

# VAKUUMIST

GLASILO DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE

LJUBLJANA, december 92

ŠT. 29, 1992/4



***Srečno novo leto!***

## VSEBINA

- Metalurške zakonitosti vakuumske obdelave zlitin na osnovi niklja (B. Koroušič)

---

- Plazemsko čiščenje (M. Mozetič, M. Kveder)

---

- Izdelava optičnih vlaken po MCVD metodi (M. Kralj)

---

- Nanašanje tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS (B. Cviki)

---

- Olja za vakuumske črpalke (J. Gasperič)

---

- Pomen vakuumske tehnike v razvitih državah - Japonska (P. Panjan, J. Gasperič)

---

- Nasveti

---

- Društvene novice

---

- Obvestila

---

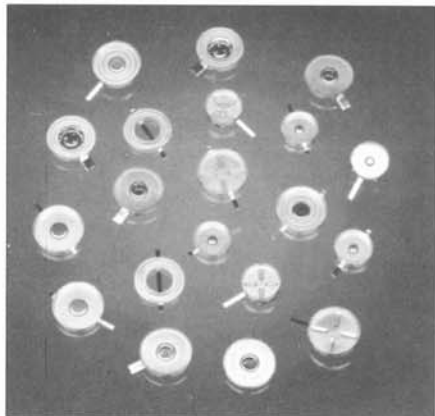
Slika na naslovni strani prikazuje več snopov optičnih vlaken, po katerih potuje svetloba. Optična vlakna so osnova sodobnih komunikacij in rabijo za prenos informacij na velike razdalje. V Sloveniji izdeluje optična vlakna Iskra Elektrooptika. Tovarna je ena izmed dvanajstih na svetu, ki imajo svoje tehnološko znanje za proizvodnjo vseh vrst optičnih vlaken. To jim omogoča nastop na mednarodnih trgih brez kakršnihkoli licenčnih omejitev.

- VAKUUMIST
- Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije
- Glavni in odgovorni urednik: Peter Panjan
- Uredniški odbor: Andrej Demšar, dr. Jože Gasperič (urednik za področje vakuumske tehnike in sistemov), dr. Bojan Jenko, dr. Monika Jenko (urednica za področje vakuumske metalurgije), dr. Alojzij Križman, mag. Miran Mozetič, mag. Vinko Nemanič, Marijan Olenik, Bojan Paradiž, Andrej Pregelj, dr. Vasilij Prešern, mag. Bojan Povh in dr. Anton Zalar
- Lektorja: dr. Jože Gasperič in mag. Bojan Povh
- Naslov: Uredništvo Vakuumista, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61000 Ljubljana, tel. (061)267-341
- Številka žiro računa: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, 50101-678-52240
- Grafična obdelava teksta: Jana Štrušnik
- Grafična priprava in tisk: Biro M, Žibertova 1, Ljubljana
- Naklada 400 izvodov

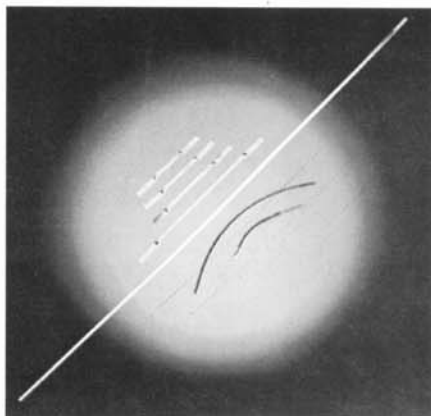
# SAES GETTERS

## Our Products for Your Applications

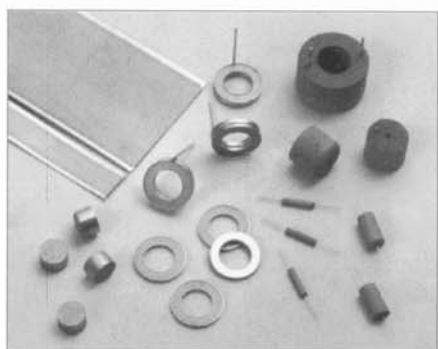
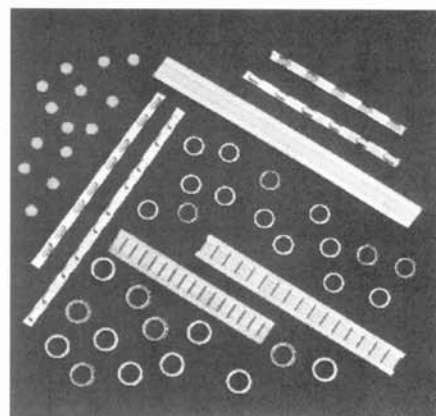
SAES Getters, the world leader in getter products, offers ultrahigh-vacuum capabilities for thousands of applications. Throughout the past 50 years, our expertise in special metallurgy has contributed to new products growth. These are the result of much research and development, employee dedication and diversification into new fields.



Barium getters for color picture, displays and receiving tubes



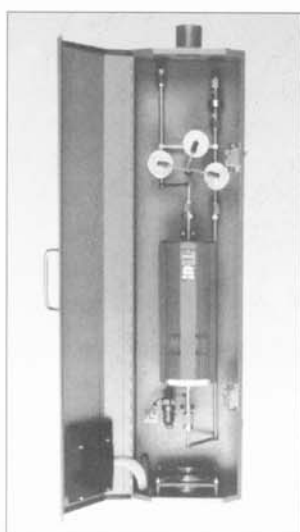
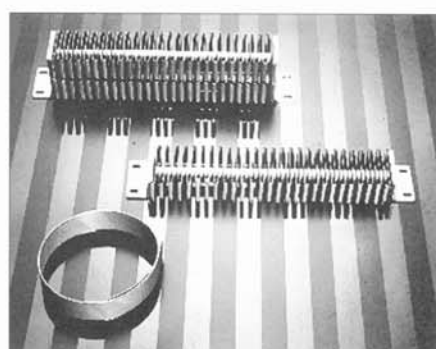
Mercury and alkali metal sources for photosensitive surfaces, plasma displays, fluorescent lamps, night vision devices



Non-evaporable getters (NEGs) for electron tubes, special lamps, vacuum insulation



NEG pumps and modules for fusion reactors, particle accelerators, tritium handling



Gas purifiers, ultrahigh-purity gas valves and manifolds, ultrasensitive gas analyzers for laboratory research, semiconductor processing and other ultraclean processes



Vacuum-insulated piping, cryogenic valves and components ▶



**SAES Getters S.p.A.**  
Head Office: Via Gallarate, 215  
20151 Milano, Italy  
Tel.: (2) 3020.1 (20 lines) - Telex: 331108  
Fax: (2) 3340.3636 - (2) 308.4524  
Factories: Milano - Lainate - Origgio

**FRANCE**  
SAES Getters France S.a.r.l.  
Tel.: (1) 4824.8696 - Fax: (1) 4824.1052

**GERMANY**  
SAES Getters Deutschland GmbH  
Tel.: (221) 44.3086 - Fax: (221) 441095

**UNITED KINGDOM**  
SAES Getters G.B. Ltd.  
Tel.: (734) 56.6856 - Fax: (734) 50.4074

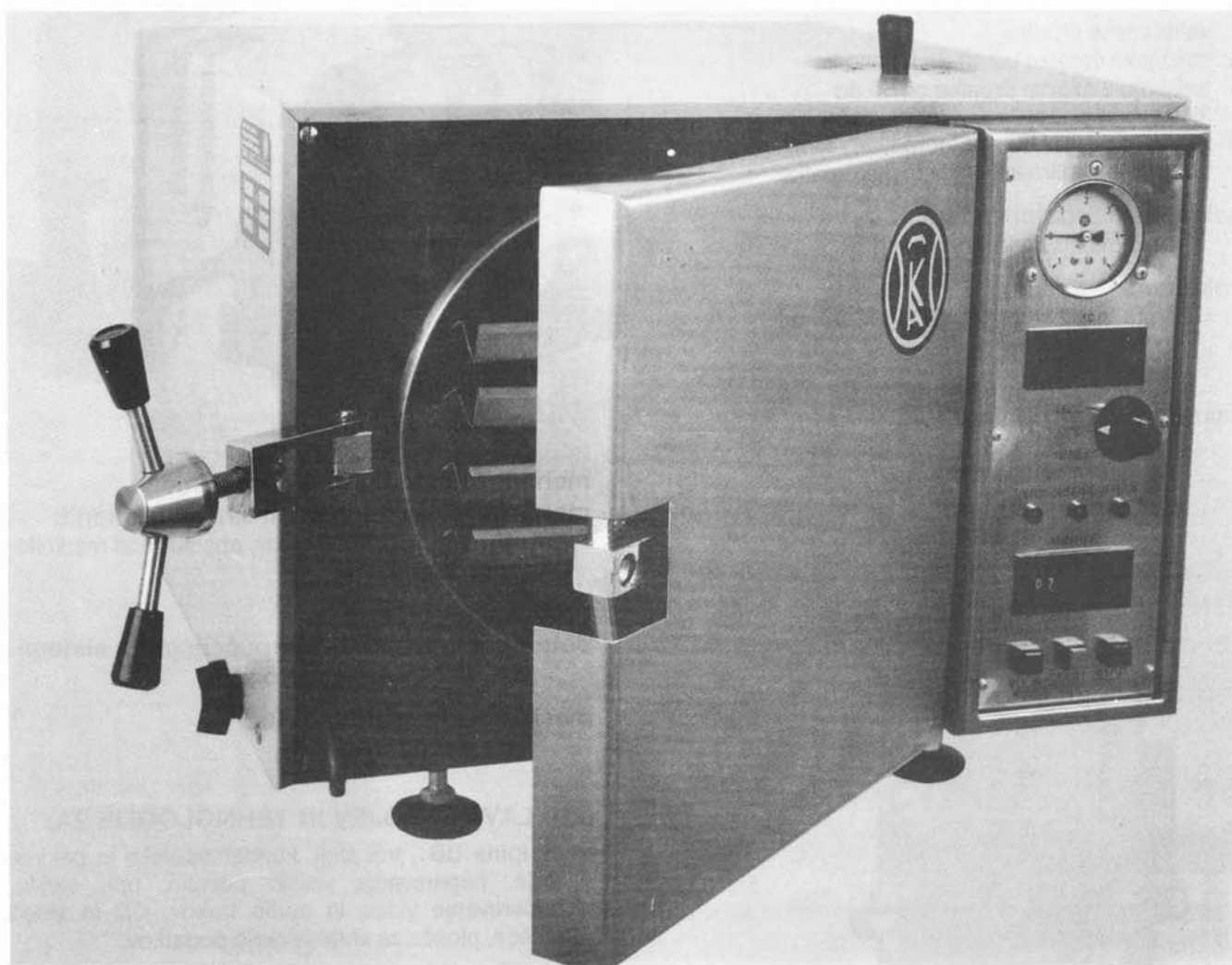
**saes®**  
**getters**



# Kambič

## Laboratorijska oprema

### Parni sterilizator



**Proizvodni program:** inkubatorji, sterilizatorji, sušilniki, avtoklavi, liofilizatorji, keramični mlini, naprave za vakuumsko destilacijo odpadnih emulzij, vakuumski sušilniki, zamrzovalne skrinje za ultra nizke temperature, vodne kopeli, ejektorske vakuumske črpalke, olja za pogon difuzijskih in rotacijskih vakuumskih črpalk.

#### **VAKUUMSKA TEHNIKA**

*Izdelava in servisiranje laboratorijske opreme*

**KAMBIČ ANTON**

Sela 4/A

68333 SEMIČ, SLOVENIJA

Tel., fax: 068/56-200



## PRODAJNI PROGRAM

### Vakuumske črpalke:

- ❖ rotacijske vakuumske črpalke in pribor - eno in dvostopenjske, od 1 do 1200 m<sup>3</sup>/h
- ❖ Roots vakuumske črpalke od 150 do 13.000 m<sup>3</sup>/h
- ❖ črpalke z zapiralno loputo, eno in dvostopenjske, do 250 m<sup>3</sup>/h
- ❖ dvostopenjske membranske in ejektorske 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:

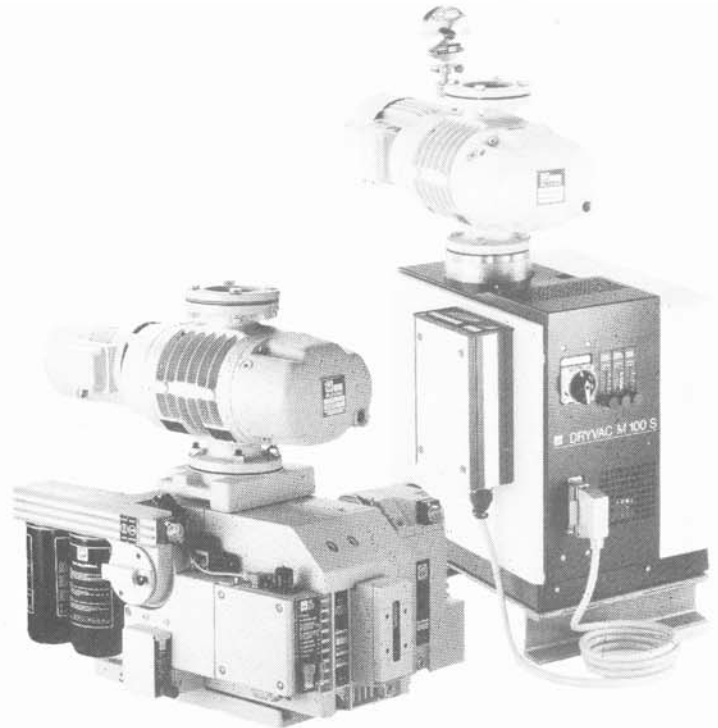
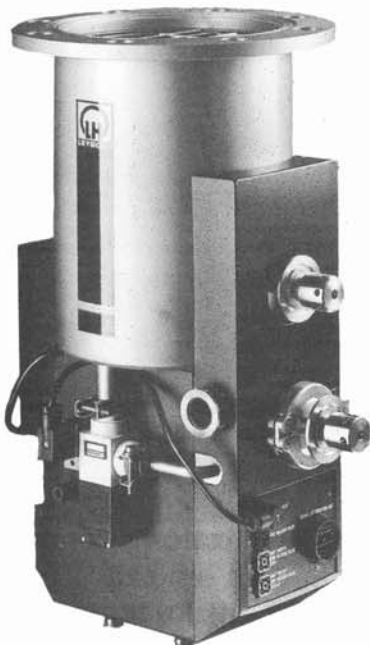
- za kemično in drugo industrijo

### 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



### mehanske in električne prevodnice merilniki vakuuma in kontrolni instrumenti:

- od 1.10<sup>-12</sup> do 2.000 mbar, absolutni ali merilniki delnih tlakov

### procesni regulatorji

### detektorji netesnosti (prepuščanja) in sistemi

- helijski, frigenjski detektorji

### masni spektrometri in pribor

- od 1 do 200 ame

### IZDELAVA STROJEV IN TEHNOLOGIJE ZA:

- ❖ skupina UB - trdi sloji, kondenzatorske in pakirne folije, naparevanje velikih površin, npr. steklo, naparevanje 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 mikroelektroniko, 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

## PRODAJA

# TEAM TRADE

Poštni naslov: TEAM TRADE,  
61241 Kamnik, p.p. 43, Slovenija

Pisarna: 61000 LJUBLJANA  
Cesta v Rožno dolino 42  
Telefon (061) 272-566  
Telefax (061) 263-143  
Račun SDK 50140-601-85343

**NDT - KONTROLA BREZ PORUŠITVE MATERIALA****OPTIČNA KONTROLA****- SCHOELY, ZRN, - KEYENCE, JAPONSKA**

- ⊗ ogledala in povečala, endoskopi in fibroskopi, foto in TV dokumentacija ter TV kontrola cevi
- ⊗ posebni prenosni aparati za optično kontrolo površine vseh vrst materialov s povečavo do 1000-krat (novo)

**Kontrola s penetrantskimi tekočinami****- HELLING, ZRN**

- ⊗ MET-L-CHEK rdeče-beli in fluorescentni penetranti
- ⊗ STANDARD CHEK penetranti, SUPER CHEK penetranti za visoke temperature, BY LUX penetranti
- ⊗ kontrolni etaloni in aparati, ročni, pol-avtomatski in avtomatizirani sistemi
- ⊗ UV luči za fluorescentno metodo

**Magnetna kontrola - HELLING, ZRN**

- ⊗ oprema za magnetiziranje, permanentni magneti, ročni elektromagneti, prenosne enote - do 4000 A
- ⊗ standardna stacionarna oprema in izdelava opreme po naročilu ter popolnoma avtomatizirana oprema
- ⊗ aparati za demagnetiziranje, kontrolni aparati in etaloni
- ⊗ sredstva za kontrolo: prahovi in suspenzije raznih barv in velikosti, UV luči za fluorescentno metodo

**Kontrola z vrtnčastimi tokovi - ROHMANN, ZRN****in ultrazvočna kontrola - PANAMETRICS, ZDA/ZRN**

- ⊗ prenosni aparati za kontrolo materialov, merilniki debelin materialov



- ⊗ visokofrekvenčni prenosni in stacionarni aparati, popolnoma avtomatizirani linijski sistemi
- ⊗ vse vrste sond in pribora

**Radiografska kontrola - ANDREX, DANSKA, - HELLING, ZRN, - GRAETZ, ZRN**

- ⊗ prenosni RTG aparati do 300 kV, stacionarni RTG aparati do 450 kV
- ⊗ aparati za gama-radiografijo IR 192, CO 60 in pribor, izotopska polnjenja IR 192, CO 60 in ostalo
- ⊗ radiografski pribor, aparati za pregled RTG filmov - iluminatorji
- ⊗ radiološka zaščita - dozimetri
- ⊗ konstrukcija in izdelava foto-RTG laboratorijev v vozilih, zabojnikih in drugih prostorih

**Industrijski RTG filmi in kemikalije - RAZLIČNI PROIZVAJALCI****Kontrola netesnosti / prepuščanja****- LEYBOLD, ZRN, - HELLING, ZRN**

- ⊗ helijski, freonski in ultrazvočni detektorji
- ⊗ s fluorescentnimi tekočinami

**Analize materialov****- SPECTRO, ZRN, - LEYBOLD, ZRN**

- ⊗ spektralne analize raznih vrst materialov:
  - optično emisijski spektrometri
  - rentgensko fluoroscentni spektrometri
- ⊗ masni spektrometri za analizo raznih vrst plinov
- ⊗ aparati za analizo tekočin in plinov
- ⊗ pribor

**Druge vrste NDT kontrole - HELLING, ZRN, - MES, HOČE, - TEMPIL DIVISION, ZDA**

- trdote, hrapavosti, izolacije, vlažnosti, kontrola kvalitete in namazanosti ležajev
- debelin in kvalitete premazov ter zaščit na kovinah
- temperature - TEMPILSTIK in digitalni merilniki - DRUGI MERILNIKI

**TEAM TRADE** d.o.o.

Poštni naslov: TEAM TRADE, 61241 Kamnik, p.p. 43, Slovenija

 Pisarna: 61000 LJUBLJANA  
 Cesta v Rožno dolino 42  
 Telefon (061) 272-566  
 Telefax (061) 263-143  
 Račun SDK 50140-601-85343

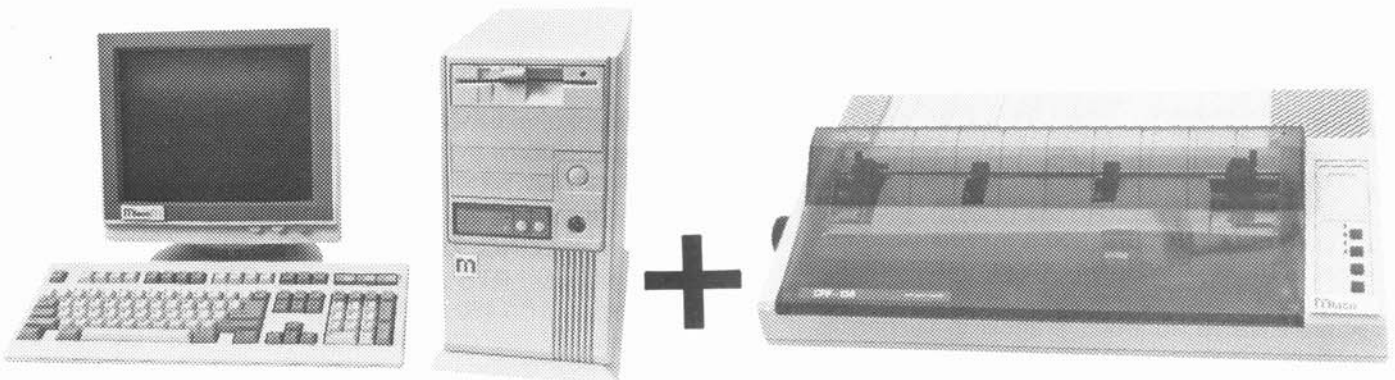


## MLAKAR & CO

Unterbergen 82  
A-9163 UNTERBERGEN I. Ros.  
AUSTRIJA  
Tel. 0 42 27/23 33, Telex 42 2749  
Fax 04227-2091

Prodaja računalnikov v kit izvedbi  
(po delih) in dopolnilne računalniške  
opreme. Za vse naprave ponujamo  
jamstvo, montažo in servis v Ljubljani,  
MLACOM, Koželjeva 6.

Za nasvet pri izbiri nas pokličite po telefonu ali zahtevajte ponudbo po telefaxu. Naša trgovina je v Avstriji ob glavni cesti proti Celovcu, 60 km od Ljubljane in 12 km od Ljubelja. Odprta je vsak dan od 9. do 18. ure, v soboto od 8. do 13. ure.



MLACOM vam poleg računalnika nudi bogat dopolnilni program dodatne opreme, ki jo potrebujete pri delu z računalnikom. V sodobno opremljenem servisu vam v najkrajšem času sestavimo računalnike ali odpravimo napake na računalnikih, monitorjih, napajalnikih, tiskalnikih in drugi opremi. Oglasite se pri nas vsak dan od 8. do 12. ure in od 13. do 17. ure ter vsako prvo soboto v mesecu od 8. do 13. ure.

## IZ NAŠEGA ŠIROKEGA PRODAJNEGA PROGRAMA:

### MLacoM Computer Classic

Classic je namenjen splošni uporabi. Predstavlja poceni, vendar zmogljiv računalnik na osnovi procesorja 268-16 MHz. Vsebuje 1 MB notranjega pomnilnika, 40 MB trdi disk in monokromatski monitor. Namenjen je vsakdanjemu računalniškemu delu, npr. po pisarnah za obdelavo tekstov, razpredelnic in baz podatkov. Zelo je primeren tudi za šolske ustanove.

