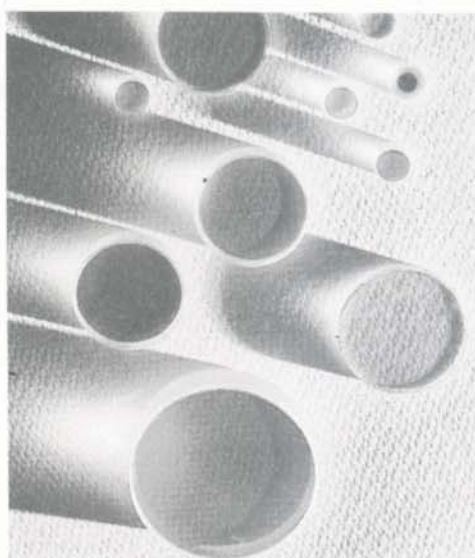


VAKUUMIST

GLASILO DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE

LJUBLJANA, MAJ 91

ŠT. 23-24, 1991/2-3



VSEBINA

- Stanje in razvoj vakuumske izdelave jekla (V. Prešern)

- Izdelava prahov hitroreznih jekel z vodno atomizacijo (B. Šuštaršič, M. Torkar)

- Stanje površine in mikrostruktura tankih kovinskih trakov (F. Vodopivec, M. Jenko)

- Avtomatizirani vakuumski sistem za proizvodnjo baktericidnih seval (M. Pribošek)

- Dielektrični barvni filtri (A. Demšar, J. Lindav, S. Rus)

- Tankoplastni pomnilniki v obdelavi podatkov (A. Žabkar)

- Nov laboratorij za napajanje polprevodnikov v Trstu (G. Bratina)

- Nasveti (J. Gasperič)

- Nekateri novosti proizvajalcev vakuumske opreme

- Novice DVT Slovenije

- Obvestila

Slike na naslovni strani prikazujejo del izdelkov Iskre Elektrooptike v Ljubljani: (a) optični filtri, (b) delilci svetlobe, (c) antirefleksne plasti in (d) laserska ogledala

-
- VAKUUMIST
 - Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije
 - Glavni in odgovorni urednik Peter Panjan
 - Uredniški odbor: Andrej Banovec, Andrej Demšar, dr. Jože Gasperič (urednik za področje vakuumske tehnike in sistemov), dr. Monika Jenko (urednica za področje vakuumske metalurgije), Vinko Nemanič, Andrej Pregelj, dr. Vasilij Prešern, mag. Bojan Povh, Borut Stariha 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
 - Grafična obdelava teksta Jana Štrušnik
 - Grafična priprava in tisk Biro M, Žibertova 1, Ljubljana
 - Naklada 400 izvodov,

NOVICE

Obisk prof.dr.Jose-ja L. De Segovia

Ljubljano je obiskal prof. dr. Jose L. De Segovia, ki je v sedanjem triletnem obdobju predsednik Mednarodne zveze za vakuumsko znanost, tehniko in uporabe (IUVSTA), obenem pa vodja laboratorija za analizo površin na Inštitutu za fiziko materialov v Madridu. Prof. De Segovia je imel 7. maja 1991 na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko (IEVT) - ki ga je uradno povabil na obisk, skupaj z DVT Slovenije in JUVAK - tudi kratko predstavitev organizacijske sheme IUVSTA in njene najpomembnejše aktivnosti. V njegovem strokovnem predavanju pa je razložil potek reakcije vode s površino Nb pod vplivom elektronskega obstreljevanja. Prof. De Segovia je obiskal razen IEVT še Institut "Jožef Stefan" in Inštitut za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani. Izrazil je pripravljenost za strokovno sodelovanje z našimi strokovnjaki na področju preiskav površin in tankih plasti, kar je neke vrste priznanje za, po njegovih besedah, visok strokovni nivo in dobro opremljenost laboratorijev, ki si jih je ogledal na omenjenih treh institucijah. Iz Ljubljane je odpotoval v Zagreb, kjer je obiskal Inštitut za fiziko. O svojem obisku pri nas bo poročal tudi na prvi seji izvršilnega odbora IUVSTA.

Dr. Anton Zalar

Prof. dr. Jose De Segovia (levo) in njegov gostitelj dr. Anton Zalar

**Tečaj vakuumske tehnike za vzdrževanje naprav**

Večletno pogovarjanje o potrebnosti tečaja za vzdrževalce vakuumskih naprav je pripeljalo do organizacije prvega specializiranega tečaja v marcu 1991. Poudarek je bil na praktičnih prikazih, ki so sledili krajšemu teoretičnemu uvodu. Tečajniki so se seznanili z osnovami črpanja, črpalk, spojev, puščanja ipd., praktični del pa je temeljil na vzdrževanju in popravljanju rotacijskih črpalk. Pripravili smo prikaz poteka črpanja, najpogostejših nepravilnosti povezav črpalke z vakuumsko posodo, določitve napake črpalke oz. sistema ter predstavili delovanje črpalk in praktične metode iskanja netesnosti. Tečaj je potekal pretežno na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko, del pa na Inštitutu Jožef Stefan. Udeležilo se ga je 14 tečajnikov.

