostot zasedenih začetnih in nezasedenih končnih elektronskih stanj /22/. Tako z UPS "otipamo" elektronska stanja v okolici Fermijeve energije. Če merimo hkrati energijsko in kotno porazdelitev fotoelektronov, lahko določimo disperzijske relacije  $E(\mathbf{k})$  v celi Brillouinovi coni dvodimenzionalnega kristala /23/ (slika 3).



Slika 3. Rezultat meritve disperzijske relacije za GaSe. Diagram prikazuje odvisnost energije  $E$  od paralelnega valovnega števila elektronov  $k$ . Zgornji del slike prikazuje strukturo Brillouinove cone in smer izmerjenega vektorja  $k$ .

Elektrone iz notranjih atomskih lupin, ki so močnejše vezani, izbijemo s fotoni višjih energij. Tedaj ponavadi govorimo o XPS. Na vezavno energijo elektrona iz notranje lupine vpliva elektronski oblak iz valenčnih orbital, ki je odvisen od kemijske vezave atoma. Spremembo vezavne energije, ki je reda nekaj eV, imenujemo zato kemični premik. Meritve kemičnega premika za razlikovanje kemijske okolice elementa je vpeljal K.

Siegbahn /24/ pod imenom ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) in je danes rutinsko orodje. Z visoko ločljivimi detektorji lahko ločimo celo kemične premike atomov na površini od tistih v notranjosti /25/.

Kadar imamo trdne vzorce, uporabljamo fotoemisijo predvsem za raziskave površin. Fotoelektroni morajo namreč zapustiti snov, ne da bi se prej neelastično sipali. Ker so nabiti, je njihova povprečna prosta pot zelo majhna. V območju kinetičnih energij od 10 eV do 1 keV je povprečna prosta pot med 0.5 in 2 nm in je precej neodvisna od materiala. Ta razdalja ustreza eni do desetim atomskim ravninam. Če je površina vzorca le malenkostno oksidirana, merimo fotoelektrone oksida in ne osnovnega elementa. Zato se je spektroskopija fotoelektronov razvila relativno pozno, saj ne moremo dobiti pametnih rezultatov brez ultravisokega vakuumu.

V glavnem študiramo fotoemisijo s fotoni energije do 1.5 keV, saj z njimi pridemo že do dovolj globoko vezanih elektronov v notranjih lupinah. Vendar so višje energije zanimive za nekaj posebnih področij, kot so:

- debele plasti, še posebej zakopani vmesniki (buried interfaces), kjer velika debelina plasti prepreči nizko-energijskim elektronom pot do površine
- test modela trenutnega prehoda s primerjavo razmerja med glavnim in satelitskimi vrhovi v spektru fotoelektronov pri nizki in visoki energiji vpadnih fotonov, česar do sedaj ni še nihče naredil.

V atomski fiziki so zanimivi fotoelektronski spektri za meritve koreliranih procesov in večielektronskih ekscitacij. Vzorci so v tem primeru v plinastem stanju. Značilni tlaki so od  $10^{-2}$  do  $10^{-6}$  mbar, zato je treba paziti, da ne onesnažimo vakuumu shranjevalnega obroča in elektronskega detektorja. Zato uporabljamo diferencialno črpanje, elemente z visoko vakuumsko impedanco in plinske curke. Značilna področja raziskav obsegajo:

- spektroskopijo resonanc v bližini praga za dvojno ionizacijo /26/
- fotoelektronsko in Augerjevo spektroskopijo satelitskih in hipersatelitskih črt /27/
- določanje fluorescenčnega izkupička /28/.

## 2.4 Široko- in malokotno sipanje rentgenskih žarkov

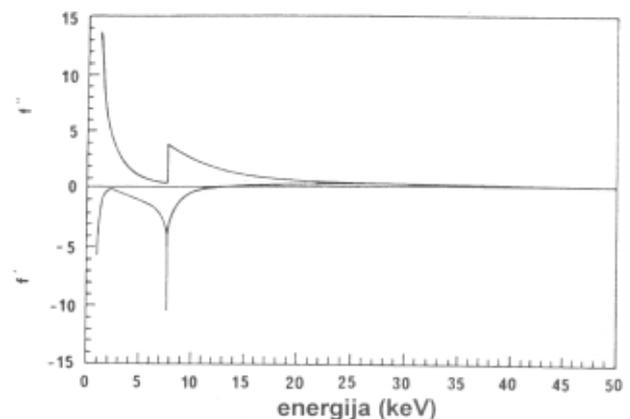
Metode, ki slonijo na elastičnem sipanju rentgenskih žarkov, so že desetletja najmočnejše orodje za določanje mikrostrukture molekul in trdnin. Razdelimo jih v grobem na dve področji: s sipanjem pod velikimi koti (WAXS - Wide Angle X-ray Scattering) raziskujemo sisteme z redom dolgega dosega, kot so idealni kristali. Sipanje pod majhnimi koti (SAXS - Small Angle X-ray Scattering) pa nam da strukturo neurejenih sistemov, kot so raztopine in zlitine, ter delno urejenih sistemov, kot so vlaknasti biološki vzorci, tekoči kristali, polimeri in drugi.

Širokokotno sipanje v kristalinični snovi - difrakcijo - najlaže opišemo z Laueovimi enačbami, katerih rešitve opiše vektorska enačba  $\Delta \mathbf{k} = \mathbf{G}$ , kjer je  $\mathbf{G}$  vektor recipročne mreže,  $\Delta \mathbf{k}$  pa je sipalni vektor, t.j. razlika med valovnima vektorjema vpadnega in sipanega valovanja. Vsak uklonjeni žarek ustreza točki v recipročnem prostoru, kjer se sipalni vektor dotika recipročne mreže. Zato določimo - vsaj v principu - kristalno mrežo kar iz položaja sipalnih vrhov.

Intenziteta vrhov pa je odvisna od kvadrata strukturnega faktorja, ki nosi informacijo o elektronski gostoti znotraj enotne celice. Toda, ker je intenziteta realna količina, iz nje ne moremo določiti faze kompleksnega strukturnega faktorja, kar je osnova tako imenovanega 'faznega problema' v kristalografiji. Klasično so problem reševali z metodo večkratne izomorfne zamenjave (MIR - Multiple Isomorphous Replacement) /29/, ko so en atom v osnovni celici zamenjali z drugim elementom tako, da je struktura celice ostala nespremenjena.

Zvezni spekter sinhrotronskega sevanja omogoča alternativno rešitev problema s tako imenovano tehniko anomalne difrakcije z več valovnimi dolžinami (MAD - Multiple Wavelength Anomalous Diffraction) /30/. Anomalna difrakcija je posledica resonančnih efektov, ki nastanejo zato, ker se valovanje na elektronih v notranjih lupinah siplje drugače kot valovanje na prostih elektronih. Ko se energija fotonov v valovanju približuje energiji absorpcijskega roba, postane strukturni faktor kompleksen in se hitro spreminja, ravno nasprotno kot pri Thompsonovem sipanju, ko je praktično neodvisen od energije (slika 4). Intenziteta vsakega uklonskega vrha se torej spreminja z energijo oziroma z valovno dolžino vpadnega valovanja. Iz poteka intenzitete z valovno dolžino rešimo tako fazni problem na podoben način kot z metodo MIR, ne da bi pri tem naleteli na komplikacije, ki jih prinese s seboj.

Sipanje rentgenske svetlobe je zato tako uspešna metoda za določanje kristalnih struktur, ker je njena valovna dolžina primerljiva z medatomskega razdaljami.

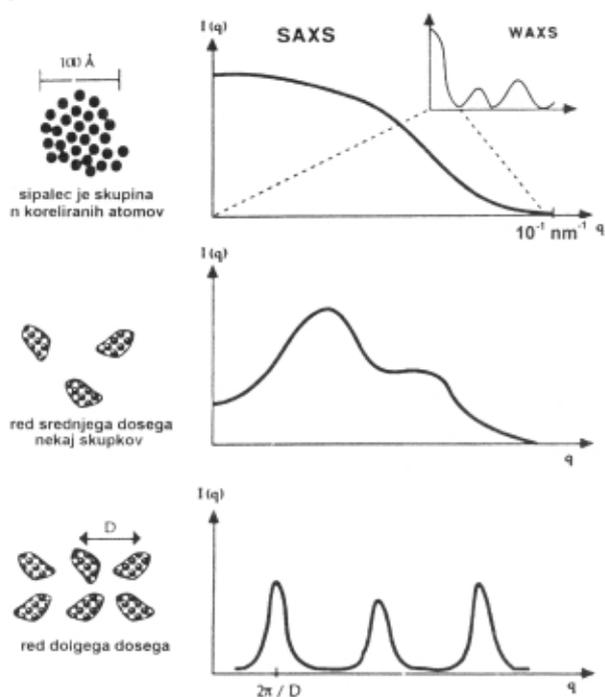


Slika 4) Spreminjanje realnega ( $f'$ ) in imaginarnega ( $f''$ ) sipalne amplitude  $f$  kobalta kot funkcija energije. Izrazita sprememba je v okolici roba pri energiji 7.7 keV

Za meritve večjih struktur potrebujemo v principu daljše valovne dolžine. Vendar je elektromagnetni spekter v območju med 1 in 100 nm zaradi velike absorpcije neuporaben za sipalne eksperimente. Delce teh dimenzij lahko raziskujemo le tako, da uporabimo rentgensko svetlobo z valovnimi dolžinami pod 1 nm, ki pa se na tako velikih strukturah siplje pod zelo majhnimi koti. Iz kotne porazdelitve sklepamo obliko in velikost sipalcev, njihovo gostoto, orientacijo, lego glede na druge objekte ipd. Ker je sipanje posledica neenakomerno porazdeljene elektronske gostote v vzorcu, je sipalec lahko katerakoli nehomogenost - molekula v raztopini, mikro- ali nanokristal, del večje molekule, trden ali tekoč delec in tako naprej.

Interpretacija meritev SAXS je odvisna od modelov za posamezne tipe vzorcev (slika 5). Običajne parametre dobimo iz porazdelitve sipane intenzitete  $I$  proti velikosti sipalnega vektorja  $q$ . Iz Guinerjevega zakona /31/, ki velja v območju najmanjših kotov, dobimo dimenzijo sipalcev. Limito velikih  $q$  opisuje Porodov zakon /32/, s katerim določimo povprečje kvadrata fluktuacij elektronske gostote, kar določa periodičnost sistema. Pri agregiranih sistemih je vmesno področje neposredno v zvezi s fraktalno dimenzijo sistema.

Tudi pri metodi SAXS je včasih pomembno, da opravimo meritve v režimu anomalne disperzije, še posebej pri neurejenih snoveh. V tem primeru z anomalno disperzijo neposredno ločimo prispevke različnih atomov k sipalni intenziteti, ne da bi morali uporabiti modele.



Slika 5. Shematičen prikaz različnih struktur, ki jih lahko preučujemo z metodo SAXS, in ustreznih SAXS spekter

### 3 Slovenska žarkovna linija

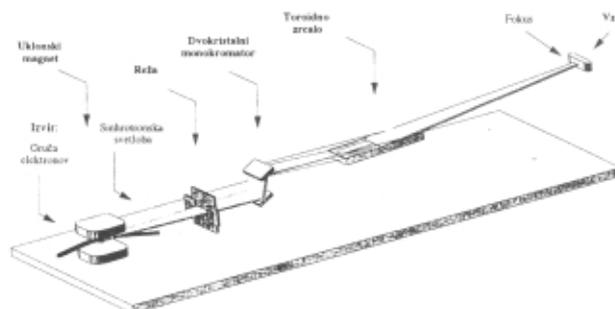
Da bi slovenske raziskovalne ustanove in industrija učinkovito izkoristile vse možnosti sinhrotrona, bi morali postaviti lastno žarkovno linijo z eksperimentalno postajo. Do tega trenutka je nad sto raziskovalcev iz desetih raziskovalnih ustanov iz Slovenije pripravilo petintrideset predlogov za raziskave ter podprlo projekt izgradnje slovenske žarkovne linije pri tržaškem sinhrotronu. Nad dvajset podjetij je pisno izjavilo, da bi rada uporabila možnosti linije. Večina potencialnih uporabnikov iz Slovenije bi potrebovala rentgensko svetlobo. Ker tehnologija žarkovne linije ne dopušča hkratne uporabe UV- in rentgenske svetlobe, se je treba odločiti za eno ali drugo. Ravno v rentgenskem območju je možno zgraditi relativno poceni linijo.

#### 3.1 Koncept žarkovne linije

Navadno so žarkovne linije specializirane za eno samo merilno tehniko, na primer absorpcijsko spektroskopijo

ali difrakcijo. Žarkovna linija BOSS (Beam line Of Slovenian Scientists) pa je načrtovana tako, da bo večnamenska /33/: zadostila bo torej različnim potrebam uporabnikov iz Slovenije. Kljub temu ne bo utrpela kompromisov pri svoji kvaliteti. Glavne komponente linije so prikazane na sliki 6, shematičen prikaz vseh komponent pa na sliki 7.

Prva komponenta žarkovne linije je svetlobni izhod (front end), ki poveže izvir svetlobe - uklonski magnet - s preostalimi deli linije. V svetlobnem izhodu se definira maksimalna velikost svetlobnega snopa. Poleg tega vsebuje komponente, ki skrbijo za vzdrževanje ultravisokega vakuumu in za zaščito osebja pred rentgenskim



Slika 6. Glavne komponente žarkovne linije BOSS

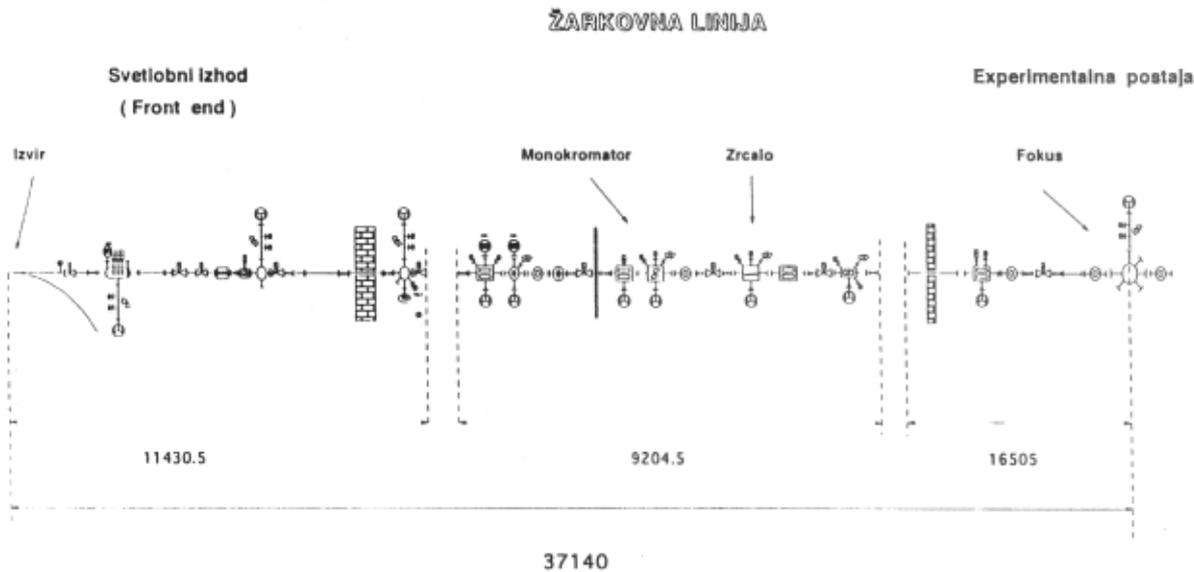
in gama sevanjem.

Svetlobni snop je na celotni dolžini žarkovne linije (37 m) speljan v vakuumu. V žarkovno linijo sta vgrajeni dve ključni optični komponenti. Prva je monokromator, s katerim izberemo svetlobo z eno samo valovno dolžino iz zveznega spektra sinkrotrovske svetlobe. Rentgensko svetlobo monokromatiziramo z idealnimi kristali v različnih konfiguracijah. Najbolj pogost je dvokristalni monokromator /34/, ki je idealen za EXAFS, visoko ločljivo rentgensko difrakcijo in za anomalno sipanje. Zaradi velikega vpadnega fluksa svetlobe je potrebno poskrbeti za učinkovito hlajenje prvega kristala.

Druga optična komponenta je toroidno zrcalo, ki fokusira svetlobni snop na mesto vzorca. Na ta način je dosežen maksimalen svetlobni tok na vzorcu. Zrcalo izkorišča totalni odboj rentgenske svetlobe na površini /35/, do katerega pride, če je vpadni kot svetlobe na zrcalo dovolj majhen (značilno nekaj miliradianov). Če želimo s takim zrcalom zajeti snop svetlobe po celotni višini, mora biti zrcalo zelo dolgo (okoli 1 m), kar zahteva tehnično zelo zahteven postopek izdelave. Elipsoidna oblika zrcalne površine je idealna za preslikavo točkastega izvira v točko /36/. V praktičnih primerih pa se običajno idealni formi dovolj približamo s toroidno oblika zrcala, ki jo je mogoče lažje in natančneje izdelati.

Optične elemente v žarkovni liniji zaščitimo pred nepotrebnim pregrevanjem z grafitnim filtrom, ki absorbira ultravijolično in mehko rentgensko svetlobo iz izvira. S stališča vakuumu pa ločimo žarkovno linijo od shranjevalnega obroča z berilijevim oknom. Na ta način so lahko vse optične komponente postavljene v visoki, ne pa v ultraviskoki vakuum, kar bistveno poceni izgradnjo.

Vse gibljive komponente v vakuumu in vsi kontrolni sistemi so daljinsko vodeni z računalniškim sistemom iz centralne delovne postaje. Kontrolni sistem je zasnovan na VME vodilu, Ethernet mreži in UNIX delovni postaji. Poleg tega omogoča isti računalniški sistem tudi



Slika 7. Shematičen prikaz žarkovne linije in njenih vakuumskih komponent. Dolžine so v milimetrih, shema ni narisana v sorazmerju.

vodenje meritev in zajemanje podatkov. Celotna žarkovna linija z eksperimentalno postajo je zaprta v zaščitno uto, ki varuje osebje pred rentgenskim sevanjem.

### 3.2 Karakteristike žarkovne linije

Osnovne karakteristike predlagane slovenske žarkovne linije BOSS so:

- enobarvna svetloba, nastavljiva na energijskem intervalu od 2 keV (0.62 nm) do 12 keV (0.1 nm),
- visoka energijska ločljivost ( $E/dE$  okoli 3000)
- dodatna monokromatizacija z  $E/dE$  do 10000
- velik svetlobni tok na vzorcu (okoli  $10^{12}$  fotonov/s) na celem energijskem intervalu
- majhen presek žarka na mestu vzorca (pod  $1 \text{ mm}^2$ )
- stabilna lega žarka na vzorcu
- horizontalna divergenca manjša od 4 mrad
- vertikalna divergenca manjša od 0.35 mrad.

Posamezne merilne tehnike, ki jih bo slovenska žarkovna linija omogočala, so naslednje: rentgenska absorpcijska spektrometrija (XAS), podaljšana fina struktura rentgenskih absorpcijskih robov (EXAFS), bližnja struktura rentgenskih absorpcijskih robov (XANES), površinski EXAFS, rentgenska fluorescenca (XRF), rentgenski stoječi valovi (XSW), sipanje pod majhnimi koti (SAXS, tudi anomalni SAXS), rentgenska difrakcija (WAXS) ter fotoelektronska emisijska spektroskopija in mikroskopija (XPS in PEEM). Z vgraditvijo dodatne fokusacije svetlobnega snopa bo mogoče doseči velikost sinhrotronskega žarka reda velikosti nekaj deset mikrometrov /37/ ali celo pod mikrometrom /38/.

Omenjenih metod v rentgenskem področju 2 do 12 keV, razen sipanja rentgenskih žarkov, ni mogoče uporabiti na nobeni od doslej predvidenih postaj pri ELETTRI. Slovenska linija bo torej, zaradi svoje posebnosti, komplementarna drugim linijam pri ELETTRI. V primeru sipanja rentgenskih žarkov pa bo linija omogočila

slovenskim uporabnikom hitrejši dostop do merilnega časa kot na specializiranih linijah. Poleg tega bo omogočala meritve anomalnega sipanja pod majhnimi koti, česar sicer boljša avstrijska linija za sipanje pod majhnimi koti ne dopušča.

Ena izmed prednosti sinhrotronske svetlobe je, da omogoča "in-situ" meritve na bioloških vzorcih ter spremljanje kemičnih in drugih reakcij v zelo kratkih časovnih korakih. Zato je na žarkovni liniji predvidena možnost priključitve posebnih komor za kristalne, amorfne, tekoče ali plinaste vzorce, ki dopuščajo meritve pri različnih temperaturah ali tlakih in pri drugih spremenljivih fizikalnih ali kemičnih razmerah. Omogočena bo enostavna zamenjava različnih merilnih komor za vzorce in uporaba več merilnih tehnik hkrati.

Cena posameznih konvencionalnih aparatov za vse metode, ki jih bo žarkovna linija omogočala, bi večkrat preseгла ceno linije. Glavni razlog je v tem, da bomo opremo kupovali po komponentah in ne bomo plačevali tujega znanja, saj ga večinoma že imamo, preostalo pa bomo dobili v sodelovanju s tržaškim sinhrotronom. Tudi načrtovanje in izdelava dodatne eksperimentalne opreme po bodočih željah uporabnikov bo potekala doma po enakem postopku. Uporabniki bodo tako razbremenjeni iskanja in plačevanja dragih ponudnikov kompletnih rešitev.

### 4 Sklep

Že pričujoči kratek in omejen pregled nekaterih eksperimentalnih metod s sinhrotronsko svetlobo je pokazal, koliko različnih raziskav lahko opravimo s sinhrotronsko svetlobo na najrazličnejših področjih.

Sinhrotronski izvir ELETTRA bo omogočil še dodatno število vrhunskih osnovnih in aplikativnih raziskav. Slovenska linija bo tako bistveno prispevala k sedanjim in bodočim slovenskim raziskavam. Ko bo žarkovna linija zgrajena, bo že sama odličnost ELETTRE zagotovila stalno vrhunsko kakovost na tem področju za naslednjih deset do dvajset let. Dosedanje zanimanje

raziskovalcev in podjetij dokazuje velik pomen, ki ga bo imela slovenska žarkovna linija za slovensko znanost in je najboljšo zagotovilo, da linija ne bo ostala neizkoriščena.

### Zahvala

Iskreno se zahvaljujem vsem kolegom z različnih oddelkov Univerze v Ljubljani, Univerze v Mariboru, Instituta "Jožef Stefan", Kemijskega inštituta, Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko ter Inštituta za kovinske materiale in tehnologije, ki so pripravili predloge za eksperimente na slovenski žarkovni liniji, še posebej pa Iztoku Arčonu, ki je opravil glavni del načrtovanja žarkovne linije.

