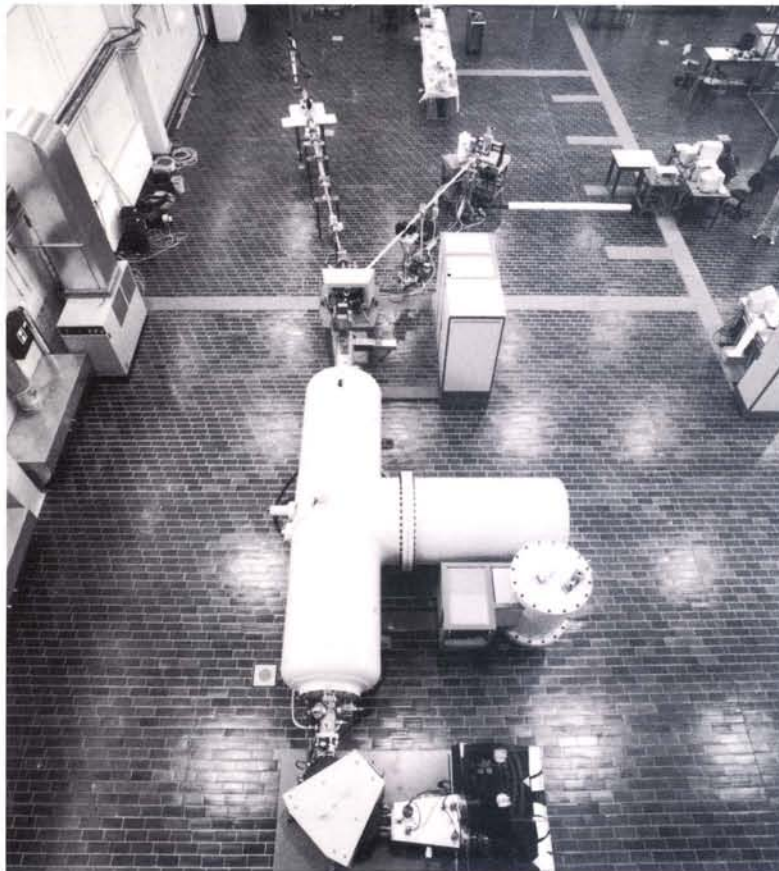


# VAKUUMIST

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

LJUBLJANA, MAREC 98

LETNIK 18, ŠT. 1, 1998





SCAN d.o.o., zastopniško servisno podjetje  
Breg ob Kokri 7, 4205 Preddvor, Slovenija  
Tel. +386 64 451 383, Fax +386 64 451 050

*balzers*

*Instruments*

*Your  
vacuum measurement*



**New**  
Compact Piezo Gauge  
Compact Capacitance Gauge  
Compact Process Ion Gauge  
Compact Pirani Gauge  
Compact Cold Cathode Gauge  
Compact FullRange™ Gauge

10<sup>-11</sup> mbar

1000 mbar

*Easy high performance  
gas analysis and RGA*

*Mouse-click,  
pre-programmed operation and  
total freedom to operate manually*

*Fast, interference-free  
multiplexing with LAN fiber optic  
communication*

*Easy system integration via  
analog/digital inputs and outputs*



**PFEIFFER**  **VACUUM**

Pfeiffer Vacuum Austria  
Diefenbachgasse 35  
A-1150 Wien  
Tel +43 1 894 17 04  
Fax +43 1 894 17 07

## VSEBINA

- Mikroobdelava silicija (II. del) (D. Resnik, U. Aljančič, D. Vrtačnik, M. Cvar, S. Amon)

---

- Površinska obdelava titanovih trakov iz ionske črpalke (M. Mozetič, S. Spruk)

---

- Kako smo opremljali na IJS Odsek za tanke plasti in površine z raziskovalno opremo (B. Navinšek)

---

- Tandemski pospeševalnik (M. Budnar)

---

- Nova vrhunska raziskovalna oprema za raziskave površin materialov v Sloveniji (M. Jenko)

---

- Petdesetletnica tranzistorja (I. del) (S. Južnič)

---

- NASVETI (J. Gasperič, M. Maček)

---

- DRUŠTVENE NOVICE

---

Slika na naslovni strani prikazuje nov **elektrostatski pospeševalnik tandemskega tipa (Tandetron)**, ki je bil postavljen konec lanskega leta na Institutu "Jožef Stefan" v Ljubljani. Ioni iz enega od ionskih izvirov se pospešujejo najprej kot negativni delci, nato kot pozitivni, zato se pospeševalnik imenuje tandemski. Na izhodu je preklopni magnet, ki curek ionov usmeri v eno izmed žarkovnih cevi. Od petih možnih sta sedaj zgrajeni dve. Tandemski pospeševalnik je namenjen za raziskave v eksperimentalni atomski fiziki in za postavitev analitskih metod, ki temeljijo na uporabi ionskega curka (npr. RBS, PIXE, ERDA). Več informacij o novem pospeševalniku najdete v prispevku dr. Miloša Budnarja.

### Obvestilo

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1998.

Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 2000,00 tolarjev.

### SPONZORJI VAKUUMISTA:

- **Ministrstvo za znanost in tehnologijo**
- **Ministrstvo za šolstvo in šport**
- **PFEIFFER Vacuum Austria GmbH**

- VAKUUMIST
- Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije
- Glavni in odgovorni urednik: dr. 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. Ingrid Milošev, dr. Miran Mozetič, dr. Vinko Nemanič, Marjan Olenik, dr. Boris Orel, mag. Andrej Pregelj, dr. Vasilij Prešern in dr. Anton Zalar
- Lektor: dr. Jože Gasperič
- Naslov: Uredništvo Vakuumista, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 1000 Ljubljana, tel. (061)177 66 00
- Številka žiro računa: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, 50101-678-52240
- Grafična obdelava teksta: Jana Strušnik
- Tisk: PLANPRINT, d.o.o. - Littera picta, Rožna dolina, c. IV/32-36, 1000 Ljubljana
- Naklada 400 izvodov

## MIKROOBDELAVA SILICIJA (II. del)

Drago Resnik, Uroš Aljančič, Danilo Vrtačnik, Matjaž Cvar, Slavko Amon, Fakulteta za elektrotehniko, Tržaška 25, 1000 Ljubljana

### Micromachining of Silicon (Part II)

#### ABSTRACT

Within this paper, several principles, tools and technologies that are employed in microstructuring of 3-D silicon sensing and actuating devices are reviewed. Furthermore, mechanism of anisotropic wet etching of silicon in potassium hydroxide (KOH), which is considered as the most frequently used etchant is summarised. Beside the electrochemical etch stop technique, also problems of convex corner compensation are considered and some of our related results are discussed and presented.

#### POVZETEK

V nadaljevanju članka podajamo pregled različnih tehnoloških načinov, principov in orodij, ki se danes največ uporabljajo pri mikroobdelavi silicijevih mikrostruktur. Fizikalni mehanizem jedkanja silicija v kalijevem lugu (KOH), kot najpogosteje uporabljenega jedkala, je opisan podrobneje. Poleg elektrokemijskega jedkanja je obravnavan tudi problem kompenzacije spodjedkanja konveksnih vogalov.

### 1 Uvod

Mikroobdelava silicija zahteva natančno poznanje fizikalnih in drugih mehanizmov, ki nastopajo v tehnološkem postopku. Nekaj jih je bilo že opisanih v prvem delu, druge pa navajamo v naslednjih poglavjih.

Predvsem je pomembno osnovno znanje, ker na njegovi podlagi ter pridobljenih izkušnjah lahko razmišljamo o novih primerih uporabe.

Za neko vrsto uporabe, bodisi sistem ali samo senzor, je potrebno obvladovanje celega niza tehnoloških postopkov, saj nas šele sinteza vseh teh pripelje do končnega uporabnega elementa. Kakorkoli že, potrebna so znanja iz različnih področij, od mehanike, kemije, fizike do elektrotehnike in medicine.

### 2 Orodja za mikroobdelavo silicija

Po pomembnosti lahko navedemo štiri osnovna orodja za realizacijo 3D-mikroelektromehanskih struktur na siliciju, ki se uporabljajo povezano ali posamično:

- suho plazemsko jedkanje
- metode nanašanja tankih plasti (epitaksija, PECVD, LPCVD, MBE, naprševanje)
- mokro kemijsko (elektrokemijsko) jedkanje
- bondiranje silicija na razne podlage

#### 2.1 Suho jedkanje

Suho jedkanje silicija in tankih plasti v plazmi je standarden postopek v mikroelektroniki, zato je tudi dobro poznan. Suho jedkanje ima predvsem dve prednosti pred mokrim:

- vertikalni profili mikrostruktur niso odvisni od kristalne orientacije podlage
- plazma ne povzroča velikih stresnih napetosti v mikrostrukturi

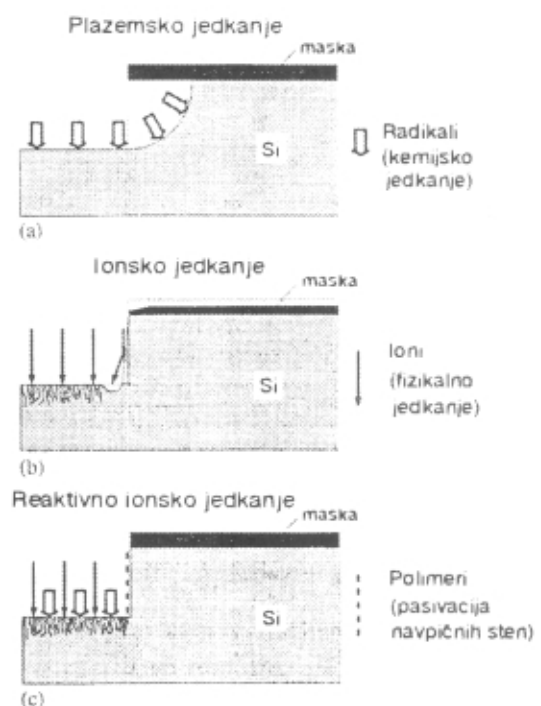
Pri suhem jedkanju v plazmi razlikujemo:

**Plazemsko jedkanje** (Plasma etching, PE), kjer so izvir jedkalnih reagentov predvsem radikali fluora v tleči plazmi razgrajenih reakcijskih plinov ( $\text{CF}_4$  ali  $\text{SF}_6$ ). Fluorovi atomi so zelo reaktivni in kemijsko reagirajo s površino Si, izotropno v vseh smereh. Jedkanje je selektivno (15:1), če za maskirni material uporabljamo  $\text{SiO}_2$  ali  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Suho jedkanje v plazmi se odvija po naslednjih stopnjah:

- tvorba reakcijskih delcev v plazmi
- difuzija le-teh do površine silicija
- adsorpcija
- reakcija
- desorpcija
- difuzija odstranjenega reakcijskega produkta v plin

**Razprševanje** (sputtering) atomov Si z ioni argona, ki so v plazmi pospešeni do visokih energij, nam daje usmerjeno (anizotropno) jedkanje silicija, kar je posledica električnega polja, vendar ni selektivno in tanjša obenem tudi masko, zato se ne uporablja za mikroobdelavo silicija.

**Reaktivno ionsko jedkanje** (Reactive ion etching, RIE) združuje sinergijsko obe tehniki. Za anizotropno jedkanje se uporablja največkrat plazma s plinom  $\text{CCl}_4$ , kajti Cl ni tako reaktiven kot fluor. Fizično usmerjeno jedkanje z ioni in kemijsko z radikali poveča hitrost jedkanje silicija v vertikalni smeri, medtem ko se vertikalne



Slika 1 Metode suhega jedkanja silicija; izotropno plazemsko, anizotropno razprševanje in anizotropno reaktivno ionsko jedkanje [9]



stene pasivirajo delno z reakcijskimi produkti in jih kemijsko jedkanje z radikali ne prizadene. Ravno tako dosežemo dobro selektivnost. Hitrosti jedkanja so približno  $1\mu\text{m}/\text{min}$ . Na sl. 1 so prikazane razlike in principi prej opisanih tehnik.

Suho jedkanje je tesno povezano s kompleksnostjo naprav za jedkanje, kjer je potrebno uravnavanje več soodvisnih parametrov, ki skupaj spreminjajo hitrost jedkanja, anizotropijo in selektivnost med jedkanjem silicija in maskirnega materiala. Parametri, ki jih moramo obvladovati, so naslednji /14/:

- vrsta in pretoki uporabljenih plinov
- razmerja med pretoki posameznih plinov
- lastnosti površine podlage in komore ter geometrija
- elektromagnetni parametri za vzbujanje.

**2.2 Mokro jedkanje silicija**

Mokro jedkanje silicija je elektrokemijski proces kontroliranega odstranjevanja materiala osnovne podlage /12/. Ponavadi je z maskirnim materialom določena tudi planarna oblika končne forme. Glede na smerne karakteristike jedkanja pa lahko razlikujemo načine odstranjevanja silicija na izotropno in anizotropno jedkanje.

Kemijsko jedkanje polprevodniških kristalov (npr. InP, GaAs), še posebej silicija, igra pomembno vlogo v današnjih mikroelektronskih tehnologijah. Uporablja se za doseganje raznih strukturnih oblik elementov, od senzorskih struktur pa do pomnilnih celic, kot tudi za poliranje površine silicijevih podlag, kemijsko čiščenje površine silicija, tanjšanje delovnih silicijevih rezin in za odkrivanje raznih termično povzročenih kristalografskih napak v siliciju. Nizka cena teh postopkov v preteklosti jim je omogočila široko polje uporabe, ki pa se v zadnjih časih zaradi ekoloških pogledov oži in se bo verjetno še bolj na račun suhih postopkov v plazmi.

**2.2.1 Izotropno jedkanje in izotropna jedkala**

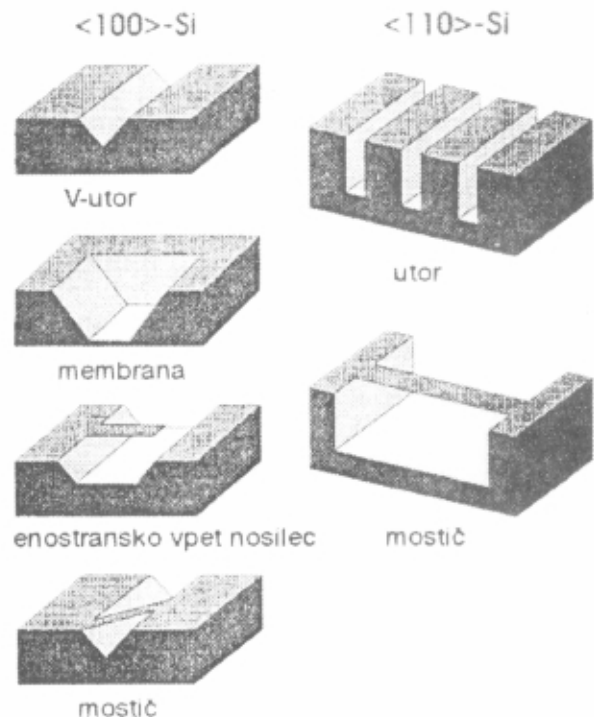
Izotropna jedkala odstranjujejo silicij z vseh kristalnih ravnin s približno enako hitrostjo. Uporabljajo se predvsem za odstranjevanje mehanskih poškodb po žaganju silicijevih rezin, za kemijsko poliranje in planarno tanjšanje podlag, za jedkanje polikristalnih tankih plasti in včasih v kombinaciji z anizotropnimi jedkali za izdelavo 3D-struktur na siliciju.

Glavni predstavniki teh jedkal so predvsem ternarne raztopine  $\text{HNO}_3$ , HF in  $\text{CH}_3\text{COOH}$  v različnih razmerjih. Z različnimi medsebojnimi razmerji dosegamo različne jedkalne hitrosti silicija, s tem pa tudi različne gladkosti površin. Procesu so skoraj pri vseh razmerjih difuzijsko kontrolirani (pomembna je agitacija raztopine) in so skoraj neodvisni od koncentracije primesi in orientacije silicija. Zelo težko je kontrolirati reakcije in s tem hitrost jedkanja, ker je večina le-teh eksotermna /13/. Faktorji, kot so injekcija električnih nosilcev, dodatna osvetlitev, ali strukturne napake kristala, lahko dodatno pospešijo jedkalni proces /13/.

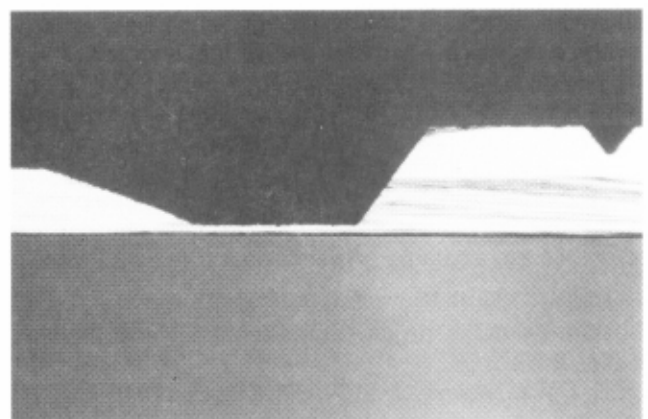
**2.2.2 Anizotropno jedkanje in anizotropna jedkala**

Odločilni dejavnik za anizotropijo je vsekakor različna gostota atomov na površini in s tem prostih vezi na izpostavljeni površini. Ni pa ta edini, saj z razlikami med

aktivacijskimi energijami treh osnovnih orientacij, ki so v vsakdanji uporabi, nikakor ne moremo razložiti faktorja anizotropije hitrosti jedkanja, ki je za smer (100) 200 in večkrat večji od tiste za smer (111). Anizotropno jedkanje je torej orientacijsko odvisno. Anizotropija je odvisna tudi od delovne temperature, uporabljenega jedkala ter njegove molarnosti. Za najpogosteje uporabljeno orientacijo silicija (100) prikazujemo na sl. 2 značilno vedenje ob jedkanju v globino, če mu na površini z masko, katere stranica je paralelna z referenčno ravnino [110] na rezini, definiramo želeno obliko. Jedkanje gre po hitro jedkajočih (100) ravninah v globino, lateralno pa je omejeno s štirimi konvergentnimi (111) počasi jedkajočimi ravninami, ki so pod točno določenimi koti med seboj ( $90^\circ$ ), in glede na (100) površino ( $54,73^\circ$ ). S posebnimi tehnološkimi prijemi /13/ je možno doseči tudi kote okoli  $25^\circ$ , kar ustreza



Slika 2 Najpogostejše mikrostrukture, izdelane z mikroobdelavo silicija (100) /9/



Slika 3 Dvonojska mikroobdelava silicija, gledana v prerezu (debelina vzorca je  $385\mu\text{m}$ ); konvergentne ravnine(111) tvorijo kot  $54,7^\circ$ , s površino (100), (311) ravnine pa kot  $25^\circ$  (LEE)

ravnini (311). Na sl. 3 so prikazani značilni profili, ki jih dosežemo s takim postopkom. To je takoimenovana dvonivojska mikro-obdelava silicija, razvita v našem laboratoriju.

Različna anizotropna jedkala so predvsem alkalne vodne raztopine, kjer je glavna komponenta organska ali pa anorganska. Predstavljamo najbolj pogosta:

**Etilendiamin-pirokatehol** (EDP, ethylenediamine-pyrocatechol)  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2\text{-C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$  tvori v različnih razmerjih z vodo pogosto uporabljano anizotropno jedkalo. Zahteva bolj previdno upravljanje kot s KOH. Je zdravju škodljiv, karcinogen, zato so potrebni strogi varnostni ukrepi. Delovne temperature jedkala so relativno visoke (med 100 in 115°C), kar je lahko težavno pri vpenjanju in tesnjenju vzorcev. Če je kisik v jedkalnem reaktorju, raztopina potemni in je onemogočena vizualna kontrola jedkanja. Zato mora biti jedkalni reaktor zaprtega tipa s stalnim prepihanjem dušika. Prednost EDP je predvsem, da lahko kot masko za globoko jedkanje uporabimo tudi maskirno plast  $\text{SiO}_2$ , poleg že znane maske  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Ne jedka Au, Ag, Cr, Ni mask; pač pa aluminij. Hitrosti jedkanja so takšne kot pri KOH. Anizotropija je malo slabša kot pri KOH. Kot moderator se dodaja majhne količine pirazina.

**Hidrazin** (hidrazine) se uvršča med karcinogene snovi, pri visokih koncentracijah v vodni raztopini je tudi eksploziven, zato je treba pri delu z njim upoštevati izredno stroge varnostne ukrepe. Uporabljajo se stabilne raztopine 50:50 z vodo, normalno pri temperaturah okoli 90-100°C. Hitrosti jedkanja ravnine (100) so do 3,5  $\mu\text{m}/\text{min}$ , kar je dvakrat več kot v KOH pri 85°C. Zelo počasi jedka  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiO}_2$ ; jedka pa kovine, kot so Al, Zn, Cu. Ne tvori neželenih precipitativ, raztopina je bistra, ves proces jedkanja pa se mora odvijati v zaprtih refluksnih sistemih. Anizotropija je slabša kot pri KOH ali EDP /15/.

**Amonijev hidroksid** ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) je z vidika združljivosti z mikroelektronskimi postopki najbolj primerno anizotropno jedkalo. Vendar sam po sebi ni primeren, ker je izredno hlapljiv in tvori pri jedkanju nepravilnosti na površini. To se da odpraviti z dodatkom stabilizatorjev (malih količin  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 1%), kar tudi poveča hitrost jedkanja /16/.

**Kvaternarni amonijev hidroksid** (TMAH, tetrametil amonijev hidroksid ( $\text{N}(\text{CH}_3)_4\text{OH}$ )) je na bazi amonijevega hidroksida s prav tako odličnimi lastnostmi, kot so selektivnost ( $\text{SiO}_2$  jedka počasneje kot KOH), anizotropija je 50-125 pri 22% raztopini. Pri tej molarosti dosežemo tudi najbolj gladko površino. Hitrost jedkanja silicija (100) je okrog 1  $\mu\text{m}/\text{min}$  pri temperaturi 90°C. Z vidika združljivosti z mikroelektronskimi procesi je to najboljša rešitev, saj se tudi drugače standardno uporablja za razvijanje pozitivnega fotorezista PMMA.

Obstaja še nekaj drugih bolj eksotičnih anizotropnih jedkal, kot so:

$\text{LiOH}$ ,  $\text{CsOH}$ , kolin ( $(\text{CH}_3)_3\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})\text{OH}$ ),  $\text{NaOH}$ , vendar niso v široki uporabi.

**Kalijev hidroksid** (KOH) je verjetno najpogosteje uporabljano anizotropno jedkalo za silicijeve 3D-strukture. Osnovne značilnosti so naslednje:

- delo z vodnimi raztopinami KOH je glede na druga anizotropna jedkala varnejše in zahteva manj dodatnih prijemov za vzdrževanje kopeli, je transparenten.
- ima dobro anizotropijo (razmerje hitrosti jedkanja ravnin (100):(111) pri določenih pogojih (dodatek IPA) celo 400:1 /24/)
- je selektiven na določeno koncentracijo primesi v siliciju (ne jedka silicija, ki je dopiran z  $> 7 \times 10^{19}$  atomov bora/ $\text{cm}^3$ )
- ima zadovoljivo hitrost jedkanja ravnin (100) pri nižjih temperaturah kot druga jedkala (1,3  $\mu\text{m}/\text{min}$  pri 80°C)

Ima pa tudi naslednje pomanjkljivosti, ki jih je treba upoštevati pri načrtovanju in izdelavi mikrostruktur:

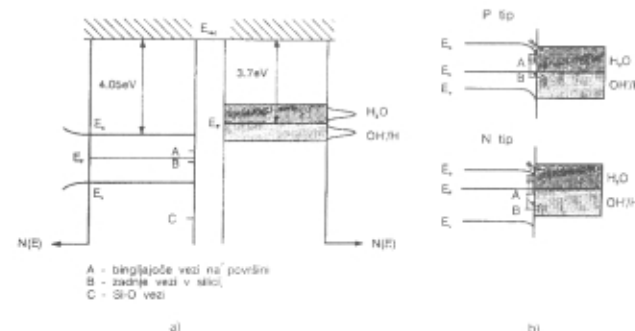
- pri izdelavi globokih struktur ne zadostuje le  $\text{SiO}_2$  kot maskirni material, ker ga KOH precej hitro jedka (2,5  $\text{nm}/\text{min}$ ), zato moramo poseči po maskah iz  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (0,2 $\text{nm}/\text{min}$ ) ali nekaterih kovin (Au, Cr)
- možna je kontaminacija procesa ali vezja s kalijevimi hitro difundirajočimi ioni, kar je nezdržljivo zlasti s procesi CMOS, zato se mikroobdelava izvaja vedno kot zadnja operacija.

## 2.2.2 Model anizotropnega jedkanja silicija (100) v raztopini KOH

Najnovejši elektrokemijski model anizotropnega jedkanja silicija s KOH je predložil H. Seidel et. al./12/ ter je podan v osnovnih črtah spodaj.

Zaradi različnih zaključitev atomske strukture na sami površini kristala se pojavijo površinska stanja z energijami, ki padejo v območje prepovedanega pasu, in ta stanja imajo pomembno vlogo v jedkalni reakciji. Določena so z zaporedjem in zasedenostjo orbital. Upoštevati je treba le tiste orbitale, ki prispevajo k jedkalnem procesu, to pa so stanja površinskih bingljajočih Si vezi (A), valenčne orbitale zadnjih vezi Si-Si (vezi, ki segajo v silicij, ne na površino) (B), in vezi Si-O pri reakcijskih produktih (C). Razmere energijskih nivojev so prikazane na sl. 4 pred stikom z raztopino (a) in po stiku z raztopino za P in N tip silicija (b).

Na strani elektrolita so glavni reaktanti hidroksidni ioni kot oksidanti in vodne molekule kot reducenti.  $\text{H}_2\text{O}/\text{OH}^-$  par redox je definiran kot normalna vodikova elektroda (NHE) s potencialom -4,5eV proti vakuumskemu nivoju



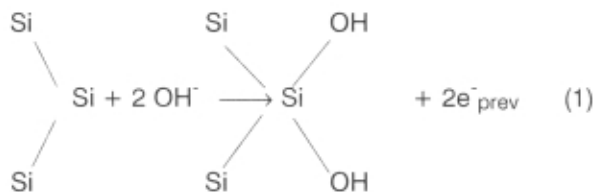
Slika 4 Energijske razmere pri Si in KOH pred staknitvijo (a) in po njej (b)

pri faktorju  $pH=0$ . Za primer močno koncentriranega KOH (npr.  $pH=14$ ) se potencial premakne za cca 0,8 eV in je -3,7 eV.