Vinko Nemanič

Ponovitev tečaja za vzdrževalce vakuumskih naprav bo predvidoma od 13. do 15. novembra 1991 na Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, Ljubljana.

Cena tečaja je 5500,00 din.

Dokončno prijavo in potrdilo o plačilu dostavite do konca oktobra na naslov:

Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije,
Teslova 30, 61111 Ljubljana

Številka žiro računa: 500101-678-52240

Vsak udeleženec bo prejel izbor predavanj iz osnov vakuumske tehnike in izkaz o opravljenem tečaju. Prijave sprejema organizacijski odbor (Lidija Koller, Marjan Drab, Vinko Nemanič in Andrej Pregelj), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. (061)263-461).

Aktivnosti JUVAK

Izvršni odbor JUVAK je imel 16. aprila 1991 v Beogradu prvo sejo v novi sestavi. Seje so se udeležili prof. dr. B. Perović, prof. dr. M. Kurepa, prof. dr. T. Nenadović, dr. N. Popović, dr. H. Zorc, dr. A. Zalar in dr. M. Jenko. Glavna tema pogovorov je bila dejavnost republiških društev in zveze. Kriza v gospodarstvu se zrcali tudi v dejavnostih vakuumskih društev; tako se je npr. zelo zmanjšal interes gospodarstva za izobraževanje na področju vakuumске tehnike. Dr. T. Nenadović je poročal o pripravah DVT Srbije na konferenco "Veliki vakuumski sistemi in materiali", ki bo spomladi 1992. Dr. Monika Jenko je poročala o pripravah na tretjo evropsko vakuumsko konferenco, ki bo septembra na Dunaju. Prisotne je obvestila o možnosti zmanjšanja kotizacije za udeležence iz vzhodno evropskih držav.

Dr. Anton Zalar je poročal o zaključkih 63. in 64. seje mednarodne vakuumске zveze, IUVSTA. Na sejah so se dogovorili, da bo četrto evropsko vakuumsko konferenco (EVC-4), ki bo leta 1993, organiziralo švedsko vakuumsko društvo. Organizacijo 13. mednarodnega vakuumskega kongresa leta 1995 pa so zaupali japonskemu vakuumskemu društvu. Dr. Zalar je tudi povedal, da je IUVSTA pričela z delom na področju standardizacije v vakuumski tehniki.

Predstavniki JUVAK smo se 18. in 19. aprila 1991 udeležili seje organizacijskega odbora tretje evropske vakuumске konference. Na seji smo pregledali povzetke prijavljenih del (teh je bilo okrog 200), jih razvrstili po področjih in oblikovali preliminarni program konference.

**Predsednica JUVAK
Dr. Monika Jenko**

Ogled tovarne Saturnus

DVT Slovenije je 7. marca organiziral ogled tovarne Saturnus, proizvodne enote Avtooprema. Po predavanju o vakuumskih postopkih nanašanja tankih plasti, ki ga je imel Andrej Banovec z Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko, smo si ogledali proizvodnjo svetlobne opreme za vsa vozila in laboratorij za preizkušanje svetlobne opreme. S posebnim zanimanjem smo si ogledali Balzersovo napravo BAH-2000 za naparevanje parabol in celoten postopek nanašanja odbojnih in zaščitnih plasti. BAH-2000 je največja (prostornina vakuumске posode je 10 000 l) in najmodernejša od vseh naprav, ki jih uporabljajo za vakuumsko naparevanje (prvo vakuumsko napravo za naparevanje so v Saturnusu začeli uporabljati že leta 1955). Postopek nanašanja odbojnih in zaščitnih plasti je naslednji:

- lakiranje, katerega namen je izgladiti površino žarometa
- naparevanje aluminijeve odbojne plasti
- nanos "Plasila" s plazemsko polimerizacijo, s čimer se zagotovi korozijska obstojnost Al plasti
- naparevanje SiO₂ plasti, ki mehansko ščiti odbojno plast

Ogledali smo si tudi laboratorij za preiskovanje optičnih karakteristik žarometov.

OBVESTILO

DVT Slovenije vabi svoje člane na **ogled ISKRE-Elektrooptike** (Stegne 7, Ljubljana-Šentvid), ki bo v **petek 28. junija 1991 ob 11. uri**. Kolegi v Elektrooptiki nam bodo pripravili tri krajša predavanja in sicer o:

- CO₂ laserjih
- IR kamerah
- ionskem prekrivanju.

Ogledali si bomo napravo za ionsko prekrivanje ter proizvodnjo industrijskega laserja in toplotnih kamer. Vse, ki se nameravate udeležiti obiska prosimo, da se predhodno **prijavite** po telefonu

(061) 263-461 (Lidija Koller, Andrej Pregelj).

Število obiskovalcev je omejeno.