### MLacoM Computer Business

Business je namenjen obdelavi večjih podatkovnih baz. Osnova je procesor 268-16. Vsebuje 2 MB notranjega pomnilnika, hitri trdi disk 130 MB in monokromatski monitor. Zaradi velikega in hitrega trdega diska je primeren predvsem za obdelavo večjih podatkovnih baz. Svetujemo ga npr. za fakturiranje, vodenje zaloga, knjigovodstvo itd.

### MLacoM Computer Rainbow

Rainbow je računalnik za tiste, ki se nočejo odpovedati barvam. Osnova je procesor 386SX-16 MHz. Vsebuje 2 MB notranjega pomnilnika, 40 MB trdi disk in VGA barvni monitor. Zelo je primeren za delo s programi, ki tečejo pod Windows.

### MLacoM Computer Publisher

Publisher je namenjen namiznemu založništvu. Osnova je procesor 386-33MHz s 64 KB Cache. Vsebuje 4 MB notranjega pomnilnika, koprocesor, trdi disk 107 MB in A4 17" monitor. Namenjen je vsem tistim, ki se ukvarjajo z namiznim založništvom.

### MLacoM Computer Graphic

Graphic je namenjen grafični obdelavi. Osnova je procesor 386-33MHz s 128 KB Cache. Vsebuje 8 MB notranjega pomnilnika, koprocesor, trdi disk 130 MB in 17" barvni monitor.

### MLacoM Computer Professional

Professional je računalnik za tiste, ki ne trpijo kompromisov in hočejo najboljše. Osnova je procesor 486-25MHz s 64 KB Cache in EISA vodilom. Vsebuje 8 MB notranjega pomnilnika, trdi disk 338 MB, barvni monitor.

### MLacoM Computer Server

Namenjen je kot server za postavitve mreže. Osnova je procesor 386-33MHz s 128 KB Cache. Vsebuje 8 MB notranjega pomnilnika, trdi disk 337 MB/10 MS SCSI (Novell predformatiran), NE-2000 kompatibilni mrežni adapter in monokromatski monitor.

Koželjeva 6, 61000 Ljubljana

Tel: 061-114-131

Fax: 061-114-350

**mlacom**  
MLacom d.o.o.



**OPREMA**, inženiring, zastopstvo, zunanja in notranja trgovina, d.o.o.  
61000 Ljubljana, Kolodvorska 7,  
tel.: 061 / 121-145  
fax.: 061 / 131-284

Pooblaščen prodajalec firme:



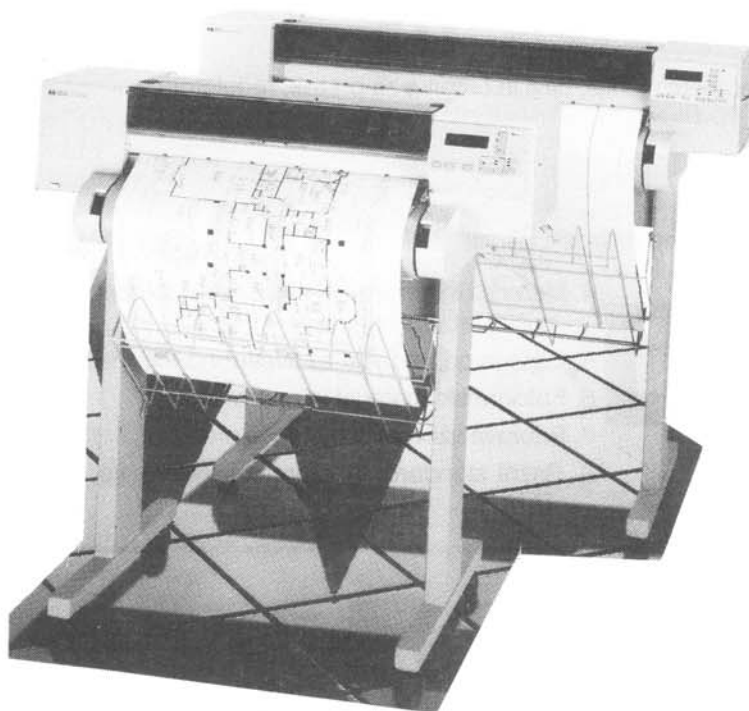
## PRODAJA RAČUNALNIŠKE OPREME SVETOVNE ZNAMKE "HEWLETT PACKARD"

### OSEBNI RAČUNALNIKI HP VECTRA:

- posamične delovne postaje (386s, 486s)
- delovne postaje za vgradnjo v mreže 386/N, 486/N)
- serverji (486/ST)
- delovne postaje, zlasti za delo s CAD/CAM (486/U)
- računalniške komponente za vgradnjo v PC-je in
- najrazličnejši SW programi

### TISKALNIKI IN RISALNIKI:

- LaserJet IIP Plus, IIIP, IIID, IIISi (300 dpi)
- LaserJet 4 (600 dpi)
- DeskJet 500, DeskJet 500C in 550C (300 dpi)
- PaintJet XL300
- Namizni peresni risalniki (barvni) A4, A3
- Stoječi peresni risalniki (barvni) do A0
- Stoječi inkjet risalniki DesignJet 600 dpi A1 in A0



### SKENERJI:

- ScanJet IIp (sivi odtenki)
- ScanJet IIc (barvni)

### ŽEPNI RAČUNALNIKI:

- Poslovni: 10B, 14B, 17BII, 19BII
- Tehniški: 20S, 32SII, 42S, 48S, 48SX
- Žepni PC: Palmtop 95 LX
- Infra rdeči tiskalnik

### POTROŠNI MATERIAL:

- Tonerji in tiskalne glave s črnilom
- Papir vseh vrst in dimenzij
- Peresa za risalnike itd.

### HP SERVIS V LJUBLJANI:

Celovška 73, 61000 Ljubljana



**SCAN d.o.o.**

**zastopstva, servisi  
trgovina, uvoz-izvoz**

tel. 064 - 45 383  
fax. 064 - 45 050



**Zastopamo svetovno znane proizvajalce:**

**JEOL Ltd., Japonska**

- vrstični elektronski mikroskopi - SEM
- presevni elektronski mikroskopi - TEM
- vrstični tunelski mikroskopi - STM

- Auger elektronski spektroskopi - AES
- valovno dolžinski spektrometri - WDS
- instrumenti za pripravo vzorcev - za SEM

**OXFORD INSTRUMENTS, Microanalysis Group,  
Velika Britanija (prej Link Analytical)**

- energijsko disperzivni spektrometri - EDS (kvalitativna in kvantitativna analiza elementov od B - U)
- analizatorji slike - zajem slike, obdelava, karakterizacija in kvantifikacija slike
- avtomatizacija mikroskopov

**GATAN Ltd., ZDA**

- različne vrste nosilcev za vzorce za vse tipe presevnih elektronskih mikroskopov
- instrumenti za pripravo vzorcev za TEM



- TV kamere in SSC kamere za TEM
- EELS - spektroskopija elektronskih energijskih izgub

**L'AIR LIQUIDE, Francija**

- proizvodi kriogene tehnike za laboratorije, industrijo, bolnice, biologijo, ...
- dewar posode raznih tipov in velikosti za shranjevanje, prenos in pretakanje tekočega dušika, helija, ogljikovega dioksida, argona in kisika
- razni dodatki - merilniki nivoja, alarmi nivoja, termometri, ventili, cevi in črpalke za pretok, regulatorji, ...



**SPI Supplies, ZDA**

- potrošni material za laboratorije, elektronsko in svetlobno mikroskopijo

1. Razne vrste pincet, škarij in drobno orodje
2. Mrežice za TEM, katode, zaslonke, vakuumsko olja in masti
3. Knjige s področja mikroskopije in spektroskopije



4. Materiali in kemikalije za čiščenje in osebno varnost v laboratoriju
5. Lupe in pripomočki za svetlobno mikroskopijo
6. Fotografski material in naprave
7. Priprava vzorcev v biologiji, medicini, ...
8. Razni standardi in vzorci za kalibracijo - SEM, TEM

**Se priporočamo!**

Informacije in prodaja:

SCAN d.o.o.,  
Breg ob Kokri 7  
64205 PREDDVOR  
Slovenija

tel. 064 - 45 383  
fax. 064 - 45 050

**BALZERS**

# YOUR PARTNER FOR ADVANCED VACUUM TECHNOLOGY

THE COMPLETE VACUUM SUPPLIER FOR:

- Vacuum components
- Vacuum plants for optical and electronical processes
- Thin film technology
- Helium leak detector for industrial production and quality control
- PVD Coating Service (TiN, TiCN, TiCrN)
- Preparation technology for Electron Microscopy
- Cleaning systems without fluid-hydro-carbon
- Gas analyser for quality and quantity measuring

Balzers Hochvakuum Ges. m. b. H.  
Diefenbachgasse 35  
A-1150 Wien  
Tel. (0222) 894 17 04, 894 17 05  
Telefax (0222) 894 17 07

# PERKIN ELMER

PERKIN ELMER je vodilni svetovni proizvajalec opreme za vse aplikacije kemijske analitike. Njihove vrhunske aparature poznajo in uporabljajo v laboratorijih skoraj vseh slovenskih tovarn s področja kemije, farmacije in prehranske industrije, ter v vseh pomembnejših zavodih in raziskovalnih institucijah.

**KemoAnalitika**, d.o.o. je ekskluzivni zastopnik in distributor firme PERKIN ELMER v Sloveniji. Mnogi strokovnjaki nas že dobro poznate, saj imamo v Sloveniji veliko zvestih in zadovoljnih uporabnikov naše opreme in servisnih storitev. Vse tiste, s katerimi pa se doslej še nismo imeli priložnosti seznaniti, pa vabimo, da nas pokličete in radi se bomo dogovorili za razgovor in predstavitev najsodobnejše opreme.

Dovolite, da vas opozorimo na nekaj pomembnih novosti v našem poslovanju:

- sistemska in tehnična podpora z našimi lastnimi slovenskimi strokovnjaki
- zaradi novih pogojev poslovanja smo uspeli znižati cene skoraj vsem aparatom, rezervnim delom in potrošnemu materialu
- vsa podpora pri uvoznih in drugih formalnostih, prodaja za tolarje



## **KemoAnalitika**

družba z omejeno odgovornostjo

R.D. V/24, 61000 Ljubljana

telefon 061/261 957

telefaks 061/261 537

# METALURŠKE ZAKONITOSTI VAKUUMSKE OBDELAVE ZLITIN NA OSNOVI NIKLJA

Dr. Blaženko Koroušić, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 61111 Ljubljana

## METALLURGICAL FUNDAMETALS OF VACUUM TREATMENT OF NICKEL BASED ALLOYS

### ABSTRACT

The continuously growing demand for better quality of special alloys (super-alloys) regarding cleanliness, low content of undesired gasses and traces elements as well as narrow analytical limits force the metallurgist to improve the existing and to develop new technologies.

By production of sophisticated alloys, such as nickel based superalloys, very high degree of cleanliness and structural homogeneity is necessary. This is achieved today with different vacuum melting process as vacuum induction melting (VIM).

VIM-technology is indispensable for manufacture of superalloys, which must be melted under vacuum because of their reactivity with atmospheric oxygen and nitrogen. The process is suitable for the production of high purity metals and alloys under oxygen free atmosphere. This limits the formation of non-metallic oxide inclusion. The removal of undesirable volatile elements, such as Sb, Te, Se, Bi, Pb in the vacuum induction furnace is of considerable practical importance. These elements must be held to very low concentration to avoid the risk of premature part failure, such as jet engine parts.

### POVZETEK

Naraščajoče zahteve po boljši kvaliteti specialnih zlitin (superzlitin) glede čistote, nižje vsebnosti nezaželenih plinov in spremljajočih elementov, kakor tudi ožjih analitskih mej, sili metalurge, da izboljšujejo obstoječe tehnologije in razvijajo nove.

Pri izdelavi zahtevnih zlitin, kot so tiste na osnovi niklja, so zahteve po čistoti in strukturni homogenosti izredno ostre. To je danes mogoče doseči le z uporabo različnih vakuumskih talilnih postopkov v vakuumski indukcijski peči (VIM).

VIM-tehnologija je nujno potrebna pri super zlitinah, ki se lahko izdelujejo le pod vakuumom zaradi njihove reaktivnosti s kisikom in dušikom iz zraka. Proces je zelo primeren za proizvodnjo zelo čistih kovin in zlitin v odsotnosti od kisika v atmosferi. Vakuum onemogoča tvorbo nekovinskih vključkov. Odstranjevanje nezaželenih, lahko izparljivih elementov, kot so: Sb, Re, Se, Bi, Pb ima v vakuumski indukcijski peči velik praktični pomen. Vsebnost teh elementov mora biti čim nižja, ker se tako zniža riziko za poškodbe vitalnih delov, kot so npr. elementi za reaktivne motorje.

## 1 UVOD

Uporaba vakuuma pri izdelavi kovinskih materialov, zlasti zlitin železa, je že dalj časa znana. V začetku razvoja vakuumske tehnologije je bil namen metalurgov, da pri nižanjem tlaku "pospešijo" reakcijo odstranjevanja vodika iz taline in šele kasneje je postalo jasno, da lahko z vakuumsko obdelavo povečamo tudi hitrost drugih reakcij, tvorbo CO (razogljčenje), odpravo nekovinskih vključkov in drugo.

Vakuumska tehnologija se je začela uporabljati pri izdelavi specialnih zlitin na osnovi niklja med II. svetovno vojno s razvojem zlitin za delo pri visokih temperaturah (razvoj reaktivnih letal v Nemčiji in Veliki Britaniji). Raziskave s taljenjem specialnih zlitin na osnovi

Ni + Cr (Nimonic, Inconel, Udimet) so pokazale, da prisotne elemente Ti in Al (ki močno prispevajo k povečanju trajnosti mehanskih lastnosti pri temperaturah nad 800°C) ni mogoče kontrolirati v prisotnosti zračne atmosfere. Celotni razvoj se je usmeril v vakuumsko taljenje in vlivanje, kar je bistveno prispevalo k nadaljnjem razvoju letalske in vojaške tehnike. Uporabne temperature so se prvič približale magični meji 1000°C.

Celotni nadaljnji razvoj je zaznamovan s to revolucionarno spremembo tehnološke smeri in kasnejši skoki (odkrite usmerjene kristalizacije, vodno hlajene lopatice, ...) so bili le biseri v nizu razvojnih možnosti, ki so se odprli z uporabo vakuuma.

## 2 POTEK REAKCIJ IN PRENOS SNOVI V VAKUUMU

Uporaba vakuuma v metalurški praksi sloni na reakcijah, ki so odvisne od tlaka, kot je odprava vodika, kombinirana reakcija razogljčenja (odprava ogljika) in dezoksidacija (odprava kisika) ter reakcija razdušičenja taline (odprava dušika). Osnova teh reakcij je tki. SIEVERTSOV ZAKON:

$$X_2 = [X] \quad (1)$$

oziroma njegova termodinamična interpretacija:

$$a_X = k_X \sqrt{p_{X_2}}, \quad (2)$$

kjer pomeni:  $X_2$  = plinska faza ( $H_2$ ,  $N_2$ ,  $O_2$ )

$a_X$  = aktivnost raztopljene snovi v talini (H, N, O)

$k_X$  = konstanta, odvisna od temperature, pogosto tudi od sestave taline

Za tekoči nikelj veljajo pri temperaturi 1500°C naslednje vrednosti /1/:

$$a_{[H]} = 0,0038 \sqrt{p_{H_2}} \quad (3)$$

$$a_{[N]} = 0,0013 \sqrt{p_{N_2}} \quad (4)$$

$$a_{[O]} = 140 \sqrt{p_{O_2}} \quad (5)$$

Maksimalna vsebnost kisika v Ni-zlitinah je omejena s tvorbo oksidov. V čistem niklju, ki ga talimo na zraku, bo v kratkem času prišlo do tvorbe oksida po reakciji:



za katero termodinamična analiza pokaže, da je maksimalna topnost kisika določena z enačbo /2-6/:

$$\log [\%O]_{\max} = \frac{10270}{T} + 5,40 \quad (7)$$

kar pomeni, da je pri  $T = 1500^{\circ}\text{C}$ :

$$[\%O]_{\max} = 0,4$$

Če se povrnemo k enačbi (5), lahko izračunamo, da je ravnotežni tlak kisika  $p_{\text{O}_2} = 1,51 \times 10^{-5}$  bar.

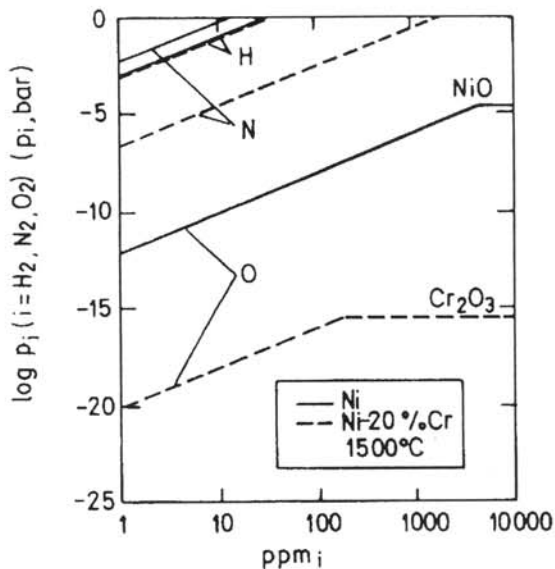
Če talina vsebuje poleg niklja tudi določeno vsebnost kroma (tipične zlitine Ni + 20% Cr), potem max. topnost kisika ne diktira več reakcija (6) temveč reakcija (8)



Pri termodinamični analizi te reakcije ugotovimo, da velja:

$$\log a_{[\text{O}]} = -2/3 \log a_{[\text{Cr}]} - \frac{16311}{T} + 6,103 \quad (9)$$

Ne da bi se spuščali v podrobnosti, lahko zapišemo, da bodo zlitine Ni-Cr z 20% Cr imele max. topnost kisika pri tvorbi  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  oksidne žilindre in temperaturi  $1500^{\circ}\text{C}$  okrog  $[\%O]_{\max} = 0,0060$ , kar je 60-krat nižja vrednost kot pri čistem Ni /7-10/. Z drugimi besedami, če želimo preprečiti oksidacijo kroma v specialnih zlitinah potem moramo zagotoviti delni tlak kisika cca.  $10^{-13}$  bar, ( $= 10^{-10}$  mbar). Podobno analizo lahko izdelamo tudi za vodik in dušik. Na sliki 1 so prikazani odnosi za vse tri pline za nikljeve zlitine pri temperaturi  $1500^{\circ}\text{C}$ .



Slika 1. Odvisnost parcialnega tlaka  $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$  in  $\text{O}_2$  od vsebnosti raztopljenih plinov v čistem niklju in Ni-Cr-zlitinah [2]

Kinetika odstranjevanja posameznih plinov iz taline pri delu v vakuumu, reda velikosti 1-2 mbar, ni odvisna samo od termodinamičnih temveč predvsem kinetičnih razmer.

Čas, ki je potreben, da se doseže ravnotežna vsebnost, je določen s kinetiko masnega prenosa med talino in vakuumom.

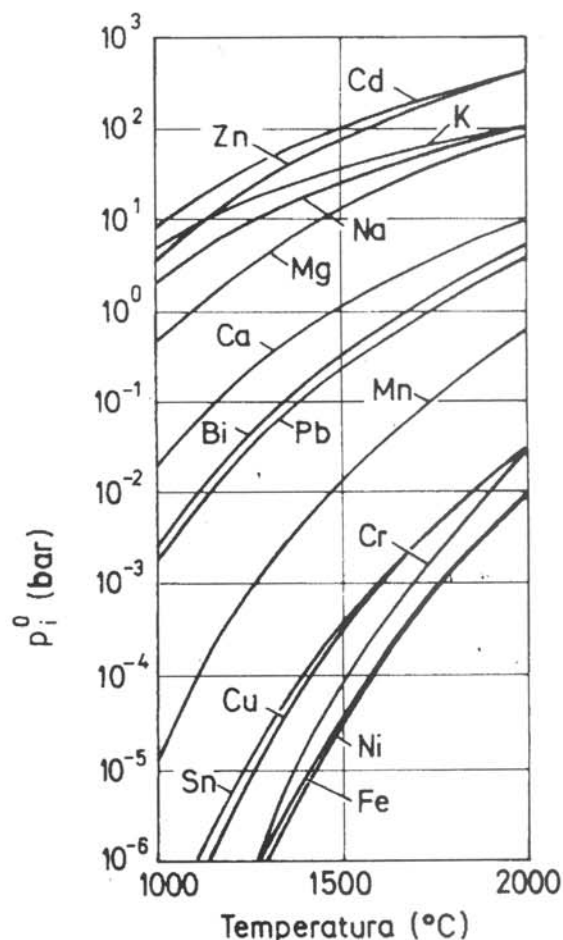
Splošna enačba, ki popisuje ta mehanizem, se glasi:

$$\frac{dc}{dt} = -k \frac{A}{V} (C - C_{\text{eq}}), \quad (10)$$

če so reakcije razplinjanja kontrolirane z difuzijo.

Hitrost odprave plinov je torej tem večja, čim višja je vrednost masnega koeficienta  $k$ , razmerja površine proti prostornini taline in čim večja je gonilna sila  $C - C_{\text{eq}}$ , tj. razlika med dejansko in ravnotežno vsebnostjo elementa, raztopljenega v talini.

Praktične izkušnje so pokazale, da ima pri nizkih tlakih ključno vlogo hitrost difuzije v tekoči fazi. Da bi se pospešila hitrost odprave elementov iz taline, se je pokazala kot zelo učinkovita metoda vpihovanja nevtralnega plina vanjo v vakuumu. S tem se znatno



Slika 2. Parni tlaki nekaterih elementov v odvisnosti od temperature

poveča razmerje  $A/V$  (površina/prostornina) zaradi tvorbe plinskih mehurčkov. Med pihanjem inertnega plina rastejo mehurčki med potovanjem skozi talino zaradi padajočega ferostatičnega tlaka. Del plina, raztopljenega v talini, prehaja tudi v mehurčke, kar ima pozitiven efekt pri čiščenju taline.