### Reference

- /1/ ELETTRA Conceptual Design report, Sincrotrone Trieste, 1989.
- /2/ ESRF Conceptual Design report, Grenoble, 1987.
- /3/ Koch, E.E., editor, The Synchrotron Radiation Handbook, Vols. 1-3, North-Holland, Amsterdam (1983-1991).
- /4/ Baruchel, J. et al., editors, Neutron and Synchrotron Radiation for Condensed Matter Studies, Vols 1-3, Les Editions de Physique, Les Ulis, France(1992-1994).
- /5/ Catlow, C.R.A. and Greaves, G.N., editors, Applications of Synchrotron Radiation, Blackie, London (1990).
- /6/ Margaritondo, G., Introduction to Synchrotron Radiation, Oxford University Press, Oxford (1988).
- /7/ Furenid, L., Greenberg, D., McWhan, D., Synchrotron Radiation News, Vol. 6, No. 6 (1993) 21-23.
- /8/ Marks, N., Barnes, P., Synchrotron Radiation News, Vol. 6, No. 6, (1993), 7.
- /9/ Koningsberger, D.C., and Prins, R., editors, X-Ray Absorption, Principles, Applications, Techniques of EXAFS, SEXAFS and XANES, John Wiley & Sons, New York (1988).
- /10/ R. de L. Kronig, Z. Phys. 70 (1931) 317.
- /11/ P.A. Lee and J.B. Pendry, Phys. Rev. B11 (1975) 2795.
- /12/ S.J. Gurman, N. Binsted and I. Ross, J. Phys. C 19 (1986) 1845.
- /13/ D.E. Sayers, E.A. Stern and F.W. Lytle, Phys. Rev. Lett., 27 (1971) 1207.
- /14/ S.P. Cramer and R.A. Scott, Rev. Sci. Instrum. 52 (1981) 395.
- /15/ F. Sette et al., Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 2637.
- /16/ P.H. Citrin, P. Eisenberg and B.M. Kincaid, Phys. Rev. Lett. 36 (1976) 1346.
- /17/ D.P. Woodruff et al., Surf. Sci. 195 (1988) 237.
- /18/ R. Tertian and F. Claisse, Principles of Quantitative X-ray Analysis, Heyde, Hondon (1982).
- /19/ B.M. Gordon, Nucl. Instrum. Methods 204 (1982) 223.
- /20/ W.J.M. Lenglet et al., Anal. Chim. Acta 173 (1985) 105.
- /21/ W.C. Marra, P. Eisenberger and A.Y. Cho, J. Appl. Phys. 50(11) (1979) 6927.
- /22/ S. Doniach, Phys. Rev. B 2 (1970) 3898.
- /23/ P.K. Larsen et al., Phys. Lett. A 58 (1976) 623.
- /24/ K. Siegbahn, Rev. Mod. Phys. 54 (1965) 709.
- /25/ D. Spanjaard et al., Surf. Sci. Rep. 5 (1985) 1.
- /26/ npr. T.A. Carlson et al., J. Chem. Phys. 83 (1985) 3738.
- /27/ npr. M.Y. Adam et al., J. Phys. B 11 (1978) L413.
- /28/ L.C. Lee, X. Wang and M. Suto, J. Chem. Phys. 85 (1986) 6294.
- /29/ D.M. Blow and F.H.C. Crick, Acta Crystallogr. 12 (1959) 794.
- /30/ Y. Okaya and R. Pepinsky, Proc. Natl. Acad. Sci. USA 42 (1957) 286.
- /31/ A. Guiner and G. Fournet, in Small Angle Scattering of X-rays, John Wiley, New York, 1955.
- /32/ G. Porod, Kolloid Z., 124 (1951) 89; 125 (1952) 51; 125 (1952) 109.
- /33/ I. Arčon and S. Bernstorff, Multipurpose X-Ray Beam Line At ELETTRA, Conceptual Design, Sincrotrone Trieste, ST/S-R-94/40, October 1994.
- /34/ Hastings, J.B., Kincaid, B.M. and Eisenberger, P., Nucl. Instrum. Methods 152 (1978) 167.
- /35/ Parratt, L.G. Phys. Rev. 95 (1954) 359.
- /36/ West, J.B. and Padmore, H.A. v [2].
- /37/ P. Engström et al., Nucl. Instr. Meth. B26 (1989) 222.
- /38/ P. Engström et al., Nucl. Instr. Meth. in Phys. Res. A302 (1991) 547.

## Novice iz vakuumskega sveta

### Vakuumska razstava v Parizu

Francosko vakuumsko društvo (Societe francaise du vide - SFV) je najstarejše nacionalno vakuumsko društvo na svetu. Letos praznuje 50-letnico ustanovitve in zato bodo francoski vakuumisti vse letošnje aktivnosti (konference, kongrese, tečaje, razstave itd.) organizirali bolj mogočno in še posebej skrbno, ker žele poudariti pomembnost svojega jubileja.

Od 25.aprila do 25.maja bo organiziralo SFV veliko vakuumsko razstavo v "Palači odkritij" v znanem Muzeju znanstvene vzgoje in kulture v Parizu. Prikazovali bodo zanimive eksperimente, ki opisujejo fizikalne osnove vakuumske tehnike pa tudi njihovo uporabo v industriji in v vsakdanjem življenju. Hkrati bo razstavljena moderna oprema za najrazličnejše vakuumske tehnologije. Na sporedu bodo številni tematski večeri in strokovne konference, tako za ozko specializirane strokovnjake kot tudi za širšo publiko. Na odprtje bodo prišli predstavniki IUVESTA, vabljeni pa so tudi predstavniki društev drugih držav.

### Nova suha črpalka

Na tržišču je nova "suha" mehanska črpalka (Edwards, ESDP 30), ki dosega končni tlak  $10^{-2}$  mbar in črpalno hitrost  $25 \text{ m}^3/\text{h}$ . Omenjeni izdelek dopolnjuje niz že razvitih suhih dvorotorskih črpalk kavljastega tipa (QDP40 in QDP80), ki so primerne

predvsem za polprevodniško industrijo. Je dobra kombinacija oblike in tehničnih sposobnosti, in to pri zelo konkurenčni ceni. Ugodna je v povezavi s turbomolekularno in z Rootsovo črpalko, saj tako oblikujemo "suho" enoto, ki je pogosto nepogrešljiva tudi pri razvoju in raziskavah. Črpalka ne potrebuje olja, niti menjave filtra in pasti; hlajena je z zrakom in ne potrebuje čiščenja oz. izplakovanja z dušikom. Delovanje je poceni, ker jo poganja razmeroma šibek motor.

### Balzers in Leybold v skupni grupaciji

Družba "Oerlikon-Buhrle Holding AG" iz Züricha, v okviru katere že nekaj časa deluje Balzers, se je 1. januarja 1995 povečala s priključitvijo firme Leybold. Po raznih informacijah se da sklepati, da bo v zvezi s tem pri Balzersu in Leyboldu prišlo do nekaterih sprememb v programih dejavnosti, kar je v sedanjem trenutku prevelikih zmogljivosti vakuumskih velikanov tudi razumljivo.

### Premiki v nekdanji Vzhodni Nemčiji

Znano bivše vzhodnonemško podjetje "Hochvakuum Dresden" je leta 1992 privatiziralo in se preimenovalo v "VDT Vakuumtechnik Dresden GmbH" (Bismarck Strasse 66, D-01257 Dresden, fax 0351/2805-240).

A.P.

## OSNOVE TERMOVIZIJE

Niko Tršan, Fotona d.d., Stegne 7, 61210 Ljubljana

### Principles of Thermal Imagers

#### ABSTRACT

Thermal Imaging (TI), frequently called also Thermovision or Infrared Imaging, is an infrared analog of visible TV camera. A connotation of thermal imaging is so a system that provides a visible rendition of an invisible infrared radiation scene.

The purpose of thermal imaging is simply to see in the dark by detection and appropriate processing of the natural radiation emitted by all material bodies. At 300K, the peak of this radiation occurs at about 10  $\mu\text{m}$  wavelength. Since there is an atmospheric transmission window between 8  $\mu\text{m}$  and 14  $\mu\text{m}$ , this is a useful region in which to operate. There is also a window between 3 - 5  $\mu\text{m}$ , so operation here is also possible.

Application of thermal imaging is of great importance in military and security fields, but its importance in commercial field as being a valuable measuring equipment and analyzing tool is also very high and is rapidly growing.

This paper touches briefly the principles of operation, starting with fundamentals of TI and ending up with short description of achievements in this high technology field in Slovenian industry.

#### POVZETEK

Termovizijske naprave so infrardeča analogija navadnim video-kameram, ki očem nevidno IR-sevanje spreminjajo v vidno sliko. Sevanje teles s temperaturo 300 K ima vrh pri valovni dolžini približno 10 mikrometrov, ozračje pa je precej prepustno za sevanje z valovnimi dolžinami med 8 in 14 mikrometri. Podobno atmosfersko okno obstaja tudi za del spektra med 3 in 5 mikrometri in termovizijske naprave s pridom izkoriščajo obe območji.

Seveda je termovizija daleč najpomembnejša za vojake in policiste, a njena uporabnost in veljava v industriji, znanosti in tudi v medicini postajata vse večji.

V članku so kratko opisane osnove termovizije, na koncu pa je opisano tudi nekaj dosežkov slovenske industrije v tej visokotehnoški veji.

### 1 UVOD

Termovizijske naprave, ki jih pogosto imenujemo tudi infrardeče ali pa toplotne kamere, so človekovo sposobnost zaznavanja svetlobe razširile iz vidnega v infrardeči (IR) del spektra. Po delovanju se vsebinsko prav nič ne razlikujejo od navadnih video kamer, le da IR-sevanje teles spremenijo v vidno sliko.

Medtem ko je vidna slika rezultat razlik v reflektivnosti teles v sceni in je za njen nastanek nujno potrebna osvetlitev, bodisi z naravno ali pa z umetno svetlobo, je toplotna slika rezultat variacij lastnega sevanja, ki je posledica razlik v temperaturi in emisivnosti. Prav v tem pa tiči razlog za izredno razširjeno uporabo termovizije v vojaške in varnostne namene.

Uporabnost termovizijskih naprav je omejena na območje "atmosferskih oken", to je na tisti del spektra IR-sevanja, ki ga ozračje prepušča v zadovoljivi meri. Najpomembnejši za termovizijo sta okni v območju valovnih dolžin med 3 in 5 ter med 8 in 14 mikrometri. Za termovizijo pa je ugodna tudi okoliščina, da telesa z normalnimi zemeljskimi temperaturami, to je približno

300 K (27 °C), sevajo največ energije prav v območju valovnih dolžin med 8 in 14 mikrometri.

V splošnem so sistemi za infrardečo detekcijo, kamor seveda sodijo tudi termovizijske naprave, slabši od primerljivih optičnih, in sicer v smislu občutljivosti, ločljivosti ter enostavnosti uporabe. Vsled tega jih je smiselno uporabljati tam, kjer sistemi za detekcijo vidne svetlobe odpovedo. Za ilustracijo je spodaj navedenih nekaj zgledov uporabe:

- pregledovanje in nadzorovanje terena pri zmanjšani vidljivosti (noč, prah, dim, meglice)
- meritve toplotnih izgub stavb, toplovodov in podobnih sistemov
- odkrivanje začetnih požarov v rudnikih
- zgodnje odkrivanje motenj in bolezni vegetacije
- odkrivanje in merjenje stopnje določenega tipa onesnaženja okolice
- nekontaktno in daljinsko merjenje temperature
- odkrivanje plitvo zakopanih in zazidanih objektov ter napeljav
- iskanje preživelih v elementarnih nesrečah in v dimu gorečih stavb

Lahko bi našli še mnogo zgledov uporabe termovizijskih naprav v medicinske, industrijske in znanstvene namene, a to presega okvir tega članka.

### 2 Kratka zgodovina termovizije

Prvi resnejši koraki v termovizijo so bili storjeni v letu 1940, ko so pričeli iskati tehnične rešitve v dveh smereh. Prva je bila razvoj multielementnega diskretnega IR-detektorja in optomehanskega analizatorja slike-skenerja, druga pa je šla v razvoj IR-vidikonske elektronke. Oba koncepta sta se zgledovala po televiziji, odtod tudi ime termovizija. Ta razdelitev na sisteme z optomehanskim in elektronskim skeniranjem velja še danes, treba pa je dodati, da so vsi operativni visokokvalitetni vojaški termovizijski sistemi še vedno optomehanski, se pa vlagajo velikanska sredstva v raziskave in razvoj matričnih IR-detektorjev z elektronskim skeniranjem.

Leta 1956 so Američani izdelali prvi termovizijski sistem, ki je deloval v območju valovnih dolžin med 8 in 14 mikrometrov. Uporabljalo ga je letalstvo za snemanje tal.

Leta 1960 je firma Perkin-Elmer razvila prvo kopensko termovizijo, imenovano "Prism Scanner". Tehnične zmogljivosti, merjeno z današnjimi merili, so bile zelo skromne:

- |                            |  |
|----------------------------|--|
| • vidno polje:             | 5 ° (okroglo)                                      |
| • prostorska ločljivost:   | 1 miliradian                                       |
| • temperaturna ločljivost: | 1°C  |
| • slikovna frekvenca:      | 5 sl./sec.   |
| • zaslon:                  | katodna elektronka z dolgo perzistenčnim fosforjem |

To je bil začetek intenzivnega in uspešnega razvoja dolge vrste termovizijskih naprav. V letih od 1960 do 1974 so v Ameriki razvili okrog 60 različnih prototipov in proizvedli nekaj sto termokamer za vse rodove vojske.

V razvoju, proizvodnji ter uvajanju termovizije v industrijske namene je bila prva, in mnogo let tudi edina, švedska firma AGA, danes znana pod imenom AGEMA, ki je tudi zaščitila ime "termovizija" (thermovision). Njihova prva industrijska termokamera je zagledala luč sveta le nekaj let po Perkin-Elmerjevi, kvaliteta slike pa je bila popolnoma primerljiva z ameriško.

Število proizvajalcev termovizijskih naprav raste, in deželam, ki obvladujejo to tehnologijo, se je pridružila tudi Slovenija.

### 3 Fizikalne osnove termovizije /1,2/

#### 3.1 Sevanje teles

Vsa materialna telesa s temperaturo nad absolutno ničlo sevajo elektromagnetno (EM) valovanje, ki ga popisuje Planckova enačba za sevanje črnega telesa:

$$W_{\lambda} = \frac{dj}{d\lambda_{BB}} = \left( \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \right) \left[ \exp\left( \frac{hc}{\lambda kT} \right) - 1 \right]^{-1} \quad (1)$$

$[W m^{-2} \mu m^{-1}]$

h.....Planckova konstanta =  $6.626 \cdot 10^{-34} Js$

k.....Boltzmannova konstanta =  $1.381 \cdot 10^{-23} JK^{-1}$

c.....hitrost svetlobe v vakuumu =  $2.997 \cdot 10^8 m s^{-1}$

T.....absolutna temperatura

$\lambda$ .....valovna dolžina

BB..črno telo

Sevanje realnega telesa pa je podano z enačbo:

$$\frac{dj}{d\lambda_{RB}} = \varepsilon(\lambda, T) \frac{dj}{d\lambda_{BB}} \quad (2)$$

$\varepsilon(\lambda, T)$ .....emisivnost

RB.....realno telo

Enačbo 2 lahko smatramo za definicijo emisivnosti, ki zavzema vrednosti od 0 (belo telo) do 1 (črno telo).

Celotno sevano moč dobimo z integracijo enačbe 2 preko vseh valovnih dolžin, to pa je nam vsem znani Stefanov zakon:

$$j = \varepsilon \sigma T^4 \quad (3)$$

Logaritmični diferencial enačbe 3 ilustrira pomembnost emisivnosti in njen prispevek k nastanku termovizijske

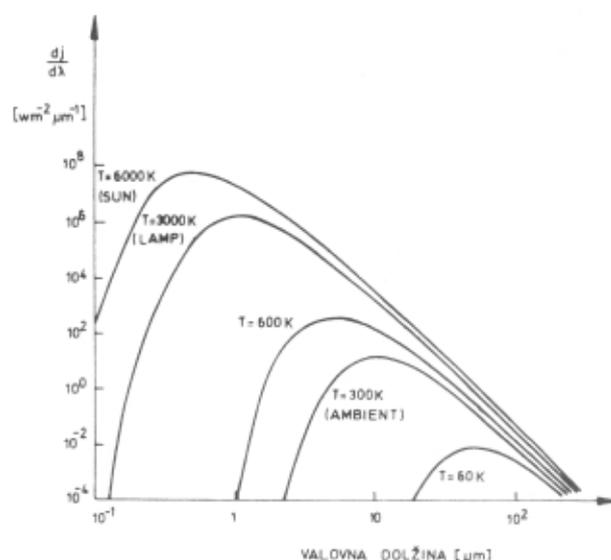
slike, ki je posledica variacij sevanja, prihajajočem iz posameznih točk IR-scene:

$$\frac{dj}{j} = \frac{d\varepsilon}{\varepsilon} + \frac{dT}{T} \quad (4)$$

Kdor se rad igra s številkami, lahko hitro ugotovi, da sprememba emisivnosti za 1% pri temperaturi 300K pomeni enako spremembo sevane moči kot sprememba temperature za 0,76 K.

Poznavanje emisivnosti kot funkcije valove dolžine, temperature in kota opazovanja je zelo pomembno pri uporabi termovizije, a seveda tudi preprostejših IR-naprav, za nekontaktno merjenje temperature.

Odvod enačb 1, 2, ali 3 po temperaturi nam da spremembo sevane moči na enoto stopinje, ki je v spektralnem pasu od 8 do 14  $\mu m$  in za črno telo s temperaturo 300K približno  $2,6 W m^{-2} K^{-1}$ . Najboljše današnje termokamere s fotonskimi detektorji, ki imajo ekvivalentno šumno temperaturo nekaj stotink stopinje, lahko ustvarijo zelo kvalitetno termično sliko IR-scene že pri temperaturnih razlikah nekaj stopinj.



Slika 1. Sevanje črnega telesa

#### 3.2 Vpliv ozračja

IR-sevanje pri prehodu skozi ozračje oslabi zaradi absorpcije ter sipanja na molekulah, aerosolih, dimu, prahu, dežju in snegu. Poznavanje mehanizmov, predvsem pa stopnje slabljenja sevanja, je zelo pomembno s stališča uporabe termovizijskih naprav v vojaške namene. Od tega je namreč odvisna razdalja odkrivanja in prepoznavanja objektov, kar je nedvomno najpomembnejši podatek. Največ podatkov o prepustnosti ozračja so zbrali Američani, in to po vsem planetu, v vseh letnih časih, v različnih nadmorskih višinah in za cel spekter sevanj od UV- do radijskih valov.

Največji del termičnega sevanja z valovnimi dolžinami med 2 in 20 mikrometri se absorbira na vodni pari, ogljikovem dioksidu in ozonu, ki tako v največji meri omejujejo prepustnost ozračja na znani "okni" 3 - 5 in 8 - 14 mikrometrov.

Drugi mehanizem slabljenja sevanja, to je sipanje na molekulah, aerosolih, prahu, dimu, meglicah, megli in oblakih, je zelo odvisen od velikosti delcev in valovne dolžine svetlobe. V splošnem velja, da je slabljenje manjše, čim manjši so delci in čim daljša je valovna dolžina. To je zelo pomembno dejstvo, kajti to pomeni, da je slabljenje IR-sevanja z valovnimi dolžinami med 8 in 14 mikrometri bistveno manjše kot slabljenje vidne svetlobe pri enakih fizikalnih razmerah, v ozračju seveda. S termovizijsko kamero tako torej vidimo skozi prah, dim, skozi tanjše in redkejše oblake, skozi meglice (mrč) veliko bolje kot s prostim očesom.

Prepustnost ozračja lahko popišemo z enačbo:

$$\tau = \exp(-\sigma R) \tag{5}$$

pri čemer je:

$$\sigma = \alpha + \gamma \tag{6}$$

$\sigma$ .....celotni koeficient slabljenja

$\alpha$ .....absorpcijski koeficient

$\gamma$ .....sipalni koeficient

R.....razdalja

Tu velja pripomniti, da je matematično-fizikalni model slabljenja IR-sevanja pri prehodu skozi ozračje precej kompleksnejši kot ga opisuje zgornja enačba 5, ki rabi le za vsebinsko ponazoritev. Za resne izračune obstajajo matematični modeli, ki upoštevajo množico eksperimentalno dobljenih podatkov o ozračju, kot na primer: temperatura, vlažnost, koncentracija različnih konstituentov in njihova porazdelitev po kraju in velikosti, opis turbulence in še kaj bi se našlo.

Absorpcijska komponenta prepustnosti je določena v glavnem s temperaturo in relativno vlažnostjo ozračja, medtem ko sipalno komponento določimo iz vidljivosti. Po definiciji je vidljivost razdalja, pri kateri je kontrast med svetlostjo opazovanega predmeta in okolice 0,02 oziroma 2%. Največji možni kontrast je seveda 1,0 oziroma 100%, vendar le v primeru enakomerno osvetljenega idealnega črnega in belega vzorca. V praksi to pomeni, da pri kontrastu 2% oko predmet ravno še udobno vidi, loči od okolice ali prepozna, če so izpolnjeni tudi drugi kriteriji za prepoznavanje. Iz enačbe 5 dobimo vidljivost, ki jo določa sipanje:

$$R_v = \frac{3.912}{\gamma} [km] \tag{8}$$

Za ilustracijo so v spodnji tabeli podane značilne vrednosti sipalnega koeficienta  $\gamma$  v odvisnosti od valovne dolžine in za nekaj različnih vidljivosti.

Pojem "vidljivosti" je sicer vezan na vidno svetlobo in oko, zato naj nam bo odpuščeno, ker bomo pri razlagi tabele uvedli tudi "termovizijsko" (ali IR) vidljivost.

Vzemimo torej primer rahlo meglenega ozračja, ko je optična vidljivost 1 km. Sipalni koeficient je v tem primeru precej velik (~4) in enak do valovne dolžine 5,0 mikrometrov. To pomeni, da bi tudi termokamera, ki bi

sprejemala IR-sevanje v pasu od 3 do 5 mikrometrov "videla" le 1 km daleč. Bistveno večja (~4,2 km) pa je vidljivost za valovne dolžine okrog 11 mikrometrov.

Tabela I. Sipalni koeficient

Valovna dolžina [ $\mu m$ ]	Vidljivost 44.5 km jasno $\gamma [km^{-1}]$	Vidljivost 9.8 km rahel mrč $\gamma [km^{-1}]$	Vidljivost 2.8 km gostejši mrč $\gamma [km^{-1}]$	Vidljivost 1.0 km rahlo megleno $\gamma [km^{-1}]$
0.55	0.088	0.40	1.40	4.0
3.0	0.026	0.30	1.1	4.0
4.0	0.014	0.20	1.4	4.0
5.0	0.0088	0.15	2.0	4.0
8.0	0.0079	0.07	0.4	1.1
9.0	0.0064	0.05	0.35	1.06
10.0	0.0053	0.035	0.30	1.0
11.0	0.0045	0.032	0.23	0.93
12.0	0.0038	0.030	0.20	0.90

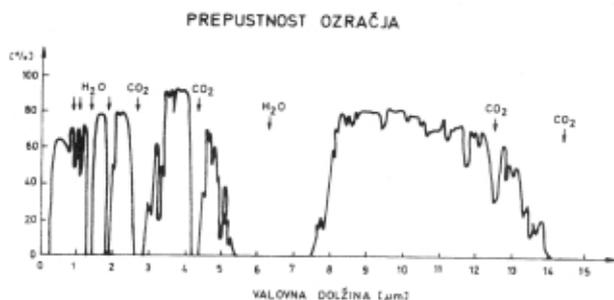
V primeru, ko je optična vidljivost 2,8 km, pa so razmere še zanimivejše. V tem primeru je narava in sestava delcev v ozračju takšna, da je termovizijska vidljivost za pas od 3 do 5 mikrometrov celo nekoliko manjša od optične, a se v pasu od 8 do 12 mikrometrov poveča na okrog 13 km.

S poskusi je bilo ugotovljeno, da je v megli in oblakih slabljenje IR-sevanja v območju okna 3 - 5 mikrometrov približno enako kot za vidno svetlobo, medtem ko je v območju okna od 8 do 14 mikrometrov za 2- do 3-krat manjše. To pa praktično pomeni za podoben faktor boljše "vidljivost".

Prepustnost ozračja je zelo odvisna tudi od letnega časa, zemljepisne lege in nadmorske višine. V srednjih geografskih širinah je v pasu od 8 do 14 mikrometrov prepustnost suhega ozračja precej boljše kot v pasu od 3 do 5 mikrometrov, kjer je ogljikov dioksid zelo močan absorber IR-sevanja. Vlažno tropsko ozračje pa ima precej boljše prepustnost v pasu od 3 do 5 mikrometrov, kajti v pasu od 8 do 14 mikrometrov vodna para močno absorbira IR-sevanje.

Često se postavlja vprašanje, katero atmosfersko okno je boljše za opazovanje s termovizijsko kamero. Odgovor sicer ni najbolj preprost, toda dejstvo, da megličasto ozračje precej močnejše slabi sevanje v pasu od 3 do 5 mikrometrov kot v pasu od 8 do 14 mikrometrov govori v prid slednjemu.

Opisani primeri so le manjša ilustracija posledic fizikalnih zakonov, ki določajo prepustnost ozračja, ki pa jih uporabnik termovizijskih naprav mora vsaj do neke mere razumeti in poznati, da lahko izkoristi vse prednosti, ki mu jih te nudijo.



Slika 2. Prepustnost ozračja

#### 4 Zgradba in delovanje termovizijskih naprav

Termovizijske naprave so tudi po zgradbi, ne le funkcijsko, zelo podobne videokameram. Glavni sestavni moduli so:

- optika
- skener z detektorjem
- elektronika
- prikazovalnik slike.

**Optika** ima tudi pri težavah nalogo, da ustvari čim boljše sliko scene. Konstruirana in izdelana je po enakih principih kot optika za vidno svetlobo, a od nje se razlikuje z nekaj posebnostmi, ki zelo grenijo življenje razvojnim inženirjem in izdelovalcem. Materiali, iz katerih se izdeluje, pa so pravi posebnosti, tako po lastnostih kot ceni. Med številno množico je najbolj znan germanij. Uporablja se praktično v vseh napravah, ki sprejemajo IR-sevanje v pasu od 8 do 14 mikrometrov.

