

POVRŠINSKA OBDELAVA TITANOVIH TRAKOV IZ IONSKE ČRPALKE

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

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

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

Surface treatment of titanium strips from sputter ion pump

ABSTRACT

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

POVZETEK

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

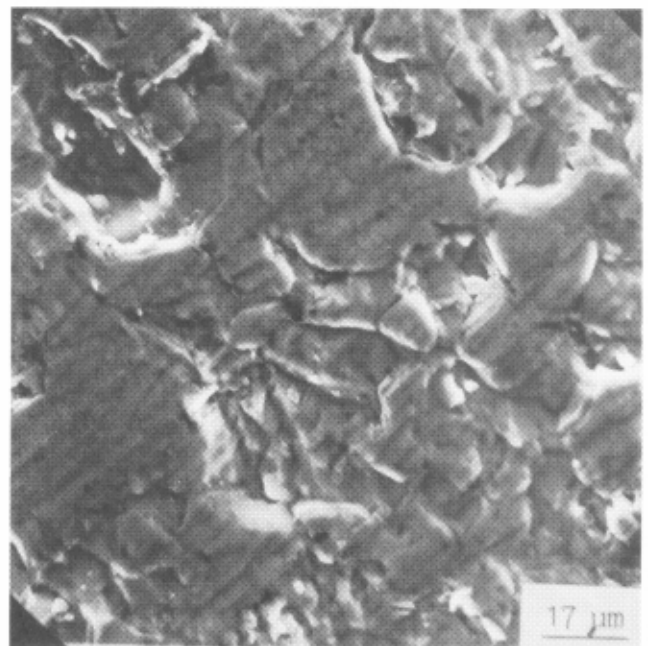
1 Uvod

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

katode rabljenih ionskih črpalk med postopkom regeneracije.

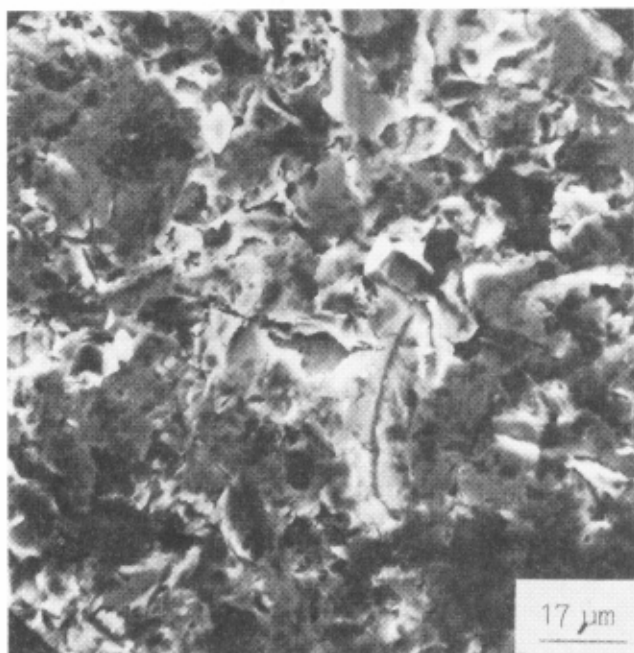
2 Peskanje titana in analize vzorcev

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

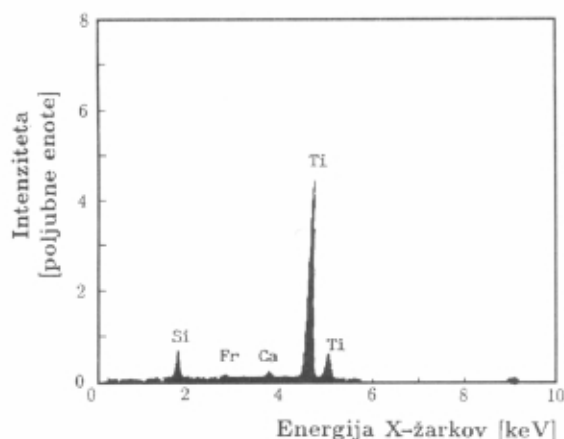


Slika 1. Posnetek površine svežega vzorca titanovega traku iz triodne črpalke.

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

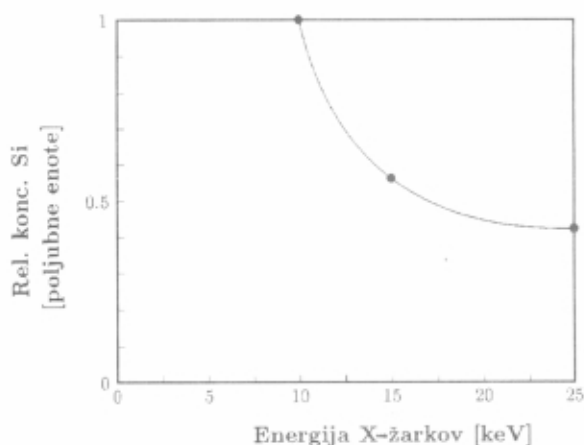


Slika 2. Fotografija titanovega vzorca, ki je bil peskan s steklenimi kroglicami pri tlaku 4 bar