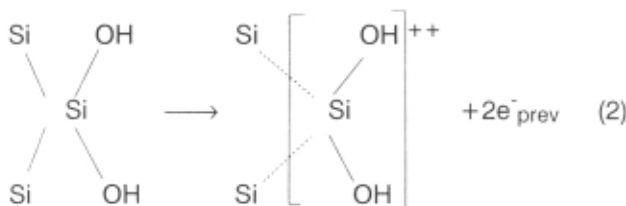
Ko potopimo vzorec silicija v elektrolit, se Fermijevi nivoji na obeh straneh izenačijo s prehodom elektronov iz elektrolita v silicij. To privede do zakrovitve energijskih nivojev navzdol, podobno za P kot tudi za N tip, kjer je sicer manj poudarjeno zaradi začetne razlike v  $E_F$ . Področje prostorskega naboja ob stiku je določeno s koncentracijo primesi in seveda s  $pH$  elektrolita. Minimalno se zakrivijo tudi energijski nivoji parov redox, vendar je to osiromašeno področje proti silicijevemu manjše za dva do tri velikostne razrede, zato to tudi ni na sliki prikazano.

V prvem koraku reakcije se injicira elektron hidroksidnega iona v orbitalo A bingljajoče površinske vezi s tuneliranjem skozi Helmholtzovo plast. Rezultirajoči radikal OH se lahko sedaj veže na preostali elektron in formira vez Si-O na površini, kar ustreza novemu površinskemu stanju zasedenosti v najvišji orbitali. Reakcija se nadaljuje s termično ekscitacijo elektrona iz najvišje zasedene orbitale A v prevodni pas.

Na površini (100), ki ima dve bingljajoči vezi na en atom, se lahko vežeta dva hidroksidna iona s tem, ko injicirata dva elektrona v prevodni pas silicija (en.1).



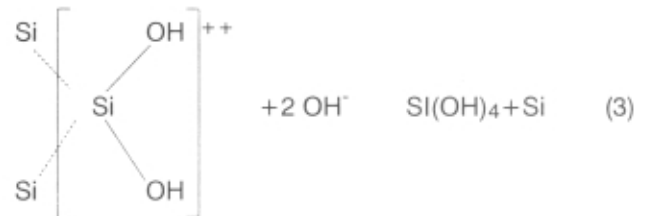
Krivljenje energijskih nivojev navzdol zagotovi potencialno jamo za injicirane elektrone in jih s tem obdrži blizu površine silicija. Tako imajo tudi zelo majhno verjetnost, da se rekombinirajo (celo v p-tipu). Zaradi vezanih hidroksidnih skupin na površinske atome silicija se zmanjša vezalna energija zadnjih vezi površinskih atomov, in sicer zaradi močne elektronegativnosti kisikovega atoma. V naslednji stopnji se morata zadnji vezi silicijevega atoma pretrgati, da dobimo topen silicijev kompleks. Energijsko to pomeni termično vzbuditev veznih elektronov in prehod v prevodni pas. Tako nastane pozitivno nabit hidroksidni kompleks (en.2).



Če povzamemo: štirje elektronski naboji so potrebni za sprostitve enega površinskega atoma silicija; dva pri-

spevata dve hidroksidni skupini, dva pa vezna elektrona Si-Si. Ti elektroni so injicirani v prevodni pas silicija in ostanejo lokalizirani blizu površine zaradi potencialne jame, ki se ustvari zaradi krivljenja energijskih pasov ob stiku silicij-KOH.

Silicij-hidroksidni kompleks dalje reagira še z dvema hidroksidnima ionoma in tvori ortosilikatno kislino (en. 3). Predvidevamo, da pride do trganja zadnjih silicijevih vezi in simultane vezave hidroksidnih ionov.



Neutrarna  $\text{Si(OH)}_4$  molekula zapusti material z difuzijo v elektrolit, kjer pa je nestabilna zaradi visokega  $pH$ . Iz kemije silikatov je znano, da se pri  $pH > 12$  s sprostitvijo dveh protonov formira naslednji kompleks:



Presežni elektroni v prevodnem pasu se lahko vežejo z vodnimi molekulami, ki se nahajajo blizu površine in tako tvorijo hidroksidne atome in vodikove atome, ki se kasneje rekombinirajo v molekularni vodik.



Na sl. 4 to ustreza prehodu elektronov iz prevodnega pasu v nezasedena stanja  $\text{H}_2\text{O}/\text{OH}^-$  para redoks. Paralelno s tvorbo molekularnega vodika so možni tudi drugi procesi, saj vemo, da vodik zlahka difundira v silicij in oslabi zadnje vezi, kar je poznan pojav iz amorfnega silicija. Predpostavljamo, da so štirje hidroksidni ioni, ki izhajajo iz redukcijske en. 6 in en. 7 ravno tisti, ki so bili poprej porabljeni v koraku oksidacije (en. 1-3) za odstranitev površinskega silicijevega atoma. Ker so generirani tik ob površini, jim tudi ni treba premagovati odbojne sile negativno nabitega silicija, kot če bi prišli iz globine elektrolita.

Celotno reakcijo lahko opišemo z naslednjo enačbo:



### 2.2.3 Samoustavitvene tehnike pri anizotropnem jedkanju v KOH

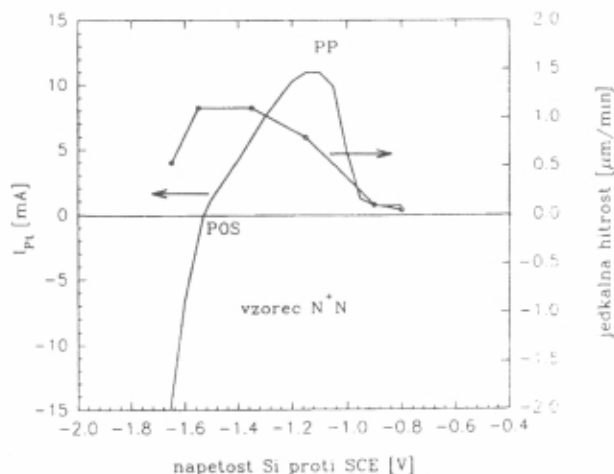
Dve glavni družini mikrostruktur, ki jih izdelujemo z mikroobdelavo, so membrane in eno ali večstransko vpeti tanki nosilci (cantilevers). Poleg lateralnih dimenzij so zelo pomembne tudi debeline teh struktur. Klasičen način za doseg točno določene debeline temelji na kontroliranju časa jedkanja pri konstantni jedkalni hitrosti. Ker pa to ni povsem zanesljiva metoda za masovno proizvodnjo, je treba uporabiti metode selektivnega jedkanja s samoustavitvijo (etch stop technique), ki so se v zadnjih letih precej izpopolnile.

Jedkanje se bo samodejno ustavilo pri neki globini, če naleti na kemijsko drugačno sestavo podlage (dopiran silicij), ali pa če to sprožimo od zunaj z električnim potencialom.

Prva tehnika s praktičnega vidika ni tako zanimiva, ker zahteva, da je plast, kjer naj bi se jedkanje samodejno ustavilo, ko jo doseže, močno dopirana z borom. To seveda izključuje, da bi na tej plasti realizirali katerekoli elektronske elemente. Iz druge skupine pa se danes največ uporablja tehnika, imenovana tudi elektrokemijska samoustavitev na zaporno polariziranem spoju p-n.

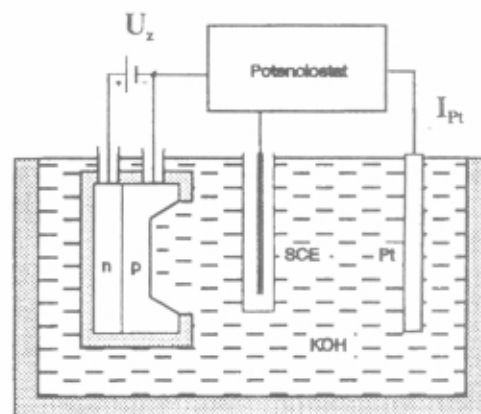
#### 2.2.3.1 Samoustavitev z zaporno polariziranim n-p spojem

Globina spoja n-p določa debelino strukture, ki nam bo ostala po samoustavitvi jedkanja. Spoj lahko realiziramo z visokotemperaturno difuzijo primesi, epitaksialno raščeno plastjo dopiranega silicija ali pa z implantacijo primesi. Elektrokemijsko jedkanje združuje dobre lastnosti jedkanja v KOH in definiranje globinske razsežnosti z dopiranjem ali zunanjim priključenim potencialom. Sam silicij izkazuje napetostno odvisnost jedkalne hitrosti, če ga priključimo na zunanji potencial. Pri nekaterih napetostih se jedka z normalno jedkalno hitrostjo (potencial odprtih sponk - POS) ali z nižjo hitrostjo (napetosti katodno od POS), medtem ko se pri bolj anodnih napetostih jedkanje skoraj popolnoma ustavi (pasivacijski potencial-PP). Za p- in n-tip silicija so ti potenciali različni. Značilna odvisnost I-U je podana na sliki 5 le za n-tip silicija, skupaj s pripadajočo spremembo jedkalne hitrosti.



Slika 5 Odvisnost I-U hitrosti jedkanja n-tipa silicija v KOH (LEE)

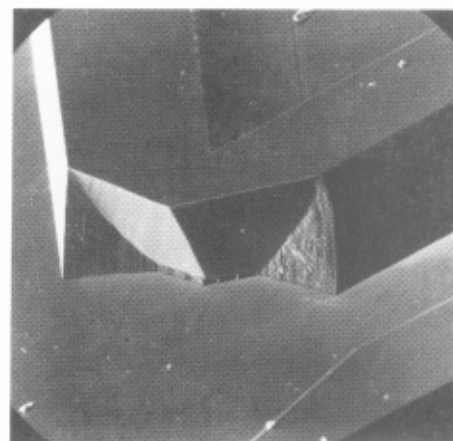
Princip samoustavitve jedkanja na epitaksialnem spoju p-n je shematsko prikazan na sliki 6 za primer štiritočkovne priključitve /20/. Zaporna napetost je priključena med epitaksialno plast n in platinasto protielektrodo. Tako je ves padeč napetosti na spoju in p-tip podlage se jedka neovirano. Ko jedkanje doseže spoj, le-ta izgine in je priključena napetost sedaj pasivacijski potencial za n-tip silicija. Posledica je formiranje anodnega oksida, ki zaustavi jedkanje silicija. Anodni oksid se sicer v KOH počasi jedka, vendar se zaradi PP formira nov. Ta proces porabljanja silicija je zanemarljiv proti jedkalni hitrosti samega silicija pri POS, tako da lahko upravičeno govorimo o samoustavitvi jedkanja na meji epi plasti, kar je tudi končna debelina zelene membrane ali podobne strukture.



Slika 6 Štiritočkovna priključitev vzorca n-p pri elektrokemijskem jedkanju s samoustavitvijo na spoju

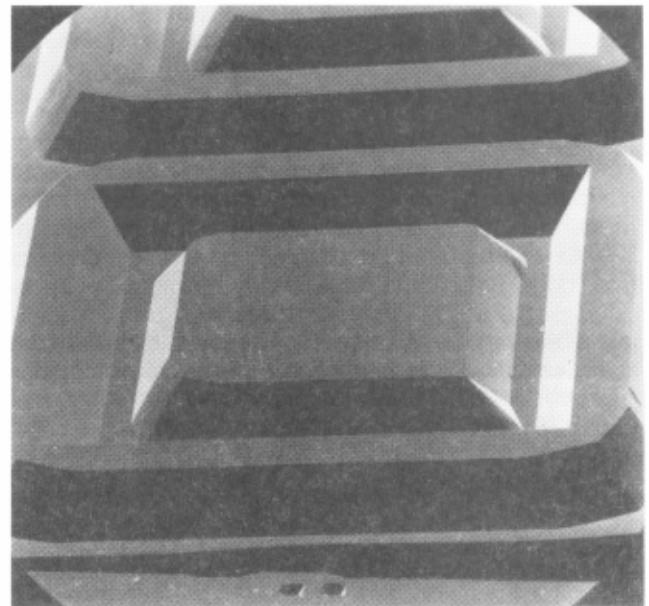
#### 2.2.4 Jedkanje konveksnih kontur

Pri realizaciji pravokotnih oblik 3D-struktur, paralelnih ali pravokotnih s [110] smerjo, kjer se pojavljajo pri jedkanju ne le notranji vogali, pač pa tudi zunanji - konveksni, pride do spodjedkavanja, torej do večje hitrosti jedkanja. To se dogaja brez izjeme pri vseh anizotropnih jedkalih in orientaciji podlage (100). Ilustracija takega primera je podana na SEM posnetku na sl. 7.

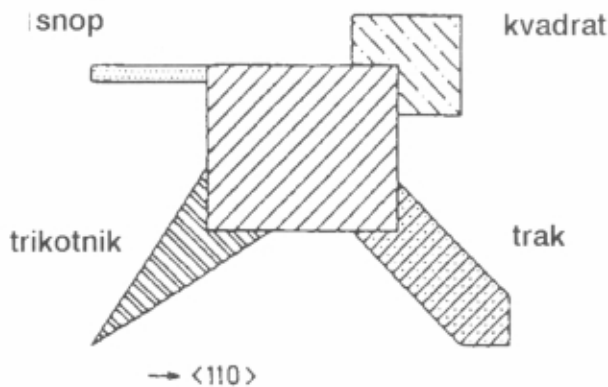


Slika 7 SEM posnetek spodjedkavanja konveksnega vogala pri anizotropnem jedkanju (LEE)

Ta pojav je pri izdelavi 3D-struktur nezaželen, saj v končni fazi lahko celo povzroči nezanesljivo delovanje strukture, zato ga je treba eliminirati. Najprej je treba ugotoviti, katere so tiste ravnine, ki zaradi hitrejšega jedkanja doprinesejo k spodjedkavanju. Na podlagi tega začnemo izdelovati kompenzacijske maske, s katerimi moremo predvideti, kakšne oblike naj bo začetni, z masko definirani vogal, da bomo pri določeni globini dobili oster in nepoškodovan konveksni vogal na strukturah. Razlog za različne interpretacije, katere ravnine se hitro jedkajo na konveksnem vogalu, leži v različnih uporabljenih jedkalih, ki različno spodjedkavajo konveksne vogale, in pa v zelo majhnih razlikah v kotih med bližnjimi ravninami z višjimi indeksi. Zgled oblik kompenzacijskih maske, ki se najpogosteje uporabljajo je na sl.8 /9/. V Laboratoriju za elektronske elemente se uporablja kompenzacija s kvadratom (zahteva najmanj lateralne površine) in jedkanje v TMAH ter KOH.



Slika 9 SEM-posnetek mikrostrukture, izdelane z uporabo trikotne kompenzacijske maske v jedkalu KOH-IPA za senzor nizkih tlakov (LEE)



Slika 8 Zgledi možnih kompenzacijskih mask za upočasnitev jedkanja konveksnih kontur /9/

Poleg kompenzacijske maske pa se spodjedkavanje močno zmanjša (za faktor 3x) tudi ob uporabi alkohola (IPA) kot organskega dodatka /28/. Tabela prikazuje faktorje spodjedkavanja pri različnih jedkalih, skupaj z pripadajočimi anizotropijami in jedkalnimi hitrostmi. Rezultati izhajajo iz raziskovalnega in eksperimentalnega dela v našem laboratoriju

Tabela 2. Jedkalne lastnosti in spodjedkavanje konveksnih vogalov za jedkala, ki so v uporabi v laboratoriju za elektronske elemente

Jedkalo	Jedkalna hitrost (mm/min)	Anizotropija (100/111)	Rel. spodjedkavanje
KOH	1,2-1,3	35-40	2,7
KOH-IPA	0,98-1,1	100-140	1-2
TMAH	0,87-0,92	15-17	5,5
TMAH-IPA	0,45-0,49	30	4

### 3 Bondiranje silicijevih rezin na podlago

Čprav je pojav direktnega spajanja (bondiranja) Si-Si poznan že dolgo, je prišel do praktične širše veljave šele pred leti, ko so se pojavile potrebe po mikrostrukturah, ki jih s klasičnimi postopki globinske ali površinske mikroobdelave ni več bilo možno realizirati. Izdelano ali delno izdelano mikrostrukturo pritrdimo (bondiramo) na podlago ali pa na komplementarno mikrostrukturo v fazi, ko je rezina še cela. Ta postopek mora biti popolnoma združljiv z vsemi danes uporabljanimi koraki v mikroelektronski industriji in ne sme vnašati v samo strukturo dodatnih mehanskih napetosti. Podlaga je lahko silicij ali pa material s podobnim temperaturnim raztezkom, največkrat steklo pyrex 7740. Glede na zahtevane lastnosti aplikacije (hermetičnost,...) izbiramo tehnologijo bondiranja. Danes so v uporabi predvsem naslednje tehnike:

- nizkotemperaturna stekla in polimeri kot adhezivi
- direktno fuzijsko bondiranje Si-Si
- elektrostatsko (anodno bondiranje)
- nizkotemperaturno reaktivno bondiranje Si-Si
- evtektično bondiranje

Vse bondirne tehnike pa postavljajo nekaj ostrih zahtev, kot so ultra čista površina stičnih ploskev, ravnost in gladkost stičnih ploskev ter hidrofilnost površine silicija za direktno bondiranje.

**Bondiranje z nizkotemperaturnimi stekli** poteka pri nizkih temperaturah (do 500°C). Stekla so lahko BSG, PSG ali pa frit steklo z močnimi dodatki Pb. Na podlago se lahko plast debeline reda nekaj mikrometrov nanese z tiskanjem, CVD-postopki, naprševanjem ali pa s sedimentacijo. Ta vmesna plast se rabi nato za bondiranje



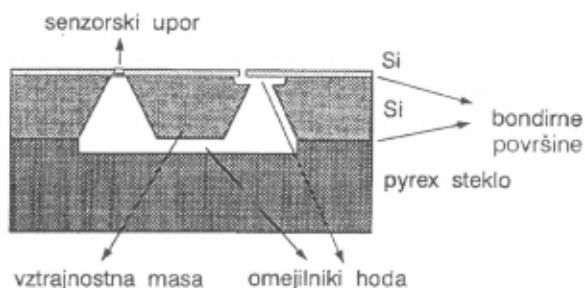
dveh silicijevih rezin ali silicija na kakšno drugo podlago. Tako bondiranje se uporablja za manj zahtevne aplikacije, ker daje slabše lastnosti spoja (hermetičnost, trdnost) kot druge tehnike.

**Direktno fuzijsko bondiranje** daje izredno kvaliteten kovalenten spoj, žal pa je uporabno predvsem v začetnih fazah, saj se izvaja na visoki temperaturi. Površine morajo biti mehansko polirane in hidrofilne, tako da imamo veliko gostoto skupin OH na silicijevi površini. Ena od površin ima lahko tudi termičen SiO<sub>2</sub> na površini. Ko pri 20°C položimo rezine skupaj, že delujejo šibke van der Waalove privlačne sile zaradi vodikovih vezi. Nato sledi visokotemperaturni postopek v kisikovi ali dušikovi atmosferi. Kemijske reakcije se pričnejo že pod 300°C, ko se skupine OH pretvorijo v H<sub>2</sub>O (en. 9).



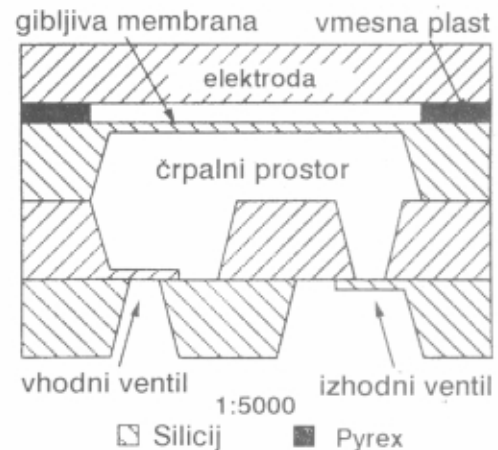
Med procesom bondiranja se tvorijo ponekod na stiku praznine, in sicer iz več vzrokov. Vzrok so nečistoče ali pa jih generira povečan parni tlak vodnih molekul. Če niso vezane na delce nečistoč, potem v nadaljnjem procesu izginejo. Med 300 in 800°C voda disociira in sprosti še dodatno kisik za vezavo med Si atomi, medtem ko vodik difundira v kristal. Tlak plina v prazninah pade in ustvari se podtlak proti atmosferskemu, ki pomaga zapreti praznine. Pri temperaturah 800-1400°C difundira kisik v silicij (navkljub intersticijskem kisiku, ki je že v kristalu in je v večini), Si pa difundira na tista mesta, kjer je praznina na spojni površini. Tako dobimo kovalenten, stabilen, hermetičen spoj /23/.

**Anodno ali elektrostatsko bondiranje** se zelo veliko uporablja pri izdelavi elementov, kjer želimo kvaliteten, hermetičen spoj, ne smemo pa prekoračiti določene temperature, predvsem zato, ker imamo že metalizirano sprednjo stran oziroma aktivne elemente. Steklo, ki se bondira, mora imeti primesi natrija ter podobne temperaturno odvisne raztezke kot silicij (Corning pyrex 7740). Pri sobni temperaturi se silicij in steklo stakneta, nakar se oboje segreje na temperaturo 350-450°C. Pri tej temperaturi so Na ioni že mobilni in ko sedaj priključimo med obe podlagi enosmerno napetost reda 400-1000 V (odvisno od debeline stekla), se ob spoju silicij-steklo tvori osiromašeno področje s kisikovimi ioni. Na spoju med Si in steklom se pojavi sedaj močno električno polje reda 7 MV/cm, ki povzroči elektrostatski pritisk okoli 20 barov in potegne podlagi skupaj. Ker sedaj ni več špranje med obema, je vsa napetost na osiromašenem področju in polje transpor-



Slika 10 Zgled realizacije strukture senzora pospeška z direktnim bondiranjem (zgoraj) in anodnim bondiranjem (spodaj)

tira kisikove ione, ki se vežejo na vezi silicija. Ta spoj ima od vseh najboljše hermetične in mehanske lastnosti /23/. Pri izdelavi npr. senzorja absolutnega tlaka z zaprto referenčno votlino je treba zagotoviti poleg visoke temperature in visoke napetosti še dodaten pogoj, da se bondiranje odvija v vakuumu (~10<sup>-6</sup> mbar).



Slika 11 Zgled realizacije mikročrpalke s tremi bondiranjmi

**Nizkotemperaturno Si-Si direktno reaktivno bondiranje** se pojavlja v zadnjem času kot pomembna tema v mnogih člankih /25,26/, ki se ukvarjajo s problematiko, kako doseči kvaliteten spoj ("bond") pri čim nižji temperaturi, brez vmesnih adhezivnih plasti, in sicer z ustrezno pripravo silicijeve površine. Hidrofilni površini staknemo pri sobni temperaturi in vodikove vezi vežejo površini. Napuščenje pri temperaturi 300°C povzroči, da se vezi O-H prekinajo in se tvori voda. Ta razpade, v atomarni vodik (difundira iz silicija) in kisik, ki se veže neposredno na silicijeve bingljajoče vezi. Metoda je privlačna in obetavna, a zaenkrat še ne more nadomestiti anodnega bondiranja z vidika zanesljivosti.

**Evtektično bondiranje** je tisto z dodatno naneseo vmesno kovinsko plastjo na eno od spojnih površin. Pri določeni temperaturi se tvori evtektična zlitina (za Si-Au je pri 363°C), ki je stabilen spoj med dvema silicijevima rezinama. Za tak primer mora biti površina Si popolnoma brez oksida. Najpogosteje se uporablja tak tip bondiranja za pritrjevanje senzorjev na ohišja.

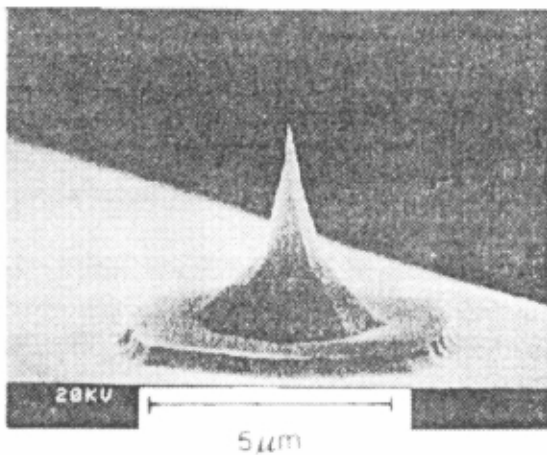
#### 4 Nadaljnje smeri razvoja

Čedalje večje težnje so po izdelavi takoimenovanih "smart" senzorjev, kjer 3D-mikroelektromehanske strukture realiziramo skupaj z integriranim vezjem na isti podlagi. Mikrostrukturo ponavadi izdelamo kot zadnji korak v procesu ali jo dodamo kasneje z bondiranjem. Največja prednost združitve silicija kot elektronskega in mehanskega materiala se torej kaže v integraciji izdelanega senzorskega dela s pripadajočim krmilnim in regulacijskim integriranim vezjem na isti podlagi. To so takoimenovani mikrosistemi. Težava pa se pojavi, ker mora biti senzorska ali aktuatorska mikrostruktura (za razliko od ostalega integriranega vezja, ki je ponavadi varno zaprto v standardno ohišje) v stiku z realnim svetom, s katerim interaktira. Za nekatera

neprijazna okolja, kjer morajo mikrosistemi delovati, je treba uporabiti rešitve za to že pri sami zasnovi.

Taki senzori, ki so delno že danes komercialno dosegljivi, bodo v bodoče združevali več funkcij. Poleg tega, da bo na isti podlagi izdelanih več senzorjev za različne veličine (mehanske, termične, električne, magnetooptične, ...), bodo na isti podlagi z mikroelektronskim integriranim vezjem zagotovljene tudi funkcije, kot so kompenzacija raznih nelinearnih vplivov, avtokalibracija sistema, A/D ali D/A pretvorbe signalov, izboljšanje S/N razmerij, impedančne prilagoditve [2,4,6]. Zraven sodi tudi možnost nadaljnjih miniaturizacij, h katerim teži mikroelektronika.

Mikroobdelava silicija si utira pot tudi na področja senzorjev, aktuatorjev, kjer so aktivni gradniki drugi materiali, na primer tankoplastni feroelektriki (PZT, keramične plasti PLZT), kjer se izkoriščata piroelektrični in piezoelektrični efekt [27,28]. Slednje je prikazano na naslednjem zgledu izdelave konice za mikroskop na atomsko silo (AFM), kjer se s konice, izdelane z mikroobdelavo, odvzema električni signal s tanke plasti PZT, nanasene na silicijevemu nosilcu [28].