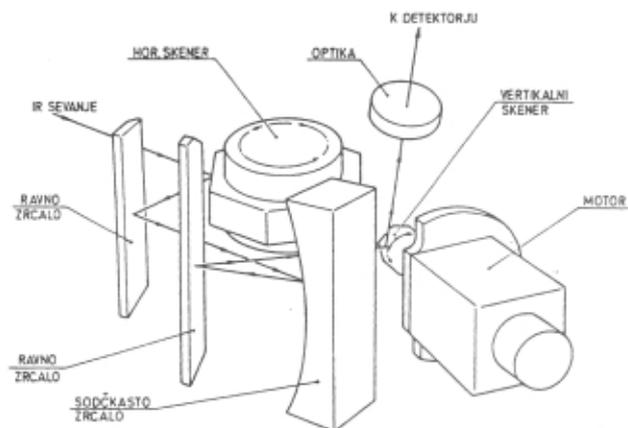
V spektru od 3 do 5 mikrometrov je ključni material silicij, pogosto pa srečamo tudi safir, seveda za manjše optične elemente.

Lastnosti materialov so natančno predpisane in izpolnjevati jih morajo zelo strogo. Tako kot iz navadnega okenskega stekla ne moremo narediti niti očal, kaj šele dobrega fotografskega objektiv, tudi običajen germanij ni uporaben za izdelavo IR-optike. Temu primerna je tudi njegova cena. Za ilustracijo povejmo, da 1 kg optično kvalitetnega germanija stane okrog 1200 USD. Za srednje veliko termovizijsko napravo se ga porabi okrog 3 kg. Zahtevna obdelava in kontrola kvalitete optičnih elementov pa doda še svoje, tako da je proizvodna cena IR-teleskopa s povečavo med x10 in x12 ter s premerom vhodne odprtine 140 mm reda 10.000 USD.

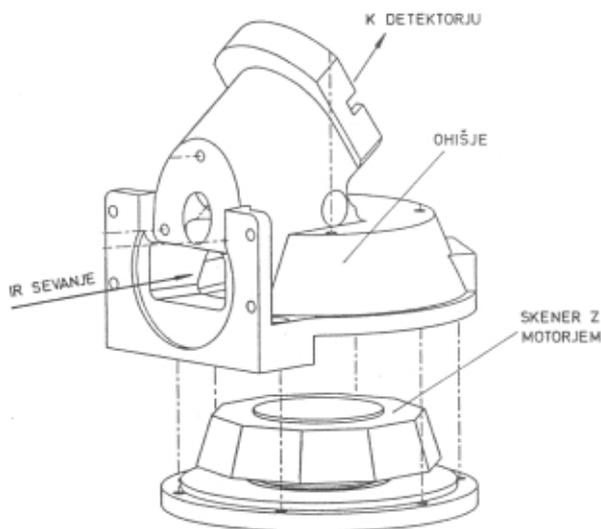
**Skener** z vrtečimi in nihajočimi zrcali premika sliko preko detektorja. Razlog za to je prav preprost. Če si želimo sliko s 100.000 slikovnimi elementi, kar je za termovizijo že kar dobro, potem bi moral imeti detektor tudi 100.000 senzorskih elementov, za vsako točko slike svojega. Današnji fotoniski IR-detektorji, občutljivi za spekter od 8 do 14 mikrometrov, pa imajo le od enega do nekaj sto elementov, torej je treba sliko premikati. Hitrost premikanja je tolikšna, da slika zadovoljuje televizijske standarde. Primer za ilustracijo: v angleški visokokvalitetni (vojaški) napravi se motorček, na katerem je nameščena poligonska prizma s šestimi zrcali za

premikanje slike v horizontalni smeri, zavrti 19500-krat v minuti. Nihajoče zrcalo, ki premika sliko po vertikalni smeri, pa zaniha 50-krat v sekundi. IR-detektor ima 8 senzorskih elementov, slika pa zadovoljuje evropske televizijske standarde.

Termovizijska naprava PTC-10, ki jo izdeluje slovensko podjetje Fotona, ima en sam, dokaj domiselno oblikovan, skenirni element, ki premika sliko istočasno v obeh smereh. Zavrti se 1500-krat v minuti, zapiše pa 25 slik v sekundi.



Slika 3. Shema skenerskega modula angleške termovizijske naprave



Slika 4. Shema skenerskega modula Fotonine termovizijske naprave PTC-10

**Detektor** je srce termovizijske naprave, saj IR-sevanje scene, ki ga vanj usmerjata optika in skener, pretvarja v električne signale. Njemu je podrejena celotna zasnova naprave. Določa, kakšna bo optika, kako bo konstruiran skener, kaj bo počela elektronika, kakšna bo občutljivost in, ne nazadnje, kolikšna bo cena. Detektor je namreč najdražji element. Cene se trenutno sučejo od nekaj tisoč do nekaj deset tisoč USD, odvisno od kvalitete in števila senzorskih mest.

Današnji fotoniski IR-detektorji za spekter od 8 do 14 mikrometrov se morajo hladiti na temperaturo vsaj 80K (-193°C). Tehnike hlajenja so različne, najpreprostejša

je uporaba tekočega dušika, ki ima vrelišče pri 77K (-196°C). Ta način hlajenja se uporablja le pri cenejših civilnih napravah, za vojaške pa je neuporaben, in zato so se že v pionirskih časih termovizije zagrizeno lotili tega problema. Tako je nastala močna tehniška panoga, ki se ukvarja z razvojem in izdelavo miniaturnih hladilnih strojev za doseganje nizkih temperatur pod 80K.

Hladilnike, ki jih najpogosteje najdemo v sodobnih termovizijskih napravah, razvrstimo v dve skupini:

1. Joule-Thomsonovi hladilniki
2. Stirlingovi hladilniki.

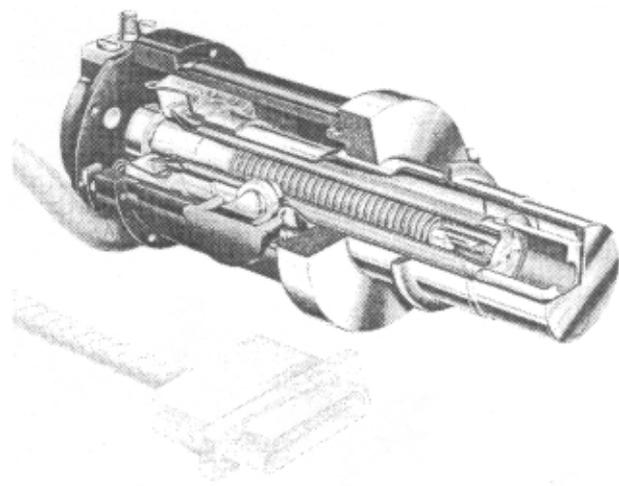
Joule-Thomsonovi minihladilniki utekočinjajo zrak, lahko pa tudi kak drug plin, ki se pretaka skozi in je običajno shranjen v malih jeklenkah pod zelo visokim tlakom reda velikosti 32000 kPa. Zrak, shranjen v jeklenki s prostornino 0,6 litra in tlakom 32000 kPa, zadošča za 4,5 ure neprekinjenega hlajenja pri zunanji temperaturi 20°C.

Neprijetna podrobnost pri Joule-Thomsonovih hladilnikih pa je, da mora biti delovni plin izredno čist in suh, sicer se hladilnik zamaši in zamrzne. Za polnjenje jeklenk tako potrebujemo dokaj drage visokotlačne kompresorje in zelo dobre filtre.

Ta način hlajenja se upravlja predvsem pri majhnih prenosnih napravah, kjer morata biti poraba električne energije in masa čim manjši.

Stirlingovi hladilniki so sestavljeni, preprosto povedano, iz majhnega električnega kompresorja in z njim povezanega hladnega prsta, ki se namesti v Dewarjevo posodo detektorja. Njihova trajnost je nekaj tisoč ur, odpadejo pa vse logistične težave, povezane s pridobivanjem, shranjevanjem in distribuiranjem čistega zraka.

Stirlingovi hladilniki so večji in težji od Joule-Thomsonovih, energijsko še precej požrešni, tako da se uporabljajo v napravah, ki so vgrajene v različna vozila.



Slika 5. Prerez sodobnega IR-detektorja za spekter 8 - 13 mikrometrov z vgrajenim Joule-Thomsonovim hladilnikom (GEC Infrared, Anglija).

**Elektronika** opravlja kup nalog. Poganja in nadzira motorje skenerja, ojačuje mikrovoltne signale detektor-

jev in jih obdeluje ter predeluje s prijemi, ki so zelo podobni onim v televizijski tehniki. Odpravlja in popravlja razne hibe v termični sliki. Opozori operaterja, če se ji zazdi, da je v sceni kaj zanimivega ali celo nevarnega, pa še kaj bi se našlo.

**Prikazovalniki** termovizijske slike so pri napravah I. generacije iz svetlečih diod - LED, ki sevajo rdečo ali zeleno svetlobo, operater pa opazuje sliko skozi optiko okularja. Dinamika in kvaliteta slike prikazovalnikov LED pa ni tako dobra, kot jo daje katodna elektronika, in to je eden od razlogov za njeno uporabo v prikazovalnikih naprav II. generacije, seveda pa svoj delež prispeva tudi vse tesnejše povezovanje termovizije in računalnika.

Razvoj IR-področja, tako materialov, komponent, naprav kot idej, gre seveda naprej. Napoved bodočnosti lahko strnemo v nekaj naslednjih stavkih.

- IR-optika. Prevladuje mnenje, da je dosegla stopnjo, ko ne predstavlja več omejitvenega faktorja za izboljšavo lastnosti termovizijskih in drugih IR-naprav.
- IR-detektorji in mehanski skenerji. Tu se bodo zgodile največje spremembe, saj so detektorji in mehanski skenerji najšibkejši člen v verigi. V naslednjih letih se bo kvaliteta mozaičnih detektorjev, ki so danes na stopnji prototipov, zelo izboljšala in število senzorskih elementov se bo povečalo od nekaj tisoč na nekaj sto tisoč. Skeniranje bo elektronsko, tako da bodo odpadli optomehanski skenerji. Hladilniki bodo praktično enaki, le Stirlingovim obe-tajo 30-odstotno "shujšanje".
- Elektronika. Mikroročunalniki in digitalna obdelava signalov ter slike bodo precej prispevali k izboljšanju občutljivosti ter interpretaciji termične slike. Naprave bodo manjše, lažje, boljše in menda tudi cenejše. Vsaj za civilne so takšne napovedi.

Termovizijskih naprav je danes na tržišču veliko. Ameriki, Angliji in Franciji, ki so bile še pred 10 leti edine proizvajalke vojaških naprav, so se pridružile Italija, Švedska, Nizozemska, Nemčija, Izrael, Kanada, Južnoafriška republika, Kitajska in tudi Slovenija. O stanju v bivši Sovjetski zvezi na področju termovizije pa ni prav zanesljivih podatkov.

### 5 NETD in MRTD

Termovizijske kamere so specificirane z množico podatkov. Našteto le najpomembnejše:

- spektralno območje delovanja (3-5  $\mu\text{m}$  ali 8-14  $\mu\text{m}$ )
- IR-detektor (tip, geometrija in število elementov, način hlajenja)
- celotno zorno polje (izraženo v kotnih stopinjah za hor. in vert. smer)
- slikovna frekvenca
- število IR-vrstic v sliki (ali število slikovnih elementov)
- geometrijska ločljivost (trenutno zorno polje detektorskega elementa)
- temperaturna ločljivost

Najpomembnejši podatek je temperaturna ločljivost, ki se podaja z dvema parametroma, in sicer:

- ekvivalentna šumna temperaturna razlika, za katero se je udomačil angleški izraz NETD-Noise Equivalent Temperature Difference (v najnovejšem času se uporablja samo NET)
- minimalna ločljiva temperaturna razlika (MRTD-Minimum Resolvable Temperature Difference).

NETD, ki je objektivni parameter, je določen predvsem z geometrijo in detektivnostjo detektorja ter z velikostjo optike. Izraz zanj izpeljemo preko odvoda enačbe 1 po temperaturi in z izrazom za odzivnost IR-detektorja. Za ilustracijo zapišimo končni izraz, ki je zelo pomemben za projektante termovizijskih naprav:

$$NETD = \frac{\pi \sqrt{abB}}{\alpha \beta A_0 \int_0^{\infty} \frac{\partial W_{\lambda}}{\partial T} D^*(\lambda) \tau_0(\lambda)} \quad (9)$$

- a,b linearni dimenziji detektorskih elementov (navadno od 25 do 70  $\mu\text{m}$ )
- B frekvenčna širina (navadno od 20 kHz do 500 kHz)
- $\alpha, \beta$  trenutno zorno polje detektorskega elementa (navadno reda 0,1 do 1,0 miliradiana)
- $A_0$  površina vhodne odprtine optike
- $D^*(\lambda)$  specifična detektivnost IR-detektorskih elementov (reda  $2 \cdot 10^{10} \text{ cm} \sqrt{\text{Hz W}^{-1}}$ )

$\frac{\partial W_{\lambda}}{\partial T}$  odvod enačbe 1 po temperaturi

$\tau_0(\lambda)$  prepustnost optike

MRTD je še pomembnejša karakteristika, saj združuje prostorsko in temperaturno ločljivost naprave ter opazovalca, ki s svojimi očmi in možgani (sistem za procesiranje slike) ocenjuje kvaliteto in uporabnost termične slike. Ne bi se spuščali v podrobnosti, temveč spet le za ilustracijo zapišimo končno, za konstruktorje najpomembnejšo, formulo:

$$MRTD = \frac{6NETD \sqrt{\beta \alpha}}{\sqrt{T_e \dot{F} \pi}} \frac{f_T}{MTF_s} \quad (10)$$

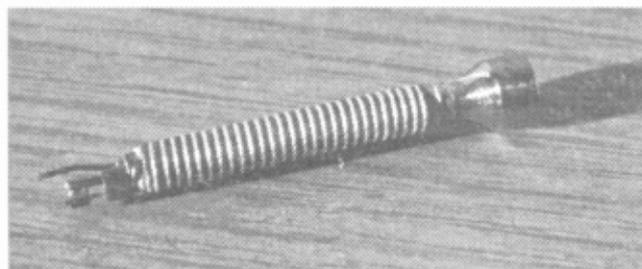
- NETD ekvivalentna šumna temperatura
- $\alpha, \beta$  trenutno zorno polje detektorskega elementa
- $f_T$  prostorska frekvenca opazovanega objekta (linijski pari na miliradian)
- $T_e$  integracijski čas očesa (reda 0.2s)
- F slikovna frekvenca (navadno 25 Hz za evropske naprave)
- $MTF_s$  modulacijska prenosna funkcija celotnega sistema, vključno z opazovalcem

Iz enačbe 10 sledi več zanimivih spoznanj:

- za objekte z nizko prostorsko frekvenco (to so ali dovolj veliki ali pa dovolj blizu, da je njihova slika na monitorju naprave velika) je MRTD majhna. V praksi je to nekaj stotink stopinje in dovolj za uporabno kvaliteto slike.
- višja slikovna frekvenca ugodno vpliva na MRTD
- MTF celotnega sistema mora biti čim večja, seveda pa je teoretično lahko kvečjemu 1 (100%)
- za opazovanje ali merjenje oddaljenih objektov morata biti  $\alpha$  in  $\beta$  majhni, to pa pomeni optiko z veliko vhodno odprtino in dolgo goriščno; optika s premerom vhodne odprtine 300 mm in z goriščno 600 mm ni nič posebnega.

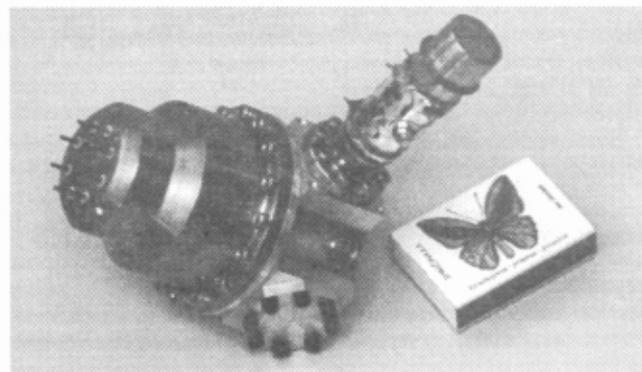
## 6 Termovizijski dosežki slovenske industrije

Slovensko podjetje Fotona d.d. (prej Iskra Elektrooptika) se že od leta 1965 načrtno ukvarja z raziskavami, razvojem, proizvodnjo in trženjem elektrooptičnih naprav in sistemov za vojaško ter civilno rabo.



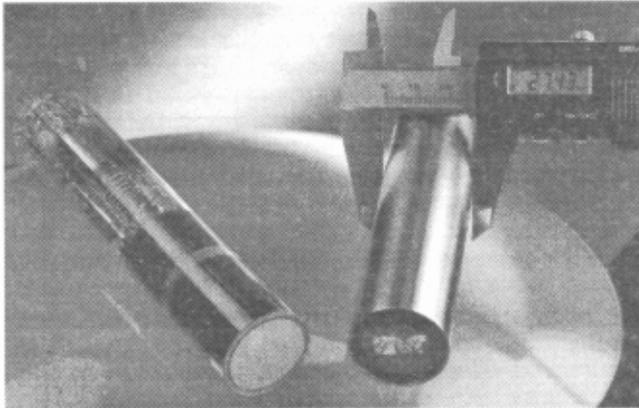
Slika 6. Joule-Thomsonov hladilnik (Cryoref d.o.o., Slovenija)

Prve korake v infrardečo tehniko je Elektrooptika naredila leta 1978, v letu 1981 pa so se začele resnejše raziskave na polju termovizije. Možnosti za sodelovanje s tujino so bile takrat zelo omejene, saj je bila resna termovizija obravnavana kot vojaška skrivnost. Dostopa do ključnih komponent ustreznе kvalitete, kot so IR-detektor s hladilnikom, katodna elektronika, motorčki za skener in visokotlačne jeklenke, takrat nismo imeli. Tako se je iz nuje rodilo sodelovanje med Elektrooptiko, Inštitutom za elektroniko in vakuumsko tehniko iz Ljubljane in firmo CRYOREF d.o.o. iz Škofje Loke ter nekaterimi Iskrinimi podjetji. Želja je bila, da razvijemo čimveč nedostopnih komponent. Po letih trdega razi-



Slika 7. Stirlingov hladilnik, z vgrajenim IR-detektorjem (IDCA - Integrated Cooler Detector Assembly, prototip, Cryoref d.o.o., Slovenija)

skovalno-razvojnega dela se danes v Cryorefu lahko pohvalijo s serijo različnih tipov Joule-Thomsonovih in Stirlingovih hladilnikov. Razvili so tudi visokotlačno jeklenko s prostornino 0,6 litra in pripadajoči ventil. IEVT pa se je uvrstil med maloštevilno družbo svetovnih proizvajalcev miniaturnih katodnih elektronk, ki izpolnjuje strogo vojaške zahteve /3/.



Slika 8. Miniaturni katodni elektronki (IEVT, Slovenija)

Elektrooptika je v letih 1981 do 1984 razvila nekaj laboratorijskih modelov termovizijskih naprav z enoelementnim detektorjem. Njihova največja vrednost je bila, da so se tako preskusile ideje, izpopolnjevalo znanje in uvajale nekatere nove tehnologije, predvsem za obdelavo in kontrolo IR-optike.

V začetku leta 1985 se je pričelo resno delo na razvoju majhne, prenosne vojaške naprave, ki je bila namenjena protioklepni enotam. Razvoj se je končal leta 1989. V letu 1990 so bila opravljena številna terenska testiranja, od določanja razdalj, ko se prepoznajo različna vojaška vozila, do vodenja protioklepni raket

na razdaljah do 3000 m. Vsi testi so dali odlične rezultate.

V slovenski osvobodilni vojni so bili vsi delujoči prototipi in modeli na terenu, nekaj jih je razjasnjevalo noč celo do sredine oktobra 1991.

Velja omeniti, da je Elektrooptika razvila tudi civilno termovizijsko kamero, imenovano TOPSCAN 808, in jo prodala v štiri države.

Kakšni so načrti za prihodnost? Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, CRYOREF d.o.o. in Fotona tesno sodelujejo pri raziskavah in razvoju nove generacije IR-detektorja, ki je integriran direktno s hladnim prstom miniaturnega Stirlingovega hladilnika. Uspešno razvit modul obeta zamenjavo Joule-Thomsonovih hladilnikov tudi v prenosnih napravah.

### 7 Sklep

Termovizijske naprave postajajo nepogrešljiva in že kar standardna oprema v armadah po svetu, ne le v zahodnih deželah.

Na civilnem področju pa, v povezavi z računalniško tehniko in tehnologijo obdelave in prikazovanja podatkov, postajajo termovizijske naprave zelo močno orodje pri razvoju novih izdelkov, nadzoru proizvodnih procesov in kontroli kvalitete, in to ne le tam, kjer gre za termične pojave, temveč precej širše.

### 8 Literatura

- /1/ J.M.Lloyd: Thermal Imaging Systems, 1975 Plenum Press, New York
- /2/ Stephen B. Campana, Editor: Passive Electro-Optical Systems (The Infrared&Electrooptical Systems Handbook, Copublished by Infrared Information Analysis Center and SPIE Optical Engineering Press, Washington 1993)
- /3/ V. Nemanič, Vakuumist, 25 (1991) 4-5

## OBVESTILO

### 3. slovenska konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, 4-6 okt. 1995

Posvetovanje organizirajo: Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Kemijski inštitut, Inštitut "Jožef Stefan", Slovensko društvo za materiale, Slovensko kemijsko društvo: sekciji za polimere in keramiko in Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije.

Posvetovanje je namenjeno predstavitvi temeljnih in aplikativnih raziskovalnih ter razvojnih dosežkov s področja tehnologije in uporabe materialov. Obravnavana bodo naslednja področja:

- sinteza sodobnih kovinskih, keramičnih in kompozitnih materialov
- razvoj modernih proizvodnih tehnologij
- matematično modeliranje in računalniška simulacija procesov in tehnologij
- korozija in propad gradiv
- termična obdelava
- karakterizacija materialov

- vakuumsko tehnika in tehnologije
- tanke plasti in površine
- tribologija
- varstvo okolja.

V posebni sekciji bodo lahko razstavljalci predstavili najnovejše proizvode in opremo. Organizirana bo tudi razstava opreme in proizvodov s področja materialov.

Delovna jezika bosta slovenski in angleški. Zadnji rok za oddajo povzetkov je 30 marec 1995. Pošljite jih na naslov:

#### Organizacijski odbor Portorož 95

Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, pp 431, 61001 Ljubljana,

kjer dobite tudi dodatne informacije (tel. 061 1251 161, fax: 061 213 780, e-mail: monika.jenkoguest.arnes.si)

## OGREVANJE VZORCEV V NIZKOTLAČNI VODIKOVI PLAZMI

M. Mozetič, M. Drobnič\*, A. Zalar, B. Praček, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61111 Ljubljana, \* Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

### Heat treatment of samples in low pressure hydrogen plasma

#### ABSTRACT

A method of heat treatment in inductively coupled low pressure weakly ionized RF hydrogen plasma is described. The method is characterized by fast heating and cooling of a sample, and highly reductive atmosphere at room and elevated temperature.

#### POVZETEK

Opisujemo metodo za ogrevanje vzorcev v induktivno vzbujani nizkotlačni šibkoionizirani RF vodikovi plazmi. Metodo odlikuje hitro ogrevanje in ohlajanje vzorca ter redukcijska atmosfera že pri sobni in povišani temperaturi.

#### 1 Uvod

Pri povišani temperaturi lahko sprožimo ali pospešimo različne fizikalne in kemijske procese v snovi ali na njeni površini. Za doseganje visokih temperatur uporabljamo različne metode gretja. Najbolj običajno je ogrevanje v pečeh, kjer se s konvekcijo plina in s sevanjem prenaša toplota od grelcev na vzorec. Za doseg določenih učinkov uporabljamo različne mešanice plinov. Vzorce npr. uspešno reduciramo v mešanicah plinov, ki vsebujejo vodik ( $N_2 + H_2$ ,  $Ar + H_2$ ,  $H_2 + H_2O$  itd). Najvišja temperatura, ki jo lahko dosežemo v pečeh, in hitrost ogrevanja vzorca, sta odvisni od karakteristik peči. Navadno je hitrost ogrevanja omejena na nekaj  $10^\circ C$  v minuti (manj kot  $1^\circ C/s$ ). Najvišja temperatura vzorca je pogosto  $1200^\circ C$ , pri posebnih pečeh pa  $1700^\circ C$ . Če želimo pospešiti hitrost naraščanja temperature vzorca ali pa ga ogreti do  $3000^\circ C$  ali več, si moramo pomagati z drugimi metodami ogrevanja, na primer s curkom hitrih elektronov ali curkom fotonov. Pri tem smo že zašli na področje vakuumске tehnike, saj je povprečna prosta pot elektronov pri atmosferskem tlaku manj kot 1 m, in si torej s še tako hitrimi elektroni ne moremo dosti pomagati. Z laserskim žarkom lahko ogrevamo vzorce tudi pri atmosferskem tlaku (lasersko varjenje, /1,2/), vendar pa je metoda primerna le za ogrevanje majhne površine vzorca.

