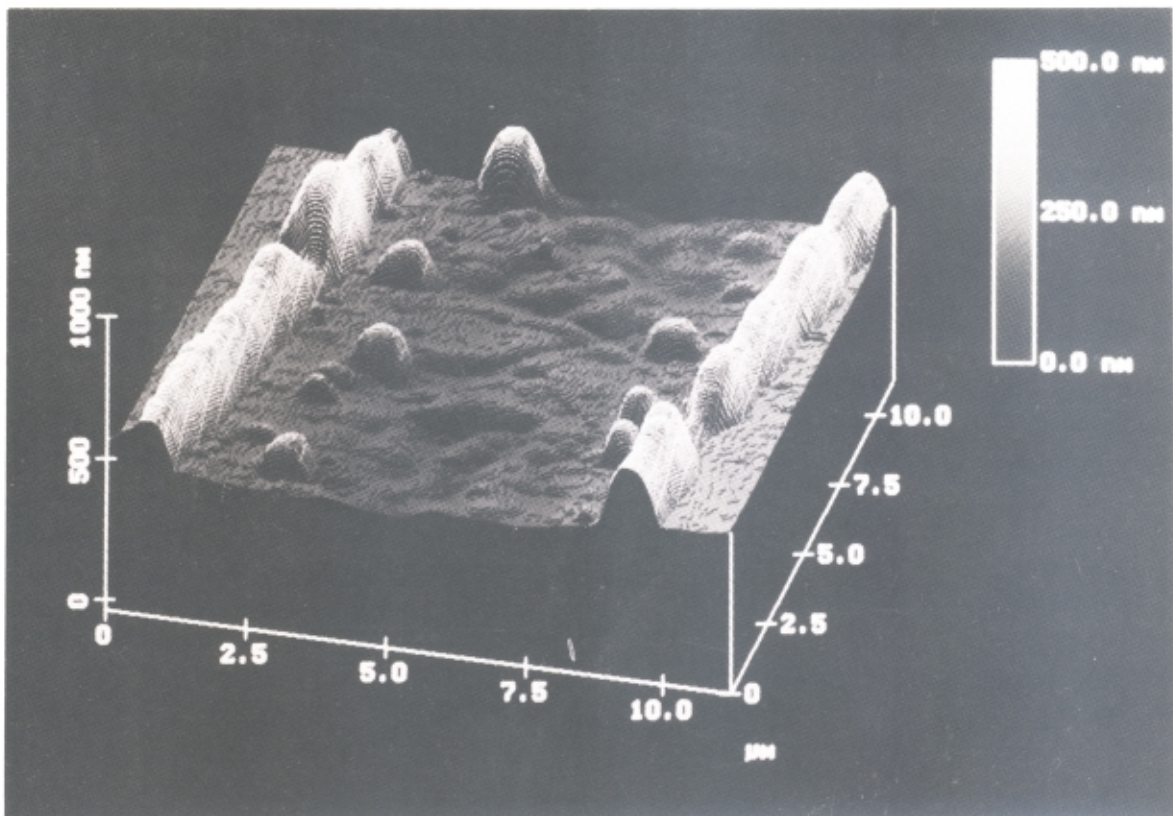


VAKUUMIST

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

LJUBLJANA, DECEMBER 94

LETNIK 14, ŠT. 4, 1994



Srečno novo leto!

VSEBINA

□ Laserska litografija merilnih letev: naprava za direktni laserski vpis rastra (S. Kopač, J. Pirš)

□ Prikazovalniki s tekočimi kristali (M. Ambrožič)

□ Rentgenskofluorescenčna spektroskopija s totalnim odbojem (TXRF) (P. Kump)

□ Zgodovina elektronskega mikroskopa (S. Južnič)

□ NASVETI

□ OBVESTILA

Slika na naslovni strani prikazuje del merilne letve, ki je osnovni sestavni element optičnega dajalnika pomikov (uporabljajo se v strojni industriji za natančne meritve dolžin in premikov). Merilna letva je bila narejena na Institutu "Jožef Stefan" z lasersko mikrolitografijo. Na posnetku, ki je bil narejen z mikroskopom na atomsko silo, vidimo dve 1 μm široke liniji preostale plasti kroma in značilne poškodbe stekla, ter otočke neodparjenega kroma, ki so ostali zaradi neoptimalne izbire parametrov jedkanja.

Mikroskop na atomsko silo (Atomic Force Microscope, AFM) je nova naprava firme Digital Instruments Inc., ki smo jo na Institutu "Jožef Stefan" dobili v tem letu. Mikroskop odlikuje atomska ločljivost v vseh treh dimenzijah.

SPONZORJI VAKUUMISTA:

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

OBVESTILO

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1995.
Cena štirih številok, kolikor jih bo izšlo v letu, je 1000,00 tolarjev.

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

LASERSKA LITOGRAFIJA MERILNIH LETEV: NAPRAVA ZA DIREKTNI LASERSKI VPIS RASTRA

Samo Kopač, Janez Pirš, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

Laser Litography of Graduations: the Direct Laser Writing Device

ABSTRACT

Optical encoders are the most commonly used position transducers in various precision mechanical equipment where higher and higher accuracy is required. A new direct laser writing of graduations for optical encoders in thin Cr films on glass substrates increases the accuracy of measurements with optical encoders comparing with the conventional methods of making the graduations. The direct laser writing device for manufacturing the graduations is described and the calculation of optical parameters for this device is given. The accuracy of graduations made by direct laser writing depends primarily on the accuracy of the mechanical system and the interferometric position measurements of the graduation lines. We present the measurements of the mechanical system and the estimation of the inaccuracy of the graduation due to the interferometric measurements. The results confirm that the direct laser written graduations meet the requirements for the application in optical encoders.

POVZETEK

Optični dajalniki pomikov (ODP) se vse bolj uporabljajo pri natančnih mehanskih pripravah. Zaradi tega se postavljajo vse hujše zahteve po natančnosti meritev z ODP. Nov način izdelave ODP z direktnim laserskim vpisom rastra v tanko plast kroma na stekleni podlagi povečuje natančnost meritev z ODP za skoraj red velikosti v primeri s konvencionalnimi metodami izdelave merilnih rastrov. Opisana je naprava za lasersko mikrolitografijo merilnih letev in predstavljen izračun za določitev osnovnih optičnih parametrov te naprave. Točnost vpisanih merilnih rastrov je odvisna od mehanskega sistema in meritve položaja obdelovanca z laserskim interferometrom. Podane so meritve točnosti mehanskega sistema in ocena napak meritev položaja črtic z laserskim interferometrom. Rezultati meritev lasersko vpisanih rastrov potrjujejo primernost za uporabo v ODP.

1 UVOD

Meritve dolžin in premikov v strojni industriji (stružnice, rezkarji, roboti,...) zahtevajo zaradi robustnosti opreme, točnosti meritev in avtomatizacije proizvodnje specifične merilne naprave, ki morajo ustrezati uporabi v takih zahtevnih razmerah. V ta namen so bile razvite posebne optoelektronske naprave, t.i. optični dajalniki pomikov (ODP), ki po natančnosti in robustnosti dobro ustrezajo zahtevam mehanskih delavnic. Izvedbe optičnih dajalnikov pomikov so različne /1/. Z njimi lahko merimo razdalje (linearni ODP) ali kote (rotacijski ODP), meritve so lahko absolutne (glede na stalno izhodišče) ali relativne (glede na poljubno izbrano izhodišče). Zaradi svojih lastnosti so ODP postali nepogrešljivi sestavni elementi vseh avtomatskih obdelovalnih strojev (CNC stroji) in robotov ter predstavljajo kompromis med točnostjo, enostavnostjo, zanesljivostjo in ceno.

Osnovni sestavni element ODP je merilna letva. To je podolgovata steklena plošča, na katero je nparjena tanka plast (~100 nm) kroma. V plast je izjedkan raster, pri katerem si zaporedoma sledijo enaki pasovi kroma in praznin. Nad plastjo kroma je vgrajeno čitalno steklo z enakim rastrom tako, da drsi nad letvijo. Skozi sklop letve in čitalnega stekla svetimo in detektiramo prepuščeno svetlobo. S štetjem svetlobnih sunkov lahko

določimo premik čitalnega stekla. Merilne letve izdelujemo s fotolitografijo. Masko z rastrom preslikamo na stekleno ploščo s kromom in fotoobčutljivo snovjo. Osvetljene dele fotoobčutljive snovi odstranimo z razvijalцем, krom, ki ostane spodaj, pa odjedkamo s kislino. Tako izdelano merilno letvo vgradimo skupaj s čitalcem v kovinski nosilec. Postopek izdelave ODP je večstopenjski, v vsaki stopnji izdelave pridelamo napake, ki kasneje vplivajo na natančnost meritve pomika. Pri najboljših ODP, narejenih po tem postopku, proizvajalci ugotavljajo točnost $\sim \pm 2 \mu\text{m/m}$. Zaradi vse večjega povpraševanja po točnejših ODP proizvajalci izboljšujejo točnost na različne načine. V splošnem lahko rečemo, da se natančnost meritve z ODP poveča, če vsebuje postopek izdelave merilnih letev manj stopenj. Najboljši je seveda enostopenjski postopek. Eno izmed možnih izvedb enostopenjskega postopka bomo opisali v tem prispevku.

Raster lahko vpišemo v tanko plast materiala na podlagi tudi z lasersko svetlobo /2/. Obdelava tankih plasti z močnimi, kratkočasovnimi laserskimi sunki je tehnološko področje, ki je zlasti zanimivo za zapis informacij z veliko gostoto /3,4/. Tu so informacije vpisane v tanko plast materiala na nosilni podlagi v obliki mikroluknjic premera $< 1 \mu\text{m}$. Raziskave izdelave mikroluknjic za potrebe optičnih diskov so predvsem usmerjene v razvoj tankih plasti materialov z nizkim tališčem (Bi, Te, Te zlitine,...) /5,6,7/. To omogoča vpis informacij s sorazmerno šibkimi polprevodniškimi laserji. Kromova plast pa ima relativno visoko tališče in vrelišče, zato smo za lasersko mikrolitografijo merilnih letev uporabili sunkovni Nd-YAG laser /2/. Zaradi specifičnih dimenzij, ki se zahtevajo pri merilnih rastrih, je treba zbrati laserski snop v obliko črtice, ki ima širino nekaj μm in dolžino reda velikosti mm. To smo dosegli s kombinacijo cilindričnega in sferičnega objektiva. V gorišče sistema postavimo kromovo plast merilne letve. Laserski snop lokalno raztali kromovo plast v obliki črtice merilnega rastra. Na ta način polno izkoristimo svetlobno energijo laserskega sunka. Vsak sunek pomeni na novo generirano črtico. Z mehanskim pozicionirnim sistemom (slika 1), katerega premik kontroliramo z laserskim interferometrom, zagotovimo dovolj natančno pozicioniranje črtic v rastru. Opisani način vpisovanja merilnega rastra je enostopenjski, saj ga lahko vpisujemo v obdelovance, ki so že vgrajeni v kovinski nosilec in se s tem izognemo tudi napakam pri montaži. Ocena napak in meritve kažejo, da je natančnost meritev s tako izdelanimi merilnimi letvami $\pm 0.4 \mu\text{m/m}$, kar je skoraj za red velikosti boljše od standardnih ODP. Prav tako je izdelava merilnih letev z lasersko mikrolitografijo hitrejša kot pa s fotolitografijo. Meter dolgo merilno letvo lahko izdelamo prej kot v dveh minutah.

2 OPTIČNI SISTEM

Izhodni snop svetlobe iz obdelovalnega laserja nima pravih dimenzij niti dovolj velike gostote svetlobnega toka, da bi general luknjico v tanko plast kroma na

merilni letvi. Snop svetlobe moramo najprej zbrati v ustrezno dimenzijo z optičnim sistemom. Na sliki 1 je prikazana shema naprave za lasersko mikrolitografijo. Optični sistem je sestavljen iz teleskopa, ki snop razširi, in cilindričnega ter sferičnega objektiv. V gorišču sferičnega objektiv je gostota svetlobnega toka dovolj velika za generiranje luknjice v krom. Obenem kombinacija obeh objektiv oblikuje presek svetlobnega snopa v črtico z ustrezno dimenzijo. Obdelovalni laser je sunkovni monomodni Nd-YAG, ki seva svetlobo z valovno dolžino $\lambda = 1064 \text{ nm}$ v sunkih dolgih $\approx 100 \text{ ns}$. Izhodni premer laserskega snopa je 0.7 mm , divergenca pa 2.5 mrad . Laserski snop razširimo s teleskopom približno za faktor 5. Za teleskopom je postavljen nastavljivi atenuator, s katerim izberemo energijo sunka, ki je potrebna za vpis posamezne črtice v rastru. Površino, ki jo obdelujemo pri laserski mikrolitografiji, moramo zelo natančno postaviti v gorišče objektiv in jo moramo med celotnim vpisom rastra neprestano držati natančno v goriščni ravnini. Za to poskrbi autofokusirni sistem /8/. Za atenuatorjem in delom optike autofokusirnega sistema je postavljen cilindrični objektiv z goriščno razdaljo 10 mm . Sferični objektiv, ki stoji za cilindričnim, dokončno oblikuje laserski snop tako, da ima v gorišču obliko črtice. Če hočemo določiti parametre optičnih elementov (goriščne razdalje in numerične aperture objektivov, povečavo teleskopa, ...), moramo poznati osnovne lastnosti laserskih snopov, pri čemer izhajamo iz zahtev za širino in dolžino črtic rastrov, to je dolžina $\sim 10 \text{ mm}$ in širina $\sim 10 \text{ }\mu\text{m}$ ter iz znane širine laserskega snopa na izhodu iz laserja $2w = 0.7 \text{ mm}$. Za boljše razumevanje optičnega sistema in oceno zmožnosti laserske litografije bomo predstavili obliko laserskih snopov in princip oblikovanja njihovega preseka z lečami.

Svetlobo radi opisujemo z ravnimi valovi. Ti so v smeri, pravokotni na smer razširjanja, neomejeni. To je matematična idealizacija problema, ki v primeru laserskih snopov ni najboljša. Laserski snopi so namreč omejeni, zato je treba upoštevati tudi uklonske pojave. Pri reševanju valovne enačbe /9/ za opis laserskih snopov:

$$\nabla^2 \vec{E} + k\vec{E} = 0, \quad k = \frac{n\omega}{c} = n \frac{2\pi}{\lambda} \quad (1)$$

(\vec{E} je električno polje, k velikost valovnega vektorja, n lomni količnik, c hitrost svetlobe v vakuumu in λ valovna dolžina) nas posebej zanimajo cilindrično simetrični snopi, ki imajo največjo gostoto električnega polja na sredini. Take rešitve imajo Gaussovo obliko:

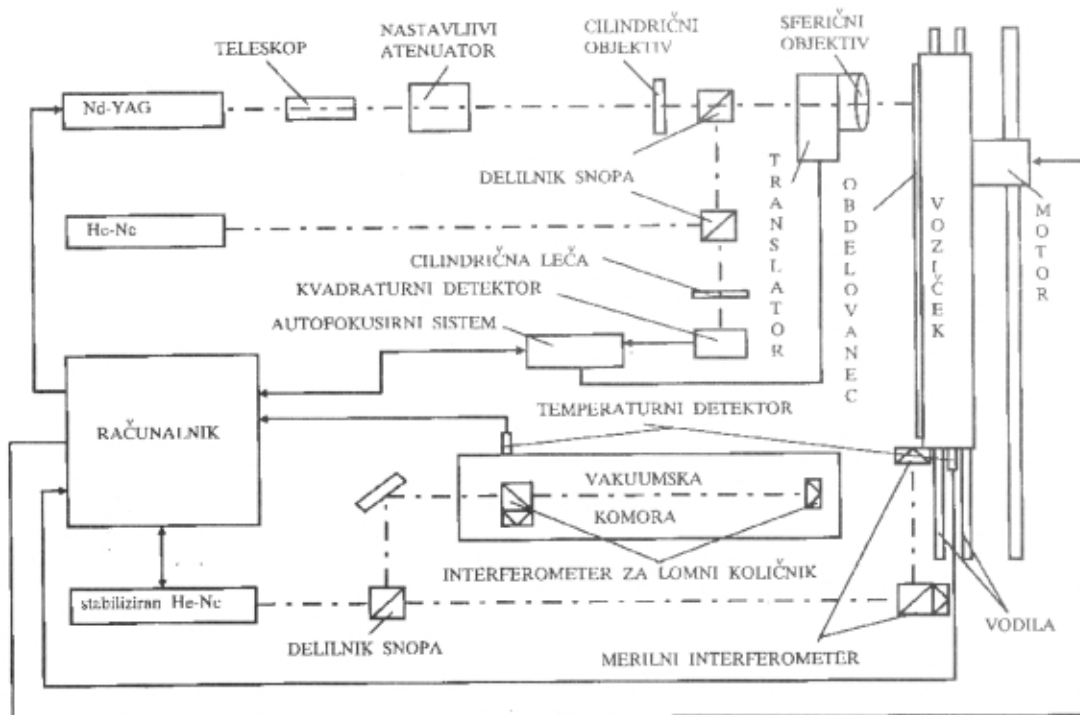
$$E = E_0 \frac{w_0}{w} e^{i(kz - \eta(z))} e^{-\frac{kr^2}{2q(z)}} \quad (2)$$

Omejili smo se na eno polarizacijo (E). V enačbi 2 sta r in z cilindrični koordinati,

$$w - \text{polmer snopa: } w^2 = w_0^2 \left(1 + \left(\frac{z}{z_0}\right)^2\right),$$

w_0 - najožji del snopa pri $z = 0$ (grlo snopa), z_0 - razdalja, pri kateri se snop razširi za faktor $\sqrt{2}$ meja bližnjega

$$\text{polja: } z_0 = \frac{\pi w_0^2}{\lambda},$$



Slika 1. Shema naprave za direktni laserski vpis rastra

q - kompleksna ukrivljenost valovne fronte: $q = z - iz_0$,

oziroma: $\frac{1}{q} = \frac{1}{R} - \frac{2i}{kw^2}$,

R - krivinski radij valovne fronte v snopu:

$$R(z) = z \left(1 + \left(\frac{z_0}{z} \right)^2 \right)$$

in $\eta(z)$ - dodatni fazni faktor osnovnega Gaussovega

snopa: $\eta(z) = \arctg\left(\frac{z_0}{z}\right)$.

Rešitev imenujemo osnovni Gaussov snop (TEM₀₀) in je popolnoma določena s položajem ravnine $z = 0$ in polmerom snopa v grlu w_0 . Prečni presek snopa ima Gaussovo obliko, polmer snopa pa se spreminja v smeri potovanja snopa hiperbolično, torej divergira. Proizvajalci laserjev vedno podajajo tudi podatek za divergenco

laserskega snopa $\phi = \frac{\lambda}{\pi w_0}$ v daljnem polju, ki med drugim tudi pove, kako dober osnovni Gaussov snop seva laser. Seveda vsi laserji ne dajejo osnovnih Gaussovih snopov in je za to treba posebej poskrbeti.

Pri napravi za lasersko litografijo nas seveda zanima tudi, v kako veliko točko se z objektivom zberejo laserski snopi. Osnovni Gaussovi snopi (t.i. monomodni laserji) se dajo zbrati v manjšo točko, kot pa če uporabljamo t.i. multimodne laserje. Zbiranje laserskega snopa lahko obravnavamo podobno kot preslikave z lečami v geometrijski optiki. Leča preslika sferični val s krivinskim radijem R_1 v sferični val s krivinskim radijem R_2

$$\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} = \frac{1}{f}. \quad (3)$$

Enako velja za kompleksni ukrivljenosti, saj je premer snopa na levi in desni strani tanke leče enak:

$$\frac{1}{q_1} - \frac{1}{q_2} = \frac{1}{f}. \quad (4)$$

Iz zgornje enačbe lahko izračunamo položaj grla po preslikavi in premer laserskega snopa v grlu. Zanimiv bo primer, ko je leča postavljena v daljnje polje snopa. Polmer preslikanega snopa v grlu je tedaj:

$$w_2 = \frac{\lambda f}{\pi w}, \quad (5)$$

pri čemer je w polmer vpadnega snopa na leči. Račun nam pokaže, da se laserskih snopov ne da zbrati v poljubno majhno točko, ampak je minimalna dimenzija sorazmerna z valovno dolžino svetlobe, goriščno razdaljo zbiralnega objektiva in obratno sorazmerna s polmerom vpadnega snopa na leči. S spreminjanjem širine vpadnega snopa na sferičnem objektivu lahko torej določimo širino črtic v rastru. Zato je pred zbiralnim objektivom nameščen teleskop.