Velik vpliv na koeficient masnega prenosa  $k$  ima prisotnost površinsko aktivnih elementov (O, S, Se, Te). To se je pokazalo zlasti pri mehanizmu odstranjevanja dušika iz taline. Čim nižja je bila vsebnost kisika in žvepla, tem večja je bila hitrost odprave dušika. Podoben pojav povzroča izparevanje nekaterih elementov v vakuumu, na primer mangana, ki še dodatno prispeva k zniževanju temperature površine. Zato je potrebno vzeti v poštev selektivno izparevanje elementov, zlasti tistih, ki imajo visok parni tlak (glej sliko 2).

Ta pojav ima tudi pozitiven učinek, saj vodi do odstranjevanja zelo škodljivih primesi, kot so Bi in Pb, pri izdelavi specialnih nikljevih zlitin.

### 3 SKLEPI

Vakuumsko taljenje specialnih zlitin na osnovi niklja je danes edina tehnološka pot, ki zagotavlja vrhunsko kvaliteto izdelkov in racionalno legiranje dragih kovinskih dodatkov.

Danes je to tudi edina metoda, ki omogoča učinkovito odpravo škodljivih primesi, ki jih prinašajo vložni materiali, kot so Bi, Pb, Ag itd. Za bizmut je ugotovljeno, da njegova prisotnost v mejah 0,5 ppm (500 mg v 1 toni) vodi do občutnega poslabšanja mehanskih lastnosti.

Uporaba vakuumskih metod se je razširila od taljenja tudi na vakuumsko vlihanje in v zadnji fazi še na postopke usmerjene in monokristalne kristalizacije (kot so lopatice reaktivnih motorjev).

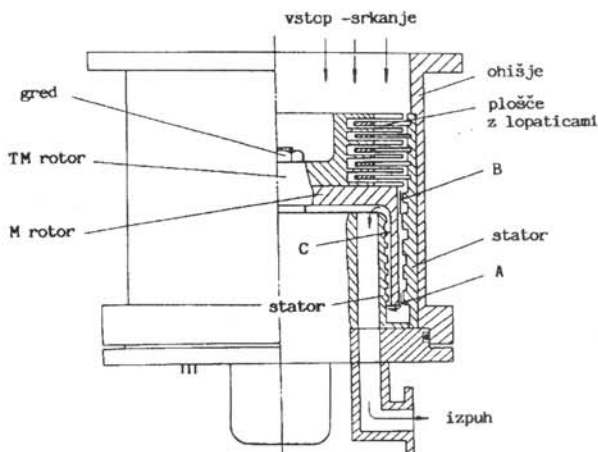
Nadaljnji razvoj vakuumske tehnologije gre v smeri izboljšav obstoječih tehnoloških faz, zlasti globljega poznavanja mehanizmov odprave škodljivih primesi, toplotnih učinkov v vakuumu in vpliva čistote vložnih materialov, obloge in inertnih plinov na kontrolo procesa taljenja in kristalizacije v vakuumu.

### LITERATURA

- /1/ Sigworth G.K., J.F. Elliott, G.Vaughn, G.H. Geiger, The thermodynamics of dilute liquid Nickel Alloys, The Metallurgical Society of CIM Annual Volume (1977) 104-110
- /2/ Janke D., Metallurgical Fundamentals of vacuum treatment of molten steel and nickel-base alloys. In Proceed, Special Melting and Processing Technologies, San Diego, California, April 11-15, 1988, 272-292
- /3/ Batteridge W., J. Heslop, The Nimonic alloys, II. edition (1974); Schlatter R., Seminar o vakuumski indukcijski peči (maj 1989)
- /4/ Pridgeon J.W., F.N. Damara, J.S. Huntington, W.H. Sutton, Principles and Practices of Vacuum Induction Melting and Vacuum Arc Remelting, Superalloys - Source Book 1984
- /5/ Grigorian V., L.Beljančikov., A.J. Stomahin, ' Theoretical principles of electric steelmaking (Trans. from Russian) 1983, 110
- /6/ Koroušič B., A. Rozman, Tehnologija izdelave Cr-Al in Cr-Ni zlitin za grelnne elemente po VOD in VAD postopku, Poročila Metalurškega inštituta v Ljubljani, december 1986 (N. 86-008)
- /7/ Schenck H., M.G. Froberg, E.Steinmetz, Arch. Eisenjuttanwes., 1963, Bd. 34, No. 1
- /8/ Kulikov I.S, Raskislenie metallov, Moskva, Metallurgija (1975) 292-297
- /9/ Elliott J.F., Gleiser M., Ramakrishna V., Thermochemistry for steelmaking, Vols 1-2, Addison-Wesley Publ. Co., Reading 1962-63
- /10/ Fischer W.A., D. Janke, Metallurgische Elektrochemie, Verlag Stahl u. Eisen, Düsseldorf (1975)

## Novo pri turbomolekularnih črpalkah

Proizvajalci turbomolekularnih (TM) črpalk ne mirujejo. Od iznajdbe leta 1957 (Becker) se je vrtilna hitrost povečala od 10000 na 90000 obratov na minuto. Ni še



Kitajska turbomolekularna črpalka novega tipa

povsem končano osvajanje še boljšega vležajenja rotorja (magnetno lebdenje rotorja in kontrola z elektromagnetnimi senzorji, keramičnimi ležaji), že se preizkušajo možnosti zvišanja predtlaka oziroma uporabe preprostejše predčrpalke s slabšim končnim vakuumom. Pojavljajo se izvedbe z membransko ali grafitno rotacijsko predčrpalko ali njih kombinacije, kar je smiselno, saj k brezoljni TM črpalki spada tudi brezoljna predčrpalka (primer: Alcatel-ov agregat Drytel ali Danielsonov Tribodyn). Slika prikazuje kitajsko izvedbo TM črpalke novega tipa, kjer je klasični rotor z lopaticami spodaj podaljšan v molekularno (M) črpalko s spiraliziranim bobnom. Dodatna reža na notranji strani rotorja podaljšuje pot in tako ojača črpanje plinov; zaobrnitev poti (pri A) tudi zmanjšuje povratno puščanje plinskih molekul. Zračnost med statorjem in rotorjem (B,C) je 0,35 mm. Opisana hibridna črpalka se vrti z 18000 obrati na minuto, deluje v območju od 500 do  $10^{-6}$  Pa, črpalna hitrost je cca 400 l/s, medtem ko je maksimalno kompresijsko razmerje za vodik večje od 4000.

Andrej Pregelj, dipl.ing.

# PLAZEMSKO ČIŠČENJE

Mag. Miran Mozetič in Miha Kveder, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko,  
Teslova 30, 61111 Ljubljana

## DISCHARGE CLEANING

### ABSTRACT

The technology of the discharge cleaning of inner walls of vacuum devices is described.

### POVZETEK

Prikazujemo tehnologijo plazemskega čiščenja notranjih površin vakuumskih naprav.

## 1 Uvod

Sodobni tehnološki procesi, ki se odvijajo v vakuumskih sistemih, zahtevajo izredno čistost površin. V mnogih primerih želimo, da je površina atomsko čista, kar pomeni, da na njej ni tujih atomov. Popolne atomske čistosti površine seveda v praksi ne moremo nikdar doseči. Vendar pa s sodobnimi metodami čiščenja v visokovakuumskih sistemih lahko dosežemo takšno čistost površine, da je gostota tujih atomov na površini več velikostnih redov manjša od gostote atomov, ki sestavljajo originalno površino materiala. Takšno površino v praksi imenujemo atomsko čisto. Takšno atomsko čistost površine npr. zahtevamo pri končnem črpanju elementov, ki za pravilno delovanje zahtevajo trajen visoki vakuum, ali pa pri površinah, ki so pripravljene za depozicijo raznih plasti.

Včasih se zadovoljimo že s tem, da površina sicer ni atomsko čista, pač pa zahtevamo, da je koncentracija nekaterih vrst nečistoč zelo majhna. Pogosto se želimo znebiti korozivnih elementov, npr. kisika, vode, klora in žvepla, toleriramo pa druge vrste tujih atomov, npr. vodik.

V obeh primerih se moramo lotiti čiščenja površin. V nadaljnjem besedilu predstavljamo nekatere metode, ki se standardno uporabljajo za čiščenje površin v vakuumu, s poudarkom na plazemskem čiščenju.

## 2 Nečistoče na površinah

Površine elementov, ki jih vgradimo v vakuumski sistem, nikdar niso čiste. Najmanj, kar lahko vedno pričakujemo, je tanka plast adsorbiranih molekul plinov, ki tvorijo atmosfero. Le-te so lahko na površini fizisorbirane, kemisorbirane ali kondenzirane. Pogosto najdemo na površinah še molekule organskih snovi, tanke plasti oksidov pa tudi žveplo in klor. Predvsem slednji je izredno škodljiv, saj zaradi majhne velikosti atoma zlahka prode v notranjost kovine in katalizira oksidacijo nekaterih kovin.

## 3 Nekateri postopki čiščenja

### 3.1 Temeljno čiščenje

Preden se lotimo vgradnje elementov v vakuumski sistem, jih je treba grobo očistiti. To storimo običajno z mehanskim čiščenjem in kemijskim poliranjem. Za različne materiale obstajajo mnogi recepti za kemijsko

poliranje /1/. Bakrene elemente npr. dobro očistimo v mešanici kislin (33 ut. % dušikove kisline, 33 ut. % ortofosforne kisline in 33 ut. % ledocetne kisline).

### 3.2 Prežarevanje v kontrolirani atmosferi

Naslednji postopek čiščenja, ki se standardno uporablja za pripravo elementov, ki jih vgradimo v vakuum, je prežarevanje v kontrolirani atmosferi. Na površinah mnogih kovin je v splošnem prisotna plast oksidov, v kateri tipično najdemo tudi ogljik, klor in žveplo. Večino teh nečistoč lahko odstranimo z izmeničnim prežarevanjem v oksidativni (kisik ali dušikov oksid) in reduktivni (vodik) atmosferi. Dolžina čiščenja, tlak plina in temperatura, pri kateri čiščenje poteka, so odvisni od vrste materiala, debeline plasti nečistoč in posebnih zahtev. Natančni podatki za parametre čiščenja so zbrani v literaturi /2/. Žal je v mnogih primerih nepraktično menjavati oksidativno in reduktivno atmosfero, zato smo na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko v Ljubljani našli dokaj uspešen recept za poenostavitev procedure. Elemente namreč prežarevamo v vlažnem vodiku. Vodik je reduktivna atmosfera in dobro reagira z oksidnimi plastmi, kisik iz vode pa oksidira trdovratne ogljikovodike. Prežarevanje v kontrolirani atmosferi ima še eno dobro lastnost: pri visoki temperaturi popustijo morebitne napetosti v materialih, kar je še posebej pomembno za materiale, ki jih uporabljamo pri spojih steklo - kovina in keramika - kovina.

### 3.3 Čiščenje v vakuumskem sistemu

Ko smo elemente grobo očistili in jih prežarili v kontrolirani atmosferi, jih lahko vgradimo v visokovakuumske sisteme. Žal elementi še vedno niso niti približno atomsko čisti. Brž ko jih vzamemo iz peči, se na njih adsorbirajo plini, površinska plast mnogih kovin pa se v kratkem času oksidira. Prej opisani metodi sta torej uspešni zgolj kot predpriprava površin. Sedaj je na vrsti čiščenje v samem vakuumskem sistemu (postopek *in situ*). Postopki čiščenja v vakuumskem sistemu so v grobem trije: pregrevanje v visokem vakuumu, kemijski in fizikalni postopki.

### Pregrevanje v vakuumu

Kot smo že omenili, je na površinah elementov, ki so vgrajeni v vakuumski sistem, plast adsorbiranih atomov ali molekul. Fizisorbirane molekule zlahka odstranimo z razmeroma kratkotrajnim črpanjem v visokem vakuumu pri sobni temperaturi. Karakteristični čas desorpcije fizisorbiranih plinov je nekaj sekund ali kvečjemu minut (odvisno od razmerja med efektivno črpalno hitrostjo in notranjo površino sistema).

Kondenziranih nečistoč na površini (predvsem vodna para) navadno ne moremo odstraniti v doglednem času zgolj s črpanjem. Površine elementov moramo med črpanjem pregrevati. Sodobni vakuumski sistemi

so pregreveni do 400°C, kar pomeni, da se karakteristični čas desorpcije skrajša za velikostni red. Desorpcija plinov je prav tako dobro razložena v literaturi /3/.

### Kemijsko plazemsko čiščenje

S pregrevanjem do 400°C v vakuumu smo odstranili večino fizisorbiranih in kondenziranih plinov. Nedotaknjene pa smo pustili kemisorbirane pline in tanke plasti oksidov, pa tudi drugih kemijsko vezanih nečistoč. Če se želimo znebiti teh vrst nečistoč, ne gre brez uporabe plazme.

Plazma je izredno širok pojem, zato se takoj omejimo na nizkotlačne plazme, to so tiste, ki jih generiramo v vakuumskih sistemih. Tlak plina v takšnih plazmah je navadno manjši od 1 mbar. Za delovni plin uporabimo reduktivne pline (za čiščenje oksidov, kloridov, sulfidov) in oksidativne pline (za odstranjevanje ogljikovodikov). Postopek je le na prvi pogled podoben prežarevanju v kontrolirani atmosferi. Bistvena prednost plazme je namreč v tem, da molekule vodika, kisika itd. v plazmi razpadejo na atome, ki so kemijsko izredno aktivni. V razmeroma preprostih plazmah smo dosegli 60 % stopnjo disociiranosti vodika /4/. Takšno stopnjo disociiranosti dosežemo v pečeh šele pri temperaturi 10000°C. Bistvena prednost plazme pred prežarevanjem je torej v tem, da s plazmo že pri sobni temperaturi dosežemo efekte, ki so sicer mogoči šele pri zelo visokih temperaturah. To prednost plazme so izdatno izkoristili kemiki, ki dandanes v plazmi pridobivajo snovi, katerih sinteza je s termodinamskega vidika praktično nemogoča /5/. Na tem mestu omenimo še bistveno pomanjkljivost uporabe plazme: tehnologija ni primerna za odstranjevanje debelejših plasti nečistoč.

Plazmo ustvarimo tako, da damo plin v električno polje primerne jakosti. Za čiščenje površin so najbolj primerne plazme, ki jih generiramo z RF generatorjem. Tipična frekvenca nihanja električnega polja je 10 MHz. Tipična moč generatorja je 1 kW. S takšnim načinom vzbujanja preide plin v stanje plazme v širokem območju tlakov med  $10^1$  mbar in  $10^{-6}$  mbar (odvisno od nekaterih drugih parametrov, kot so razsežnosti razelektrivne komore, vrsta plina, usklajenost bremena z generatorjem...). Plazmo vzbujamo z induciranim poljem tuljave, ki je vezana na RF generator. S tem se izognemo neželenim lastnostim kapacitivne plazme, predvsem odprševanju.

Na površinah, ki so izpostavljene toku aktivnih delcev, potekajo kemijske reakcije. Poglejmo si nekoliko podrobneje vpliv vodikove plazme na tanko plast bakrovega oksida. Monoplast bakrovega oksida se lahko reducira že v nekaj sekundah. Redukcija debelejših plasti je dolgotrajnejša /6/. Tako npr. 10 nm debelo plast bakrovega oksida odstranimo v desetih minutah v plazmi pri totalnem tlaku 0.5 mbar, temperaturi površine 50°C, in gostoti toka atomov na površino  $6 \times 10^{21} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$  /7/.

S takšnim postopkom smo odstranili s površine ves oksid, pa tudi večino atomov klora in žvepla /8/. S tehnologijo kemijskega plazemskega čiščenja lahko torej

odstranimo s površin skoraj vse nečistoče. Na površini snovi, ki kemisorbirajo vodik, ostane le monoplast vodikovih atomov.

Podobno velja za čiščenje plasti ogljikovodikov v kisikovi plazmi. Metoda se standardno uporablja za odstranjevanje fotouporne plasti pri proizvodnji mikročipov. Aktivni delci iz kisikove plazme (atomi, ozon in vzbujene molekule) reagirajo z ogljikovodiki. Reakcijski produkti so predvsem CO, OH, H<sub>2</sub>O in CO<sub>2</sub>. Postopek je dobil celo svoje ime, namreč *plasma ashing* /9/.

### Fizikalno plazemsko čiščenje

S kemijskim plazemskim čiščenjem smo se znebili vseh nečistoč razen morebitne kemisorbirane plasti delovnega plina.

To pa lahko odstranimo samo z obstreljevanjem površine z energijskimi ioni. Za različne materiale obstajajo različni recepti uporabe ionov. V splošnem pa veljajo naslednje zakonitosti:

- Vedno uporabljamo ione žlahtnih plinov.
- Energija ionov naj bo reda velikosti 10 eV. Pri večjih energijah ionov prihaja že do izdatnega odprševanja atomov z originalne površine ali celo defektov na površinah (tvorbe konic stožčaste oblike) /10/.
- Masa ionov, s katerimi obstreljujemo površino, naj bo približno enaka masi atomov, ki jih želimo odstraniti. Za desorpcijo vodika bomo tako uporabili ione helija.
- Tok ionov na površino naj bo čim večji in čim bolj homogen. Za dosego visoke stopnje ioniziranosti v plazmi priporočamo uporabo Penningovih zmesi plinov.

Z vsemi opisanimi metodami čiščenja smo praktično dosegli atomsko čistost površine. Opisane metode so npr. uporabili za čiščenje površin tokamakov /11/.

### Doseganje idealne čistosti površin

Bralcu, ki se ne zadovolji s približno atomsko čistostjo površin, je na voljo še ena metoda čiščenja, ki pa se redko uporablja. To je metoda nizkotokovnih visokonapetostnih vakuumskih prebojev. Vzemimo, da imamo nekje na površini gručo tujih atomov. Površino nabijemo na potencial več kilovoltov. Ugotovili so, da pride do vakuumskega preboja navadno na mestu, kjer se nahaja gruča tujih atomov /12/. Takoj po preboju se napetost sesede, tako da ne poškodujemo originalne površine, ampak se desorbirajo samo tuji atomi. Tehnologijo uporabljajo na LEVT pri proizvodnji miniaturnih katodnih elektronk.

## 4 Sklepi

Prikazali smo različne metode čiščenja površin elementov, ki jih vgrajujemo v vakuumске sisteme. Za različne potrebe uporabljamo različne metode. Običajna priprava površin elementov za visokovakuumske



sisteme vsebuje zgolj grobo čiščenje, prežarevanje v kontrolirani atmosferi in morebitno pregrevanje v visokem vakuumu. Za pripravo površin za nanašanje tankih plasti je treba uporabiti eno ali obe metodi plazemskega čiščenja. Pri tem uporabimo kemijske metode predvsem v primerih, ko se želimo znebiti tankih plasti kemijsko vezanih nečistoč (npr. kovinskih oksidov). Sicer pa največ uporabljajo metodo obstreljevanja površin z ioni. Naprave za plazemsko čiščenje izdelujejo mnoge večje firme, ki se ukvarjajo s proizvodnjo vakuumskih elementov. Metoda nizkotokovnih visokonapetostnih prebojev je izredno zahtevna in njeno uporabo odsvetujemo.

## 5 Literatura

- /1/ W. J. Tergart: The Electrolytic and chemical polishing of metals, Pergamon Press, London (1959).
- /2/ M. Grunze, H. Ruppender and O. Elshazly: Chemical cleaning of metal surfaces in vacuum systems by exposure to reactive gases, J. Vac. Sci. Technol. A6 (1988), 1266.
- /4/ R. J. Elsey: Outgassing of vacuum materials - part I, Vacuum 25 (1975), 299; part - II, Vacuum 25 (1975), 347.
- /5/ F. Brecej, M. Mozetič, K. Zupan and M. Drobnič: Behavior of catalytic probes at low pressure, Vacuum, v tisku.
- /6/ H. V. Boenig: Plasma science and technology, Cornell University Press, London (1982).
- /7/ F. Brecej and M. Mozetič: Reduction of metal oxide thin layers in hydrogen plasma, Vacuum 40 (1990), 177.
- /8/ M. Mozetič, M. Drobnič, F. Brecej and M. Kveder: Efficiency of copper oxide reduction by hydrogen plasma, Proc. XX ICPIG (1991), 235.
- /9/ M. Mozetič, B. Kambič in M. Drobnič: Površinska obdelava korodiranih kovin, Zbornik referatov SD-91 (1991), 354.
- /10/ B. Chapman: Glow discharge processes, J. Willey & Sons, New York (1980), p.297.
- /11/ O. Auciello and R. Kelly: Ion bombardment modification of surfaces, Elsevier Science Publishers, Amsterdam (1984).
- /12/ H. Amemia, S. Ishii, H. Oyama, Y. Sakamoto, H. Minagawa, T. Satake, M. Hashiba, T. Yamashina, N. Noda, Y. Hori, K. Akaishi, A. Miyahara, T. Banno, J. Winter, K. Hottker and W. Bieger: Characteristics of cleaning and carbonizing plasmas in TEXTOR, Jap. J. Appl. Phys. 26 (1987), 1534.
- /13/ A. van Oostrom and L. Augustus: Electrical breakdown between stainless steel electrodes in vacuum, Vacuum 32 (1982), 127.

---

## Čestitka prof. dr. Francu Vodopivcu ob izvolitvi v državni svet Republike Slovenije

**Prof. dr. Franc Vodopivec** je član izvršnega odbora DVTS in je bil naš kandidat za državni svet. Na volitvah je med osmimi kandidati zmagal z 91 elektorskimi glasovi od 140 ali s 65% vseh glasov.



Ob tej priliki želimo našim članom kratko predstaviti našega slavljenca.

Rodil se je 8.10.1931 v Rakitniku pri Postojni, leta 1956 je končal študij metalurgije na Univerzi v Ljubljani. Doktorsko disertacijo je zagovarjal l. 1962 na Univerzi v Parizu. Zaposlen je že od vsega začetka na Metalurškem inštitutu, sedaj Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije, kjer je ustanovil in vodil laboratorij za mikrostrukturne raziskave, od l. 1990 pa je direktor inštituta. Poznamo ga kot raziskovalca "od glave do petá", njegova bibliografija obsega 150 enot. Znan je tudi kot predavatelj doma in na tujem, oblikovalec raziskovalne sfere ter publicist in prejemnik najvišjega priznanja za znanstveno delo, Kidričeve nagrade.

Prepričani smo, da bo uspešno zastopal raziskovalce v državnem svetu.