Slika 12 SEM-slika Si nosilca in konice z radijem 10 nm za AFM, na katerega je nanasena tanka plast keramike PZT [28]

## 5 Sklep

V članku je podan razširjen pregled osnovnih metod in orodij mikroobdelave, ki so danes v uporabi. Analizirali smo primernost posameznih pristopov za določene aplikacije, kot tudi fizikalne mehanizme, ki nastopajo pri mikroobdelavi z določenimi orodji. Ta pregled je dopolnjen z rezultati in izkušnjami pri mikroobdelavi silicija, ki so plod prizadevanj Laboratorija za elektronske elemente na Fakulteti za elektrotehniko v Ljubljani. Le-te se nanašajo predvsem na piezoresistivne senzore tlaka za srednja in nizka merilna območja in s tem povezanimi tehnologijskimi jedkanja tankih membran, kompenzacij spodjekavanja konveksnih vogalov ter vpeljavi ustreznih bondirnih tehnik.

Mikroobdelava silicija obetavno kaže na močno širjenje na vedno nova področja vsakdanjega življenja. Začelo se je s senzori pritiska, nadaljevalo s senzori pospeška za varnostne vreče, mikromotorji v mikromehaniki, mikročrpalkami za avtomatsko doziranje zdravil in vivo in

se še širi na druga področja, bolj ali manj pomembna za naše življenje.

## 6 Literatura

- /1/ Kurt E. Petersen, Silicon as a mechanical material, IEEE Proc., 70, 5 (1982).
- /2/ J. Bryzek, K. Petersen, W. Mc Culley, Micromachines on the march, IEEE Spectrum, May 1994, p. 20-31.
- /3/ M. Pottenger, B. Eyre, E. Kruglick, G. Lin, MEMS: The maturing of a new technology, Solid State Technology, September, 1997, 89-96.
- /4/ J.B. Angell, S.C. Terry, P.W. Barth, Silicon micromechanical devices, Sci. Am., April 1983, 36-47
- /5/ H.-J. Roelke, H.F. Schlaak, Micromechanics and microsystems technology, Siemens review-R&D Special-spring 1990.
- /6/ K.D. Wise, K. Najafi, Microfabrication techniques for integrated sensors and microsystems, Science, Vol. 254, 1334-1342, Nov. 1991.
- /7/ P. Bley, The LIGA process for fabrication of three dimensional microscale structures, Interdisciplinary Science Reviews, Vol. 18, No. 3, 1993, 267-272
- /8/ Fumio Shimura, Semiconductor silicon crystal technology, Academic Press, inc., 1989.
- /9/ W. Lang, Silicon microstructuring technology, Materials science & engineering, Vol. R17, No. 1, Elsevier Science, September 1996.
- /10/ Gilles Delapierre, Micromachining: a survey of the most commonly used processes, Sensors and Actuators, 17, 1989.
- /11/ H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, H. Baumgartel, Anisotropic etching of silicon in alkaline solutions, J. Electrochem. Soc., Vol. 137, No 11, November 1990.
- /12/ Werner Kern, Chemical etching of Silicon, Germanium, Gallium Arsenide, and Gallium Phosphide, RCA Review, Vol. 29, 1978.
- /13/ U. Aljančič, D. Resnik, D. Vrtačnik, S. Amon, Overpressure protection in silicon low pressure sensor, Miel-SD 96, konferenca, Nova Gorica, September 1996, 315-320.
- /14/ M. Mehregany, S.D. Senturia, Anisotropic etching of silicon in hydrazine, Sensors and Actuators, 13 (1988), 375-390.
- /15/ J.E.A.M. van den Meerakker, M.H.M. van der Straten, A mechanistic study of silico etching in  $\text{NH}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  cleaning solutions, J. Electrochem. Soc., Vol. 137, No4, April 1990.
- /16/ O. Tabata et. al., Anisotropic etching of silicon in TMAH solutions, Sensors and Actuators A, 34 (1992) 51-57.
- /17/ D. Resnik, U. Aljančič, D. Vrtačnik, S. Amon, Investigation of (100) Si convex corner undercutting in KOH and TMAH, International Convention MIPRO 97, Opatija, Hrvatska, Maj 1997.
- /18/ S. D. Collins, Etch stop techniques for micromachining, Junij 1997.
- /19/ H.A. Waggner, Electrochemically controlled thinning of silicon, The Bell System Technical Journal, March 1970.
- /20/ Ben Kloock, S.D. Collins, N.F. de Rooij, R. Smith, Study of electrochemical etch-stop for high precision thickness control of silicon membranes, IEEE Trans. on ED, Vol. 36, No 4, April 1989.
- /21/ D. Resnik, U. Aljančič, D. Vrtačnik, S. Amon, Electrochemical etch-stop technique in silicon diaphragm fabrication, Miel-SD 93 konferenca, Bled 1993, 311-316.
- /22/ D. Resnik, U. Aljančič, D. Vrtačnik, S. Amon, Bossed diaphragm with compensated convex corner mask, Miel-SD konferenca, Nova Gorica 1996, 321-326.
- /23/ L.Ristic, Editor, Sensor Technology and Devices, Artech House, 1994.
- /24/ S.M. Sze, Semiconductor Sensors, John Wiley and Sons, 1994.
- /25/ Q.Y. Tong, U. Goesele, A model for low temperature bonding and its applications, Journal of Electrochemical Society, Vol. 143, No. 5, maj 1996.
- /26/ A. Baertholf, M. J. Vellekoop, IC-compatible silicon to silicon wafer bonding, Sensors and Actuators A (60), 1997, 208-211
- /27/ D. L. Polla, L. F. Francis, ferroelectric thin films in microelectromechanical system applications. MRS bulletin, July 1996.
- /28/ S. Watanabe, T. Fujii, T. Fujii, PZT thin film actuator/sensor for AFM, Proc. on X. IEEE Int. Symp. Of Ferroelectrics, ISAF 96, East Brunswick, N.J., 1996, 199-201.

## POVRŠINSKA OBDELAVA TITANOVIH TRAKOV IZ IONSKE ČRPALKE

**Miran Mozetič, Sonja Spruk**, Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Teslova 30, Ljubljana, Slovenija

**Andrej Pregelj**, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, Ljubljana, Slovenija

**Benjamin Zorko**, Institut Jožef Stefan, Jamova 39, Ljubljana, Slovenija

Surface treatment of titanium strips from sputter ion pump

### ABSTRACT

Influence of different methods of sand blasting on the composition and morphology of titanium strips from a triode sputter ion ultra high vacuum pump was studied. The surfaces were blasting with glass balls with the average diameter of 150  $\mu\text{m}$  and alumina with the average size of particles of 10  $\mu\text{m}$ . We found that during the blasting a layer rich in sand is formed on the surface. The characteristic dimensions of the particles of material on the surface is much lower than the original size of sand. Investigations with the electron microscope showed a rich relief in contrary to the original surface. Both the relief and the composition of the surface are changed substantially after the treatment of the surface with fluorine acid.

### POVZETEK

Preiskovali smo vpliv različnih vrst peskanja na sestavo in morfologijo titanovih trakov iz triodne ionsko naprševalne ultra visokovakuumske črpalke. Površino smo peskali s steklenimi kroglicami povprečnega premera 150  $\mu\text{m}$  in aluminijevim oksidom s povprečno velikostjo zrn 10  $\mu\text{m}$ . Ugotovili smo, da se med peskanjem na površini titanovih trakov formira tanka plast materiala, s katerim obdelujemo površino. Pri tem je karakteristična razsežnost drobcov materiala precej manjša od originalne velikosti zrn peska. Preiskave površine z elektronskim mikroskopom so pokazale bogat relief, kar je v nasprotju z originalno površino titana. Tako relief kot sestava površine se bistveno spremenita po obdelavi vzorcev s fluorovodikovo kislino.

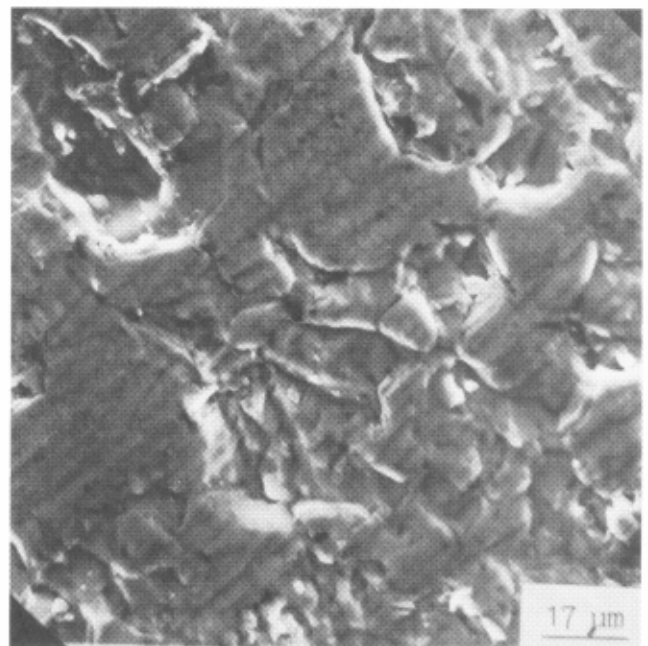
### 1 Uvod

Za doseganje ultra visokega vakuuma se pogosto uporabljajo ionsko naprševalne črpalke [1,2,3]. Odlikujejo jih nizek končni tlak, majhna poraba energije, dolga obstojnost in precejšnja črpalna hitrost tako za aktivne kot tudi za inertne pline. Najpreprostejša ionsko naprševalna črpalka je diodna, bolj komplicirane pa so triodne. Princip delovanja črpalke temelji na vzpostavi nizkotlačne razelektritve znotraj Penningovih celic. Nevtralni delci plina se v razelektritvi delno ionizirajo, nastali ioni pa v močnem električnem polju pospešijo in bombardirajo del površine katode z energijo reda velikosti keV. Energijski ioni se na površini katode lahko bolj ali manj prožno odbijejo. Nekateri ioni pri tem pustijo na površini električni naboj in se kot hitri nevtralni delci zarinejo v površino anode. Energijski ioni pri bombardiranju površine katode izbijajo iz nje nevtralne ali ionizirane atome titana. Nevtralni atomi titana se vežejo na površino anode in tako predstavljajo vedno svežo plast titana, s katero reagirajo atomi in molekule aktivnih plinov. Zlahtni plini ne reagirajo z titanom, zato se lahko vežejo v anodo le hitri nevtralni atomi teh plinov, ki so nastali pri nevtralizaciji ionov na katodi. Zlahtni plini se zarinejo tudi v površino katode, vendar pa se zaradi izdatnega odprševanja pogosto desorbirajo. Za kakovostno ionsko črpalčko je zelo pomembna čistost vgrajenega titana in njegova površinska obdelava. V članku opišemo preiskave, ki smo jih opravili z namenom, da ugotovimo, kako očistiti

katode rabljenih ionskih črpalk med postopkom regeneracije.

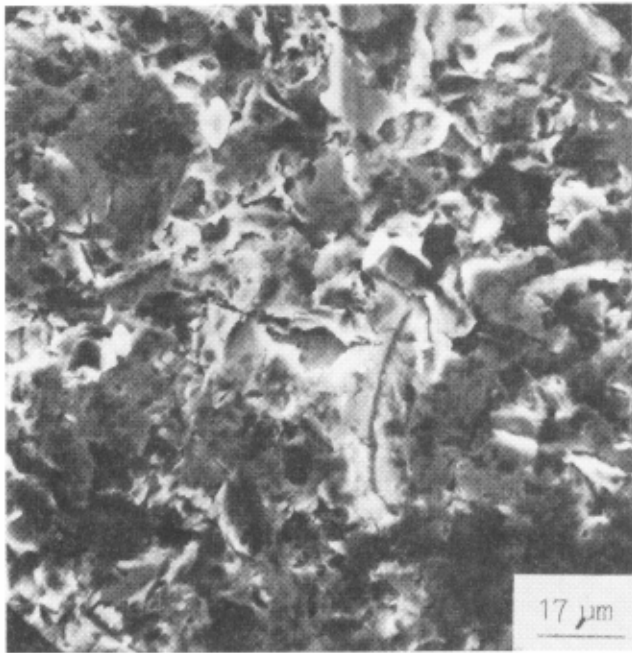
### 2 Peskanje titana in analize vzorcev

Za odstranjevanje plasti nečistoč na površini titana smo uporabili metodo, ki se pogosto uporablja pri obdelavi površin sestavnih delov za vakuumске sisteme. To je peskanje površine s steklenimi kroglicami in prahom aluminijevega oksida [4]. Za vzorec titana smo vzeli katodne trakove iz triodne ionsko naprševalne črpalke, ki je obratovala pri različnih tlakih več kot 10.000 ur. Pred obdelavo smo vzorce fotografirali z elektronskim mikroskopom JEOL JSM 35, sestavo površine pa ocenili z energijsko disperzijskim mikroanalizatorjem rentgenskih žarkov TRACOR TN 2000. Premer curka elektronov, s katerim smo obstreljevali površino, je bil 1  $\mu\text{m}$ . Morfologija površine vzorca, vzetega iz ionske črpalke, je prikazana na sliki 1. Semikvantitativna analiza površine je pokazala, da vzorec od kovin vsebuje le titan z majhnim dodatkom nekega težkega elementa, verjetno francija.

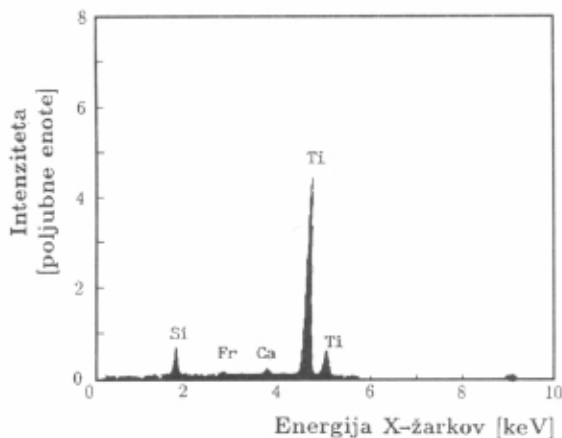


Slika 1. Posnetek površine svežega vzorca titanovega traku iz triodne črpalke.

Trakove smo peskali s steklenimi kroglicami pri tlaku nosilnega plina 6 bar in 4 bar. Morfologija površine vzorca, ki je bil peskan pri 4 bar, je prikazana na sliki 2, in se ne razlikuje bistveno od morfologije vzorca, ki je bil peskan pri tlaku 6 bar. Značilen spekter karakterističnega rentgenskega sevanja vzorca je prikazan na sliki 3. Spektre smo posneli na različnih mestih in na

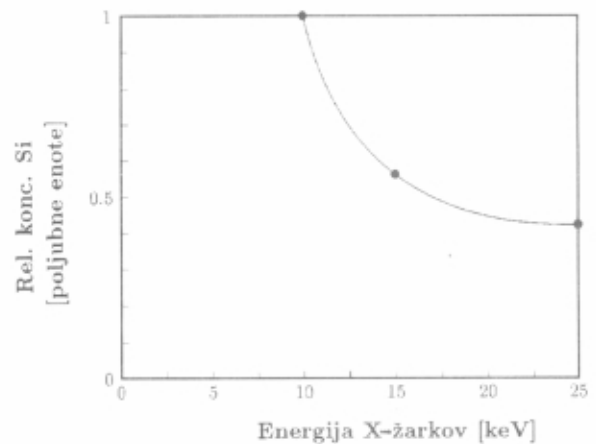


Slika 2. Fotografija titanovega vzorca, ki je bil peskan s steklenimi kroglicami pri tlaku 4 bar

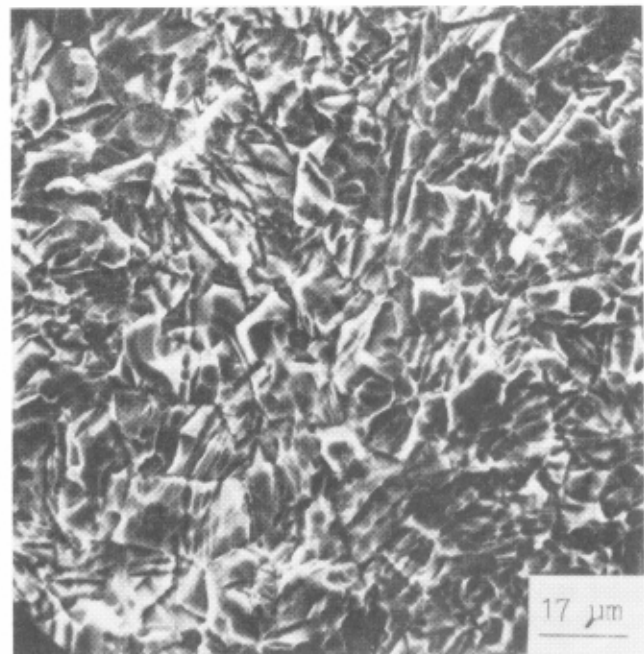


Slika 3. Spekter karakterističnega rentgenskega sevanja ob obstreljevanju vzorca (s steklenimi kroglicami peskan titan) z elektroni s kinetično energijo 20 keV

obeh vzorcih ter ugotovili, da se vsebnost silicija, kalcija in magnezija nekoliko spreminja, vselej pa so se nahajali ti elementi v površinski plasti vzorca. Semikvantitativna analiza je pokazala, da je vsebnost silicija v plasti vzorca, iz katere izhajajo karakteristični rentgenski žarki (okoli 1 μm), med 4 in 10 atomskimi %. Spektre smo posneli pri različnih kinetičnih energijah vpadnega curka elektronov na vzorec. Relativna vsebnost silicija na površini vzorca, ki je bil analiziran pri različnih kinetičnih energijah primarnih elektronov, je prikazana na sliki 4.



Slika 4. Relativna vsebnost silicija v isti točki vzorca, kot jo kaže semikvantitativna analiza karakterističnega rentgenskega sevanja ob obstreljevanju površine vzorca z elektroni s različno kinetično energijo



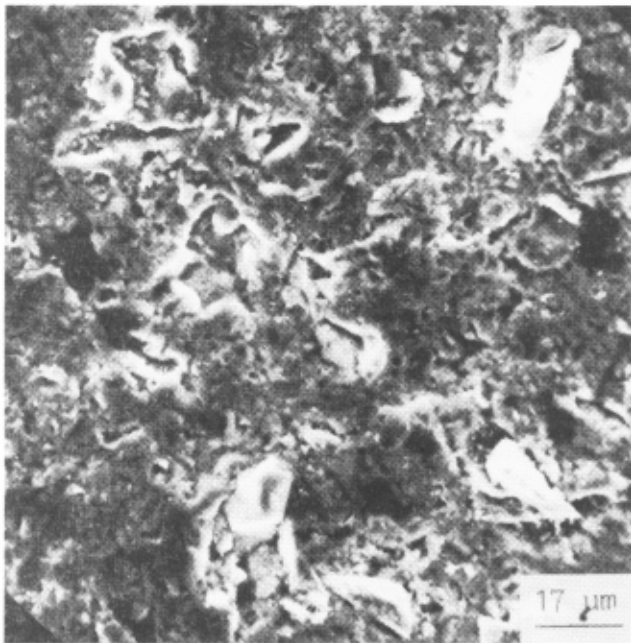
Slika 5. Fotografija titanovega vzorca, ki je bil peskan s steklenimi kroglicami pri tlaku 4 bar in jedkan z fluorovodikovo kislino

Vzorci titana, ki smo jih peskali s steklenimi kroglicami, smo izpostavili fluorovodikovi kislini, ki raztoplja steklo. Morfologija tako obdelanega vzorca je prikazana na sliki 5.

Semikvantitativna analiza karakterističnega sevanja je pokazala, da je od elementov, težjih od natrija, na površini le titan in verjetno francij.

Vzorci smo peskali tudi s prahom aluminijevega oksida s povprečno velikostjo zrn 10 μm. Morfologija vzorca je prikazana na sliki 6, spekter karakterističnega rentgenskega sevanja pa na sliki 7.





Slika 6. Fotografija titanovega vzorca, ki je bil peskan z aluminijevim oksidom

### 3 Rezultati analiz

#### 3.1 Morfologija vzorcev

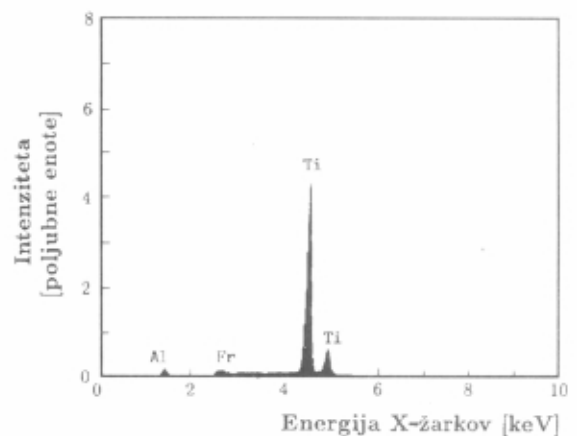
Primerjava slik 1, 2, 5 in 6 pokaže, da je morfologija vzorcev, ki so bili obdelani na različne načine, zelo različna. Na površini vzorca titana, ki ni bil peskan, ne opazimo bistvenih podrobnosti. Na sliki 1 prikazujemo površino titana pri povečavi 600-krat, vendar tudi večja povečava ne kaže, da obstajajo kakšni neprevodni vključki. Bogatejša je morfologija vzorcev, ki so bili obdelani s steklenimi kroglicami. Na površini vzorca (slika 2) smo opazili bogato strukturo nepravilnih oblik. Zanimivo je, da pri tej povečavi ni bilo videti drobcev stekla, ki smo jih ugotovili z analizami karakterističnega rentgenskega sevanja. Majhne drobce stekla bolj ali manj nepravilnih oblik smo opazili šele pri povečavi 3000-krat. V površino titana se torej zarivajo le drobni delci steklenega prahu, ki nastaja med peskanjem zaradi drobljenja steklenih kroglic.

Pri jedkanju vzorcev, ki so bili obdelani s steklenimi kroglicami, v fluorovodikovi kislini ne odstranimo le drobcev stekla s površine, ampak se močno spremeni tudi njena morfologija. Opazimo lahko (sl. 5), da ima po kemijskem jedkanju vzorec izrazito kristalinično strukturo z velikostjo zrn približno 10 μm.

Tudi po obdelavi vzorcev titana z aluminijevim oksidom smo ugotovili precejšnjo spremembo morfologije površine vzorca (sl. 6). Podobno kot po obdelavi s steklenimi kroglicami je bila tudi tokrat površina zelo bogata, na njej pa smo opazili tudi drobne električno neprevodne delce, za katere sklepamo, da so aluminijev oksid.

#### 3.2 Semikvantitativne analize sestave vzorca

Vse vzorce smo analizirali z energijsko disperzijskim mikroanalizatorjem rentgenskih žarkov. Sveži vzorci iz ionske črpalke vsebujejo le titan z dodatkom približno



Slika 7. Spekter karakterističnega rentgenskega sevanja ob obstreljevanju vzorca (z aluminijevim oksidom peskan tita) z elektroni kinetične energije 20 keV

1% francija. Na tem mestu velja še enkrat poudariti, da mikroanalizator ne "vidi" elementov, ki so lažji od natrija. Sestava vzorcev se močno spremeni po peskanju le-teh s steklenimi kroglicami. Na sliki 3 je prikazan spekter karakterističnega sevanja. Semikvantitativna analiza tega spektra pokaže, da je na površini vzorca približno 7 atomskih % silicija, 3 atomske % kalcija in na nekaterih mestih tudi merljiva količina magnezija in natrija. To so elementi, ki sestavljajo steklene kroglice, zato lahko zanesljivo sklepamo, da so se pojavili na površini med peskanjem. Globinska ločljivost uporabljene mikroskopske sonde je odvisna od kinetične energije vpadnih elektronov in je za elektrone s kinetično energijo 20 keV in titanov vzorec približno 1 μm. Ker smo menili, da steklo ni enakomerno porazdeljeno v površinski plasti vzorca z debelino 1 μm, smo poskusili vsaj kvalitativno oceniti debelino steklene prevleke na vzorcu. Zato smo preiskali isto površino vzorca z elektroni z različno kinetično energijo. Elektroni z manjšo kinetično energijo imajo namreč manjšo vdorno globino v vzorcu, zaradi česar je karakteristična debelina, iz katere izhajajo rentgenski žarki, manjša. Analiza z manjšo energijo primarnih elektronov je torej bolj površinsko občutljiva. Na sliki 4 prikazujemo rezultate semikvantitativne analize karakterističnega sevanja pri različnih vpadnih energijah elektronov med 10 in 25 keV. Opazimo lahko, da vsebnost silicija, kot jo vidi elektronski analizator, monotono narašča z nižanjem kinetične energije vpadnih elektronov. Ker je elektronski curek vedno usmerjen v isti del površine vzorca, je dejanska vsebnost silicija v vzorcu seveda ves čas enaka. Močno odvisnost vsebnosti silicija, ki jo vidi elektronski mikroanalizator, od kinetične energije vpadnih elektronov, tolmačimo z različno globinsko občutljivostjo mikroskopske sone. Bržkone velja, da je vsebnost silicija prav na površini vzorca večja od vsebnosti titana, kar pomeni, da je celotna površina vzorca kar dobro prekrita z delci stekla.

Semikvantitativne analize karakterističnih rentgenskih žarkov smo opravili tudi pri vzorcih, ki so bili peskani z aluminijevim oksidom. Tudi v tem primeru je na površini vzorca z aluminijem bogata plast. Povprečna koncentracija aluminija v površinski plasti titana, ki je debela okoli 1 μm, je 9 atomskih %. Analize smo opravili na več mestih in ugotovili, da je aluminij zelo nehomogeno porazdeljen po površini.



## 4 Diskusija in sklepi

Za študij vpliva peskanja na sestavo in morfologijo površine titana iz ionsko naprševalne črpalke smo uporabili elektronski mikroskop z energijsko disperzijskim mikroanalizatorjem rentgenskih žarkov. Kvalitativno smo pokazali, da je na površinah vzorcev, ki so peskani z steklenimi kroglicami ali aluminijevim oksidom, plast nečistoč, ki je bogata z delci materiala, s katerim vzorce peskamo. Ker obstoječi mikroanalizator ne "vidi" elementov, lažjih od natrija, ne moremo z gotovostjo trditi, da postopek peskanja odstrani s površine titana njegove nitride, okside, karbide itd. Vsekakor pa fotografije z elektronskim mikroskopom kažejo, da s peskanjem titanovih trakov močno povečamo njihovo efektivno površino. Na površini titana sicer ostane plast steklenih drobcov, ki jih je treba pred ponovno vgradnjo titana v ionsko črpalke odstraniti. Preprost način za odstranitev steklenih drobcov je kemijsko jedkanje v fluorovodikovi kislini. Ta kemijski postopek tudi močno spremeni morfologijo titana. Na površini je lepo vidna kristalinična struktura z bogatim reliefom. Takšna struktura je izredno koristna pri uporabi titana kot katodnega materiala v ionskih črpalkah, saj močno povečana površina omogoča dobro vezavo plinskih delcev na površino, prav tako pa bistveno izboljša sposobnost črpanja vodika, ko je površina sicer prekrita s plastjo nekaterih drugih titanovih spojin, ki so difuzijska bariera za prehajanje vodika v notranjost vzorca.