OBVESTILA

TEČAJ "OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE"

Vsem zainteresiranim sporočamo, da bomo ponovili tečaj OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE, in sicer od 23. do 25. oktobra 1991. Tečaj bo v prostorih Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, Ljubljana. Obsegal bo 20 ur z naslednjimi temami:

1. Pomen in razvoj vakuumske tehnike,
2. Fizikalne osnove vakuumske tehnike,
3. Črpalke za grobi vakuum (membranske, rotacijske, z vodnim obročem),
4. Črpalke za visoki vakuum (ejektorske, difuzijske in turbomolekularne)
5. Črpalke s površinskim delovanjem (sorpcijske, ionsko-geterske in kriogenske),
6. Vakuumski spoji in tesnilke,
7. Vakuumski sistemi,
8. Vakuometri,
9. Odkrivanje netesnih mest (leak detekcija),
10. Vakuumski materiali in delo z njimi,
11. Vakuumske tankoplastne tehnologije,
12. Pomen površin v vakuumski tehniki in njihova karakterizacija,

13. Vakuumska higiena in čisti postopki,
14. Doziranje, čiščenje in preiskave plinov,
15. Šest ur vaj in ogled inštituta

Tečaj je namenjen tako vzdrževalcem in razvijalcem vakuumskih naprav kot tudi raziskovalcem, ki pri svojem razvojnem ali raziskovalnem delu potrebujejo vakuumske pogoje. Cena za udeležence iz delovnih organizacij je 4000,00 din. Prosimo vas, da **dokončno prijavo in potrdilo o plačilu dostavite najkasneje do 10.4.1991** na naslov:

Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije,
Teslova 30, 61111 Ljubljana
(št. žiro računa: 50101-678-52240).

Vsak udeleženec bo prejel zbornik predavanj "Osnove vakuumske tehnike". Prijave sprejema organizacijski odbor (Koller, Mozetič, Drab in Spruk), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. (061) 267-341).

42. posvetovanje o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, 2-4. okt. 1991

V organizaciji Inštituta za kovinske materiale in tehnologije bo od 2. do 4. oktobra v Portorožu (hoteli Bernardin) 42. posvetovanje o metalurgiji in kovinskih gradivih. Na posvetovanju bodo obravnavana naslednja področja:

- sinteza sodobnih kovinskih materialov po konvencionalnih in po postopkih hitrega strjevanja ter metalurgije prahov,
- razvoj modernih tehnologij proizvodnje jekla, aluminijevih, bakrovih, cinkovih in drugih zlitin,
- matematično modeliranje in računalniška simulacija procesov in tehnologij,
- korozija in korozijska odpornost,
- sodobne termične obdelave,
- razvoj in metodike za karakterizacijo materialov,
- tribologija,
- varstvo okolja,
- druga področja uporabe kovinskih gradiv.

Delovni jeziki na posvetovanju bodo vsi jugoslovanski in angleški. Povzetke del pošljite najkasneje do 3. julija 1991 na naslov:

Organizacijski odbor 42. posvetovanja - Portorož 91, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 61111 Ljubljana.

Povzetek naj obsega približno 250 besed ali največ eno tipkano stran, formata A4. Vsebovati mora točen naslov dela, imena avtorjev in inštitucij. Znanstveni odbor bo odločil, katera dela bodo predstavljena kot govorni prispevki in katera v poster sekciji. **Dela, uvrščena v program, bodo natisnjena v prvi številki Železarskega Zbornika v letu 1992.**

Dodatne informacije dobite pri Darji Humar (tajnica posvetovanja), IKMT-Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, 61111 Ljubljana, Lepi pot 11, tel. (061) 332-502, fax. (061) 213-780.

Vir: Prvo obvestilo organizatorjev posvetovanja

Dvanajsti mednarodni vakuumski kongres (IVC-12) in osma mednarodna konferenca o površinah trdih snovi (ICSS-8), Haag, 12-16 okt. 1992

Kongres bosta organizirala nizozemsko vakuumsko društvo in Mednarodna zveza za vakuumsko znanost, tehniko in uporabe (IUVSTA). Na kongresu bodo obravnavane teme, ki tradicionalno pokrivajo področje vakuumskih znanosti in tehnologij:

- elektronski materiali in procesi,
- znanost o površinah,
- uporaba znanosti o površinah,
- vakuumske tanke plasti,

- vakuumsko metalurgija,
- fuzijske tehnologije,
- vakuumsko znanost,

Sprejeti prispevki bodo objavljeni v revijah založbe Elsevier/North-Holland in v reviji Vacuum. Prvo obvestilo, v katerem bodo objavljena imena povabljenih predavateljev, bo razposlano junija ali julija 1991.