Včasih želimo doseči nekatere kemijske reakcije na površini vzorca pri razmeroma nizki temperaturi. Lep primer je nizkotemperaturna redukcija tankih plasti kovinskih oksidov /3/. V tem primeru si z ogrevanjem v termodinamsko stabilnih sistemih ne moremo kaj dosti pomagati, saj je v takih sistemih hitrost reakcije enolično odvisna od temperature. Izbrati moramo termodinamsko neravnovesni sistem. Najpogostejši način za prehod plina v neravnovesno stanje je nizkotlačna razelektritev. Plin preide v stanje plazme, ki je izredno primeren medij za kontrolirano ogrevanje vzorcev v plinih z željenimi lastnostmi.

#### 2 Nizkotlačna vodikova plazma

Električno nabiti delci, ki so v majhnem številu vedno prisotni v plinu, se v električnem polju pospešujejo. Pri znižanem tlaku, ko je povprečna prosta pot že precejšnja, lahko nabiti delci med dvema zaporednima trkoma pridobijo kinetično energijo, ki je precej večja od pov-

prečne kinetične energije zaradi termičnega gibanja. Težki nabiti delci (molekularni in atomarni ioni) ob trkih z nevtralnimi delci izgubljajo energijo, ki so jo pridobili v električnem polju (prožni trk dveh enako težkih kroglic). Nasprotno pa je energijska izmenjava med elektroni in nevtralnimi delci pri prožnem trku zaradi velike razlike mas šibka. Če se elektron pri trku z nevtralnim delcem ni sopal nazaj, se do naslednjega trka dodatno pospeši. Po nekaj takšnih zaporednih trkih lahko pridobi dovolj energije za neprožni trk, ki lahko privede do ionizacije molekule ali atoma. Elektroni se torej v električnem polju pospešujejo in ob trkih z nevtralnimi delci pomnožujejo. V kolikor je jakost polja dovolj velika in so tudi drugi parametri (tlak, velikost komore...) pravilno izbrani, se elektroni ob vklopu polja plazovito pomnožijo. Pozitivni ioni, ki prav tako nastanejo ob ionizaciji, zaradi velike mase le počasi difundirajo proti stenam razelektritvene komore in v plinu ustvarijo oblak pozitivnega naboja, ki s svojim potencialom prepreči difuzijo mnogo hitrejših elektronov na steno, kjer se rekombinirajo. Po vklopu električnega polja torej gostota prostih elektronov v plinu naglo naraste. Plin preide v stanje, ki ga imenujemo plazma.

Neprožni trki elektronov z nevtralnimi delci pa ne privedejo le do ionizacije le-teh, ampak še pogosteje do disociacije molekul, ekscitacije rotacijskih in vibracijskih stanj molekul ter enoelektronske ekscitacije molekul in atomov. Nekatere reakcije, ki potekajo v nizkotlačni vodikovi plazmi pri neprožnih trkih elektronov s težkimi delci, so prikazane v tabeli 1. Vodik se torej v plazmi nahaja v različnih stanjih, najpogostejša pa so:

- $H_2$  .. molekula v osnovnem vibracijskem stanju
- $nH_2$ .. molekula v višjem vibracijskem stanju
- $H_2^*$  .. molekula v enoelektronskem vzbujenem stanju
- $H_2$  .. molekularni vodikov ion
- $H$  .. nevtralni vodikov atom
- $H^+$  .. atomarni vodikov ion (proton)
- $H^*$  .. atom v enoelektronsko vzbujenem stanju

Gostote in temperature posameznih vrst delcev so odvisne od različnih parametrov, kot so jakost polja, totalni tlak, parcialni tlak vodika, oblika in velikost komore, vrsta materiala, iz katerega je komora izdelana, ter stanje površine. V našem laboratoriju običajno generiramo vodikovo plazmo, v kateri je temperatura težkih delcev  $20 - 70^\circ C$ , temperatura elektronov  $20000 - 100000^\circ C$ , gostota nabitih delcev  $10^{14} - 10^{17} m^{-3}$ , gostota nevtralnih atomov  $10^{18} - 10^{22} m^{-3}$ , gostote delcev do  $10^{23} m^{-3}$  /12,13,14,15/, gostote delcev v vzbujenih stanjih pa nismo merili.

Zgornje številke ne povedo veliko, vsekakor pa tudi približno ni razvidno, kako sploh lahko kaj segrejemo v plazmi. Temperatura elektronov je res visoka - več  $10000^\circ C$ , vendar pa je njihova gostota zelo majhna, prav tako pa je izredno majhna tudi toplotna kapaciteta. Če je vzorec na potencialu plazme, je gostota toka elektronov na površino  $j = 1/4 n v = 10^{21} m^{-2} s^{-1}$ . Če se

elektroni dobro akomodirajo na površini, prinašajo našemu vzorcu energijski tok  $10^3 \text{ W m}^{-2} = 10^{-3} \text{ W mm}^{-2}$ . Z elektroni si torej ne moremo dosti pomagati.

Tabela 1. Nekatere reakcije v vodikovi plazmi. Podatki so vzeti iz člankov /4 - 11/.

reakcija	energ. prag [eV]	maks. presek [ $10^{-16} \text{ m}^2$ ]
$\text{H}_2 + e \rightarrow \text{H}_2^+ + 2e$	15.4	1.1
$\text{H}_2 + e \rightarrow \text{H}^+ + \text{H} + 2e$	18.0	0.005
$\text{H}_2 + e \rightarrow \text{H}^+ + \text{H}^+ + 3e$	46	0.005
$\text{H}_2^+ + e \rightarrow \text{H}^+ + \text{H} + e$	12.4	3-16
$\text{H}_2 + e \rightarrow \text{H} + \text{H} + e$	8.5	0.6
$\text{H}_2^+ + e \rightarrow \text{H} + \text{H}$	0	100
$\text{H} + e \rightarrow \text{H}^+ + 2e$	13.5	0.65
$\text{H} + e \rightarrow \text{H}^*(2P) + e$	10.2	0.7
$\text{H}^+ + e \rightarrow \text{H}^+ + 2e$	3.3	15
$\text{H}_2 + e \rightarrow \text{H}_2^* + e$	10.3	0.2

Nekoliko bolj perspektivna je absorpcija svetlobnih kvantov, ki nastajajo v plazmi ob relaksacijah, vendar pa gostote delcev v vzbujenih stanjih nismo merili.

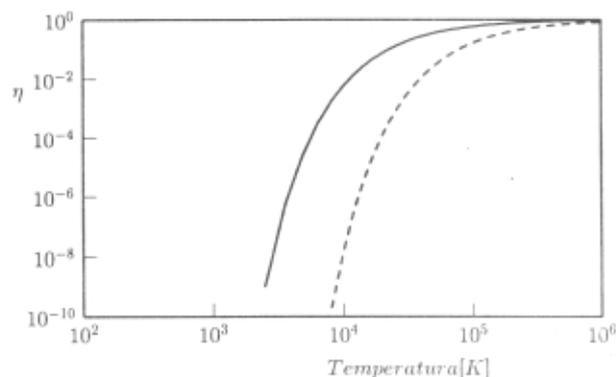
### 3 Ogrevanje z atomarnim vodikom

Temperature težkih delcev v plazmi so blizu sobne, tako da vzorec, ki ga izpostavimo plazmi, na prvi pogled nima dosti možnosti za ogrevanje. Vendar pa prvi pogled temelji na predpostavki, da je plin termodinamsko ravnovesen. To pa tudi približno ni res. Visoka stopnja disociiranosti molekul reda 10% pri sobni temperaturi zagotovo ni ravnovesna. V ravnovesnem sistemu dobimo tolikšno stopnjo disociiranosti molekul šele pri temperaturi plina 20000°C (glej sliko 1)! Skrajni čas je, da namesto °C uporabimo primernejšo enoto eV, pri čemer 1eV ustreza približno 11000°C. Nevtralni atomi vodika res nimajo visoke temperature, zato pa imajo veliko potencialno energijo, ki je kar enaka polovici disociacijske energije molekule vodika ( $W_D = 4.5 \text{ eV}$ ). Če torej potopimo v plazmo z visoko stopnjo disociiranosti vzorec, na katerem poteka intenzivna rekombinacija atomov vodika, se bo ta močno segrel. V tem primeru je energijski tok na vzorec:

$$P = \left(\frac{1}{4}nv\right)\left(\frac{1}{2}W_D\right)\gamma A \quad (1)$$

kjer je n gostota atomov vodika v okolici vzorca, v njihova povprečna velikost hitrosti,  $W_D$  vezavna energija vodikove molekule,  $\gamma$  rekombinacijski koeficient za reakcijo  $\text{H} + \text{H} \rightarrow \text{H}_2$  in  $A$  geometrijska površina vzorca. Enačba velja samo v primeru, ko je nastala molekula v

termodinamskem ravnovesju s površino. Termodinamsko ravnovesje v tem primeru pomeni, da je porazdelitev molekul po ro-vibracijskih stanjih ustrežna temperaturi površine. Dejansko so meritve pokazale, da nastale molekule niso v ravnovesju s površino, ampak lahko zapustijo vzorec v visokih vibracijsko vzbujenih stanjih /15,16,17/. K sreči je takih molekul malo, tako da je napaka, ki smo jo zagrešili v enačbi (1) pri tem, ko nismo upoštevali, da sproščena energija ni enaka vezavni energiji molekule, manjša, kot je nenatančnost merjenja rekombinacijskega koeficienta.

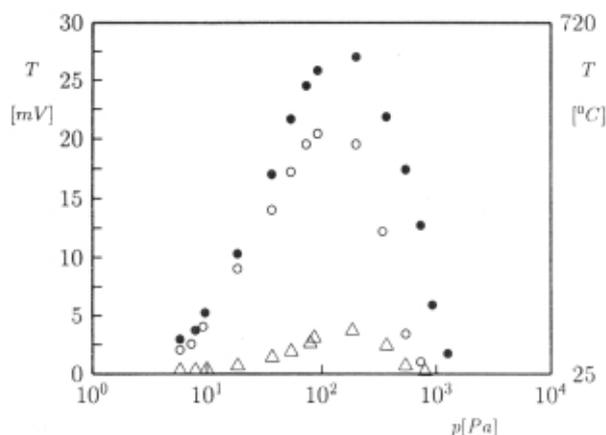


Slika 1. Stopnja disociiranosti (polna črta) in ioniziranosti (črtkana črta) vodikovih molekul v termodinamskem ravnovesju

V enačbi (1) smo privzeli, da se vzorec, ki je izpostavljen vodikovi plazmi, ogreva le z rekombinacijo nevtralnih atomov vodika, ki imajo sobno temperaturo. Če enačba (1) velja, za ogrevanje vzorcev sploh ne potrebujemo plazme, ampak zadošča že izpostava vzorca atomarnemu vodiku. Na sliki 2 prikazujemo rezultate vrste meritev, ki smo jih opravili v vodiku z visoko stopnjo disociiranosti molekul (od 1 do 10 %, odvisno od tlaka /18/). Pri tem kaže še enkrat poudariti, da gre za termodinamsko izredno neravnovesen sistem. Temperatura plina je bila 25- 30°C in smo jo izmerili prav na mestu našega vzorca z neaktivirano sondo /19/.

Popolnoma brez plazme tudi pri teh meritvah le ni šlo. Nizkotlačno šibkoionizirano RF vodikovo plazmo smo v opisanem primeru generirali v sosednji komori in jo izkoristili za to, da smo sploh dobili visoko stopnjo disociiranosti molekul. Plin smo potem skozi ozke steklene cevi vodili v merilno komoro, v kateri se je nahajal naš vzorec. Na površinah cevi se rekombinirajo nabiti delci, absorbirajo UV-žarki in relaksirajo vzbujeni delci iz plazme. V merilni komori tako dejansko dobimo le mešanico molekularnega in atomarnega vodika.

S slike 2 je razvidno, da lahko vzorce pri sobni temperaturi plina segrejemo do nekaj 100°C. Vendar pa je hitrost ogrevanja razmeroma nizka. Odvisna je od toplotne kapacitete vzorca in tlaka plina. V našem primeru je med 1°C/s pri nizkih tlakih in 10°C/s pri višjih tlakih. V splošnem je vendarle ugodneje, da vzorec direktno izpostavimo plazmi.



Slika 2. Ravnovesna temperatura ploščice iz niklja v mešanici atomarnega in molekularnega vodika. Merili smo pri treh močeh RF generatorja. Opaziti je močno odvisnost temperature ploščice od jakosti EM polja. Stopnja disociiranosti molekul je do 10% in je odvisna od tlaka.

#### 4 Ogrevanje v plazmi

Vzorec, ki ga obliva plazma, se segreva zaradi naslednjih površinskih pojavov:

- Absorpcija svetlobe iz plazme. Nizkotlačna plazma je močan izvir svetlobe v infrardečem, vidnem in ultravijoličnem delu spektra. Običajno prevladuje UV- svetloba. Posledice absorpcije fotonov so ogrevanje vzorca, stimulirana desorpcija adsorbiranih plinov in fotoefekt.
- Bombardiranje površine s pozitivnimi ioni. Posledice so ogrevanje vzorca, stimulirana desorpcija adsorbiranih plinov, odprševanje in sekundarna emisija elektronov.
- Rekombinacija nabitih delcev. Na površini potekajo rekombinacije atomarnih in molekularnih ionov.
- Rekombinacija molekularnih ionov lahko poteka kot  $H_2^+ + e^- \rightarrow H_2$  ali pa kot  $H_2^+ + e^- \rightarrow 2H$ , pri čemer v prvem primeru nastala molekula z veliko verjetnostjo zapusti površino v vibracijsko vzbujenem stanju. Posledica je ogrevanje vzorca.
- Akomodacija (relaksacija) vibracijsko vzbujenih molekul. Le-ta pogosto poteka po disociativni adsorpciji. Posledica je ogrevanje vzorca.
- Rekombinacija nevtralnih atomov tipa  $H + H \rightarrow H_2$ . Tudi v tem primeru je lahko nastala molekula v visokem vzbujenem stanju. Posledica je ogrevanje vzorca.

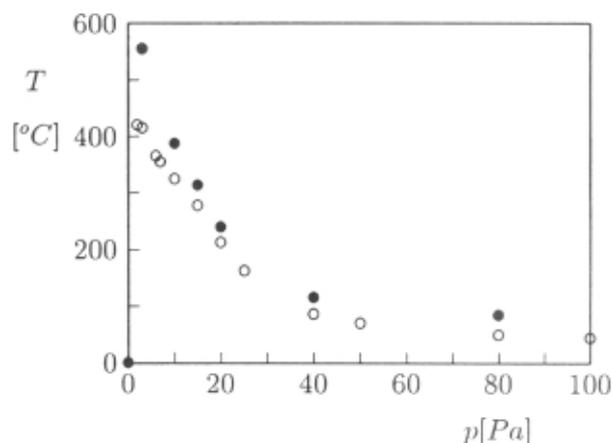
Kateri od navedenih mehanizmov je prevladujoč, je odvisno od stanja plazme in površine, pomemben dejavnik pa je tudi način generiranja plazme. Pri šibkoioniziranih plazmah, ki jih generiramo v komorah, katerih površine imajo majhen rekombinacijski koeficient  $\gamma$  (stekla, oksidirane kovinske površine) prevladuje ogrevanje, ki je posledica rekombinacije nevtralnih atomov vodika, na drugem mestu pa je absorpcija UV-svetlobe. Če so stene razelektrivne komore izdelane iz materiala z visokim rekombinacijskim koeficientom  $\gamma$  (materiali, ki kemisorbirajo vodik), je ravnovesna go-

stota atomov H tako nizka, da je tovrstno gretje zanemarljivo. V tem primeru prevladuje absorpcija UV-svetlobe, pri močnejše ioniziranih plazmah pa rekombinacija nabitih delcev in akomodacija nabitih delcev. Slednja postane prevladujoč način ogrevanja predvsem pri kombiniranih razelektrivah (npr. RF-razelektritev + tleča razelektritev). V tovrstnih plazmah je najvišja temperatura vzorca odvisna le od njegovega vrelišča, hitrosti ogrevanja vzorcev pa lahko presega  $1000^\circ\text{C/s}$ .

Povrnimo se k naši šibkoionizirani plazmi, kombinirano razelektritev pa pustimo za drugo priložnost. Vzemimo preprost vakuumski sistem, ki ga črpamo z dvostopenjsko rotacijsko črpalko in pastjo, ki je hlajena s tekočim dušikom. Vakuumski sistem je hermetično tesen. Pogosto ga prezračimo, med črpanjem pa nič ne pregrevamo, tako da plin v našem sistemu pri končnem tlaku vsebuje praktično samo vodno paro. Končni tlak v razelektrivni komori je  $2 \cdot 10^{-2}$  mbar, ko črpamo le z rotacijsko črpalko in  $4 \cdot 10^{-3}$  mbar, ko hladimo še past. Razelektrivno komoro smo izdelali iz kovarskega stekla (Schott 8250) in površino obdelali z agresivnimi čistili. S tem nam je uspelo povečati rekombinacijski koeficient  $\gamma$ .

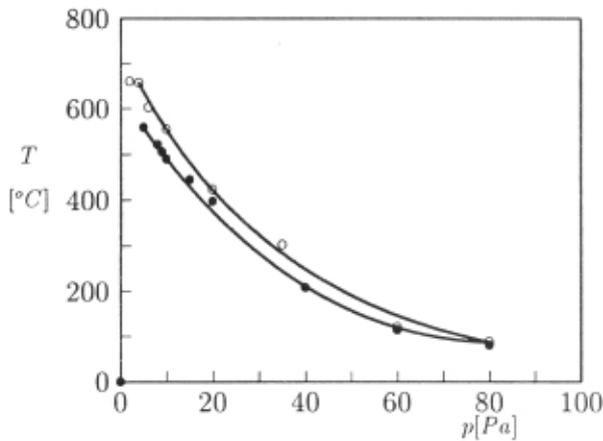
V sistem med črpanjem skozi precizni dozirni ventil vpuščamo vodik. Najprej smo plazmo generirali pri majhni gostoti EM-polja. V razelektrivno komoro smo namestili ploščico iz niklja, potem pa še enako veliko ploščico iz bakra. Ravnovesno temperaturo smo izmerili pri različnih delovnih tlakih med 1 Pa in 100 Pa. Pasti nismo hladili s tekočim dušikom. Rezultat je prikazan na sliki 3. Opazimo, da je odvisnost ravnovesne temperature ploščic od tlaka v tej plazmi popolnoma drugačna kot pri ogrevanju z atomarnim vodikom (glej sliko 2). Očitno nam je res uspelo povečati koeficient  $\gamma$  bolj, kot smo nameravali. Kljub temu opisani sistem omogoča kontrolirano ogrevanje vzorcev v atmosferi z zelenimi učinki. Pri vseh naslednjih poskusih smo delali v obstoječem sistemu, le da smo nekoliko povečali gostoto EM-polja, s katerim vzbujamo plazmo.

Zanimiv je poskus, katerega rezultat je prikazan na sliki 4. Merili smo ravnovesno temperaturo nikljeve ploščice v odvisnosti od tlaka pri dveh načinih črpanja: samo s



Slika 3. Ravnovesna temperatura vzorca Cu (zgornja krivulja) in vzorca Ni (spodnja krivulja) v odvisnosti od tlaka. Šibka vodikova plazma. Vzbujanje plazme: induktivno vezan RF-generator, 3 oboji tuljave.

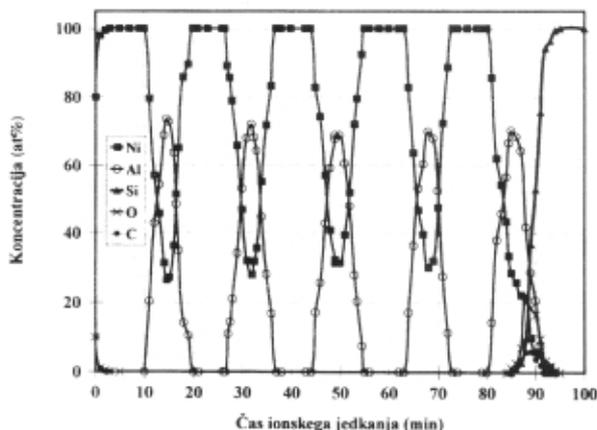
predčrpalko in s kombinacijo predčrpalke in pasti. Opazimo, da je ravnovesna temperatura pri nizkih tlakih odvisna od sestave plina (relativne vsebnosti vodne pare). Ogrevanje v bolj čistem vodikju je močnejše od ogrevanja v vlažnem vodikju, iz česar sklepamo, da tudi v obstoječem sistemu ogrevanje z rekombinacijo vodikovih atomov ni popolnoma zanemarljivo.



Slika 4. Ravnovesna temperatura Ni-sonde v odvisnosti od tlaka. Gostejša vodikova plazma. Vzbujanje plazme: RF-generator, 6 ovojjev tuljave. Spodnja krivulja - brez LN2 pasti. Zgornja krivulja - z LN2 pastjo.

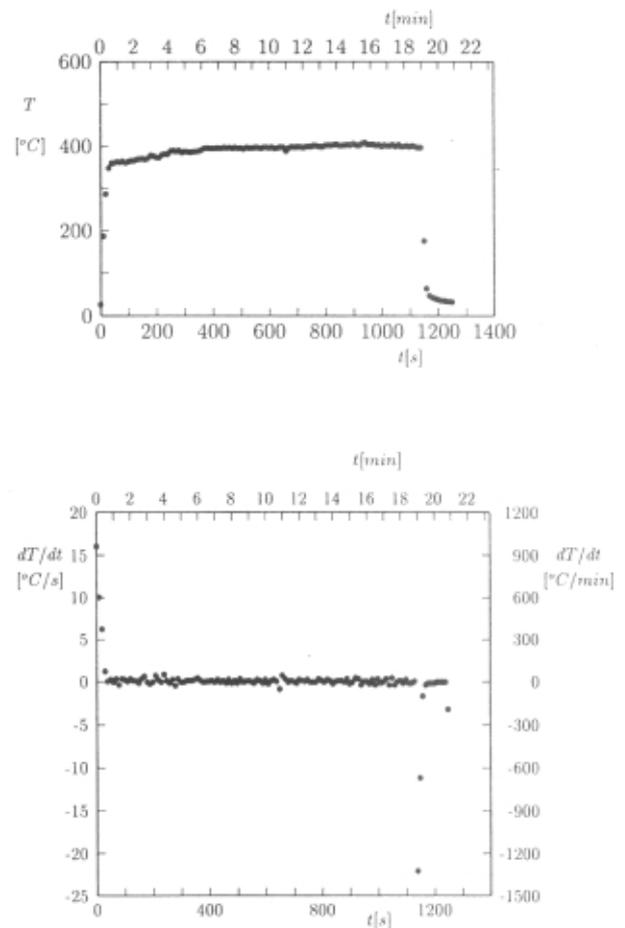
Sedaj, ko poznamo možnosti za ogrevanje poskusnih vzorcev v našem sistemu, se lahko lotimo konkretnih nalog. Izbrali smo vzorec tankoplastne strukture Ni/Al na Si-podlagi. AES profilna analiza vzorca je prikazana na sliki 5. Naloga je zastavljena takole:

- V kratkem času segreti vzorec do temperature 400°C
- Temperatura vzorca naj bo konstantna 20 minut
- V kratkem času ohladiti vzorec do sobne temperature
- Preprečiti oksidacijo vzorca med ogrevanjem
- Reducirati površinsko plast oksida še preden kisik difundira do meje Ni/Al.