Preiskave sestave vzorca z mikroanalizatorjem imajo bolj kvalitativen značaj, kar smo pokazali s primerjavo analize istega dela površine vzorca, ki je bil obdelan z različnimi energijami primarnih elektronov. Podatek o povprečni koncentraciji različnih elementov, ki ga dobimo iz semikvantitativne analize karakterističnega sevanja, je v zvezi z nekim povprečjem čez dejansko sestavo po globini, ki je približno enaka 1  $\mu\text{m}$ . Iz rezultatov semikvantitativnih analiz in preiskav z različnimi kinetičnimi energijami vpadnih elektronov, lahko sklepamo, da je koncentracija steklenih drobcov

v globini približno 1  $\mu\text{m}$  že skoraj zanemarljivo majhna, zato pa na površini vzorca stekleni drobcovi prevladujejo. Če bi bili ti drobcovi večji od približno desetinke mikrometra, bi jih z elektronskim mikroskopom zlahka zaznali. Ker pa morfologija vzorcev, ki so bili obdelani s steklenimi kroglicami ali aluminijevim oksidom, ne kaže na prisotnost večjih električno neprevodnih tvorb na površinah vzorcev, sklepamo, da je velikost drobcov stekla, ki se zarinejo v površino titana, manjša od približno desetinke mikrometra, kar je tudi lateralna ločljivost uporabljenega elektronskega mikroskopa.

S preiskavami, ki so opisane v tem delu, smo pokazali, da samo peskanje vzorcev titana ni najbolj priporočljiva obdelava katodnih materialov za vgradnjo v ionsko naprševalne črpalke. S takšnim načinom obdelave sicer odstranimo površinsko plast katode, vendar sočasno pridobimo novo plast nečistoč, ki je sestavljena iz drobcov materiala, s katerim obdelujemo katodo. Te drobce lahko odstranimo s površine titana z jedkanjem v fluorovodikovi kislini. S tem postopkom se tudi spremeni morfologija vzorca. Katodni material, ki je bil obdelan na ta način, kaže enakomerno polikristaliničnost z velikostjo kristalnih zrn približno 10 mikrometrov in zelo bogatim reliefom. Takšna oblika titanovih katod je za vgradnjo v ionske črpalke izredno ugodna, saj je efektivna površina tako obdelanega titana za nekaj velikostnih redov večja od njegove geometrijske površine.

## 5 Literatura

- /1/ A. Pregelj, M. Drab, I. Grašič, M. Mozetič, A. Paulin, *Experiences in Development of Ion Getter Vacuum Pump*, *Strojarsvo* 38, 1996, 6, 261-264
- /2/ M. Audi, M. Simon, *Ion Pumps*, *Vacuum* Vol 37, 1987, 7/8, 629-636
- /3/ A. Pregelj, M. Drab, I. Grašič, *Naprševalne-ionsko-getske črpalke*, *Vakuumist*, Vol 16, 1996, 2, 10-14
- /4/ A. Faude, *The right method to achieve improved surfaces*, firm report IEPKO AG, Surface treatment technology

## 80 seja izvršnega odbora mednarodne zveze za vakuumsko znanost, tehniko in aplikacije (IUVSTA)

80. seja Izvršnega odbora IUVSTA je bila v Bratislavi na Slovaškem 23.03.1998. Pred sejo imajo posamezni odbori strokovne in organizacijske sestanke, na katerih obravnavajo tekočo problematiko, ki jo nato v obliki sklepov sprejmejo na Izvršnem odboru IUVSTA. Vsi sestanki so bili predpriprava za generalno skupščino, ki bo avgusta letos, istočasno kot bo IVC 14- svetovni vakuumski kongres. Slovenska predstavica dr. Monika Jenko predseduje odboru "DEVELOPING COUNTRIES COMMITTEE (DCC)". Na sestanku DCC je predstavila "IUVSTA bazo podatkov", ki deluje na osnovi e-mail-a. Baza je razdeljena na 8 delov, ki predstavljajo posamezne strokovne odbore IUVSTA:

1. IUVSTA-ASS.LIST: APPLIED SURFACE SCIENCE;
2. IUVSTA-EMP.LIST: ELECTRONIC MATERIALS AND PROCESSING;
3. IUVSTA-NS.LIST: NANO SCIENCE;
4. IUVSTA-PS.LIST: PLASMA SCIENCE;
5. IUVSTA-SS.LIST: SURFACE SCIENCE;
6. IUVSTA-TF.LIST: THIN FILMS;
7. IUVSTA-VM.LIST: VACUUM METALURGY;
8. IUVSTA-VS.LIST: VACUUM SCIENCE

Vse slovenske vakuumiste, ki bi želeli dobiti šifro za vstop v bazo podatkov, prosim, da mi pošljete naslednje podatke za

IUVSTA bazo podatkov (podatke pošljite na e-mail naslov: monika.jenko@guest.arnes.si):

1. Name and family name (Ime in priimek)
2. Affiliation (Zaposlitev, institucija)
3. Position at affiliation (delovno mesto)
4. Address (naslov)
5. Telephone number
6. Fax number
7. E-mail address
8. Web address
9. IUVSTA-LIST (vpišite, v katero listo se želite vključiti, lahko izberete več list, vendar ne več kot 3)
10. Research interests (Področje raziskav - opišite svoje področje raziskav z največ 50 besedami).

Namen baze podatkov je spoznati posamezne strokovnjake, ki delajo na istem raziskovalnem področju, ter jim omogočiti pripravo mednarodnih projektov kot so projekti Evropske zveze ali pa NATO projekti.

A/ Prof. Dr. Monika Jenko, Institute of Metals and Technology  
Lepi pot 11, 1001 Ljubljana, POB 431, Slovenija  
E-mail: Monika.Jenko@guest.arnes.si  
Phone: +386 61/125 11 61,  
Fax: +386 61/213 780

## KAKO SMO OPREMLJALI NA IJS ODSEK ZA TANKE PLASTI IN POVRŠINE Z RAZISKOVALNO OPREMO

**Boris Navinšek**, Odsek za tanke plasti in površine, Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

### How the Department of Thin Films and Surfaces was equipped with research apparatus

#### ABSTRACT

In a short review I describe our ideas, actions and efforts, which were in the last 40 years connected with the design, elaboration and application of the research equipments at our Department of thin films and surfaces. The successive development and purchase of the apparatus and measuring techniques show also how our research programme was developed from the initial characterization of reactor materials to the today's plasma surface engineering.

#### POVZETEK

V kratkem pregledu opisujem naše ideje, akcije in napore, ki so bili v zadnjih 40 letih povezani s konstruiranjem, izdelavo in uporabi raziskovalne opreme v našem Odseku za tanke plasti in površine. Zaporedje razvoja in nabave aparatov ter merilne tehnike kaže tudi, kako se je razvijal naš raziskovalni program od začetne karakterizacije reaktorjskih materialov do današnjega plazemskega površinskega inženirstva.

#### 1 UVOD

Odličnost raziskovalno-razvojnega dela na področju tankih plasti in površin direktno zavisi od kvalitete raziskovalne opreme. Zato lahko za določeno raziskovalno skupino, vzemimo za primer kar naš Odsek na Institutu J. Stefan, predstavlja način oziroma zaporedje razvoja in nabave opreme, kar sliko razvoja aktivnosti in uspehov v takšni skupini. Kot glavni pobudnik in udeleženec zgodovinskega razvoja v zadnjih 40 letih (1957-1997) lahko v pouk mlajšim in razmislek starejšim raziskovalcem v Sloveniji v nekaj odstavkih podam način in okoliščine, v katerih smo bili prisiljeni v prvih 20 letih razviti in izdelati nekaj večjih naprav doma, šele nato pa smo uspeli nabaviti prvo večjo napravo za nanos tankih plasti iz inozemstva. Naših uspehov ne bi bilo brez tesnega sodelovanja s prijatelji in partnerji iz inozemstva.

#### 2 Učna doba doma in v tujini

Že kot diplomant sem sodeloval s prof. A. Strojnikom pri gradnji prvega slovenskega elektronskega mikroskopa. Svoje znanje iz elektronske optike sem uporabil na Institutu J. Stefan v Skupini za preiskavo materialov pri konstrukciji in izdelavi elektronskega difraktografa, ki je imel kot izvir telefokusno elektronsko puško in elektromagnetne leče za fokusiranje elektronskega snopa (prvi elektronski mikroskop v Sloveniji je bil nabavljen leta 1954 na Institutu J. Stefan in to pri firmi Zeiss ter je imel še elektrostatične leče). Elektronski difraktograf stoji danes v Tehničnem muzeju in je lep dokaz za to, da »doma« ni mogoče izdelovati takšnih naprav profesionalne kvalitete.

V okviru kratkih specializacij na oddelkih za fiziko Univerze v Varšavi, Hamburgu in Utrechtu sem se že leta 1961 srečal s prvimi raziskavami na svetu na področju

naprševanja tankih plasti in ionskega bombardiranja. Doma seveda za takšne raziskave nismo imeli nobene opreme. Izdelali smo enostavno napravo za ionsko bombardiranje in ionsko jedkanje. Kot izvir smo uporabili kar visokofrekvenčni ionski izvir, kot so ga uporabljali v nevtronskem generatorju v jedrski fiziki. To, da sem uspel v takšni »namizni« napravi izmeriti razpršitvene koeficiente za kristale alkalnih halogenidov in rezultate objaviti že leta 1965 v reviji J. Appl. Physics (ZDA), je bil za mene dokaz, da smo bili na pravi poti. Področje naprševanja tankih plasti je res postalo zelo aktualna problematika v svetu, in to tako s stališča temeljnih, in še posebno aplikativnih raziskav (optika, elektronske komponente in mikroelektronika).

#### 3 Prvi dve veliki raziskovalni opremi

Po enoletnem bivanju na Univerzi v Liverpoolu, ter magisteriju in doktoratu v letu 1968, sem že imel načrt za realizacijo dveh raziskovalnih naprav, naprave za ionsko bombardiranje in naprševalnika tankih plasti, ki naj bi bile osnova našega raziskovalnega in bodočega razvojnega dela.

Medtem ko je bilo v začetku 80-ih let možno naprave za ionsko bombardiranje v ultravakuumski izvedbi (UHV) sestaviti oz. izdelati v lastni režiji, pa je bilo jasno, da je za resno delo pri pripravi tankih plasti potrebno kupiti v tujini profesionalno izdelan naprševalnik. Tako smo storili tudi mi.

Napravo za ionsko bombardiranje v UHV izvedbi z energijami ionov do 15 keV smo sestavili na Institutu J. Stefan. Najpomembnejši del naprave je bil vsekakor visokostabilni magnet z dvojnimi fokusiranjem, ki sem ga izbral pri Danfysik na Danskem. Z nasveti so nam pomagali še prof. Kaminsky iz ANL Chicago, prof. Carter iz Liverpoola in prof. Tanovič iz Sarajeva, ki je tudi doktoriral iz ionske optike na Danskem. Kot komora za eksperimentalno delo nam je služil Balzersov UHV sistem, ki so ga izdelali za AES/SIMS analize.

S to napravo sem kasneje sodeloval pri projektih IAEA iz Dunaja (radiacijske poškodbe v materialih) in NSF iz Washingtona (površinske spremembe pri možni ionski eroziji in pojavu zajetja lahkih ionov v materialih – »blistering«).

Nabavi naprševalnika tankih plasti SPUTRON DC/RF pri firmi Balzers AG iz Liechtensteina so botrovale srečne okoliščine. V letu 1978 je bilo namreč zelo težko dobiti sredstva za opremo v vrednosti preko 100.000 CHF. V tej napravi še danes, po 18 letih, uspešno pripravljamo različne vrste tankih plasti. V sodelovanju z razvojnim sektorjem Balzersa smo v njej izdelali tudi prve trde in zaščitne prevleke, v sodelovanju z NBS iz Washingtona pa mi je uspelo razviti in izdelati večjo serijo prvih standardov za površinske analize (NBS SRM No. 2135).

#### 4 Naprševanje zaščitnih plasti

Da bodo zaščitne prevleke tehnološko pomembne za industrijo sem zaslutil že pred več kot 30 leti, ko sem s svojimi kolegi, doktoranti iz Univerze v Liverpoolu, obiskal več angleških tovarn, v katerih so razvijali elektronske komponente in mikroelektronska vezja (npr. Plessey in ITT). V improviziranem diodnem naprševalniku smo že takrat naprševali plasti niklja, kroma, Ni-Cr zlitine, nerjavnega jekla in medenine. Leta 1972 sem bil s priporočilom prof. Carterja povabljen na specializirano konferenco NATO Advanced Study Instituta v Londonu, kjer sem kot prvi pokazal naše rezultate in prednosti naprševanja zlitin pred standardnim vakuumskim naprevaljem.

Naj omenim še idejo o naprševanju zaščitnih prevlek iz cilindrične katode na žice. O tem smo prijaviли tudi patent, vendar na IJS ni bilo zanimanja za to, da bi lahko sodelovali v velikem belgijskem projektu za industrijo. Kot nadaljevanje teh idej smo kasneje izdelali majhen cilindrični naprševalnik, ki je bil podlaga za večjo napravo s titanovimi katodami. Tehnično izvedbo te naprave je ob naši asistenci in pomoči dr. B. Zege iz Batelle Inštituta iz Ženeve realiziral H. Kralj iz Odseka za profesionalno elektroniko na IJS. Izdelali pa so jo v celoti v delavnicah IJS. To napravo še danes uporabljamo za nanos TiN prevlek na orodja, ki so prevelika za napravo BAI 730 (do 250 mm).

Po načrtih dr. Zege smo izdelali tudi majhen planarni magnetron, ki pa ni bil uporaben za kakršnokoli tehnološke raziskave.

Raziskave in razvoj zaščitnih prevlek začnemo ponovno v zadnjih dveh letih, ko smo kupili naprevalnik Balzers BAK 600 v stečajnem postopku ISKRE-Upori iz Šentjerneja. Direktorja Balzersa mi je uspelo prepričati o smiselnosti skupnega razvoja na tem področju, ki ga imenujem »nadomeščanje galvanskih prevlek s PVD trdimi in zaščitnimi prevlekami«. Podpisal sem dolgoročno pogodbo o znanstveno-tehničnem sodelovanju. V okviru te pogodbe smo že dobili od Balzersa 10kW planarni magnetron, ki smo ga vgradili v napravo BAK 600 in nam bo v bodoče služil za nanos različnih vrst zaščitnih in tudi trdih prevlek.

#### 5 Napravi za ionsko prekrivanje

Naši rezultati in moje več kot 30-letno uspešno sodelovanje s firmo Balzers so bili podlaga tudi za organizacijo Centra za trde prevleke v Domžalah v letu 1985. Firma SMELT iz Ljubljane je financirala nabavo profesionalne naprave Balzers BAI 730 za nanos trdih prevlek, Institut J. Stefan pa je vložil naše znanje v obliki blagovne znamke JOSTIN (1984), patentne zaščite te tehnologije (1983) in izgradnje potrebnih prostorov. Pri nabavi te opreme nam je Balzers priznal naš know-how v vrednosti 760.000 CHF, ki bi jih sicer morali plačati tako kot vsi ostali kupci teh naprav.

Na podlagi skupne pogodbe o znanstveno-tehničnem sodelovanju med Institutom, MZT in firmo Balzers, Wear Protection, smo v letu 1994 dobili brezplačno še drugo profesionalno napravo BAI 730M, v kateri raziskujemo parametre plazme med gretjem, jedkanjem s plazmo in nanašanjem TiN in CrN prevlek. Za te meritve uporabljamo najmodernejši analizator za diagnostiko plazme (Balzers Plasma Process Monitor PPM 421). Nabavo je v letu 1996 omogočilo Ministrstvo za znanost in tehnologijo.

#### 6 Merilne tehnike za karakterizacijo

Za uspešno delo na področju tankih plasti ter trdih in zaščitnih prevlek, smo seveda potrebovali tudi najmodernejše merilne tehnike. Vse aparature nam je uspelo nabaviti šele v zadnjih 4 letih.

Mikrotrdoto prevlek merimo z avtomatskim merilnikom MITUTOYO MVK-H2, medtem ko hrapavost površin in debelino prevlek merimo z najnovejšo napravo Taylor-Hobson TALYSURF 2. Uspešnost trdih in zaščitnih plasti je določena z njihovo oprijemljivostjo na podlago. To določamo z razenjem prevlek na izbranem orodnem jeklu z diamantno konico Rockwell-ovega tipa v napravi C.S.E.M. REVETEST, nabavljeni v Švici.

Precizno mikrotehniko Mettler-Toledo MV2 uporabljamo za določanje oksidacijskih produktov. Korozijske preskuse zaščitnih prevlek izvajamo v angleški komori za preskuse v slani megli ASCOTT.

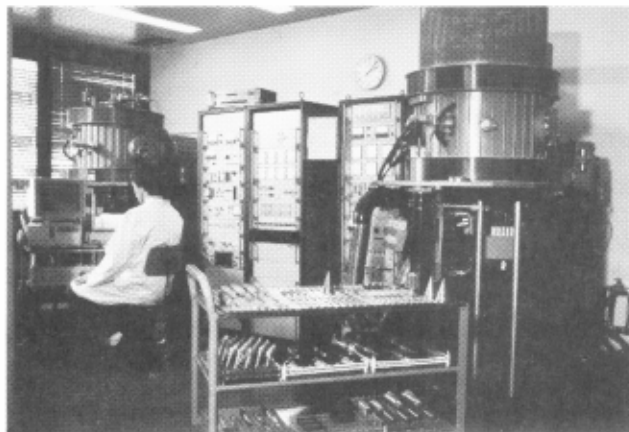
Sofinancirali smo tudi nabavo najmodernejših merilnih tehnik za meritve korozijskih lastnosti trdih prevlek v Odseku za fizikalno in organsko kemijo na IJS, s katerim že več let uspešno sodelujemo.

Seveda pa uporabljamo za karakterizacijo tankih plasti ter trdih in zaščitnih prevlek še rentgenske analize, elektronsko mikroskopijo in rastersko elektronsko mikroskopijo na IJS v Odseku za keramiko in Odseku za fiziko trdnih snovi, AES analize pa naredijo za nas na Inštitutu za tehnologijo površin in optoelektroniko v Ljubljani.

#### 7 SKLEP

V dolgih štirih desetletjih se je pokazalo, da je tako za izgradnjo raziskovalne opreme, kakor tudi za nabavo najmodernejših opreme iz tujine potrebo vedno dvoje: veliko znanja in veliko finančnih sredstev. Vsega tega pa v našem Odseku ne bi mogli realizirati brez uspešnega in prijateljskega sodelovanja z inozemskimi strokovnjaki in še posebno z razvojnim sektorjem firme Balzers AG, Wear Protection iz Liechtensteina.

Naši uspehi pri temeljnih raziskavah, ter več kot uspešno sodelovanje s slovensko industrijo preko Centra za trde prevleke in tehnološkega svetovanja pa je dokaz, da sem naš razvoj pravilno usmerjal. Prepričan sem, da bo tudi v bodoče tako.



Napravi za nanašanje trdih prevlek TiN in CrN. Levo BAI730M-darilo Balzersa in Desno BAI730 - darilo SMELTA

## TANDEMSKI POSPEŠEVALNIK Informacija ob postavitvi TANDETRON-a

Miloš Budnar, Institut Jožef Stefan, Jamova 39, 1000 Ljubljana

Na Institutu "Jožef Stefan" v Ljubljani je bila 1.12.1997 slovesna otvoritev novega tandemskega pospeševalnika. Pospeševalnik je simbolično pognal dr. Sueo Machi, pomočnik generalnega direktorja Mednarodne agencije za atomsko energijo (IAEA), v imenu vlade Republike Slovenije pa je zbrane goste pozdravil dr. Boris Frlec, zunanji minister.

Ideja o postavitvi **sodobnega elektrostatskega pospeševalnika tandemskega tipa**, je obstajala na Odseku za fiziko nizkih in srednjih energij že vrsto let. Idealna prilika za nakup pospeševalnika se je ponudila, ko je bil leta 1994 sprejet IAEA-projekt tehnične pomoči Sloveniji, ki je omogočal realizacijo tako velike investicije. Sredstva v višini – 0,5 milijonov USD, ki jih je za postavitev pospeševalnika namenila Mednarodna agencija za atomsko energijo na Dunaju (IAEA), so bila obogatena s približno enakim zneskom od Ministrstva za znanost in tehnologijo (MZT). K vsemu temu sta nekaj prispevala še Institut "Jožef Stefan" (IJS) oziroma njegov Odsek za fiziko nizkih energij iz lastnih sredstev, in sicer za obnovo eksperimentalnih prostorov ter z obstoječo eksperimentalno opremo. Celotni vložek lahko ta trenutek ocenimo na okrog 1,5 milijon USD.

Tandemski pospeševalnik - TANDETRON - je izdelek nizozemske firme High Voltage Engineering Europe (HVEE) in je narejen po ameriški licenci (IONEX), seveda z mnogimi izboljšavami, ki jih dajejo moderne tehnologije. Največja pospeševalna napetost je 2 MV, kar omogoča, da se nabiti delci (ioni) pospešijo do energij 4 MeV in več, odvisno od njihovega naboja. Omenjena naprava sodi med tako imenovane **nizkoenergijske raziskovalne pospeševalnike**, za razliko od precej večjih, ki jih danes uporabljajo v jedrski fiziki ter fiziki osnovnih delcev. Na TANDETRONU gre pospeševanje v dveh delih, zato tudi pridevnik tandemski. Najprej se ioni pospešijo kot negativni delci, nato jim spremenimo naboj in se še enkrat pospešijo kot pozitivni. Z dvema ionskima izviroma, ki sta na vhodu pospeševalnika, izbiramo med različnimi ioni, od najlažjih, protonov, do najtežjih npr.: Au, Pb. Na izhodu iz pospeševalnika je preklopni magnet, ki omogoča, da curek ionov usmerimo v eno od petih žarkovnih cevi. Z magnetom torej poskrbimo, da pridejo izbrani ioni z znano energijo v vakuumsko merilno celico, kjer izvajamo meritve na vstavljenem vzorcu.

Nizkoenergijski pospeševalnik in merske metode z uporabo pospešenih ionov so dobra osnova za poglobljeno raziskovalno delo. Skupine, ki sodelujejo pri takih napravah, so relativno majhne, saj štejejo navadno do deset raziskovalcev. Zelo pomemben vidik pri njihovi usmeritvi je odprto mednarodno sodelovanje, ki omogoča izmenjavo znanj in izkušenj. Pogosto potekajo poleg temeljnih raziskav v eksperimentalni atomski fiziki (pa tudi v molekularni fiziki, fiziki površin itd.) ob takih pospeševalnikih vzoredne raziskave na izbranih interdisciplinarnih področjih. Marsikatero bazične metode so namreč z majhnimi dopolnitvami uporabne tudi tam.

Današnji razvoj eksperimentalne atomske fizike se odvija na več področjih, tako da je delo s pospešenimi ioni le eno izmed njih. Poleg fundamentalnih podatkov, ki jih daje moderna atomska fizika, je pomemben njen prispevek k razumevanju procesov, s katerimi se ukvarjajo druga področja, recimo astrofizika, fizika plazme in fizika površin. Skupna mnogim raziskavam v atomski fiziki je usmeritev v boljše razumevanje atoma kot celote. Pri atomu imamo namreč opravka s kompleksnim sistemom med seboj sodelujočih delcev, elektronov in atomskega jedra. Pri tem se izkaže, da prav vse sile med delci ne moremo vgraditi v model povprečnega polja, v katerem se gibljejo elektroni. S preostankom, ki ga ne moremo vključiti, pa lahko razložimo nekatere korelacijske pojave med elektroni v atomu. Velik del raziskav v atomski fiziki se danes poleg z ioni dogaja s sinhrotronsko svetlobo. Ta je namreč izjemno precizno orodje za pripravo izbranih atomskih stanj. Pri tovrstnih raziskavah sodelujejo tudi slovenski fiziki, s tem da s svojim znanjem in izkušnjami gostujejo v mednarodnih sinhrotronskih središčih, kot so ELLETRA v Trstu, HASYLAB v Hamburgu, če omenimo samo ta dva. Ni odveč, če se spomnimo, da se na IJS v sodelovanju z nekaterimi drugimi instituti pripravljamo na gradnjo žarkovne linije (BOSS) na tržaškem sinhrotronu, kar je prav gotovo odmevna mednarodna uveljavitev.