Vir: Obvestilo organizatorjev kongresa

TIRISTORSKI GENERATORI ZA INDUKTIVNO ZAGRIJAVANJE

Osnovne tehničke karakteristike:

- frekventno područje 2-4 KHz
- izlazna MF snaga 5-40 KVA
- ručno ili automatsko određivanje krivulje zagrijavanja
- kontrola temperature pomoću optičkog pirometra
- mogućnost prilagodbe izlaznog kruga na razne vrste induktora
- induktorska jedinica odvojena, statična ili rotirajuća
- kao tehnološka cjelina isporučuju se komore za rad u visokom vakuumu ili inertoj atmosferi
- svi osnovni sistemi su hlađeni vodom i osigurani od mogućih kvarova ili odstupanja od gabaritnih podataka

Područja primjene:

- topljenje i legiranje plemenitih i obojenih metala
- termička obrada metala
- provađanje sinter postupka
- općenito postizanje visokih temperatura (preko 2000°C) za direktno ili indirektno zagrijavanje



OVER

INDUSTRIJSKA ELEKTRONIKA
 mr. Obelić Vlado
 Kerestinec Purgarija I odvojak 40
 41431 SVETA NEDJELJA

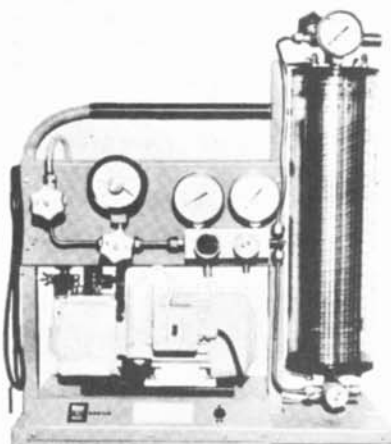
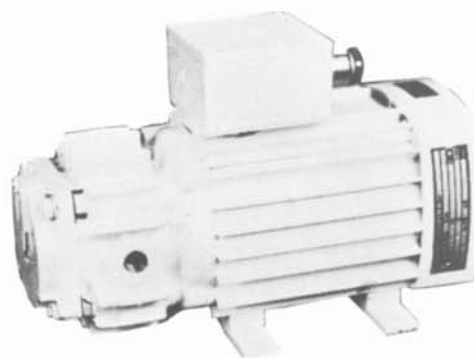
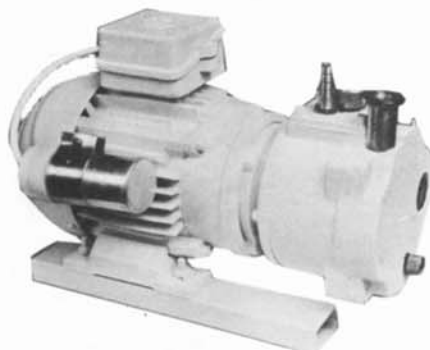
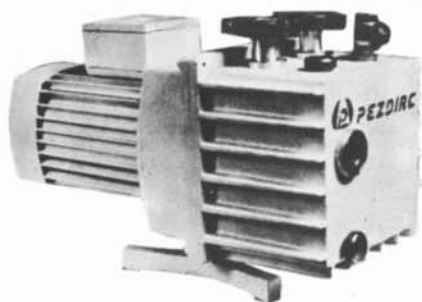
Izdelujemo:

- neonske reklamne cevi,
- vakuumske črpalke - suhe in oljno tesnjene,
- pakirne stroje:
 - a) za vakuumsko pakiranje,
 - b) za pakiranje s termoskrčljivo folijo,
 - c) skin pak,
 - d) blister pak,
- servisne aparate za hladilno tehniko,
- naprave za kompenzacijo jalove energije.

GRAND d.o.o.

STROJEGRADNJA SERVIS IN TRGOVINA
 KOLODVORSKA 34 48340 CRNOMELJ
 Ž.R. SDK CRNOMELJ 52110-601-23131

TELEFON: 068 / 52-580, 068 / 52-677
 FAX: 068/52-677

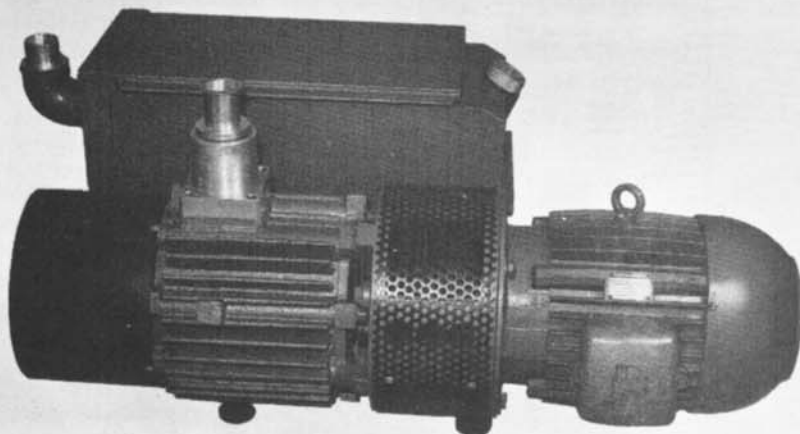


VAKUUMSKE ČRPALKE VACUUM PUMPS

PLS VAC E-10 do E-400 so oljno tesnjene rotacijske vakuumske črpalke, direktno priključene na motor. Rezervoar olja, ki ima vgrajen tudi oljni filter, je pritrjen na črpalke. Enosmerni ventil je vgrajen v sesalno cev in vzdržuje vakuum v posodi, ko se črpalke ustavi ter preprečuje vstop olja vanjo.