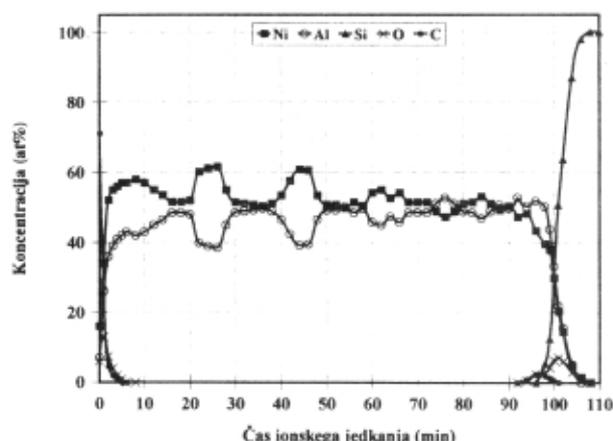
Slika 5. AES profilna analiza večplastne tankoplastne strukture Ni/Al pred ogrevanjem v vodikovi plazmi

Vzorec smo izpostavili plazmi pri tlaku 25 Pa. Od trenutka vklopa RF-generatorja smo merili temperaturo vzorca 21 minut. Krivulja in njen odvod sta prikazana na sliki 6. Iz slike 6 je razvidno, da vzorec že v prvi minuti ogrevanja doseže ravnovesno temperaturo približno 400°C. V začetku je hitrost ogrevanja nekaj več kot 10°C/s (več 100°C na minuto). Temperatura vzorca je potem konstantna. Po 19 minutah delovanja plazme izklopimo RF-generator in v istem trenutku zapremo ventil nad pastjo, s čimer "izklopimo" črpanje. Temperatura vzorca naglo pade do 50°C, kar je tudi temperatura plina med delovanjem RF-generatorja. Hitrost ohlajanja je več kot 1000°C na minuto.



Slika 6. Temperaturni potek vzorca večplastne tankoplastne strukture Ni/Al pri pregrevanju v nizkotlačni plazmi pri tlaku 25 Pa (a) in odvod krivulje (b). Črpanje s predčrpalko in LN2 pastjo. Pri času  $t = 0$  s smo plazmo vklopili, pri  $t = 1140$  s pa izklopili.

Profilna analiza vzorca po izpostavi v plazmi je prikazana na sliki 7. Opazimo, da je iz večplastne strukture nastala vsaj v povprečju homogena snov. V njej ni zaslediti kisika - naravno plast nikljevega oksida nam je torej uspelo reducirati, še preden bi kisiku pri povišani temperaturi uspelo difundirati v notranjost. Površina vzorca še vedno vsebuje kisik, ker smo ga izpostavili zraku, preden smo ga namestili v spektrometer Augerjevih elektronov.



Slika 7. AES profilna analiza večplastne tankoplastne strukture Ni/Al po ogrevanju v vodikovi plazmi.

## 5 Sklep

Prikazali smo možnosti, ki jih nudi nizkotlačna vodikova plazma za ogrevanje vzorcev. Vzorce lahko ogrevamo z interakcijo različnih delcev plazme s površinami. Nekoliko podrobneje smo prikazali dva načina ogrevanja:

- Ogrevanje v mešanici atomarnega in molekularnega vodika. Delamo pri sobni temperaturi plina. V tem primeru plazma rabi zgolj kot izvir atomarnega vodika. Ogrevamo lahko le vzorce, na katerih površinah poteka izdatna rekombinacija nevtralnih atomov vodika. Ta način ogrevanja je izredno čist, saj nimamo težav s spremljajočimi pojavi plazme, kot je npr. odprševanje. Zaradi velike gostote toka atomarnega vodika na površino obstaja možnost vodičenja kovin z velikim difuzijskim koeficientom za H. V nekaterih primerih lahko visoka gostota toka H na površino povzroči spremembo morfologije vzorca [20,21].
- Ogrevanje v plazmi. Temperatura plina je nekoliko povišana do približno 50°C. Za ogrevanje vzorcev izkoriščamo absorpcijo svetlobe, rekombinacijo nabitih delcev, šibko bombardiranje vzorca z ioni in delno akomodacijo vseh vrst delcev. Z uporabo šibkoionizirane induktivno vzbujane RF plazme dosežemo zelo majhno odprševanje in s tem zagotovimo

ustrezno čistost postopka. Delna disociiranost molekul vodika omogoča že pri nizki temperaturi hitro redukcijo površinske plasti oksida. Pri šibkoioniziranih plazmah je hitrost ogrevanja vzorcev reda 10°C/s, ravnovesna temperatura pa do 1000°C. Za dosego bistveno višjih temperatur ali hitrosti ogrevanja je potrebno uporabiti drugačno vzbujanje plazme. Pri našem delu se je zelo dobro obnesla kombinacija RF in tleče razelektritve, vendar pa rezultatov teh raziskav v tem članku nismo opisali.

## 6 Literatura

- /1/ S. Spruk, M. Jenko, L. Koller and D. Raišič, Vacuum 43 (1992), 769.
- /2/ S. Spruk, M. Jenko, L. Koller and D. Raišič, Vacuum 44 (1993), 461.
- /3/ F. Breclj and M. Mozetič, Vacuum 40 (1990), 177.
- /4/ J. T. Tate and P. T. Smith, Phys. Rev. 39 (1932), 270.
- /5/ H. F. Newhall, Phys. Rev. 621 (1942), 11.
- /6/ W. Balckney, Phys. Rev. 35 (1930), 1180.
- /7/ E. V. Ivash, Phys. Rev. 112 (1958), 155.
- /8/ L. A. Edelstein, Nature 182 (1958), 932.
- /9/ E. Bauer and T. Y. Wu, Canad. J. Phys. 34 (1956), 1436.
- /10/ W. L. Fite and R. T. Brackman, Phys. Rev. 112 (1958), 1141.
- /11/ W. L. Fite and R. T. Brackman, Phys. Rev. 112 (1958), 1151.
- /12/ M. Mozetič, M. Kveder, M. Drobnič, A. Paulin and A. Zalar, Vacuum 45 (1994), 1095.
- /13/ M. Mozetič, M. Kveder, A. Pregelj in M. Drobnič, Vakuumist 13/2 (1993), 21.
- /14/ M. Mozetič, M. Drobnič, F. Breclj and M. Kveder, Proc. 10th Int. Symp. Plasma Chemistry, Bochum (1991), 2.1.20.
- /14a/ F. Breclj, M. Mozetič, K. Zupan and M. Drobnič, Vacuum 44 (1993), 459.
- /15/ R. I. Hall, I. Čadež, M. Landau, F. Pichou and S. Schermann, Physical Review Letters 60, (1988), 337.
- /16/ I. Čadež, C. Schermann, M. Landau, F. Pichou, D. Popović and R. I. Hall, Zeitung f. Physik, D (1993), 328.
- /17/ D. Popović, I. Čadež, M. Landau, F. Pichou, C. Schermann and R. I. Hall, Meas. Sci. Technol. 1 (1990), 1041.
- /18/ M. Mozetič, M. Drobnič, and A. Pregelj, Proc. 13th Int. Vacuum Congress, Yokohama, poslano v objavo (1995).
- /19/ F. Breclj, M. Mozetič, M. Kveder and M. Drobnič, Proc. 11th Int. Symp. Plasma Chemistry, Loughborough (1993), 1546.
- /20/ M. Mozetič, M. Kveder, T. Mozetič and M. Drobnič, Cz. J. Phys. 43 (1993), 953.
- /21/ I. Chorkendorff and P. B. Rasmussen, Surf. Sci. 248 (1990), 35.

## IZOBRAŽEVANJE

**OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE ZA SREDNJEŠOLSKE PREDAVATELJE**  
**12.-14. maj, 11.-13. junij, 21.-23. september in 9.-11. november**

Tečaj je namenjen za popestritev pouka fizike in tehničnih znanj na srednjih in višjih šolah. Podrobnejša vsebina in razpis so posebej objavljeni v informativnih glasilih za šolstvo.

## NIZKOTLAČNA ARGONSKA PLAZMA V NAPRAVI ZA IONSKO PREKRIVANJE

Boštjan Peršak, Andrej Cvelbar in Boris Navinšek, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

### Low pressure argon plasma in an ion plating chamber

#### ABSTRACT

Low pressure argon plasma in a Balzers BAI 730 coating chamber is the basic medium for a vacuum deposition of hard protective coatings. The plasma confined by magnetic mirrors is sustained by means of a narrow beam of accelerated electrons. The radial distribution of the plasma density and the electron temperature on a half of the chamber height is presented. Plasma parameters were measured by means of the electrical (Langmuir) probe. Obtained experimental results for the density of the described plasma agree well with the results of the derived diffusion model.

#### POVZETEK

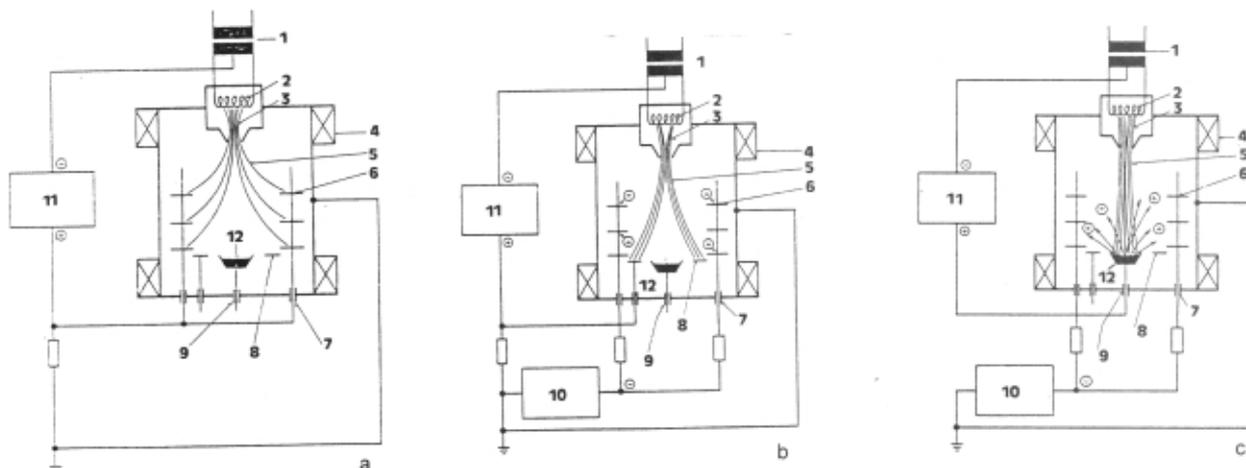
Nizkotlačna argonska plazma v Balzersovi napravi BAI 730 je osnovni medij vakuumskega nanašanja trdih prevlek. Plazmo, ki se nahaja med magnetnimi zrcali, vzdržuje curek pospešenih elektronov. Prikazana je radialna porazdelitev gostote plazme in temperature elektronov na polovici višine komore. Parametre plazme smo izmerili z električnim (Langmuirjevim) tipalom. Izmerjeno gostoto lokovne plazme smo primerjali z vrednostjo, ki smo jo izračunali iz difuzijske enačbe.

#### 1 UVOD

V Centru za trde prevleke Instituta "Jožef Stefan" uporabljamo za nanos zaščitnih trdih prevlek (TiN, CrN) Balzersovo napravo BAI 730. Osnovni medij vakuumskega postopka nanašanja (PVD) trdih prevlek je nizkotlačna argonska plazma ( $p_{Ar}=0,15$  Pa), ki jo vzdržuje curek hitrih elektronov. Celotni postopek je sestavljen iz treh delov (slika 1): plazemskega segrevanja, čiščenja (jedkanja) ter nanosa prevlek na orodja iz hitroreznega jekla. Z elektroni iz plazme segreje orodja do  $400^{\circ}\text{C}$ , tako da z njihovih površin odstranimo kondenzirane nečistoče (adsorbirane atome in mole-

kule). Kemosorbiranih in oksidnih nečistoč s pregrevanjem ne odstranimo, zato si pomagamo z ionskim jedkanjem, pri čemer površine obstreljujemo z visokoenergijskimi nereaktivnimi argonovimi ioni (200 eV). Ko so površine orodij očiščene, se prične postopek nanašanja kovinskih nitridov. Z elektronskim curkom segreje kovinsko pogačo (Ti, Cr) do temperature tališča. Ko se pogača raztali, pričnejo z njene površine intenzivno izparevati kovinski atomi, ki pri prehodu skozi področje elektronskega loka delno ionizirajo. Med nanosom uvajamo v vakuumsko posodo poleg argona še dušik, ki se v plazmi delno ionizira. Z negativno električno napetostjo na podlagah (-125 V) vse ione pospešimo proti površinam orodij. S tem povečamo verjetnost za kemijsko reakcijo med kovinskimi in dušikovimi ioni, hkrati pa zagotovimo rast nitridne plasti z ustrežno mikrostrukturo. Hitrost napačevanja titan-nitridne prevleke (TiN) je približno 30-50 nm/min.

Posebnost naprave BAI 730 je vzdrževanje argonske plazme z ozkim curkom primarnih elektronov, ki preseva komoro v njeni navpični osi. Primarne elektrone dobimo iz razžarjene tantalove katode in jih na izhodu iz ionizacijske komore pospešimo do kinetične energije  $E=50$  eV. Gostota primarnih elektronov je približno  $10^{15}$   $\text{m}^{-3}$ , njihova kinetična energija pa blizu vrednosti, pri kateri ima ionizacijski sipalni presek argonovih atomov maksimalno vrednost. Pogostost ionizacijskih trkov v območju elektronskega curka (plazemskega loka) je zato velika. Novonastali elektroni, ki imajo večjo kinetično energijo, kot je ionizacijski potencial argona ( $E_i=15,7$  eV), tudi ionizirajo nevtralne atome, zato se plazma razširi po celotni komori. Gostoti elektronov in ionov sta v plazmah z veliko koncentracijo nabitih delcev enaki. V območju plazemskega loka ta presega  $10^{18}$   $\text{m}^{-3}$ , medtem ko gostota termične plazme zunaj tega območja z oddaljenostjo pada (do  $10^{16}$   $\text{m}^{-3}$ ).



Slika 1. Poenostavljene sheme posameznih postopkov nanašanja trdih prevlek: a) segrevanje, b) jedkanje in c) nanos prevlek. (1 - transformator, 2 - žareča tantalova nitka, 3 - ionizacijska celica, 4 - tuljave za fokusacijo plazme, 5 - plazemski tok, 6 - podlage, 7, 9 - električni priključki, 8 - pomožna anoda, 10, 11 - električni napajalniki, 12 - lonček s talino)

Plazmo postavimo še v zunanje magnetno polje, ki ga ustvarimo s parom Helmholtzovih tuljav ob dnu in na vrhu komore. Gostota polja ( $B=5$  mT) je majhna, vendar dovolj velika, da omeji radialno gibanje elektronov, s tem pa zmanjša rekombinacijske pobege elektronov in ionov proti stenam komore. Prav tako se zaradi kroženja pot elektronov po komori podaljša, zato je število ionizacijskih trkov večje. Gostota plazme v magnetnem polju se tako poveča za faktor deset in več.

Za popolnejši opis plazme je potrebno navesti tudi povprečno kinetično energijo (temperaturo) elektronov. Energija se med delci plazme prenaša s trki. Termični elektroni pridobijo energijo ob trkih s primarnimi. V komori je gostota termične plazme mnogo večja od gostote primarnih elektronov. Povprečna kinetična energija plina termičnih elektronov je med  $kT_e=1-4$  eV, odvisno od gostote magnetnega polja in oddaljenosti od curka primarnih elektronov. Termični energiji  $kT_e=1$  eV ustreza temperatura  $T_e=11600$  K. Energijska izmenjava med delci je odvisna od njihovih mas, zato je izmenjava kinetične energije med elektroni in ioni ali atomi zaradi velike razlike v masah zanemarljiva. V nizkotlačnih plazmah se temperatura ionskega plina ne razlikuje od temperature nevtralnega plina ( $T=500$  K).

V nadaljevanju so prikazane radialne porazdelitve osnovnih parametrov argonske plazme. Izmerili smo jih na sredini višine komore, kjer je plazma najbolj homogena. Osnovne spremenljivke, kot so gostota plazme, elektronska temperatura in potencial plazme, lokalno učinkovito izmerimo z električnim (Langmuirjevim) tipalom. Ker nas je zanimala le ocena parametrov, smo uporabili enostavno izvedbo tipala, ki smo ga izdelali iz tanke volframove žice. Z Langmuirjevim tipalom merimo skupen elektronski in ionski tok na površino tipala v odvisnosti od napetosti na njem, iz tokovno-napetostne karakteristike pa določimo želen parameter. Za izračun je uporabljen Bohmov model. Prikazana je primerjava gostote plazme in temperature elektronov pri različnih vrednostih magnetnega polja, v območju od 0 do 5 mT. Za opisani sistem smo z magnetno hidrodinamiko (MHD) napovedali radialno porazdelitev gostote plazme po komori.

## 2 MERJENJE PARAMETROV PLAZME

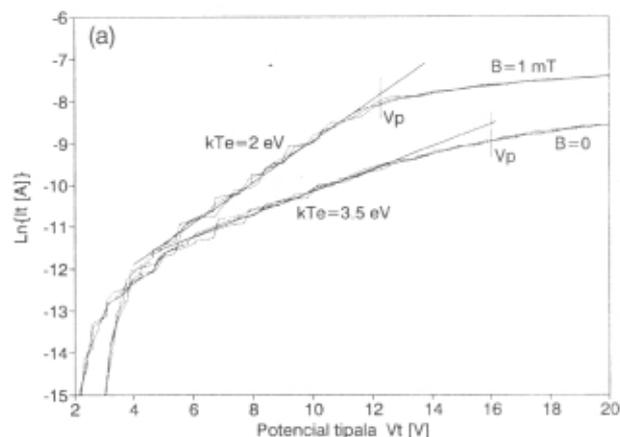
Langmuirjevo tipalo je v fiziki plazme kljub enostavni izvedbi eno od najuporabnejših diagnostičnih orodij, s katerim lahko študiramo lokalno porazdelitev osnovnih spremenljivk termičnega gibanja elektronov. Če nas ne zanimajo specifične lastnosti elektronskega plina, npr. natančna hitrostna porazdelitev elektronov, lahko izdelamo tipalo na zelo enostaven način: vzamemo volframovo žičko in jo po površini izoliramo s tankim steklenim valjem. En konec žičke priključimo na zunanjo napetost, drugega pa pustimo neizoliranega in ga postavimo v plazmo na želena mesto. Prosto čelo žičke predstavlja planarno Langmuirjevo tipalo. Premer žičke moramo izbrati tako, da je mnogo večji od razdalje, pri kateri še lahko govorimo o električni nevtralnosti plazme (Debyejeva dolžina), po drugi strani pa mnogo manjši od proste poti elektronov ali ionov. Premer uporabljenega tipala je 1 mm. Debyejeva dolžina opazovane plazme je reda velikosti 0,05 mm; prosta pot elektronov 10 cm, prosta pot ionov pa 1 cm.

Za obdelavo tokovno-napetostne karakteristike uporabimo enodimenzionalni planarni Bohmov model [1].

Celotni tok na tipalo je vsota elektronskega in ionskega toka, pri čemer je potrebno vedeti, da je termični tok elektronov zaradi njihove velike hitrosti mnogo večji od ionskega toka. Posebej zanimiv del tokovne karakteristike je napetostno območje, ki je za elektrone odbojno. V tem primeru je elektronski tok na tipalo sorazmeren produktu povprečne hitrosti elektronov ter njihove gostote v polju odbojnega potenciala. Idealno termodinamično ravnotežje elektronskega plina opišemo z maxwellsko hitrostno porazdelitvijo. Gostota takšnih elektronov je v polju odbojnega potenciala zmanjšana za Boltzmanov faktor, tako da je elektronski tok na tipalo enak:

$$I_e = \frac{1}{4} e_0 S_t n_{\infty} \sqrt{\frac{8kT_e}{\pi m_e}} \exp\left[-e_0(V_t - V_p) / kT_e\right], \quad (1)$$

pri čemer je  $S_t$  površina tipala,  $V_p$  pa potencial plazme, t.j. potencial, pri katerem tipalo ne vpliva na gibanje nabitih delcev. Iz zapisane enačbe je razvidno, da lahko iz nagiba logaritmirane tokovne karakteristike tipala enostavno določimo temperaturo elektronov. Na sliki 2a sta prikazani tokovno-napetostni karakteristiki za plazmo v magnetnem polju in zunaj njega. Že pri majhnem polju (1 mT) je opazen občuten padec elektronske temperature (iz 3,5 eV na 2 eV).



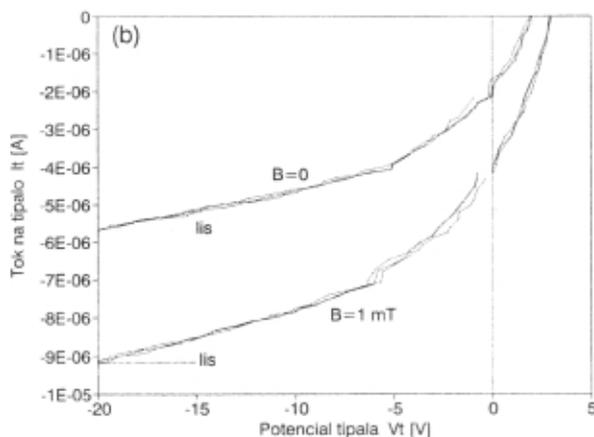
Slika 2a. Logaritmično izmerjene tokovne karakteristike za plazmo v magnetnem polju  $B=1$  mT in zunaj njega  $B=0$ ; tlak argona je bil  $p_{Ar}=0,15$  Pa, meritev pa je bila narejena na razdalji  $r=20$  cm od središča komore.

Ko večamo potencialno razliko med plazmo in tipalom, vedno manj elektronov premaga njegovo odbojno polje. Pri potencialu lebdenja  $V_f$  sta tokova elektronov in ionov izenačena, tako da je celotni tok na tipalu enak nič. Pod to napetostjo je tok na tipalu enak nasičenemu ionskemu toku. Ionski tok na tipalu lahko opišemo z Bohmovim modelom. Potencialna energija ionov (1 eV) je v privlačnem polju tipala mnogo večja od njihove termične energije ( $kT_i=0,05$  eV). Tok ionov je tako pogojen s hitrostjo, ki jo ioni pridobijo med pospeševanjem v polju tipala. Če hočemo natančneje opisati ionski tok na tipalu, moramo poznati spreminjanje potenciala plazme v njegovi okolici. Ker je tipalo za elektrone

odbojno, se v njegovi okolici oblikuje pozitivna prostorska naelektritev. To območje imenujemo mejna plast /2/. Zunaj tega območja je plazma nevtralna. Privzamemo, da je gostota ionskega toka v mejni plasti zaradi njene majhne širine (5-10 Debyejevih dolžin) konstantna. Z rešitvijo Poissonove enačbe določimo potencial plazme na meji med nevtralno plazmo in mejno plastjo. Izkaže se, da morajo biti ioni kljub začetnemu privzetku, da je plazma zunaj mejne plasti nevtralna, pospešeni že pred vstopom v mejno plast, če hočejo doseči tipalo. Poznavanje odvisnosti ionskega toka od osnovnih parametrov plazme je pomembno zato, ker lahko z uporabljenim tipalom najlažje izračunamo njeno gostoto ravno iz nasičenega ionskega toka  $I_{is}$ . Bohmov model daje za izračun gostote plazme naslednji izraz:

$$n = \frac{|I_{is}|}{0.61 e_0 A_i \sqrt{k T_e / M_i}} \quad (2)$$

Na sliki 2b je prikazano območje nasičenega ionskega toka. Ta z nižanjem napetosti še vedno pada, vendar se zadovoljimo z izmerjeno oceno nasičenega toka pri -20 V. Ugotovimo, da je gostota plazme, ki je potopljena v magnetno polje, večja od plazme, ki ni v njem.



Slika 2b. Območje nasičenega ionskega toka; gostota plazme se v magnetnem polju poveča.

Z Bohmovim modelom lahko ocenimo tudi vrednost potenciala plazme proti ozemljeni referenčni elektrodi. V ta namen moramo izmeriti potencial lebdenja  $V_f$ , ki je enak potencialu v plazmo potopljene izolirane elektrode. Če poznamo termično energijo elektronov, uporabimo za oceno potenciala argonske plazme naslednji izraz:

$$V_{pAr} = V_f + 5.2 k T_e / e_0 \quad (3)$$

Potencial plazme natančneje določimo s prvim odvodom tokovne karakteristike po napetosti tipala. Drugi odvod karakteristike namreč podaja hitrostno porazdelitev elektronskega plina /3/. Ko je napetost tipala enaka potencialu plazme, ga dosežejo vsi elektroni. Odbojni

potencial je takrat enak nič; v višjih odvodih takšnemu potencialu ustreza začetna hitrost ( $v=0$ ). Ker je porazdelitvena funkcija strogo pozitivna, je zato pri potencialu plazme enaka nič. Prvi odvod ima pri potencialu plazme ekstrem. Vendar je numerično odvajanje karakteristike zaradi napake meritve pogojeno z njenim poprejšnjim glajenjem. Glajenje funkcij je zamudno opravilo, zato se raje zadovoljimo z grobo Bohmovo oceno. Potential plazme je glede na ozemljene stene pozitiven in se spreminja v odvisnosti od razdalje in magnetnega polja med 15 in 20 V. Razlika med potencialom plazme, izračunanim z Bohmovo oceno in iz maksimalne vrednosti prvega odvoda, je od 1 do 5 V.