Če se ozremo na uporabo nizkoenergijskih ionov pri interdisciplinarnih raziskavah, lahko ugotovimo, da so metode, ki so pri tem na razpolago, zelo uspešne pri študijah onesnaženja okolja, pri raziskavah materialov in njihovih površin, v arheometriji in drugod. Če razpolagamo z jedrsko mikrosondo, pri kateri poskrbimo, da se ioni zberejo na tarči v pego, veliko okrog 1  $\mu\text{m}$  ( $\mu\text{m} = 10^{-6}$  m), pa se število raziskovalnih področij še poveča. Preselimo se lahko k biomedicinskim raziskavam ter v mikroelektroniko. Na čem torej temelje analitske metode z ioni (s tujko jim rečemo Ion Beam Analysis - IBA)? Curek projektilov, ki ga navadno sestavljajo protoni ali He ioni, po potrebi pa tudi težji ioni, se v snovi ustavlja. Pri tem se projektili na atomih snovi v vzorcu sipajo, atome vzbujajo, ali pa povzročajo jedrske reakcije. Pride do emisije različnih sevanj, kot so: rentgenski žarki, vidna svetloba, izbiti elektroni, sipani projektili, odrinjena jedra, produkti jedrskih reakcij. Vsa ta lahko merimo z detektorji, če jih namestimo okrog vzorca. Kaj nam izmerjeni podatki dajejo? Iz njih lahko ugotavljamo elementno sestavo vzorca, ugotavljamo globinsko porazdelitev posameznih elementov (globinski profil), v nekaterih primerih pa merimo tudi kemijska vezavna stanja elementov. Nekatero metode z ioni so dovolj občutljive, da zaznamo sledi elementov v vzorcu, ki nastopajo s koncentracijami daleč pod 1 ppm (ppm = part per million). Druge so primernejše za merjenje koncentracijskih profilov na površini vzorca do globin nekaj 10  $\mu\text{m}$  z globinsko ločljivostjo pod 10 nm. Z metodami IBA lahko merimo vse kemijske elemente od vodika do urana. Navadno so analize večelementne, hitre (nekaj 10 min), ne zahtevajo veliko vzorca (nekaj mg) in so neporušne, kar



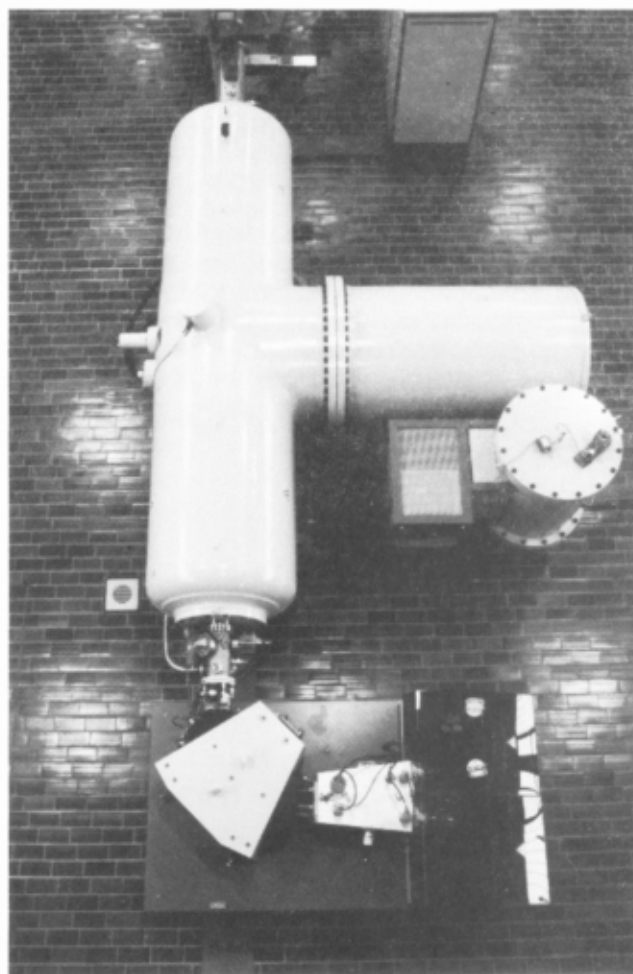
pomeni, da se vzorec pri analizi praktično ne poškoduje.

Novi tandemski pospeševalnik, s katerim razpolagamo, daje dobre možnosti za izobraževanje mladih raziskovalcev, tako v eksperimentalni atomski fiziki, kot tudi na interdisciplinarnih usmeritvah. Znanja, ki pri tem nastajajo, omogočajo in zahtevajo velik pretok izkušenj iz različnih področij, kot so vakuumaska tehnika, jedrske in atomske spektroskopije, obdelava analognih in digitalnih merskih podatkov, avtomatizacija procesov in še kje. Navsezadnje se je na Odseku za fiziko jedra in nizkih energij na IJS v zadnjih 20 letih, ki so bila poleg drugih dejavnosti Odseka v mnogočem povezana s pospeševalniki, usposobilo precejšnje število sodelavcev. Doktorsko delo je v tem času uspešno obranilo 20 raziskovalcev, magistririj okrog 30. Med temi je mnogo današnjih sodelavcev Odseka, ki šteje 44 ljudi. Nekateri raziskovalci sodelujejo pri pedagoškem delu na Fakulteti za matematiko in fiziko ter so hkrati raziskovalno povezani z odsekom. Mnogi, ki so se usposobili pri nas, med katere štejemo številne diplomante, pa so uspešni na drugih področjih zunaj IJS ter hkrati ohranjajo stik z bivšimi sodelavci. Nekatero dejavnosti odseka, ki so bile na začetku povezane s pospeševalniki in so kasneje prerasle v samostojen razvoj merilnih sistemov, so vodile do nastanka uspešnega podjetja AMES.

Znanja o nizkoenergijskih pospeševalnikih ter metodah s pospešenimi ioni so pomembna tudi širše, saj osvetljuje potrebe po **namenskih pospeševalnikih** za medicinske, industrijske in druge namene. Če z njimi pospešujejo elektrone do energij nekaj 10 MeV, lahko izkoriščajo zavorno sevanje, ki nastane pri ustavljanju elektronov. V medicini take pospeševalnike uporabljajo za obsevanje pacietov z malignimi obolenji. Z njimi razpolagajo tudi na ljubljanskem Onkološkem inštitutu. Za industrijske namene prirejeni elektronski pospeševalniki so izjemno koristni v predelovalni industriji (npr. proizvodnja plastičnih mas, tkanin, sintetičnih gum), saj s procesi v materialih (cross-linking) precej izboljšajo njihove lastnosti. Elektronski pospeševalniki so uspešni pri sterilizaciji hrane (sadje, začimbe), medicinske opreme ter farmacevtskih sestavin. Za medicinske potrebe gradijo izpopolnjene ciklotrone, kjer pospešujejo ione, s katerimi preko izbranih jedrskih reakcij proizvajajo izotope za diagnostične in terapevtske namene. Ionski pospeševalniki, kot na primer sinhrociklotron na PSI v Villingenu (Švica) s 70 MeV protoni, so v nekaj državah v rutinski uporabi za obsevanje očesnega melanoma. Tudi v elektronski industriji so ionski pospeševalniki nepogrešljivi, saj se uporabljajo za implantacijo in proizvodnjo novih materialov. V zadnjem času zelo resno razmišljajo celo o izrabi elektronskih pospeševalnikov za zmanjšanje vplivov na okolje. Povsem resno se Japonci (in v sodelovanju z njimi tudi Poljaki, in še nekateri drugi) ukvar-

jajo s tem, da jih vgrajujejo v čistilne naprave termoelektrarn za učinkovitejše odstranjevanje dimnih plinov. Uporaba pospeševalnikov je torej široka in je lep primer neškodljive rabe jedrskih tehnologij.

Navsezadnje je potrebno poudariti tudi **mednarodni vidik**, ki je povezan s postavitvijo pospeševalnika doma. Moderna oprema in kvalitetna znanja so lahko vabljiva za mednarodno sodelovanje tako v regiji kot tudi širše. Pomembna je pozornost, ki jo takemu instrumentalnemu centru namenjajo Združeni narodi (IAEA). Po eni strani je projekt postavitve pospeševalnika naravnano h končnim uporabnikom raziskovalnih rezultatov, po drugi pa lahko razpoložljive merske metode dajejo možnosti za usposabljanje raziskovalcev iz dežel v razvoju.



*Slika 1 Pospeševalnik tandemskega tipa (Tandatron). Na levi sta dva ionska izvira. Ioni iz teh izvirov se v elektrostatskem pospeševalniku (nahaja se znotraj vakuumske posode v obliki črke T) pospešijo do energije 4 MeV.*

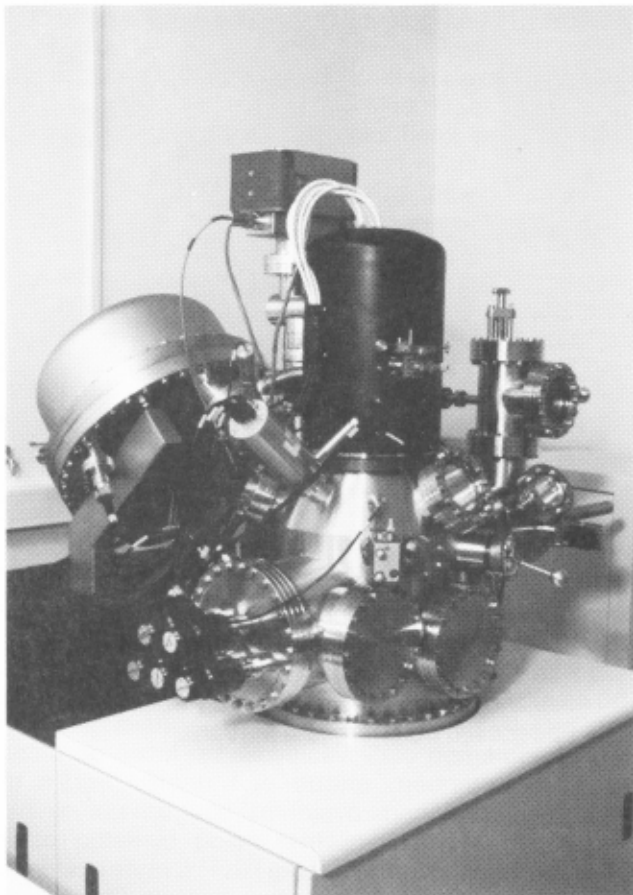


## NOVA VRHUNSKA RAZISKOVALNA OPREMA ZA RAZISKAVE POVRŠIN MATERIALOV V SLOVENIJI

**Monika Jenko**, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, Ljubljana

Novo vrhunsko raziskovalno opremo za raziskave površin faznih mej in mej zrn kovinskih in drugih anorganskih materialov, ki so obstojni v ultra visokem vakuumu smo predstavili slovenskim znanstvenikom in drugim uporabnikom na slovesnosti 10. februarja 1998 na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT). Slovesne predstavitve se je udeležil minister za znanost in tehnologijo dr. Lojze Marinček ter direktorji in raziskovalci uglednih inštitucij.

Na IMT se ukvarjamo z raziskavami površin že od leta 1965, intenzivneje pa zadnjih 10 let. Raziskovalna skupina Odseka za mikrostrukturno in površinsko karakterizacijo materialov tesno sodeluje z Max-Planck-Institutom für Eisenforschung - MPI Düsseldorf, z Inštitutom za fiziko iz Zagreba in IEVT. Na prvih dveh inštitutih se je v okviru skupnih raziskovalnih projektov usposabljala raziskovalna skupina za mikrostrukturno in površinsko karakterizacijo. Poleg tega sodelujemo v okviru slovensko-ameriškega projekta z uglednim inštitutom za standardizacijo in tehnologije NIST (National Institute for Standardization and Technology), Gaithersburg, Washington D.C. Sodelujemo tudi z Inštitutom za raziskavo materialov iz Košic na Slovaškem, z univerzo v Melburnu ter univerzo v Bremnu.



*Slika 1 Vrščni spektrometer Augerjevih elektronov na poljsko emisijo, ki je instaliran na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani*

Razvoj raziskovalne opreme za karakterizacijo materialov tako v masivnem stanju (bulk) kot za površine je bil v zadnjih desetletjih izreden. Z moderno raziskovalno opremo lahko spremljamo fizikalno-kemijske procese, ki se pričnejo na površinah, kot so adsorpcija, oksidacija, korozija, kataliza, trenje in obraba, in na mejnih površinah, saj so krhkost materiala, lezenje, rekristalizacija in sintranje v direktni povezavi s sestavo le-teh.

Tudi pri zelo čistih kovinah in zlitinah nekateri legirni elementi in drugi, ki so kot nečistoče v sledih, segregirajo po mejnih ploskvah in prostih površinah in lahko po toplotni obdelavi ali pri uporabi v korozijskem procesu povzročijo krhkost materiala.

Za optimalno sestavo in izkoriščanje klasičnih materialov, in predvsem pri razvoju novih materialov in tehnologij, je zato zelo pomembno poznanje resnične strukture in sestave površin.

V slovenskem prostoru se je že dolgo kazala potreba po nabavi raziskovalne opreme za raziskovanje procesov na površinah in na mejah kristalnih zrn ter faz tako kovinskih kot tudi anorganskih in polimernih materialov, ki so obstojni v ultra visokem vakuumu.

Zato smo na IMT zaradi visoke cene tovrstne opreme nameravali kupiti staro, prenovljeno raziskovalno opremo. Po posvetovanju z domačimi in tujimi strokovnjaki in priporočilu ekspertnega sistema MZT, se je izkazalo, da taka naložba ni smotrna. Zato smo pričeli skoraj triletni projekt pridobivanja sovlagateljev iz slovenske industrije, inštitutov in univerze za nakup nove raziskovalne opreme.

Po ogledu in temeljitem preskusu primernih instrumentov, ki jih izdelujejo specializirane tovarne v Veliki Britaniji, Nemčiji in ZDA, smo se odločili za nakup instrumenta MICROLAB 310-F, proizvajalca VG-Scientific iz Velike Britanije.

Izbrani instrument MICROLAB 310-F je visokoločljiv vrščni spektrometer Augerjevih elektronov na poljsko emisijo (Field Emission Scanning Auger Microprobe). Dodatno je opremljen z lomilno napravo vzorcev, ki omogoča raziskave na mejah kristalnih zrn, faz in vključkov, in z rentgenskim fotoelektronskim spektrometrom (XPS). Vrhunska raziskovalna oprema združuje naslednje metode:

- spektroskopijo Augerjevih elektronov, AES
- vrščno spektroskopijo Augerjevih elektronov, SAM
- vrščno spektroskopijo sekundarnih elektronov, SEM
- spektroskopijo reflektiranih elektronov z zgubljeno energijo, REELS
- rentgensko fotoelektronsko spektroskopijo, XPS.

MICROLAB 310-F je prvi instrument nove generacije, pri katerem Schottkyjev izvir na poljsko jakost omogoča vgradnjo izvira elektronov, ki ima pri enaki vzbujeni površini 50-krat večji tok kot konvencionalni izvir

LaB<sub>6</sub>. Poleg tega je novi izvir elektronov bolj zanesljiv in ima do petkrat daljšo uporabno dobo. Prednosti izvira elektronov na poljsko emisijo so prikazane v tabeli 1.

**Tabela 1** Primerjava Schottkyjevega izvira elektronov na poljsko emisijo s kovencionalnim LaB<sub>6</sub>

LASTNOSTI	LaB <sub>6</sub>	Schottky FE
Svetlost (A cm <sup>-2</sup> )	10 <sup>6</sup>	5x10 <sup>8</sup>
Porazdelitev energije (eV)	1,0	0,3
Delovni tlak - vakuum (mbar)	<10 <sup>-7</sup>	<10 <sup>-8</sup>
Povprečna uporabna doba (ure)	1000	5000

Schottkyjev izvir elektronov na poljsko emisijo, vgrajen v Augerjev spektrometer, omogoča odlično prostorsko ločljivost. Schottkyjev izvir lahko generira uporabni tok 1nA v pegi s premerom 10 nm, medtem ko izvir LaB<sub>6</sub> generira enak tok v pegi s premerom 100 nm. Z novim izvirom rutinsko dobimo visokoločljive SEM posnetke, ki omogočajo hitro in natančno določitev analiznih mest.

Sekundarna elektronska mikroskopija pri nizkih pospeševalnih napetostih (1-3 keV) je postala izredno pomembna pri analizi materialov, ki so občutljivi za primarno vzbujanje. Le-to povzroča spremembo fizikalnih ali kemijskih lastnosti oziroma staranje pri napetostih, ki se navadno uporabljajo v elektronski mikroskopiji.

Vse bolj pomembna je tudi nizkoenergijska vrstična Augerjeva spektroskopija. Pomembno je, da vemo, da lahko analiziramo najmanjše delce (vključke, precipitate, faze itd) le pri nizkih pospeševalnih napetostih, ker je pri visokih vzbujeni volumen vzorca večji od delca, ki ga analiziramo. Analiza sipanja elektronov v trdnem, narejena s simulacijo po metodi Monte Carlo za območje vzbujenega volumna pri primarnem curku elektronov 3keV in 10 keV, je pokazala, da z nizkoenergijskim curkom elektronov vzbujamo majhen volumen in torej lahko analiziramo res majhne delce, pri visokoenergijskem vzbujanju pa je volumen sipanja elektronov mnogo večji, kar pomeni, da dobimo informacijo tudi iz okolice analiziranega delca.

Microlab 310-F ima visoko energijsko ločljivost, ki jo omogoča hemisferični analizator (SSA-sector spherical analyser). Večkanalni paralelni detektor je oblikovan tako, da omogoča visoko občutljivost in dopušča simultano snemanje profila vrh/ozadje (mapping).

Instrument je dodatno opremljen z izvirom rentgenskih žarkov, in sicer z dvojno anodo, ki omogoča XPS-analize vseh vrst vzorcev. Analizator SSA lahko deluje v konstantnem energijskem CAE- (Constant Analyzer Energy) načinu, kar omogoča visoko energijsko ločljivost metode XPS za kemijsko analizo. Uporaba MgK $\alpha$  izvira rentgenskih žarkov omogoča energijsko ločljivost 0,8 eV.

Instrument omogoča natančno fizikalno metalurško karakterizacijo sprememb v mikrostrukturi jekel, ki so posledica obratovanja termoenergijskih naprav, na

primer identifikacija narave in sestave precipitativ, ev. segregacije površinsko aktivnih elementov na mejah, površinah por in razpok. Naprava je koristna tudi za raziskave utrjevanja površin, na primer nitriranja, saj omogoča ugotavljanje gradienta vsebnosti dušika v nitrirani plasti pa tudi geometrično in kemijsko karakterizacijo precipitativ v njem.

Pomembna je tudi za tribološke raziskave različnih orodij in komponent v strojništvu in raziskave zvarov ter določanja uporabne dobe jeklenih konstrukcij ter termoenergijskih objektov. S simulacijo staranja vzorcev v laboratoriju in analizo fizikalno kemijskih procesov na mejah zrn in faz lahko napovemo uporabno dobo jeklenih konstrukcij v termoenergetiki in tudi v drugih vejah industrije.

Instrument je opremljen z lomilno napravo, ki omogoča, da vzorec, ohlajen s tekočim dušikom, prelomimo v vakuumu in analiziramo prelomne površine. Tako lahko spremljamo procese na kristalnih mejah, ne da bi pri tem prišlo do kontaminacije vzorca zaradi vpliva atmosfere.

Poleg tega lahko v analizi vakuumske posodi vzorce segrevamo do 900°C in "in situ" spremljamo fizikalno kemijske procese, ki nastajajo pri visokih temperaturah.

Nova naprava omogoča natančno analizo vključkov velikosti pod 0,1  $\mu$ m, na primer karbidne in nitridne izločke v jeklih in v aluminiju in njegovih zlitinah, kar je bilo do sedaj mogoče le z metodološko bolj zapleteno presežno elektronsko mikroskopijo.

Take vrhunske raziskovalne opreme v slovenskem prostoru do sedaj ni bilo, je bila pa nujno potrebna za raziskovanje in kakovostne ekspertne storitve za industrijo, s katero IMT ves čas intenzivno sodeluje, in je prvi pogoj, da se področje materialov tudi pri nas obogati in usposobi za sodobno in kakovostno raziskovanje.

Oprema je pomembna tudi za vzgojo in šolanje diplomskih in podiplomskih študentov.

Pri nakupu vrhunske raziskovalne opreme so sodelovali:

1. INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE, LJUBLJANA,
2. KONCERN SLOVENSKE ŽELEZARNE, LJUBLJANA
3. NUKLEARNA ELEKTRARNA KRŠKO
4. KOLEKTOR, IDRJA
5. TALUM, KIDRIČEVO
6. IMPOL, SLOVENSKA BISTRICA
7. UNIVERZA V LJUBLJANI, NARAVOSLOVNOTEHNIŠKA FAKULTETA, ODSEK ZA MATERIALE IN METALURGIJO
8. UNIVERZA V LJUBLJANI, FAKULTETA ZA STROJNIŠTVO, CENTER ZA TRIBOLOGIJO IN TEHNIČNO DIAGNOSTIKO
9. KEMIJSKI INŠTITUT, LJUBLJANA
10. INSTITUT JOŽEF STEFAN, LJUBLJANA.

**Nakup je subvencioniralo Ministrstvo za znanost in tehnologijo REPUBLIKE SLOVENIJE.**

Z vztrajnim delom in seznanjanjem industrijskih partnerjev in potencialnih uporabnikov o možnostih in koristih, ki jih daje vrhunska raziskovalna oprema, smo dokazali, da lahko tudi manjši raziskovalni inštituti dobijo potrebno opremo, se usposobijo ter nudijo slovenskemu gospodarstvu, raziskovalnim inštitucijam ter pedagoškim ustanovam vrhunske storitve.

## Petdesetletnica tranzistorja (I. del)

Stanislav Južnič\*

### 50th anniversary of the transistor

#### ABSTRACT

We deal with the discoveries and the early research of the semiconductors. Special concern is put on the development of the basic ideas of the transistors. First part of the article ends with the discovery of the point-contact transistor.

#### POVZETEK

Opisujemo odkritja in zgodnja raziskovanja polprevodnikov. Posebno pozornost posvečamo razvoju osnovnih idej tranzistorja. Prvi del razprave se sklone z odkritjem tranzistorja s točkastima stikoma.

### 1 UVOD

Konec lanskega leta (1997) je tranzistor "srečal Abrahama". Ne vemo, zakaj Abrahama srečujemo ravno pri petdesetih, je pa prav, da se spomnimo pomembne obletnice.

Morda ni nobeno fizikalno odkritje tako hitro vplivalo na življenje ljudi kot ravno tranzistor. Zato so njegovi odkritelji že leta 1956 dobili Nobelovo nagrado, po petdesetih letih prvo za inženirsko napravo.

Tranzistor ni bil rezultat načrtno postavljenega poskusa, temveč širokega programa sočasno raziskujočih znanstvenikov. Poleg fizikov so odkritju botrovali tudi strokovnjaki za elektroniko, fizikalno kemijo in metalurgijo.

### 2 Odkritje silicija in germanija

Joseph Louis Gay-Lussac (1778-1850) in Louis Jacques Tenar (1777-1857) sta leta 1811 prva dobila čisti silicij. Njegovo elementarno naravo pa je ugotovil šele Jöns Jakob Berzelius (1779-1848) leta 1823, ki ga je dobil iz silicijevega fluorida.

Dmitrij Ivanovič Mendelejev (1834-1907) je 17.2.1869 uvrstil silicij v periodni sistem. Ob njem je predvidel tudi "ekasilicij", katerega domnevne lastnosti je opisal 3.12.1870 na seji ruskega fizikalnega društva. Nov element je skušal izločiti iz spojin titana in cirkonija med začetkom decembra 1870 in sredo decembra 1871. O tem je oktobra 1871 poročal nemškemu kemiku Emilu Erlenmeyerju (1825-1909). Podoben element je zaslučil že Anglež John Alexander Reina Newlands (1838-1898) v svoji periodni tabeli iz leta 1864, ki pa ni imela pravega odmeva.

"Ekasilicij" je leta 1886 odkril profesor tehnične kemije kraljevske akademije v Freiburgu na Saškem Clemens Winkler (1838-1904). Dobil ga je z analizo minerala argirodita, ki ga je profesor mineralogije na isti akade-

miji Albin Weissbach (1833-1901) našel v rudniku blizu Freiburga. Februarja 1886 je o novem elementu, ki ga je imenoval germanij, poročal pred Nemško kemijsko družbo. 26.2.1886 je o odkritju obvestil Mendelejeva /1/.

### 3 Zgodnja raziskovanja polprevodnikov

Lastnosti polprevodnikov so vzbudile Faradayevo pozornost 15.4.1833. V nasprotju s prevodnostjo kovin, kot jo je opisal Davy leta 1821, je prevodnost srebrovega sulfida naraščala z naraščajočo temperaturo: "Ko kos srebrovega sulfida debeline 1 cm postavimo na površino platine na koncu polov voltne baterije z dvajsetimi pari plošč širokih po 10 cm, se bo igla galvanometra v tokokrogu le malo odklonila zaradi majhne prevodnosti. Ko pola platine in sulfid stisnemo skupaj s prsti, se bo prevodnost povečala zaradi segregiranja. Če pod sulfid med poloma postavimo svetilko, bo prevodnost hitro narasla zaradi toplote, končno pa bo igla galvanometra skočila v stalno lego in srebrov sulfid bo prevajal prav tako kot kovina. Ko svetilko odmaknemo, si bodo pojavi sledili v nasprotnem vrstnem redu ... Razen vročega srebrovega sulfida ne poznam drugih snovi, ki bi se lahko pri prevajanju elektrike nizke napetosti primerjali s kovinami, pri ohlajanju pa izgubile to sposobnost, medtem ko jo kovine, nasprotno, pridobivajo. Verjetno bomo našli še mnogo takšnih snovi, ko jih bomo iskali ..."

Decembra 1838 je Faraday uresničil svojo napoved in nadaljeval meritve na drugih polprevodnikih, predvsem na svinčevem fluoridu. S sodobnega stališča je napačno domneval, da vse snovi prevajajo elektriko na enak način, vendar v različni meri /2/.

Do konca 19. stoletja so ugotovili še druge lastnosti polprevodnikov:

- 1) Alexandre Edmond Becquerel (1820-1891) je v Parizu leta 1839 prvi opazil, da svetloba povzroča električni tok v nekaterih elektrolitih. Pojav je dobrih trideset let pozneje uporabil Ernst Werner von Siemens (1816-1896) pri iznajdbi prve selenske fotocelice, ki jo je po dobrih dveh letih dela sestavil leta 1876. <sup>1</sup>
- 2) Naraščanje prevodnosti polprevodnika pri osvetlitvi
- 3) "Tranzistorski efekt" je omogočil tudi uporabo tretje metode, ki je omogočala uravnavanje prevodnosti s tokom.

<sup>1</sup> Berzelius je odkril selen (Se) leta 1817, leta 1837 pa je Becquerel odkril fototok ob osvetlitvi Se. Leta 1851 je Hittorf raziskal prevodnost Se, potem ko je raziskal vpliv toplote na njegovo električno prevodnost. Leta 1873 sta Willoughby Smith in njegov pomočnik, brzojavni uradnik May, po naključju odkrila še svetlobno odvisnost električne prevodnosti Se med preizkušanjem podmorskih kablov na Irskem.

\* 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.

#### 4 Odkritje potencialne ovire v kristalni diodi (detektorju)

Stefan je leta 1865 odkril močne termoelektrične napetosti med kršči in sijajniki. V kratkem obvestilu o poteku raziskav je opisal kombinacije nekaterih žvepljenih rud z neprimerno večjo termično napetostjo od kombinacij čistih kovin. Navedel je tudi nekaj termoelementov, ki močno prekašajo termoelement antimon-bizmut /3/.

Stefanove meritve je nadaljeval šele Braun, ki je raziskoval usmerjanje v polprevodniških kristalih in odkril nastanek potencialne ovire /4/. Z meritvami je gotovo začel že kot asistent Hermanna Georga Quincka (1834-1924) v Würzburgu, saj je prvo razpravo objavil 23.11.1874, le dva meseca po preselitvi na gimnazijo St.Thomas v Leipzigu. Končni poskusi so bili lahko opravljeni v Leipzigu na kristalih iz gimnazijske zbirke ali celo v sobah na Weststrasse št. 89, nedaleč proč. Braun je meril na stiku med vodnikom iz srebra in polprevodniškim kristalom. Zavedal se je, da je prav takšen poskus z vsaj eno majhno elektrodo najprimernejši za opazovanje.