Na podoben način lahko opišemo tudi kombinacijo cilindričnega in sferičnega objektiva (slika 7), ki je

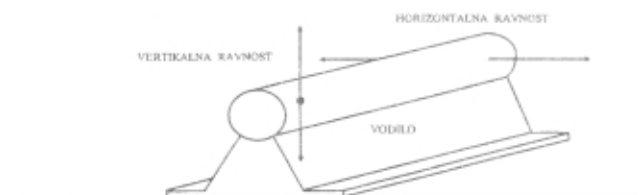
uporabljena pri napravi za lasersko litografijo merilnih letev. Cilindrični objektiv je tak, da ima v enem preseku goriščno razdaljo ∞ (plan paralelen), v drugem pa končno (f_1). V prvem preseku cilindrični objektiv ne prizadene snopa, zato nanj deluje le sferični objektiv. Ta preslika laserski snop v ozko točko (enačba 5). V drugem preseku imamo kombinacijo dveh leč z goriščnima razdaljama f_1 in f . Premer snopa na mestu grla iz prejšnjega preseka je enak:

$$w_3 = w_1 \frac{f}{f_1}, \quad (6)$$

kar je znan rezultat iz geometrijske optike. S kombinacijo cilindričnega in sferičnega objektiva lahko preslikamo laserski snop z okroglim presekom z vpadno širino w_1 v snop s presekom v obliki elipse z glavnima osemama w_3 in w_2 . V gorišču sferičnega objektiva je dolga os elipse v razmerju gorišč obeh objektivov glede na vpadni snop (6). Kratka os elipse pa je odvisna od razmerja širine vpadnega snopa in goriščne razdalje sferičnega objektiva (5). Lahko rečemo, da sferični objektiv določa širino črtice, razmerje goriščnih razdalj sferičnega in cilindričnega objektiva pa dolžino črtic v rastru.

3 MEHANSKI SISTEM

Za izdelavo merilnih letev je poleg vpisa posameznih črtic pomembno tudi, kako vpisati njihovo pravilno zaporedje. Pri napravi za lasersko mikrolitografijo to omogoča kombinacija mehanskega in interferometričnega sistema. Mehanski sistem je izveden tako, da omogoča togo pritrjevanje obdelovanca glede na voziček. Voziček, na katerem je obdelovanec, se giblje v ravnini, pravokotni na laserski snop. Za pogon vozička uporabljamo translator s pomikom 1200 mm, ki se premika enakomerno z nastavljivo hitrostjo. Običajno je hitrost okrog 1 cm/s. Na vrhu vozička je pritrjena aluminijasta plošča, ki je ravno brušena $\pm 6 \mu\text{m}$ in rabi za



Slika 2. Definicija horizontalne in vertikalne ravnosti vodil

pritrjevanje obdelovanca. Obdelovanec pritrdimo tako, da skozi luknjice v Al nosilcu izčrpamo zrak in s tem ustvarimo podtlak med obdelovancem in nosilcem. Premik vozička merimo z Zeemanskim laserskim interferometrom firme Hewlett Packard 5528A. Ker se voziček giblje enakomerno, vpisujemo črtice, ne da bi ga ustavljali. Interferometer stalno meri položaj vozička

in preko računalnika ob programiranih položajih proži obdelovalni Nd-YAG laser, ki ob vsaki sprožitvi generira v obdelovanec črtico. Pot vozička, ki jo naredi med samim laserskim sunkom ($1\text{ cm/s} \times 100\text{ ns} = 1\text{ nm}$), je majhna v primerjavi s širino črtice ($\approx 5\ \mu\text{m}$), tako da premikanje obdelovanca med vpisom ne vpliva na kvaliteto rastra. Poleg tega je postopek zaradi enakomernega gibanja vozička precej hitrejši, kot pa bi bil, če bi voziček pri vsakem vpisu ustavili.

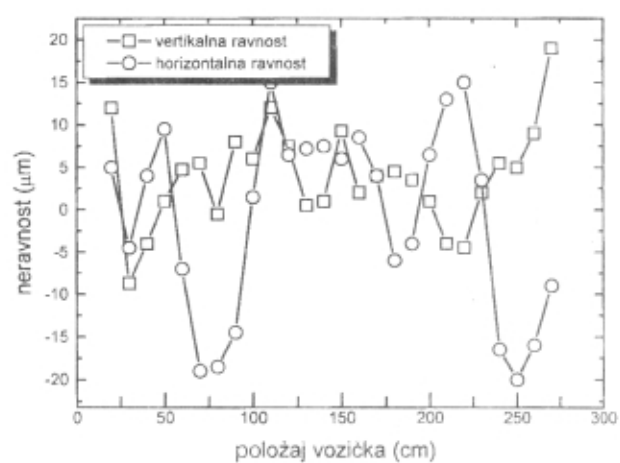
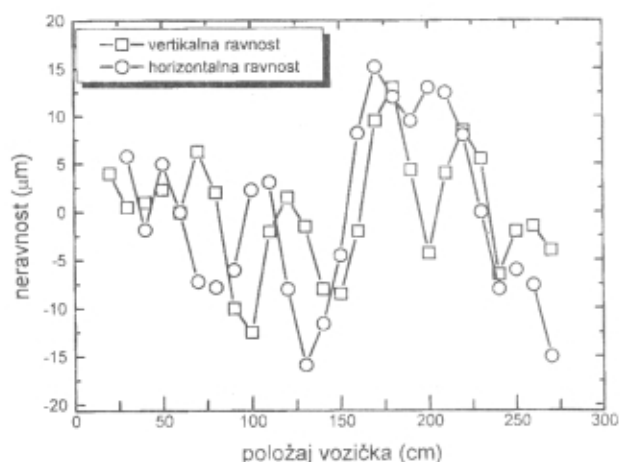
Kot bomo videli kasneje, vpliva na natančnost meritve položaja črtic z interferometrom tudi ravnost gibanja merilnega retroreflektorja, ki je del interferometra in je pritrjen na voziček (slika 1). Ravnost gibanja merilnega retroreflektorja je odvisna predvsem od ravnosti vodil, po katerih drsi voziček. Napake vodil se preko ročic prenašajo na gibanje vozička in s tem tudi na merilni retroreflektor. Pri postavitvi naprave za lasersko mikrolitografijo smo zato posebej dobro izravnali vodili. Ravnost vodil smo sproti merili s posebnim optičnim sistemom laserskega interferometra za meritve ravnosti. Vodili je bilo treba poravnati v vertikalni (pravokotno na mizo - vertikalna ravnost) in horizontalni smeri (vzporedno s površino mize - horizontalna ravnost) - slika 2. Končne ravnosti obeh vodil so prikazane na sliki 3 in so $\pm 15\ \mu\text{m}$. Za oceno napak merjenja smo izmerili tudi kote, za katere se retroreflektor zasuče, ko voziček potuje po vodilih. Podobno kot prej lahko definiramo horizontalni in vertikalni kot. Za meritev kotov sukanja retroreflektorja smo zopet uporabili interferometrično metodo. Merilni retroreflektor se suče znotraj $\phi = \pm 10$ ločnih sekund na celi poti vozička (slika 4). Na koncu smo izmerili še ravnost gibanja površine vozička glede na zbiralni objektiv obdelovalne optike. Iz tega smo določili zahteve za avtofokusni sistem. Meritev je predstavljena na sliki 5. Površina vozička je neravna za $\pm 10\ \mu\text{m}$. Če k temu dodamo še pričakovano neravnost obdelovanca ($\pm 5\ \mu\text{m}$), lahko zahtevamo maksimalni hod avtofokusnega sistema $\pm 30\ \mu\text{m}$.

4 INTERFEROMETRIČNI SISTEM

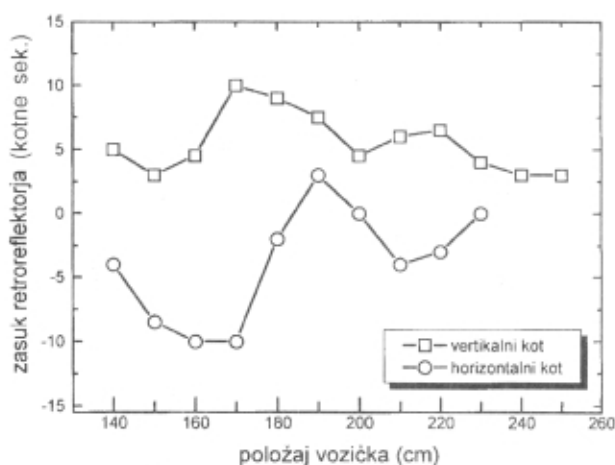
Položaj črtic v rastru, ki ga vpisujemo z laserjem, merimo z laserskim interferometrom [10]. To je Michelsonov interferometer, ki za izvir svetlobe uporablja stabiliziran He-Ne laser. Položaj črtic določimo posredno tako, da merimo položaj vozička glede na optično mizo, na kateri je pritrjen interferometrični delilnik snopa. Na vozičku je nameščen merilni retroreflektor, ki ima vlogo interferometričnega ogledala. Referenčni retroreflektor je pritrjen kar na delilnik snopa. Med pomikanjem vozička se z njim premika tudi merilni retroreflektor, merilna elektronika pa meri pomike in preko računalnika proži obdelovalni Nd-YAG laser v programiranih legah črtic merilnega rastra.

Iz podatkov o točnosti gibanja vozička lahko ocenimo napako, ki jo naredimo pri merjenju lege črtic zaradi mehanskih slabosti sistema. Občutno napako pričakujemo le, če merilni laserski žarek ni v osi merilnega rastra, ki ga vpisujemo:

$$\Delta l_1 = d \sin \phi \quad (7)$$



Slika 3.a) Izmerjena končna ravnost vodila 1
b) Izmerjena končna ravnost vodila 2

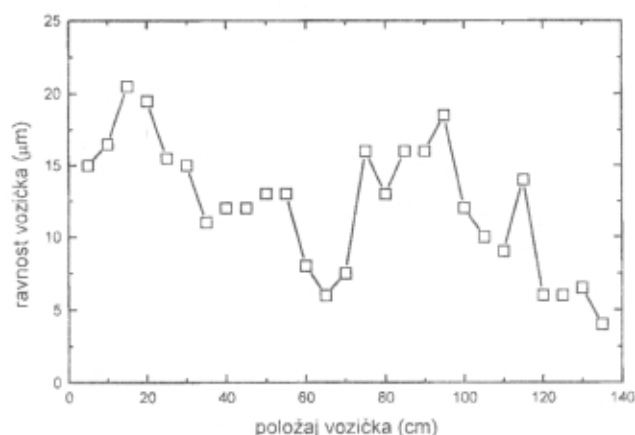


Slika 4. Sukanje interferometričnega retroreflektorja pri premikanju vozička zaradi neravnosti vodil

kjer je d razmik med merilnim žarkom in osjo rastra, ϕ pa zasuk retroreflektorja. Žarek lahko nastavimo v os rastra vsaj na $d = 1$ mm. Iz tega dobimo oceno za napako $\Delta l_1 = \pm 0,05 \mu\text{m}$.

Če sta os rastra in žarek merilnega interferometra zasukana za kot θ , dobimo pri meritvi novo napako. Namesto poti l merimo pot $l \cos\theta$. Kot θ smo ocenili iz meritev na red velikosti 10^{-4} . Pri metrski razdalji l je napaka, ki jo naredimo pri merjenju razdalje:

$$\Delta l_1 = l(1 - \cos\theta) \approx \pm 0,05 \mu\text{m}. \quad (8)$$



Slika 5. Ravnost gibanja površine vozička pod zbiralnim objektivom

Napake meritev položaja črtic pa nastanejo tudi zaradi spreminjanja lomnega količnika zraka ter temperaturnih raztezkov. Z laserskim interferometrom merimo optično pot merilnega retroreflektorja (l_0). Optična pot je produkt med potjo (l) in lomnim količnikom sredstva, po katerem se svetloba širi, v našem primeru zrakom: $l_0 = l \cdot n$. Količina, ki jo želimo izmeriti, pa je pot retroreflektorja in ne optična pot. Za natančno meritev moramo zato poznati lomni količnik zraka. Ta je sicer zelo blizu 1, vendar pri naši natančnosti ta ocena ne zadošča. Lomni količnik zraka se od 1 razlikuje že na četrtem mestu za decimalno vejico. Poleg tega se lomni količnik zraka v tem redu natančnosti močno spreminja s tlakom, temperaturo in vlažnostjo zraka. Zato smo izdelali sistem za merjenje lomnega količnika, ki temelji na primerjavi optične poti referenčne dolžine v vakuumu in zraku. Njun količnik je po definiciji enak lomnemu količniku zraka. Uporabili smo dva povezana interferometra z istim izvirom, od katerih smo z enim merili premik vozička z obdelovancem, z drugim pa lomni količnik zraka. Oba interferometra kontrolira računalnik, ki iz razmerja optičnih poti v zraku in vakuumu izračuna lomni količnik zraka in ga upošteva pri izračunu razdalje v merilni veji. Opisani postopek omogoča merjenje lomnega količnika zraka z natančnostjo $\pm 0,1 \times 10^{-6}$.

Na natančnost celotne meritve položaja črtic v rastru pa vplivajo tudi temperaturni raztezki različnih sestavnih

delov mehanskega sistema: voziček, referenčna dolžina v referenčni veji interferometra, obdelovanec, ... Naprava za lasersko mikrolitografijo je zato postavljena v laboratoriju s temperaturno stabilizacijo, kjer so nihanja temperature vstopnega zraka $\pm 0,02^\circ\text{C}$. Poleg tega s senzorji merimo temperaturo posameznih delov mehanskega sistema in raztezke upoštevamo pri meritvi pomika obdelovanca.

Celotna ocena napak pri merjenju nam kaže, da je natančnost ODP, narejenih z laserskim vpisom merilnega rastra, $\pm 0,4 \times 10^{-6}$, kar je skoraj za velikostni red boljše, kot pa za svoje izdelke zagotavljajo proizvajalci, ki izdelujejo letve po standardnem fotolitografskem postopku. Končna natančnost ODP pa je odvisna tudi od same vgradnje ODP v obdelovalni stroj.

5 KVALITETA LASERSKO IZDELANIH MERILNIH RASTROV

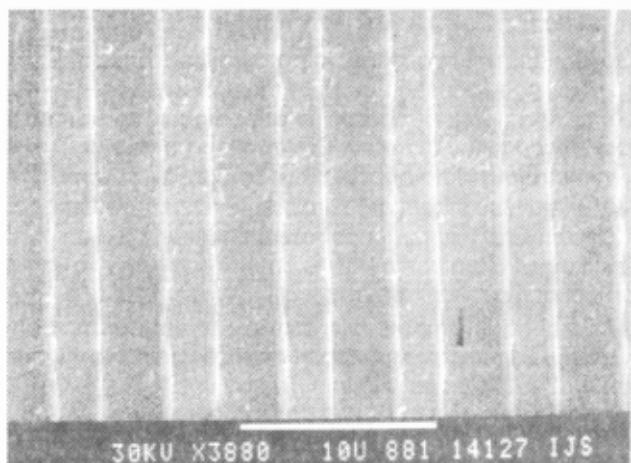
Lasersko izdelane rastre smo preverili na uporabnost v ODP in natančnost meritev z njimi. Najprej nas je zanimala najmanjša, še ponovljiva velikost luknjice, zato smo brez cilindričnega objektiva izdelali okrogle luknjice v kromovi plasti. Na sliki 6 je prikazana taka luknjica, ki ima premer $\sim 2 \mu\text{m}$. Ob robu luknjic so lepo vidni robovi,



Slika 6. Najmanjše, še ponovljive okrogle luknjice v 100 nm debeli kromovi plasti

široki približno $0,6 \mu\text{m}$. Nato smo v napravo vgradili cilindrični objektiv in izdelali rastre s črticami različnih dimenzij. Na sliki 7 je posnetek $\sim 3 \mu\text{m}$ širokih črtic z vrstičnim elektronskim mikroskopom (SEM). Ob robovih so zopet lepo vidne odebelitve kromove plasti. Le-te in poškodbe površine stekla zaradi laserskega žarka smo študirali z "atomic force" mikroskopom (AFM). Na sliki 8 sta prikazana odseka dveh črtic, ki sta bili vpisani z različnimi parametri. Na sredini slike je področje odstranjenega kroma, kjer so na sliki 8a vidne značilne poškodbe stekla zaradi laserskega žarka. Z optimizacijo parametrov laserskega vpisa se da te poškodbe zmanjšati (slika 8b) tako, da niso moteče pri uporabi v ODP.

Natančnost meritev z ODP določa predvsem kvaliteta rastra. Napake rastra, kot so neenakomernosti dolžine črtic, širine črtic med seboj in širine posamezne črtice,



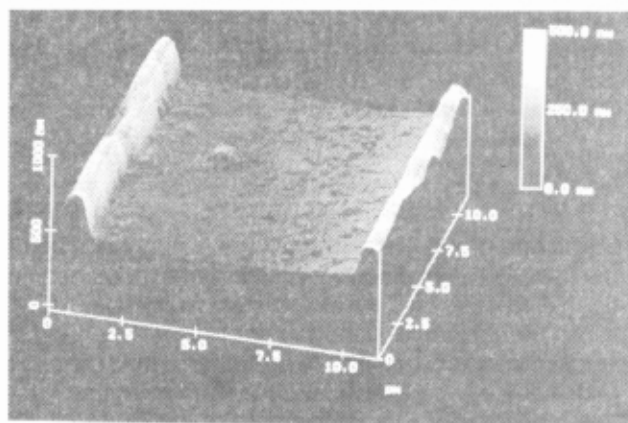
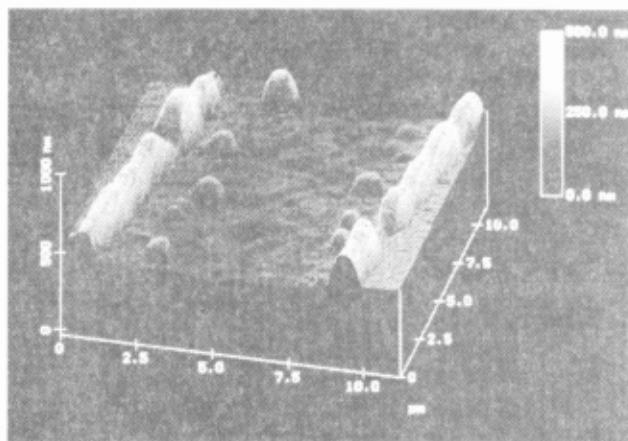
Slika 7. Raster približno 3 μm širokih črtic, posnet z elektronskim vrstičnim mikroskopom. Na vsaki meji med pasovoma stekla in kroma so vidne ~200 nm visoke odebelitve kromove plasti.

vplivajo tako na točnost meritev kot tudi na največjo možno hitrost meritve z ODP, zato smo podrobneje raziskali značilne napake rastrov, ki so izdelani z direktnim laserskim vpisom, in jih primerjali z napakami rastrov, izdelanimi s fotolitografijo. Na sliki 9 je SEM posnetek zaključkov črtic. Črtice so zaključene okroglo, vendar je krivinski radij teh zaključitev zelo majhen v primerjavi z dolžino črtice (nekaj μm proti nekaj mm), tako da je napaka zaradi tega zanemarljiva. Neenakomernost dolžine črtic je prikazana na sliki 10. Zopet je neenakomernost dolžine zanemarljiva v primeri z dolžino črtic in je enako zanemarljiva tudi napaka, ki zaradi tega nastane. Neenakomernost širine črtic pa je podana v tabeli 1. Širina črtic variira za $\pm 3\%$, kar je

TABELA 1: Meritve širine črtic

položaj na črtici	zgornji del črtice	srednji del črtice	spodnji del črtice
1	5,3 μm	5,5 μm	5,6 μm
2	4,7	5,8	5,2
3	4,8	5,1	4,5
4	4,6	5,2	4,4
5	4,6	5,1	5,4
6	5,4	5,4	5,2
7	6,0	5,5	4,5
8	6,1	5,6	4,6
9	5,3	5,2	5,1

globoko znotraj meja, ki so predpisane za izdelavo ODP po fotolitografskem postopku. Med predpisi za fotolitografski postopek ni tistega, ki bi določal, koliko lahko



Slika 8. AFM posnetek črtice rastra. Površina z odstranjenim kromom je na sredini slike, ob robu te površine so vidne odebelitve kromove plasti.

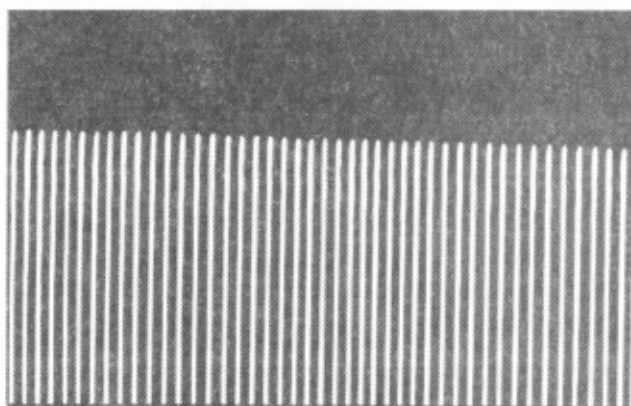
- a) značilne poškodbe stekla in ostanki kroma za neoptimalne parametre,
- b) z optimalnimi parametri so poškodbe stekla zanemarljive.



Slika 9. Zaključki črtic v rastru, posneti z elektronskim vrstičnim mikroskopom

variira širina posamezne črtice po dolžini, vendar ocenjujemo, da ima ta neenakomernost enak vpliv kot prej omenjena. Celotna napaka zaradi neenakomernosti dimenzij črtic je znotraj predpisanih meja za fotolitografski postopek (10%) in je razporejena stohastično med

črticami. Te napake ne vplivajo na natančnost meritve z ODP, ker jih čitalno steklo izpovpreči.