The PLS VAC E-10 to E-400 are oil-sealed rotary vane vacuum pumps, directly connected to the motor. The oil reservoir with a built-in oil filter is fitted beside the pump. The valve is incorporated in the intake port in order to maintain vacuum in the vessel when the pump is stopped and therefore prevent oil from flowing into the low pressure side.

| model | | E-10 | E-20 | E-40 | E-100 | E-250 | E-400 |
|--|-------------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| črpalna hitrost (pumping speed) | m ³ /h | 10 | 20 | 40 | 100 | 250 | 400 |
| končni totalni tlak (ultimat. pressure, total) | mbar | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 3 | 3 | 3 |
| maksimalna kol. olja (max. quantity of oil) | l | 1.4 | 1.7 | 2 | 3 | 5 | 15 |
| moč motorja (motor power) | kW | 0.18 | 0.55 | 1.1 | 3.3 | 5.5 | 11 |
| št. vrtljajev (rotation speed) | 1/min | 1400 | 1400 | 1400 | 1400 | 1400 | 1000 |
| širina (wide) | mm | 220 | 260 | 310 | 380 | 570 | 1060 |
| višina (height) | mm | 210 | 250 | 290 | 340 | 470 | 750 |
| dolžina (length) | mm | 400 | 530 | 535 | 820 | 980 | 1180 |



E-250

LIPAR

68333 Semic – Yugoslavia
Telefon: (068) 56-197
Telefax: (068) 56-455



VAKUUMSKA TEHNIKA – IZDELAVA IN SERVISIRANJE
LABORATORIJSKE OPREME
KAMBIČ ANTON 68333 SEMIČ, tel. in fax (068) 56-200

Olja za vakuumske črpalke

SI ŽELITE DOBER VAKUUM? BREZ TEŽAV Z DOBRIMI VAKUUMSKIMI OLJI

Na osnovi večletnih izkušenj ter potrditvi v praksi smo osvojili proizvodnjo naslednjih vakuumskih olj:

VAKUUM OIL K2

- najboljše olje za vse vrste rotacijskih vakuumskih črpalk
parni tlak: 1×10^{-4} mbar pri 80°C
viskoznost: 15 mm²/s pri 100°C
- nadomešča uvozna olja kot so: N62; Edwards 15; OL P3

VAKUUM OIL K3

- gostejše olje, ki ga priporočamo za že iztrošene črpalke
parni tlak: 1×10^{-4} mbar pri 80°C
viskoznost: 18.5 mm²/s pri 100°C
embalaža: olje dobavljamo v posodah 5, 10, 25 in 200 litrov

KADIFF OIL 33*

- olje za difuzijske vakuumske črpalke
parni tlak: 1×10^{-8} mbar pri 25°C
viskoznost: 254 mm²/s pri 20°C
embalaža: olje dobavljamo v plastenkah 1, 5, 10 litrov

Obenem dovolite, da vas opozorimo še na drugi

PROIZVODNI PROGRAM:

Vakuumski sušilniki, zračni sušilniki in sušilniki za lak v laboratorijski in industrijski izvedbi
Coil Coating - Hot Air Cyclus peči
Testne komore, keramični kroglični mlini, liofilizatorji, viskozometri
Aparati za koncentracijo odpadnih tekočin

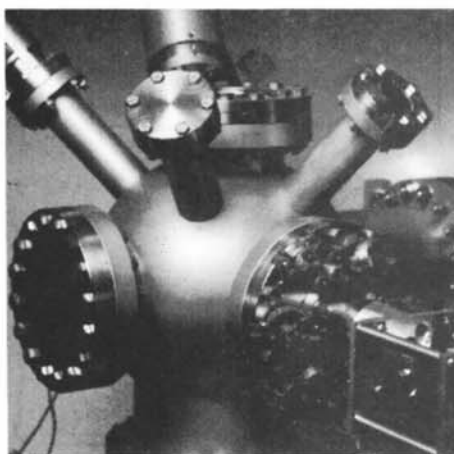
Informacije in prodaja

"BELA KRAJINA" Obrtna zadruga Črnomelj, Ulica 21. oktobra 10, tel.:n.c.(068) 51-614, 51-446, fax: 51-318

* Primerjavo difuzijskega olja KADIFF OIL 33 z Leybold-ovim oljem DIFFELEN smo naredili v tovarni kondenzatorjev Iskra Semič. Za test smo uporabili difuzijsko črpalko DI 30000, ki je sestavni del črpalnega sistema Leybold-ove naprave za metalizacijo kondenzatorskih folij A 500 B2 KZAS. Primerjali smo končni tlak v vakuumskem sistemu in hitrost izčrpavanja. Testi, ki so bili narejeni pri enakih pogojih kot veljajo za redno proizvodnjo, so pokazali, da se hitrost črpanja in končni tlak v vakuumski posodi za obe vrsti olj ne razlikujeta.