Že prva izmed šestih Braunovih objav v Ann. Phys. o električni prevodnosti polprevodnikov je pokazala omejeno veljavo Ohmovega zakona. Vendar brez prepričljive teorije raziskovanja 24-letnega Brauna niso dobila zasluženega odmeva. Tehnika poskusa je bila tako zahtevna, da je francoski mineralog Henri Dufet po neuspešnih poskusih na piritu objavil, da se je Braun zmotil. W.G. Adams in R.E. Day v Angliji ter W. Siemens v Nemčiji so pri raziskovanju svetlobne občutljivosti električnih lastnosti selena prav tako težko dobili nedvoumne, ponovljive rezultate.

Braun je odkritje leta 1875 predstavil pred Naturforschende Gesellschaft v Leipzigu, kjer sta ga poslušala tudi nekdanji Magnusov študent, profesor fizikalne kemije Gustav Wiedemann in Wilhelm Hankel, profesor fizike in raziskovalec električnih lastnosti kristalov. Braun je na koncu predavanja petkrat uspešno demonstriral odklon od Ohmovega zakona pri meritvah na rjavemu manganu, ki ni bil sulfid, in na galenitu (PbS). Odklon galvanometra je bil odvisen od smeri toka. Pojasnil je, da Dufet ni dobil pričakovanih rezultatov, ker je uporabljal stika enake velikosti. Eden od stikov bi moral biti oblikovan v tanko koničo, kar v svoji prvi razpravi leta 1874 Braun ni poudaril.

Braun ni znal postaviti splošne teorije, temveč je ponudil le nekaj bistroumnihih ugibanj. Domneval je, da tanka površinska plast usmerja električni tok na točkasto elektrodo. Tok je namreč ostajal enak, če je tekel čez kristal na eno samo elektrodo ali na par elektrod. Če bi pojav zadeval celotno prostornino kristala, bi moral biti pri poskusu z dvema elektrodama tok pol manjši.

Braun je pokazal, da pride do usmerjanja tudi, ko tok teče le 1/500 s. To je bilo premalo za segrevanje, ki naj bi po W. Siemensu povzročilo Braunove rezultate. Tako je že Braunu mogoče pripisati odkritje dveh temeljnih lastnosti poznejšega tranzistorja, v katerem se spremembe zgodijo v površinski plasti z veliko hitrostjo /5/.

V svoji zadnji razpravi o polprevodnikih je Braun leta 1878 uporabil ploščo dimenzije 8 x 35 x 20 mm<sup>3</sup> iz psilomelana. Za stik je dal izdelati kovinsko prižemo in

jo trdo privil k plošči psilomelana, ki jo je izoliral s papirjem. Le špica prižeme iz Pt dolžine 3 mm in debeline 2 mm se je s polkrožno konico dotikala minerala. Pt je mehkejša od psilomelana, zato je pri privijanju povzročila madež velikosti 1/3 mm<sup>2</sup>, ki ga je opazoval pod mikroskopom. Madež ni bilo mogoče oddrgniti proč s papirjem ali gladkim jeklom, temveč ga je lahko odstranil le skupaj s sosednjimi delci psilomelana. Tlak okoliškega zraka ni vplival na meritev, pa tudi elektrolitski vplivi niso povzročali spremembe upornosti /6/.

Braun je iskal analogijo med polprevodniki in prevajanjem skozi pline, ki je bilo pod nekaterimi pogoji prav tako odvisno od smeri toka /7/. Odvisnost upornosti od toka je meril z diferencialnim galvanometrom na plošči s petimi kontaktnimi vijaki. Upor pri psilomelanu je bil različen v nasprotnih si smereh, podobno kot pri Geisslerjevih ceveh z lijakastimi zaklopkami /8/.

Braun je meril tudi odvisnost porazdelitve tokov v psilomelanu od magnetne sile. Spraševal se je, ali je upornost lastnost toka nabojev ali pa morda molekul snovi? Ali spremenljivi indukcijski tok skozi snov obenem spremeni upornost glede na vrednost pri konstantnem toku, ali pa način praznjenja nima vpliva? Braun je s poskusi potrdil drugo trditev. Schuster, 23-letni Maxwellov asistent v Cavendish Laboratory v Cambridgeu, je dobil Braunovim podobne rezultate pri stiku med očiščenimi in nato oksidiranimi bakrenimi vodniki in sulfidi /9/.

Anglež **Arthur Schuster** (1851-1934) je študiral v Manchesteru, doktoriral pa v Heidelbergu leta 1873. Leta 1874 je pomagal Wilhelmu Webru v Göttingenu pri preskusu Ohmovega zakona za izmenične tokove visokih frekvenc, znanem kot "unilateralna" prevodnost. Pri "Schusterjevem pojavu" je tok iz vrtečega se magneta stalno višal povprečni odklon kazala galvanometra. Zato je na srečanju British Association v Belfastu leta 1874 objavil, da upornost žice pada pri višjih tokovih. Trditev je zanimala Jamesa Clerka Maxwella (1831-1879), saj ni imel močne teoretične utemeljitve za Ohmov zakon, ki so ga Schusterjevi poskusi spodbijali. Vendar so spomladi 1876 v Cavendishovem laboratoriju dognali, da je bil "Shusterjev pojav" le posledica neenakomerne magnetizacije v magnetu in v tuljavi (Stuart M. Feffer, Arthur Schuster, J.J. Thomson, and the discovery of the electron, HSPS, 20/1 (1989) str. 35-36)

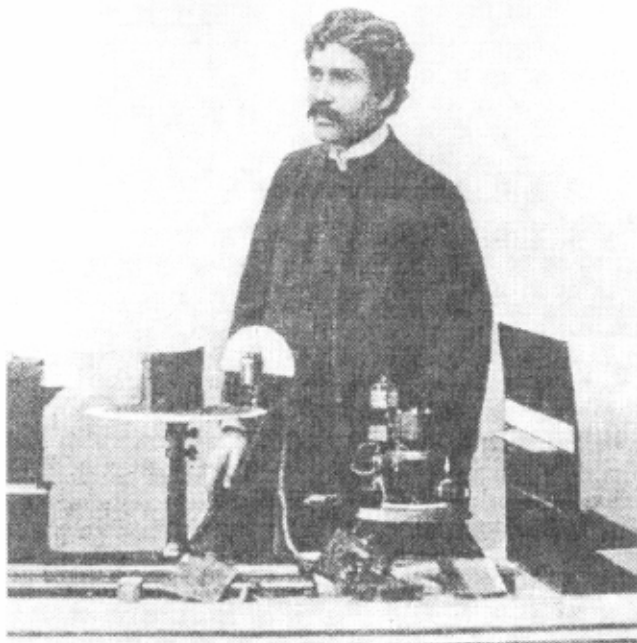
#### 5 Raziskovanja polprevodnikov pred drugo svetovno vojno

Z Braunovim odkritjem kristalne diode leta 1874 se je začelo raziskovanje potencialnih ovir pri stiku, v katerem še niso uporabljali germanija /10/. Šele 30 let po Braunovem odkritju so leta 1904 uporabili stike kovin in kristalov za "detektorje" radijskih signalov. Ti kristalni ojačevalniki zgodnjih radijskih aparatov so bili v uporabi še v petdesetih letih /11/.

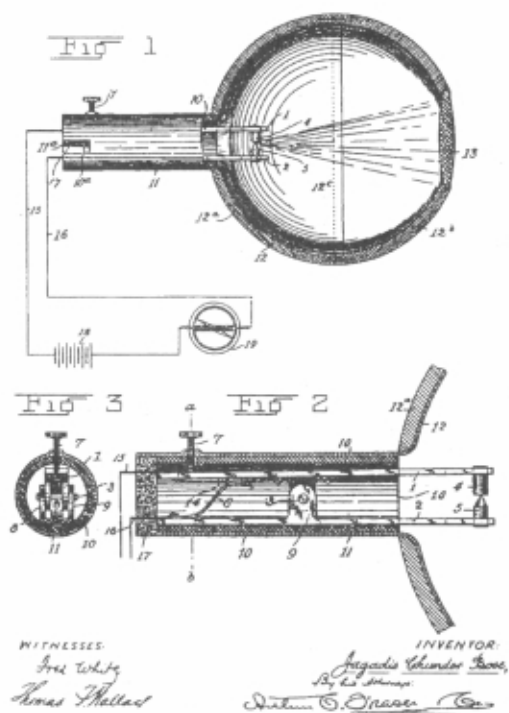
Indijec Jagadish Chandra Bose (1858-1937) je v ZDA 30.9.1901 prijavil prvi patent za kristalni detektor, ki ga je izumil že poldrugo leto pred tem /12/.



Indijec **Jagdish Chandra Bose** (1858-1937) je med letoma 1880-1884 študiral v Cambridgu pri Lordu Rayleighu (1842-1919), direktorju Cavendishovih laboratorijev. Od leta 1885 je bil Bose profesor v Kalkuti, kjer je raziskoval detektorje in o njih ob Rayleighovi podpori predaval tudi pred Royal Instituion v Londonu. Bosejev Hg detektor, o katerem je Rayleigh 6.3.1899 poročal pred Royal Society, je Marconi 12.12.1901 uporabil za sprejem prvega prekooceanskega radijskega signala.



No. 755,840. PATENTED MAR. 20, 1904.  
J. C. BOSE.  
DETECTOR FOR ELECTRICAL DISTURBANCES.  
APPLICATION FILED SEPT. 26, 1901.  
NO MODEL.



Slika 1 Bose in skica iz prvega patenta polprevodniške naprave na svetu, 30.9.1901 /11/

Leta 1906 so kristalni detektor neodvisno patentirali Američana H.H.C. Dunwoody in G.W. Pickard, ter berlinski Telefunken. Kovinsko ost ali kristal so pritrjevali ob kristale karaborunda, galenita, pirita itd.

Braunovo elektrodo z vodnikom je kot "Detektor za radijske aparate" B.F. Miessner patentiral v ZDA 5.10.1910 /13/.

Po prvi svetovni vojni so triode in druge katodne elektronke izrivale kristalne detektorje s tržišča. Le malo raziskovalcev se je ukvarjalo s polprevodniki, med njimi O.V.Losev, ki je med leti 1919-1923 s prednapetostjo sestavil oscilator s cinkitom, predhodnik poznejše tunelske diode. Leta 1928 je J.Lilienfeld iz bakrovega sulfida izdelal prednika MOSFET<sup>2</sup> in ga leta 1930 tudi patentiral. Leta 1935 je O. Hell z različnimi polprevodniki izdelal predhodnika sodobnega FET, C. Zener pa je zasnoval po njem imenovano diodo. Okoli leta 1935 so razvili električne "ventile" z bakrovim ali selenovim oksidom, ki so jih v ZDA imenovali "Westector", v Nemčiji pa "Sirutor".

Izkazalo se je, da so posebnosti polprevodnikov pri osvetlitvi in pri usmernikih površinski pojavi, medtem ko sta fotoprevodnost in negativni temperaturni koeficient upornosti povezana s prostornino. Konec dvajsetih let so dognali, da je polprevodnost odvisna tako od števila nosilcev naboja v enoti prostornine kot od njihove gibljivosti, določene z razmerjem med hitrostjo nosilca v električnem polju in velikostjo tega polja. Meritve Hallovega efekta<sup>3</sup> v začetku tridesetih let so pokazale, da se ti količini pri polprevodnikih močno razlikujeta od vrednosti pri kovinah. Gostota števila nosilcev naboja je v kovini skoraj konstantna; ne le pri prehodu od ene kovine k drugi v stiku, temveč tudi pri spremembah temperature. V polprevodnikih pa se gostota nosilcev naboja spreminja od enega primera k drugemu in je za nekaj redov velikosti manjša kot v kovinah.

Šele razvoj radarja je s prehodom na višje frekvence, pri katerih katodne elektronke niso bile uporabne, ponovno vzbudil raziskovanje kristalnih diod. Okoli leta 1938 so bili sestavljeni stabilni detektorji z zataljevanjem kovinske osti na ploščico Ge kristala.

Z razvojem kvantnomehanskih predstav o vedenju elektronov v trdninah se je Alanu Harrisu Wilsonu (r.1906) v Cambridgu leta 1931 posrečilo pojasniti mnoge lastnosti polprevodnika. Model je temeljil na diskretnih energijskih pasovih v trdninah. Že Yakov Ilich Frenkel (1894-1952) s petrograjske univerze je leta 1917 v Phil. Mag. kvalitativno pojasnil obstoj dvojne naelektrene (zaporne) plasti /14/. V poznejši Bardeenovi inačici je ideja dobila močno eksperimentalno podporo. Leta 1932 je Frenkel med prvimi uporabil idejo o kvantnomehanskem tuneliranju pri obravnavi stika kovina-polprevodnik, podobno kot A.H. Wilson.

Leta 1927 je ameriški inženir Grondal ugotovil, da iz Cu<sub>2</sub>O pri visokih temperaturah lahko dobimo plošče, ki dobro prevajajo tok v eni smeri, imajo pa visok upor v nasprotni. Na ta način je bilo mogoče iz izmeničnega toka dobiti enosmernega.

2 Metal Oxyde Semiconductor Field Effect Transistor

3 Edwin Hilbert Hall (1855-1938) je pojav odkril že leta 1879 v ZDA. Pozneje je med letoma 1881-1921 poučeval na Harvardski univerzi.



Prvo fotocelico z izolacijsko plastjo med Cu in Cu<sub>2</sub>O je patentiral P.H. Geiger 14.11.192 /15/. Napravo sta izboljšala Schottky<sup>4</sup> in Duhme v laboratoriju Siemens & Halske ter samostojno B.Lange leta 1930 v Nemčiji. Schottky je opisal delovanje submikroskopske tanke plasti med površino Cu in Cu<sub>2</sub>O<sup>5</sup>.

Po Bardeenovem mnenju bi že Schottky lahko odkril tranzistor, če bi podrobneje raziskal vedenje vrzeli n-tipa polprevodnika blizu stika /16/. Schottkyjevi podobno teorijo delovanja ovire debeline okoli 1 mikrometra na meji med polprevodnikom in kovino sta pred 2. svetovno vojno objavila tudi profesor v Bristolu Neville Francis Mott (r. 1903) in B. Davidov v SZ /17/.

## 6 Tranzistor s točkastima stikoma

Polprevodnostne diode s točkastim stikom so bile med vojno nepogrešljive za radarje in druge elektronske naprave. Russel S. Ohl je v Bell Labs leta 1940 zaprosil kemike in metalurge za bolj homogen material, ki bi imel stabilnejše lastnosti od silicija. Raziskovalcem se ni le posrečilo dobiti veliko bolj čiste materiale kot doslej, temveč tudi kontrolirati tip defektov in primesi. Ugotovili so, da prevodnost povzroča majhna količina teh primesi. Ohl je tedaj upeljal naziva n-tip in p-tip /18/.

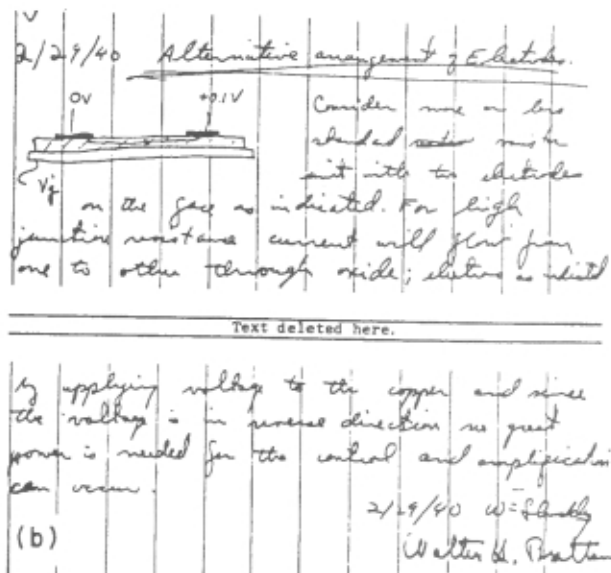
Shockley si je že 29.12.1939 zapisal, kakšen naj bi bil bodoči "tranzistor". Idejo je izboljšal 29.2.1940 z opisom poznejšega MOSFET-a. Po vojni /19/ je postal vodja skupine raziskovalcev Ge in Si pri Bell Labs. Z elementarnimi snovmi je bilo namreč lažje delati in tudi tehnologija zanje je bila že razvita, čeprav so tiste čase bolj uporabljali okside bakra in cinka.

Poleg tehnoloških se je skupina lotila tudi teorijskih problemov. Po Schottkyju naj bi zaporno plast sestavljalo prostorsko nabito področje polprevodnika debeline 10<sup>-6</sup> do 10<sup>-4</sup> cm in inducirani naboj na površini kovine. Prostorsko porazdeljen naboj dvigne elektrostatsko potencialno energijo na površini polprevodnika. Elektroni so izčrpani iz področja s prostorskim nabojem, kar da plasti visoko upornost. Če je potencial polprevodnika negativen glede na kovino, se energijski nivoji v polprevodniku dvignejo in lahko elektroni lažje prehajajo čez višji potencial v kovino. To je prevodna smer. Po drugi strani pa so v pozitivnem polprevodniku nivoji znižani, kar dvigne nivo ovire, tako da elektroni težje prehajajo iz polprevodnika v kovino. To je zaporna smer.

Po Schottkyjevi teoriji je bila ravnovesna višina potencialne ovire in z njo stopnja usmerjanja odvisna od izstopnega dela kovine /20/, kar ni bilo v skladu s poskusi. Napačno je predvidevala tudi razlike med stiki n- in p-tipa v Si in ni pojasnjevala rezultatov poskusov Shockleya in G.L.Parsonsa /21/. Druga raziskovanja pa so podpirala Schottkyjeve domneve, med njimi H. Schweickertove meritve soodvisnosti med uporom Se usmernikov in izstopnim delom v kovini /22/. Brattain in

4 Nemeč Walter Schottky (1886-1976) je bil rojen v Švici, študiral pa je pri Arnoldu Sommerfeldu (1868-1951). Med letoma 1916-1919 in po letu 1927 je raziskoval pri Siemens & Halskeju.

5 Kljub odkritelju Braunu je pojav dobil naziv "Schottky-efekt" (Trigg, n.d., str.177; Đurić, n.d., str.26; Schottky, Zeit. Physik 118 (1942) str.539 in Phys.Z. 31 (1930) str.913-925; Schrötter, 1932, str.165-166 in 175-176). Leta 1931 je L.Bergman izdelal precej boljše fotoelemente iz Se (Ioffe, str.88 in 90; Schrötter, 1932, str.176).



Slika 2 Shockleyeva skica tranzistorja iz leta 1940 z Brattainovim podpisom (Kramer, Phys. Bl. 53, 12 (1997), st. 1203)

J.N. Shive sta pod vodstvom J.A. Beckerja v Bell Labs leta 1940 izmerila dobro korelacijo med stopnjo usmerjanja in izstopnim delom kovinskih stikov, neparjenih na bakrovemu oksidu ter na Si n- in p-tipa. Shive je dobil tudi Schweickertovim podobne rezultate pri raziskovanju stikov različnih kovin, neparjenih na Se. Joffejeve meritve pa niso podpirale teorij Schottkyja in Davydova<sup>6</sup>.

Zaradi neskladja s poskusi je član Shockleyeve skupine Bardeen 13.2.1947 podrobno raziskal naravo stika med kovino in polprevodnikom. Zanimal ga je vpliv elektronskih stanj s površine polprevodnika na ravnovesno vrednost potencialne ovire in presenetljiva odsotnost vpliva kovine v stiku. Vendar je imel še premalo eksperimentalnih potrditev obstoja površinskih stanj<sup>7</sup>, ki jih je že leta 1939 Shockley uporabil v enodimenzionalnem modelu. Bardeen je domneval, da elektroni na površini polprevodnika pridejo v ravnovesje v vsakem električnem stiku, tako da je za ravnovesje nujna izmenjava elektrostatskega potenciala med notranjostjo polprevodnika in njegovo površino. Dogajanje znotraj polprevodnika ni odvisno od stika s kovino, kar je pojasnilo rezultate Meyerhoffovih meritev zveze med razliko kontaktnih potencialov in ojačitvijo /23/. Analizo dogajanja na površini kovine in polprevodnika med stikanjem je pokazala, da površinski naboj le malo spremeni izstopno delo v

6 Bardeen, n.d., 1947, str.718; Joffe, J.Phys. USSR 10 (1946) str.49; B.Davydov, J.Phys.USSR 4 (1941) str.355. Bardeen je bil z Joffejem pozneje v prijateljskih stikih in ga je v Leningradu tudi obiskoval (Abram Fedorovič Joffe (1880-1960), Vstreci s fizikami, Leningrad, Nauka, 1983, str.222-223)

7 Lokalizirana stanja imenovana "Tammovi nivoji" je Igor Evgenjevič Tamm (1895-1971) prvič opisal v Physik.Zeits.Sowietunion 1 (1932) str.733, za njim pa Shockley v Phys.Rev. 56 (1939) str.317 (Bardeen, n.d., 1947, str.717 in 719). Leta 1958 je Tamm dobil Nobelovo nagrado za raziskovanje elektromagnetnega valovanja, ki ga oddajajo delci pri hitrem gibanju v snovi.

kovini, precej več pa v polprevodniku. Izstopno delo Si n-tipa se za okoli 0,25 eV razlikuje od izstopnega dela p-tipa, kar je bilo precej manj od energijske vrzeli od okoli 1,1 eV. Pri stiku s kovino se potencialna razlika v točki stika nadomesti predvsem s pravim površinskim nabojem in ne s prostorninskim nabojem, zato naj bi bila višina potencialne ovire večinoma neodvisna od kovine.

Bardeen se je zavedal pomanjkljivosti modela pri tesnem stiku med kovino in polprevodnikom, ki onemogoča ločevanje obeh izstopnih del. V dodatku je podrobno obdelal primer enakomerne Schottkyeve zaporne plasti. Opisal je naslednje zaporne plasti /24/:

- (1) plast atomov na površini kovine
- (2) plast atomov na površini polprevodnika
- (3) plast površinskih nabojev na kovinah in
- (4) plast, sestavljena iz površinskega naboja velikosti atomske plasti in prostorskega naboja, ki sega od  $10^{-6}$  do  $10^{-4}$  cm globoko v polprevodnik.

Ojačenja v zapornih plasti je po Bardeenu mogoče oceniti na različne načine:

- (a) Pri gostoti površinskih nivojev nad  $10^{13}$  cm<sup>-2</sup> bo dvojna zaporna plast (4) neodvisna od kovine in enaka kot na prosti površini polprevodnika. Sposobnost usmerjanja bo potem v glavnem neodvisna od izstopnega dela kovine. Razlika v kontaktnih potencialih je kompenzirana z zaporno plastjo (3).
- (b) Pri gostoti površinskih nivojev, manjši od  $10^{13}$  cm<sup>-2</sup>, bo dvojna zaporna plast (3) majhna in bo zaporna plast (4) približno določena z razliko izstopnih del.
- (c) Ob zelo tesnem stiku med kovino in polprevodnikom ni mogoče ločiti med dvojnimi zapornimi plastmi (1), (2) in (3). Če je širjenje površinskih nivojev kovine majhno v primerjavi z energijsko vrzeljo, bo ugotovitev (a) še vedno veljavna.
- (d) Pri velikem širjenju površinskih nivojev ni mogoče opisati površinskega naboja na osnovi merjenj razlike potencialov na mestu stika.

Bardeenovo teorijo so podprli poskusi Brattaina in Shockleya /25/. Med lastnostmi površine sta upoštevala tudi fotoelektrični efekt, ki spremeni kontaktni potencial pri osvetlitvi. Neposredno za njunim pismom je Brattain opisal dvojno zaporno plast na površini polprevodnika. Pri sobni temperaturi naj bi sistem dosegel ravnovesje v nekaj sekundah.

Naslednja stopnja raziskovanja je bila meritev sprememb potenciala na površini Si ali Ge pri različnih temperaturah. Poskus je ovirala kondenzacija par vode in zraka na hladni površini polprevodnika, zato so sistem namočili v neprevodno kapljevino. Merili so kontaktne napetosti in ugotovili spremembe fotonapetosti pri namakanju. Brattain je opozoril sodelavca R.B.Gibneya, da nekatere uporabljene kapljevine, med njimi voda, niso bile dobri dielektriki, temveč elektroliti. Zato so predpostavili, da se potencial spreminja med površino polprevodnika in primerjalno elektrodo.

Z rezultati poskusa je bila seznanjena vsa raziskovalna skupina v Bell Labs. Nekaj dni pozneje je Bardeen

zjutraj prišel v Brattainov kabinet in opisal napravo, s katero bi bilo mogoče dobiti želeno ojačitev. Brattain je predložil poskus v laboratoriju, kjer so kovinski okov prekrili s tanko plastjo voska in ga pritrdili k Si p-tipa. Površina je bila tako obdelana, da je nastal prehod v n-tip. Stik so ovlažili s kapljo vode in podstavili elektrodo. Točko stika so s plastjo voska izolirali od vode. Po pričakovanju so odkrili, da potencial med vodo in Si spreminja tok, ki teče čez kovinsko ost v Si /26/.

To je bilo odkritje ojačevalnika, ki je omogočilo napredek elektronike v naslednji polovici stoletja. Potem ko je bilo že dolgo znano, da dvig temperature polprevodnika poveča število elektronov in vrzeli, osvetlitev pa poveča število nosilcev naboja, sta Bardeen in Brattain električni tok uporabila za spremembo porazdelitve nosilcev z vbrizgavanjem vrzeli. Pozitivna kovinska elektroda (emitor) v stiku s površino polprevodnika n-tipa (bazo) je povzročila tok (manjšinskih nosilcev naboja) vrzeli vanj /27/.

Naziv **tranzistor** je iz angl. "transfer resistor" skoval John Robinson Pierce (r.1910), ki je sočasno s Shockleyem doktoriral in prišel v Bell Labs. Kot inženir je raziskoval predvsem vakuumске elektronke za mikrovalovne naprave, vendar je poznal tudi bistvo polprevodniških raziskav svojih kolegov. Ko so skupaj iskali primerno ime za novo napravo po analogiji s podobnimi rezistorji, termistorji in varistorji, je na Brattainovo pobudo vrstil predloge "Trans-prevodnik... transupornik... tranzistor". In pri tem je ostalo (Herring, n.d., str.31).

Sredi decembra 1947 je po vrnitvi domov Bardeen z značilnim tihim glasom sporočil ženi, medtem ko je pripravljala večerjo v kuhinji: "Danes smo nekaj odkrili" /28/.