**dr. Jože Gasperič**  
DVTS - Društvo za vakuumsko  
tehniko Slovenije



# IZDELAVA OPTIČNIH VLAKEN PO MCVD METODI

Marko Kralj, dipl. ing., Iskra Elektrooptika, SPE Optične Komunikacije, Stegne 7, 61210 Ljubljana

## Optical fiber manufacturing by MCVD method

### ABSTRACT

Optical fiber manufacturing is presented. The mechanism and chemistry of the MCVD process are described in detail.

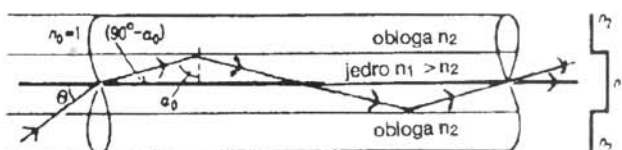
### POVZETEK

V članku je opisano izdelovanje optičnih vlaken po MCVD metodi. Natančneje sta obdelana kemizem in mehanizem nanašanja sintetičnega stekla na notranjost kremenove cevi.

## 1 UVOD

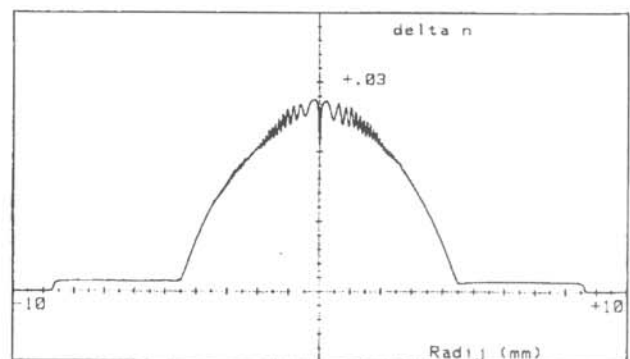
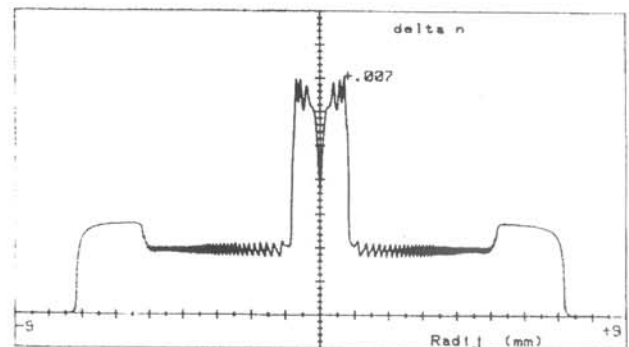
Optične komunikacije rabijo za prenos informacij (računalniških podatkov, telefonskih ali video signalov) na velikih razdaljah. Namesto z električnimi signali se pošilja informacije s pomočjo svetlobe. Zvočne ali slikovne signale se najprej predela v električne signale, le-te pa v pulze svetlobe, ki potem potujejo po optičnih vlaknih do sprejemnika, kjer se signali predelajo nazaj v prvotno obliko. Iz električnih signalov dobimo optične tako, da jih pripeljemo na LED diodo ali na laser, ki utripata v ritmu signalov. Pri sprejemu pa se optične signale pretvori nazaj v električne s fotodiodo.

Optično vlakno je tanka nitka iz kremenovega stekla, po kateri potuje svetloba. V njeni sredini je lomni količnik večji kot na njenem robu, tako da je žarek zaradi totalnega odboja svetlobe ujet vanjo in po njej potuje do sprejemnika.



Slika 1. Potovanje optičnega žarka po optičnem vlaknu

Optično vlakno ima vrsto prednosti pred drugimi načini prenosa podatkov. Njihov premer je  $125 \mu\text{m}$ , bakrene žice imajo navadno premere večje od 1 mm. Zato se v kabel enakih zunanjih dimenzij da vgraditi desetkrat več optičnih vlaken kot pa bakrenih vodnikov. Tudi njihove prenosne karakteristike so izredne: imajo veliko pasovno širino, kar omogoča prenos velikega števila informacij po enem vlaknu in obenem so izgube signala zelo nizke, zato je potrebno pri optičnih komunikacijah regenerirati signal šele na razdaljah, ki so večje od 100 km (pri koaksialnem kablju 6 km). Druge prednosti so: neobčutljiv je na elektromagnetne motnje in strele, zato se uporablja v industrijskem okolju, ne generira isker, zato zanje ni potrebna posebna zaščita, kadar se uporablja v bližini nevarnih snovi, ne da se mu "prisluškovati" in je odporen na visoke temperature.



Slika 2. Radialni potek lomnega količnika v enorodovnem vlaknu (zgoraj) in večrodovnem vlaknu (spodaj)

Teorijo valovoda je razvil že leta 1879 angleški fizik Rayleigh, leta 1910 pa sta Hondros in Debye objavila članek, ki je opisoval dielektrični valovod, kar v bistvu je optično vlakno. Vendar pa tedanja stopnja tehnologije ni omogočala izdelave le-tega.

Leta 1951 je uspelo izdelati prva optična vlakna, ki so jih uporabili v medicini za endoskope. Z izumom rubinovega laserja l. 1960 in z objavo modalne teorije dielektričnega valovoda (Snitzer l. 1961) pa se je pojavila možnost uporabe optičnih vlaken v telekomunikacijah. Po devetih letih razvoja je firma Corning izdelala optično vlakno, ki je imelo slabljenje 20 dB/km. Dve leti kasneje pa so izdelali prvo uporabno optično vlakno. Njegovo slabljenje je bilo 4 dB/km, današnja večrodovna vlakna pa imajo nižje od 1 dB/km, enorodovna vlakna pa pod 0.2 dB/km (teoretična meja je 0.14 dB/km za kremenovo steklo). V drugi polovici sedemdesetih let se je začela širša komercialna uporaba, pravi razcvet (ki še traja) pa je doživela industrija optičnih vlaken v drugi polovici osemdesetih let.

V Sloveniji izdeluje optična vlakna Iskra Elektrooptika. Le-ta je sledila razvoju optičnih komunikacij že od leta

1973. Po študiju in izpopolnjevanju mag. Iztoka Klemenčiča v tujini se je leta 1979 začel razvoj tehnologije izdelave optičnih vlaken in čez dve leti je bilo prvo izdelano. Leta 1984 so bila naša vlakna uporabljena na zimskih olimpijskih igrah v Sarajevu. Iz razvoja smo polagoma prešli na pilotno proizvodnjo in leta 1988 so vlakna zadoščala vsem mednarodnim standardom (IEC & CCITT). Že leto poprej pa se je začelo postavljati proizvodnjo v industrijskem merilu, stekla pa je spomladi 1989. Te zmogljivosti nam omogočajo izdelavo vseh vrst optičnih vlaken na osnovi lastnega znanja, kar nam omogoča nastop na mednarodnih trgih brez kakršnihkoli licenčnih omejitev, s čimer se lahko pohvali le dvanajst držav.

## 2 IZDELOVANJE OPTIČNIH VLAKEN

Optična vlakna izdelujemo v dveh fazah: najprej izdelamo surovec, ki ga nato potegnemo v vlakno. Surovec se naredi z nanašanjem sintetičnega stekla na stekleno ali keramično podlago. To nanašanje je v bistvu CVD postopek, ki je prilagojen izdelavi optičnih vlaken.

Razlikujemo dve vrsti CVD (chemical vapor deposition): nizekotlačno, ki jo uporabljamo za izdelavo tankih plasti in atmosfersko, katere modificirana verzija se uporablja za izdelavo optičnih vlaken.

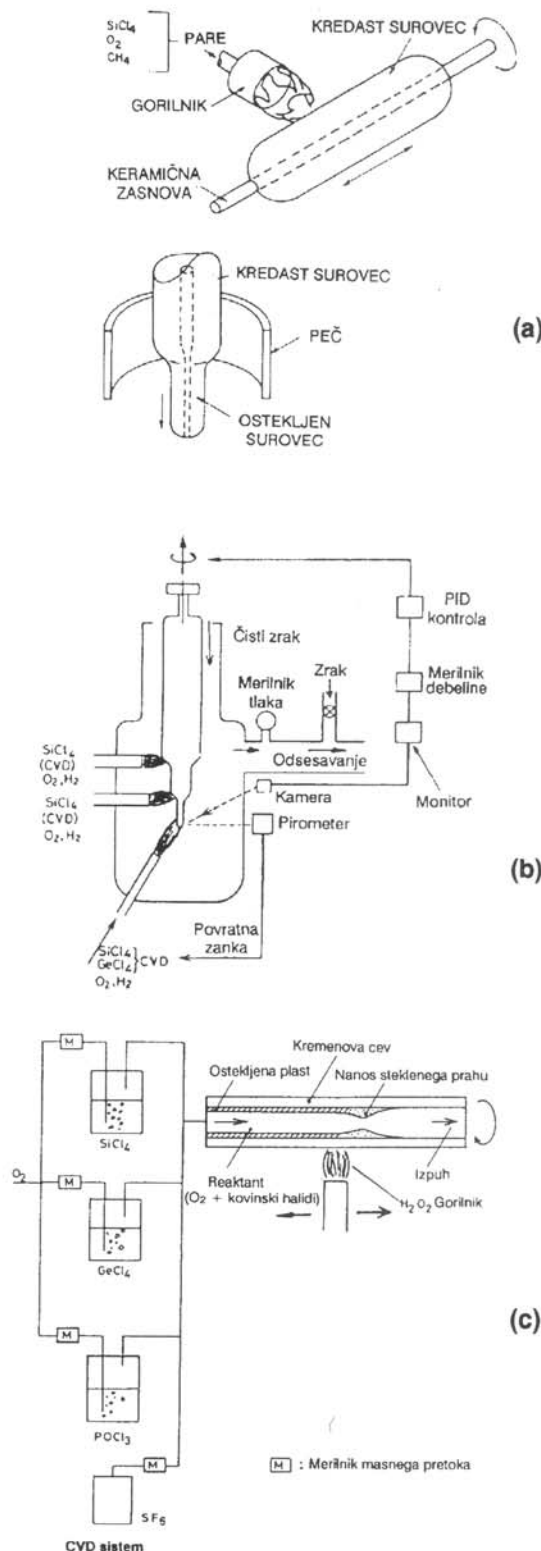
Pri prvi v vakuumu (0.001 do 1 mbar) /1/ uvajamo nizke koncentracije par organokovinskih spojin ali kovinskih halidov, ki zreagirajo na segretyh podlagah ali v njihovi bližini. Nastane enakomerna plast nanosa. Reakcija je heterogena (na površini podlage) ali homogena (v parni fazi). Hitrost nanašanja je majhna, tvorijo se molekularni sloji kristalne trdine na relativno majhni ploskvi.

Pri drugi poteka proces pri atmosferskem tlaku. Pri nanašanju na steklo zreagira zmes kloridov in nosilnega kisika v parni fazi - reakcija je homogena. Nastanejo submikronski steklasti delci, ki se sprijemajo v čadaste kosme in se usedajo na podlago. Od temperature podlage je odvisno, ali se delci pretalijo in osteklijo ali pa nastane čadast nanos. Koncentracije reaktantov so veliko večje, zato je hitrost nanašanja za več kot velikostni razred večja od nizekotlačnega CVD. Zategadelj so vsi štirje komercialni postopki za izdelovanje surovcev za izdelavo optičnih vlaken osnovani na tem principu /2/.

Surovec je 15 do 75 mm debela in 50 do 150 cm dolga steklena palica, katere jedro ima višji lomni količnik kot njena zunanja stena. Iz razvoja v proizvodnjo so uspešno prešli štiri načini izdelovanja surovcev: Outside Vapor Deposition (OVD), ki ga je razvil Corning, Vapor Axial Deposition (VAD), razvit pri Nippon Telegraph and Telephone (NTT), Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD), plod razvoja v Bell Laboratories (AT&T) in Plasma Chemical Vapor Deposition (PCVD), ki so ga iz MCVD izpeljali pri Philipsu /2/.

Pri OVD in VAD postopku sintetično steklo nanašamo z zunanje strani na keramično zasnovo. Razlika med

njima je ta, da pri prvem nanašamo plast za plastjo na keramično palico, pri drugem pa surovec raste iz zasnovne v aksialni smeri. Surovec sta kredasta in ju po nanašanju osteklimo (vitificiramo) v Cl<sub>2</sub> atmosferi pri temperaturi 1000°C. Ta dva procesa imata veliko hitrost nanašanja, zato tudi dajeta velike dolžine vlaken. Uporabljata se skoraj izključno za izdelavo enodovnih vlaken za telekomunikacijske (PTT) kable.

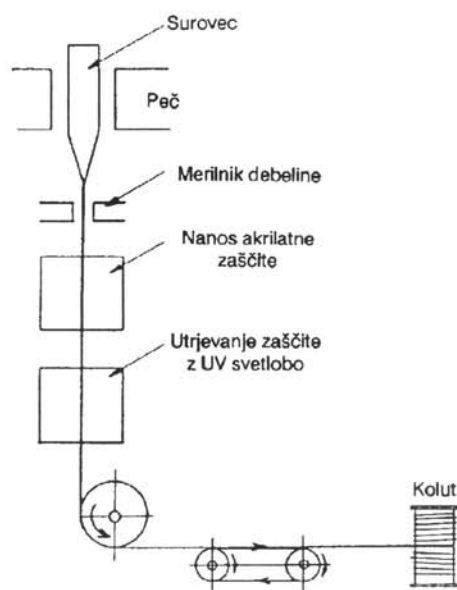


Slika 3. Postopki izdelovanja surovcev: a) OVD, b) VAD in c) MCVD

Za MCVD in PCVD je značilno, da steklo nanašamo na notranjo steno cevi. Po končanem nanašanju stekleno cev pretalimo v palico s plameni, ki dosežejo temperaturo 2200°C: gorilnik počasi potuje ob cevi, ki je zmeščana in jo površinska napetost krči. Razlika med njima je ta, da pri prvem segrevamo cev z vodik - kisikovim plamenom, pri drugem pa s plazmo. Dobra lastnost MCVD procesa je čistost, saj se nanašanje odvija v cevi.

Prednost tega procesa pred VAD in OVD je sorazmerno enostavno in ponovljivo dopiranje stekla. Zato s tema dvema postopkoma izdelujemo vlakna s parabolnim potekom lomnega količnika (graded index), ki se uporabljajo v kablji za računalniške mreže. Hitrost nanašanja je približno za polovico manjša kot pri prvih dveh postopkih, vendar pa ni treba sintetizirati celotnega surovca, temveč samo jedro s spremenljivim lomnim količnikom. Z oblačenjem MCVD surovca v dodatno cev ali pa z nanosom dodatnega stekla po VAD metodi dosežemo enake dolžine enorodovnega vlakna kot pri prvih dveh metodah. Večina evropskih proizvajalcev uporablja to metodo za izdelovanje optičnih vlaken.

Druga faza je vlečenje vlakna iz surovca. Surovec navpično spuščamo v peč, ki se nahaja na vrhu vlečnega stolpa. Ta peč ima ozko cono, segreto na približno 2000°C (nad zmeščiščem stekla). V tej coni nastane iz debelega surovca steklena nitka, ki izteka iz peči skozi odprtino na njenem spodnjem delu. Najprej se zaradi visoke temperature steklo zmešča in s preforma steče kapljica, ki potegne za seboj tanko stekleno nitko (podobno, kot steče med z žlice). Z enakomernim vlečenjem te nitke nastaja kontinuirna dolžina vlakna. Pod pečjo se na vlakno nanese akrilatna smola, ki ga ščiti pred mehanskimi poškodbami. S hitrostjo navijanja vlakna na kolut določamo njegovo debelino. Le-to merimo z laserskim merilnikom, hitrost vlečenja pa nastavljamo s povratno zanko glede na debelino vlakna.



Slika 4. Vlečenje vlakna iz surovca

### 3. MODIFICIRAN CVD POSTOPEK (MCVD)

MCVD postopek je najbolj razširjen način izdelave surovcev. Pri njem na notranjo stran nosilne cevi nanašamo plast za plastjo sintetično steklo. V notranjost cevi uvajamo pare reagentov v kisiku, ob njeni zunanji steni pa potuje gorilnik z vodik - kisikovim plamenom, ki jo pregreva na 1700 - 1900°C. Reagenti zreagirajo v vroči coni ob gorilniku v pregretem delu cevi. Submikronski delci, ki so nastali pa se usedajo na hladnejšo notranjo steno cevi niže od gorilnika. Delci se gibljejo in usedajo zaradi temperaturnega gradienta, ki je ob gorilniku. Ta način nanašanja se imenuje termoforeza.

Ko pripotuje gorilnik do nanosa se ob plamenu prašna plast, ki se je usedla na notranjo steno cevi, pretali in po ponovni ohladitvi nastane iz nje nekaj deset mikrometrov debela plast stekla. Ta postopek ponavljamo pri različnih temperaturah s spremenjenim razmerjem reagentov, odvisno od vrste vlakna, ki ga proizvajamo. Da dosežemo predpisano enakomernost plasti, je ves postopek voden računalniško.

Ko je nanoseno predpisano število plasti, povišamo temperaturo plamena in obenem znižamo nadtlak v cevi. Le-ta se zato zmešča in površinska napetost jo potegne navznoter. Iz cevi nastane steklena palica (surovec) s povišanim lomnim količnikom v jedru.

#### 3.1 MEHANIZEM PROCESA

Oksidacija reagentov v steklaste delčke pri visokih temperaturah je srčika MCVD procesa. Del teh delcev se termoforetsko nanese na steno, ostanek pa odleti iz cevi zaradi konvekcije /3/. Steklasti delci, ki nastanejo iz reakcije kloridov v okside nekaj centimetrov pred gorilnikom so veliki nekaj nm in lebdiijo v nosilnem plinu. Pri prehodu vroče cone gorilnika se zaradi Brownovega gibanja zaletavajo in sprijemajo (koagulirajo) v čadaste kosme, ki dosejajo velikosti do 0.2  $\mu\text{m}$ . Sprijemanje je odvisno od viskoznosti delcev, na katero vplivamo z dodajanjem fosforjevega (V) oksida /2/.

Tok plina se z oddaljenostjo od gorilnika ohlaja zaradi prenosa toplote na steno cevi. Večina nanosenih delcev se zaradi termoforeze usede na nosilno cev kakih 20 do 30 cm niže od trenutnega položaja gorilnika v približno 5 cm širokem pasu, dlje od tega pa je le še malenkostno usedanje delcev zaradi Brownovega gibanja /3/.

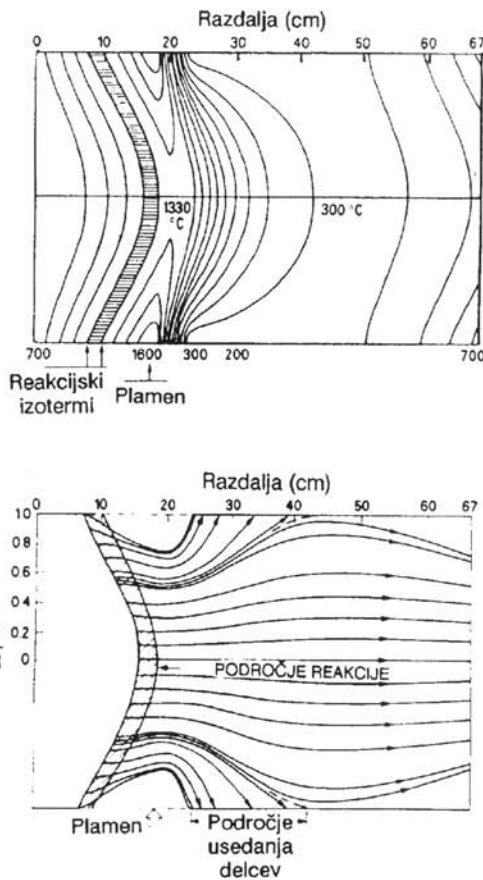
Termoforeza je pojav, pri katerem dobi v plinu lebdeč delec pospešek v smeri negativnega gradienta temperature. Do tega pride zato, ker imajo molekule plina, ki se zaletavajo v delec iz nasprotnih strani, različne povprečne hitrosti zaradi različne temperature /2/. Delec zato občuti silo, ki ga pospešuje v negativni smeri gradienta temperaturnega polja. Da je termoforeza učinkovita, mora biti velikost gradienta temperature nad 200 K/cm.

Hitrost, ki jo delci dobijo zaradi termoforeze, se da izračunati iz kinetične teorije plinov in je podana z enačbo /6/:

$$c = - \frac{3v\nabla T(r,z)}{4(1+\pi A/8)T(r,z)} \quad (1)$$

c je termoforetska hitrost delcev, v kinematska viskoznost, T temperatura v izbrani točki, A pa je akomodacijski koeficient. Negativni predznak nakazuje, da se delci gibljejo v smeri upadanja temperature.

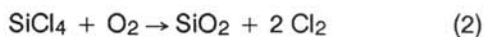
Ko pride gorilnik do nanešenih delcev, jih pregreje nad temperaturo zmečkaišča stekla. Iz delcev nastane steklasta masa, ki se po prehodu gorilnika ohladi in nastane plast stekla.



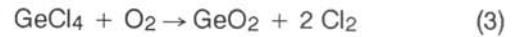
Slika 5. a) Slika temperaturnega polja, b) trajektorija delcev

**3.2 KEMIZEM PROCESA**

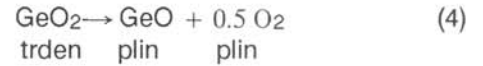
Pri izdelavi optičnih vlaken uporabljamo nosilno cev iz prečiščenega kremenovega (SiO<sub>2</sub>) stekla: vsebnost OH ionov mora biti pod 250 ppm, primesi kovinskih oksidov pa morajo biti reda ppb. Sintetično kremenovo steklo dobimo pri oksidaciji silicijevega tetraklorida (SiCl<sub>4</sub>), ki ga uvajamo v reakcijsko cev v obliki par v nosilnem kisiku:



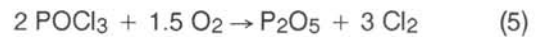
Reakcija (2) je eksotermna in je nad 1300°C enosmerna. Sintetično SiO<sub>2</sub> steklo ima lomni količnik 1.458, kadar pa je dopiran z GeO<sub>2</sub>, mu lomni količnik lahko dvignemo največ za 2.7%. Tudi GeO<sub>2</sub> pridobivamo iz ustreznega klorida:



Tu kinetika reakcije ni tako enostavna: izkoristek reakcije je največ 55% (temperatura je 1400°C /2/ in 1750°C /4/ - različni avtorji navajajo različne podatke). Potek reakcije je odvisen od prisotnosti POCl<sub>3</sub> /2/. Klor, ki nastaja zaradi reakcije (2), poriva ravnotežje reakcije (3) v obratno smer. Z zviševanjem temperature se izkoristek reakcije sicer dviga, vendar pa nad 1800°C začne GeO<sub>2</sub> razpadati /4/:



kar poleg omejitve vgradnje povzroča težave pri kasnejšem sesedanju cevi v palico. Kot je bilo že prej omenjeno, dodajamo poleg obeh oksidov še fosforjev (V) oksid za zniževanje viskoznosti steklastega prahu:



Manjša viskoznost ima dva dobra vpliva: omogoča izdatnejšo koagulacijo delcev in znižuje zmečkaišče steklaste zmesi. Slednje je važno zato, da reakcija (4) še ne steče. Fosforjev (V) oksid sicer zvišuje lomni količnik, vendar pa je dodajanje le-tega omejeno, ker dviga slabljenje v vlaknu pri valovnih dolžinah, ki so daljše od 1500 nm. Vlakno, ki vsebuje fosforjev (V) oksid se tudi hitreje stara.