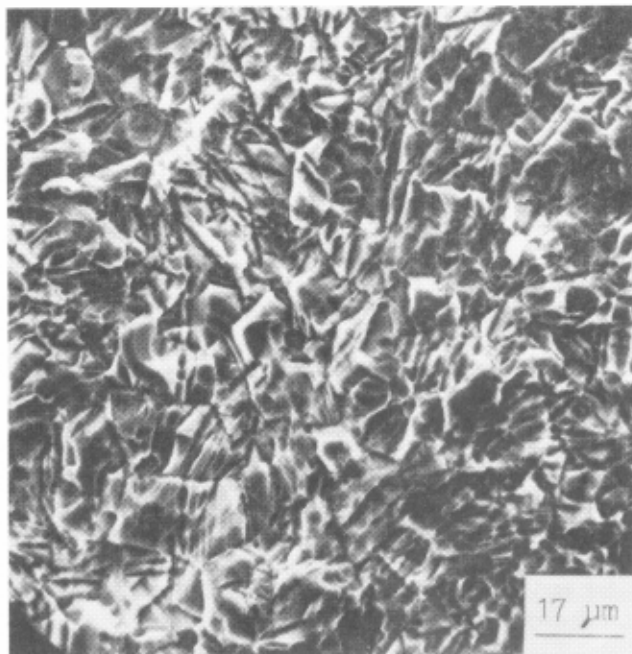


Slika 3. Spekter karakterističnega rentgenskega sevanja ob obstreljevanju vzorca (s steklenimi kroglicami peskan titan) z elektroni s kinetično energijo 20 keV

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



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

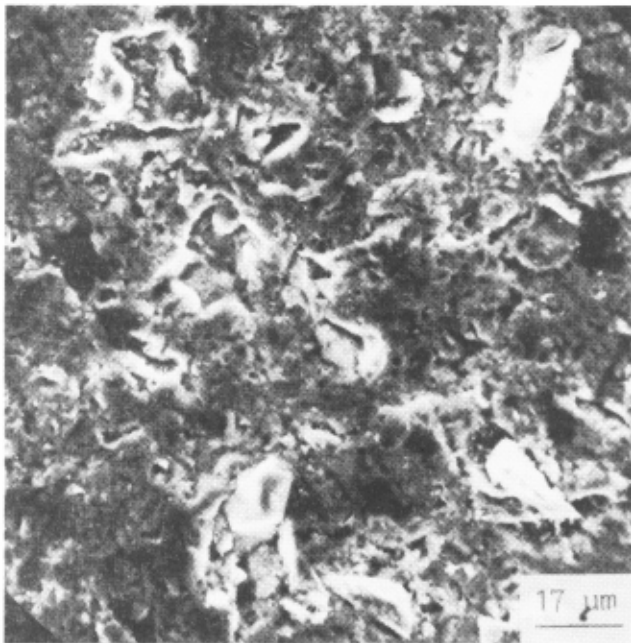


Slika 5. Fotografija titanovega vzorca, ki je bil peskan s steklenimi kroglicami pri tlaku 4 bar in jedkan z fluorovodikovo kislino

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

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

Vzorci smo peskali tudi s prahom aluminijevega oksida s povprečno velikostjo zrn $10\mu\text{m}$. Morfologija vzorca je prikazana na sliki 6, spekter karakterističnega rentgenskega sevanja pa na sliki 7.



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

3 Rezultati analiz

3.1 Morfologija vzorcev

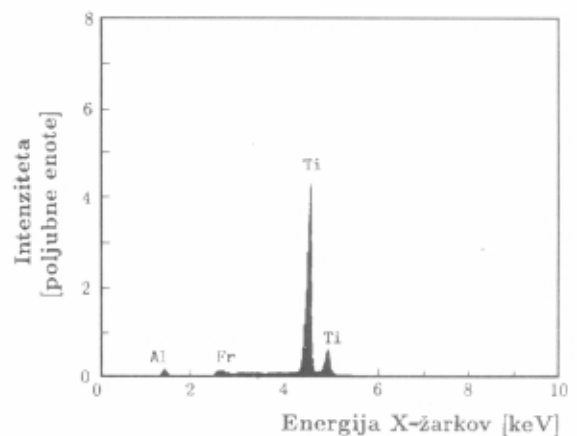
Primerjava slik 1, 2, 5 in 6 pokaže, da je morfologija vzorcev, ki so bili obdelani na različne načine, zelo različna. Na površini vzorca titana, ki ni bil peskan, ne opazimo bistvenih podrobnosti. Na sliki 1 prikazujemo površino titana pri povečavi 600-krat, vendar tudi večja povečava ne kaže, da obstajajo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

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

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

3.2 Semikvantitativne analize sestave vzorca

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



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

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

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

4 Diskusija in sklepi

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

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

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

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

5 Literatura

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

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

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

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

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

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

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

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

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