Slika 10. Del lasersko izdelanega rastra v plasti kroma s prikazano enakomerno dolžino črtic (posnetek z optičnim mikroskopom)

Večje in pomembnejše napake merilnih rastrov pričakujemo zaradi nepravilnosti pozicioniranja posameznih črtic. Te napake so posledica neravnega potovanja vozička mehanskega sistema in netočnosti merjenja z laserskim interferometrom. Za preverjanje položaja črtic v rastru po celi dolžini metrske merilne letve smo konstruirali napravo, ki za odčitavanje položaja uporablja CCD kamero na mikroskopu, za merjenje pomikov pa laserski interferometer. Rezolucija odčitavanja položaja je nekaj pod $0,1 \mu\text{m}$, njeno relativno natančnost pa ocenjujemo na $\pm 0,4 \times 10^{-6}$. Z napravo smo izmerili položaj črtic na različnih delih merilnega rastra glede na začetno črtico. Črtice so vpisane v okviru natančnosti meritve.

Preizkusili smo tudi mehansko obstojnost tanke plasti po obdelavi z laserjem. Zaradi močnega lokalnega segrevanja tanke plasti med vpisom črtice (tališče kroma je 1870°C) in prerazporejanja materiala bi lahko kasneje prišlo do odstopanja in luščenja tanke plasti. Za preizkus mehanske obstojnosti plasti smo uporabili standardne metode: test z lepilnim trakom, drgnenje plasti z gumico, ultrazvočna kopel. Ugotovili smo, da ima tanka plast po obdelavi z lasersko mikrolitografijo dobro mehansko obstojnost za uporabo v ODP.

Za končno testiranje kvalitete laserske litografije smo izdelano merilno letev vgradili v ODP in merili električne signale, ki jih daje standardna čitalna elektronika. Pri primerjavi teh signalov z onimi iz ODP, ki imajo merilne letve izdelane po standardnem fotolitografskem postopku, nismo opazili razlik. Tudi največja hitrost premikanja čitalnega stekla, ki je nekakšno merilo za ustreznost merilnega rastra (neenakomernost širine črtic, defekti v rastru), je enaka kot pri standardnih ODP.

6 SKLEP

Optični dajalniki pomikov, ki predstavljajo odličen kompromis med točnostjo, enostavnostjo, zanesljivostjo in ceno, so postali nepogrešljiv pripomoček za merjenje razdalj, pomikov in kotov. Z razvojem numerično krmljenih strojev, ki omogočajo vse bolj precizne obdelave materialov, se stopnjujejo tudi zahteve za natančnost in ločljivost ODP. Natančnost merilnih letev, izdelanih po fotolitografskem postopku, je omejena z vestopenjskim procesom na $\sim \pm 2 \mu\text{m/m}$, ločljivost pa zaradi velikih dimenzij na $5 \mu\text{m}$ nivo fotolitografije. Laserska mikrolitografija odpira nove možnosti izboljšanja tako ločljivosti kot tudi natančnosti merilnih rastrov in s tem tudi ODP.

Rezultati nam kažejo, da dosegamo z lasersko mikrolitografijo brez posebnih težav ločljivost merilnih rastrov $\sim 3 \mu\text{m}$ (slika 7). Ločljivost je omejena z valovno dolžino svetlobe uporabljenega obdelovalnega laserja (Nd-YAG laser z valovno dolžino $\lambda = 1064 \text{ nm}$). Z razvojem posebnih (excimer) laserjev, ki sevajo v ultravijoličnem področju, pa je dana možnost submikronske laserske litografije. Natančnost merilnih letev se z uporabo obstoječe naprave za lasersko mikrolitografijo izboljša skoraj za velikostni red v primerjavi s fotolitografskim postopkom. Velika prednost laserske litografije merilnih letev pa je predvsem v tem, da omogoča vpis na letev, ki je že vgrajena v ODP. S tem se popolnoma izognemo napaki zaradi zvijanja letve, ki nastane pri njeni vgradnji v nosilni del ODP.

7 LITERATURA

- /1/ B. Šturm: Izbrana poglavja iz naravoslovja in tehnologije, Program funkcionalnega izobraževanja mladih raziskovalcev iz industrije na IJS, Zbirka predavanj 1988/89; organizirala in vodila: R. Blinc, J. Slak, uredila: I. Drevenšek; Ljubljana 1990, str. 109
- /2/ S. Kopač, J. Pirš, I. Muševič, B. Marin, M. Čopič, M. Zgonik, D. Mihailović: Raster ruling apparatus, Patentna prijava št. EU 89120787.0, 1989 in S. Kopač, J. Pirš, I. Muševič, B. Marin, M. Čopič, M. Zgonik, D. Mihailović: Naprava za izdelavo rastrov, Patentna prijava št. YU 2089/88, 1988
- /3/ R.C. Miller, R.H. Willens, H.A. Watson, L.A. D'Asaro: Bell Syst. Tech. J., 58(9), 1909, (1979)
- /4/ D. Maydan: Bell Syst. Tech. J., 50(6), 1761, (1971)
- /5/ M. Terao, K. Shigematsu, M. Ojima, Y. Taniguchi, S. Horigome: J. Appl. Phys., 50(11), 6881, (1979)
- /6/ M. Chen, V. Marrello, U.G. Gerber: Appl. Phys. Lett., 41(9), 894, (1982)
- /7/ G.M. Blom: J. Appl. Phys., 54(11), 6175, (1983)
- /8/ D.K. Cohen, W.H. Gee, M. Ludeke, J. Lewkowitz: Appl. Opt., 23(4), 565, (1984)
- /9/ A. Yariv: Introduction to optical electronics, Holt, Rinehart and Winston Inc., New York, 1971
- /10/ Hewlett Packard, 5528A Laser measurement system, User's Guide, sept. 1986

PRIKAZOVALNIKI S TEKOČIMI KRISTALI

Milan Ambrožič, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, Ljubljana

Liquid Crystal Displays

ABSTRACT

Liquid crystals are interesting both, from thermodynamic point and because of their application in liquid crystal displays. In this article a short review of their characteristics is given, especially of nematics which are technologically the most important. A liquid crystal cell will also be described.

POVZETEK

Tekoči kristali so zanimivi s termodinamskega stališča in zaradi rabe v prikazovalnikih. V tem članku so na kratko opisane njihove lastnosti, posebno pa nematicov, ki so tehnološko najzanimivejši. Ogleдали si bomo tudi standardno celico tekočokristalnega zaslona.

1 Uvod

Tekoči kristali so vmesna (mezomorfna) faza med izotropnimi tekočinami in kristalnimi trdnimi snovmi. Prva sta jih opazovala Reinitzer in Lehmann konec prejšnjega stoletja. Reinitzer je ugotovil, da ima holesteril benzoat pri taljenju dve značilni temperaturi: pri 145,5 °C se stali v motno tekočino, ki se zbistri šele pri 178,8 °C. Lehmann je opazoval ta kristal med prekrizanimi polarizatorjema. Ker je ta sistem prepuščal svetlobo, je sklepal, da je snov optično anizotropna v nasprotju z navadnimi tekočinami. Zato ji je dal ime tekoči kristal.

Danes poznamo na tisoče organskih snovi, ki tvorijo mezomorfno fazo. V tridesetih letih tega stoletja, potem ko so izdelali teorijo o tekočih kristalih, je zanimanje zanje skoraj popolnoma zamrlo. Šele v šestdesetih letih so obudili raziskave na tem področju, največ zaradi možnosti njihove uporabe v prikazovalnikih na digitalnih urah, žepnih računalnikih in raznih merilnih instrumentih. Glavni poudarek je na izboljševanju elektrooptičnih lastnosti teh materialov, kot so velik kontrast svetlotemno, majhna električna moč (nizka vzbujevalna napetost) in hiter odziv na spremembo električnega polja. Pomembni so tudi kemijska obstojnost, ponovljivost in reverzibilnost glede na spreminjanje električne napetosti. Pri velikih tekočokristalnih zaslonih se poleg težav pri doseganju ugodnih lastnosti samih kristalov pojavlja tudi problem naslavljanja, to je vzbujanja posameznih točk zaslona. Poleg tega mora biti tehnologija teh prikazovalnikov združljiva s C-MOS, ki temelji na polprevodniku siliciju. V nadaljevanju si bomo najprej ogledali lastnosti in klasifikacijo tekočih kristalov, potem pa še princip delovanja najpogostejše izpisne celice tipa TNC.

2 Osnovne lastnosti tekočih kristalov

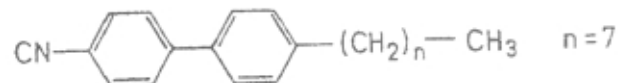
Mezomorfno fazo lahko dobimo pri segrevanju nekaterih organskih spojin v temperaturnem območju med trdnim in tekočim agregatnim stanjem. Pri temperaturi tališča T_t preide snov iz kristalne v mezomorfno fazo, ki je največkrat motna, pri višji temperaturi T_b (temperatura zbitritve) pa v izotropno tekočino. Razlika med temperaturama je lahko več deset stopinj. Pri mnogih tekočih kristalih obstaja več strukturno različnih mezomorfnih faz, ki so stabilne v intervalih med tem-

peraturama T_t in T_b . Pri segrevanju take snovi od T_t do T_b dobimo torej zaporedje vmesnih faznih prehodov. Mezomorfne faze se od navadne tekočine razlikujejo predvsem v tem, da se uredijo smeri molekul. V nasprotju s trdnimi kristali pa nimajo translacijske uredjenosti (ali pa je ta le delna) - težišča molekul niso razporejena v periodično strukturo. Da dopolnimo sliko, omenimo še tako imenovane plastične kristale, ki imajo translacijski red, nimajo pa orientacijskega. Vse štiri faze prikazuje tabela 1.

TABELA 1. Translacijski in orientacijski red različnih struktur

Struktura	Translacijski red	Orientacijski red
Trdni kristali	Da	Da
Tekoči kristali	Ne (delen)	Da
Plastični kristali	Da	Ne
Izotropne tekočine	Ne	Ne

Najpomembnejša lastnost tekočih kristalov je močna anizotropnost v različnih fizikalnih lastnostih: mehanskih, električnih, magnetnih in optičnih. Ta izhaja iz anizotropne oblike sestavnih molekul: lahko so podolgovate ali pa sploščene (diskaste). Omejili se bomo na obravnavo prvih, ker so tehnološko pomembnejše. Največkrat vsebujejo eden ali dva benzenova obroča.

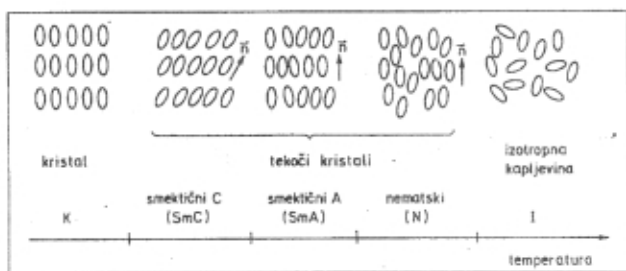


Slika 1. Molekula tekočega kristala 8CB /5/

3 Klasifikacija tekočih kristalov

Tekoči kristali se delijo na dve veliki skupini: liotropne in termotropne. Liotropni so sestavljeni vsaj iz dveh kemijsko različnih komponent. Največkrat so to vodne raztopine organskih snovi. Pri njih lahko dosežemo prehod v mezomorfno fazo tudi s spreminjanjem koncentracije topljenca. Nas bodo zanimali le termotropni tekoči kristali, kjer pridemo do mezomorfne faze predvsem s spreminjanjem temperature. To skupino delimo na nematike in smektike. Obe imeni izhajata iz grških besed: νεμα (izgovori nema) = nit, σμεγμα (izgovori smegma) = milo. Pri nematikih res vidimo pod mikroskopom nitaste strukture, smektiki pa po nekaterih mehanskih lastnostih spominjajo na mila. Lege težišč molekul nematskih tekočih kristalov so popolnoma neurejene v prostoru, medtem ko je za smektike značilna plastnatost (sl. 2). Pri smektikih lahko torej govorimo o delni translacijski uredjenosti: molekule so razporejene v

plasti, torej imamo periodičnost v smeri, pravokotni na plast. Glede na razporeditev in orientacijo molekul v plasteh se smektiki delijo na več skupin. Najpreprostejša je smektična faza A (SmA), kjer so molekule orientirane pravokotno na plast ter so lege težišč molekul v plasti neurejene. Pri smektični fazi C pa so molekule nagnjene glede na pravokotnico na plast. V tem članku nas bodo zanimali predvsem nematski tekoči kristali zaradi njihove uporabe v prikazovalnikih.



Slika 2. Nematiki in smektiki /5/

4 Orientacija nematskih molekul

Nematski tekoči kristali so lahko dvoosni (značilni fizikalni tenzorji imajo vse tri lastne vrednosti med seboj različne) ali pa enoosni (dve lastni vrednosti sta enaki). Pri enoosnih tekočih kristalih obstaja v vsaki točki prostora os, v smeri katere ima neka fizikalna količina (npr. dielektrična konstanta ϵ) določeno vrednost (ϵ_v), v vseh smereh, pravokotnih na os, pa ima drugo vrednost (ϵ_p). Enoosnost oziroma dvoosnost tekočih kristalov je odvisna od simetrije samih molekul. Vendar ni nujno, da enoosne (rotacijskosimetrične) molekule tvorijo enoosne, dvoosne molekule pa dvoosne mezomorfne faze. V večini primerov je dvoosnost zanemarljiva ali pa je ni. Za opis enoosnih tekočih kristalov zadostujeta dva parametra:

- a) nematski direktor - to je enotski vektor, ki v vsaki točki prostora kaže v smeri povprečne usmerjenosti dolgih osi molekul. Označujemo ga z $\vec{n}(\vec{r})$. Ker predznak usmerjenosti molekul (v večini primerov) ni pomemben, sta nasprotno predznačeni vrednosti nematskega direktorja ekvivalentni: $\vec{n} \equiv -\vec{n}$.
- b) ureditveni parameter S, ki v vsaki točki prostora meri stopnjo urejenosti dolgih osi molekul glede na nematski direktor:

$$S(\vec{r}) = \frac{1}{2}(3 \langle \cos^2 \theta \rangle - 1),$$

kjer je θ kot med nematskim direktorjem in posamezno molekulo, trikotna oklepaja pa označujeta termodinamsko povprečje izraza, ki ga oklepata. V izotropni tekočini je $S = 0$, v popolnoma urejeni fazi pa je $S = 1$. V resnici ta vrednost ni nikoli dosežena zaradi termičnih fluktuacij smeri molekul okrog povprečne smeri. V nematskih kristalih velja: $0,4 < S < 0,6$.

Glede na ravnovesno porazdelitev nematskega direktorja v prostoru se nematiki delijo na nevijačne in vijačne. Pri nevijačnih so molekule povsod enako

usmerjene: $\vec{n}(\vec{r}) = \text{konstanta}$. Pri vijačnih pa nematski direktor opiše vijačnico. V vsaki ravnini, pravokotni na vijačno os, so molekule enako usmerjene, vendar se njihova usmerjenost spreminja od ravnine do ravnine. Če izberemo koordinatni sistem z osjo z v smeri vijačne osi, opišemo nematski direktor z enačbami:

$$n_x = \cos(qz),$$

$$n_y = \sin(qz),$$

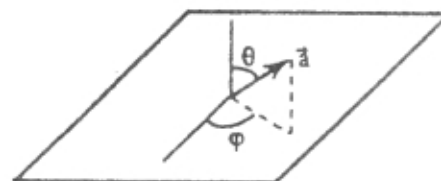
$$n_z = 0$$

To fazo imenujemo spiralno ali helično.

Parameter q imenujemo vijačnost. Če je pozitiven, je vijačnica desno-, v nasprotnem primeru pa levosučna. Njena perioda je enaka $L = \pi/q$ in ne $2\pi/q$, ker sta nasprotni smeri nematskega direktorja ekvivalentni. Molekule vijačnih nematikov se od nevijačnih razlikujejo po tem, da niso simetrične glede na inverzijo koordinatnega sistema (inverzija je operacija, ki vsak vektor preslika v nasprotno predznačen vektor). Seveda se molekule uredijo na zgoraj opisan način le, če nanje ne deluje nobena zunanja sila. Električno ali magnetno polje spreminja orientacijo molekul. Zelo pomemben je tudi vpliv površin (mejnih ploskev med tekočim kristalom in drugimi snovmi). Oglejmo si primer ravne površine. Ta hoče vsiliti (odvisno od obeh stičnih komponent) molekulam tekočega kristala tik ob njej določeno smer \vec{a} (sl. 3). Ta pojav imenujemo sidranje.

Enotski smerni vektor \vec{a} je definiran z dvema kotoma: θ in ϕ . Polarni kot θ je kot med vektorjem in normalo na ravnino, azimutalni kot ϕ pa je kot med določeno smerjo v ravnini in projekcijo \vec{a} na ravnino. Lahko obstaja več takih energijsko ugodnih smeri - v tem primeru defini-

ramo množico smernih vektorjev \vec{a}_i . Glede na polarni kot razlikujemo pravokotno ($\theta=0$), poševno ($0 < \theta < \pi/2$) in vzporedno sidranje ($\theta=\pi/2$). Pri poševnem in vzporednem je lahko ena ali več ali celo neskončno energijsko ugodnih smeri v prostoru. Najpogostejša sidranja so pravokotno, degenerirano vzporedno ($\theta=\pi/2$, ϕ je poljuben) in vzporedno s preferenčno smerjo ($\theta=\pi/2$, ϕ ima eno samo določeno vrednost). Vpliv površin postane pomemben tam, kjer je tekoči kristal omejen vsaj v eni dimenziji, npr. pri tanki plasti tekočega kristala

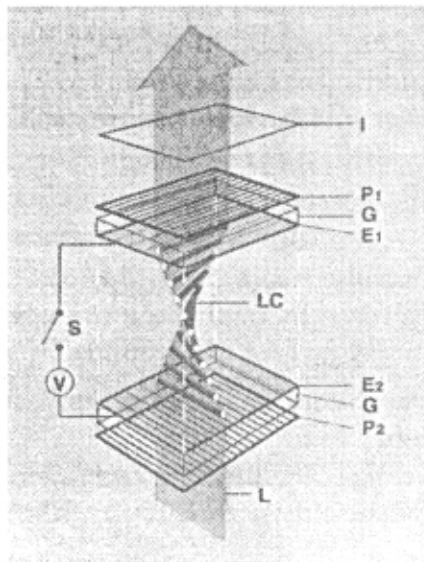


Slika 3. Sidranje molekul na površini /6/

med dvema vzporednima ploščama ali pri tekočih kristalih v mikroskopskih porah poroznega materiala.

5 Celica TNC

Današnji prikazovalniki iz tekočih kristalov delujejo večinoma na osnovi vpliva električnega polja na orientacijo molekul vijačnega nematika. Od tod ime celici - ang. twisted nematic cell (TNC). Tekoči kristal je med steklenima ploščama z dvakrat manjšim razmikom od periode L (nematske molekule se na tej razdalji v odsotnosti zunanjih sil zasukajo za 90° stopinj okrog vijačne osi). Sidranje na steklenih stenah celice je vzporedno. Preferenčna smer molekul ob spodnji steni je v smeri osi x , na zgornji pa v smeri y . Vijačna os je v smeri z . Celico damo med dva prekrížana polarizatorja, ki prepuščata svetlobo s polarizacijo v preferenčnih smereh molekul na stenah. Helična faza je optično aktivna: polarizacija svetlobe, ki pada od spodaj pravokotno na tanko plast, se suka skupaj z nematskim direktorjem. To je zato, ker je valovna dolžina vidne svetlobe veliko manjša od nematske sučne periode ($L \sim 10^{-5}$ m). Torej se polarizacija zasuka za 90° in zgornji polarizator prepušča svetlobo. Če pa na celico priključimo napetost, dobimo električno polje, ki skuša zasukati molekule v smeri osi z . Če je napetost dovolj velika, zasuka vse molekule v tej smeri. Polarizacija svetlobe se ne spremeni pri prehodu skozi celico, zato ni prepuščene svetlobe zaradi prekrížanih polarizatorjev. Ta celica torej deluje kot črno-beli preklopnik za svetlobo z vmesnimi sivimi odtenki, če priključena napetost ni prevelika. To celico sta patentirala Schadt in



Slika 4. Celica z vijačnim nematikom v odprtem stanju /2/; P1 in P2 - polarizatorja; G - stekleni ploščici; E1 in E2 - elektrodi; LC - molekule tekočega kristala; L - svetloba; I - zaslon; S - stikalo

Helfrich leta 1970. Njena dobra stran je bila zelo majhna potrebna električna moč - le nekaj mikrovatov na kvad-

ratni centimeter. Vendar v sedemdesetih letih še ni bilo primerne tekočega kristala, ki bi ustrezal vsem zahtevam: delovanje pri sobni temperaturi, ponovljivost in vzporedno sidranje na steklenih ploščah. Kljub temu je japonska elektronska industrija sprejela izziv in v osemdesetih letih razvila uspešne prikazovalnike. Slaba stran TNC je počasen odziv na spremembo električnega polja (nekaj stotink sekunde). Preferenčno sidranje v določeni smeri dosežejo z orientacijsko plastjo, npr. z naprevanjem pod nepravim kotom ali z nanosom polimernih plasti na steklo ter brušenjem v določeni smeri.