Kadar želimo doseči znižanje lomnega količnika, vgrajujemo dopante z nižjo molsko maso (F,B). Navadno vgrajujemo fluor, ki ga uvajamo v obliki reagenta SF<sub>6</sub>:



Reakcija (6) je jedkanje, reakcija (7) pa vgradnja fluora v SiO<sub>2</sub> mrežo /7/.

**4 SKLEP**

Optične komunikacije so v kratkem obdobju dvajsetih let prehodile pot od teoretične zamisli do zrele industrijske proizvodnje. Pri tem skokovitem razvoju je šlo za sinergijo več dejavnikov: razvitost obdelave podatkov je zahtevala sposobnejši medij prenosa letih, hkrati pa je taista industrija postavila temelje za razvoj optičnih vlaken s svojimi zahtevami po čistosti materialov in s sposobnostjo obdelave velike količine podatkov. Na področju vlaken iz kremenovega stekla ni več raziskav, pač pa se nadaljuje razvoj tehnologije: kako s čim manjšimi stroški, v čim krajšem času izdelati čim boljše vlakno.

Nadaljne raziskave optičnih vlaken potekajo v smeri iskanja materialov s še manjšim slabljenjem in razvoja

tehnologije predelave teh materialov. Največ problemov je pri iskanju tehnologij, ki bi omogočile ekonomsko proizvodnjo vlaken iz materialov, ki ne temeljijo na kremenovem steklu.

## LITERATURA

- /1/ H.K. Pulker, Coatings on Glass, Elsevier 1984  
 /2/ Tingye Li, editor, Optical Fiber Communications, Vol.1: Fiber Fabrication, Academic Press 1985

- /3/ K.S. Kim, S.E. Pratsinis, Modelling and Analysis of MCVD Preforms, Chem. Eng. Sci., Vol. 44, No. 11, 1989  
 /4/ D.L. Wood et al., Germanium Chemistry in the MCVD Process for Optical Fiber Fabrication, J. of Lightwave Tech, Vol. LT5 No. 3, 1987  
 /5/ Walker et al., Consolidation of Particulate Layers in the Fabrication of Optical Fiber Preforms, J. Am. Cer. Soc., Vol. 63, No. 1-2, 1983  
 /6/ S.K. Friedlander, Smoke, Dust and Haze, Fundamentals of Aerosol Behavior, J. Wiley & Sons, N.Y. 1977  
 /7/ A. Marshall & K.R. Hallam, Fluorine Doping and Etching Reactions of Freon 12 in Optical Fiber Manufacture, J. of Lightwave Technology, Vol. LT4 No7, July 1986

---



---

## OBVESTILA

---



---

### Štipendije Welchovega sklada za leto 1994

Komite Welch-evega sklada pri mednarodni organizaciji IUVSTA je razpisal več štipendij za mlade raziskovalce, ki se želijo izpopolnjevati na področju vakuumskih znanosti in tehnologij. Namenjene so tistim mladim, ki so končali študij na univerzi, pri čemer imajo prednost kandidati z že opravljenim doktoratom znanosti. Štipendija v višini 12500 ameriških dolarjev je enoletna, z začetkom izplačevanja 1. september 1993. Izplačuje se v treh obrokih: prvi obrok 6000\$ na začetku, drugi, 6000\$ po šestih mesecih in zadnji, 500\$ po predaji končnega poročila. Kandidat si lahko sam izbere laboratorij, kjer bo delal, zaželeno pa je, da je le-ta, zaradi mednarodnega značaja štipendije, v tujini.

Od kandidatov se zahteva, da tekoče govorijo jezik dežele, v kateri bi se želeli izpolnjevati, ali angleški jezik. Obrazec za prijavo dobite pri:

Dr. W.D. Westwood  
 Advanced Technology Laboratory  
 BRN  
 Box 3511, Station C  
 Ottawa, Canada K1Y4H7

Prijavo z ustreznimi prilogami pošljite na ta naslov najkasneje do 15. aprila 1993.

Vir: Bilten IUVSTA N° 123, 1992

### Deveta mednarodna konferenca o tankih plasteh, ICTF9

Dunaj, 6-10 sept. 1993, Avstrija

Program konference bo obsegal naslednje teme:

- osnovne raziskave rasti tankih plasti
- lastnosti tankih plasti
- modifikacija tankih plasti z uporabo ionskih curkov in plazme
- analiza površin tankih plasti
- procesi nanašanja
- magneto-optične tanke plasti, shranjevanje podatkov
- organske in polimerne tanke plasti
- sončne celice in materiali
- trde in zaščitne prevleke

- prekritja in večplastne strukture za rentgenske žarke, UV, vidno in IR svetlobo
- tankoplastni senzorji
- tanke plasti za mikroelektroniko

Predstavljena dela ne bodo objavljena. Vse, ki bi želeli sodelovati, organizatorji konference prosijo, da pošljete povzetke najpozneje do 1 marca 1993 na naslov:

ICTF9  
 INTERCONVENTION  
 Austria Center Vienna  
 A-1450 Vienna  
 Austria  
 tel.: +43/1/23 69 26 46  
 fax: +43/1/23 69 648

V kongresnem centru bo organizirana tudi mednarodna razstava vakuumskih naprav za pripravo in analize tankih plasti.

Vir: Obvestilo organizatorjev konference

### Deveti mednarodni kolokvij o plazemskih procesih, CIP 93

Antibes, 6-11 junij, 1993, Francija

Na kolokvij, ki ga organizira francosko vakuumsko društvo, bodo obravnavane naslednje teme:

- plazma
- tehnologije plazemskega nanašanja
- plazemsko jedkanje in nanolitografija
- uporaba plazme
- metalurške prevleke
- polimeri
- mikro in nano-inženirstvo

Predstavljeni prispevki bodo objavljeni v posebnem zborniku. Vsi, ki želite sodelovati na tem kolokvij, morate poslati povzetek dela najpozneje do 20 januarja 1993 na naslov:

Societe Francaise du Vide  
 19, rue du Renard - 75004 PARIS, France  
 tel.: 33 (1) 42 78 15 82  
 fax: 33 (1) 42 78 63 20

V kongresnem centru bo organizirana tudi mednarodna razstava naprav za: plazemsko jedkanje, karakterizacijo plazme, nanašanje tankih plasti itd.

Vir: Obvestilo organizatorjev kolokvija

# NANAŠANJE TANKIH PLASTI PO METODI CURKA IONIZIRANIH SKUPKOV, CIS

Dr. Bruno Cvikl, Tehniška fakulteta, Univerza v Mariboru, Smetanova 17, 62000 Maribor, in Institut "Jožef Stefan", Univerza v Ljubljani, Jamova 39, 61111 Ljubljana

## IONIZED CLUSTER BEAM THIN FILM DEPOSITION, ICB

### Abstract

The description of the method for the thermal vacuum evaporation of suitable substance, used for the low-temperature deposition and epitaxy of high-quality thin films, by the ionized cluster beam method is presented.

### Povzetek

V članku je opisan postopek naparovanja tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, ki rabi za nizkotemperaturno nanašanje in epitakso visokokvalitetnih tankih plasti.

## 1 Uvod

Široko razvejanost uporabe tankih plasti raznovrstnih materialov, zlasti na področjih ti. visokih tehnologij, ki smo ji priča dandanes, gre pripisati ogromnim raziskovalnim naporom, ki so bili v zadnjih desetletjih vloženi v obsežno področje proučevanja in krojenja lastnosti tankih plasti ter iskanja najbolj ustreznih metod preverjanja njihove kvalitete. Eno izmed tekočih temeljnih teženj raziskav je proučitev optimalne metode nanašanja tankih plasti ob upoštevanju zahtev po njihovih vnaprej predpisanih kemijskih, strukturnih, elektronskih, optičnih, mehanskih itd. lastnostih. Posledica omenjenih zahtev se je odrazila v razvoju vrste metod nanašanja tankih plasti, ki jih v grobem delimo na metode naparovanja, plazemske metode in pa kemijske postopke. Sočasno z razvojem metod nanašanja je potrebno omeniti tudi razvoj analitičnih metod proučevanja kvalitete /1/ tako dobljenih tankoplastnih materialov. Tanke plasti predstavljajo same po sebi obsežno področje raziskav fizike trdne snovi, pri čemer gre za proučevanje najraznovrstnejšega vedenja, kot npr. študij rotacijskih preklpov feromagnetnih tankih plasti, raziskave cele vrste različnih pojavov, povezanih s tuneliranjem elektronov in vrzeli, proučevanje vrste elektromagnetnih površinskih efektov, proučevanje nekaterih pojavov optične interference, raziskav nukleacije in rasti kristalov itd. Njihova neposredna uporaba v industrijske namene pa posega na področje dekoracije (npr. pozlatitev, tudi plastičnih predmetov), izdelave raznovrstnih optičnih prevlek (antirefleksne prevleke, večplastni interferenčni filtri, fluorescentna prekritja, selektivni solarni absorberji), proizvodnja elektronskih komponent (senzorjev, mikro- in optoelektronskih elementov, električnih izolatorjev, magnetnih zapisov, sončnih celic itd.), izdelave tankih plasti danih mehanskih odzivnosti (za potrebe tribologije, za difuzijske zaščite, za plasti, odporne na obrabo in erozijo, za trde prevleke obdelovalnih orodij itd.) in za izdelavo plasti s posebnim oziroma na kemijske zahteve (korozijske zaščite, katalizatorji, zaščite strojnih delov in komponent, zaščita opreme pred vremenskimi vplivi in vplivu morja itd.).

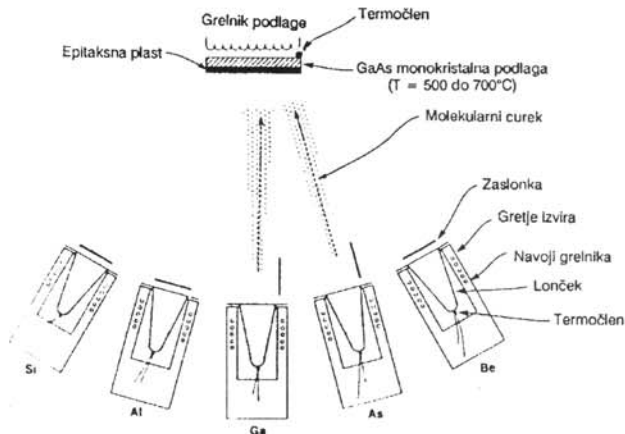
## 2 Nanašanje tankih plasti po metodi CIS

### 2.1 Metoda molekularnega curka, MBE

Nanašanje tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov je eden od postopkov rasti na osnovi termalnega izhlapevanja atomov oziroma molekul, med katerimi je sicer najbolj poznana metoda epitakse z molekularnim curkom, MBE (molecular beam epitaxy) /2/. Ob tem se je treba spomniti, da se omenjeni postopek rasti uporablja za epitakso nanašanje tanke plasti (epitakso plast je tista, katere kristalografska struktura je določena s strukturo podlage) na monokristalu izbrane podlage. Bistvo metode so t.i. Knudsenove efuzijske celice (na krajišču odprti globoki talilni lonček, ki je obdan s ščitom, hlajenim s tekočim dušikom), iz katerih izhlapevajo atomi ali molekule v curku, vpadajo na podlago, pri čemer je le-ta segreta na temperaturo, ki ustreza kemični reakciji, nastopu epitakse in reevaporaciji presežnih vpadnih atomarnih sestavin. Celotni postopek nanašanja poteka v ultravisokem vakuumu okoli  $10^{-8}$  Pa. Z ustreznim nadzorom curka, kar se doseže s vrtljivimi mehanskimi loputami, ki se nahajajo med podlago in Knudsenovimi celicami, je mogoče izdelati super rešetke različnih sestavin z natančno definirano debelino stične plasti. Kot je znano, se z MBE metodo izdelujejo III-V in IV-VI polprevodniške heteroplastne sestave (super rešetke), to so tvorbe, ki so sestavljene iz periodično nanosenih plasti alternativnih sestavin (npr. GaAs/AlGaAs), uporabnih zlasti na področju visokih tehnologij, kot npr. za mikrovalovne polprevodniške elektronske elemente, za polprevodniške laserje svetlovodnih telekomunikacijskih mrež itd. /3/. Shematska skica MBE naprave je prikazana na sliki 1.

### 2.2 Mikroskupki

Znano je, da so pri dani sestavi kemijskih elementov ali spojin fizikalne lastnosti ti. mikroskupkov, kot npr. porazdelitev električnega naboja in spina elektronov, afiniteta elektronov, ionizacijski potencial, reaktivnost z molekulami plina ali površin, elektronska struktura, temperatura tališča itd., močno odvisne od velikosti mikroskupkov in se zaznavno razlikuje od tistih za snovi, ki se nahajajo v makroskopski kondenzirani fazi. Izraz mikroskupki tukaj pomeni mikroskopski grozd (aggregates), ki je sestavljen iz nekaj deset pa do nekaj tisoč atomov. Sami po sebi so mikroskupki preveliki, da bi jih lahko popisali v smislu anorganskih molekul, toda hkrati so premajhni, da bi imeli translacijsko simetrijo in zaradi tega izkazujejo eksotične lastnosti, ki niso svojstvene niti samim molekulam niti njihovi kondenzirani (trdni) fazi. Iz omenjenega razloga se v okviru raziskav mikroskupkov /4/ išče v pretežni meri odgovore na vprašanja, kot so: kakšna



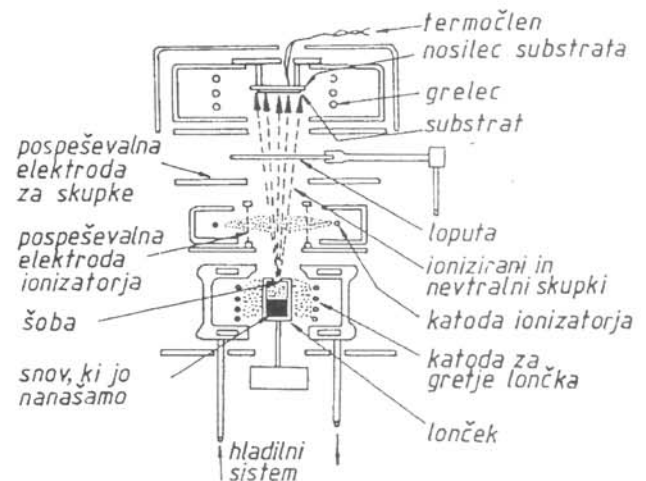
Slika 1. Shema naprave za epitakso tankih plasti po metodi molekularnega curka, MBE. Sistem se nahaja v vakuumski komori, ki na sliki ni prikazana [2]

je sestava in zgradba različnih skupkov - ali je enolična? Kako se elektronske, optične in kemijske lastnosti skupkov spreminjajo v odvisnosti od števila in vrste konstitutivnih atomov? Kako veliki morajo biti skupki, preden jih je mogoče popisati z razdelanimi metodami fizike trdne snovi? Kakšne so magnetne lastnosti izoliranih (golih) in pa delno nezasičenih, vezanih (oblečenih) skupkov? Slednje vprašanje posega na področje raziskav kemije površin, pri čemer je za praktične namene na področju kemijske katalize posebnega pomena proučevanje kemijske reaktivnosti skupkov in pa način njihove selektivnosti za reakcijo.

Toshinori Takagi in sodelavci [5] so leta 1972, v okviru razmišljanj o možnosti in načinu nadzora kvalitete nanosenih tankih plasti, proučili neposredni vpliv velikosti kinetične energije translacije (ioniziranih) skupkov atomov ustreznih kovin na lastnost tankih plasti, nastalih na račun njihove kondenzacije. Na takšen način osnovana nova metoda priprave tankih plasti, ki jo je avtor poimenoval: "Nanašanje po metodi curka ioniziranih skupkov (ionized cluster beam deposition, ICB)", je uspela šele nedavno vzbuditi resnični interes raziskovalcev s področja fizike tankih plasti. Vrsta do sedaj izvedenih poskusov je pokazala, da je mogoče z navedeno metodo pripraviti zelo kvalitetne tanke plasti različnih materialov. Ob tem pa velja še posebej omeniti dejstvo, da je sama narava fizikalnih in kemijskih pojavov, še danes slabo raziskana.

### 2.3 Metoda curka ioniziranih skupkov, CIS

Osnovna izvedba Takagijeve [5] ideje nanašanja tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS je prikazana na sliki 2. Snov, ki jo želimo nanesti na izbrano podlago, je vstavljena v sicer zaprt talilni lonček z ozko šobo valjaste oblike na vrhu. Pri tem se je izkazalo, da z ozirom na kvaliteto dobljenih plasti, leži najustreznejše razmerje dolžine šobe z njenim premerom v intervalu med 0.2 do 2.0. Pri nanašanju kovin pa velja, da je za kvaliteto plasti zlasti kritičen

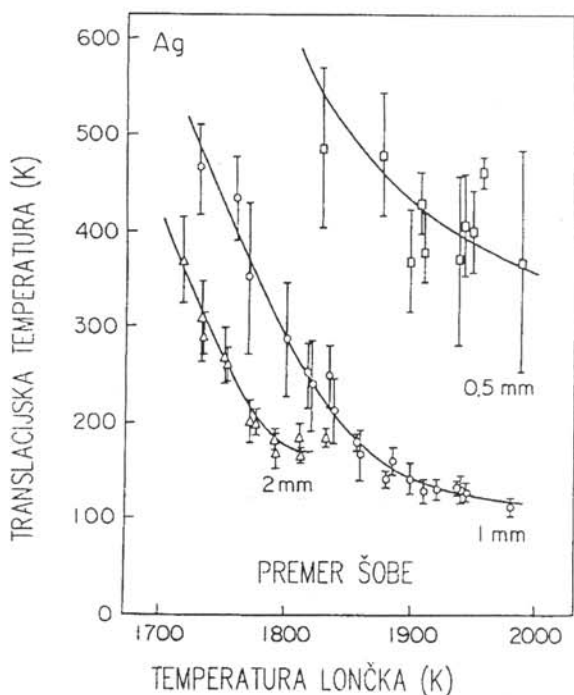


Slika 2. Shema naprave za epitakso tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS. Sistem se nahaja v vakuumski komori, ki na sliki ni prikazana [5]

parameter premer šobe, ki bi naj bil od 0.5 do največ 2 mm. To stališče gre pripisati dejstvu, da je konverzija stohastičnega gibanja atomov oziroma molekul par v lončku (ta pojav se predvsem odvija v sami šobi) v translacijsko energijo curka v smer, ki jo narekuje šoba, možno le tedaj, če je povprečna prosta pot delcev v območju šobe dosti manjša, kot je njen premer. Navadno je talilni lonček izdelan iz grafita velike gostote in čistote, občasno pa je v uporabi tudi lonček iz borovega nitrida. Z elektronskim ali pa z uporovnim gretjem lonček segrejemo do te mere, da parni tlak raztaljene snovi naraste na nekaj milibarov ali celo desetih milibarov (torej bistveno več, kot pa v primeru, da je talilni lonček odprt kot npr. pri MBE metodi). Skozi šobo uhajajoče pare raztaljene snovi so podvržene adiabatni nadzvočni ekspanziji v območje visokega vakuuma v vakuumski posodi, pri čemer pride do tvorbe skupkov atomov ali pa molekul, pač v odvisnosti od uparjene snovi (v lončku), ki je lahko element ali pa kemijska spojina. Meritve translacijske hitrosti in translacijske temperature nastalega curka skupkov so pokazale [5], da je translacijska temperatura skupka (definirana s  $T = 2E/3k$ , kjer je  $E$  kinetična energija skupka,  $k$  je Boltzmanova konstanta) v curku bistveno nižja kot je temperatura talilnega lončka in v primeru, da le-ta narašča, se odgovarjajoča translacijska temperatura znižuje, slika 3. To dejstvo predstavlja pomembno razliko od ostalih metod napačenja, npr. MBE, kjer je translacijska temperatura izhlapljenih individualnih atomov oziroma molekul skoraj enaka temperaturi talilnega lončka in z njegovim porastom narašča tudi njihova translacijska temperatura. V splošnem pa velja pripomniti, da trenutno ne obstaja enotno stališče, kar zadeva način nastanka, poteka in pa končne velikosti v procesu adiabatne ekspanzije dobljenih skupkov. Ob tem velja omeniti, da leži vrednost kinetične energije translacije ob izstopu iz šobe približno v intervalu od 0.1 do 0.2 eV/atom.

Najnovejša dogajanja [6] kažejo, da je vsaj za primer srebra, Ag, zelo malo iz šobe izhajajočih srebrovih atomov spojenih v skupke, ki bi bili večji kot 25





Slika 3. Izmerjene vrednosti povprečne translacijske temperature skupkov srebra v curku v odvisnosti od temperature talilnega lončka, prikazane za različne premere izstopne šobe [6]

atomov, kar se ne sklada docela z tovrstnimi rezultati raziskav, izvedenih v preteklosti [5]. Kontraverznost omenjenega vprašanja prevladuje torej še vnaprej in čeprav imajo z metodo CIS nanesene tanke plasti vrsto prednosti v primerjavi z drugačnimi metodami nanašanja dobljenimi plastmi, ostaja vprašanje v kolikšni meri so za kvaliteto nanosa odgovorni predvsem veliki skupki, še naprej odprto.