IEVT

**RAZISKAVE,
RAZVOJ,
STORITVE:**



- vakuumska, visokovakuumska in ultravakuumska tehnika
- vakuumske tehnologije
- tehnologije tankih plasti
- površinska analitika

IZDELKI:



- vakuumske komponente in sistemi
- elementi za elektroniko
- optoelektronske komponente
- elektronska oprema
- naprave za medicino

ŽELIMO VAM USTREČI – POKLIČITE NAS !

IEVT

**INŠTITUT
ZA ELEKTRONIKO
IN VAKUUMSKO
TEHNIKO**

61111 LJUBLJANA, TESLOVA ULICA 30, POB 59,
JUGOSLAVIJA

Telefon: 061 267-341, 267-377, 263-461
Telefax: 061 263-098, Telex: 31629 YU IEVT



Iskra

ELEKTROOPTIKA LJUBLJANA D.D.

61210 Ljubljana - Šentvid, Stegne 7, p.p. 59

Telefon: (061) 573-215, Telex: 31687 YU ISKCEO, Fax: (061) 575-985

Programska celota OPTIKA

- Izdelki:

- optične komponente (leče, prizme, ogledala)
- prekritja (optični filtri, delilci svetlobe, laserska ogledala, antirefleksne plasti)

- Storitve:

- izdelava optičnih komponent po naročilu
- nanos optičnih tankih plasti
- karakterizacija optičnih lastnosti



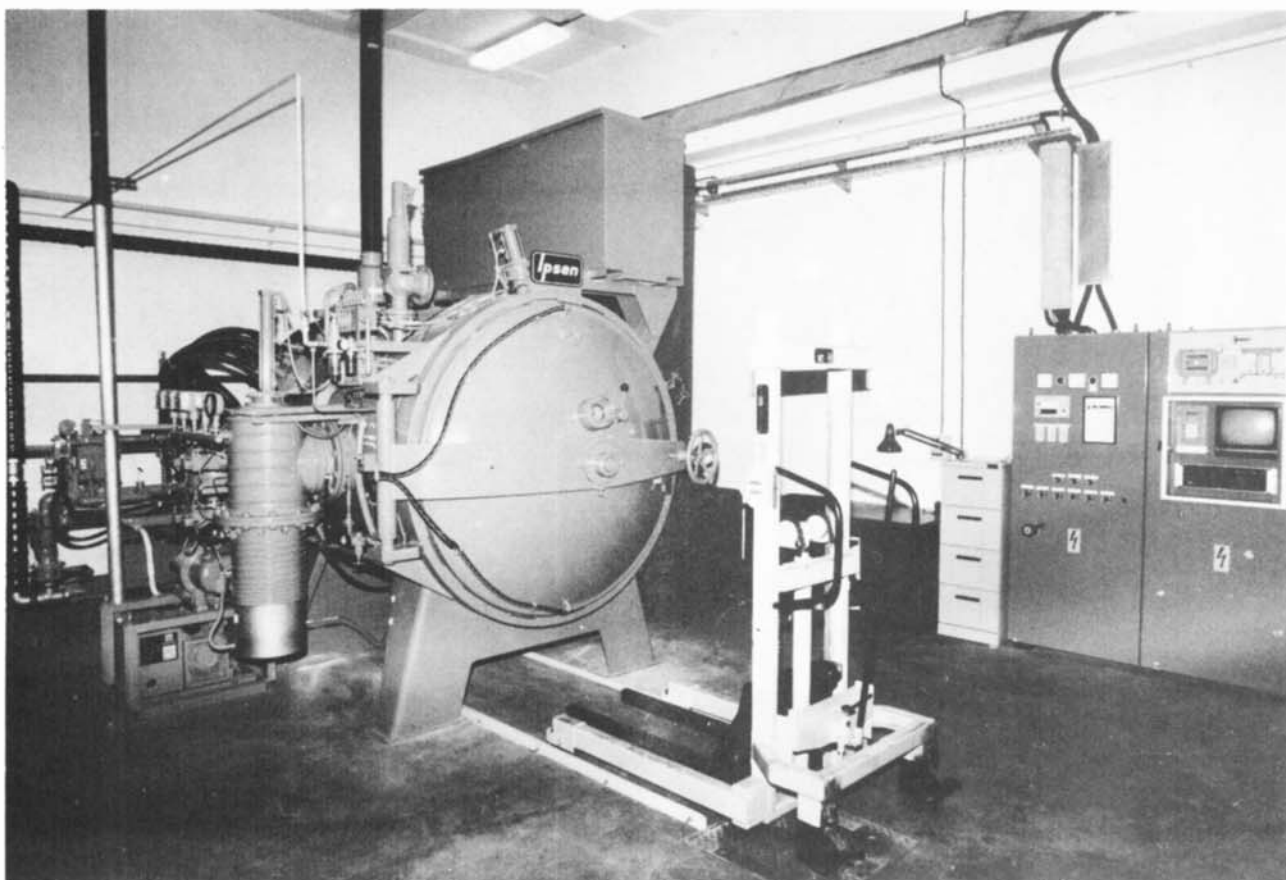
INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE

Lepi pot 11, 61001 Ljubljana, p.p. 431

Telefon (061)332-502, Telefax (061)213-780
(prej METALURŠKI INŠTITUT)

Laboratorij za vakuumsko toplotno obdelavo, raziskave, razvoj in storitve

- svetlo žarjenje
- svetlo kaljenje
- raztopno žarjenje
- razplinjevanje
- žarjenje za poboljšanje magnetnih lastnosti
- visoko temperaturno spajkanje z istočasnim kaljenjem
- sintranje
- difuzijsko varjenje



Vakuumska peč IPSEN VTC-324 R

STANJE IN RAZVOJ VAKUUMSKE IZDELAVE JEKLA

Dr. Vasilij Prešern, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije (IKMT), 61001 Ljubljana, Lepi pot 11

UVOD

Razvoj in uporaba različnih modernih postopkov vakuumske obdelave jekla je osnova za izdelavo najbolj kakovostnih jekel. Hkrati pa kažejo prognoze najpomembnejših svetovnih institucij za analize jeklarskih trendov (Battelle, Komisija za jeklo-OZN), da bo z intenzivnim raziskovanjem in razvojem na tem področju v bodoče mogoče ustvariti tako izpopolnjene tehnologije ("advanced technologies"), da bo možna izdelava novih izredno kakovostnih materialov /1/.

V bodočnosti bo jeklo nedvomno še vedno ostalo daleč najbolj razširjen material v svetu, kajti poleg ogromnega doseganega razvoja so še vedno tako rekoč neomejene možnosti za kakovostne izboljšave. Sodobne tehnologije na osnovi vakuumskih procesov imajo zato pri razvoju novih kakovostnih jekel predvsem nalogo še zmanjšati vključke, neželene elemente in segregacije.

Inovativne jeklarske tehnologije z različnimi vakuumskimi postopki bodo srce izdelave kakovostnih jekel v 21. stoletju. Izboljšave bodo tako na izdelkih kot tehnologijah: izdelovali naj bi sodobne kakovostne materiale s fleksibilnimi "advanced" tehnologijami.

Razvoj novih kakovostnih jekel s posebnimi lastnostmi bo zahteval, da se zagotovi superiornost jekla na področjih uporabe, kjer prihaja do tekmovanja oz. konkurence neželeznih materialov, kot sta aluminij in plastika.

Še pred nekaj leti je bilo dokaj razširjeno mnenje o jeklarstvu kot o zahajajoči industriji, če pa si danes predstavljamo vse resnične razvojne možnosti novih in izpopolnjenih tehnologij (kjer ima vakuum vsekakor posebno mesto), pa verjamemo, da smo na začetku druge "železne dobe".

Koncept moderne izdelave kakovostnih jekel predstavlja kombinacija primarnega talilnega agregata (ki je lahko električna obločna peč za kvalitetnejša jekla ali pa konvertor za masovna in nizko legirana jekla) in postopkov obdelave jekla v ponvi. Visoko čistost jekel in odlične mehanske ter druge lastnosti kakovostnih jekel lahko zagotovimo samo, če primarnemu talilnemu agregatu dodamo vakuumske rafinacijske postopke (kot RH, DH, RHO, RHOB, VOD, VAD). Razvoj v vakuumu izdelanih kakovostnih jekel gre v smeri specialnih jekel s posebnimi ali novimi lastnostmi (mehanske, termične lastnosti, kemično biomehanske, električne in magnetne...) in cele vrste drugih konstrukcijskih in posebnih vrst jekla.

V bodočnosti bodo na voljo različne proizvodne poti, ki bodo vsebovale veliko število različic znanih vakuumskih postopkov. Že danes opažamo, da

različne jeklarne razvijajo svoje kompleksne tehnološko-proizvodne poti za zagotavljanje nekaterih zelo definiranih lastnosti. Pri tem gre večinoma za modifikacije in večje ali manjše izpopolnitve osnovnih tehnologij - večinoma imajo taki postopki tudi svoja komercialna imena. Da bi lahko primerno in fleksibilno delovali v nekih nacionalnih in lokalnih razmerah, da bi se lahko prilagajali tržnim situacijam in razpoložljivim surovinam, pa bo seveda potrebna optimalna kombinacija procesov.