Bardeen je predložil podoben poskus na Ge n-tipa, ki bi dal še boljši rezultat. Po razpravi z Bardeenom je Brattainova skupina sestavila elektronsko napravo z emitorjem, kolektorjem in razsežnim stikom nizke upornosti na bazi iz Ge, ki jo je bilo mogoče uporabljati kot ojačevalnik, oscilator in še drugače namesto vakuumskih elektronk. Na površini sta naredila dva točkasta stika drugega ob drugem na razdalji 0,25 do 0,05 mm /29/. Iz polistirena so izrezali trikotno plast z majhnim ozkimi in ravnimi konci in nanj pritrdili tanek zlat list. Brattain je z nožem razrezal list po polih do višine trikotnika in ga pritrdil na Ge. Eden del zlatega lista je bil uporabljen kot emitor, drugi pa kot kolektor. Točkasti stiki so bili iz volframa in tudi iz fosforne bronze.

Ko sta točkasta stika približala drug drugemu in pritisnila enosmerno napetost, sta dobila medsebojno influenco, ki je omogočila ojačenje signalov izmeničnega toka. Majhna pozitivna napetost na emitorju je povzročila tok nekaj miliamperov. Na kolektor so pritisnili dovolj visoko nasprotno napetost, da so dobili kolektorski tok enakega ali večjega reda velikosti od toka emitorja. Kolektorska napetost je imela takšen predznak, da je privlačila vrzeli z emitorja, tako da je velik del emitorskega toka tekel proti kolektorju. Kolektor je zaviral tok elektronov v polprevodnik, tok vrzeli v točki stika pa je bil le malo oviran. Če sta potem spreminjala emitorski tok s signalno napetostjo, sta dobivala ustrezne spremembe v kolektorskem toku.

Tok vrzeli z emitorja na kolektor je lahko spreminjal normalni tok od baze na kolektor tako, da je bila sprememba kolektorskega toka večja od spremembe toka emitorja.

Naravo dodatne prevodnosti tranzistorja sta Bardeen in Brattain raziskovala z merjenjem potenciala v bližini stika na ravni površini debele Ge baze n-tipa, ki je bila pripravljena na enak način kot za uporabo v visokonapetostnih usmernikih. Pri preskusih so površino najprej brusili in jedkali, nato pa eno uro oksidirali na zraku pri 500°C. Pri drugih preskusih je bila zgornja površina podvržena dodatni anodni oksidaciji v raztopini glikol borata, nato pa je bila ozemljena in jedkana na navaden način. Oksid je bil spran in ni neposredno vplival na rezultate. Pozneje so dognali, da je mogoče površino pripraviti tudi drugače.

Spreminjanje prevodnosti s tokom je kazalo, da poleg ohmske prevodnosti nastopa še drugačna komponenta dodatne prevodnosti, ki narašča z naraščajočim tokom. Pripisala sta jo naraščanju koncentracije nosilcev (vrzeli in elektronov) v bližini točke z naraščajočim tokom. Domnevala sta, da lahko prevodna plast p-tipa nastane zaradi nadštevilnosti nečistoč v sprejemniku blizu površine ali zaradi zaporne plasti v prostorskem naboju, ki zadostuje za dvig nasičenega pasu blizu Fermijevega nivoja. S. Benzer z univerze Purdue je že 31.12.1945 objavil meritve temperaturne odvisnosti Ge ojačevalnika, ki so potrjevale domnevno prevodnost p-tipa na površini /30/.

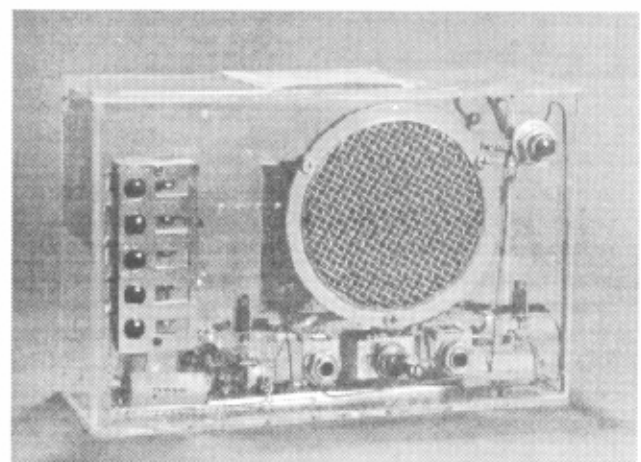
23.12.1947 so s pomočjo tranzistorja dobili stokratno ojačitev v vsem spektru frekvenc zvoka. 17.6.1948 sta Bardeen in Brattain družno patentirala iznajdbo. /31/ Osem dni pozneje sta opisala odkritje v dveh pismih, ki sta bila objavljena julija 1948. Njuna odkritja so dopolnile še sočasno poslana meritve njunega predstojnika Shockleyja in Pearsona iz Bell Labs, New Jersey. Uporabila sta kondenzator površine 1 x 2 cm<sup>2</sup> iz zlata in polprevodnika, naparjenega na nasprotni

strani Si plošče debeline 0,006 cm. Za merjenje sprememb prevodnosti so uporabili tok med dvema dodatnima zlatima elektrodama, naparjenima na dva konca polprevodnika. Meritve na Ge so dale rezultate, primerljive z leto starejšimi Brattainovi in Shockleyevimi na Si /32/.

Le **John Bardeen** (1908-1991) je dvakrat prejel Nobelovo nagrado v isti stroki: leta 1956 za raziskovanje polprevodnikov, leta 1972 pa za mikroskopsko teorijo polprevodnosti. Rodil se je v Madisonu, Wisconsin, kjer je tudi študiral na univerzi in med drugim poslušal tudi predavanja o kvantni mehaniki gostujočega profesorja Petra Debyja (1884-1966), ki je leta 1936 za dosežke pri raziskovanju dipolnih momentov ter difrakcijo elektronov in rentgenske svetlobe, dobil Nobelovo nagrado iz kemije. Med letoma 1930-1933 je kot geofizik sodeloval pri raziskovanju zaliva pri Development Corporation v Pittsburgu. Nato se je vrnil k študiju ker je želel doktorirati pri Einsteinu na Princetonu. Ko to ni bilo mogoče, je tam leta 1936 doktoriral iz matematične fizike kot drugi ameriški doktorand pri 6 let starejšemu Mađaru Eugenu Paulu Wignerju. Leta 1933 in 1934 sta skupaj objavila kvantnomehanski račun lastnosti elektronskih struktur Na. Med letoma 1935-1938 je sodeloval z John van Vleckom in P.W.Bridgmanom v Society of Fellows harvardske univerze. Nato je postal izredni profesor na univerzi v Minnesoti. Med vojno je delal v Naval Ordnance Laboratory v Washingtonu DC. in ni sodeloval pri Manhattan Project. Pomladi 1945 se je pridružil novi skupini raziskovalcev fizike trdnin v Bell Labs. Začasno je dobil prostor v sobi, ki sta jo zasedala eksperimentalna fizika Brattain in Pearson. Sodelovanje je bilo zelo plodovito, ne le zaradi znanstvenih uspehov, temveč tudi zaradi skupnega navdušenja nad golfom, ki so ga družno igrali po predmestjih New Jerseya. Leta 1951 je Bardeen zapustil Bell in postal profesor elektronike in fizike na univerzi Illinois, kjer je ostal do smrti. Na harvardu so leta 1951 prvič v ZDA izpeljali tečaj predavanj o polprevodnikih, spomladi 1952 pa je imel Bardeen cikel predavanj o polprevodnikih in tranzistorjih, za katere se je zanimal še pozneje, med drugim na srečanju o polprevodnikih v Pragi leta 1959 (Lubkin, str.23-24; Herring, str. 26 in 29-30; Holonyak, str. 37; David Pines, An extraordinary man: reflections on John Bardeen, Physics Today (april 1992) str.65 in 69; Janez Strnad, Nobelovec za tranzistor in teoriji superprevodnosti, Delo, št.42 (20.2.1991)).



Slika 3 Le John Bardeen (1908-1991)



Slika 4 Slika "Bardeenove škatle" iz leta 1949, najstarejšega delujočega tranzistorja (Nick Holonyak Jr., John Bardeen and the point-contact transistor, Physics Today 45 (april 1992) str.37)

This circuit was then connected in the following circuit

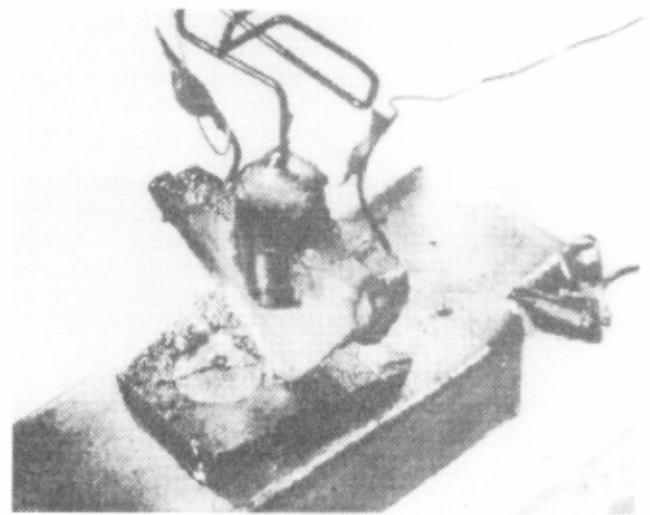
This circuit was actually spoken over and by switching the device in and out a distinct gain in speech level could be heard and seen on the scope presentation with no noticeable change in ~~power~~ quality. The measurements at a fixed frequency

DATE Dec 24 1947  
CASE No. 38139-7

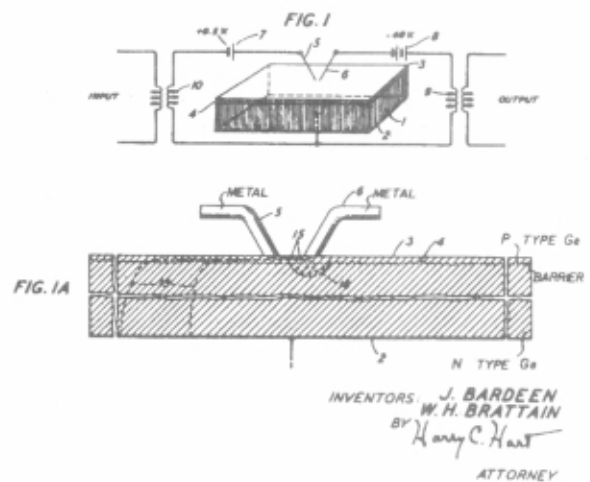
in it was determined that the power gain was the order of  $10^8$  or greater. Various people witnessed this test and listened (witnesses) of whom some were the following: R. D. Gibney, H. B. Moore, J. Bardeen, G. H. Pearson, W. Shockley, H. Fletcher, R. Pomeroy. Mrs. N. B. Moore assisted in setting up the circuit and the demonstration occurred in the afternoon of Dec 28 1947

Revised and submitted by  
G. H. Pearson Dec 29, 1947  
H. B. Moore Dec 29, 1947

Slika 5 Laboratorijski zapisnik (z dne 24.12.1947) demonstracije ojačitve zvoka s tranzistorjem s točkastima stikoma (Herring, n.d., str. 33)



Oct. 3, 1950 J. BARDEEN ET AL. 2,524,035  
THREE-ELECTRODE CIRCUIT ELEMENT UTILIZING SEMICONDUCTIVE MATERIALS  
Filed June 17, 1948 3 Sheets-Sheet 1



Slika 6 Fotografija patentiranega tranzistorja in skica na prvi strani patentnega spisa (N. Holonyak, John Bardeen and the point-contact transistor, Physics Today, 45 (1992) st. 38)

A device called a transistor, which has several applications in radio where a vacuum tube ordinarily is employed, was demonstrated for the first time yesterday at Bell Telephone Laboratories, 463 West Street, where it was invented.

The device was demonstrated in a radio receiver, which contained none of the conventional tubes. It also was shown in a telephone system and in a television unit controlled by a receiver on a lower

Slika 7 Kopija članka iz New York Timesa, ponatisnjena v Theodore H. Geballe, This golden age of solid-state physics, Physics Today 34 (November 1981) 132

Walter Houser Brattain je bil leta 1902 rojen ameriškim staršem na Kitajskem. Doktoriral je na univerzi v Minnesoti leta 1929 in se pridružil Bell Labs. Med vojno je raziskoval magnetno detekcijo podmornic.

### 7 SKLEP

1.7.1948 je New York Times poročal o odkritju tranzistorja med radijskimi novicami. Nekaj mesecev pozneje so v Bell Labs objavili še podrobnejše fizikalne principe in električne lastnosti naprave.

Prvi uspešno delujoči tranzistorji so se pojavili aprila 1950. Poleti 1952 pa smo Slovenci že brali: "...da se je s tranzistorjem rodil elektroniki tekmeč, ki mu bo morala v mnogih pogledih prej ali slej podleči." /33/



## 8 LITERATURA

- /1/ Diogenov, str. 111 in 114-115
- /2/ Michael Faraday (1791-1867), Experimental researches in electricity, Encyclopaedia Britannica, USA, 1952, pogl. 434, 439 in 1340-1341.
- /3/ Stefan, Über einige Thermolemente von grosser elektromotorischer Kraft, Vorläufige Mitteilung, Wien. Ber. 51 (1865) str.260-262 in Ann. Phys. 124 (1865) str. 632; Miroslav Adlešič, Od mehanike do elektronike, MK, Ljubljana, 1952, str. 453; Lavo Čermelj, Jožef Stefan, MK, Ljubljana, 1976, str. 76
- /4/ Branislav Đurič, Tranzistorski prijemnici, VI. izdaja, Beograd, 1984, str.26
- /5/ Friderich Kurylo in Charles Susskind, Ferdinand Braun. A Life of the Nobel Prizewinner and Inventor of the Cathode-Ray Oscilloscope, The MIT Press, 1981, str. 28-34
- /6/ Pojav je pri srebrovem sulfidu raziskoval tudi Hittorf (Karl Ferdinand Braun (1850-1918), Über unipolare Electricitätsleitung, Ann. Phys.(3) 4 (1978) str. 479)
- /7/ Braun, Bemerkungen über die unipolare Leitung der Flamme, Ann. Phys. (3) 3 (1978) str. 436-447
- /8/ Braun, Über unipolare Electricitätsleitung, Ann. Phys. (3) 4 (1978) str. 480. Enakega mnenja je bil tricetr stoletja pozneje Shockley, nasprotnega pa Bardeen.
- /9/ Braun, Über unipolare Elektricitätsleitung, Ann. Phys. (3) 4 (1978) str. 481-482 in 484.
- /10/ Joop Schopman, Industrious science: Semiconductor research at the N.V. Philips' Gloeilampenfabrieken, 1930-1957, HSPS 19:1 (1988) str. 170
- /11/ Adlešič, n.d., str. 453
- /12/ P.K. Bondyopadhyay, Under Glare of a Thousand Suns - The Pionering Works of Sir J.C. Bose, Proc. IEEE 86/1 (jan. 1998) st. 221
- /13/ US patent št. 1104065
- /14/ George L.Trigg, Landmark Experiments in Twentieth Century Physics, New York, London 1975, ruski prevod, Mir, Moskva 1978, str. 175
- /15/ Britanski patent št. 277610 za The Westinghouse Brake and Saxby Signal Co. (Fritz Schröter, Handbuch der Bildtelegraphie und des Fernsehens, Berlin, Julius Springer, 1932, str. 175)
- /16/ Nick Holonyak Jr., John Bardeen and the point-contact transistor, Physics Today 45 (april 1992) str. 38, str. 37. Holonyak je leta 1962 izdelal svojo inačico LED diode
- /17/ Trigg, str. 177; N.F. Mott, Proc. Camb. Phil. Soc. 34 (1938) str. 568; N.F. Mott in R.W. Gurney, Electronic Process in Ionic Crystals, Oxford University Press, London, 1940, 5. poglavje
- /18/ Trigg, n.d., str. 178; Bernhard Kramer, Der Transistor wird fünfzig, Phys. Bl. 53 (1997) št. 12. str. 1205
- /19/ leta 1946 (Kramer, n.d., str. 1204) ali 1945 (Trigg, n.d., str. 178).
- /20/ John Bardeen, Surface States and Rectification at a Metal Semi-Conductor Contact, Phys.Rev. 71 (sprejeto 13.2.1947, objavljeno 15.5.1947) str. 717-718
- /21/ Trigg, n.d., str. 179; Shockley in Gerald Pearsons, Modulation of Conductors of Thin Films of Semi-Conductors by Surface Charges, Phys. Rev. Lett. Phys. Rev. 74 (25.6.1948) str. 232-233
- /22/ Schottky, Physik Zeits. 41 (1940) str. 570; Bardeen, n.d., 1947, str. 718
- /23/ Bardeen, n.d., 1947, str. 717 in 719; Walter E. Meyerhof, Contact Potential Difference in Silicon Crystal Rectifiers, disertacija na univerzi Pennsylvania, katere povzetek je bil objavljen v Phys. Rev. 71 (1947) neposredno za Bardeenovo razpravo.
- /24/ Bardeen, n.d., 1947, str. 720 in 724-726
- /25/ objavljeni v naslednjem zvezku Phys. Rev. 72 (1947) str. 345-
- /26/ Trigg, n.d., str.183 in 185-186
- /27/ Holonyak, n.d., str. 39; Hering, n.d., str. 31;
- /28/ Gloria B. Lubkin, Special issue: John Bardeen, Physics Today 45 (april 1992) str. 23. Kramer (n.d., str. 1205) je odkritje datiral 16.12.1947, podobno tudi Holonyak, n.d., str. 39
- /29/ Bardeen in Brattain, The Transistor, A Semi-Conductor Triode, Phys. Rev. Lett. (25.6.1948) str. 230-231; Trigg, n.d., str. 187. Dve diodi so torej postavili tako blizu skupaj, da je dogajanje v eni vplivalo na sosedo
- /30/ Bardeen in Brattain, Nature of the Forward Current in Germanium Point Contacts, Phys. Rev. Lett. (25.6.1948) str. 231-232
- /31/ J. Bardeen et al., Three-electrode circuit element utilizing semiconductive materials, US patent 2524035, potrjen 3.10.1950.
- /32/ Shockley in Pearsons, n.d., 1948, str. 232-233
- /33/ Adlešič, n.d., str. 468

## KOLEDAR POMEMBNIH DOGODKOV v 1998

16. april - 5. slovenska konferenca z mednarodno udeležbo o uporabi sodobnih neporušitvenih preiskovalnih metod v tehniki, kraj posv. Železama Ravne, organizator: Slovensko društvo za neporušitvene pre-iskave, Fak. za stroj., Aškerčeva 6, 1000 Ljubljana, inf.: prof. Janez Grum, tel.: 061 1771203, 061 1771204, faks.: 061 218 567, e-pošta: janez.grum@fs.uni-lj.si

20. maj - 5. srečanje slovenskih in hrvaških vakuumistov, Inst. Rudjer Bošković (ob 9h), Bijenička 54, Zagreb, inf.: dr. Nikola Radić, Inst. R.B.- Zavod za fiziku materiala, Bijenička 54, 10001 Zagreb, POB 1016, tel.: ++385 1/46 80 224, faks.: ++385 1/46 80 114, e-pošta: radic@rudjer.irb.hr

26.-29. maj - 7. evropska konferenca o neporušitvenih raziskavah, 7thECNDT, Kopenhagen, ni podatkov o organizatorju in naslovu za informacije; konferenca med mnogimi postopki vključuje tudi problematiko iskanja netesnosti

25.-30. maj - Kongres poljskega vakuumskega društva, Krakov. Inf.: Renata Dobrowolska, Uniwersytet Jagielloński, Ul. Golebia 24, pokoj 7, PL 31-007 Krakow, tel.: (012) 422-6875, faks.: (012) 422-1757, e-pošta: ptp-kong@adm.uj.edu.pl

14.-19. junij - 4. mednarodna konferenca o nano-strukturiranih materialih, NANO'98, Stockholm. Inf.: NANO'98, c/o Royal Institute of Technology, S-100 44 Stockholm, Sweden tel&faks.: 0046 8 7909072, e-pošta nano98@kth.se

6.-10. julij - 9. mednarodna konferenca o trdih plasteh in površinah, Kopenhagen, Danska, inf.: Eva Hansen-Stavnsbjerg, ICSFS-9, H.C.Oersted Institute, Dept. of Chemistry, Univ. of Copenhagen, 5 Universitetsparken, DK-2100, Copenhagen, Denmark, tel.:0045-3532 0263, faks.: 0045-3532 0299, icfs9@kiku.dk

7.-10. julij - 2. mednarodna konferenca o vakuumskih elektronskih izvirih (IVESC'98), Tsukuba, Japonska. Inf.: Masahito Yoshikawa, Tsukuba Information Lab, INC., 4th floor, 3rd-Yoshimura Building, 2-10-9 Takezono, Tsukuba 305, Japan, tel.: 81-298-58-1111, faks.: 81-298-52-0844

31. avg-4. sept. - 14. mednarodni vakuumski kongres (IVC-14), 10. mednarodna konferenca o površinah trdnih snovi (ICSS-10), 5. mednarodna konferenca o znanosti in tehnologijah nanometričnih dimenzij (NANO-5), 10. mednarodna konferenca o kvantitativni analizi površin (QSA-10), Birmingham, Anglija. Inf.: Sekretariat kongresov IVC-14/ICSS-10/NANO-5/QSA-10, The Institute of Physics, 76 Portland Place, London, W1N 4AA, UK, tel.: +44 171 470 4800, faks.: +44 171 470 4900, e-pošta: ivc98@iop.org, http://www.iop.org/IOP/Confs/IVC, http://www.vacuum.org/iuvsta.html

2.-5. sept. - Površine v biomaterialih '98, Loews Ventana Canyon Resort, Tuscon, AZ, ZDA. Inf.: Surfaces in Biomaterials Foundation, 6518 Walker Street, Suite 150, Minneapolis, MN, tel.: 001-612-915-1011, faks.: 001-612-927-8127

6.-10. sept. - 2. mednarodna konferenca o prekritjih na steklu, ICCG '98. Inf.: Mrs. H. Schmidt, Institut Für Neue Materialien, Im Stadtwald, Bldg 43a, D-66123 Saarbrücken, Germany, faks.: 0049-681-302-5223

2.-6. nov. - 45. nacionalni simpozij ameriškega vakuumskega društva (z vrhunskimi konferencami, s tehničnim programom, z izobraževalnimi tečaji in z razstavo), Baltimore, MD, ZDA. Organizator in inf.: AVS, 120 Wall Street, 32 Fl., New York, NY10005, tel.: 001-212 248 0200, faks.: 001-212 248 02045, avsnyc@vacuum.org, www.vacuum.org

A. P.

## NASVETI

### Čistoča okolja pri pripravi podlag za vakuumske tanke plasti

Objavljamo prirejen povzetek članka Donalda M. Mattoxa z naslovom: "Substrate Surface Preparation - Cleaning Environment" [1]. Za to objavo smo se odločili, da bi našim bralcem pokazali, o katerih stvareh morajo resno razmišljati, ko se uvajajo v vakuumsko naprejevanje oz. naprševanje tankih plasti, še posebej pri postopku priprave podlag. To branje pa ne bo škodilo tudi vsem drugim vakuumistom, saj bodo spoznali ali pa obnovili osnovne pojme o čistoči in njenem vplivu v vakuumski tehniki.

Pravilna priprava, ravnanje in hranjenje očiščenih podlag pred postopki nanosa tankih vakuumskih plasti, je prvi pogoj za dober izdelek. Poleg kemijske kontaminacije površine podlag, česar se znebimo z uporabo ustrezno čistih kemikalij in vode v postopku priprave in čiščenja, je treba poskrbeti tudi za to, da se na površino podlage ne vsedajo prašni delci. Le-ti imajo zelo škodljiv vpliv na kvaliteto tanke plasti, saj se pojavijo v njej defekti "pinhole", ali po domače drobne luknjice. Ker je prašne delce s površine zelo težko odstraniti, je treba preprečiti kontaminacijo površine. Vse operacije priprave podlag je treba izvršiti v neprašnih prostorih in/ali delovnih mestih. Vendar ni samo prah tisto zlo, ki kvarno vpliva na kvaliteto nanosenih plasti. Nič manjšega vpliva na kontaminacijo podlag nimajo tudi različne pare ali aerosoli in nekateri korozivni plini, kot je klor.

Prvi korak k zmanjšanju kontaminacije podlag je ureditev procesnih prostorov, to je prostorov, kjer se nahajajo podlage oziroma kjer se odvija proces njihovega čiščenja in nanašanja plasti. Iz njih je treba odstraniti vse nepotrebne potencialne vire onesnaževanja. To pomeni, da je treba iz procesnega območja odstraniti vso nepotrebno navlako (knjige, zvezke, odvečni pribor, bombažne tkanine, neustrezno pohištvo,...) in preiti na uporabo materialov, ki ne proizvajajo prašnih delcev (brezprašen papir, pohištvo brez tekstilnih prevlek, obleke iz ustreznih tekstilnih vlaken,...). Prav tako je treba odstraniti ali vsaj minimizirati količino materialov, ki sproščajo škodljive hlapne. To so večinoma ulite plastike, barve, topila, vinilne talne obloge ipd.

Naslednji veliki vir nečistoč, tako prašnih delcev kot raznih aerosolov, je samo osebje, zaposleno pri pripravi podlag in kasnejšemu nanosu tankih plasti. Med vsemi postopki, pri katerih lahko pride do kontaminacije, se morajo spoštovati predpisana pravila vedenja. Zaposleni ne smejo uporabljati izdelkov, ki proizvajajo prašne delce, kot so ličila ali pudri, ali izdelke, ki oddajajo pare, kot so kreme za roke, obraz ipd. Izviri onesnaževanja so tudi obleke ljudi. Med premikanjem po prostoru oddajajo velike množine delcev. Tudi zelo goste tkanine vsebujejo prašne delce. Prav tako morajo v čistih prostorih obvezno uporabljati maske za usta in nos, da zadržijo aerosole, ki nastanejo med govorjenjem in kihanjem.

Tretji korak k preprečevanju kontaminacije podlag je uvedba nekaterih tehnoloških zahtev. V splošnem ve-

lja, da morajo biti podlage čim manj časa izpostavljene nekontrolirani okolici. Zato je treba vse neobhodno potrebne postopke kemijskega čiščenja s hlapnimi kemikalijami opravljati na dobro odsesovanih delovnih mestih. Med postopkom čiščenja jih je treba držati v prijemalih iz materiala, ki se da z lahkoto čistiti in ki ne vsebuje snovi, ki so lahko izviri onesnaženja. Navadno uporabljamo steklo, keramiko, trde kovine in neplastificirane polimere. Držala se ne smejo dotikati tistih površin, na katere bomo naperili tanko plast, kajti "abrazivni prenos" na stiku držala in podlage povzroči onesnaženje. Uporaba držal tudi zmanjša število delavčevih dotikov kritičnih površin med čiščenjem. Ves pribor, potreben za čiščenje, kakor tudi sam držala in seveda očiščene podlage, moramo hraniti v čistih, zaprtih omaricah.