Skupki, ki jih domnevno tvori do nekaj tisoč med seboj rahlo vezanih atomov in pa posamezni atomi, ki tudi izhajajo iz šobe in skupaj sestavljajo curek, potujejo skozi ionizator, kjer je curek izpostavljen prhanju z elektroni, ki letijo v transversalni smeri. V povprečju se največ, do 30%, v curku prisotnih skupkov oziroma individualnih atomov ionizira ob trkih z elektroni. V stabilnem stanju se nahajajo vsi tisti skupki, ki nosijo en sam pozitivni naboj. Dobljene ionizirane skupke lahko v primernem statičnem električnem polju pospešimo in na takšen način vplivamo na njihovo translacijsko kinetično energijo. Ionizirani skupki, preostali nevtralni skupki, kot tudi ionizirani in neionizirani atomi oziroma molekule, ki so prav tako prisotni v curku, vpadajo na izbrano podlago, kjer se kondenzirajo in na takšen način vodijo do rasti tanke plasti izbranega elementa ali spojine. V odvisnosti od nanosa je potrebno tudi pri metodi nanašanja CIS, tako kot pri MBE metodi, za dosego kvalitetne tanke plasti podlago segreti na ustrezno temperaturo. Izkaže pa se, da so le-te pri metodi CIS bistveno nižje kot pri večini drugih metod nanašanja.

Običajne obratovalne razmere naprave CIS so naslednje: razmerje parnega tlaka znotraj talilnega lončka in

tlaka plinov v vakuumski komori mora biti med  $10^2 - 10^5$ , ionizacijski tok pri 30% do 35% stopnji ionizacije curka je približno 300 mA, pospeševalna napetost za ionizirane skupke in atome pa nekaj sto do nekaj tisoč voltov. Značilna hitrost nanašanja visokokvalitetnih tankih plasti s CIS postopkom, je od 0.1 nm/s do 10 nm/s. Delovni tlak je okoli  $10^{-4}$  Pa, največja translacijska kinetična energija skupkov pa je nekako do nekaj sto eV/atom.

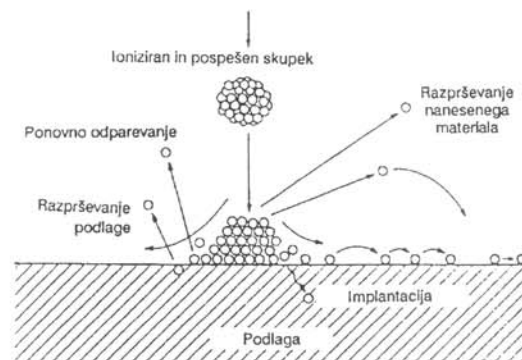
Dejstvo, da je mogoče že samo z ionizacijo skupkov, brez pospeševalne napetosti, vplivati na lastnosti tankih plasti cele vrste ionskih spojin, nam kaže na primarno, toda še nepojasnjeno, vlogo ionov pri procesu tvorbe plasti na površini podlage [6].

### 2.4 Pojavi ob nanosu skupkov na podlago

K rasti tanke plasti na površini ustrezne podlage odločujoče prispevajo naslednji pojavi: površinska vezavna energija adsorbiranih vpadnih atomov, gostota nukleacije ali pa kritična velikost za površinsko nukleacijo in pa površinska gibljivost (mobility) adsorbiranega atoma. S tem v zvezi se pogosto navaja izraz koeficient oprijemljivosti (the sticking coefficient), ki popisuje verjetnost, da se bo vpadni delec v toku kondenzacije na površini na njej tudi absorbiral. Zgoraj opisani pojavi so, kot je to dobro poznano, v pretežni meri odvisni od naslednjih pogojev nanašanja:

- gostote toka na podlago vpadnih delcev
- temperature podlage
- tlaka v vakuumski komori
- od množine nečistoč na površini podlage in pa nečistoč plinske faze v vakuumski komori
- kristalne zgradbe površine podlage
- od prisotnosti električnega naboja vpadnih delcev in/ali podlage
- od obstreljevanja z delci večjih energij.

V primerjavi z drugimi naparevalnimi metodami so pri nanašanju po metodi ioniziranih skupkov, CIS, najpomembnejše razlike prav gotovo znotraj okvira zadnjih dveh zgoraj omenjenih točk. Ker posedujejo skupki amorfno strukturo, je umestno pričakovati, da je vezavna energija atomov, ki sestavljajo skupek, manjša od tiste za dane atome v njihovi kondenzirani fazi. Ustrezno pospešeni ionizirani skupek ob vpadu na površino razpade, tako da se vpadna kinetična



Slika 4. Shematska ponazoritev najznačilnejših dogajanj ob vpadu ioniziranega skupka na površino podlage [6]

energija skupka enakomerno porazdeli na individualne atome, pri čemer pride do nastanka naslednjih pojavov /6,7/ (slika 4):

1. tvorbe preferenčnih mest (sites) nukleacije
2. čiščenja površine podlage z desorpcijo ali razprševanjem
3. (zelo) plitve implantacije
4. lokalnega segrevanja površine podlage in pa
5. migracije adatomov.

Vse navedene pojave so tudi eksperimentalno preverili in, kar je zelo pomembno, z ustrežno izbiro pospeševalne napetosti ioniziranih delcev (in/ali množino ioniziranih skupkov ter atomov, prisotnih v curku) je pri CIS postopku mogoče natančno nadzorovati fizikalne lastnosti dobljenih tankih plasti. Zdi se, da je treba prav zgoraj omenjenim pojavom pripisati dejstvo, da je s CIS postopkom mogoče doseči epitaksne tanke plasti pri bistveno višjih tlakih (pri vsaj dva reda velikosti slabšem vakuumu) in bistveno nižjih temperaturah podlage kot pri npr. MBE metodi nanašanja. Dodatna izjemna prednost CIS metode v primerjavi z MBE je tudi v dejstvu, da je z njo mogoče doseči epitakso rast tankih plasti za primer, ko se mrežni konstanti podlage in pa nanesene plasti razlikujeta tudi do 20 %. To kaže na veliko samosposobnost premagovanja notranjih mehanskih napetosti tankih plasti, dobljenih z metodo CIS. V splošnem imajo tanke plasti kovin, ki so nanesene z metodo CIS, kar zadeva ključne lastnosti, kot npr. adhezijo plasti na izbrano podlago, gostoto kondenziranih atomov v plasti, električno prevodnost plasti in pa obseg difuzije atomov v notranjost podlage, bistvene prednosti /5/ v primerjavi z istovrstnimi lastnostmi plasti dobljenih s katerokoli drugo metodo. Postopek nanašanja CIS je tudi zelo malo odvisen od električne prevodnosti podlage, kar omogoča uporabo metode za nanašanje tako kovin kot izolatorjev in to na dielektrično ali prevodno podlago.

### 3 Lastnosti plasti, nanesenih z metodo CIS

Do danes so z metodo CIS uspeli formirati tanke plasti različnih vrst materialov, kot so: kovine, intermetalne spojine, polprevodniški kemijski elementi in spojine, oksidi, nitridi in fluoridi ter celo nekatere organske spojine. Bežni pregled nekaterih raznovrstnih nanosov, izvedenih z metodo CIS, podaja tabela 1. Modifikacija CIS je ti. metoda RCIS (oziroma RICB), to je metoda reaktivnega nanosa s curkom ioniziranih skupkov. Tu gre za tvorbo tankih plasti, ki so nastale kot spojina elementa, ki izpari iz talilnega lončka in ustreznim reaktivnim plinom, dovedenim v vakuumsko komoro. Navadno željeni plin dovajamo v komoro pod delnim tlakom, ki je manjši od  $10^{-4}$  mbar (da preprečimo pojav nekontrolirane plazemske razelektritve) v območje ionizatorja, kjer se plin ionizira in disociira. Nastali produkti postanejo kemično reaktivni in lahko prispevajo k reakcijam na površini podlage. V odvisnosti od velikosti ionizacijskega toka in pospeševalne napetosti je v nekaterih primerih mogoče na-

našati tanko plast spojine z vnaprej izbrano kristalno strukturo, seveda v primeru, da spojina obstaja v različnih kristalnih modifikacijah, kot je to primer za  $\text{TiO}_2$ . Opisane pojave z drugimi metodami naprepanja ni mogoče doseči.

Kot zanimivost velja omeniti, da je bila za primer nanosa tanke plasti antimona na podlago iz amorfne ogljika, narejena skrbna komparativna raziskava /8/ kvalitete nastale plasti po metodi RCIS in pa MBE. Izkazalo se je, da so plasti, ki so bile nanešene po metodi curka (tokrat neioniziranih) skupkov, kvalitetnejše od tistih, ki so bile nanešene z bolj poznano in razširjeno metodo nanašanja MBE /8/.

Za nanašanje tankih plasti zlitin ali pa drugih spojin (npr. dopantov) se v splošnem hkrati uporablja dvoje ali več avtonomnih talilnih lončkov in pripadajočih ionizatorjev. V primeru, da želimo doseči plast predpisane stehiometrične sestave, je nadvse kritična zahteva po neodvisnem upravljanju vsakega izvira posebej (tj. temperature lončka in pa hitrosti nanašanja). Če npr. elementa Cd in Te nanašamo iz ločenih izvirov in ioniziramo samo Cd skupke, potem spojina CdTe kristalizira v kubični strukturi.

Z izbiro vrednosti osnovnih parametrov nanašanja, tj. ionizacijskega toka in pospeševalne napetosti, ki najbolj vplivata na strukturo in sestavo tanke plasti, se v splošnem doseže, da je lahko temperatura podlage nizka. Pogosto je kar enaka ali pa le malo višja od sobne temperature. Posledica omenjenega dejstva je močno zmanjšanje interdifuzije, kar neposredno omogoča tvorbo zelo tankih plasti z nadvse ostro definiranimi stičnimi ploskvami (interface). To je demonstriral Takagi /9/ z nanosom super rešetke pri  $250^\circ\text{C}$  iz skupno 60 alternirajočih plasti CdTe debeline 6.5 nm in pa 8.0 nm debele PbTe plasti. Na podlago, ki je bila iz InSb je bila predhodno nanesena 150 nm debela epitakso plast CdTe. Optični absorpcijski spekter tako dobljene večplastne strukture (super rešetke) je prikazan na sliki 5.

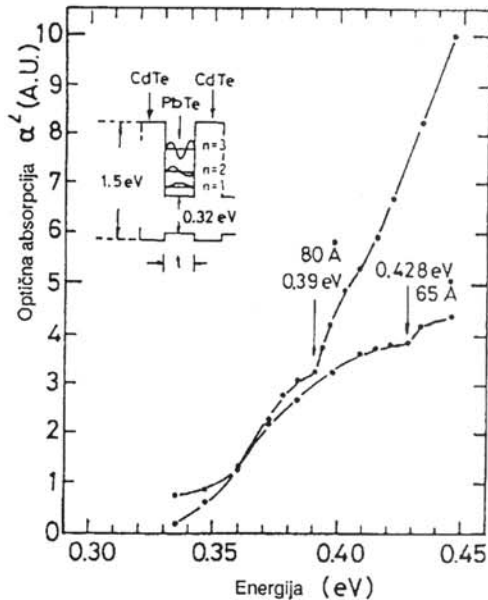
Naprave za nanašanje tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov so komercialno dosegljive na tržiščih na Japonskem in ZDA in se, zaradi prednosti metode CIS, ko gre za obvladovanje problemov, kot npr. elektromigracije, stabilnosti stičnih plasti, interdifuzije, površinske morfologije itd., najpogosteje uporabljajo za: 1. metalizacijo Si rezin in Al interpozicije prevodnih plasti v VLSI tehnologiji, 2. izdelavo nekaterih polprevodniških spojin, kot npr. GaAs itd., kjer je prednost metode CIS v doseganju višjih hitrosti nanašanja za epitaksne plasti, možnosti nanašanja na večje površine, možnosti uporabe nižje temperature podlage (posledica je zmanjšanje števila raznovrstnih defektov), večje variabilnosti metode dopiranja in 3. tvorbo izolacijskih plasti v tehnologiji integriranih vezij, kot npr. "gate" oksidne plasti za MOS, izolacijska področja med aktivnimi elementi, pasivizacijska prekritja in mednivojske dielektrične plasti za večplastne medsebojne povezave. Slednje je mogoče izvesti z CIS nanosom  $\text{SiO}_2$  plasti med samim tehnološkim procesom, kajti pasivizacija z CIS lahko poteka že pri temperaturi podlage v intervalu od 200

**TABELA 1.** Pregled nekaterih najpomembnejših, po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS, nanesenih tankih plasti in njihova uporaba /5/

Tanka plast/ podlaga	Posp. nap. (kV)	Temp. podlage °C	prednosti CIS metode (uporaba)
<b>POLPREVODNIKI</b>			
Si/(100)Si Si/(111)Si	6-8	400-620	Nizkotemperaturna epitaksa v visokem vakuumu ( $10^{-7}$ - $10^{-6}$ mbar), plitek in izrazit-p stik (polprevodniške naprave)
Amorfni Si/ steklo	0-6	200	Toplotna stabilnost sončne celice, tankoplastni transistorji
Ge/(100)Si Ge/(111)Si	0.5-1	300-500	Nizko temperaturna epitaksa v visokem vakuumu ( $10^{-7}$ - $10^{-6}$ mbar), plitek in izrazit p-n stik (polprevodniške naprave)
GeAs/GeAs	1-6	550-600	Epitaksa v visokem vakuumu ( $10^{-7}$ - $10^{-6}$ mbar), (polprevodniške naprave)
GaP/GaP	4	550	Nizko temperaturna epitaksa v visokem vakuumu ( $10^{-7}$ - $10^{-6}$ mbar) (cenene LED)
ZnS/NaCl	1	200	Monokristalna rast (optične prevleke, ac-dc elektroluminiscenčne celice z majhnimi impendancami)
ZnS + Mn/ steklo	1	200	Monokristalna rast (optične prevleke, ac-dc elektroluminiscenčne celice z majhnimi impendancami)
CdTe/steklo	2	250	Izboljšana monokristaliničnost domen infrardeči detektorji
CdTe,PbTe/Si, InSb	5	250	Zelo tanke in monoatomarne plasti, nizkotemperaturna rast (optoelektronske naprave, super mreže)
<b>KOVINE</b>			
AU,Cu/steklo	1-10	sobna	Močna adhezija, velika gostota, dobra el.prevodnost (visoko ločljiva vezja,optične prevleke)
Pb/steklo	5	sobna	Možnost kontrole kristalne strukture, močna adhezija, gladka površina, izboljšana termična stabilnost (superprevodniške naprave)
Ag/Si(n-tip)	5	sobna	Omski kontakti brez legiranja

Tanka plast/ podlaga	Posp. nap. (kV)	Temp. podlage °C	prednosti CIS metode (uporaba)
Ag/Si(p-tip)	5	400 (legiranje)	Omski kontakt (polprevodniška metalizacija)
Ag,Sb/GaP	2	400	Omski kontakt, močna adhezija (polprevodniška metalizacija)
Al/SiO <sub>2</sub> ,Si	0-5	sobna - 200	Možnost kontrole kristalne strukture, močna adhezija, omski kontakt pri nizki temperaturi (polprevodniška metalizacija)
<b>OKSIDI, NITRIDI, KARBIDI IN FLUORIDI</b>			
CaF <sub>2</sub> / Si(111),(100)	0-5	400-700	Nizkotemperaturna rast, gladka površina (tridimenzionalne naprave)
MgF <sub>2</sub> /steklo	0-5	100-300	Močna adhezija (optične prevleke)
FeOx/ Si, steklo	3	250	Možnost kontrole višine prepovedanega pasu (sončne celice)
GaN,ZnO/ steklo	0	450	Nizkotemperaturna rast plasti GaN na amorfni podlagi (cenene LED, fotokatode)
SiC/Si, steklo	0-8	600	Možnost kontrole kristalne strukture (površinska zaščitna plast)
<b>KOVINSKE SPOJINE</b>			
CuAl/steklo	0-5	sobna	Možnost kontrole kristalne strukture, gladka površina (spominske enote)
CuNi/steklo	0-5	sobna	Možnost kontrole kristalne strukture (uporovni lističi)
Preferenčno orientiran MnBi/ steklo	0	300	Prostorska urejenost magnetnih domen, optični spomin velike gostote (magnetno optični spomin)
CdFe/steklo	0	200	Termična stabilnost in urejenost, amorfna struktura (magnetno optični spomin)
Preferenčno orientiran PbTe/ steklo	0-3	200	Visok Seebeck-ov koeficient, nizka toplotna prevodnost (učinkovit termoelektrični pretvornik)
Preferenčno orientiran ZnSb/ steklo	1	140	Termično stabilna amorfna struktura, visok Seebeck-ov koeficient (učinkovit termoelektrični pretvornik)

do 300°C, kar je bistveno manj od običajnih temperatur 1200°C pri npr. MOS ali CMOS tehnologijah. Nekatere druge uporabe metode CIS so razvidne iz tabele 1.



Slika 5. Optični absorpcijski spekter super rešetke 60 plasti CdTe/PbTe z debelinami  $t = 6.5$  nm oziroma 8.0 nm, nanesene z metodo ioniziranih skupkov, [9]

#### 4 Metoda nanašanja CIS - raziskave na IJS

Zaradi relativne cenenosti, sorazmerno enostavne vakuumske tehnologije, predvsem pa zaradi izjemno široke možnosti izbora visokokvalitetnega nanašanja raznovrstnih materialov (kovin, polprevodnikov, termoelektričnih materialov, dielektrikov, magnetnih materialov in celo nekaterih organskih spojin) smo izbrali in leta 1989 dokončali izgradnjo osnovne verzije pilotske naprave za nizkotemperaturno nanašanje tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov. Naprava, katere namen je bil pridobivanje izkušenj, nam rabi za osnovne raziskave na področju fizike stika kovina/polprevodnik, hkrati pa daje možnosti za pripravo nekaterih, senzorjev (npr., p-i-n Ge/Si dioda kot infrardeči detektor).

#### 5 Sklep

V članku opisani postopek vakuumskega nanosa raznovrstnih materialov na površino izbrane podlage po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS, omogoča pripravo visokokvalitetnih epitaksnih tankih plasti, ki so posebnega pomena v znanosti in tehnologiji.

Za ionizirane skupke je značilno veliko razmerje med maso skupka in njegovim električnim nabojem. Z ustrezno izbrano vrednostjo pospeševalnega statičnega električnega polja je mogoče natančno določiti kinetično energijo atomov rahlo vezanih v skupek, ki vpadajo na površino podlage. Ionizirani in nevtralni skupki se na površini vsled trka razletijo na individualne atome, ki po njej difundirajo in zaradi svoje energije povzročajo lokalno mikrosegrevanje površine, zelo plitko implantacijo v podlago, tvorbo aktivacijskih središč za nukleacijo in v majhni meri tudi razprševanje atomov s površine podlage. Zaradi mikrosegrevanja in trkov s površinskimi atomi nečistoč, povzročajo omenjeni delci lokalno čiščenje površine in temu pojavu pripisujejo vzrok, da poteka postopek nanašanja po metodi CIS pri nižjih tlakih in nižji temperaturi podlage kot z drugimi metodami nanašanja.

Epitaksa po metodi curka ioniziranih skupkov je, tako se dozdeva, tudi znotraj strokovnih skupin sorazmerno slabo poznan postopek rasti visokokvalitetnih tankih plasti. Pričakovati je, da se bo uporaba metode CIS prav zaradi vrste prednosti, nenazadnje tudi zaradi možnosti nanosa najraznovrstnejših snovi, v svetovnem merilu pričela uveljavljati tudi na takšnih področjih raziskav, kot so super rešetke. To je t.i. fizika kvantnih heteroplastnic oziroma kvantnih jam, ki je raziskovalno nadvse zahtevno področje, vendar je zelo zanimivo za različne uporabe.

#### Zahvala

Za pomoč pri konstrukciji, izgradnji in preiskovanju pilotske CIS naprave ter na njej izvedenih eksperimentih se zahvaljujem sodelavcem E. Krištofu, M. Koželju, T. Mrdenu in pa F. Žitniku ter F. Moškoni.

#### 6 LITERATURA

- /1/ "Solid-State Physics Source Book", S.P.Parker Editor, McGraw-Hill, N.Y. 1988, glej tudi V. Marinkovič, Vakuumist 1, 3, (1992)
- /2/ M. A. Herman, H. Sitter "Molecular Beam Epitaxy", Springer Series in Material Science 7, Springer-Verlag, 1989
- /3/ Michael Shur, "Physics of Semiconductor Devices", Prentice Hall, 1990
- /4/ "Elemental and Molecular Clusters", uredniki: G.Benedek, T.P.Martin in G. Pacchioni, Springer Series in Material Science 6, Springer-Verlag, 1988
- /5/ Toshinori Takagi, "Ionized-Cluster Beam Deposition and Epitaxy", Noyes Publications, ZDA, 1988, glej tudi, T. Takagi, Vacuum, 36, 27 (1986)
- /6/ W.L.Brown, M.F.Jarrold, R.L.McEachern, M. Sosnovski, G.Takaoka, H.Usui and I.Yamada, Nucl. Instruments and Meth. in Phys. Research B59/60, 182, (1991)
- /7/ Horngming Hsieh and R.S.Averback, Phys. Rev. B42, 5365, (1990)
- /8/ G.Fuchs, M.Treilleux, F.Santos Aires, B.Cabaud, P.Melinon, and A.Hoareau, Phys. Rev. A40, 6128, (1989)
- /9/ T.Takagi, H.Takaoka and Y.Kuriyama, Thin Solid Films, 126, 149, (1985)

# OLJA ZA VAKUUMSKE ČRPALKE

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

## VACUUM PUMP FLUIDS

### Abstract

In the paper the review of properties of pump fluids for vacuum rotary pumps, as well as for turbomolecular and diffusion pumps is presented. The fluids used in vacuum pumps are refined mineral oils and synthetic fluids: silicones, ethers, esters, fluorosilicones, and fluorocarbons. The selection of fluids for several pumps and applications is described.

### Povzetek

V članku je podan pregled lastnosti olj za vakuumske rotacijske, turbomolekularne in difuzijske črpalke. V črpalkah uporabljamo mineralna in sintetična olja: silikone, etre, estere, fluorosilikone in fluoroogljike. Opisan je izbor olj za različne črpalke in uporabo.