Površina tipala je bila ves čas meritve postavljena vzporedno s smerjo magnetnega polja. Pri uporabljenih magnetnih poljih ioni še niso namagneteni, kar pomeni, da magnetno polje ne vpliva na njihovo gibanje. Prav tako rotiranje elektronov ne spremeni preveč hitrostne porazdelitve. Privzamemo, da je hitrostna porazdelitev izotropna v radialni in longitudinalni smeri, tako da za spremembo gostote namagnetene elektronov v odbojnem polju tipala še vedno uporabljamo Boltzmannov zakon. Rečemo lahko, da je izračun parametrov plazme z Bohmovim modelom uporaben pri magnetnih poljih, ki še ne vplivajo na gibanje ionov (pri tlaku  $p_{Ar}=0,15$  Pa je mejna gostota  $B=20$  mT), ter za tipala, katerih površina je vzporedna s smerjo magnetnega polja.

Izmerjena karakteristika je zaradi enostavne izvedbe tipala pri napetostih nad potencialom plazme dvomljiva. Steklina izolacija je ves čas na potencialu lebdenja. Pri velikih potencialnih razlikah med izolacijo in tipalom se homogenost plazme v okolici tipala poslabša. Pri izmerjeni karakteristiki zato ne opazimo območja termičnega toka elektronov, iz katerega bi lahko enostavno določili njihovo gostoto, prav tako pa se nagib logaritmirane tokovne karakteristike pri napetostih v bližini potenciala plazme začne spreminjati. Obstajajo boljše izvedbe, npr. cilindrično ter kroglno tipalo, pri katerih je zasenčenje tipala z izolacijo manj izrazito.

### 3 RADIALNA PORAZDELITEV PARAMETROV PLAZME

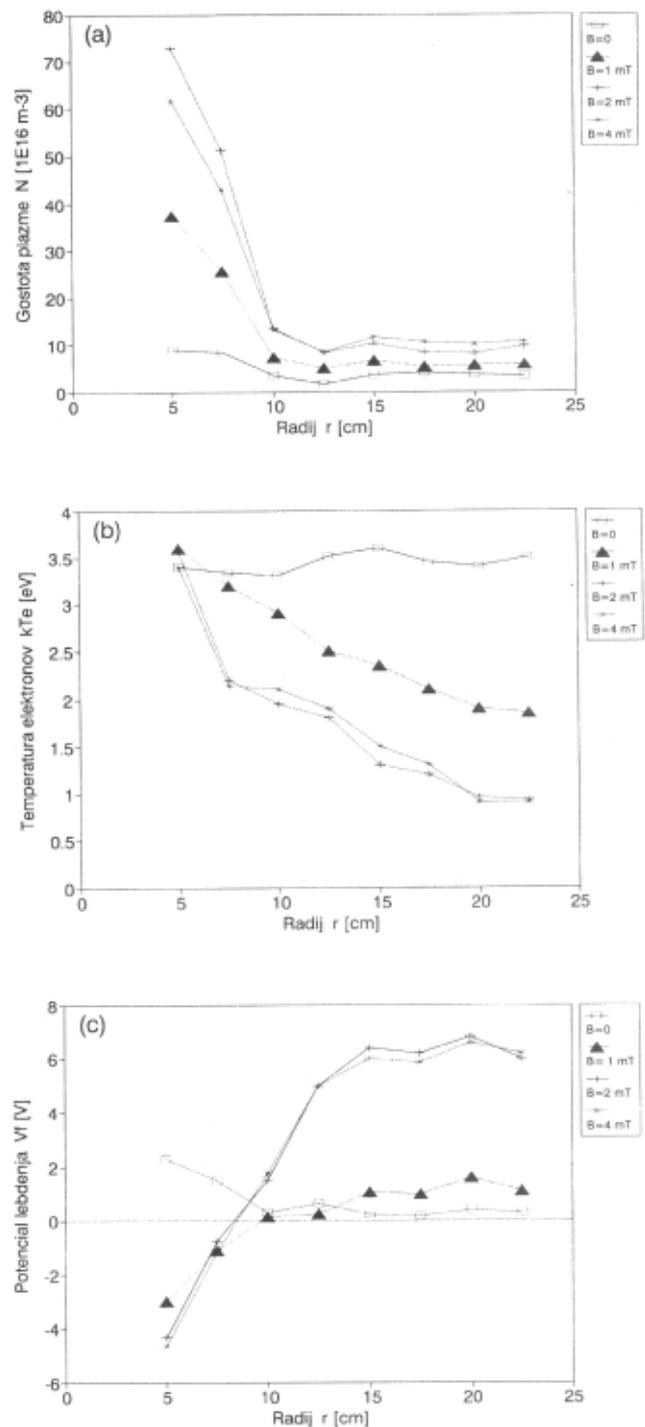
Obravnavana plazma se bistveno razlikuje od običajnih laboratorijskih - tlivnih plazem. Te prižge in vzdržuje zunanje električno polje. Če damo plin argona med plošči kondenzatorja, se redki nabiti delci v polju pospešijo. Ioni, ki priletijo na katodo, izbijajo z njene površine sekundarne elektrone. Ti elektroni se nato pospešijo do hitrosti, ki je zadostna za ionizacijo nevtralnih atomov. Pri ionizacijskem trku takšnega elektrona z argonovim atomom nastaneta dva elektrona in ion. Ker je verjetnost za ionizacijske trke sorazmerna z gostoto elektronov, prične gostota plazme hitro naraščati (približno eksponentno). Z večjim številom nabitih delcev pa prične naraščati tudi verjetnost za rekombinacijske izgube. Te so lahko posledica pobegov nabitih delcev proti stenam komore ali rekombinacijskih procesov (trkov) v sami plazmi. Plazma se ustali v ravnotežnem in stacionarnem stanju, ko se stopnji izgub in izvirov izenačita. Za tlivno plazmo, posebej za njen najbolj homogeni del, tj. pozitivni steber termične plazme, je značilno temperaturno ravnotežje plina elektronov. Termična energija elektronov mora namreč biti tako velika, da je število ionizacijskih dogodkov glede na izgube zadostno. Odvisna je predvsem od tlaka nevtralnega plina in jakosti električnega polja in je med

2 in 4 eV. V tlivni plazmi se elektronska temperatura po komori ne spreminja, ker pa se mora z zunanjim vzbujanjem sama oblikovati, jo imenujemo samovzdržljiva plazma.

Velikih gostot plazme in nekaterih njenih specifičnih lastnosti (npr. termoionskih tokov), ki so za tehnološko uporabo pogosto zelo zanimivi, s tlivno razelektrivjo ne moremo doseči. V teh primerih si pomagamo z lokovno plazmo (plasma arc). Pri tem elektrone, izparele iz segrete katode (tantalove ali volframove žičke), pospešimo do ustrezne hitrosti (50 eV) in jih v ozkem curku usmerimo proti anodi. Elektronski curek lahko za potrebe taljenja kovinske pogače z magnetnim poljem še dodatno zgostimo. V napravi BAI 730 je vrednost toka elektronskega loka, ki ga merimo na bakreni anodi ( $2r=10$  cm), približno 50 A. Hitri elektroni z veliko verjetnostjo ionizirajo nevtralne atome. Čeprav je gostota primarnih elektronov majhna,  $n_{\text{lok}}=10^{15} \text{ m}^{-3}$ , je stopnja ionizacije v območju plazemskega loka (pogostost ionizacijskih trkov primarnih elektronov je  $10^6 \text{ s}^{-1}$ ) mnogo večja kot v ostali plazmi (do  $10^3 \text{ s}^{-1}$ ). V območju loka je gostota plazme za faktor sto večja kot zunaj tega področja. Preostalo plazmo zaradi njenih termodinamičnih ravnovesnih lastnosti imenujemo termična plazma. Na meji med obema plazmama gostota izrazito pade, proti stenam komore pa se ne spremeni bistveno. Vedeti moramo, da so stene komore kovinske in ozemljene, zaradi česar v plazmi tečejo tokovi, njeno električno polje pa se v bližini sten izniči. Gostota argonske plazme je v bližini kovinskih nosilcev orodij približno  $10^{16} \text{ m}^{-3}$ , pri čemer je plazma v večjem magnetnem polju gostejša, slika 3a.

Termični elektroni dobijo večji del kinetične energije s trki ob primarne elektrone. Ko plazma ni v magnetnem polju, gibanje elektronov ni omejeno v nobeni smeri. V takšnem primeru se temperatura termičnih elektronov po komori ne spreminja ( $kT_e=3,5$  eV), kar je podobno kot pri tlivni plazmi. Razmere pa se povsem spremenijo, ko plazmo potopimo v magnetno polje. Ciklotronska frekvenca elektronov v uporabljenih poljih presega  $10^8 \text{ s}^{-1}$ , kar je mnogo več od števila elastičnih trkov delcev plazme ( $10^6 \text{ s}^{-1}$ ). Elektron se tako večkrat zavrti okoli magnetne silnice, preden trči z ostalimi delci, tako da je gibanje elektronov v smeri pravokotno na smer magnetnega polja omejeno na razdaljo Larmorovega radija (0,5 cm). V splošnem vsaka magnetna "steklenica" omeji pobeg (difuzijo) delcev na stene komore, zaradi česar se gostota plazme poveča po celotni komori. Ciklotronsko kroženje podaljša tudi pot elektronov, zato se število ionizacijskih in vzbuditvenih trkov v magnetnem polju poveča. Da je to res, se lahko prepričamo s prostim očesom, saj plazma v magnetnem polju žari močneje.

Posebnost obravnavane plazme je velik padec elektronske temperature zunaj območja plazemskega loka. Ta pojav opazimo v plazmi, ki je potopljena v magnetno polje, slika 3b. Če je termična energija elektronov v plazemskem loku enaka kot pri plazmi zunaj magnetnega polja (3,5 eV), proti stenam komore pade na presenetljivo nizko vrednost (pri  $B=2$  mT na 0,8 eV). Pri plazmi, ki ni v magnetnem polju, je značilna razdalja, pri kateri lahko govorimo o spremembi parametrov elektronov, velikost njihove proste poti (10 cm). O spremembi temperature elektronskega plina v magnetnem polju pa je smiselno govoriti šele, ko so razdalje večje od povprečnega Larmorovega ciklotronskega radija



Slika 3. Radialne porazdelitve a) gostote plazme, b) elektronske temperature in c) potenciala lebdjenja v odvisnosti od jakosti magnetnega polja.

elektronov ( $R_L=0,5$  cm). Razlog tega je v tem, da je v magnetnem polju izmenjava energije med primarnimi in termičnimi elektroni omejena na bližino elektronskega curka, na razdalji nekaj ciklotronskih radijev pa plazmo tvorijo pretežno hladni elektroni, ki energije primarnih elektronov zaradi oddaljenosti curka niso sposobni sprejeti. Pri takšnih energijah je za popolnejšo obravnavo plazme potrebno oceniti tudi vpliv ionizacij metastabilno vzbujenih argonovih atomov na gostoto in

temperaturo elektronov /4/. Argon ima močno vzbudljivi metastabilni stanji  $^3P_0$  (11,2 eV) in  $^3P_2$  (11,5 eV). Za ionizacijo takšnih atomov potrebujejo elektroni le kinetično energijo nad 4,2 eV, število hladnih elektronov, ki presegajo to energijo, pa je mnogo večje od števila elektronov, ki so sposobni ionizirati nevtralne atome. Zato kljub temu da je gostota metastabilnih argonovih atomov (groba ocena je  $10^{16} \text{ m}^{-3}$ ) mnogo manjša od gostote nevtralnih atomov ( $10^{19} \text{ m}^{-3}$ ), pričakujemo, da je pri počasnih elektronih (1 eV) število ionizacij metastabilno vzbujenih argonovih atomov večje kot število ionizacij nevtralnih atomov.

Za obravnavani plazemski sistem smo izdelali tudi enostavni difuzijski model, ki opisuje porazdelitev gostote plazme po komori /5/. Plazmo zaradi velike gostote nabitih delcev obravnavamo kot zmes kontinuumskih tekočin posameznih delcev. Povezavo med osnovnimi spremenljivkami posameznih zmesi podajata Navier-Stokesova in kontinuitetna enačba. Za območje termične plazme uporabimo klasično obravnavo, pri kateri upoštevamo, da se argonovi atomi ionizirajo le ob trkih s termičnimi elektroni. V območju plazemskega loka pa je potrebno upoštevati še ionizacijo atomov s primarnimi elektroni. Uporabljena kontinuitetna enačba je vsota gostote pogostosti ionizacijskih trkov s termičnimi in primarnimi elektroni:

$$\frac{\partial n}{\partial t} + \text{div}(n\mathbf{v}) = \Omega = n v_{\text{max}w} + K_I \quad (4)$$

Za plazmo je značilno kolektivno vedenje. Značilen primer je difuzija elektronov in ionov. Če bi namreč nabiti delci pronicali neovirano, bi v plazmi nastal primankljaj hitrih delcev - elektronov. Zato se v plazmi ustvari mikroskopsko električno polje velikih jakosti, ki elektrone zavre, ione pa pospeši. V ravnovesnem stanju ioni in elektroni difundirajo z enako hitrostjo. Takšno kolektivno vedenje delcev plazme imenujemo ambipolarna difuzija, v kateri sta gostoti in difuzijska tokova elektronov in ionov enaka. Vpliv magnetnega polja na transversalno gibanje elektronov opišemo v Navier-Stokesovi enačbi z Lorentzovo silo. Ker pa imamo opravka s komoro velikih dimenzij ( $2R=1 \text{ m}$ ), je potrebno v osnovni enačbi MHD upoštevati še silo trenja, ki je posledica razlike v difuzijskih hitrostih med nabitimi in nevtralnimi delci. Ta sila je v uporabljenem modelu sorazmerna s pogostostjo trkov med posameznimi delci plazme /5/, pri tem pa upoštevamo trke med elektroni in težkimi delci (atomi ali ioni) ter med argonovimi ioni in atomi. Difuzijska enačba za območje termične plazme je v tem primeru homogena:

$$D_{A\perp} \left[ \frac{\partial^2 n}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial n}{\partial r} \right] + D_{A\parallel} \frac{\partial^2 n}{\partial z^2} + v_{\text{max}v} n = 0, \quad (5)$$

medtem ko je za območje plazemskega loka nehomogena:

$$D_{A\perp} \left[ \frac{\partial^2 n}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial n}{\partial r} \right] + D_{A\parallel} \frac{\partial^2 n}{\partial z^2} + v_{\text{max}v} n + K_I = 0. \quad (6)$$

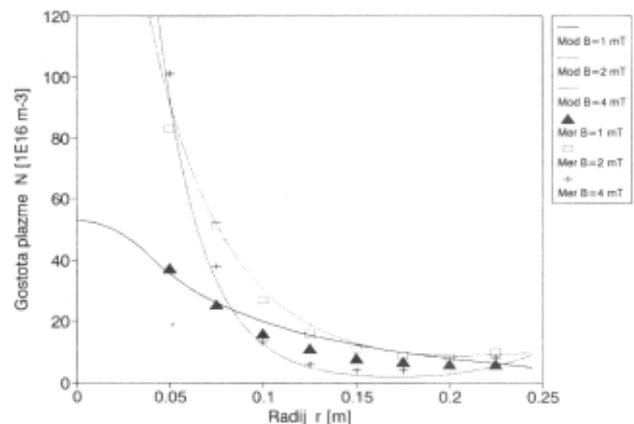
Ambipolarna difuzijska koeficienta delno ionizirane nizekotlačne plazme v smeri vzporedno in pravokotno na smer magnetnega polja imata naslednjo obliko:

$$D_{A\parallel} \cong \frac{2kT_e}{M_i v_{i,n}},$$

$$D_{A\perp} = \frac{D_{A\parallel}}{\left[ 1 + \frac{2m_e v_{e,n}}{M_i v_{i,n}} \left( 1 + \left[ \frac{\omega_e}{(v_{e,n} + v_{e,i})} \right]^2 \right) \right]} \quad (7)$$

Rešitvi obeh parcialnih diferencialnih enačb lahko zapišemo s tabeliranimi funkcijami (navadne in modificirane Besselove funkcije realnega ter imaginarnega argumenta) /5/. Za končno rešitev moramo upoštevati še robne pogoje. V modelu privzamemo, da gostota plazme na stenah komore ni enaka nič,  $n(R)=n_0$ , kot je pri plazmi v izolirani posodi, saj so stene komore kovinske in ozemljene. Prav tako predpostavimo, da je magnetno polje homogeno po celotni komori ter da je elektronski curek vzdolž osi z simetričen ( $r_0=4 \text{ cm}$ ), gostota in kinetična energija primarnih elektronov pa konstantni. Na meji med obema plazmama ( $r=r_0$ ) je potrebno rešitvi še "zlepiti", saj mora biti funkcija gostote zvezna in gladka po celotnem radiju. Na sliki 4 je prikazana primerjava med rezultati modelskih izračunov in meritev za plazmo, ki se nahaja v različno močnih magnetnih poljih ( $B=1, 2, 4 \text{ mT}$ ). V polju z gostoto  $2 \text{ mT}$  je ujemanje obeh rezultatov najboljše. Izpeljana rešitev za plazmo zunaj magnetnega polja ni preveč uporabna. V izpeljavi smo namreč privzeli, da je pogostost ionizacijskih trkov manjša od pogostosti elastičnih trkov. Za lokovno vzdrževano plazmo, ki ni v magnetnem polju, pa je ravno obratno. Za takšno plazmo dobimo drugačno difuzijsko enačbo, vendar je zaradi zapletenosti nismo rešili:

$$\frac{kT_e}{K_I M_i} \left[ n \nabla^2 n + (\nabla n)^2 \right] + K_I = 0. \quad (8)$$



Slika 4. Primerjava rezultatov modelskih izračunov in meritev za plazmo v magnetnem polju

Izpeljane rešitve se zelo razlikujejo od porazdelitve gostote tlivne plazme. Pri tlivni razelektritvi ima porazdelitev gostote približno obliko Besselove funkcije ničtega reda /6/, ki izrazitega skoka gostote v ozkem območju plazemskega loka ne opiše. Iz rezultatov meritev in modelskih izračunov je razvidno, da prične gostota plazme nad določeno gostoto magnetnega polja proti stenam komore padati. Na mestu, kjer so orodja najbolj izpostavljena delovanju plazme ( $r=20$  cm), je gostota plazme največja pri gostoti polja 20 Gauss. Zanimivo je, da je tudi elektronska temperatura pri takšnem polju na tem mestu najnižja ( $T_e=0,8$  eV). Sklepamo lahko, da je plazma najhomogenejša in magnetno najbolj zgoščena ravno pri gostoti polja 2 mT. Večja polja plazmo preveč zgostijo (gostota proti stenam pade), za obstoj termične plazme zunaj plazemskega loka pa je zaradi pomanjkanja elektronov potrebna rahlo večja elektronska temperatura ( $T_e=1,2$  eV).

#### 4 SKLEP

Poznavanje parametrov plazme v tehnološki napravi za nanašanje trdih zaščitnih prevlek je za doseganje optimalnejših delovnih razmer pomemben podatek. Delovne razmere v napravi lahko spreminjamo predvsem z jakostjo magnetnega polja in gostoto toka primarnih elektronov. Izkazalo se je, da sta porazdelitvi gostote in temperature elektronov zelo občutljivi predvsem na spremembo magnetnega polja. Tako je plazma pri majhnih poljih (1 mT) premalo zgoščena in tehnološko nezanimiva, medtem ko pri večjih poljih (nad 5 mT) postane proti stenam posode nestabilna. Da na mestu, kjer so orodja najbolj izpostavljena delovanju plazme, dosežemo optimalne razmere, moramo izbrati takšno polje, pri katerem je gostota plazme največja. Zanimivo je, da je pri tem pogoju ( $B=2$  mT) elektronska temperatura proti stenam komore najnižja, kar je dodaten dokaz, da je tako oblikovana plazma magnetno najstabilnejša. Osnovni podatki o plazmi se dajo izmeriti na zelo enostaven način z navadno kovinsko žičko, ustreznim napajanjem in priročnim ampermetrom. Prikazane meritve so bile narejene v najbolj homogeni plazmi, ki

jo v opisani komori še lahko oblikujemo, to pa zato, ker lahko čisto plazmo teoretično najuspešneje opišemo. Z uporabo osnovnih enačb magnetne hidrodinamike, predvsem prireditve kontinuitetne enačbe, lahko naredimo zadovoljiv model za opis porazdelitve gostote plazme, ki jo vzdržuje curek hitrih elektronov. Pri takšni obravnavi plazmo razdelimo na območje plazemskega loka in termične plazme. Izpeljana rešitev dobro opisuje radialno porazdelitev gostote lokovne plazme, posebej tiste, ki je potopljena v ne premočno magnetno polje. Določitev ravnotežne temperature elektronov je pri opazovani plazmi zapletena. Pri samovzdržljivih plazmah (tlivnih razelektritvah) jo lahko izračunamo iz ravnovesne enačbe med stopnjo difuzijskih izgub in ionizacijskih izvirov /6/. Pri lokovni plazmi pa lahko določimo ravnotežno temperaturo le na velikih razdaljah od curka primarnih elektronov, kjer je plazma še najbolj podobna pozitivnemu stebriču termične plazme. Modelsko vrednost temperature določimo z iskanjem največje stabilnosti rešitve parcialne diferencialne enačbe /5/. Pri tem opazujemo vedenje modelske gostote na nekem mestu v komori v odvisnosti od temperature elektronov. Izkaže se, da ima ta odvisnost pri določeni temperaturi izrazit minimum. Ker tako določene temperature zadovoljivo ustrezajo izmerjenim vrednostim, predvidevamo, da je opisani postopek iskanja ravnotežne temperature elektronskega plina pravilen.

#### 5 LITERATURA

- /1/ Lipschultz, B., Hutchinson, I., Labombard, B., and Wan, A., J. Vac. Sci. Technol. A 4 (1985) 1810-1816;
- /2/ Franklin, R., Plasma Phenomena in Gas Discharges, Oxford University Press 1976, Oxford;
- /3/ Medicus, G.J., J. Appl. Phys. 27 (1956) 1242-1248;
- /4/ Chapman, B., Glow Discharge Processes, John Wiley and Sons Inc. 1980, New York;
- /5/ Peršak B., Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, Oddelek za fiziko 1995, Ljubljana;
- /6/ Golant, V. E., Zhilinsky, A. P., Sakharov, I. E., Fundamentals of Plasma Physics, John Wiley and Sons Inc. 1980, New York.

## IZOBRAŽEVANJE

Vse uporabnike vakuumske tehnike obveščamo, da so letu 1995 predvideni naslednji strokovno izobraževalni tečaji:

#### VZDRŽEVANJE VAKUUMSKIH NAPRAV 12. in 13. april ter 28. in 29. november 1995

Obravnavana bo predvsem tematika, ki jo srečujemo v tehniki grobega vakuumu. To je: delovanje, vzdrževanje in popravila rotacijskih črpalk, pregled in uporaba različnih črpalk, ventilov in drugih elementov, meritve vakuumu, hermetičnost in odkrivanje netesnosti v vakuumskih sistemih, materialih za popravila, tehnike čiščenja in spajanja, skupno 16 ur, od tega tretjina praktičnih prikazov in vaj.

Cena tečaja je 28.000 SIT. Vsak tečajnik bo prejel tudi brošuro "Vzdrževanje vakuumskih naprav" in potrdilo o opravljenem tečaju.

#### OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE 13.- 15. junij ter 9.-12. oktober 1995

Ta tečaj je popolnejši od prvega, obravnava podrobneje vsa prej omenjena področja in poleg tega še: pomen in razvoj

vakuumske tehnike, fizikalne osnove, črpalke za visoki vakuum, tankoplastne in druge vakuumske tehnologije, čiste postopke, analize površin ter doziranje, čiščenje in preiskave plinov - skupno 20 ur z vajami in ogledom Inštituta.

Cena tečaja je 24.000 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj "Osnove vakuumske tehnike" in potrdilo o opravljenem tečaju.

Vsi tečaji se prično ob 8.00 uri v knjižnici Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, Ljubljana.