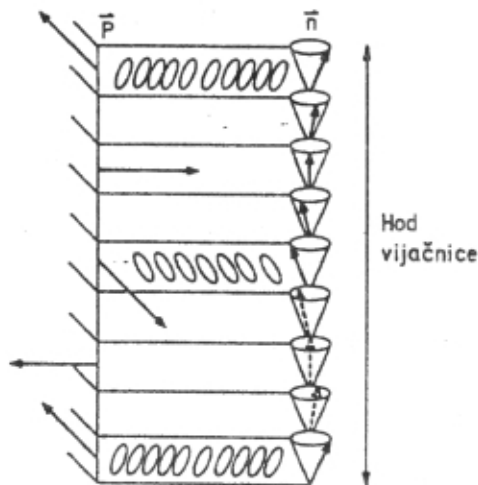
Stekleni ploščici, ki omejujeta tekoči kristal, sta spojeni s tesnilko iz nizkotalečega stekla. Ta spoj mora biti izdelan zelo natančno, ker sta debelina in homogenost vmesnega prostora odločilna za delovanje celice. Skozi majhno odprtino v tesnilki napolnijo celico s tekočim kristalom in nepredušno zaprejo. Zaradi občutljivosti na prašne delce poteka polnjenje v vakuumski komori s tlakom največ tisočinke milibara. Evakuirane celice potopijo v posodo s tekočim kristalom (v komori seveda), da se napolnijo zaradi kapilarnega efekta. Na notranjo stran steklenih ploščic narišejo prozorne elektrode iz indijevega oksida. Zaradi matričnega naslavljanja celice so elektrode na obeh ploščicah usmerjene v pravokotnih smereh. Pokrite so z zaščitno plastjo (npr. silox). Na to plast je narišena orientacijska plast. Na zunanji strani steklenih ploščic sta prilepljena polarizatorja, na enega od njiju pa še nepolariziran reflektor, ki omogoča reflektivno delovanje celice.

6 Prikazovalniki na osnovi feroelektričnih tekočih kristalov

Leta 1980 sta Clark in Lagerwall izumila površinsko stabilizirano celico s feroelektričnim tekočim kristalom. Označimo jo s kratico SSFLCC (surface stabilized ferroelectric liquid crystal cell). Njena glavna prednost pred TNC je znatno hitrejši odziv na električno polje in s tem krajši preklopni čas (mikrosekundno območje). Tekoči kristal je v smektični fazi C^* (SmC^*). Od faze SmC se razlikuje v tem, da se azimutalni kot ϕ postopoma spreminja od plasti do plasti (imamo torej spontan zasuk okrog osi, pravokotne na plast, kot pri vijačnih nematikih, sl. 5). Ta faza je feroelektrična. V vsaki plasti je električna polarizacija vzporedna s plastjo in pravokotna na smer dolge osi molekule. V SSFLCC so smektične plasti pravokotne na stekleni ploščici (sl. 6). Če je debelina celice dovolj majhna ($1-3 \mu m$), je prostostna stopnja sukanja molekul okrog pravokotnic na plasti omejena na dve orientaciji: $\phi = 0$ in $\phi = \pi$; vse molekule so namreč praktično vzporedne s ploščicama. Električna polarizacija kaže v smeri "gor" (proti eni ploščici) ali "dol" (proti drugi ploščici). Obe stanji sta energijsko enakovredni; med njima preklaplamo s pulzi električnega polja. Če izberemo ustrezno debelino celice in je smektični nagib θ okrog $22,5^\circ$, potem z dvema prekrížanima polarizatorjema na obeh straneh dosežemo, da v enem stanju ($\phi = 0$) ni prepuščene svetlobe, v drugem pa je celica prepustna.

Glavna pomanjkljivost te celice je občutljivost na mehanski stres. To v zadnjem času rešujejo s prostorsko stabilizacijo celice, to je z dodatkom polimerne mreže, ki onemogoča translacijo molekul in s tem porušenje

plastnate strukture. Prostorsko stabilizacijo lahko dosežemo že z majhnimi koncentracijami polimerov (0,5 - 3 %).

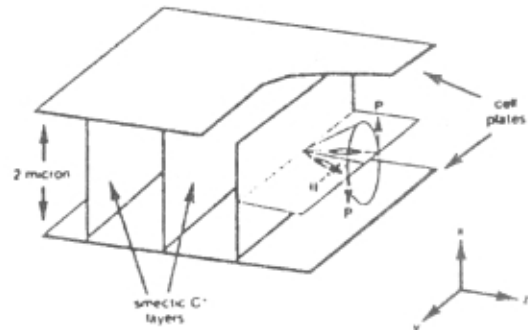


Slika 5. Faza SmC^* /5/

7 Sklep

Uporaba tekočih kristalov je danes zelo razširjena. Njihova prednost pred drugimi načini prikazov (LED-diode, fluorescentne cevi, klasični prikazovalniki z žarilno nitko) je majhna poraba električne energije, velika ponovljivost in dober kontrast. Največji pomanjkljivosti sta njihov razmeroma počasen odziv na spremembo električne napetosti in tehnični problemi pri naslavljanju tekočokristalnih celic, kar je trenutno še ozko grlo za množično proizvodnjo televizijskih zaslonov na osnovi tekočih kristalov. Prvi napredek v tej smeri je bilo odkritje celice STNC (super twisted nematic cell), v

kateri je zasuk kristala med ploščama 270° namesto 90° . Take celice imajo danes prenosni osebni računalniki. Veliko je še nejasnega tudi glede njihovih osnovnih fizikalnih lastnosti. Fizika tekočih kristalov je eno izmed najbolj značilnih raziskovalnih področij, kjer se teorija in eksperiment tesno prepletata in dopolnjujeta.



Slika 6. Celica SSFLCC /4/

8 Literatura

- /1/ S. Chandrasekhar, Liquid Crystals, Cambridge University Press, 1977, 1992
- /2/ M. Schadt, The history of the liquid crystal display and liquid crystal material technology, Liquid Crystals, 1989, Vol. 5, No. 1, 57-71
- /3/ M. Schadt and W. Helfrich, Voltage-dependent activity of a twisted nematic liquid crystal, Applied Physics Letters, Vol. 18, No. 4, 127-128
- /4/ J. Pirš, B. Marin, S. Pirš, Ferroelectric liquid crystal - polymer gel displays, Informacije MIDEM 23 (1993) 1, Ljubljana
- /5/ M. Vilfan, Tekoči kristali - dobrih sto let po odkritju, Proteus 55 (1992-93), str. 219-223 in 366-373
- /6/ B. Jerome, Rep. Prog. Phys. 55 (1991), 391-451



OBVESTILO



Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1995. Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 1000,00 tolarjev.

RENTGENSKA FLUORESCENČNA SPEKTROSKOPIJA S TOTALNIM ODBOJEM (TXRF)

Peter Kump, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

Total Reflection X-Ray Fluorescence Spectrometry

ABSTRACT

Total reflection X-ray fluorescence spectrometry (TXRF) is a powerful technique for chemical analysis of small amounts of material deposited on flat substrates. Measuring the angular dependence of the yield of fluorescence radiation in the same instrument opens the field of glancing incidence X-ray fluorescence (GIXF), which offers the possibility for detailed analysis of thin flat layers and multilayered structures. The physical principles of the method as well as the procedures of quantitative analysis are described. The capabilities of this analytical method are assessed as well.

POVZETEK

Rentgensko fluorescenčna spektroskopija s totalnim odbojem (TXRF) je izredno občutljiva metoda za analizo sledi elementov v majhnih vzorcih, ki se nanesejo na gladko ravno podlago iz primerne snovi. Z merjenjem kotne odvisnosti jakosti fluorescenčnih žarkov, vzbujenih ob vpadu pod majhnimi koti (GIXF), pa je z istim instrumentom mogoče meriti tudi parametre tankih plasti ali večplastnih struktur, ki so nanešeni na ravno podlago. Predstavljamo fizikalne principe metode in pa postopke kvantitativne analize. Ocenjene so tudi zmožnosti te analitske metode.

1 Uvod

Rentgensko fluorescenčna spektroskopija s totalnim odbojem (TXRF) je analizna tehnika, ki za razliko od klasične energijsko-disperzijske rentgenske fluorescencije uporablja pri vzbujanju močno fokusiran rentgenski curek, ki pada na optično gladko podlago (reflektor) pod kotom v območju kritičnega kota za totalni odboj. Vzorec je lahko reflektor sam, lahko pa je to majhna količina materiala, ki je na površini reflektorja. Izredno majhna velikost kritičnega kota za totalni odboj ($<0,1^\circ$) pomeni pri večini snovi, da je vpadni rentgenski curek praktično paralelen s površino reflektorja.

Meritve kotne odvisnosti jakosti vzbujenih fluorescenčnih žarkov v območju kritičnega kota (GIXF: Glancing Incidence X-ray Fluorescence) pa omogočajo globinsko analizo površin, tankih plasti in večplastnih struktur, in sicer v področju od nanometra do mikrometra.

V svetu se omenjene različice totalnorefleksijske rentgenske fluorescenčne analize precej uveljavljajo, čeprav so komercialni instrumenti še izredno dragi. V našem laboratoriju smo vpeljali analizno tehniko TXRF in jo uporabljamo za rutinsko analizo sledi elementov v različnih vzorcih iz okolja. V prihodnje pa nameravamo izpopolniti naš sistem in uvesti tudi GIXF ter vpeljati tudi globinsko profiliranje tankih plasti in večplastnih sistemov ter analizo na površini adsorbiranih molekul.

Izredna občutljivost metode TXRF pri kemijski analizi je posledica močno zmanjšanega ozadja v merjenem rentgensko fluorescenčnem spektru vzorca, ki se doseže s totalnim odbojem na podlagi (reflektor je kremenova ploščica) in z majhno maso samega vzorca (nekaj mg). Vpadni rentgenski curek, ki oplazi vzorec in

se na podlagi totalno odbije, ima v podlagi doseg le nekaj nm, torej se siplje na efektivno izredno tanki podlagi, določeni s samim dosegom. Sipanje rentgenskih žarkov od vzorca in podlage, ki sicer močno poveča ozadje v klasični rentgenski analizi, je tako pri tej tehniki močno zmanjšano.

2 Fizikalne osnove

Rentgenski žarki se na meji med dvema različnima homogenima snovema odbijejo in lomijo tako kot vsako elektromagnetno valovanje. Uporabimo lahko klasično disperzijsko relacijo, vendar je pri rentgenskih žarkih lomni količnik manjši od 1, ker je pač frekvenca valovanja mnogo večja od lastnih frekvenc elektronov v atomih:

$$n = 1 + \frac{e_0^2}{2\epsilon_0 m_e} \sum \frac{N_k}{\omega_k^2 - \omega^2 + i\gamma_{k0}},$$

$$\omega > \omega_k \quad \text{in zato } n < 1.$$

Lomni količnik lahko zapišemo tudi v obliki:

$$n = 1 - \delta - i\beta,$$

kjer je $\delta = \frac{e_0^2 N \lambda^2}{8\pi^2 \epsilon_0 m_e c^2}$ in $N = \rho \frac{N_A}{A} Z$ ter $\beta = \frac{\mu(\lambda) \rho \lambda}{4\pi}$.

Realna konstanta β predstavlja disperzijo, imaginarna pa pomeni absorpcijo v snovi reflektorja ($\mu(\lambda)$ je masni absorpcijski koeficient v cm^2/g). Obe konstanti sta odvisni od valovne dolžine. Za rentgenske žarke sta vrednosti obeh konstant majhni, in sicer je δ reda velikosti 10^{-6} , β pa še manjši.

Do popolnega odboja pride, ko rentgenski žarki padejo na snov pod kotom, ki je manjši od kota popolnega odboja φ_c . Tega lahko izračunamo z uporabo Snellovega zakona, tako da je:

$$\varphi_c = \sqrt{2\delta} = \frac{e_0 \lambda}{2\pi} \sqrt{\frac{\rho N_A Z}{\epsilon_0 A m_e c^2}} \quad (1)$$

Vrednost tega kritičnega kota za kremenovo steklo je pri energiji Mo karakterističnih rentgenskih žarkov 17,44 keV 1,8 mrad (1 mrad je približno $0,1^\circ$).

Pri vpadu rentgenskega valovanja pod kotom, manjšim od kritičnega, se praktično vse valovanje odbije, reflektivnost je praktično popolna in doseg (t.j. povprečna dolžina pri prehodu v reflektor, kjer jakost pade na vrednost $1/e$) rentgenskih žarkov v reflektorju je blizu 3 nm. Pri kritičnem kotu ta izginjajoči žarek znotraj reflektorja seže najdlje. Če pa vpadni kot preseže kritičnega,

pogoj totalnega odboja ni več izpolnjen, reflektivnost naenkrat pade in rentgenski žarki začno prodirati v snov. Doseg teh žarkov pod površino reflektorja (z_p) je določen z absorpcijskim koeficientom le-tega in pri majhnih kotih narašča linearno z vpadnim kotom ψ_0 :

$$z_p(\psi_0) = \psi(\psi_0) \frac{1}{\mu(\lambda)} \quad (2)$$

Vpadni in totalno odbiti rentgenski žarki pa tik ob reflektorju interferirajo, tako da na njegovi površini nastanejo stojni elektromagnetni valovi. Vozli stojnega valovanja električnega polja so med seboj oddaljeni za

$$D = \frac{\lambda}{2\psi_0} \quad (3)$$

kjer je ψ_0 vpadni kot valovanja, ki je manjši od kritičnega kota. Pri tankih plasteh ali večplastnih strukturah, ki so nanosene enakomerno na gladko podlago, pa pride do interference med lomljenimi vhodnimi in odbitimi žarki na mejah zaporednih plasti in na reflektorju. Ta pojav omogoča selektivne meritve elementov, ki te plasti sestavljajo, in določitev njihove gostote oz. površinske gostote, debeline ter povprečne oddaljenosti od površine. Natančnost in pa globinska ločljivost teh meritev je odvisna predvsem od absorpcije rentgenskih žarkov in seveda od verjetnosti vzbujanja fluorescenčnih rentgenskih žarkov v atomih snovi, ki te plasti sestavljajo. Iz enačbe (1) za kritični kot totalnega odboja sledi, da je ta kot direktno sorazmeren gostoti reflektorja. Na osnovi tega je mogoče meriti gostoto različnih materialov blizu površine, tudi gostoto tankih plasti.

3 Priprava eksperimenta

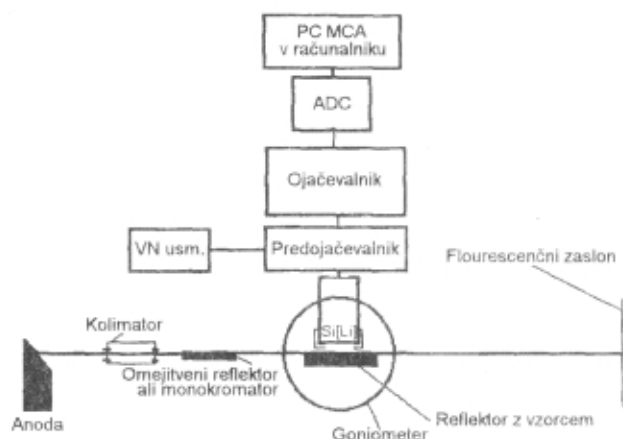
Eksperimentalni sistem je sestavljen iz rentgenske cevi, kot izvira rentgenskih žarkov, rentgenskega spektrometra s Si(Li) detektorjem in pa totalnorefleksijskega modula. Shematično je sistem prikazan na sliki 1, nakazana pa je tudi sprememba sistema, ki je potrebna, če ga želimo uporabljati pri meritvah tankih plasti. V tem primeru je namreč potrebno uporabljati monokromatsko rentgensko svetlobo, potreben pa je tudi natančen goniometer, ki omogoča absolutno in čimbolj natančno določanje vpadnega kota rentgenskih žarkov.

V našem laboratoriju uporabljamo rentgensko elektronko s finim fokusom in Mo-anodo, generator pa omogoča na njej nastavitve napetosti do 50 kV in toka do 40 mA (Philips PW 1011).

Visokoločljivostni rentgenski spektrometer s polprevodniškim Si-(Li-) detektorjem sestavljajo še visokonapetostni izvir, ojačevalnik in analogno-digitalni pretvornik (ADC) ter večkanalni analizator (MCA), kar omogoča merjenje rentgenskega spektra v območju od 0,1 do 20 keV. Ločljivost spektrometra pri 5,9 keV je 140 eV.

Totalnorefleksijski modul omogoča pravilno oblikovanje žarkovne linije rentgenskih žarkov, in sicer tako, da so izpolnjeni naslednji pogoji:

- disperzija žarka ≤ 0.5 mrad (dosežemo jo s primernim kolimatorjem)



Slika 1. Shematski prikaz rentgensko-fluorescenčnega sistema s totalnim odbojem

- rezanje visokoenergijskega dela zvezne porazdelitve žarkov v curku (omejitveni reflektor za višje energije)
- usmerjanje snopa na kremenov reflektor, ki rabi kot podlaga vzorca pod majhnimi koti z natančnostjo okoli 0,1 mrad (nastavitev ustreznega kota dosežemo s tremi mikrometrskimi vijaki)
- zaščita pred sevanjem na eksperimentalnem mestu.

Pri analizah tankih plasti in večplastnih sistemov pa ne rabimo več omejitvenega reflektorja, potrebujemo pa obvezno:

- monokromator z dobro reflektivnostjo (navadno temu ustrezajo le večplastne strukture, kot npr. W/C) in
- goniometer za absolutne meritve vpadnih kotov rentgenskih žarkov na vzorec (natančnost 0,1 do 0,2 mrad)

Kotna divergenca rentgenskih žarkov v vpadnem curku mora biti precej manjša od kritičnega kota reflektorja. Pri našem sistemu je $\pm 0,1$ mrad pri uporabi kolimatorja dolžine 10 cm z režama 0,05 mm na obeh straneh.

Omejitveni reflektor se uporablja za rezanje zveznega spektra rentgenskih žarkov iz cevi, in sicer navadno nad $M\alpha$ energijo, s čimer se zmanjša ozadje v nizkoenergijskem delu fluorescenčnega spektra. Pri nekoherentnem (comptonskem) sipanju visokoenergijskih rentgenskih žarkov od elektronov v občutljivem volumnu detektorja odzivni elektroni namreč ozadje pri nizkih energijah močno povečajo.

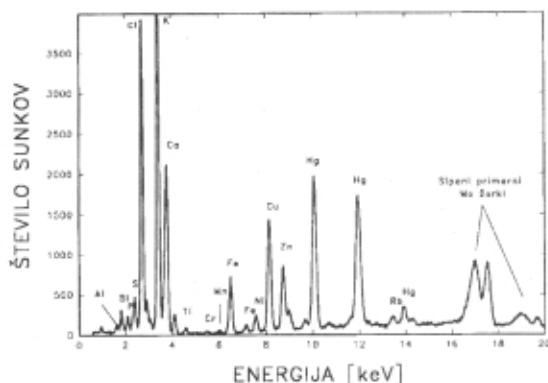
4 Meritev in analiza vzorca na reflektorju

Curek rentgenskih žarkov usmerimo na kremenov reflektor pod kotom, manjšim od kritičnega kota za totalni odboj (1,8 mrad), detektor pa približamo reflektorju na manj kot 1 mm razdalje. V primeru, da naneseemo na reflektor majhno količino vzorca (nekaj 100 ng), nam vpadni žarek vzbuja fluorescenco v atomih vzorca, vendar se tudi od vzorca siplje. Dodatno, vendar pod pogojem totalnega odboja izredno šibko (doseg žarkov v reflektorju je le nekaj nm), se siplje tudi od reflektorja, tako da je ozadje v primerjavi s klasično fluorescenco

(veliki vpadni koti) zmanjšano za faktor od nekaj 100 do 1000. To seveda omogoča izredno občutljivost pri analizi elementov. Seveda pa je poglaviti izvir ozadja sama matrika vzorca, ki siplje vpadne rentgenske žarke v detektor. To ozadje zmanjšamo lahko tako, da zmanjšamo količino samega vzorca, vendar pa tudi tako, da se z uporabo raznih kemijskih metod separacije oz. prekoncentracije vzorca znebimo neželene, zlasti lahke (organske) matrike. S kombinacijo primernih fizikalnih pogojev eksperimenta in pa s primerno kemijsko predpripravo vzorca se lahko s to metodo dosežejo občutljivosti pri analizi elementov celo pod 1 pg, na vsak način pa nekje med 1 in nekaj 10 pg. Pri našem sistemu je dosežena občutljivost 50 pg za elemente od Cr do Sr in za elemente, težje od Ta.

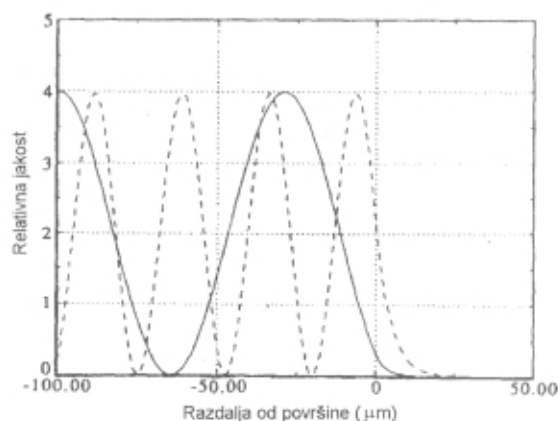
Količina vzorca, ki ga nanese na reflektor, je, kot smo to že omenili, izredno majhna (največ nekaj 100 ng). V merjenem fluorescenčnem spektru so zato jakosti karakterističnih žarkov direktno sorazmerne koncentracijam odgovarjajočih elementov v vzorcu. Vzorec je torej tako tanek, da matričnih korekcij ni potrebno upoštevati, kar pri klasični fluorescenci navadno ni tako. Na sliki 2 je prikazan spekter večelementnega standarda, ki ga kot vodno raztopino nanese na podlago (1 μ l) in pustimo, da se posuši. Preostanek vzorca ne vsebuje lahke matrike, zato je ozadje v spektru nizko.