## 1 UVOD

V vakuumski tehniki uporabljamo olja za rotacijske oz. mehanske, turbomolekularne, ejektorske in difuzijske črpalke. Njihova vloga pri vseh teh vrstah črpalk je nekoliko različna. Pri rotacijskih, morajo npr. zagotavljati tesnjenje med premikajočimi (vrtečimi) se deli ter mazati in hladiti ležaje ter drsne površine. Pri ejektorskih in difuzijskih črpalkah olja uparjamo, da bi z nastalo pogonsko paro ustvarili učinek črpanja.

Idealno bi bilo, da bi bilo vsako vakuumsko olje termično stabilno, kemično inertno, imelo naj bi nizek parni tlak, povrhnjavo pa naj bi bilo tudi dobro mazivo. Takih idealnih olj seveda ni, imamo pa le taka, ki so prilagojena posameznim vrstam črpalk. Imamo torej kakovostne stopnje ali kvalitete olj, ki so namenjene za: 1) rotacijske črpalke, 2) turbomolekularne ter 3) difuzijske.

Preden začnemo opisovati lastnosti teh olj, se najprej seznanimo z zahtevami, ki jih morajo izpolnjevati.

## 2 Zahtevane lastnosti vakuumskih olj

### 2.1 Parni tlak

Nizek parni tlak in mazivna sposobnost sta najpomembnejši lastnosti vakuumskega olja. Nizek parni tlak je pomemben zato, ker soodloča pri končnem skupnem (totalnem) tlaku, ki ga lahko črpalka doseže. Idealno bi bilo, če bi bil le-ta enak parnemu tlaku uporabljenega olja. Praktično je nekoliko višji. Parni tlak olja je pomemben tudi zato, ker se oljne pare sčasoma (zaradi povratnega toka) pojavijo tudi v komori in lahko (negativno) vplivajo na proces, ki se tam odvija.

Olja za mehanske (rotacijske) črpalke naj bi imela parni tlak pri delovni temperaturi črpalke nižji od  $10^{-3}$  mbar. Pri difuzijskih črpalkah pa naj bi uporabili olja, katerih parni tlak je pri sobni temperaturi med  $10^{-5}$  in  $10^{-9}$  mbar ali nižje, odvisno od uporabe. Večina vakuumistov ni nikoli merila parnih tlakov, ker so meritve zelo zapletene in drage, pa še standarda, ki bi ga priznala mednarodna organizacija ISO (ali vsaj

ameriško vakuumsko društvo AVS ali mednarodna zveza IUVSTA) nimamo. Parne tlake se sicer da meriti v nekem ozkem temperaturnem območju, pri drugih, nižjih temperaturah pa si pomagamo z ekstrapolacijo rezultatov.

Parni tlak bo najnižji pri tistih oljih, ki imajo najvišjo povprečno molekularno maso. Parni tlak in končni skupni (totalni) tlak črpalke nista eno in isto, sta pa v povezavi. Slednji je navadno vsaj 5- do 10-krat večji.

### 2.2 Druge lastnosti olj

Viskoznost, strdišče, plamenišče, topljivost za pline ter barva so le nekatere lastnosti, ki jih uporabljamo pri označevanju (karakterizaciji) vakuumskih olj.

Viskoznost je obratno sorazmerna parnemu tlaku. Podatek, ki ga navajajo proizvajalci, je kinematična viskoznost, ki je navadno izmerjena pri dveh temperaturah: 20 oz. 40 in 100°C.

Strdišče je tista temperatura, pri kateri se olje strdi. Postopek in tehnika merjenja sta predpisana. Temperatura strdišča mineralnih olj za rotacijske črpalke je pribl. od -10 do -20°C. Kinematična viskoznost je pri strdišču velikostnega reda  $10^5$  do  $10^6$  mm<sup>2</sup>/s (oz. 0,1 do 1 m<sup>2</sup>/s).

Plamenišče je, poenostavljeno rečeno, temperatura, pri kateri se oljne pare na zraku vnamejo. Tudi ta postopek in tehnika merjenja sta predpisana. To območje je pri mineralnih oljih pribl. med 200 in 300°C.

Topljivost za pline je nezaželeno lastnost olj, ker podaljšuje čas, v katerem mehanska črpalka doseže svoj končni tlak. Velika topljivost povzroči, da se olje peni, pride pa lahko tudi do reakcij, kadar zaporedno črpamo različne pline (Npr.: Pri CVD reaktorju raztopljen zrak iz enega cikla reagira s silanom iz kasnejšega in nastane koloidni silicijev dioksid).

Barva olja nam rabi za vizualno identifikacijo kategorije olja. Po barvi se da tudi ugotavljati nasičenost olja z vodnimi ali drugimi dispergiranimi delci (kapljicami), kar je dober znak za takojšnje zamenjavo.

## 3 Vrste vakuumskih olj

### 3.1 Mineralna olja

Mineralna olja so mešanica parafinskih, naftenskih in aromatskih ogljikovodikov z različno razdelitvijo molekularnih mas. Parafini so odlična maziva; so stabilni pri visokih temperaturah, tekoči pri nizkih, imajo konstantno viskoznost (razmeroma visoko!) na širokem temperaturnem območju in so dovolj adhezivni s podlago. Pri visokih temperaturah in v prisotnosti kisika so izrazito nestabilni. Aromati dajejo usedline pri visokih temperaturah in imajo nezaželeno nizko viskoznost.

Nafteni imajo te lastnosti nekje med parafini in aromati. "Parafinska" olja so sestavljena iz pribl. 65% parafinskih, 30% naftenskih in 5% aromatskih ogljikovodikov.

Priprava olj, ki se začne s surovo nafto, je zelo zapletena. To je cela znanost, ki je tu ne bomo razpredali. Gre za čiščenja, ekstrakcije, destilacije itd. Končna destilacija oz. njena temperatura in tehnika sta izbrani tako, da dobimo želeno viskoznost in parni tlak. Mineralna olja niso enaka, različna so že v svoji osnovi in značilna po nahajališču oz. črpališču surove nafte. Ni mogoče izdelati mineralnega olja z ekstremno nizkim parnim tlakom iz mešane baze. Zato niso primerna za doseganje ultra visokega vakuuma (UVV).

Inhibirana olja vsebujejo primesi, ki izboljšajo nekatere lastnosti mineralnih olj, da so npr. manj občutljiva za oksidacijo (dodatek inhibitorja-antioksidanta), da ne delajo sluzi in da se ne penijo. Aditivi (dodatki) lahko podaljšajo trajnost oz. uporabnost, znižajo točko strdišča, povečajo viskoznost ipd. Detergenti kot dodatki preprečujejo penjenje. Večina aditivov ima visok parni tlak in so zato taka olja uporabna le v nekaterih primerih.

Detergentna olja (avtomobilska motorna olja!) zato niso primerna za rotacijske črpalke, če želimo doseči končni skupni tlak nižji od  $10^{-1}$  mbar (z enostopenjsko rotacijsko črpalko).

### 3.2 Sintetična olja

Glavna "vakuumska" značilnost sintetičnih olj je, da imajo nizek parni tlak, kemično inertnost (niso kemično reaktivna) in visoko viskoznost. Najbolj znane in že dolgo vsesplošno poznane so silikonska olja, ki se uporabljajo v difuzijskih, pa tudi v turbomolekularnih in rotacijskih črpalkah. Tako trisiloksane najbolj uporabljamo za polnjenje difuzijskih črpalk, ker so stabilni, odporni proti oksidaciji in, kot že rečeno, imajo nizek parni tlak. Mednje spadata silikonski olji DC 704 (tetra fenil tetra metil trisiloksan) in DC 705 (penta fenil - trimetil trisiloksan) firme Dow Corning, ZDA. Slednje ima nižji parni tlak od vseh silikonskih olj. Obstajajo tudi alkalni siloksani, ki so dobra mazivna olja, toda imajo nižjo viskoznost.

Med sintetična olja spadajo tudi etri in estri ter fluoroetri. Od slednjih je najimunitnejši predstavnik Flombin (perfluoro-polietar ali kratko PFPE) z molekularno maso 1800 do 3700, ki je zelo uporaben v rotacijskih črpalkah, pa tudi v turbomolekularnih in difuzijskih, z viskoznostnim indeksom 50 do 120. Flombin<sup>\*1</sup> /2/ daje "čist" vakuum, tj., ne onesnažuje notranjih delov vakuumske komore oz. dovodov do nje in ne vpliva na procese, ki se v njej dogajajo, zato ga uporabljamo v sistemih za črpanje elektronskih mikroskopov, masnih spektrometrov ipd., kjer so vroče katode, katerih uporabnost se zato mnogokrat podaljša.

Rotacijske črpalke, ki so polnjene z odgovarjajočo kakovostno stopnjo PFPE olja, so primerne za črpanje korozivnih plinov (tudi amoniaka), ne da bi pri tem razpadla, kisik pa lahko črpamo brez nevarnosti vžiga<sup>2</sup>. PFPE olja so zelo draga (približno 100-krat dražja od dobrega mineralnega olja), toda kvalitetna. Ni potreb-

no, da pred črpalko na sesalni strani vgrajujemo adsorpcijske (zeolitne) pasti za lovljenje povratnih par. Če črpamo zelo korozivne pline, moramo olje sproti nevtralizirati s posebno napravo /3/.

## 4 Izbor olj

### 4.1 Olja za rotacijske črpalke

Ta olja morajo biti predvsem mazivna (ležaji, drsne površine), s primerno viskoznostjo (vakuumska tesnost med vrtečimi se deli!) in nizkim parnim tlakom. Morajo biti tudi kompatibilna s procesom, ki poteka v vakuumski komori, ter ne smejo biti strupena (toksična). Dolga leta in še danes uporabljamo mineralna olja, ki so po potrebi "oplemenitena" z aditivi proti oksidaciji, koroziji, penjenju itd.

Viskoznost olja, ki je zahtevana za neko črpalko, je odvisna od preciznosti izdelave notranjih delov črpalke, ter od kvalitete površin, predvsem stičnih drsnih površin, dalje od hitrosti vrtenja in delovne temperature črpalke. Slabše izdelane črpalke zahtevajo torej večjo viskoznost olja.

Pri bolj zapletenih procesih v vakuumski komori pa mineralna olja niso več primerna, zato je potrebno predvsem lahke frakcije poloviti s hladilnimi pastmi na tekoči dušik ali z molekularnimi siti (adsorbenti, kot npr. zeolit), sicer povratni tok (velikost navadno 10 do 20  $\mu\text{gcm}^{-2}\text{min}^{-1}$ , ko črpalka doseže končni tlak) teh par pride v procesno komoro, kjer ni zaželen.

Mineralna olja za rotacijske črpalke naj bi imela te fizikalne lastnosti /6/:

– parni tlak pri 20°C	nižji od $10^{-6}$ mbar
– molekularna masa	420 do 520
– viskoznost pri 20°C	10 do 30 SAE
– strdišče	-9 do -18°C
– aditivi	po potrebi
– vsebnost žvepla	manj kot 1.5%

Od sintetičnih olj, ki so oksidacijsko zelo odporna ter nasploh ena izmed najboljših (pa tudi najdražjih), naj navedemo za zgled Fomblin<sup>\*3</sup> Y 16, ki ne polimerizira pri višjih temperaturah, pa tudi lovilnikov za povratni tok oljnih par ne potrebuje. Parni tlak pri 20°C ima  $4 \times 10^{-3}$  mbar (pri 100°C pa  $4 \times 10^{-1}$  mbar), povprečna molekularna masa je 2500, viskoznost pri 20°C je  $1.6 \times 10^{-4}$  (zato oznaka Y 16!)  $\text{m}^2$  oz. 160 cSt, pri 100°C pa  $7 \times 10^{-6}$  oz. 7 cSt. Strdišče je pri -45°C, spec. masa pri 25°C je 1.09 (težje od vode!)  $\text{kg/dm}^3$ .

### 4.2 Olja za turbomolekularne črpalke /1/

Olja za (starejše tipe) turbomolekularnih črpalk so različna od tistih za navadne mehanske črpalke. Visoke hitrosti oz. visoko število vrtljajev zahteva mazanje ležaja z nizko viskoznim oljem, ki mora biti predhodno dobro vakuumsko razplinjeno (degazirano), da ni penjenja. Povprečna delovna temperatura je 70°C. Uporabljamo lahko visoko rafinirana mineralna olja. V večini turbomolekularnih črpalk se uporablja sintetično PFPE olje. Omenimo le Y VAC 06/6. Pri teh oljih izbira ni velika, popolnoma smo odvisni od proizvajalca črpalke in njegovih navodil. Glavna nevšečnost pri oljih za te vrste črpalk je povratna difuzija vodika, kar pa je odstranjeno, če uporabljamo PFPE olja.

### 4.3 Olja za difuzijske črpalke

Idealno olje za difuzijske črpalke (ki ga seveda ni) naj bi bilo stabilno, imelo naj bi nizek parni tlak, nizko specifično toploto, nizko temperaturo uparivanja, naj bi bilo varno za delovanje, ne bi smelo termično razpadati in oksidirati ali vsrkavati črpni plin oz. reagirati z okolico. Kriteriji, kot vidimo, se precej razlikujejo od tistih, ki jih postavljamo za olja v rotacijskih črpalkah. Ni pomembno, da so olja za difuzijsko črpalko mazivna, tudi viskoznost ni kritična (zadostuje že, da je olje sposobno odteči po steni črpalke nazaj v vrelnik (boiler)). Njihov parni tlak mora biti zelo nizek, da dosežemo nizek končni tlak (področje visokega vakuum). Kot velja za vsa vakuumna olja, tudi ta ne smejo biti toksična ali onesnažujoča za okolje.

Obstaja velika vrsta olj, ki so primerna za delovanje v difuzijskih črpalkah (pa tudi v ejektorskih). Dandanes mineralna olja skoraj ne pridejo več v poštev, čeprav so poceni. Lažja olja imajo povprečno molekularno maso 300 do 450, težja nad 500. Končni tlak, ki ga dosežemo z mineralnimi olji, je omejen z razpadom pri gretju, so torej termično nestabilna in oksidacijsko neodporna. Ta olja so včasih uporabljali tudi v rotacijskih črpalkah. Težja mineralna olja imajo manjši povratni tok. Vsa mineralna olja so podvržena hitri oksidaciji, če so izpostavljena atmosferi (zraku), ko so ogreta, kar je posebno pogosto pri industrijskih napravah (slab predvakuum!) in pri malomarnem delu.

Bolj kot mineralna olja danes uporabljamo silikonska (pa tudi polifiniletre) in perfluoro polietre-PFPE /4/ ter še vrsto drugih. Pri difuzijskih črpalkah lahko brez težjih posledic menjavamo vrsto olja. Pogoji so, da jo predhodno dobro očistimo (npr. z acetonom, ali drugim primernim topilom), osušimo ter nato napolnimo z drugim novim oljem ter prilagodimo moč gretja. Pri Hg črpalkah ne smemo zamenjati živega srebra z oljem ali obratno, ker konstrukcija sistema šob in materiali niso primerno prilagojeni.

Cene silikonskih olj so do 10-krat višje kot pri navadnih mineralnih oljih. Silikonska olja so termično in oksidacijsko izredno stabilna, prav tako so tudi kemijsko odporna. Kemijsko spadajo med metil-fenilsiloksane, najbolj pa so znana pod oznako DC 704 (tetra metil-tetra fenil trisiloksan) in DC 705 (trimetil-pentafenil-trisiloksan). Slednje je tki. "ultravakuumsko" olje s parnim tlakom pri 20°C 10<sup>-9</sup> mbar ter specifično težo 1.09 (DC 704 pa 1.07) ter molekularno maso 546 (DC 704 pa 484). DC 705 je tudi skoraj dvakrat dražji od DC 704.

Od drugih sintetičnih olj naj omenimo še kategorijo PFPE, in sicer Fomblin Y VAC 40/11, Y VAC 25/9, Y VAC 18/8. Od teh je slednji najbolj hlapljiv (uparljiv) in ima tudi druge dobre lastnosti. Njegova povprečna molekularna masa je 2600, ki je sicer nižja kot pri Y VAC 25/9 (3400). Difuzijske črpalke, polnjene s PFPE, imajo višje kritične predtlake, kot one s polifenil etri, med katerimi je zelo znan Santovac 5 (0.6 mbar; PFPE pa 1 mbar). To je olje za ekstremno nizke končne tlake difuzijskih črpalk, saj ima parni tlak nižji od 10<sup>-10</sup> mbar pri 20°C in je zelo, zelo drag (do 30-krat dražji od navadnega mineralnega olja). Zelo ga priporočajo pri črpanju masnih spektrometrov in drugih analizatorjev z vročo katodo.

Sodobne difuzijske črpalke so frakcionirne. Olja so navadno sestavljena iz več frakcij z različnimi molekularnimi masami, ki imajo tudi različne parne tlake, in sicer imajo najtežje frakcije tudi najnižje parne tlake. Dobra frakcionirna črpalka usmeri pare najtežje frakcije v prvo (zgornjo) šobo (od tod je največji povratni tok oljnih par ob zagonu in izklopitvi gretja črpalke), ki je najbližja komori in tako "diktira" doseženi končni skupni (totalni) tlak v njej. Le ta je lahko skoraj za en velikostni red nižji kot pri navadnih (nefrakcionirnih) difuzijskih črpalkah. Dobra frakcionirna difuzijska črpalka lahko torej izboljša končni vakuum\*4 ter ga približa parnemu tlaku najtežje oljne frakcije.

## 5 SKLEP

Olja za črpalke so usodno povezana z ustvarjanjem vakuum, saj so odločujoči medij, brez katerega ne bi mogle delovati.

V članku smo se namenoma izogibali ocenjevanju najrazličnejših olj, ki imajo zelo različna komercialna imena in ki jih prodajajo ali preprodajajo skoraj vse vakuumne firme. Ker je v teh oljih precej poslovne "mistike", so boljša olja precej draga, tehnologija izdelave pa je skrbno varovana tovarniška skrivnost.

## LITERATURA

- /1/ John F. O'Hanlon: Vacuum pump fluids, J. Vac. Sci. Technol. A2(2), April-June 1984, 174-181
- /2/ L. Laureson: Perfluoropolyethers as vacuum pump fluids, Vacuum technology, Nov 1977, Technical Publishing Co, USA
- /3/ Pierr Duval: Pumping chlorinated gases in plasma etching, J. Vac. Sci. Technol. A1(2), April-June 1983, 233-236
- /4/ E. H. Hirsch, T. J. McKay: A comparison of perfluoropolyether and silicone diffusion pump fluids, Vacuum 43 (4) 301-304, 1992
- /5/ L. Laureson: Technology and applications of pumping fluids, J. Vac. Sci. Technol. 20 (4), April 1982, 989-995
- /6/ L. Laureson: Vacuum fluids, Vacuum 30, (7) 1980, 275-281
- /7/ P. Connock, A. Devaney, I. Carrington: Vacuum pumping of aggressive and dust laden vapors, J. Vac. Sci. Technol. 18(3) April 1981, 1033-1036
- /8/ John F. O'Hanlon: Mechanical Pump Fluids for Plasma deposition and etching system, Solid State Technol., Oct. 1981, 86-89

\*1 PFPE olja za difuzijske črpalke so vedno označena z dvema številčkama /2/, npr. Y VAC 18/8. Prva je viskoznostni indeks, druga indeks parnega tlaka, oboje pri sobni temperaturi. Torej, številka 18 v našem zgledu pomeni viskoznost 1.8x10<sup>-4</sup> m<sup>2</sup>/s (180 cSt -centistokov), druga 8, pa parni tlak 10<sup>-8</sup> mbar.

\*2 Pri mineralnih oljih lahko nastane pri visokih koncentracijah kisika in primernem razmerju med njim ter parami ogljikovodikov pri povišani temperaturi vžig oz. eksplozija v ohišju črpalke ali v izpušni cevi. Pri temperaturi 100°C ali več in črpanju kisika se mineralno olje razgrajuje: nastanejo polimeri, sluz in smola. Če pa črpamo z rotacijsko črpalko pline, ki vsebujejo klor pa je razpadanje mineralnega olja zelo hitro, zato ga je treba večkrat zamenjati /8/.

\*3 Fomblin je komercialno ime za sintetično PFPE olje Firme Montedison SpA

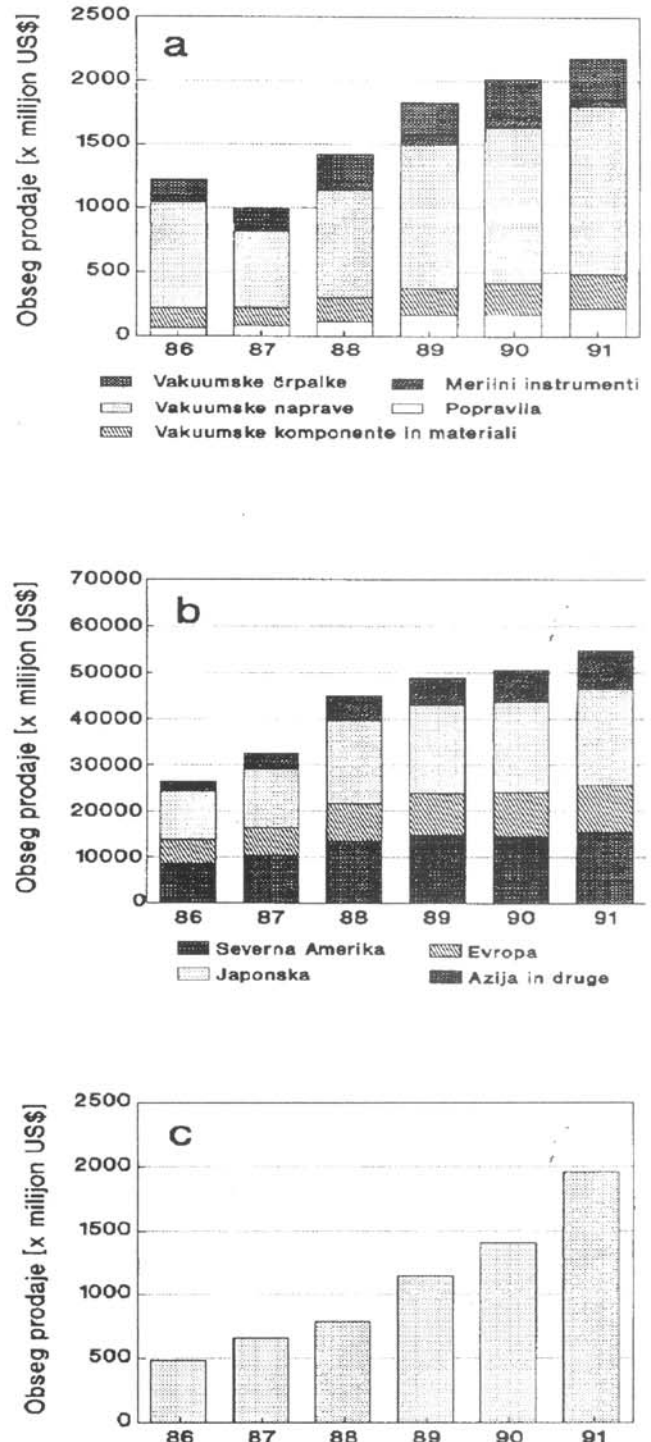
\*4 Če ste v zagati z nabavo zares dobrega olja (zaradi visoke cene ali dolgega dobavnega roka ali da nimate prijateljev, ki bi ga vam posodili ali celo darovali), potem iz obupa lahko napolnite dif. frakcionirno črpalko z navadnim motornim oljem, ki ga dobite na vsaki bencinski črpalki. Dobra frakcionirna črpalka vam bo olje lepo razplinila ter frakcionirala tako, da lahko pričakujete končni vakuum okoli 10<sup>-5</sup> mbar. Računajte pa na to, da mineralno olje ni odporno proti oksidaciji.