Prosimo zainteresirane, da se informativno javijo čimprej, za dokončno potrdilo udeležbe pa velja kopija položnice o plačilu - najkasneje tri dni pred pričetkom tečaja na naslov: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61111 Ljubljana (štev. žiro računa: 50101-67852240). Prijave sprejema organizacijski odbor (Koller, Spruk, Mozetič, Nemanič), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. 061263-461).

## ZGODOVINA VAKUUMSKE TEHNIKE NA SLOVENSKEM: ŠANTLOVA VAKUUMSKA ČRPALKA

Stanislav Južnič\*



**Anton Šantel** (1845-1920) je bil rojen v slovenski družini kajzarjev v Pesnici pri Lučanah na Kozjaku. Od leta 1865 je študiral matematiko in fiziko v Gradcu. Leta 1872 je postal profesor fizike na gimnaziji v Gorici.

Med prvo svetovno vojno je moral bežati v Krško. Šantlova žena, hči Avgusta in sin Saša so znani slovenski likovni umetniki.

Svak Antona Šantla je bil Dunajčan Ludwig Boltzmann (1844- 1903).

Leta 1873 in 1876 sta poročila sestri, štajerski Slovenki, Avgusto (1852-1934) in Henrietto (1854-1938) pl. Aigentler. Šantli so večkrat letovali skupaj z Boltzmanni. Šantlovemu sinu Saši so Boltzmanni pomagali med študijem na Dunaju (A. Šantel, 1989, 403 in S. Šantel, 1992, 117).

Šantel in Boltzmann sta sodelovala tudi kot fizika. Tako je Boltzmann v eni od svojih razprav leta 1883 citiral Šantlovo matematično obravnavo difuzije plinov.

### History of vacuum technique in Slovenian: Šantel's vacuum pump

#### ABSTRACT

Vakuum pump research of the Boltzmann's brother-in-law Slovene Anton Šantel is described. 112 years ago he published a paper that shows, that Slovenes had able physicists in the previous century.

#### POVZETEK

Opisujemo raziskovanje vakuumske črpalke Boltzmannovega svaka, Slovenca Antona Šantla. Pred 112 leti je objavil razpravo o vakuumski črpalki, ki kaže, da smo tudi v prejšnjem stoletju Slovenci imeli sposobne fizike.

#### ŠANTLOVA RAZPRAVA O VAKUUMSKI ČRPALKI

Šantel je objavil 5 razprav v Izvestjih goriške državne gimnazije. Leta 1883 se je zanimal predvsem za vakuumske črpalke. Kot kustos fizikalnega kabineta je kupil model živosrebrne zračne črpalke po Avgustu Töplerju (1836-1912). Obenem mu je sedmošolec Lovisoni Vulmar napravil in podaril Frikov aparat za priročno razvezovanje steklenih cevi (Šantel, 1883, 69), ki ga je gotovo uporabljal pri izdelavi svoje črpalke.

V Šantlovi razpravi o vakuumski črpalki sta poleg Torricellija omenjena še Töpler in Geissler (dvakrat na str. 28). Heinrich Geissler (1814-1879) je leta 1854 v Bonnu sestavil svojo črpalko, ki je dosegala tlak 0,01 mm Hg. V Bonnu je bil od leta 1859 nastavljen tudi Töpler kot kemik na Landwirtschaftsakademie Poppelsdorf. Leta

Zum Schlusse lasse ich noch einige numerische Werte folgen, welche ich der Güte der Herren Prof. Šantel und Hausmanninger verdanke. Dabei wurden sowohl die  $r$  als auch die  $\sigma$  berechnet. Als die beiden ersten Ableitungen der Gleichung (100) ergab sich

*Slika 1. Odlomek Boltzmannove razprave, v kateri je citiral Šantlovo obravnavno difuzije plinov*

1862 je sestavil enostavno barometrično zračno črpalko brez pip, ventilov in škodljivega prostora za doseganje visokega vakuuma. Ta naprava se je udomačila na vseh fizikalnih institutih, tudi v Gorici. S Töplerjevo črpalko je bilo mogoče za štirinajstkrat znižati zračni tlak Geisslerjeve črpalke. Med leti 1868-1876 je bil Töpler profesor fizike v Gradcu, Boltzmannov sodelavec in poročna priča. Töplerjev Fizikalni institut v Gradcu je bil ob otvoritvi leta 1875 največji na nemškem govornem področju (Stiller, 1989, 53) in je vplival tudi na raziskovalce v sosednjih slovenskih deželah.

Šantel je izdelal zračno črpalko za opazovanje tedaj modnega električnega praznenja v vakuumu. Osnovni problem dotedanjih črpalk je bilo slabo tesnenje pri ventilih ter krhkost tanke steklene stene vakuumske cevi, ki pogosto ni prenesla velikih tlakov. Šantlovo pozornost je pritegnilo naznanilo v strokovni fizikalni reviji o visokem vakuumu, doseženem z odtokanjem živega srebra po cevi. V takšnem vakuumu električna iskra ni več preskakovala na kratkih razdaljah, zato je bilo mogoče dosegati visoke napetosti med elektrodam.

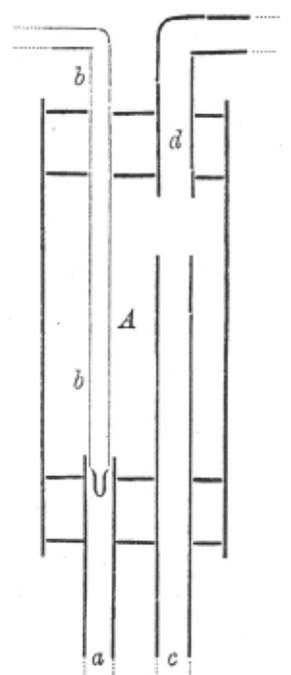
V Šantlovi črpalki je prosto padajoče živo srebro črpalo zrak iz posode. Dovolj dolg stolp živega srebra se je v cevi pod svojo lastno težo pretrgal in ustvaril vakuum,

\* Stanislav Južnič je profesor fizike in računalništva na srednji šoli v Kočevju. Leta 1980 je diplomiral iz tehnične fizike na Fakulteti za naravoslovje in tehnologijo, magistriral pa leta 1984 iz zgodovine fizike na Filozofski fakulteti v Ljubljani.

ki so ga imenovali po Torricelliju. V širokih ceveh je velika hitrost padanja kapljevine v navpični smeri preprečevala nastajanje zračnih mehurčkov.

Delovanje Šantlove vakuumske črpalke je bilo hrupno, saj so se po vrsti trgali posamezni kosi padajoče kapljevine in ustvarjali vakuum. Šantel je odsvetoval uporabo redkejših kapljev od živega srebra, saj bi morali imeti zanje večje črpalke, za nameček pa so še bolj podvržene izhlapevanju.

Prvi poskus črpanja s Šantlovo črpalco je potekal takole:



Slika 2. Shema Šantlove črpalke

Steklenica je bila postavljena ob zid, visok blizu 2 m. Pri ventilu jo je Šantel zatesnil z zamaškom iz kavčuka. Skozi zamašek je postavil dve stekleni cevi. Prva je bila kapilara s premerom 2 mm, dolga blizu enega čevlja. Bila je odprta na obeh straneh in postavljena navpično v steklenici brez zamaška. Druga cev je bila krajša in tanjša. Zadnja stran druge cevi je bila pristrena v odprtini prve cevi.

Spodnji prosti konec črpalne cevi je bil povezan v lonček z živim srebrom. Pod spodnjim koncem cevi, v katero je padalo živo srebro, je bila postavljena posoda za prestrezanje. Zgornji zbiralnik je bil do polnega nabit z živim srebrom. Nastal je zelo hiter tok živega srebra navzdol. V črpalni cevi se je živo srebro postavilo na barometersko višino.

Pri drugem poskusu je Šantel postavil recipient v vrat steklenice z gumijastim zamaškom. Nad recipientom je postavil vodoravno cev, dolgo 120 cm. Majhno odprtino v steni blizu spodnjega konca cevi je omehčal s plamenom. Omehčanega dela se je dotaknil s stekleno palico in napravil ost. Z osti je odstranil majhen konec in dobil fino odprtino.

Drugi konec cevi je potopil v živo srebro. Pod recipientom zračne črpalke je bil postavljen prazen kozarec. Ko je Šantel nalil živo srebro vanj, je črpalca začela delovati. Delovanje črpalke je opisal kot zelo dobro, saj: "Človek ne more verjeti svojim očem, ko opazuje gibanje v cevi".

Stekleni valj je imel premer 3 cm in višino 15 cm. V obe odprtini valja je Šantel postavil gumijaste zamaške na isti osi. Prostor med zamaški je uporabil kot zbiralnik živega srebra. Pokončni valj je bil pri višini 2 m oprt na zid ali na prenosno leseno stojalo.

V eni obeh luknjah spodnjega zamaška je bila postavljena cev a, v katero je padalo živo srebro. Njene močne stene so imele notranji premer 2,5 mm pri 140 cm dolžine. Skozi zgornjo luknjo nad njo je bila postavljena črpalna cev b s koncem v odprtini cevi a. Skozi drugo odprtino spodnjega zamaška se je po cevi c nastavljal dotok živega srebra v notranji prostor. Cevi c in a sta

imeli enako obliko. Blizu konca je imela cev c odprtino širine lasu, ki se je končevala v notranjem prostoru A blizu zgornjega zamaška.

Črpalca b je segala zunaj valja v barometer in se je vzporedno nadaljevala še 20 cm. Cevi a in c sta tesno druga ob drugi izhajali iz valja A. Pri enaki višini sta bili namočeni v zbiralnik živega srebra B. Pnevmatška cev d je bila preko recipienta sekundarne zračne črpalke tesno povezana z gumijasto cevjo.

Šantla je predvsem zanimalo:

- 1) Ali bo živo srebro teklo navzgor iz posode B v posodo A?
- 2) Ali se bosta tem primeru tokova v ceveh c in a uravnovesila?
- 3) Ali je črpanje zraka iz recipientov zadosti hitro za praktično uporabo aparata?

Na prvo vprašanje je pritrdilno odgovoril sam začetek delovanja črpalke. Drugo vprašanje je zadevalo spreminjanje toka živega srebra v prejšnjih neuspešnih poskusih. Glede tretjega vprašanja je Šantel ugotavljal, da je barometer že po 1 minuti pokazal "gostoto nič", saj na oko ni bilo več mogoče zaznati razlike višin živega srebra v krakih.

Težavam se je Šantel ognil takole:

- 1) Prostor A se je le počasi polnil skozi kapilare debeline cevi c. Težavi se ognemo z uporabo debelejših cevi.
- 2) Steber živega srebra v ravni cevi je segal navzgor v prostor A in dalje navzgor v odprtino pnevmatske cevi. Zataljeni nastavek cevi je odbijal udarce padajočega živega srebra.
- 3) Zaradi redčenja zraka v prostoru A je pritiskal zamašek še tesneje na valj, tako da je bila črpalna cev tesno v cevi, v katero je padalo živo srebro. Zamaška, ki sta delila prostor A v dva neenaka dela, je tlak premikal drugega proti drugemu.

Težavi 2) in 3) je Šantel odpravil z uporabo navpične steklene plošče velikosti ovojnice v osi valja A, ki je ovirala pretok zraka.

- 4) Nivo živega srebra je Šantel uravnaval v notranji posodi, ko je napolnil prostor A do zelene višine. Spodnji konec cevi ni bil potem nič več potopljen v rezervoar živega srebra. Tako zrak ni več teklo po ravni cevi in ni spreminjal gladine živega srebra.

Šantel je priporočal uporabo recipientov v črpalci. Opisane majhne dimenzije niso bile uporabne za praznenje velikih prostorov, razen pri Geisslerjevih ceveh, manjših električnih tokovih itd. Zato je bilo treba recipiente priključiti naravnost na cev. Vanjo je postavil 12 cm visoko, rahlo koničasto stekleno posodo močnih sten. Zapiral jo je trikrat preluknjani gumijasti zamašek z obsegom okoli 3 cm. V eni luknji je bila črpalna cev, iz katere se je nadaljevala zakrivljena barometerska proba. V drugo cev je bila postavljena druga barometerska proba, v tretji pa so bili recipienti. Ko je Šantel vpeljal vse tri cevi, je živo srebro zalilo prostor v posodi nad zamaškom. S tem je zagotovil konstantno gostoto zraka.

Napolnjena cev recipienta je imela obliko črke U z daljšo kapilarno, dolgo 76 cm, katere konec je bil v napolnjeni posodi. Posoda je bila do polovice napolnjena z živim srebrom. Cev je segala do same gladine, ne da bi se vanjo potopila. Segala je 76 cm v višino, na koncu pa je bila povezana z recipienti. Gladino živega srebra v

posodi je Šantel uravnaval z jekleno žico v zamašku, ki je nosila jekleni valj. Jekleni valj je navadno plaval nad gladino živega srebra, lahko pa se je potopil skupaj z jekleno žico. Tako je Šantel uravnaval gladino živega srebra v U-cevi.

Šantel je opisal svoj aparat v petih točkah (str. 35):

- 1) Aparat črpa zrak iz enega recipienta, ne da bi bilo samo črpanje omejeno s škodljivim prostorom.
- 2) Pred uporabo aparata ročno zatalimo zračno črpalko in jo prilagodimo velikosti dolgega gibljivega bata. Delo ni utrudljivo, saj lahko vmes počivamo.
- 3) Aparat lahko uporabljamo kot batno zračno črpalko. Tok živega srebra povzroča črpanje zraka iz posode.
- 4) Opisani aparat lahko vsak zlahka sestavi, pri čemer stekleno cev upognemo v ognju. Vsi deli so povezani drug z drugim z gumijastimi zamaški. Tako lahko vsak del zlahka nadomestimo v primeru padca ali zloma. Cena naprave ni visoka. Ugodna je tudi možnost, da lahko aparat povsem razstavimo in očistimo.
- 5) Živo srebro se izgublja pri delovanju batne črpalke. Zato uporabimo minimalno količina živega srebra, ki je škodljivo, ko se prenaša v okolje."

Šantel je dognal, da se živo srebro po dolgotrajni uporabi prekrije s črno površino, ki maže stekleno steno. Pojav povzroča žveplo, ki ga vsebuje kavčuk v zamaških.

Trenje živega srebra ob steklene stene posode povzroča elektriko in nastajanje ozona. Ta veliko bolj oksidira živo srebro kot navaden kisik.

Šantel je lahko še povečal zmogljivost aparata z uporabo izhodne cevi velikega notranjega premera. Posebno rad je opazoval pretakanje živega srebra skozi papirnati lijak v pokončni cevi v zatemnjenem prostoru.

### Druge Šantlove razprave

V nadaljevanju razprave iz leta 1883 je Šantel obravnaval še električno odbijanje kapljev, uporabo sončne energije za mehansko delo in novi način za prenašanje zvoka, ki ga danes poznamo kot Bellov telefon. Vsakemu pojavu je bilo posvečeno posebno poglavje. Prvo poglavje o vakuumski črpalki je bilo skoraj tako dolgo (10 strani) kot ostala tri skupaj (12 strani).

Na električno odbijanje kapljev je Šantla opozorila "kolegova razprava", ki je ni natančneje citiral. Podobno je pomanjkljivo citiral tudi vir ideje o aparatu za pretvorbo toplote sonca v mehansko energijo. Ta ideja naj bi bila "leta 1874 objavljena v več strokovnih časopisih". Šantel je uporabljal tri steklene vakuumske cevi, postavljene med seboj pod koti 60 stopinj. Motor z lopaticami so vrtila izparevanja iz spodaj postavljene segretega etra, ki je bil speljan na lopatice po steklenih ceveh. Takšen "motor" je lahko več mesecev poganjal uro. V stekleni cevi z motorjem ni bilo zraka razen etrovih par. Ob zaključku je Šantel ocenil še izkoristek naprave (str.42).

Šantlova naprava spominja na deset let starejši Crookesov radiometer, čeprav ni bila "katodna cev" in je uporabljala pare etra. Crookesov radiometer, ki se je pod vplivom toplote vrtil v vakuumski cevi, je bil sprva napak sprejet kot dokaz o tlaku "katodnih žarkov". Prvič

je bil opisan leta 1873 in je izzval polemiko med Maxwellom, Osbornom in Reynoldsom (Brush, 1969). Danes vemo, da radiometer poganja temperaturna razlika in z njo povezan podtlak na lopaticah.

Zadnji del Šantlove razprave iz leta 1883 je zadeval Graham-Bellov telefon, ki se je v Evropi pojavil leta 1877 (Klemenčič, 1881, 52). Šantel je razpravljal o možnosti lastne izdelave telefona. Pri tem je na straneh 44-46 zapisal tudi nekaj enačb, ki so zadevale magnetizacijo membrane v telefonu. Razmišljal je tudi o fantastični možnosti vzporednega telefonskega prenosa slike in zvoka (str. 47).

### SKLEP

Šantel je bil nadarjen eksperimentator. Sodeloval je s svakom Boltzmannom, ki je tisti čas (1883) predaval splošno in eksperimentalno fiziko na univerzi v Gradcu, in je bil, ob Stefanu, najpomembnejši avstrijski fizik svoje dobe. Svoje znanje je Šantel s pridom uporabil za konstrukcijo vakuumske črpalke. Šantlovo do sedaj premalo raziskano delo je slovenski prispevek k napredku vakuumske tehnologije za raziskovanje "katodnih žarkov".

### Objavljena fizikalna dela ANTONA ŠANTLA:

Physikalische Kleinigkeiten, Dreiunddreissigster Jahresbericht des K.K.Staats-Gymnasiums in Görz, Veröffentlichung am Schlusse des Schuljahres 1883, Görz 1883, str 27-49. Prvi del razprave Ein leicht herstellbarer Apparat zur Luftverdünnung mittelst Quecksilbers (str.27-36) je bil objavljen pod naslovom: Kaulbaum-Šantelsche Luftpumpe in Pfaunländerjevem Compendium der Experimentalphysik (SBL)

Über die wechselseitige Abhängigkeit zwischen den räumlichen Dimensionen der Naturkörper und den an ihnen vorkommenden Erscheinungen, Jahresbericht des K.K.Staats-Gymnasiums in Görz, 1888

Allgemeines und Specielles zur Methodik des Gymnasialunterrichtes, Jahresbericht des K.K.Staats-Gymnasiums in Görz, 1892

Elektrika, nje proizvodnja in uporaba, 1. del, I. Šubic, Ljubljanski Zvon 252-255. Recenzija dela Ivana Šubica (1856-1924), učitelja in pozneje direktorja na strokovni šoli v Ljubljani, natisnjena v Ljubljani leta 1897.

Bemerkungen zur Didaktik einigen Kapitel der Mechanik, Jahresbericht des K.K.Staats-Gymnasiums in Görz, 1902

### LITERATURA

Boltzmann Ludwig (1844-1906), Wissenschaftliche Abhandlungen, Leipzig, 1909, III del. Rimske številke zadevajo vrstni red razprave v tem ponatisu. V popisu avtorjev (1909, 697) je po pomoti naveden tudi Boltzmannov citat Šantla v razpravi številka LXII iz leta 1881, ki ga tam ni.

Brush S.G. in Everitt, Maxwell, Osborne, Reynolds and the radiometer, HSPS, 1 (1969)

Klemenčič Ignac (1853-1901), O fotofonu, Ljubljanski Zvon, 1881, 52-55 in 122-124. Ponatis v Zborniku za zgodovino naravoslovja in tehnike, 1 (1971) 100-102

Stiller Wolfgang, Ludwig Boltzmann, Verlag Harri Deutsch, Thun, Frankfurt am Main, 1989

Šantel Anton, Moji spomini, Srce in oko, Obzornik Prešernove družbe, junij 1989. Ponatis Šantlovih spominov iz leta 1889 in iz obdobja po 1. svetovni vojni.

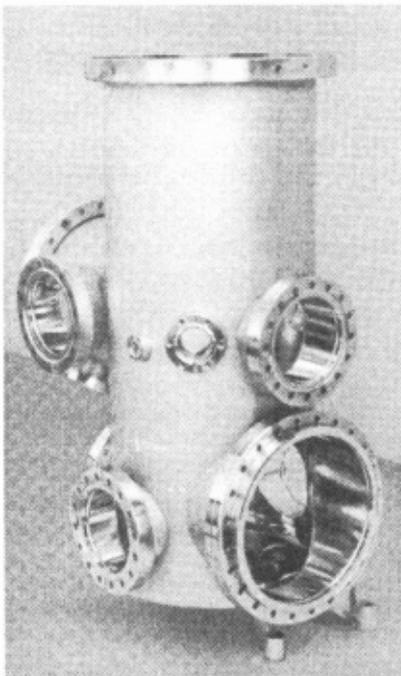
Šantel Saša, Spomini, Srce in oko, 33 (1992)

# NASVETI

## Elektropoliranje za vakuumsko tehniko

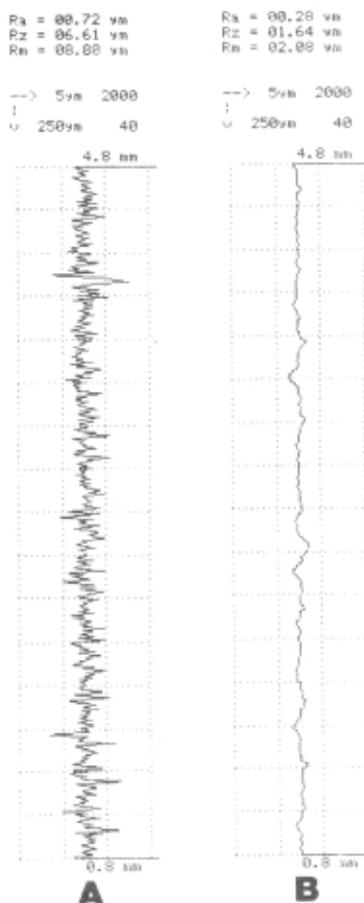
Fina obdelava kovinskih površin z brušenjem in poliranjem je splošno znana in se uporablja predvsem v kemijski, prehrabni in farmacevtski industriji, v biokemiji, medicini, tekstilni in papirni ter avtomobilski industriji, pa tudi v jedrski, vakuumski in kriogeniki tehniki.

Elektropoliranje je le eden od načinov poliranja kovinskih površin, zrcalno poliranje pa je njegova modifikacija. Oboje se uporablja v visoko-, ultra visoko- in ekstremno visokovakuumski tehniki. Zakaj? Doseganje ultra visokega (UVV) in ekstremnega visokega vakuuma (EVV) je odvisno med drugim tudi od odplinjevanja (desorpcije) plinskih in parnih (npr. vodnih) molekul, ki so adsorbirane na notranjih površinah komor. Število molekul v enojni (mono) plasti je sicer odvisno od velikosti posameznih molekul, približno pa jih je  $10^{15}$  na  $\text{cm}^2$ , ki so vse bolj ali manj šibko vezane na površino. Takih plasti pa imamo, "zloženih ena na drugi", lahko več tisoč. Vse te molekule, ali vsaj eno ogromno večino, pa moramo odstraniti iz vakuumске komore, če hočemo doseči tlake velikostnega reda pod  $10^{-7}$  mbar, torej UVV-področje, oz. pod  $10^{-12}$  mbar za EVV. Kot vemo, brez pregrevanja (npr. do  $400^\circ\text{C}$ ) ne bo šlo. Pomagamo pa si lahko tudi z "zmanjševanjem" efektivne površine ali ploščine notranjih sten komore. V idealnem primeru bi bila to geometrijska ploščina, ki jo izračunamo z znanimi matematičnimi obrazci. Čim bolj groba je notranja površina komore, tem večja je njena "ploščina". Če vsak njen kvadratni centimeter pomnožimo še z  $10^{15}$ , potem lahko približno ocenimo, koliko je molekul (samo) v enojni plasti. Takih plasti pa je, kot rečeno, na tisoče. Ker torej s poliranjem zmanjšujemo efektivno površino (ploščino), s tem zmanjšujemo tudi "življenjski prostor" za adsorbirane molekule. Z elektropoliranjem (še bolj pa z zrcalnim poliranjem) lahko nekaj tisočkrat zmanjšamo efektivno notranjo površino (ploščino) komore, s tem pa si prihranimo mnogo dragocenega časa za črpanje, da o prednostih pri čiščenju takih komor (tudi v visokovakuumskih napravah, npr. napa-revalnikih) niti ne govorimo.