Analiza je torej tu razmeroma enostavna, uporablja pa se navadno metoda internega standarda. Vzorcju dodamo ob pripravi znano količino določenega elementa, ki ga v njem navadno ni (npr. Ga ali Co), nato pa z uporabo ustrezne umeritve, ali pa na osnovi fizikalnih parametrov, ki opisujejo proces vzbujanja in relaksacije pri fluorescenci, izračunamo koncentracije ostalih elementov relativno glede na interni standard. Pri tem pa je potrebno upoštevati, da ob površini reflektorja, torej tudi v samem vzorcju, obstaja stojno valovanje, katerega vozli so pri kremenovem reflektorju oddaljeni pri energiji 17,4 keV okoli 20 nm, pri nižjih energijah pa sorazmerno več (slika 3). Vzbujanje fotoefekta (fluorescence) je v območju vozlov električnega vektorja najmočnejše, če pa je vzorec fizično večjih dimenzij od 20



Slika 2. Totalnorefleksijski rentgenski spekter vzorca sline (1 μ l) pacienta 3 ure po plombiranju zoba. Koncentracija Hg v slini je dokaj visoka (nekaj 10 ppm), vendar po nekaj dneh pade na nemerljivo vrednost (pod 0,02 ppm). Vidijo se še ostali elementi, prisotni v amalgamu, ki se uporablja pri plombiranju, in pa tisti, ki se nahajajo v slini kot taki.

nm, lahko pride do neenakomernega vzbujanja v plasteh vzorca, ki so različno oddaljene od površine reflektorja. Za natančno analizo je zato izrednega pomena, da je interni standard enakomerno pomešan z vzorcem, ta pa mora biti tudi homogen. Nehomogenost vzorca in primešanega internega standarda lahko torej močno vplivata na natančnost analize. Natančnost analize sledi elementov z našim sistemom smo primerjali z drugimi standardnimi analitskimi metodami. Dosežena natančnost je bila navadno boljša od 10 %.



Slika 3. Izračunana porazdelitev jakosti vpadnih rentgenskih žarkov energije 17,4 keV ($Mo K_{\alpha}$) ob površini silicijeve rezine za vpadni kot 0,5 mrad (polno) in 1,3 mrad (črtkano). Negativne vrednosti razdalje od površine odgovarjajo območju nad površino rezine.

5 Meritve in analiza na tankih plasteh in večplastnih strukturah

Kot smo že omenili se metoda uporablja pri analizi nečistoč v polprevodniških materialih, npr. Si, pri čemer dosežemo občutljivosti do 10^{12} atomov/cm². Vzorec je v tem primeru kar reflektor, ki mora biti tudi optično gladek oz. poliran.

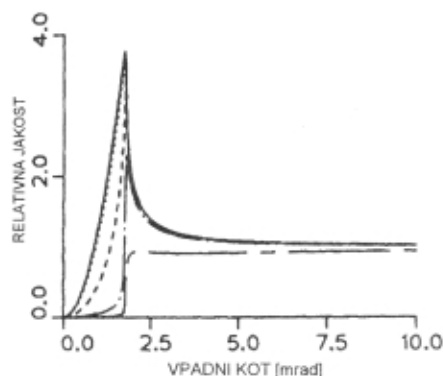
Meritve jakosti fluorescenčnih žarkov v odvisnosti od vpadnega kota v območju okoli kritičnega kota (GIXF) pa omogočajo tudi analizo globinske porazdelitve nečistoč v reflektorju ali pa v tanki plasti oz. v več zaporedno nanesenih plasteh raznih elementov na reflektorju. Kaj je osnova te nedestruktivne analize sledi elementov po globini vzorca? Za to je v glavnem odgovoren pojav interference vpadnih oz. lomljenih rentgenskih žarkov, odbitih na meji med plastjo in reflektorjem ali na mejah med zaporednimi plastmi.

Analiza omenjenih meritev pa ni enostavna in sloni na modelnih izračunih jakosti rentgenskih žarkov z upoštevanjem interference vpadnega in lomljenega ter odbitega elektromagnetnega valovanja, vzbujanja fluorescence atomov s fotoefektom in pa absorpcije fluorescenčnih žarkov pri izhodu iz vzorca na poti k detektorju. Seveda pa morajo sami eksperimentalni pogoji biti taki, da omogočajo merljive razlike različnih parametrov tankih plasti in večplastnih struktur, oziroma drugače rečeno, da meritev skupaj z ustreznim model-

nim izračunom enolično določi vse ali pa vsaj večino parametrov vzorca, kot so npr. debelina plasti, gostota ali površinska gostota plasti, povprečna globina itd.

Jakost fluorescenčnih rentgenskih žarkov nekega elementa "a", ki ga vzbudimo z monokromatsko rentgensko svetlobo valovne dolžine λ , je določena z naslednjo enačbo:

$$I_{aj} \propto C_{aj} \rho_j \int_0^{d_j} dz |E_j(z)|^2 \exp(-\mu_{ja} z / \sin \psi_d) \quad (4)$$



Slika 4. Izračunana jakost karakterističnih žarkov Co v odvisnosti od vpadnega kota žarkov vzbujaanja ($E = 17.4 \text{ keV}$) za atome Co, ki so kot nečistoča v Si rezini porazdeljeni v plasti s pravokotnim presekom. Prikazani so izračuni za plasti debeline 0,3 nm (polno), 1 nm (pikčasto), 10 nm (črtkano), 100 nm (pika-črta) in 1 μm (kratka-dolga črta).

kjer je C_{aj} koncentracija elementa "a" v plasti "j", μ_{ja} je masni absorpcijski koeficient fluorescenčnih žarkov elementa "a" v plasti "j", ψ_d pa je kot med detektiranimi fluorescenčnimi žarki in površino vzorca. Jakost električnega polja v vsaki globini "z" je sestavljena iz prispevka vpadnega valovanja skozi zgornjo površino plasti in reflektiranega valovanja na spodnji meji le-te

$$E_j(z) = E_j^t \exp(-ik_{jz} z) + E_j^r \exp(ik_{jz} z)$$

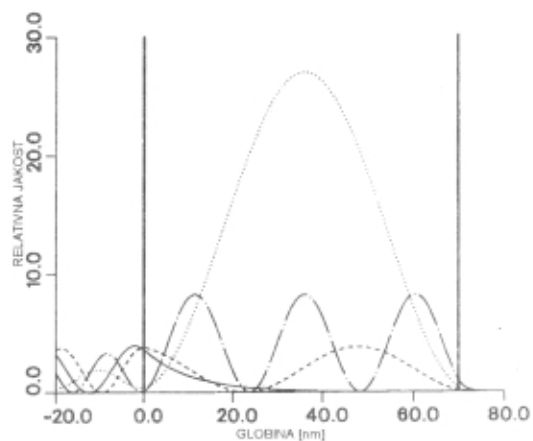
medtem ko je za trše rentgenske žarke ($\lambda \leq 10 \text{ nm}$)

$$k_{jz} \approx \frac{2\pi}{\lambda} \sin \psi_j - i \frac{\mu_{ja} \rho_j}{2 \sin \psi_j}$$

kjer je ψ_j kot med vpadnimi rentgenskimi žarki in površino plasti. V primeru, da so plasti tako tanke, da lahko zanemarimo absorpcijo fluorescenčnih žarkov, se enačba (4) poenostavi v:

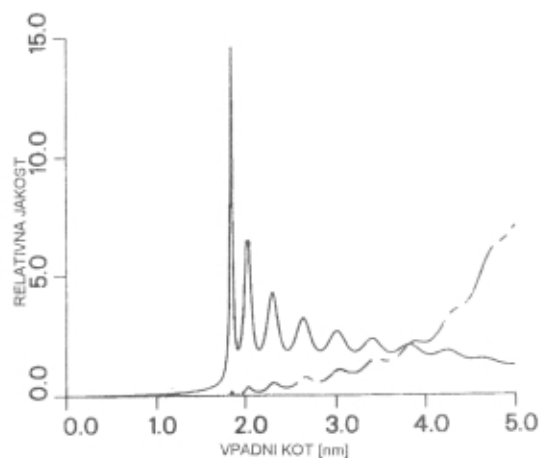
$$I_{aj} \propto C_{aj} \rho_j |E_j^t + E_j^r|_2^2 d_j$$

Jakost električnega polja na mestu vzbujanja v plasteh očitno vsebuje tudi interferenčni člen, t.j. $2 \text{Re}(E_j^t \cdot E_j^r)$ in zato merjena jakost fluorescenčnih žarkov lahko vsebuje tudi informacijo o debelini in oddaljenosti določene plasti od površine vzorca ali podlage. Na slikah od 3 do 6 sta prikazana dva primera modelnega izračuna električnega polja na površini vzorca, oziroma v samem vzorcu.



Slika 5. Relativna jakost vpadnih rentgenskih žarkov v odvisnosti od globine v plasteh vakuum/70 nm Si/Au pri vpadnih kotih 1,70 mrad (polno), 1,85 mrad (pikčasto), 1,92 mrad (črtkasto) in 2,3 mrad (črta-pika). Z navpičnimi črtami so nakazane meje plasti.

Prvi primer (sl. 3) prikazuje interferenčno stojno valovanje na površini kremenovega reflektorja in pa seveda izginjajoči del valovanja v površinski plasti samega reflektorja. Pri vrednostih vpadnega kota $\psi_0 \leq \phi_c$ doseg rentgenskih žarkov v reflektorju močno naraste (faktor 10-100). To seveda omogoča določevanje nečistoč v polprevodniških materialih. Na sliki 4 pa je prikazana jakost fluorescenčnih rentgenskih žarkov Co, ki se nahaja kot nečistoča v tanki plasti



Slika 6. Relativna jakost fluorescenčnih rentgenskih žarkov v odvisnosti od vpadnega kota za 70 nm debelo plast Si na zlatu (Au). Prikazani sta Si K_{α} (polno) in Au L_{α} (pika-črta) črti.

znotraj Si (implantirane nečistoče Co v Si), v odvisnosti od debeline implantirane plasti. Pri določanju nečistoč v polprevodniških materialih je globinska ločljivost kar dobra za zgornjih 5 nm plasti (0,1 nm), pri globinah okoli 100 nm pa je precej slabša ter omogoča le oceno širine porazdelitve atomov in pa povprečno globino le-te.

V drugem primeru je prikazan dvoplastni sistem, sestavljen iz 70 nm Si na Au. Jakost električnega polja znotraj plasti Si kaže na močno interferenco med vpadnim in odbitim valovanjem na mejah plasti Si. Tako polje pa vzbuja fluorescenčno žarkovje Si (K-serija) in Au (L-serija) in na slikah 5 in 6 je prikazan modelni izračun jakosti fluorescenčnih žarkov v odvisnosti od vpadnega kota.

6 Sklep

Iz povedanega sledi, da je mogoče rentgensko fluorescenco s totalno refleksijo (TXRF) uporabljati za rutinske analize sledi v različnih vzorcih, kjer se tako po občutljivosti kakor tudi po natančnosti lahko kosa z drugimi že uveljavljenimi analitskimi metodami. Kotno odvisno rentgensko fluorescenco v območju totalnega odboja (GIXF) pa je možno uporabljati pri analizah površin, tankih plasti in večplastnih struktur.

V našem laboratoriju želimo tudi izpopolniti sedanji TXRF-sistem in povečati občutljivost vsaj za red veli-

kosti. Poskusili bomo tudi z monokromatizacijo rentgenskega curka pri vzbujanju pa tudi s povečanjem same intenzitete vzbujanja, in sicer z izdelavo novega modula s krajšo razdaljo med izvirom in vzorcem. Poleg tega pa se bomo lotili tudi novega področja analize, namreč GIXS, t.j. analiz površinskih plasti in večplastnih sistemov. Take meritve pa so lahko uspešne le z monokromatskim vpadnim snopom. Uporabnost teh analiz je pomembna tako v elektronski industriji kakor tudi pri razvoju in študiju raznih antikorozijskih površinskih plasti.

7 Literatura

- /1/ W. Berneike: Basic Features of Total-Reflection X-ray Fluorescence Analysis on Silicon Wafers, *Spectrochimica Acta* **48B**, No. 2, 269-275 (1993)
- /2/ W. W. Van den Hoogenhof and D.K.G. de Boer: Glancing-Incidence X-ray Analysis, *Spectrochimica Acta* **48B**, No. 2, 277-284 (1993)
- /3/ D. K. G. de Boer and W.W. Van den Hoogenhof: Total Reflection X-ray Fluorescence of Single and Multiple Thin-Layer Samples, *Spectrochimica Acta* **46B**, No. 10, 1323-1331 (1991)
- /4/ D. K. G. de Boer: Glancing-Incidence X-ray Fluorescence of Layered Materials, *Phys. Rev.B* **44**, No. 2, 498-511 (1991)
- /5/ P. Kregsamer: Fundamentals of Total Reflection X-ray Fluorescence, *Spectrochimica Acta* **46B**, No. 10, 1333-1340 (1991)

IZOBRAŽEVALNI TEČAJI V LETU 1995

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

VZDRŽEVANJE VAKUUMSKIH NAPRAV

12. in 13. april ter 28. in 29. november 1995

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

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

OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE

13., 14. in 15. junij ter 9., 10. in 12. oktober 1995

Ta tečaj je popolnejši od prvega, obravnava podrobneje vsa prej omenjena področja in poleg tega še: pomen in razvoj vakuumske tehnike, fizikalne osnove, črpalke za visoki vakuum, tankoplastne in druge vakuumske

tehnologije, čiste postopke, analize površin ter doziranje, čiščenje in preiskave plinov - skupno 20 ur z vajami in ogledom Inštituta.

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

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

Prosimo interesente, da se informativno javijo čimprej, za dokončno potrdilo udeležbe pa velja kopija položnice o plačilu - najkasneje tri dni pred pričetkom tečaja na naslov: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61111 Ljubljana (štev. žiro računa: 50101-678-52240). Prijave sprejema organizacijski odbor (Koller, Spruk, Mozetič, Nemanič), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. 061 263-461).

Tečaji **Osnove vakuumske tehnike za srednješolske predavatelje** bodo:

2.-4. marca, 11.-13. junija, 21.-23. septembra in 9.-11. novembra in so posebej razpisani v informativnih glasilih za šolstvo.

ZGODOVINA ELEKTRONSKEGA MIKROSKOPA

Stanislav Južnič*

History of the Electron Microscope

ABSTRACT

The development of the electron microscope is described. Special concern is put on to the analogy between electron beam and light, which simultaneously but independently brought great achievements in physics and electrical engineering sixty years ago. We also present an attempt to describe the beginning of research with the electron microscope in Ljubljana.

POVZETEK

Opisujemo razvoj elektronskega mikroskopa. Posebno pozornost posvečamo analogiji med elektronskim curkom in svetlobo, ki je sočasno pripeljala do pomembnih odkritij v fiziki in v elektrotehnik. Opisani so začetki raziskovanja z elektronskim mikroskopom v Ljubljani.

1 UVOD

Elektronski mikroskop uporablja magnetno polje namesto leč in curek elektronov namesto vidne svetlobe. Raziskovanje curka elektronov ("katodnih žarkov") smo podrobneje opisali v prejšnjih številkah Vakuumista. Tu bomo obravnavali predvsem razvoj eksperimentalne tehnike fokusiranja curka elektronov.

2 SVETLOBNI MIKROSKOP

Mikroskop je bil bržkone prvič uporabljen nekaj let za teleskopom v začetku 17. stoletja na Nizozemskem ali pri Galileu Galilei (1564-1642) v Padovi (Gloede, 1986, 22-28).

Mikroskope so zgodaj uporabljali tudi v naših krajih. 1.11.1705 je Kranjski deželni zbor določil 200 guldnov letne plače za profesorja matematike in kupil potrebne "matematične instrumente" (Radics, 1884, 149), med katerimi so bile gotovo tudi optične naprave. 17.9.1755 so na liceju v Ljubljani nabavili sončni mikroskop ter manjši in večji ročni mikroskop s kroglo. Sončni mikroskop se je pojavil v tridesetih letih kot cev s kondenzatorjem na eni strani in enostavnim Wilsonovim mikroskopom na drugi. Pred letom 1811 so v Ljubljani nabavili tudi sestavljeni mikroskop in laterno magiko, to je mikroskop z objektivom iz dveh velikih leč (Müller, 1901; Gurikov, 1983, 163-164; Kircher, 1646).

Jena: zmogljivost optičnega mikroskopa

Leta 1873 je profesor na univerzi v Jeni in sodelavec podjetja za optiko Carla Friedricha Zeissa Ernst Abbe (1840-1905) objavil teorijo mikroskopa (Gurikov, 1983, 122; 1985, 39-42). Pokazal je, da ne moremo opazovati razdalj, manjših od polovice valovne dolžine uporabljene svetlobe. Pri vidni svetlobi je tako meja ločljivosti 1/4 mikrometra.

* 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.



Slika 1. Ernst Abbe (1840-1905)

Posebno zanimive se zdijo danes Abbejeve ideje o izboljšanju ločljivosti mikroskopa z zmanjševanjem valovne dolžine uporabljene svetlobe:

"... Nič nam ne preprečuje iti še dlje v tej smeri in si zamisliti mikroskopsko opazovanje s pomočjo žarkov, ki ležijo kolikor hočemo daleč za mejo vidnega spektra v ultravijoličnem območju. Čeprav tako dobljena slika ni neposredno opazljiva, jo lahko naredimo vidno s pomočjo fluorescentnih snovi..." (Gurikov, 1985, 51; Gloede, 1986, 166).

Abbe je razmišljal o ultravijolični svetlobi, saj rentgenska svetloba in elektroni še niso bili odkriti. Kljub temu se zdi, kot da je napovedal elektronski mikroskop za pol stoletja vnaprej.

Omejitev ločljivosti mikroskopa je postala moteča, ko se je ob prelomu stoletij žarišče fizikalnega raziskovanja premaknilo k atomom in njihovim nevidnim delcem. Še danes pogosto rabljeni izraz "submikroskopski" ponazarja težave tedanjih atomistov, ki jih je razburjal avstrijski fizik Ernst Mach (1838-1916) s provokativnim vprašanjem: "Ali ste videli kakšnega?" (Brush, 1976, 875).

3 EKSPERIMENTALNE PRIPRAVE ZA FOKUSIRANJE ELEKTRONOV Z MAGNETI

Lastnosti "katodnih žarkov" so v prejšnjem stoletju preučevali z indukcijskimi aparati, ki jih je začel proizvajati Nемеc Heinrich Daniel Ruhmkorff (1803-1877) po letu 1850 v Parizu. Primarno navitje z bakreno žico je induciralo "velikansko" napetost na sekundarnem

navitju, ki je imelo dobro izoliran vodnik dolžine do 500 km. S tokom dveh Bunsenovih baterij je bilo mogoče ubiti zajca (Jungnickel, 1986, I/199; Ganot 1877, 800, 803; Vejtkov, 1947, 173-174).

Rudolf Clausius (1822-1888) je imel na politehniki v Zürichu sprva indukcijski aparat, ki je dajal le 3 do 4 cm dolgo iskro. Leta 1857 je nabavil Ruhmkorffov aparat, s katerim je bilo mogoče dobiti iskre dolžine 27 cm. Leta 1862 je Clausius nabavil še velik elektromagnet.

Tudi Plücker je večino svojih eksperimentalnih naprav nabavljal v Parizu. Z napravami za preučevanje "katodnih žarkov" sta Plücker in Geissler obkroževala tudi Angleža Gassiot, Töplerja v Gradcu ter svojega nekdanjega študenta Hittorfa, tedaj že profesorja na sosednji univerzi v Münstru.

Hittorf je dobival leta 1869 z Ruhmkorffovim aparatom 16 cm dolge iskre v zraku. Septembra 1867 je na razstavi v Parizu uporabljal Ruhmkorffov aparat, ki je dajal celo 40 cm dolge iskre. Ruhmkorffove aparate so imeli pred letom 1861 tudi drugod v nemško govorečih deželah, npr. na politehniki v Karlsruheju in na univerzi v Heidelbergu (Hittorf, 1869, 202; Jungnickel, 1986, 199-200, 222 in 236).

Leta 1862/63 so na gimnaziji v Ljubljani nabavili Ruhmkorffov "Funkeninduktor" za 120 fl, kar je presegalo polovico letnih dotacij kabineta (Mitteis, 1866, X/61, Južnič, 1994a, 27).

Okoli leta 1870 je Geissler iz Bonna poslal "lepe velike cevi" za tisti čas najsodobnejšemu avstrijskemu fizikalnemu institutu v Gradcu (Hüflechner, 1985, 29). Leta 1880 so uporabljali Ruhmkorffov aparat tudi na Stefanovem institutu na Dunaju (Južnič, 1994 b, 25).

Večina raziskovalcev ni dvomila, da je "katodne žarke" mogoče usmerjati z električnim poljem (Južnič 1994 b, 23). Hittorf je 9.10.1868 fokusiral "katodne žarke" z rotacijsko simetričnim poljem valjastega magneta. Podoben poskus je tik pred smrtjo opravil njegov nekdanji profesor Plücker (1801-1868) v Bonnu, vendar ga ni več objavil (Hittorf, 1869, 220-221; Ruska, 1986, 357).