## POMEN VAKUUMSKE TEHNIKE V RAZVITIH DRŽAVAH - JAPONSKA

Vakuumska tehnika in tehnologije so v razvitih deželah gonilna sila industrijskega razvoja. Na mnogih področjih znanosti in sodobne industrije pomeni vakuumska tehnika nujno potrebno infrastrukturo. Uporabljamo jo pri izdelavi skoraj vseh sestavnih delov za (polprevodniško) elektroniko in optiko, pri izdelavi specialnih zlitin, v industriji prehrabnih in farmacevtskih izdelkov itd. Pričakujemo lahko, da se bodo področja uporabe nezadržno širila tudi v 21. stoletju. Zato lahko upravičeno trdimo, da je nivo razvoja in stopnja uporabe vakuumske tehnike v neki družbi merilo tehnološke razvitosti. Ravno zato si bomo v tem prispevku ogledali, kakšno je stanje japonske vakuumske industrije, ki je nedvoumno ena najbolj razvitih na svetu. Tako si bomo lažje predstavljali, kje je mesto "slovenske vakuumske industrije". Majhnost države ni opravičilo, da tej pomembni industrijski veji ne bi dali večjega poudarka. Vsi namreč vemo, da je ena svetovno najbolj uspešnih firm v vakuumski tehniki, Balzers, doma v miniaturi kneževini Liechtenstein.

Japonska je toliko bolj zanimiva, ker se je tam razvoj na tem področju pričel šele po drugi svetovni vojni. Napredek vakuumske tehnike je bil tesno povezan z razvojem polprevodniške industrije, ki se je pričel v šestdesetih letih. Danes so največji proizvajalec polprevodniških izdelkov (obseg prodaje na svetovnem trgu je večji kot 20 milijard USD). Japonska je vodilna v razvoju in proizvodnji tekočerkristalnih prikazalnikov, LCD-jev, kjer je uporaba vakuuma neobhodna. Cilj je narediti ravne panelne zaslone, ki bi nadomestili klasične slikovne elektronke ("katodne cevi") in bi v primerjavi z njimi imeli naslednje prednosti: majhno težo, majhno debelino, kompaktnost in majhno priključno moč. Pomemben del sodobne japonske industrije je tudi proizvodnja magnetnih, optičnih in magnetooptičnih diskov, najrazličnejših senzorjev ter sončnih celic. Proizvodnje naštetih izdelkov so značilni primeri vakuumskih tehnologij. Zelo močna industrijska panoga je tudi vakuumska metalurgija, ki se ukvarja s proizvodnjo: (a) zelo čistih materialov za naporevanje in naprševanje, (b) kovin z visokim tališčem (Ta, Nb, W, Mo .. in njihove zlitine) za potrebe elektronske in kemijske industrije, (c) superprevodnih materialov (npr. Nb-Ti in V<sub>3</sub>Ga superprevodne žice), (d) kovinskih (Au, Cu, Ni, Fe-Co, ...) in keramičnih (TiN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, ...) ultra finih prahov, (e) naprav za pripravo metalurških prevlek, itd.

Obseg prodaje vakuumskih izdelkov na Japonskem strmo narašča in se je v zadnjih petih letih skoraj podvojil (slika 1) /1/. V strukturi prodanih izdelkov predstavljajo največji delež vakuumski sistemi, narašča pa tudi prodaja vakuumskih črpalk in sestavnih delov. Za ponazoritev so prikazani tudi histogrami, ki prikazujejo prodajo polprevodniških komponent in LCD-jev. Iz te primerjave je očitno razvidno, da obseg prodaje na vseh treh področjih časovno sovpadajo.



Slika 1. Obseg prodaje vakuumskih izdelkov (a), polprevodniških komponent (b) in LCD-jev (c) na Japonskem. V histogramu (b) je prikazan tudi obseg prodaje polprevodniških komponent drugje po svetu; k deležu Severne Amerike ni vključen tisti del proizvodnje, ki se porabi znotraj velikih podjetij (IBM, AT&T, ...).



Japonska vakuumška industrija ima nedvoumno zaledje v (mikro)elektronski industriji. Na razvoj vakuumških tehnologij pa je pomembno vplival tudi nacionalni termofuzijski projekt, katerega začetki segajo v sredino sedemdesetih let, ko je bil postavljen fuzijski reaktor vrste tokamak. Pri teh napravah je eden ključnih problemov, kako narediti ekstremno čisto plazmo v ogromni posodi. V tistem času so se tudi v polprevodniški tehnologiji pričeli uporabljati različni plazemski postopki (naprševanje, plazemsko jedkanje), ki so tudi zahtevali zelo čiste razmere med samim procesom. Pri gradnji visokoenergijskih pospeševalnikov delcev pa se je pojavila zahteva po ultra visokovakuumskih sistemih (UHV), zgrajenih iz materialov z nizkim vrstnim številom. Vakuumška industrija je bila v tistem času dobro organizirana in je uspešno reševala vse bistvene tehnološke probleme /2/.

Težišče sodobnega razvoja je narediti vakuumški sistem, ki bi zagotavljal ekstremno visok vakuum ( $\sim 10^{-13}$  mbar), ki je potreben pri analizah površin in pri vse pogostejše uporabljani metodi nanašanja epitaksijskih tankih plasti z molekularnim curkom (MBE). Eden bistvenih problemov pri tem je, kako odstraniti iz vakuumškega sistema vse možne izvire nečistoč. Drug problem je konstrukcijski material, t.j. nerjaveče jeklo, ki se navadno uporablja za gradnjo UHV sistemov, vendar povsod ni primeren, ker je porozen za vodik in ker močno adsorbira vlogo in druge pline. Pri iskanju rešitev za te probleme so prišli najdlje prav na Japonskem. Pri firmi ULVAC so na notranje stene vakuumških posod napršili tanko plast titanovega nitrida, ki prepreči difuzijo vodika, hkrati pa v veliki meri prepreči adsorpcijo vlage in drugih plinov na notranjih površinah sistema /3/. Ishiamaru in skupina firme Hitachi, KEK Natl. Lab., pa so v zadnjem desetletju že izdelali ekstremno visokovakuumške (XHV) sisteme, narejene iz aluminijevih zlitin /4,5/. Pomembne prednosti teh zlitin so velika termična prevodnost, nizka termična emisivnost, majhna emisija plinov, majhne energijske izgube za visokoenergijske curke, majhna preostala radioaktivnost, hkrati pa je tak sistem v celoti nemagneten /5/.

V osemdesetih letih je razvoj vakuumške tehnike finančno podprla tudi vlada s sredstvi iz Sklada za promocijo znanosti in tehnologije. Glavna tema projekta je bila: "Razvoj tehnologij za pripravo, merjenje in uporabo ultra visokega (UHV) in ekstremno visokega vakuuma (XHV)".

Podjetja in ustanove, ki se ukvarjajo s proizvodnjo, prodajo ali servisiranjem vakuumških naprav, komponent in materialov, kakor tudi podjetja, ki se ukvar-

jajo z izdelovanjem in prodajo vseh tistih končnih produktov, ki vključujejo vakuumške naprave, so organizirana v Japonsko zvezo vakuumške industrije (Japan Vacuum Industry Association - JVIA). Zdaj vključuje 116 podjetij in ustanov. Ena glavnih aktivnosti JVIA je izmenjava informacij in tehnologij med člani zveze. Med pomembnejšimi dejavnostmi pa so tudi: raziskava tržišč, statistika o dejavnosti vakuumške industrije, tehnološke informacije in transfer tehnologij. Od leta 1979 dalje vsako leto organizirajo v svetu odmevne mednarodne razstave vakuumške opreme. Zveza izdaja časopis, ki izhaja vsak drug mesec in seznanja člane o zadnjih novostih v industriji. Organizirajo seminarje, ogledе tovarn in laboratorijev ter aktivno sodelujejo na mednarodnih konferencah in seminarjih.

Največji japonski proizvajalec vakuumške opreme in naprav je ULVAC, ki ima doma in po svetu okrog 39 podjetij za proizvodnjo, prodajo in servisiranje. Celoten obseg prodaje ULVAC-ovih podjetij je 126 milijard jenov.

Kje je mesto vakuumške tehnike v Sloveniji? Kot smo videli, je le-ta na Japonskem najbolj zasidrana v elektroniki in mikroelektroniki, to je na področjih, kjer so Japonci najuspešnejši. Pri nas se je v zadnjih nekaj letih elektronika oz. mikroelektronika sesula (ali bolje: so jo sesuli!), naša vakuumška tehnika pa je tik pred tem. Jedro znanja, ki še obstaja na Lasičevem vakuumškem inštitutu, se bori za preživetje in išče nove oblike za ponovni vzpon, kajti sesuta elektronika na srečo ni bila edino sidro, s katerim je bila usidrana vakuumška tehnika v našem prostoru. Ostaja še močna farmacevtska industrija, kemija, metalurgija, biologija, fizika, zdravstvo itd, ki brez visokih tehnologij, med katere spadajo tudi vakuumške, ne morejo napredovati.

## Literatura

- /1/ Vac's Japan, JVIA Newsletter, 10, vol.1, (1992)
- /2/ S.Komiya, Vacuum, vol.43, N 11, (1992) 1089
- /3/ S.Tsukahara, K.Saitoh, S.Inayoshi and K.Onoe, Vacuum, vol.43, N 11, (1992) 1093
- /4/ M.Miyamoto, Y.Sumii, S.Komaki, K.Narushima and H.Ishimaru, J.Vac.Sci.Technol. A4(6), (1986) 2515
- /5/ H.Ishimaru, J.Vac.Sci.Technol. A7(3), (1989) 2439

**Peter Panjan in dr.Jože Gasperič,**  
**Institut "Jožef Stefan",**  
**Jamova 39, 61111 Ljubljana**

---



---

## NASVETI

---



---

### Vakuumsko izrazje - nadaljevanje

Na naše "izzivanje" se je takoj odzval mag. Bojan Povh in nam poslal svoj predlog slovenskih izrazov (a), ki bi nadomestili angleške v govoru in pisavi. "Domačo nalogo" je dobro opravil. Če bodo tudi vam izrazi všeč, jih uporabljajte, da se bodo "prijeli" v našem vakuumskem svetu.

Temu nadaljevanju "besedne pravde" smo dodali še zanimiv spisek instrumentov za analizo in karakterizacijo tankih plasti, površin ter polprevodnikov (b). Gotovo vam bodo kdaj koristili.

#### a) Vakuumsko izrazje - dopolnitev (mag. B. Povh)

angleški izraz	slovenski izraz
● gas ballast	dodajanje zraka (plina), naprava za dodajanje zraka (plina)
● by-pass	obtok, obtočni vod
● baffle	(zaslonski) lovilnik (par)
● butterfly valve	metuljasti ventil
● booster pump	vmesna, pomožna, podporna črpalka
● leak	puščanje oz. mesto puščanja
● molecular drag pump	molekularna črpalka
● nude gauge	gola trioda (merilna glava, merilni sistem)
● peak	konica, vrh
● in situ	na mestu rabe (ali vgradnje, ali izdelave)
● ex situ	zunaj mesta rabe (ali vgradnje)

#### b) Instrumenti za analizo in karakterizacijo tankih plasti, površin in polprevodnikov

kratica	angleški izraz	slovenski izraz (* iščemo primeren izraz)
TEM	Transmission Electron Microscopy	presevna elektronska mikroskopija
HRTEM	High Resolution TEM	presevna elektronska mikroskopija z visoko ločljivostjo
STEM	Scanning TEM	vrstična presevna elektronska mikroskopija
SEM	Scanning Electron Microscopy	vrstična elektronska mikroskopija
CL	Cathodoluminescence	katodna luminiscenca
EBIC	Electron Beam Induced Current	tok, vzburjen z elektronskim curkom
ECP	Electron Channeling Pattern	*
EELS	Electron Energy Loss Spectroscopy	spektroskopija energijske izgube elektronov
STM	Scanning Tunneling Microscope	vrstična elektronska mikroskopija
AFM	Atomic Force Microscope	*
SXM	Further Scanning Microscopy Techniques	*
HREELS	High Resolution Electron Energy Loss Spectroscopy	visokoločljivostna spektroskopija energijskih izgub elektronov
AES	Auger Electron Spectroscopy	Augerjeva elektronska mikroskopija
SAM	Scanning Auger Microprobe	vrstična Augerjeva spektroskopija
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy	rentgenska fotoelektronska spektroskopija

UPS	UV-Photoelectron Spectroscopy	ultra violetna spektroskopija
MIES	Metastable Induced Electron Spectroscopy	*
$\Delta\phi$	Work Function Spectroscopy	*
LEED	Low Energy Electron Diffraction	nizkoenergijski elektronski uklon
HEED	High Energy Electron Diffraction	visokoenergijski uklon
RHEED	Reflective HEED	odbojni visokoenergijski uklon
LAMMA	Laser Microprobe Mass Analysis	masna analiza z lasersko mikrosondo
SIMS	Secondary Ion Mass Spectroscopy	sekundarna ionska masna spektroskopija
IMMA	Ion Microprobe Mass Analyzer	*
SNMS	Secondary Neutral Mass Spectroscopy	sekundarna masna spektroskopija nevtralnih delcev
GDMS	Glow Discharge Mass Spectroscopy	razelektivitvena masna spektroskopija
FIM	Field Ion Mass Spectroscopy	poljska ionska mikroskopija
ISS	Ion Scattering Spectroscopy	spektroskopija sipanih ionov
RBS	Rutherford Backscattering	Rutherfordovo povratno sipanje
MEIS	Medium Energy Ion Scattering	sipanje srednjeenergijskih ionov
STA	Scattering of Thermal Atoms	sipanje termičnih atomov
TDS	Thermal Desorption Spectroscopy	spektroskopija s termično desorpcijo
PSD/ESD	Photon/Electron Stimulated Desorption	fotonsko oz. elektronsko pospešena desorpcija
EMP	Electron Microprobe / X-Ray Microprobe	elektronska mikrosonda / rentgenska mikrosonda
EDS/WDS	Energy/Wavelength Dispersive X-Ray Spectroscopy	*
PIXE	Particle Induced X-Ray Emission	*
XRD	X-Ray Diffraction	rentgenska difrakcija
XRF	X-Ray Fluorescence	rentgenska fluorescenca
EXAFS	Extended X-Ray Absorption Fine Structure	*
SEXAFS	Surface EXAFS	*
XANES	X-Ray Absorption Near Edge Fine Structure	*
NAA	Neutron Activation Analysis	nevtronska aktivacijska analiza
NMR	Nuclear Magnetic Resonance	jedrska magnetna resonanca
NQR, CEMS,	PAC etc. Further Nuclear Methods	*
EPR	Electron Paramagnetic Resonance	elektronska paramagnetna resonanca
GDOS	Glow Discharge Optical Spectroscopy	*
EL	Ellipsometry	elipsometrija
LM	Light Microscopy	svetlobna mikroskopija
LSM	Laser Scanning Microscopy	laserska vrstična mikroskopija
VCM	Voltage Contrast Microscopy	*
I R	Infrared Spectroscopy	infrardeča spektroskopija
FTIR	Fourier Transform-IR	*
RAMAN	Raman Spectroscopy	Ramanska spektroskopija
SERS	Surface Enhanced Raman Spectroscopy	*
DLTS	Deep Level Transient Spectroscopy	*
PAS	Photo Acoustic Spectroscopy	fotoakustična spektroskopija
ASRM	Acoustic Scanning Reflex Microscopy	*
LSTW	Laser Stimulated Thermal Waves	*

---



---

## DRUŠTVENE NOVICE

---



---

### 12. MEDNARODNI VAKUUMSKI KONGRES IN 8. MEDNARODNI KONGRES O ZNANOSTI POVRŠIN, Haag 12.-16. oktober 1992

Od 12. do 16. oktobra 1992 smo se slovenski va-kuumisti, za ta težek čas v izredno velikem številu, kar okrog 20 nas je bilo, udeležili 12. mednarodnega va-kuumskega kongresa in 8. mednarodne konference o znanosti površin. Želeli smo tudi dostojno zastopati našo mlado državo, saj smo bili prvič na taki prireditvi kot predstavniki Slovenije; na generalni skupščini pa je bila Slovenija sprejeta v mednarodno zvezo IUVSTA.

Ob otvoritvi kongresa sta bili dve zanimivi plenarni predavanji: prvo je bilo s področja katalize, predstavil ga je G. Ertl: Self - organization in Reaction at Surfaces, in drugo s področja tankih plasti: E.H.A. Granneman, Thin films in the IC Technology - Requirements and Deposition Methods.

Druga predavanja so potekala istočasno v devetih dvoranih in so bila razdeljena po sekcijah: Surface Science, Applied Surface Science, Thin Films, Vacuum Science, Electronic Materials and Processing, Fusion Technology and Plasmas ter Vacuum technologies.

Vsak dan je bilo predstavljeno tudi 100 posterskih del.

Slovenski vakuumisti smo imeli 3 predavanja in 18 posterskih del.

V torek, 13. oktobra 1992 je bila na generalni skupščini IUVSTA - International Union for Vacuum Science, Technique and Applications Slovenija sprejeta kot polnopravna članica v to mednarodno zvezo, v kateri je sicer aktivno sodelovala preko Zveze društev za vakuumsko tehniko Jugoslavije že od njene ustanovitve (t.j. od leta 1960 dalje).

Delegacija Slovenije je bila v naslednji sestavi doc. dr. Anton Zalar dosedanji predstavnik Jugoslavije v IUVSTA, doc. dr. Monika Jenko, vodja delegacije in Andrej Pregelj, dipl.ing., predsednik Društva za vakuumsko tehniko Slovenije. Naša delegacija je morala med glasovanjem o sprejetju Slovenije zapustiti zasedanje. Po približno 10 minutah nas je ves nasmejan prišel iskat predsednik IUVSTA prof. dr. Jose de Segovia in nam čestital, saj smo

bili v mednarodno zvezo sprejeti soglasno. Tako je mlada država Slove-nija postala polnopraven član IUVSTA.

Sledile so volitve novega predsednika in članov izvršnega odbora. Predsednik za naslednje obdobje je prof. dr. Theodor Madey iz ZDA, glavni tajnik prof. dr. John Colligon iz Velike Britanije, blagajnik prof. dr. Rudolf Dobrozemsky iz Avstrije.

Prav tako so na tej seji potrdili delegate vseh vakuumskih društev držav članic za člane Izvršnega odbora. Za naslednje triletno obdobje bo Slovenijo predstavljala doc. dr. Monika Jenko, namestnik je doc. dr. Anton Zalar.

V petek popoldne dne 16.10.1992 pa je že zasedal novoizvoljeni izvršni odbor IUVSTA. Postavili smo urnik prihodnjih sestankov. Tako bo 69. seja Izvršnega odbora od 21 do 23. marca 1993 v Bolzanu združena z italijanskim vakuumskim kongresom; 70. seja bo istočasno s 40 obletnico ameriškega vakuumskega društva, novembra v San Orlando v ZDA, 71. pa bo junija 94, istočasno z EVC-4 v Uppsalli na Švedskem. Določili so tudi, da bo 13. mednarodni vakuumski kongres leta 1995 v Yokohami na Japonskem, 14. pa v Birminghamu v Veliki Britaniji leta 1998.

Prof. Van der Veen, glavni organizator je poročal, da je bilo na minulem, to je 12. kongresu v Haagu, 1213 udeležencev iz 45 držav; prejeli so 1300 povzetkov od katerih jih je bilo okrog 10% zavrženih, predstavljenih je bilo 1176 del.

Vzporedno s kongresom je potekala tudi razstava vakuumске in analitske opreme, ki pa je bila v primerjavi s prejšnjimi, ki so spremljale svetovne vakuumске kongrese, bolj skromna.

Na koncu lahko ugotovimo, da je bil kongres uspešen, tako po organizacijski kot po strokovni plati in lahko rečemo, tako kot predsednik IUVSTA prof. Madey: "Nasvidenje čez tri leta v Yokohami".

**dr. Monika Jenko**

---



---

### Obisk dr. J.P. Looney-a na IEVT

Dne 23 oktobra je Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko obiskal dr.J.P. Looney in National Institute of Standards and Technology (NIST, prej National Bureau of Standards, NBS) v Gaithersburgu, Maryland, ZDA. NIST je eden od večjih nacionalnih laboratorijev v ZDA, kjer med drugim vzdržujejo primarne standarde za razne fizikalne, električne in druge količine, ki so pomembne v sodobni metrologiji in pri kontroli zahtevnih industrijskih procesov. Dr.Looney dela v laboratoriju za vakuumске meritve in standarde, kjer so pred kratkim začeli preiskovati možnosti uporabe optičnih metod v vakuumski metrologiji. Zanima jih uporaba teh metod za pripravo novih standardov za razredčene pline, predvsem pa priprava novega standarda za vodno paro.

Dr. Looney je imel na IEVT predavanje z naslovom: "Optical Measurements of Low Density Gases". V predavanju je podal pregled laserskih spektroskopskih tehnik, ki se lahko uporabijo za vakuumsko diagnostiko in podrobneje predstavil meritve gostote razredčenih plinov na osnovi resonančne večfotonske ionizacije.

Predavanje je bilo zelo dobro obiskano; zbralo se je kar 26 poslušalcev iz IJS, Iskre Elektrooptike in IEVT. Pri organizaciji predavanja je pomagalo tudi Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije.

**Janez Šetina**