Slika 2. Elektropolirana ultra visokovakuumska komora (iz prospekta podjetja POLIGRAT)

Da bi si lažje predstavljali, kako izgleda hrapavost brušene in elektropolirane površine, navajamo dva diagrama (sl.1). Če bi raztegnili in tako



Slika 1. "Protokol" o meritvi hrapavosti nerjavne pločevine (iz prospekta podjetja POLIGRAT GmbH, München, Nemčija)

more. Elektrolit je v tem primeru nalit kar v komoro. Manjše kose elektropolirajo na način kot pri galvaniziranju, le da je polariteta enosmerne napetosti obrnjena in uporabljen primeren elektrolit. Enosmerni tok, ki je potreben pri elektropoliranju je 5 do 30 A na kvadratni decimeter (geometrijske) površine. Na sliki 2 je prikazana elektropolirana ultra visokovakuumska komora.

Pri nas v Sloveniji se z elektropoliranjem visoko- in ultra visokovakuumskih komor ter drugih kovinskih sestavnih delov ukvarja podjetje INOKS (Černelavci, Gorička 150, 69000 Murska Sobota), ki ima pri tem delu že veliko izkušenj.

Dr. Jože Gasperič,  
Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, Ljubljana

zravnali cikcakasto krivuljo A, bi dobili njeno efektivno dolžino, ki bi bila mnogokrat večja od B, pa čeprav tudi ta močno presega dolžino geometrijske (idealne) daljice.

Za našo splošno vakuumsko prakso je pomembno vedeti le to, da s takim načinom obdelave površine, kot je elektropoliranje, močno zmanjšamo odplinjevanje med črpanjem in s tem skrajšamo čas črpanja, kar postane posebno pomembno pri doseganju tlakov pod  $10^{-7}$  mbar.

Elektropoliranje, na kratko, je obratni proces od galvaniziranja. Vse se dogaja v elektrolitski kopeli (za nerjavno jeklo uporabljajo elektrolit iz fosforne in žveplene kisline), med dvema elektrodama, od katerih je ena npr. naša UVV-komora (pozitivna anoda), ki je bila predhodno brušena, druga pa bakrena, ki je znotraj komore v primerni razdalji, katere oblika oz. konstrukcija je prilagojena obliki komore.

# balzers

*Gas analysis  
for quality assurance  
and process control*

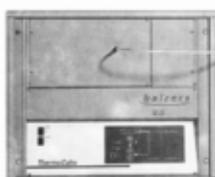
BasicCube



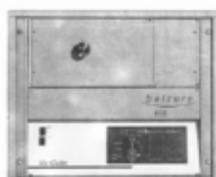
AutoCube



ThermoCube



VariCube



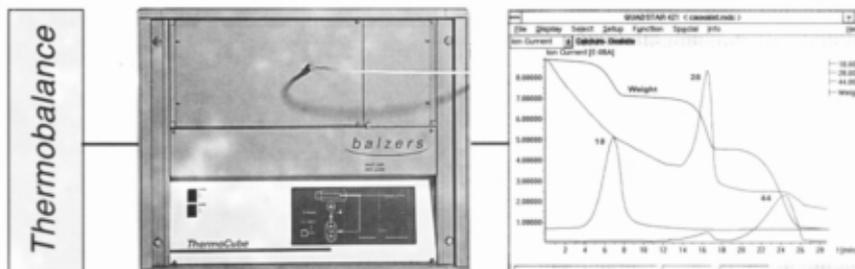
BioCube



*Versatile gas analysis  
Easy operation  
Comprehensive software  
Monitoring of up to 64  
compounds  
Fast response time*

**e.g. TA/MS**

*Your thermobalance  
and our ThermoCube –  
TA/MS data on one screen*



*Simple interface to commercial  
thermobalances  
Continuous and rapid analy-  
sis of the gases evolving from  
thermal processes  
New user friendly Quadstar™  
Software  
Detection limit <1 ppm*

Balzers Hochvakuum Ges.m.b.H.  
Diefenbachgasse 35  
A-1150 Vienna  
Tel (0222) 894 17 04  
Fax (0222) 894 17 07

**Local cooperation partner:**  
Mr. Slavko Žižek c/o Scan d.o.o.  
Zastopniško Servisno Podjetje  
Breg ob Kokri 7  
SLO-64205 Preddvor  
Tel (064) 45 383  
Fax (064) 45 050



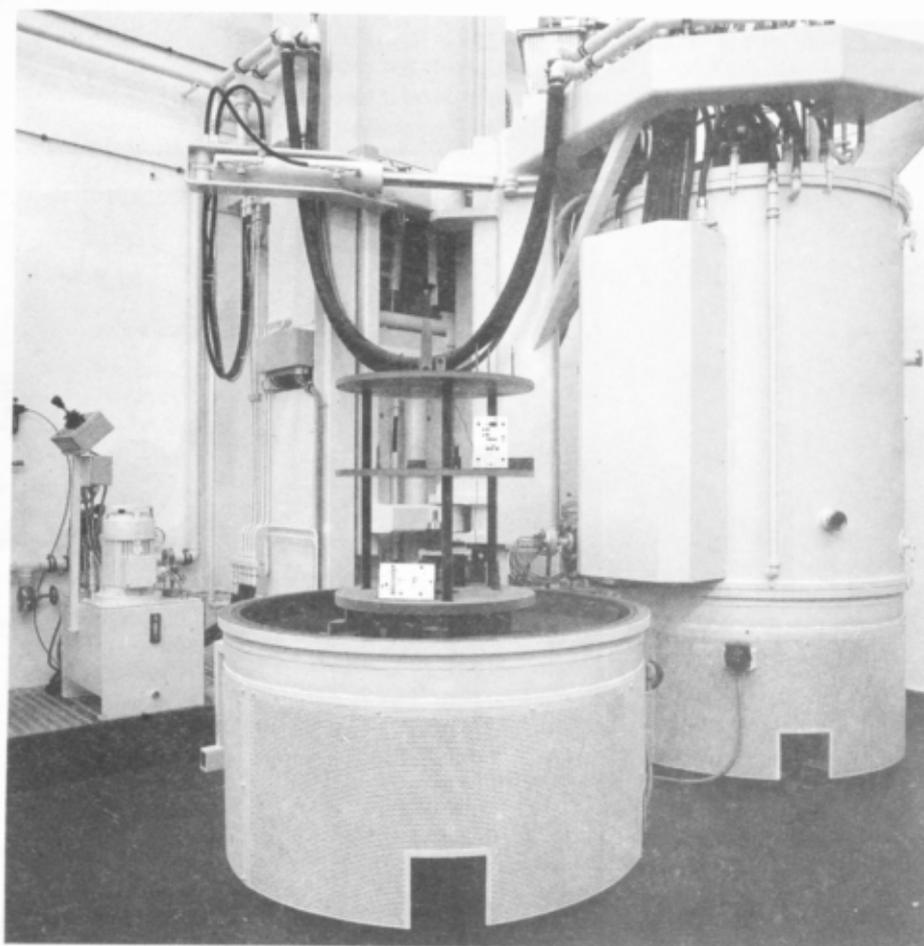
INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE  
IN TEHNOLOGIJE p.o.

INSTITUTE OF METALS  
AND TECHNOLOGIES

61000 LJUBLJANA, LEPI POT 11, POB 431,  
SLOVENIJA

Telefon: 061 1251-161 Telefax: 061 213-780

## NITRIRANJE V PULZIRAJOČI PLAZMI



*Peč za nitiranje v pulzirajoči plazmi*

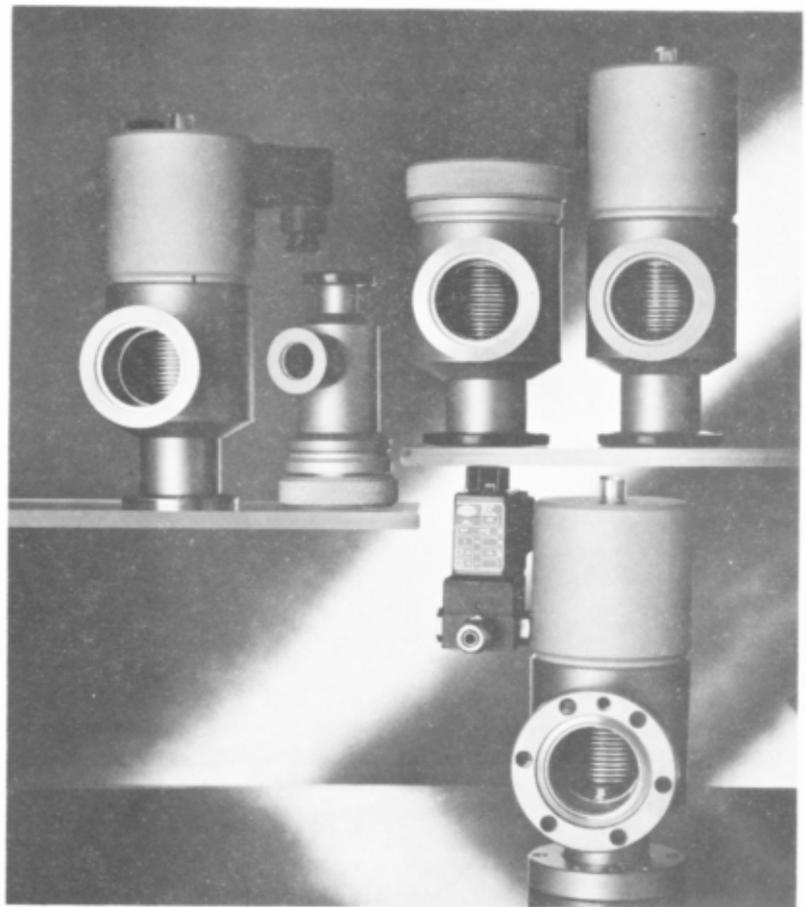
Nitriranje v pulzirajoči plazmi je najsodobnejši postopek firme METAPLAS IONON, imenovan IONIT, ki se uporablja za utrjevanje površin orodij in strojnih delov.

### ZNAČILNOSTI POSTOPKA:

- nitiranje legiranih jekel, litin, prahov in lahkih kovin
- nadzorovana rast nitridnih plasti, ki so trdije in še duktilne
- široko območje temperatur nitiranja: 400-900 °C
- kratek čas segrevanja do temperature nitiranja
- učinkovito ionsko jedkanje visokolegiranih jekel
- delno nitiranje orodij ali strojnih delov
- zanemarljive dimenzijske spremembe, visoka stopnja ponovljivosti
- draga končna mehanska obdelava ni potrebna
- temperaturni program peči lahko prilagodimo posameznim materialom
- uporabnost za posamezne in serijske izdelke
- nalaganje na osnovno ploščo komore ali ogrodje
- okolju prijazen in energijsko varčen postopek
- premer 600 mm, višina 1000 mm
- največja masa vložka 400 kg

IMT - CVT & KTO  
Lepi pot 11  
61000 Ljubljana, Slovenija

# IEVT



- **VAKUUMSKI SISTEMI:** ročno ali računalniško krmiljeni
- **VAKUUMSKE KOMPONENTE:** črpalke, merilniki, ventili, spojke, povezovalni in drugi elementi

## IEVT

INŠTITUT  
ZA ELEKTRONIKO  
IN VAKUUMSKO  
TEHNIKO p.o.

TESLOVA ULICA 30, POB 59, 61111 LJUBLJANA,  
SLOVENIJA  
TELEFON: (061) 123-12-07, 123-13-41, 263-461  
TELEFAX: (061) 263-098, TELEX: 39714 IEVT

**MEDIVAK**

MEDIVAK, d.o.o.  
 Šolska ulica 21  
 SLO - 61230 Domžale

tel. fax : 00386 61 713060  
 mobitel : 0609 615 455  
 žiro račun : 50120-601-114647

**ZASTOPSTVO  
 SERVIS  
 SVETOVANJE**

**LEYBOLD****SPECTRO**

Vakuumske naprave, izmenjevalniki, analitski aparati  
 Vakuumske tehnologije, vakuumška metalurgija, trde in tanke plasti, analitika  
 Kontrola vakuumskih naprav in sistemov

## PRODAJNI PROGRAM "LEYBOLD"

### Vakuumske črpalke

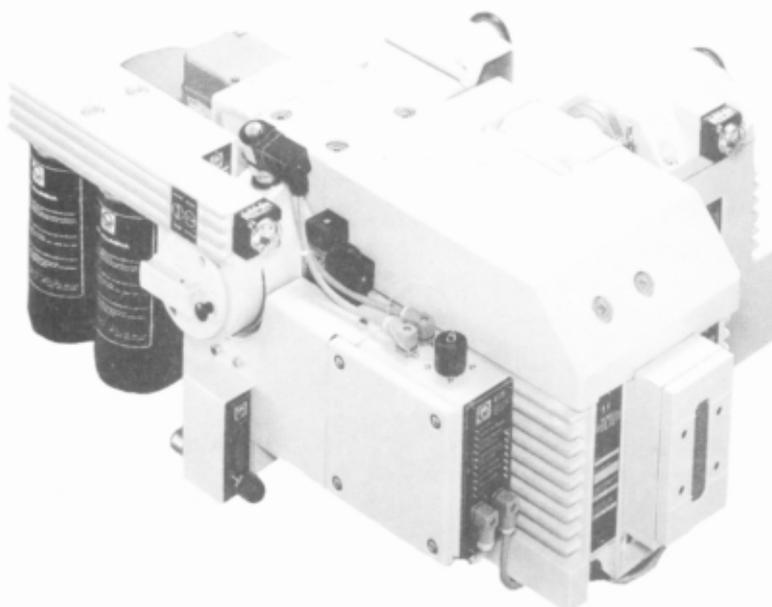
- Rotacijske vakuumške črpalke s priborom
- Eno in dvostopenjske (1 do 1200 m<sup>3</sup>/h)
- Roots vakuumške črpalke - RUVAC (150 do 13000 m<sup>3</sup>/h)
- Membranske in ejektorske vakuumške črpalke - DIVAC 2,4 L
- Difuzijske črpalke
- Turbomolekularne črpalke (50 do 4500 l/s)
- Sorpcijske črpalke, kriočrpalke, ionsko-getrske in sublimacijske titanske črpalke

### Vakuumski črpalni sistemi

- za kemijsko in drugo industrijo

### Vakuumski ventili

- Varnostni, dozirni
- Kroglični, loputni in UVV
- Prehodni in kotni KF, ISO-K, ISO-F



### Vakuumski elementi in prirobnice

- Serije KF, ISO-K, ISO-F in

### Mehanske in električne prevodnice Merilniki vakuuma in kontrolni instr.

- Absolutni merilniki in merilec delnih tlakov (od 1.10<sup>-12</sup> do 2000 mbar)

### Procesni regulatorji

### Detektorji netesnosti (puščanja)

- Helijski in freonski detektorji

### Masni spektrometri s priborom

### Vakuumska olja, masti, rezervni deli



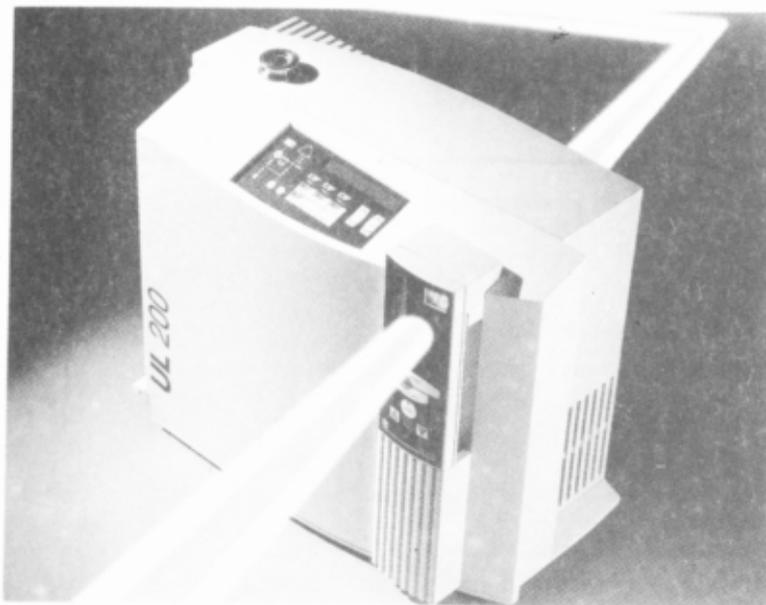
**MEDIVAK**

MEDIVAK, d.o.o.  
Šolska ulica 21  
SLO - 61230 Domžale

tel. fax : 00386 61 713060  
mobitel : 0609 615 455  
žiro račun : 50120-601-114647

**HITRA POMOČ V TEŽAVAH****ODKRIVANJE NETESNOSTI****Helijski masni spektrometer UL 100 PLUS**

- vakuumski sistemi
- vakuumski agregati
- nizko- in visokotlačne posode
- ventili, spoji
- energetske postaje

**IZPOSOJA VAKUUMSKIH  
ČRPALK LEYBOLD****24 URNI SERVIS**

IZPUŠNI VENTIL

NADTLAČNI VENTIL

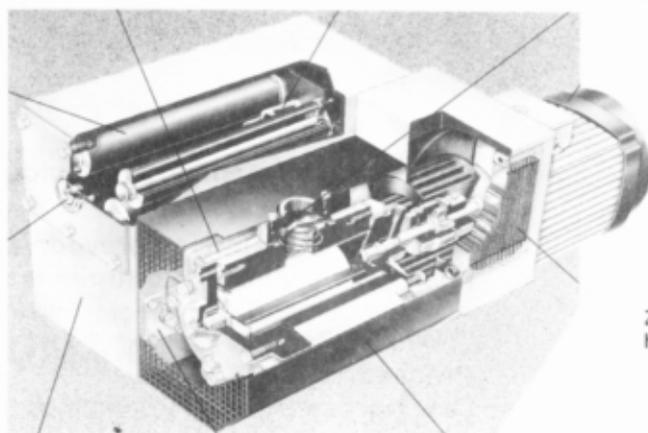
PROTIPOVRATNI  
VENTIL

- vakuumskih črpalk
- analiznih aparatov
- odkrivanje netesnosti

IZPUŠNI  
FILTER

MOTOR

IZPUH

ZRAČNO  
HLAJENJE

OHISJE

KROŽENJE OLIJA

DUŠILNIK VODA

**IZOBRAŽEVANJE**

S področja

**ODKRIVANJE NETESNOSTI  
POPRAVILA ČRPALK**

Tečaje organiziramo na sedežu firme v Domžalah,  
če se prijavi najmanj 6 oseb.



**ZASTOPNIŠKO SERVISNO PODJETJE, Breg ob Kokri 7,  
64205 PREDDVOR**  
d.o.o. Tel. 064/45-383, Fax 064/45-050

SMO ZASTOPNIK IN EKSKLUZIVNI DISTRIBUTER ZA OXFORD INSTRUMENTS MAG IN AIR LIQUIDE CRYOGENIE.



OXFORD



RENTGENSKA FLUORESCENTCA  
TIP LAB-X<sup>3000</sup> ZA KONTROLO KVALITETE  
(UPORABLJA RENTGENSKO CEV IN NIČ VEČ  
IZOTOPOVI!)

EDS - ENERGIJSKO DISPERZIVNI  
SISTEM TIP EXL II



DEWAR POSODE ZA TEKOČE PLINE - TEKOČI DUŠIK, HELIJ,  
ARGON, KISIK, OGLJIKOV DIOKSID

POSODE SO RAZLIČNIH VELIKOSTI OD 0,5 L DO 1000 L.



# varian vacuum products

## Vakuumske črpalke:

- difuzijske
- ionske
- sublimacijske titanske
- turbomolekularne
- rotacijske mehanske

## UVV sistemi:

- vakuumski sistemi za tlake do  $1 \cdot 10^{-12}$  mbar

## Vakuumski ventili:

- elektromagnetni
- pneumatski
- ročni

## Pribor za vakuumske sisteme:

- prirobnice
- steklena okna in cevi
- cevnii skožniki
- energijski skožniki (močnostni, visokonapetostni, RF),
- skožniki za mehanske pomike (rotacijski, linearni)



## Instrumenti za merjenje vakuuma:

- s termočlenom
- z žarilno nitko
- s hladno katodo
- s kapacitivno membrano

Varianovi merilniki vakuuma pokrivajo merilno območje  $10^{-12}$  do  $10^3$  mbar.

## Detektorji netesnosti (leak detectors):

- avtomatski sistemi (uporaba v serijski proizvodnji)
- prenosne sistemi za detekcijo
- prenosni baterijski detektorji

Širok program detektorjev z mejami zaznavanja do  $2 \cdot 10^{-11}$  cm<sup>3</sup>/s za helij.



## ZASTOPSTVO:



Ob gozdu 25, Selnica ob Dravi

Tel.: 062/671-037, 511-271

Mobitel: 0609/610-703

Fax: 062/671-518

Prodaja in servis tudi za naslednje firme:



VanKel



VWR Scientific

# MEDIVAK

MEDIVAK, d.o.o.  
Šolska ulica 21  
SLO - 61230 Domžale

tel. fax : 00386 61 713060  
mobitel : 0609 615 455  
žiro račun : 50120-601-114647

UGODNO!

UGODNO!

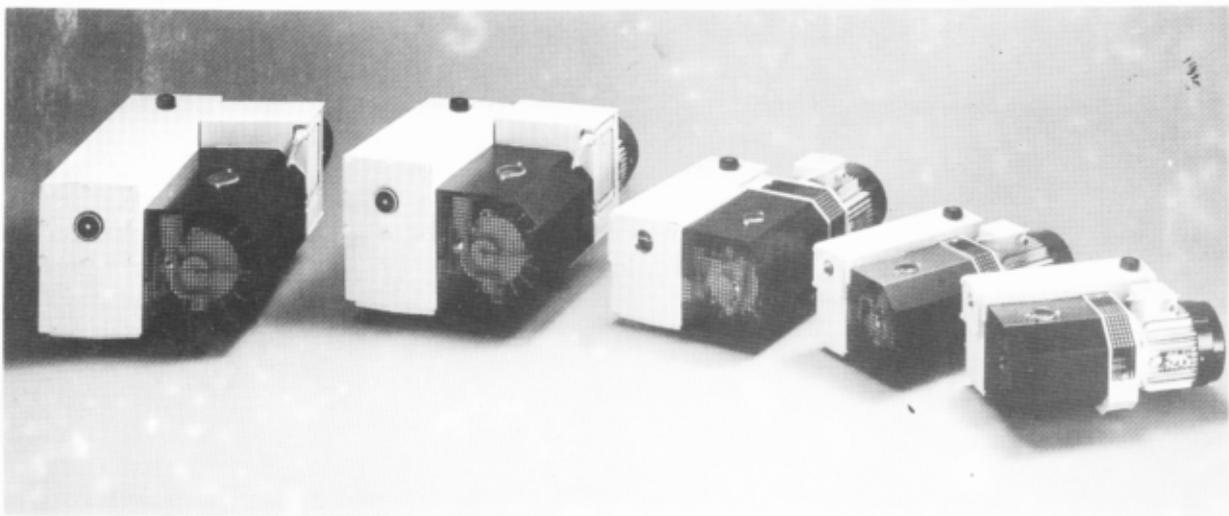
UGODNO!

## POPUST

do **20 %**

Velja do 31.8.1995

Za vakuumske rotacijske črpalke **SOGEVAC**



### Tehniški podatki

- Črpalna hitrost 16 do 1.200 m<sup>3</sup>/h
- Vakuum 0,1 do 1000 mbar
- Moč motorja 0,55 do 11 kW
- Priklj. napetost 220/380 V
- Teža 23 do 130 kg

- Zelo tiho delovanje
- Vsebnost olja v izpuhu 0.0001 %
- Kompaktna konstrukcija
- Velika črpalna hitrost
- Enostavna za vzdrževanje
- Servis zagotovljen

### Uporaba

- Avtomobilska industrija
- Letalska in pomorska industrija
- Kemijska in petrokemijska industrija
- Elektro in elektromehanska industrija
- Elektronika
- Proizvodnja hrane (sušenje, vakuumsko pakiranje, hlajenje, transport hrane, degaziranje, etiketiranje, ...)
- Steklarska in keramična industrija
- Laboratoriji
- Laserska tehnika
- Medicina
- Metalurgija, strojništvo
- Farmacevtska in kozmetična industrija
- Lesna industrija
- Plastična in gumarska industrija



Samo najboljši ljudje lahko uglasijo vaše analitske  
instrumente s področja biotehnologije,  
atomske spektroskopije, ICP, ICP-MS,  
LC, elementne analize, termične  
analize, upravljanja podatkov,  
LC-MS, GC-MS, UV/VIS,  
GC - IR, FT - IR  
in fluores-  
scen-  
ce.



# KemoAnalitika

družba z omejeno odgovornostjo  
zastopstvo Perkin Elmer za Slovenijo

Štrekljeva 3, Ljubljana

tel. 061 7 125 03 15, 061 / 125 11 05

fax 061 / 125 11 10