Hittorf je delal poskuse pri tlakih od 0,25 do 0,125 mm stolpca živega srebra. Uporabljal je elektromagnet z železnim valjem premera 10 cm in višine 50 cm, ki je bil pripet z železno prečko s stranico 10 cm. Na konceh valja sta bili amalgamirani cinkovi plošči s premerom 9 cm (Hittorf, 1869, 214).

Po Hittorfu se elektrika v plinih prevaja na dva načina: iz pozitivne elektrode, podobno kot v kovinah in elektrolitih, ter s tlivno razelektrivjo iz negativne elektrode. Pri različnih pogojih je meril razmerje med obema načinoma prevajanja. Hittorf je opisal "katodne žarke" kot zelo lahke "vodnik" toka. Krajšiči "vodnika" sta pritrjeni ob elektrodah, med katerimi lahko žarke upogibamo z magnetnimi silami. Pod vplivom močnega magneta se "žarki" gibljejo po krivulji z dvema do tremi polnimi zavoji na dolžini nekaj čevljev. Divergentni žarki se gibljejo po spirali. Smeri gibanja "katodnih žarkov" sledimo z opazovanjem fluorescence, ki nastane, ko se dovolj približajo stekleni steni vakuumske cevi. Najlepšo sliko opazimo, ko je valj vakuumske cevi v osi kotve magneta (Hittorf, 1869, 215-217, 219, 223).

Hittorf je bil prepričan o valovni naravi "katodnih žarkov". Njihov odklon v magnetnem polju je zato opisal po analogiji s sukanjem polarizacijske ravnine svetlobe v magnetnem polju. Pol stoletja pred de Brogliejem je uporabil analogijo med elektroni (katodnimi žarki) in svetlobo (Hittorf, 1869, 221; Vjalcev, 1981, 41, 47).

Hittorf je pravilno napovedal, da njegovi poskusi z magnetnim uklanjanjem "katodnih žarkov" v razredčenih plinih odpravljajo iz fizike še zadnjo breztežnostno snov (imponderabl), povezano z elektriko. Njegovo delo je leta 1896 dopolnil Norvežan Olaf Kristian Bikerland (1867-1917) (Gloede, 1986, 169). Tako je bilo pripravljeno potrebno znanje za razvoj elektronike po prvi svetovni vojni.

4 ZAČETKI ELEKTRONSKEGA MIKROSKOPA

Analogija med geometrijsko optiko in drugimi vejami fizike je bila večkrat uporabljena v stoletju med Hamiltonom in Rusko.

Geometrijska optika je postala z deli Irca Williama Rowana Hamiltona (1805-1865) leta 1826 in 1832 dovršena znanost. V letih 1834-1835 je Hamilton svojo idejo karakteristične funkcije stanja iz optike razširil na mehaniko. Dosežek so znali izkoristiti šele v kvantni mehaniki (Whittaker, 1957, 62, 66-67).

Francoz de Broglie je leta 1923 pripisal snovnim delcem valovno dolžino. S tem je obrnil Boltzmannovo (1872) in Planckovo (1900) idejo kvantizacije elektromagnetnega valovanja.

Ideja "materialnih valov" je neodvisno vplivala tudi na eksperimentalno fiziko in elektrotehniko. V dvajsetih letih našega stoletja je nemški fizik Ernst Brüche (rojen 1900) skoval izraz "elektronska optika" (Gurikov, 1985, 54). V Jeni so Abbejevi nasledniki uresničili njegovo vizijo.

Hans Busch (1884-1973) s Fizikalnega instituta v Jeni je 18.10.1926 objavil enačbe za gibanje elektronov v osnosimetričnem magnetnem in električnem polju. Dognal je, da je gorišče curka "katodnih žarkov" na osi simetrije, ki gre skozi vhodno točko. Opisal je tudi metodo določanja razdalje med izvirom elektronov in goriščem njihovega curka z razmerjem mase in naboja (e/m) do natančnosti stotinke promila (Busch, 1926, 993; Gloede, 1986, 170). Zadnjo metodo je 29.3.1927 uporabil njegov doktorand na univerzi v Jeni Fritz Wolf.

Leta 1927 je Busch izračunal trajektorije elektrona v magnetnem polju. Dognal je, da magnetno polje kratke tuljave enako vpliva na curek elektronov, kot konveksna leča z določeno goriščno razdaljo na svetlobo. Gorišče teh "magnetnih elektronskih leč" je mogoče zvezno spreminjati s tokom skozi tuljavo.

Zaradi pomanjkanja časa Busch ni opravil novih poskusov, temveč je uporabil kar svoje 12 let starejše meritve iz Göttingena. Te se niso skladale s teorijo, zato Busch ni objavil možnosti uporabe elektronskega mikroskopa (Ruska, 1986, 357).

Tisti čas je berlinski profesor na fakulteti za elektrotehniko in direktor Elektronskega instituta tehniške visoke šole v Berlin-Charlottenburgu Adolf Matthias

(1882-1961) ustanovil raziskovalno skupino pod vodstvom Maxa Knolla (1897-1969), ki naj bi razvila učinkovit elektronski oscilograf za meritve hitrih električnih procesov. Najpomembnejša parametra, ki opredeljujeta natančnost meritve v takšnem oscilografu na "katodne žarke", sta premer in energijska gostota elektronskega curka. Za majhno svetlo točko zapisa je bilo treba elektrone iz divergentnega katodnega curka koncentrirati na fluorescentnem zaslonu osciloskopa.

V raziskovalno skupino je bil vključen tudi študent Ernst Ruska, ki je prav tedaj prišel na berlinsko univerzo iz Münchena, kjer je imel za sabo že dve leti študija elektrotehnike. Ruska je leta 1929 s poskusi preveril Buschevo teorijo magnetnih leč. Raziskoval je ostrnost in svetlost pege v elektronskem oscilografu. Dobil je boljše rezultate od Buschevih. Vseeno ni bil povsem zadovoljen, saj je, podobno kot Busch, uporabil tuljavo z veliko preširoko porazdelitvijo polja vzdolž osi. Ruska je objavil prve slike različnih povečav, dobljene s fokusiranjem elektronov.



Slika 2. Max Knoll (tretji z leve) E. Ruska (drugi z leve) in sodelavci Elektronskega instituta tehniške visoke šole v Berlinu leta 1932

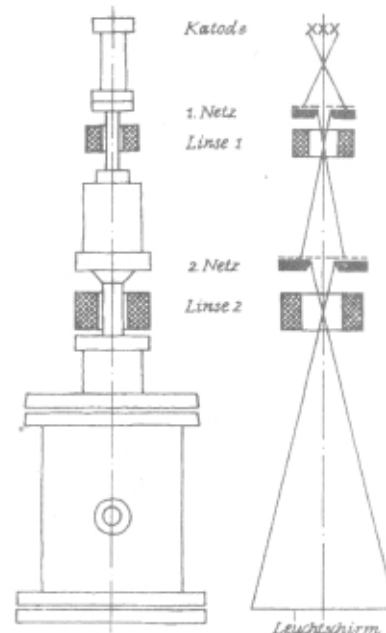
V svojem diplomskem delu je Ruska leta 1930 fokusiral elektronski curek z elektrostatskimi lečami. Izbira je temeljila na napaki in se je izkazala za razočaranje. Zato se je kmalu vrnil k magnetnim lečam iz časov svojega študentskega raziskovalnega dela.

Po diplomi leta 1931 se je Ruska štel za srečnega, da je v hudi ekonomski krizi lahko obdržal neplačano mesto doktoranda na Institutu za visoko napetost v Berlinu.

Med 9. marcem in 7. aprilom leta 1931 je Ruska sestavil prvi elektronski mikroskop s povečavo 3,6 x 4,8. Vendar so celo mreže iz molibdena ali platine hitro zgorele v curku elektronov. Zato se je Knoll še 4.6.1931 na strokovnem predavanju v Berlinu izogibal izrazu "elektronski mikroskop". Mnogi raziskovalci (upravičeno) niso verjeli v bodočnost takšne naprave. Manjša valovna dolžina elektronov je povečevala ločljivost naprave, obenem pa je povečevala energijo elektronov, ki so uničevali opazovani vzorec (Ruska, 1986, 360-361 in 377-378; Strojnik, 1959, 133).

Istočasno so tudi drugi fiziki v Nemčiji raziskovali elektronski mikroskop. E. Brüche in H. Johanson sta dobila slike z elektronskim mikroskopom med letoma 1931-1932, skoraj sočasno z Rusko in Knollom (Gurikov,

1985, 54). 31.5.1931 je Reinhold Rüdenberg (1883-1961) za Siemens-Schuckert-Werken patentiral idejo, ki je bila v osnovi enaka Ruskovi. Zaradi protestov Allgemeine Elektrizitätsgesellschaft, ki je od ustanovitve leta 1928 opravljala podobne raziskave, je uveljavil patent le v ZDA, kamor je emigriral iz fašistične Nemčije (Siemens, 1957, II/193, Gloede, 1986, 177-178).



Slika 3. Skici Ruskovega prvega elektronskega mikroskopa z dvema magnetnima lečama (1931)

Tako je bilo več raziskovalcev v Berlinu istočasno zelo blizu "odkritju" elektronskega mikroskopa. Kljub ekonomski krizi je nemška industrija izdatno podpirala fundamentalne raziskave.

Leta 1932 je Knoll na osnovi Abbejeve enačbe izračunal, da je mogoče z elektronskim mikroskopom ločiti 0,22 nm, kar so v resnici dosegli šele 40 let pozneje. Aprila 1932 je Knoll odšel v podjetje Telefunken v Berlinu, kjer se je ukvarjal z razvojem televizije. S Telefunkom je na področju televizijske tehnike sodeloval tudi izumitelj Anton baron Codelli (1875-1954) iz Ljubljane med leti 1908-1936, od leta 1930 tudi s pomočjo ljubljanskega radijskega tehnika Francija Bara in laboratorija za telekomunikacije Tehniške fakultete v Ljubljani (Južnič, 1982, 28-30; Ozvald, 1991, 142-144 in 1994, 44).

Novembra 1933 je Ruska konstruiral elektronski mikroskop s 12.000-kratno povečavo. Prve slike z novo napravo je objavil nekaj dni po 1.12.1933, ko je že zapustil univerzo in se zaposlil v industriji. Skupaj s sodelavci je dobil pozneje pri Siemensu poseben laboratorij s specializirano delavnico za "serijsko" proizvodnjo. Imeli so tudi propagandni laboratorij za goste, predvsem biologe in zdravnike, kjer so obiskovalci lahko opazovali viruse. Med drugo svetovno vojno, od

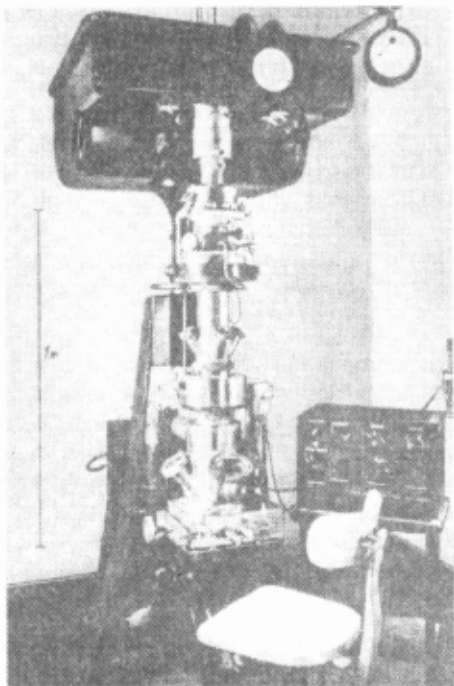
konca leta 1939 do februarja 1945, so dostavili okoli 40 elektronskih mikroskopov (Ruska, 1986, 357-362, 369; Siemens, 1957, II/194).

25.12.1937 je Nемеc Manfred von Ardenne (1907-?) objavil teorijo vrstičnega elektronskega mikroskopa. V privatnem laboratoriju v Berlinu je svoje poskuse financiral z dohodki od številnih izumov, imel pa je tudi pogodbo s podjetjem Siemens & Halske (Gloede, 1986, 178, 196, 199). Po vojni je do leta 1955 delal v Sovjetski zvezi, nato pa v Dresdnu.

5 "VZPOREDNA" ODKRITJA OB RAZVOJU ELEKTRONSKEGA MIKROSKOPA

ZDA in Anglija: Uklon in interferenca elektronov

Ruskova ideja o valovanju "katodnih žarkov" je bila v Berlinu živa še iz časa Helmholtza in Hertza. Poleti 1931 je inženir Ruska prvič slišal za de Broglieve "atomes couple's en onde", čeprav je bila prva objava stara že osem let in je de Broglie zanj že dobil Nobelovo nagrado.



Slika 4. Prvi elektronski mikroskop firme Siemens (1938)

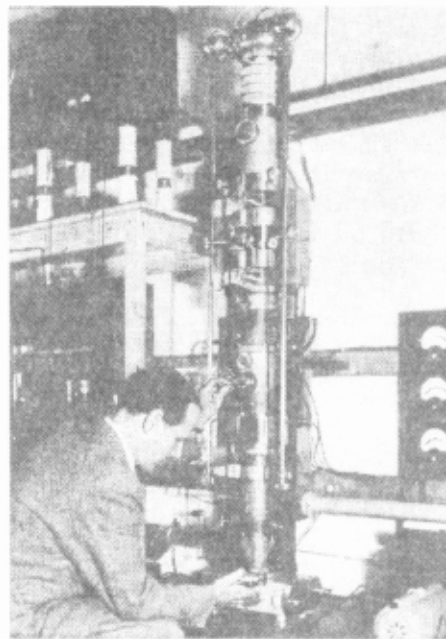
10.9.1931 Ruska in Knoll nista omenila de Broglieja in G. P. Thomsona ob analogiji med žarkom svetlobe in trajektorijo masnega delca v elektronski optiki. Citirala sta Davissonove in Germerjeve ter Ruppove meritve uklona elektronov po odboju na kristalih in na umetni mreži ter pri prehodu skozi tanek kovinski list (Knoll, 1932, 661, 650).

"Neobvešččenost" ni nenavadna, saj je šlo za raziskovanje v dovolj različnih panogah znanosti: v praktični elektrotehniki in v teoretični fiziki. Poleg tega se de Broglieve ideje niso zlahka uveljavljale niti med teoretiškimi fiziki.

James Franck (1882-1964), profesor fizike v Göttingenu, je že julija 1923 vzpodbudil svojega asistenta Walterja Elsasserja (rojenega 1904) k analizi dveh vrst poskusov, ki bi lahko potrdili de Broglievo enačbo. Vendar so se prepričljivi poskusi posrečili šele pozneje v ZDA.

Američan Clinton Joseph Davisson (1881-1958) je pri Western Electronics, poznejših Bell Telephone Laboratories, že leta 1921 raziskoval odboj elektronskega curka na ploščici iz niklja v vakuumu. Po naključju sta konec leta 1925 skupaj z Lesterjem Halbertom Germerjem (1896-1971) opazila izrazitejšo ojačitve po odboju na monokristalu.

Davisson in G.P. Thomson, sin slovitnega Nobelovega nagrajenca in profesor v Aberdeenu, sta se poleti 1926 udeležila znanstvenega sestanka Britanske asociacije v Oxfordu. Tam sta dobila navdih za nove poskuse. 6.1.1927 sta Davisson in Germer dobila interferenčno sliko sipanja počasnih elektronov, ki se je dobro skladala z de Broglievo teorijo. To je bilo eno prvih pomembnih znanstvenih odkritij, narejenih v industrijskem laboratoriju.

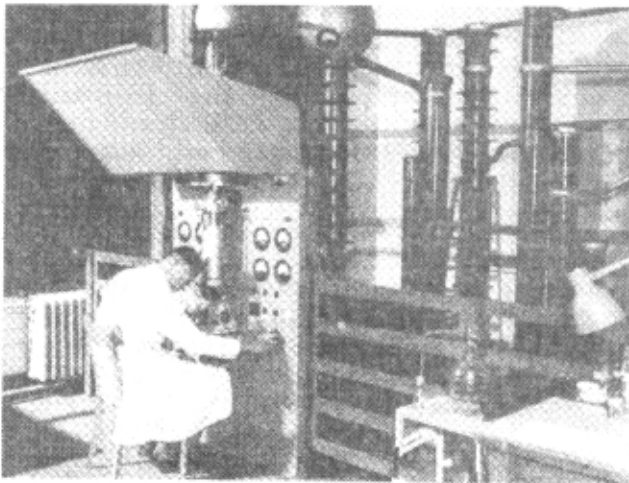


Slika 5. Manfred von Ardenne s svojim univerzalnim elektronskim mikroskopom (1937)

Mesec dni pozneje je G.P. Thomson neodvisno potrdil de Broglievo teorijo. Opazoval je prehod hitrih elektronov z energijo do 30.000 eV skozi zlat listič in dobil interferenčne kolobarje (Thomson, 1970, 158-160; Lipson, 1972, 207; Čolakov, 1986, 53; Strnad, 1982, 36-48; 1990, 260-261).

Tako sta uporabna elektronika in teoretiška fizika, obe dedinji raziskovalcev "katodnih žarkov" iz prejšnjih generacij, našli skupni jezik v poskusih ob rojstvu kvantne mehanike.

Leta 1937 sta Davisson in G.P. Thomson dobila Nobelovo nagrado za merjenje valovne narave elektronov.



Slika 6. Philipsov 400 kV elektronski mikroskop iz leta 1947

Anglija: Elektronski mikroskop in holografija

Mađarski inženir Gabor je v Berlinu med leti 1924-1927 preučeval visokofrekvenčni oscilograf na isti fakulteti kot pozneje Knollova skupina. Leta 1927 se je zaposlil v Siemensovih laboratorijih. V začetku leta 1928 se je Gabor v berlinski kavarni pogovarjal z rojakom iz Budimpešte Leom Szilardom (1898-1964) o izdelavi in uporabi elektronskega mikroskopa (Knoll, 1932, 638 in 642; Gurikov, 1985, 59; Gloede, 1986, 173).

Leta 1947 je Gabor kot raziskovalec v British Thomson-Houston Company v mestu Rugby na Angleškem skušal povečati ločljivost elektronskega mikroskopa, ki je bila teorijsko 0,4 nm, praktično pa le 1,2 nm. Zaradi nepopolne optike ni bilo mogoče doseči ločljivosti, primerljive z de Broglievo valovno dolžino hitrih elektronov, ki meri 1/200 nm. Zato je Gabor sestavil napravo, s katero je bilo mogoče poleg amplitude zapisati tudi fazo valovanja, posnetega s koherentnim curkom elektronov.

Ideja je bila dovolj zanimiva, da so Gaborju omogočili optične poskuse v Metropolitan Vickers, ki je proizvajal elektronske mikroskope. Gaborjevo prvo poročilo 15.5.1948 je kazalo, da bo novi prijem mogoče uporabiti v elektronski mikroskopiji.

S hologramsko elektronsko mikroskopijo se je Gabor z različnimi sodelavci ukvarjal naslednjih 5 let. Vendar je moral svoja "prezgodnja" prizadevanja opustiti, saj elektronski mikroskopi še dve desetletji niso dosegli teorijske meje ločljivosti, ki jo omejuje sferična aberacija. Izboljšava ločljivosti za faktor dva bi šele tedaj lahko omogočila opazovanje atomov, kar je Gabor leta 1972 imel za novo možnost "holografske elektronske spektroskopije" (Gabor, 1948, 778 in 1972, 302-303; Nixon, 1992, 10-11).

Iznajdba laserja je po letu 1962 omogočila uporabo Gaborjevih idej v laserskih hologramih. Leta 1971 je Gabor dobil Nobelovo nagrado za izum holografije (Urh, 1995).

Prvi elektronski mikroskop v Ljubljani

Vernon Ellis Cosslett, rojen leta 1908, je bral Knollove in Ruskove razprave že kot doktorant na univerzi v Bristolu po diplomi iz fizikalne kemije leta 1932. Navdušil se je nad uporabo elektronskega mikroskopa v biologiji. Med vojno je bil na Oxfordu. Leta 1946 je prišel v Cambridge tik pred nabavo Siemensovega elektronskega mikroskopa iz leta 1939. Elektronski mikroskop RCA EMB so imeli že od leta 1942 (Glauert, 1992, 27).

S Cosslettom in sodelavci je Cambridge kmalu postal središče elektronske mikroskopije. Tu so poleti 1956 organizirali prvo mednarodno konferenco "X-Ray Microscopy and Microanalysis", leta 1960 pa izdali prvo pregledno knjigo o mikroskopiji z žarki X (Nixon, 1992, 12).

Leta 1952 je Aleš Strojnik, rojen v Ljubljani leta 1921, dobil petmesečno štipendijo British Councila za specializacijo iz elektronske mikroskopije pri Cosslettu v Cambridgeu. V tistem času v Jugoslaviji še ni bilo elektronskih mikroskopov, saj je bila cena vrhunske naprave okoli 30.000 USD. Po Strojnikovi vrnitvi je leta 1953 tedanja fakulteta za elektrotehniko Tehniške visoke šole v Ljubljani sprejela v svoj delovni program konstrukcijo elektronskega mikroskopa (Strojnik, 1955, 7).

Prvi elektronski mikroskop domače izdelave s 50 kV in ločljivostjo 5-2,5 nm je začel obratovati pomladi leta 1955, mikroskop LEM-2 s 50 kV pa pomladi leta 1958 na Metalurškem inštitutu v Ljubljani. V izjemnem primeru je dosegel ločljivost približno 1,7 nm. Strojnikova skupina je edina v Jugoslaviji razvijala elektronske mikroskope, če izvzamemo neuspešen poskus v Zagrebu (Strojnik, 1959, 134; 1961, 7).