Ravnanje z očiščenimi podlagami naj bo vedno z orodji (prijemala, pincete) iz primernega materiala. Kadar pa to ni mogoče, je treba uporabljati take rokavice, ki nimajo vlaken in iz katerih čistilne raztopine ne morejo ekstrahirati nekaterih snovi. Npr. vinilne rokavice se nikoli ne smejo uporabljati pri čiščenju z alkoholom, kajti ta bo ekstrahirala ftalate iz večine vinilnih materialov. Takoimenovane lateks-rokavice so zelo primerne za delo s čistimi površinami. Na žalost pa so navadno pokrite s smukcem za lažje natikanje. Primernejše so take, ki so posebej namenjene za delo v čistih prostorih in niso pokrite s smukcem. Uporaba rokavic mora biti kontrolirana, kajti osebe, ki jih nosijo, često prijemljejo tudi onesnažene predmete in tako prenašajo nečistoče na čiste površine. Zato mora biti osebje, ki opravlja kritične operacije, naučeno, da uporablja v takih neobhodnih primerih rokavice za enkratno rabo, ki jih nato zavrze, čeprav stalno uporablja lateksne rokavice.

Naslednji korak k preprečevanju kontaminacije podlag je uporaba majhnih "čistih" delovnih površin (miz, pultov, digestorijev) s filtriranim zrakom. To so lahko delovne mize z vertikalnim ali horizontalnim (odvisno od narave dela) laminarnim pretokom zraka, filtriranega skozi absolutni filter. Lahko pa so to tudi posebna manjša področja v "nečistih" prostorih, omejena s plastičnimi zavesami in vertikalnim laminarnim pretokom filtriranega zraka. V obeh primerih moramo poskrbeti, da bo turbulenca tega laminarnega pretoka minimalna. Prav tako je treba kontrolirati pretok zraka skozi absolutne filtre in seveda tudi čistost zraka. To še posebej velja, ker lahko nekatere pare poškodujejo absolutne filtre.

Končni ukrep, ki naj omogoči pripravo kvalitetnih podlag in na njih nanosenih tankih plasti, pa je uporaba "čistih" prostorov. Kakor prej navedene "čiste" delovne površine imajo tudi te vgrajene filtre, ki odstranjujejo prašne delce. V resnici gre za kompletno klimatsko napravo z vgrajenimi dvostopenjskimi filtri. Na prvi stopnji pri vstopu zraka v klimat so predfiltri, ki odstranijo 99.97% delcev večjih od 0.3  $\mu\text{m}$ . Na tej stopnji se običajno dodajo tudi filtri iz aktivnega oglja, ki odstra-

nijo določene aerosole iz svežega zraka. V drugi stopnji, nameščeni na mestu izpihovanja zraka v prostor pa se vrši 99,999% filtracija delcev nad 0,12 µm. Standardi kategorizirajo "čiste" prostore glede na število decev velikosti nad 0,5 µm (0,3 µm na kubični čevljev (=27 litrov) /2/. Razred "1" čistoče je zelo stroga zahteva, ki se jo da doseči le pri optimalnem načrtovanju prostora in razporeditve opreme in se le redko uporablja v celotnem prostoru. Razred čistoče "100" je dandanes običajen za izdelavo predmetov, občutljivih na kontaminacijo s prašnimi delci. Tudi za to stopnjo čistoče je potrebna primerna ureditev in se običajno ne da uresničiti s predelavo prvotno "umazanih" prostorov. Razred "10.000" se da navadno doseči s primernimi predelavami, seveda pa prav tako zahteva dvostopenjsko filtracijo zraka in uporabo prej navedenih ukrepov tehnološke discipline. Čistoča razreda "100", ali tudi manj pa se da doseči na delovnih mestih z laminarnim pretokom zraka. Nekontrolirani prostori imajo razred "100.000" ali več.

Število prašnih delcev merimo s tehniko sipanja svetlobe. Meritve čistoče in pretoka zraka pa morajo biti opravljene v rednih časovnih intervalih na več mestih v prostorih in na vseh "čistih" delovnih površinah. Posebej je treba paziti, da v prostorih ali na delovnih mestih ne pride do mrtvih točk, kjer ni ustreznega pretoka filtriranega zraka.

Izraz "čisti" prostor je netočna oznaka, ker iz zraka ne odstranjemo par. Pare lahko delno odstranimo iz takega prostora le, če zmanjšamo potencialne izvire. V "čistih" prostorih je še en pomemben dejavnik, ki ga je treba kontrolirati. To je relativna vlaga. Značilne vrednosti se sučejo okrog 45%. Na ta način preprečimo statično elektriko, ki je za nekatere izdelke lahko zelo škodljiva, po drugi strani pa omogoča osebju "komfortno" delo.

Izgradnja čistih prostorov je velika investicija, zato jo je treba, posebno pri preureditvah obstoječih prostorov, skrbno premisliti. Priporočljivo je, da začnemo ukrepe za preprečevanje kontaminacije podlag postopoma, kakor je bilo navedeno, saj so začetni ukrepi, ki so v zvezi s tehnološko in osebno disciplino, skorajda brezplačni, stroški pa nato začno hitro naraščati in jih je seveda treba upravičiti.

## Literatura

/1/ D. M. Mattox, *Substrate Surface Preparation-Cleaning Environment, Plating and Surface Finishing*, marec 1993, 44-45

/2/ FED-STD -209B

Jože Gasperič,  
Institut Jožef Stefan  
Marijan Maček,  
Fakulteta za elektrotehniko

## Tečaj govorništva

V sredo in četrtek, 4. in 5. februarja 1998, je bil v Valvazorjevi sobi Instituta Jožef Stefan v organizaciji Društva za vakuumsko tehniko Slovenije seminar retorike. Izvršni odbor DVTS se je za to potezo odločil, ker je menil, da je sposobnost govornega izražanja za nastopanje naših strokovnjakov na domačih in tujih konferencah zelo pomembna. Enako pomembna pa je tudi za propagiranje področij vakuumske znanosti ter tehnike in njene uporabe na splošno, kajti priča smo žalostnemu stanju v naši družbi, ko razvoj, raziskave in proizvodnja - kljub slabi gospodarski situaciji - niso cenjeni. Nujno je bilo torej, da tudi tehniško usmerjeni Slovenci izboljšamo svoje govorniške spretnosti, saj bomo lahko le tako ob primernih priložnostih navdušili in prepričali "odločujoče strukture" oziroma svoje poslušalce ter s tem vplivali na javno mnenje.

Seminar je zelo zanimivo vodil g. Zdravko Zupančič iz "Šole retorike" v Ljubljani. Prvi dan smo imeli le predavanja (4 ure dopoldne), drugi dan pa (dopoldne in popoldne) poskusni nastop pred mikrofonom in kamero ter diskusijo in ogled primerov govorniškega vedenja raznih znanih

osebnosti. Udeležencev je bilo 17, od tega večina članov DVTS. Tematika, ki smo jo slišali, je bila na kratko naslednja:

- pomembni pogoji za dober govor: volja in radost do nastopa, govorna moč, boj za pozornost poslušalcev, pristnost
- najpogostejše napake: masila, napačni znaki, zunanji videz nastopajočega, igralstvo
- izkušnje in prijemi: uporaba časa oz. premorov, soočenje s poslušalci, premagovanje treme, priprava govora, uporaba rekvizitov
- razne zanimivosti: osnove demokratičnega pogovarjanja, kritika drugih, narečje ima svoj čar, oblikovanje misli v glas, jedmatost

Na koncu je zmanjkalo časa za razna vprašanja in izmenjavo mnenj. Kljub predhodnim dvomom o smiselnosti stroška DVTS v ta namen (večino cene je namreč plačalo društvo), je bilo splošno mnenje udeležencev, da je bil seminar potreben in da je uspel.

A.P.



VADI SVOJ GOVOR, SVOJ NASTOP, DOMA PRED PARTNERJEM, PRED PRIJATELJI, ...



NADZORUJ SVOJA ČUSTVA, NIKDAR NE RAZPRAVLJAJ Z AGRESIVNIM VPRAŠEVALCEM



ZAGREŠIŠ KRIMINALNO DEJANJE, ČE PREKORAČIŠ Z ODMERJENI ČAS

# IZOBRAŽEVALNI PROGRAM

## Društva za vakuumsko tehniko Slovenije - 1998

Vse uporabnike vakuumske tehnike in druge interesente obveščamo, da so v letu 1998 predvideni naslednji strokovnoizobraževalni tečaji:

### 1. NETESNOST SISTEMOV IN NAPRAV

15.-16. april in 14.-15. oktober

Vse več je izdelkov in tehnologij, kjer hermetičnost posod in cevnih sistemov igra pomembno vlogo, npr: hladilni agregati, posodice za aerosole, prehranske konzerve, specialni ventili, hermetično zaprte elektronske komponente, v reaktorski tehniki, srčni vzpodbujevalci, tesnila, platišča avtomobilskih koles, itd. V tehniški praksi se pri vzdrževanju nadtlaka oz. podtlaka vedno pogosteje srečujemo s predpisi o preverjanju tesnosti (zahteve po kakovosti proizvodov, ISO 9000 itd) in s tozadevnimi postopki. S tečajem jih želimo predstaviti in približati uporabniku. Vsebina predstavitve, ki obsega 9 ur predavanj in demonstracij, je naslednja:

- teorija črpanja,
- osnove vakuumskih merilnikov in opredelitev velikosti puščanja;
- materiali, vrste spojev in tehnologije spajanja;
- metode iskanja netesnih mest;
- iskanje netesnosti s helijevim iskalnikom netesnosti;
- vrste netesnosti in njih odpravljanje oz. preventiva;
- kontrola tesnosti kot osnova za kvaliteto proizvodov, standardi s področja netesnosti ter
- primeri iz domače in tuje prakse.

Cena tečaja je 20.000 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj "Osnove vakuumske tehnike" in potrdilo o opravljenem tečaju. Za topli obrok, kavo in sok bo poskrbljeno.

### 2. VZDRŽEVANJE VAKUUMSKIH NAPRAV

2.-4. junij in 17.-19. november 1998

Pod tem naslovom se obravnava predvsem tematika, ki jo srečujemo v tehniki grobega vakuuma. To je:

- delovanje, vzdrževanje in popravila rotacijskih črpalk
- pregled in uporaba različnih črpalk, ventilov in drugih elementov
- meritve vakuuma
- osnove odkrivanja netesnosti v vakuumskih sistemih
- materiali za popravila, tehnike čiščenja in spajanja

Skupno 20 šolskih ur, od tega tretjina praktičnih prikazov in vaj.

Cena tečaja je 32.000 SIT. Vsak tečajnik bo prejel tudi brošuro "Osnove vakuumske tehnike za vzdrževalce naprav" in potrdilo o opravljenem tečaju. Za topli obrok, kavo in sok bo poskrbljeno.

### 3. OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE

2.-4. junij ter 17.-19. november 1998

Pri tem tečaju je večji poudarek na teoretičnem razumevanju snovi. Obravnava so vsa področja, omenjena v tečaju za vzdrževalce in poleg tega še:

- pomen in razvoj vakuumske tehnike,
- fizikalne osnove,
- črpalke za visoki vakuum,
- tankoplastne in druge vakuumske tehnologije,
- čisti postopki, analize površin ter
- doziranje, čiščenje in preiskave plinov.

Skupno 26 šolskih ur z vajami in ogledom Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko. Cena tečaja je 38.000 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj "Osnove vakuumske tehnike" in potrdilo o opravljenem tečaju. Za topli obrok, kavo in sok bo poskrbljeno.

### 4. Tečaj "Osnove vakuumske tehnike za srednješolske predavatelje"

(namenjeni za popestritev pouka fizike in tehničnih znanj na srednjih in višjih šolah) bodo ob petkih in sobotah, predvidoma 23.-25. aprila, 10.-12. sept. in 24.-26. septembra 1998. Podroben razpis zanje je objavljen v Katalogu izobraževalnih programov MŠŠ 97/98.

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

Podrobnosti o tečajih najdete tudi na internetu.

Prosimo vse, ki jih vsebina zanima, da se informativno javijo čim prej; 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, 1111 Ljubljana**  
(št. žiro računa: 50101-678-52240).

Prijave sprejema organizacijski odbor (Koller, Spruk, Mozetič, Nemanič), ki daje tudi vsa dodatna pojasnila (tel. 061 177-66-00, 126-45-92).

V primeru prëmajhnega števila kandidatov tečaj odpade, interesenti bodo povabljeni na naslednji rok.





- VAKUUMSKI SISTEMI
- VAKUUMSKE KOMPONENTE

### **IEVT-VSC - oddelek za razvoj vakuumskih sistemov in komponent**

Imamo več kot 30-letne izkušnje z načrtovanjem in izdelavo vakuumskih sistemov ter pri razvoju visokih tehnologij. Naši izdelki so standardni ali izdelani po naročilu in so 100% preskušeni na tesnost. Uvajanje sistema ISO-9001, uporaba kvalitetnih materialov (nerjavno jeklo, Al itd.) in modernih tehnoloških postopkov (specialna varjenja, leak detekcija, itd.) nam omogočajo doseganje vrhunske kvalitete izdelkov. Nudimo:

#### **Sistemi:**

- za grobi, srednji, visoki in ultravisoki vakuum
- ročni, računalniško krmiljeni
- laboratorijski, proizvodno tehnološki (vakuumiranje in polnjenje elementov, naparevanje, impregnacija, prijemalne naprave, sušenje, ...)

#### **Komponente:**

- spojke in prirobnice: ISO-KF, ISO-CF, ISO-K
- prevodnice: električne, za prehod plinov in tekočin ter za prenos gibanja
- spojni cevni kosi: reducirni ter oblike I, L, T, X
- ventili: ročni, elektropnevmatski, za različna področja vakuumu in uporabe (ravni, kotni, ploščni, dvopotni, igelni itd...)
- črpalke: membranske, rotacijske, difuzijske, ionsko geterske
- merilniki s senzorskimi glavami (Pirani, Penning, Bayard-Alpert), merilniki grobega vakuumu
- adsorpcijske pasti, filtri, okna, stekleni deli
- komore in zvonovi s standardnimi in specialnimi priključki, s hlajenjem oz. z ogrevanjem itd.
- prehodni kosi, kovinski mehovi, spoji steklo-kovina

#### **Storitve:**

- testiranje tesnosti in odkrivanje netesnih mest s helijevim leak detektorjem
- hermetični spoji: kovina-keramika, kovina-steklo, kovina-kovina (TIG, laser, mikroplazma, spajkanje v vakuumu in v kontrolirani atmosferi, lepljenje)
- W in UW inženiring ter svetovanje
- servis, meritve, priklop in zagon naprav ter vzdrževalna dela
- razvoj in postavitev vakuumskih tehnoloških postopkov
- izobraževanje kadrov (v sodelovanju z Društvom za vakuumsko tehniko Slovenije)
- nanos tankih plasti (naparevanje, naprševanje)
- toplotna obdelava manjših predmetov v vakuumu in v inertni atmosferi

Za vse standardne komponente so na voljo tudi posamezni prospekti s tehničnimi podatki. Podrobnejše informacije dobite na oddelku Vakuumski sistemi in komponente.



**INŠTITUT  
ZA ELEKTRONIKO  
IN VAKUUMSKO  
TEHNIKO, p.o.**

Teslova ulica 30, POB 2959, 1000 Ljubljana Slovenija  
Tel.: (+386 61) 177 66 00 N.C., Faks: (+386 61)126 45 78  
Elektronska pošta: IEVT.group@guest.arnes.si Domača  
stran na Internetu: <http://www2.arnes.si/guest/ljievvt/index.htm>

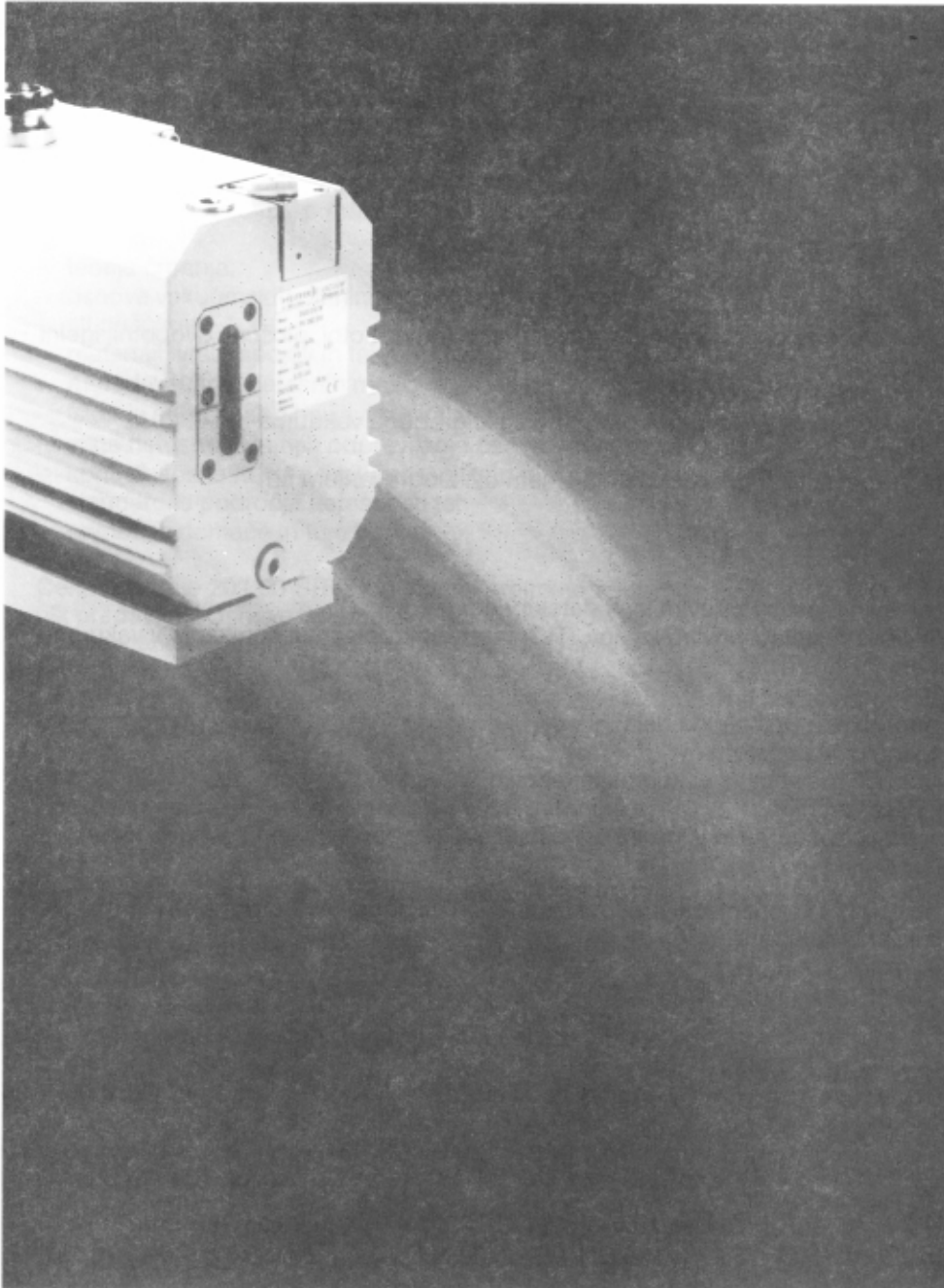


SCAN d.o.o., zastopniško servisno podjetje  
Breg ob Kokri 7, 4205 Preddvor, Slovenija  
Tel. +386 64 451 383, Fax +386 64 451 050

PFEIFFER  VACUUM

Pfeiffer Vacuum Austria GmbH  
Diefenbachgasse 35  
A-1180 Wien  
Tel. +43-1-894-1704  
Fax +43-1-894-1707  
Internet: <http://www.pfeifer-vacuum.de>

*If you find an even better sealed rotary vane pump, we'll gladly take our new 010 M back again.*



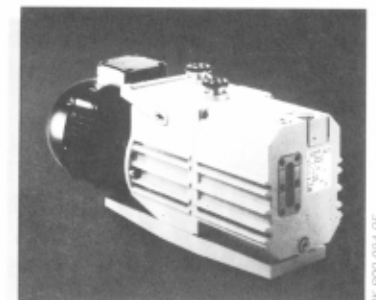
And that's a promise! If you really find a better sealed rotary vane pump in the first 99 days after advice and purchasing, we'll take our new DUO 010 M back. The hermetic sealing is a result of the completely new "integrated magnetic coupling" drive concept. Without a continuous rotor shaft, there's no more need for a rotary shaft seal. This prevents leaks, minimizes maintenance and enhances MTTF (Meantime to failure).

Further advantages are:

- High pumping speeds from a small pump
- No oil leaks, therefore easy on the environment
- Built-in safety valve for process integrity

All in all, the new DUO 010 M is an environment-friendly pump for economical and reliable vacuum systems.

Your M model will be so good that we're absolutely certain you'll want to keep it.



PK 8001 004 PE

# MEDIVAK

MEDIVAK, d.o.o.  
Šolska ulica 21  
SLO - 1230 Domžale

Poslovalnica:  
Dolsko 11  
1262 Dol pri Ljubljani

tel. fax : 00386 61 713060  
GSM : 041 615 455  
žiro račun : 50120-601-114647

tel. : 00386 61 372 659  
GSM : 041 615 455  
fax : 00386 61 372 382

## LEYBOLD

### ZASTOPSTVO SERVIS SVETOVANJE

- Vakuumske komponente in naprave
- Vakuumske tehnologije, trde in tanke plasti, analitika
- Kontrola vakuumskih naprav in sistemov
- Odkrivanje netesnosti
- Izposoja vakuumskih komponent
- 24 urni servis

## PRODAJNI PROGRAM "LEYBOLD"

### Vakuumske črpalke

- Rotacijske vakuumske črpalke s priborom
- Eno in dvostopenjske (1 do 1200 m<sup>3</sup>/h)
- Roots vakuumske črpalke - RUVAC (150 do 13000 m<sup>3</sup>/h)
- Membranske in ejektorske vakuumske črpalke - DIVAC 2,4 L
- Difuzijske črpalke (40 do 50.000 l/s)
- Turbomolekularne črpalke (50 do 4500 l/s)
- Sorpcijske črpalke, kriočrpalke, ionsko-getrske in sublimacijske titanske črpalke

### Vakuumski črpalni sistemi

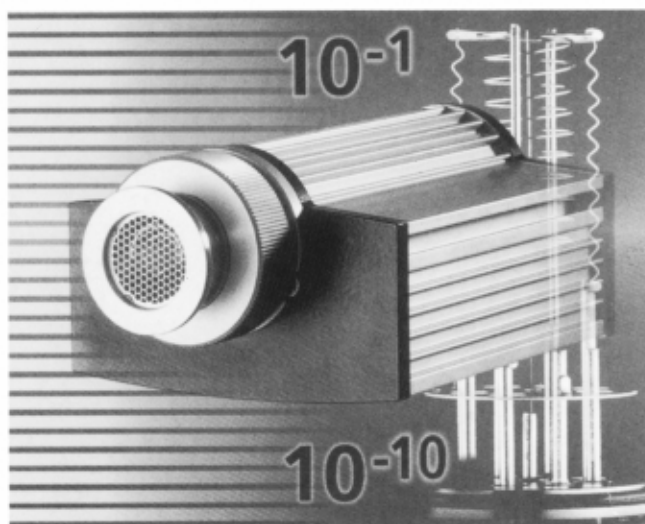
- za kemijsko in drugo industrijo

### Vakuumski ventili

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

### Vakuumski elementi in prirobnice

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



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

- Absolutni medtlaki 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



## Vsestranska linija mikrovalovnih naprav za raziskave in kontrolo kvalitete

### MIKROVALOVNI RAZKLOP / EKSTRAKCIJA

#### MEGA

Mikrovalovna laboratorijska enota za vsestransko pripravo vzorcev za AA, ICP, ICP-MC

- vakuumsko sušenje
- kislinski razklop
- vakuumsko odparevanje kislin po končanem razklopu



### MIKROVALOVNI SEŽIG

#### PYRO

Čas sežiga se skrajša iz ur na minute

#### PYRO SA

Hiter sežig organskih in anorganskih snovi z žveplovo (VI) kislino

#### PYRO FLOW

Hiter sežig raznih polimernih materialov



### MIKROVALOVNO DOLOČANJE VODE/SUHE SNOVI

#### micro FAST

Mikrovalovni vakuumski sistem za določanje vode/suhe snovi

3-6 vzorcev  
v 6 minutah



### MIKROVALOVI V ORGANSKI KEMIJI

#### ETHOS MR 2.5

Mikrovalovni reaktor

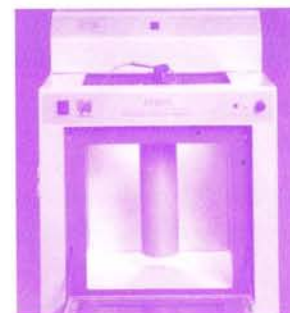
Delovni volumen: 420 ml  
Tlak: 2,5 bar (35 psig)  
Temperatura: 250°C



#### ETHOS MR 30

Mikrovalovni reaktor za reakcije pri visokih tlakih

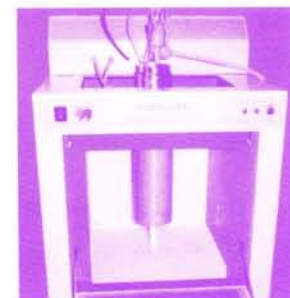
Delovni volumen: 375 ml  
Tlak: 30,0 bar (427 psig)  
Temperatura: 240°C



#### ETHOS CFR

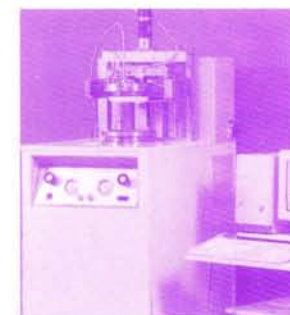
Mikrovalovni reaktor s kontinuirnim pretokom

Pretok: 10-50 ml  
Tlak: 40 bar (570 psig)  
Temperatura: 220°C



#### ultra CLAVE

Mikrovalovni avtoklav za reakcije pri visokih tlakih do 200 bar (2900 psig) in temperaturi 30°C



... PRIHAJAJO ŠE NOVE INOVACIJE



PODROBNEJŠE INFORMACIJE BOSTE DOBILI V PODJETJU

**DR. NEMO, d.o.o.**

proizvodnja, zastopstvo, tehnična podpora in svetovanje  
Štrekljeva 3, Ljubljana  
tel.: 061/125-11-05, fax: 061/125-11-10  
elektronska pošta: dr-nemo@dr-nemo.si