V tem času smo imeli v Jugoslaviji le dva inozemna mikroskopa. Oktobra 1954 so v laboratoriju za preiskave materiala na fizikalnem inštitutu "J. Stefan" dobili elektronski mikroskop Carla Zeissa. Na zagrebškem Inštitutu Ruđer Bošković so se usmerili predvsem v biologijo. Leta 1958 so, poleg LEM-2 na Metalurškem inštitutu v Ljubljani, elektronski mikroskop dobili tudi na univerzi v Beogradu (Novice, 1989, 19; Strojnik, 1955, 214; 1959, 133-134).

V sedemdesetih letih je bilo po svetu že okoli 2000 elektronskih mikroskopov s povečavami do dvamiljokrat. Z njimi je bilo že mogoče opazovati posamezne velike molekule v celicah in ni bilo več "dvoma, da nekatere atome vidimo" (Strojnik, 1959, 194).

Leta 1986 je Ruska dobil Nobelovo nagrado za fiziko za "izum" elektronskega mikroskopa. Nemeč Gerd Binnig in švicar Heinrich Rohrer sta delila nagrado z njim za izum tunnelskega vrstičnega mikroskopa (Marinković V., 1992, 1).

6 UPORABLJENA LITERATURA

Brush Stephen G., The kind of motion we call heat, Book 2, North-Holland 1976

Busch Hans (1884-1973), Berechnung der Bahn von Katodenstrahlen im axialsymmetrischen elektromagnetischen Felde, Ann.Phys. 81(1926) 974-993

Čolakov V., Nobelovite nagradi, Partizdat Sofija 1985, ruski prevod Mir, Moskva 1986

- De Broglie Louis Victor (1892-1987) *Quanta de lumière, diffraction et interférences*, CR, **177** (1923) 548-550
- Gabor Dennis (1900-1979), *A new microscopic principle*, Nature, **161**(1948) 777-778
- Holography, 1948-1971, Nobel lecture, Science **177** (1972) 299-313
- Ganot, *Elements de Physique*, 8. popravljena in razširjena angleška izdaja, London 1877
- Glauert Audrey, Ellis Cosslett: *A physicist fascinated by biology*. V zborniku P.B.Kenwaya in drugih: *X-ray Optics and Microanalysis*, 1992, Proceedings, Manchester 31.8.-4.9.1992, 27
- Gloede Wolfgang, *Vom Isestein zum Elektronenmikroskop*, VEB Verlag Technik, Berlin 1986
- Gurikov V.A., *Stanovljenje prikladnoi optiki XV-XX vv.*, Nauka, Moskva 1983
- Ernst Abbe, Nauka, Moskva 1985
- Hittorf Wilhelm (1824-1914), *Über die Elektrizitätsleitung der Gase*, Ann.Phys. **136** (1869) 1-31 in 197-234
- Höflechner Walter und Adolf Hohenester, *Ausstellung Ludwig Boltzmann*, Graz 2.-17.Mai 1985
- Horne Robert W., *Early days in the electron microscope section of the Cavendish Laboratory*. V zborniku P.B.Kenwaya in drugih: *X-ray Optics and Microanalysis* 1992, Proceedings, Manchester, 31.8.-4.9.1992, 17-26
- Jungnickel Christa (1935-1990) and Russell McCormmach, *Intellectual mastery of nature*, volume 1, The University of Chicago Press, 1986
- Južnič Stanislav, Anton III baron Codelli - "izumitelj" televizije?, *Kronika* **30**(1982) 25-31
Zgodovina vakuumske tehnike IV, *Vakuumist* 14/2 (1994a)
Zgodovina raziskovanja "katodnih žarkov" in (katodnega) razprševanja kovin, *Vakuumist* 14/3 (1994b)
- Kircher Athanasius (1602-1680), *Ars Magna Lucis et Umbrae*, Romae 1646, X. knjiga
- Knoll Max (1897-1969) in Ernst Ruska, *Beitrag zur geometrischen Elektronenoptik*, Ann.Phys. **12**(1932) 607-661
- Lipson H., *The great experiments in physics*, Oliver & Boyd, Edinburgh 1968, ruski prevod Mir, Moskva 1972
- Marinković V., *Vakuumist* 26 (1992)1
- Mitteis Heinrich (1822-1879), *Inventarium der Instrumente, Apparate, Sonstigen Unterrichtsbehelfe und Einrichtungsstücke des physikalischen Kabinetts an k.k.Gymnasium in Laibach mit Ende des 2.Semesters 1866*, Zgodovinski muzej Ljubljana, akc. fond. 1, Arh. enota 49.
- Müllner A., *Die realistischen Disciplinen am Laibacher Jesuiten-Collegium*, Argo 1901, str.171
- Nixon William, *X-ray projection microscopy and transmission electron microscopy*. V zborniku P.B.Kenwaya in drugih: *X-ray Optics and Microanalysis* 1992, Proceedings, Manchester, 31.8.-4.9.1992, 9-16
- Novice Instituta "Jožef Stefan" v Ljubljani, **27** (maj 1989)
- Ozvald Branko, Ljubljančan baron Anton Codelli - eden najplodovitejših izumiteljev na Slovenskem, *Zbornik za zgodovino naravoslovja in tehnike* **11** (1991) 121-149
- Baron Codelli - izumitelj televizije, *Življenje in tehnika*, junij 1994, 39-45
- Radics Peter Pavel von, *Vega als Student*, Archiv für Heimatkunde von Franz Schumi, II (1884-1887) 147-154
- Ruska Ernst (1906-1988), *The development of the electron microscope and of electron microscopy*, Nobel lecture, December 8, 1986
- Siemens Georg, *History of the house of Siemens*, Volume II, Karl Alber, Freiburg/Munich, 1957
- Strnad Janez, *Začetki kvantne fizike*, DMFA, Ljubljana, 1982
Zgodbe iz fizike, SM, Ljubljana 1990
- Strojnik Aleš, *50 kV elektronski mikroskop ljubljanske elektrotehniške fakultete*, *Elektrotehniški vestnik*, **23** (1955) 213-217
IV. mednarodni kongres za elektronsko mikroskopijo, *Elektrotehniški vestnik*, (1955), 133-134
Prispevek k reševanju problematike poenostavljenega elektronskega mikroskopa, *Elektrotehniški vestnik*, (1961) 3-9
- Thomson George Paget (1892-1975), *Duh nauki*, ruski prevod po angleškem originalu iz leta 1961, Znanje, Moskva 1970
- Urh Bruno, *Holografija in arhitektura*, Magistrsko delo, Fakulteta za arhitekturo, Univerza v Ljubljani, 1995
- Vejtkov Fjodor, *Letopis elektriciteta*, srbski prevod iz ruščine, Matica Srpska, Novi Sad 1947
- Vjalcev A.N., *Otkritie elementarnih častic*, Nauka, Moskva 1981
- Wien Wilhelm (1864-1928), *Über das Leuchten der Kanalstrahlen bei hohen Drucken und die Frage der Verweilzeit*, Ann.Phys. **76**(1925) 109-123
- Whittaker Sir Edmund, *William Rowan Hamilton*, v zborniku *Lives in science*, A Scientific American book, New York 1957 61-74
- Wolf Fritz, *Eine Präzisionsmessung von e/m₀ nach der Methode von H.Busch*, Ann.Phys. **83**(1927), 849-883



OBVESTILO

Naročnike *Vakuumista* prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1995.
Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 1000,00 tolarjev.

NASVETI

UGOTAVLJANJE IN ODPRAVLJANJE NAJPOGOSTEJŠIH OKVAR ROTACIJSKIH ČRPALK

Ta prispevek v NASVETIH ima namen pomagati iz zadrege tistim "vakuumistom", ki imajo vsaj nekaj osnovnega vakuumskega znanja in tudi nekaj ročnih spretnosti. Obravnavali bomo rotacijske črpalke z drsnimi lopaticami, v glavnem pa bodo veljale ugotovitve tudi za druge vrste črpalk z določenim zajemalnim prostorom, ki jih včasih imenujemo tudi mehanske črpalke.

Kdaj se začnemo kot porabniki ukvarjati z rotacijskimi črpalkami? Normalno šele takrat, ko je z njimi nekaj narobe in nam zaradi te narobnosti povzroče težave, ali pa nam onemogočijo delo.

Najprej moramo seveda ugotoviti okvaro. Metode ugotavljanja so **vizualne** in **merilne**.

Pri prvih, tj. vizualnih, najprej pogledamo (na oljekaz), ali je nivo olja v črpalci dovolj visok (normalna izguba olja skozi izpuh je 2 do 3 cm³ na m³ izčrpanega zraka pri atmosferskem tlaku.) Prav tako lahko po barvi ugotovimo njegovo čistost. Če je olje motno ali temno ali mlečne barve, ga moramo nemudoma zamenjati. Vizualno tudi lahko ugotovimo puščanje olja ob tesnilih, na ohišju, pogonski gredi, izpušni cevi in drugod. To pa je tudi vse, kar na črpalci lahko vidimo, ne da bi jo razdri. Predno se lotimo popraviljanja oz. odpiranja in odpravljanja napak, moramo črpalci izmeriti **končni tlak**. Za to moramo imeti merilnik delnega (parcialnega) tlaka (npr. vakustat ali McLeod, ki sta živosrebrna merilnika in merita končni tlak samo plinastega dela, medtem ko vodnih in drugih stisljivih par ne merita), ki je najbolj primeren za ugotavljanje dejanskega stanja črpalke. Če merimo celotni (totalni) tlak, tj. tlak vseh plinov in par (tudi vodnih, seveda) samo s Piranijevim vakuummetrom, pa ne moremo razlikovati oz. ugotoviti, ali je pokvarjena črpalca ali samo njeno olje. Najbolje je, da opravimo obe meritvi: z vakustatom izmerimo končni delni tlak, s Piranijevim vakuummetrom pa končni celotni (totalni) tlak. Če je razlika med obema meritvama velika (npr. delni tlak $1 \cdot 10^{-2}$ mbar, celotni pa $1 \cdot 10^{-1}$ ali več), potem je "krivda" za napako v olju, ki ga moramo zamenjati. Meritev končnega tlaka lahko opravimo le tako, da črpalco osamimo, tj., da z njene sesalne strani odstranimo vse priključke in ji pripojimo le merilnik oz. merilno glavo. Če pa ugotovimo, da je končni tlak nenormalno velik pri obeh načinih merjenja, potem je okvara taka, da bo potrebno poseči "v obisti" črpalke.

Praksa je pokazala, da lahko vse napake oz. okvare rotacijskih črpalk razdelimo v tri vrste: **lažje**, **srednje težke** in **težke**.

1. Lažje napake ali okvare

– *Premalo olja v črpalci.* Vzrok: poraba, puščanje. Odprava: doliti enako olje. Če gre za puščanje, najprej

zamenjamo okvarjeno tesnilo in šele nato napolnimo črpalco z oljem. Priporočamo novo olje.

- *Vlaga v olju.* Vzrok: črpanje vlage brez odprtega ventila za dodajanje zraka (brez "gasballasta"). Odprava: obvezno zamenjati olje. Pred tem izperemo ogreto črpalco z novim (enakim) oljem, tako da čr-pamo vsaj eno uro z odprtim "gasballast" ventilom, nato iztočimo olje ter črpalco napolnimo s svežim oljem.
- *Zamašena sesalna cev.* Vzrok: mehanski delci, nabrani na varovalni mrežici, vgrajeni v sesalni cevi črpalke. Odprava: temeljito očiščenje mrežice, uporaba ultrazvočnega čiščenja je priporočljiva.
- *Nezadostna napetost pogonskega jermena - zdrs* (pri črpalkah starejših letnikov). Vzrok: staranje, raztegnitev, naoljen jermen. Odprava: mehansko napenjanje oz. zamenjava klinastega jermena.

Pri vseh teh, t.i. lažjih okvarah, črpalke ni bilo potrebno odpirati, razen vijaka za doltitje in izlitje olj, ter v primeru menjave tesnil.

2. Srednje težke okvare

- *Uničen izpušni ventil oz. otrdel "gumijasti" izpušni ventil.* Vzroki: staranje gume oz. sintetičnega elastomernega materiala v olju pri povišani temperaturi. Kovinski ventil uničen zaradi korozije, loma, izjed itd. Odprava: zamenjava z novim. Če gre za "gumijasti" ventil (ploščica iz ploščate gume ali sintetičnega elastomernega materiala) si lahko za silo pomagamo s tem, da iz ploščate gume približno enake debeline izrežemo oz. oblikujemo nov ventil, ki pa seveda ne bo tako dolgo obstojen kot originalni, ki ga moramo naročiti pri proizvajalcu črpalke oz. pooblaščenem servisu. Pri tem naj pripomnimo, da je po naših izkušnjah **80% vseh možnih napak na izpušnih ventilih**. Napako smo ugotovili z merjenjem končnega tlaka, ki je nenormalno visok, npr. nekaj mbar. Črpalco moramo odpreti, vendar le toliko, da pridemo do izpušnega ventila. Rotorsko-statorskega dela črpalke ne odpiramo.
- *Zamašen ventil za dodajanje zraka.* Vzrok: zamašitev zaradi prašnih delcev. Odprava: čiščenje. Napaka se bolj redko pojavlja, predvsem pa v zanemarjenih laboratorijih in industriji.
- *Odrgnjena tesnilna površina sesalnega priključka ali razpokana tesnilka.* Vzrok: nestrokovno delo, stara tesnilka. Odprava: brušenje površine, odprava risov, odrgnin itd. Razpokano tesnilko zamenjamo z novo.
- Kvaliteto tesnilne površine ugotavljamo vizualno. Rise lahko odstranimo s primerno finim smirkovim

papirjem. Razpoka na tesnilki se navadno pokaže šele, če jo raztegnemo oziroma napnemo. Če razpoko ugotovimo, je najbolje, da tesnilko strgamo in odvržemo v smeti, sicer jo bomo skušali mi ali kdo drug še kdaj uporabiti, seveda brez uspeha.

3. Težke okvare - črpalka blokirana (se ne da zavrteti)

Vzroki:

- trdi delci prišli v črpalko, ker jih ni zaustavila uničena ali odstranjena mrežica v sesalni cevi
- zlom peres, ki potiskajo rotorske lopatice ob steno statorja
- blokiranje lopatic v utorih rotorja zaradi njihove neenakomerne obrabe
- črpalka brez olja.

Odrava:

Potreben je popoln servis, odprtje črpalke, popravilo, testiranje in meritev končnega tlaka, kar raje prepustimo serviserju.

Obstaja še vrsta drugih, manjših in manj pogostih napak, ki jih v tem prispevku ne navajamo, vendar se moramo zavedati, da je tudi črpalka stvar, ki jo je treba negovati in vzdrževati. Zato še nekaj kratkih nasvetov.

Negovanje in vzdrževanje črpalke

1. Zamenjava olja. Po predpisih proizvajalca, sicer po 100 urah delovanja, če je črpalka nova in po 500 urah, če je že utečena. Pri menjavi in izpiranju uporabite enako olje, črpalka pa mora biti pri tem ogreta.
2. Čiščenje površine. Odstranitev nečistoč (olje, ostružki jermena) na črpalki in okoli nje ter elektromotorja (predvsem ventilatorja in kanalov za zračno hlajenje).
3. Upoštevanje varnostnih predpisov. Jermen mora biti vedno pokrit z zaščitnim pokrovom, na njem pa označena smer vrtenja črpalke. Izvedena mora biti bimetalna zaščita elektromotorja.
4. Čiščenje mrežice v sesalnem priključku ter pregled tesnilke, tako kot smo že opisali.

Če boste pri črpalki opravili vsaj teh nekaj negovalnih in vzdrževalnih del, vam bo dolgo, pridno služila.

Dr. Jože Gasperič,
Institut "Jožef Stefan",
Jamova 39, 61111 Ljubljana

OBVESTILA

SLOVENSKO-MADŽARSKO-HRVAŠKO-AVSTRIJSKA ŠESTA ZDRUŽENA KONFERENCA in Tretje srečanje slovenskih in hrvaških vakuumistov, Bled, 4.-7. april 1995

SLOVENIAN-HUNGARIAN-CROATIAN-AUSTRIAN SIXT JOINT VACUUM CONFERENCE and Third Meeting of Slovenian and Croatian Vacuumlogists, Bled, 4.-7. april 1995

Na pobudo predstavnikov Društva za vakuumsko tehniko Slovenije in Društva za vakuumsko tehniko Hrvaške je bilo v Uppsali na Švedskem s predstavniki Madžarske in Avstrije dogovorjeno, da se združena vakuumaska konferenca treh dežel organizira aprila 1995 na Bledu. Pridružene članice, ki bodo na sami konferenci sprejete med polnopravne članice, so še Češka, Poljska in Slovaška.

Konferenco organizirajo Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije ter Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko. Pokrovitelj konference je Mednarodna zveza za vakuumsko znanost, tehniko in uporabo (IUVSTA - International Union of Vacuum Science, Technique and Applications).

Na konferenci bodo obravnavana naslednja področja:

- uporabna znanost o površinah
- materiali za elektroniko

- tanke plasti
- fizika plazme in plazemske tehnologije
- znanost o površinah
- vakuumaska metalurgija
- vakuumaska tehnika in pridobivanje vakuuma
- nanometrija.

Uradni jezik konference bo angleški. Na konferenci bodo govorni in posterski prispevki. V plenarnem delu bodo svetovno priznani strokovnjaki predstavili posamezna področja. Vabljeni so naslednji predavatelji: K. Wandelt (Nemčija), D.P. Woodruff (Velika Britanija), H. Oechsner (Nemčija), J. Greene (Švedska), J.E. Sundgren (Švedska), R.A. Langley (Avstrija), Genichi Horikoshi (Japonska), D.G. Bauer (Avstrija), E. Gornik (Avstrija), H. Störi (Avstrija), R. Dobrozemsky (Avstrija), L. Guzzi (Madžarska), M. Menyhard (Madžarska), L. Köver (Madžarska), K.P. Friedel (Poljska),

F. Vodopivec (Slovenija), B. Koroušič (Slovenija), B. Navinšek (Slovenija), B. Gumhalter (Hrvaška), N. Radić (Hrvaška) in U. Desnica (Hrvaška).

Vsa dela, ki bodo predstavljena, bodo recenzirana in objavljena v eni od svetovno priznanih znanstvenih revij. Vzporedno s konferenco bomo organizirali razstavo, kjer bodo proizvajalci vakuumske opreme lahko predstavili manjše eksponate.

Kotizacija za udeležence je 320 DEM, za študente 150 DEM in za enodnevno udeležbo 120 DEM v tolarški protivrednosti.

Poročilo o 45. posvetovanju o metalurgiji in kovinskih gradivih, 2. posvetovanju o materialih in 14. slovenskem vakuumskem posvetovanju

Tradicionalnemu posvetovanju o metalurgiji in kovinskih gradivih so se drugič zapored pridružili strokovnjaki, ki delajo na področju polimernih in keramičnih materialov, tankih plasti in površin ter vakuumske tehnike. Organizatorji združenega posvetovanja so bili: Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Kemijski inštitut, Institut "Jožef Stefan", Slovensko društvo za materiale, Slovensko kemijsko društvo: sekciji za keramiko in polimere ter Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije.

Na slavnostni otvoritvi je govoril minister za znanost in tehnologijo prof. dr. Rado Bohinc, ki je predstavil smerne raziskovalne politike in poudaril pomen aplikativnih raziskav in njihovo implementacijo v industriji.

V znanstvenem programu posvetovanja je 14 vabljenih predavateljev iz Nemčije, Italije, Francije, Avstrije, Madžarske, Slovaške, Češke, Hrvaške in Slovenije predstavilo pregledna dela s posameznih področij. Štirje vabljeni mladi raziskovalci pa so odprli posamezne sekcije in predstavili rezultate svojih doktorskih, magistrskih in diplomskih del. Vseh 39 mladih raziskovalcev je odlično predstavilo svoja dela, zato je bila komisija, ki je izbrala in nagradila najboljša dela iz posameznih sekcij pred resnično težko nalogo. Po

Vabimo vse strokovnjake, ki delajo na prej naštetih raziskovalnih področjih, da sodelujejo na konferenci. Drugo obvestilo z natančnimi navodili za izdelavo povzetkov, obvestilo o možnostih nastanitve in prijavnico dobite v tajništvu Inštituta za kovinske materiale in tehnologije, 61001 Ljubljana, Lepi pot 11 ali na Društvu za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61111 Ljubljana. Zdanji rok za oddajo povzetkov je 15. januar 1995; rokopise del, sprejetih v program, pa bo potrebno oddati na sami konferenci.

Dr. Monika Jenko

posameznih sekcijah so bili nagradjeni: (a) sekcija "Kovinski materiali in tehnologije": Darja Steiner Petrovič, IMT, Ljubljana in Tomaž Godicelj, Odsek za metalurgijo in materiale, FNT, Univerza v Ljubljani, (b) sekcija "Polimeri": Manica Ulčnik, Tehniška fakulteta, Oddelek za kemijsko tehnologijo, (c) sekcija "Vakuumska tehnika in tanke plasti": Maja Remškar, Institut "Jožef Stefan", Ljubljana, (d) v sekciji "Keramični materiali, steklo in ognjevarna gradiva" pa so nagradili vse nastopajoče z obrazložitvijo, da so bili vsi odlični.

Vsa druga dela, ki jih je bilo 114, pa so bila predstavljena v dveh posterskih sekcijah.

Predstavljena dela bodo recenzirana in objavljena v prvi številki znanstvene revije "Kovine, zlitine, tehnologije", ki bo izšla v letu 1995.

V splošnem bi lahko sklenili, da je bilo posvetovanje uspešno, v prihodnje pa si predvsem želimo več predavateljev iz industrije. Že zdaj pa vse strokovnjake s področja materialov vabimo k aktivnemu sodelovanju na naslednjem posvetovanju, ki bo, tako kot vsa doslej, v Portorožu od 4. do 6. oktobra 1995.

Dr. Monika Jenko

Spoštovani člani in prijatelji DVTS!

Tiste, ki še niste plačali članarine, želimo spomniti, da je treba do konca leta v Društvu za vakuumsko tehniko Slovenije obnoviti članstvo za preteklih 12 mesecev s plačilom članarine. Glede na plačano članarino se število članov v zadnjih letih približuje številki 150. Društvo deluje aktivno predvsem pri izobraževanju, publicistiki, mednarodnih stikih in strokovnih posvetovanjih. Standardni tečaj, ki jih razpišemo vsako leto vsaj dvakrat, so sedaj trije: Osnove vakuumske tehnike, Vzdrževanje vakuumskih naprav in Vakuumska tehnika za srednješolske predavatelje. Stalna, že vtečena posvetovanja potekajo vsako leto z Društvom za vakuumsko tehniko Hrvaške, izmenoma v Sloveniji in Hrvaški. Vsako jesen v Portorožu organiziramo posvetovanje skupaj s strokovnjaki za kovinske materiale in gradiva, polimere in keramiko. Lani je društvo izdalo knjigo o vakuumski tehniki za srednješolske predavatelje, letos pa je tik pred izidom brošura za vzdrževalce. Štirikrat letno izide revija Vakuumist, ki je v zadnjih letih prerasla

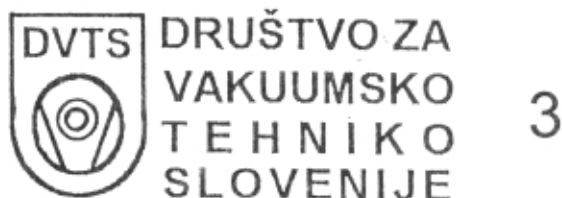
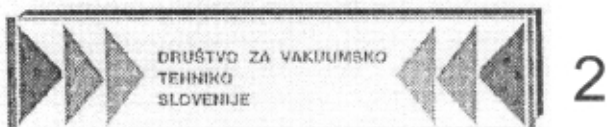
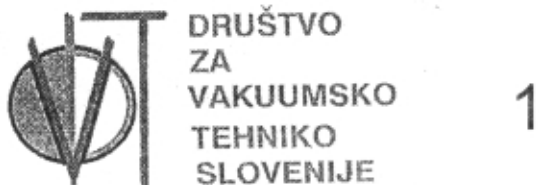
iz glasila društva v časopis za vakuumsko znanost, tehniko in tehnologije, vakuumsko metalurgijo, tanke plasti in plazmo. Dobiva jo vsak član društva, sponzorji in nekatere strokovne knjižnice (dve iz tujine). Z nekaj drugimi revijami imamo urejeno zamenjavo.

Društvo je aktivni član mednarodne zveze za vakuumsko tehniko IUVSTA, v domačem okolju pa pomaga združevati vodilne strokovnjake s številnih tehničnih področij in visokih tehnologij. Ker bomo na poti med bolj razvite brez dvoma tovrstnega interdisciplinarnega znanja potrebovali vedno več, je dejavnost našega kot tudi drugih strokovnih društev mladi državi zelo potrebna. Vabimo vas, da se včlanite oziroma da nadaljujete aktivno delovanje v DVTS in vam hkrati želimo sreče in obilo uspehov na vašem strokovnem področju v letu 1995.

Uredništvo

Obvestilo o rezultatih razpisa za oblikovanje grafične podobe DVTS

Komisija za izbiro grafične podobe DVTS vam predstavlja predloge za logo društva, ki so se uvrstili v ožji izbor. Komisija bo svojo dokončno mnenje podala do izida naslednje številke Vakuumista, v kateri bodo končni rezultati tudi objavljeni. Vabimo vse bralce, da nam posredujejo svoja mnenja o objavljenih predlogih in tako tudi sami sodelujejo pri izbiri.



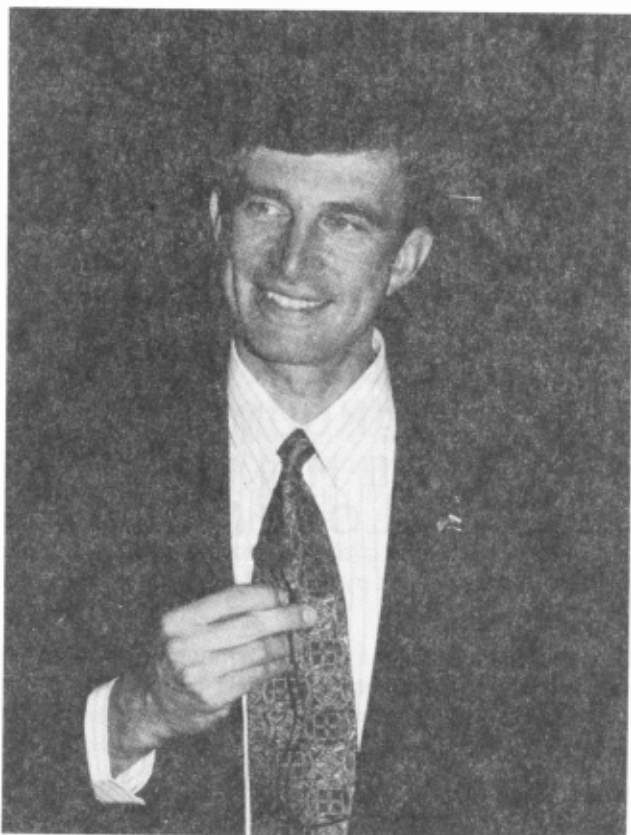
Obenem vas obveščamo, da bo komisija sprejemala predloge še do konca januarja 1995. Natančni pogoji razpisa so bili objavljeni v Vakuumistu št. 14/1, marec 1994.

Za komisijo:
T. B.

PROSIMO VSE NAROČNIKE, KATERIH NASLOV SE JE ZARADI SELITVE, PREIMENOVANJA ULIC ALI IZ DRUGIH RAZLOGOV SPREMENIL, DA NAM SPOROČIJO SVOJ TOČNI NASLOV, SAJ JIM LE TAKO LAHKO ZAGOTOVIMO REDNO DOSTAVO VAKUUMISTA.

Obisk dr. Ronalda M. Sege na Institutu "Jožef Stefan"

3. novembra je bil na obisku na Institutu "Jožef Stefan" **Ronald M. Sega**, prvi astronaut slovenskega rodu in



Dr. Ronald M. Sega (foto M. Smerke)

vodilni strokovnjak za vesoljsko vakuumistiko. V nabito polni predavalnici je imel predavanje z naslovom: "Terrestrial Research in Infrared Detection of Microwave Fields and Space Ultra-Vacuum Experience". Dr. Sega, ki je končal vojaško letalsko akademijo, magistriral iz matematike in doktoriral iz fizike in elektrotehnike, je od leta 1989 sodelavec Centra za aplikativne raziskave vesoljskega vakuuma (SVEC - Space Vacuum Epitaxy Center) na univerzi v Houstonu. Je eden glavnih raziskovalcev pri projektu, imenovanem "Wake Shield Facility", katerega cilj je proizvodnja izredno čistih polprevodnikov v ultravisokem vakuumu. Za februarski polet raketoplana Discovery so pripravili eksperiment, s katerim naj bi v vesolju ustvarili ultravakuum. Vakuum na višini, na kateri leti raketoplan, naj bi bil namreč veliko manjši od tistega, ki ga lahko ustvarimo v laboratoriju. Dr. Sega in sodelavci so izdelali svojo napravo tako, da je imela nosilna plošča obliko krožnika, ki naj bi bil postavljen pravokotno na smer gibanja plovila. Eksperiment naj bi potekal na hrbtni strani krožnika, kjer se zaradi velike hitrosti plovila ustvari dodaten vakuum (tako kot podtlak za hitro vozečim avtomobilom). Za krožnikom se na tak način ustvari ultravisoki vakuum, ki naj bi bil primeren za izdelovanje zelo čistih polprevodniških materialov. Med svojim poletom v vesolje pa dr. Sega eksperimenta ni končal, ker se je pokvarila mehanska roka, s katero naj bi prestavili napravo iz plovila na prosto. Dr. Sega je predavanje popestril s čudovitimi posnetki.

P.P.

Vsem bralcem Vakuumista želimo
SREČNO IN USPEŠNO NOVO LETO 1995!

Hkrati se vsem poslovnim partnerjem
zahvaljujemo za sodelovanje in zaupanje v letu 1994.

SCAN d.o.o.

BREG OB KOKRI 7, PREDDVOR
Te.: 064-45-383, Fax: 064-45-050

balzers

*Gas analysis
for quality assurance
and process control*

BasicCube



AutoCube



ThermoCube



VariCube



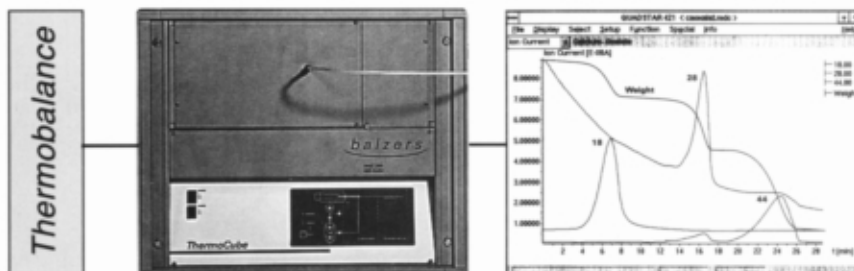
BioCube



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

e.g. TA/MS

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



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

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

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



PRODAJNI PROGRAM

Vakuumske črpalke:

- rotacijske vakuumske črpalke in pribor - eno in dvostopenjske, od 1 do 1200 m³/h
- Roots vakuumske črpalke od 150 do 13.000 m³/h
- črpalke z zapiralno loputo, eno in dvo-stopenjske, do 250 m³/h
- dvostopenjske membranske in ejetorske vakuumske črpalke
- difuzijske črpalke od 40 do 50.000 l/s
- turbomolekularne črpalke od 50 do 3.500 l/s in pribor
- sorpcijske črpalke, kriočrpalke, ionsko-getrske in sublimacijske titanske črpalke

vakuumski črpalni sistemi:

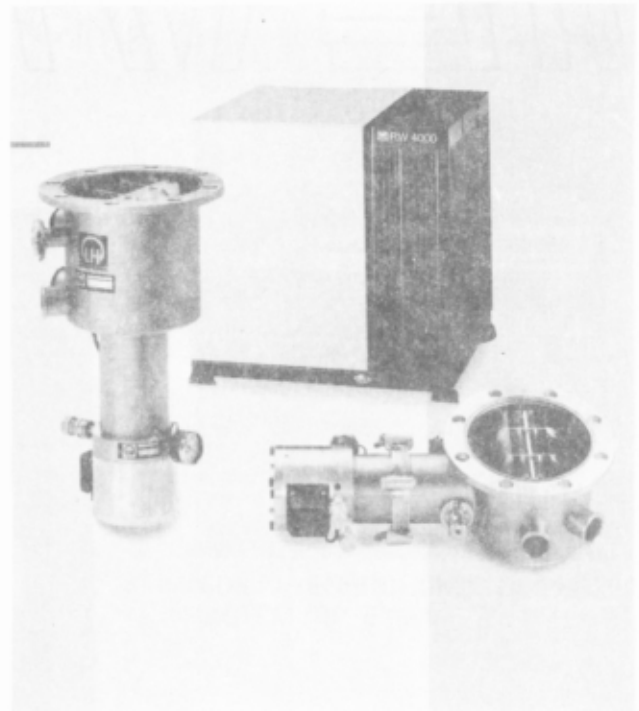
- za kemično in drugo industrijo

vakuumski ventili:

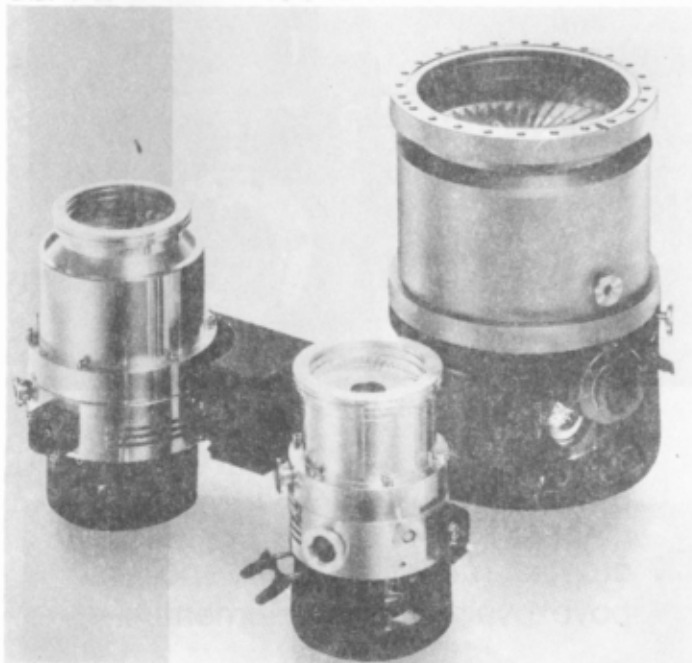
- pretočni ali kotni KF, ISO-K, ISO-F od 2 do 1.000 mm,
- loputni in UVV ventili

vakuumske prirobnice:

- serije KF, ISO-K, ISO-F in UHF, objemke in steklena okna



Kriočrpalke



Turbomolekularne črpalke

mehanske in električne prevodnice

merilniki vakuuma in kontrolni instrumenti:

- od 1.10⁻¹² do 2.000 mbar, absolutni ali merilniki delnih tlakov

procesni regulatorji

detektorji netesnosti (prepuščanja) in sistemi

- helijski, frigenški detektorji

masni spektrometri in pribor

- od 1 do 200 ame

IZDELAVA STROJEV IN TEHNOLOGIJE ZA:

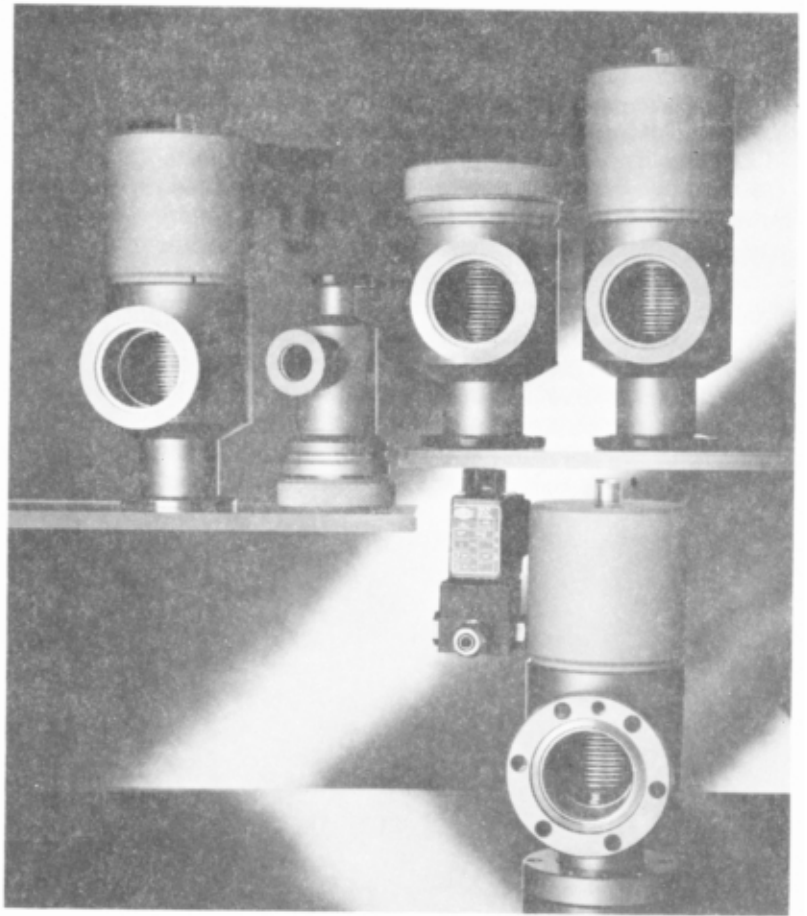
- skupina UB - trdi sloji, kondenzatorske in pakirne folije, naprevanje velikih površin, npr. steklo, naprevanje video in audio trakov, CD in video plošče, plošče za shranjevanje podatkov
- skupina UC - fina optika, očala (komponente - merjenje tankih plasti, elektronski topovi), LCD prikazalniki, okrasne tanke plasti, plasti za mikro-elektroniko, naprave za izdelavo kristalov
- skupina UM - vakuumske indukcijske peči (tudi za vlivanje), vakuumska metalurgija

ZASTOPSTVO IN SERVIS

MEDIVAK

MEDIVAK d.o.o., Šolska ulica 21, 61230 Domžale
Tel.: (061) 713-060, Fax: (061) 713 060

IEVT



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

IEVT

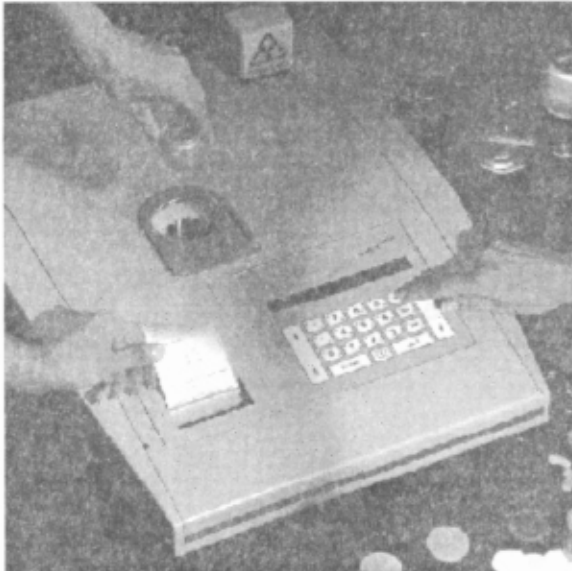
INŠTITUT
ZA ELEKTRONIKO
IN VAKUUMSKO
TEHNIKO p.o.

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



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

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



RENTGENSKA FLUORESCENTCA
TIP LAB-X³⁰⁰⁰ ZA KONTROLO KVALITE
(UPORABLJA RENTGENSKO CEV IN NIČ VEČ
IZOTOPOVI)

OXFORD



EDS - ENERGIJSKO DISPERZIVNI
SISTEM TIP EXL II



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

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



varian

vacuum products

Vakuumske črpalke:

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

UHV sistemi:

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

Vakuumski ventili:

- elektromagnetni ventili
- pneumatski ventili
- ročni ventili

Pribor za vakuumske sisteme:

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



Instrumenti za merjenje vakuuma:

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

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



Detektorji netesnosti (leak detectors):

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

Širok program detektorjev z mejami zaznavanja do $2 \cdot 10^{-11}$ cc/sek (helij).

ZASTOPSTVO:

 **MEREL** d.o.o.

Ob gozdu 25, Selnica ob Dravi

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

Mobitel: 0609/123-123

Fax: 062/671-037

Prodaja in servis tudi za naslednje firme:

 **ANTEK**[®]
INSTRUMENTS, INC.



VanKel



VWR Scientific

ZASTOPSTVO

AEG
OLYMPIA

Direktni uvoz nam je omogočil še bolj znižati cene **računskih, pisalnih in fotokopirnih strojev** vrhunske kvalitete. Po tako nizkih cenah jih na slovenskem tržišču še ni bilo. Redna preskrba z rezervnimi deli je zagotovljena.

2 leti garancije in lasten servis;
AEG OLYMPIA in **olivetti**



olivetti

Registrske blagajne,
računski in fotokopirni
stroji ter potrošni
material zanje po
izredno nizkih cenah.

SREČNO NOVO LETO!

TRGOVINA-SERVIS

KOTAR

SLOVENIJA, 61115 Ljubljana, Zihlerova c. 6
tel.: (386) 061/125-71-64, 125-72-20, 222-313



PC
KOTAR

- * računalniki
- * konfiguracije po vaših željah in potrebah
- * obnovljiva garancija na posamezne komponente

3 letna garancija

Samo najboljši analitski instrumenti so dovolj dobri za nas in naše stranke. Da so res najboljši, pove že njihova znamka, za njihovo uglasitev pa poskrbimo mi.

Področja uglašenosti naših inštrumentov

- biotehnologija
- atomska spektroskopija
- ICP
- ICP-MS
- upravljanje podatkov
- GC-IR
- FT-IR
- elementna analiza
- termična analiza
- LC
- LC-MS
- GC
- GC-MS
- UV/VIS
- fluorescenca



KemoAnalitika

družba z omejeno odgovornostjo
zastopstvo Perkin Elmer za Slovenijo
Štrekljeva 3
tel. 061 / 125 03 15, 061 / 125 11 05
fax 061 / 125 11 10