DOSEDANJI RAZVOJ

Uvedba postopkov vakuumiranja jekla v industrijskih razmerah je bila posledica zahtev za zmanjšanje vsebnosti vodika v velikih kovaških blokih, da se prepreči kosmičenje. Z razvojem in optimizacijo postopkov pa imajo danes v moderni metalurgiji vakuumski procesi naslednje najbistvenejše prednosti:

- zmanjšanje v jeklu raztopljenega atomarnega vodika in dušika
- zmanjšanje vsebnosti raztopljenega kisika s tvorbo CO
- razogljichenje nelegiranih in legiranih jekel pod 0.005 % ogljika
- razžveplanje z intenzivnim premešavanjem jekla in žindre
- zmanjšanje vsebnosti vključkov v jeklu zaradi vakuumske dezoksidacije in intenzivnega premešavanja
- legiranje in dolegiranje
- temperaturna kontrola
- homogenizacija in zagotavljanje natančne kemijske sestave jekla zaradi intenzivnega premešavanja v vakuumu.

Homogenizacija in natančno doseganje predpisane kemijske sestave jekla in livnih temperatur je pomembno ne le zaradi zagotavljanja kvalitetnih razmer, temveč tudi za stabilizacijo vakuumskih rafinacijskih postopkov in za zagotavljanje uspešnega in nemotenega odlivanja jekla (kar je pomembno predvsem za postopke kontinuirnega odlivanja jekel).

Največja prednost vakuumske metalurgije je v tem, da dosežemo v vakuumu termodinamične pogoje, ki omogočajo optimalni potek želenih metalurških reakcij. To vodi do boljše kvalitete jekla, bistveno pa se lahko izboljša tudi ekonomika postopkov (n.pr. visok izplen dragih legirnih elementov, kot je Cr, možnost uporabe cenejših ferozlitin, kot n. pr. FeCr_{carbure} namesto FeCr_{surraff}, večja produktivnost zaradi krajšega "tap-to tap" časa v osnovnem agregatu, boljša izkoriščenost transformatorjev v električnih obločnih pečeh itd.).

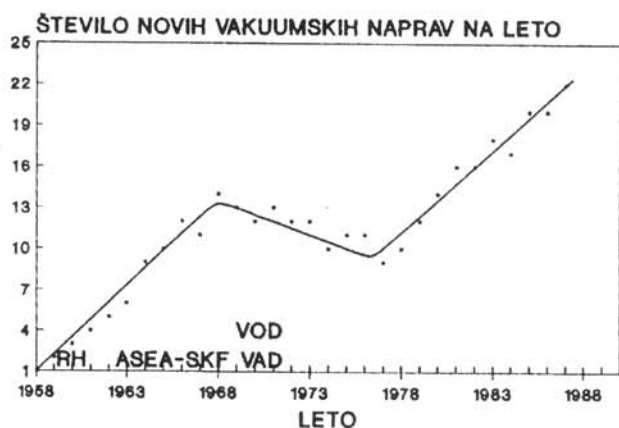
Moderni postopki t.i. ponovčne metalurgije segajo nazaj v 60. in 70. leta. Z naraščajočimi zahtevami po večji ekonomičnosti in predvsem kakovosti jekla se povečuje pomen vakuumske obdelave jekla. Danes se največ uporabljajo predvsem procesi kot RH oz. DH, novejši RH-OB in VOD ter ponovčne peči z vakuumom kot VAD oz. ASEA-SKF /2/.

Kot zanimivost naj omenimo, da imajo danes na svetu RH naprave že v več kot 130 železarnah in vakuumirajo tudi ponve z do 300 tonami jekla. Postopek se zaradi velike zanesljivosti pogosto uporablja v kombinaciji s kontinuirnim odlivanjem jekla, primeren pa je tudi za dodajanje večjih količin legirnih elementov. Variante postopka RH z vpihovanjem kisika v vakuumsko komoro so znane pod imenom RHO in RHOB postopki /3/.

Širjenje uporabe postopkov vakuumske metalurgije je razvidno iz vsakoletnih podatkov o novih napravah za vakuumsko obdelavo jekla (**slika 1**). Razvidno je, da je število novih naprav naraščalo do leta 1968, se nato umirilo in v 80-letih ponovno močno narastlo (samo japonske jeklarne imajo že več kot 100 vakuumskih naprav /7/). Rast v začetku je tipična za inovativni proces in ni bila odvisna od svetovne ekonomije in konjunktura jekla. Porast v 80. letih pa je verjetno posledica dveh glavnih razlogov /4/:

- Da bi se lažje obdržale na trgu, so jeklarne morale uvajati vakuumske naprave za povečanje produktivnosti in zmanjšanja stroškov. Da bi porabili manj materiala, zahtevajo kupci bolj kakovostna jekla.
- Vakuumski postopki omogočajo boljše povezavo med različnimi tehnološkimi fazami v peči, ponvi in pri konti odlivanju, kjer so velike zahteve po natančni analizi in temperaturni homogenosti.

Procesi rafinacije v vakuumu so odvisni od reakcij, ki so odvisne od stopnje vakuuma. Gre za odpravo vodika, dezoksidacijo, razžveplanje in razogljčenje. V odvisnosti od tlaka lahko pri različnih reakcijah dosežemo bistveno nižje vrednosti kot pri atmosferskem pritisku. To je posledica termodinamičnih zakonitosti, vendar je potreben čas, da dosežemo majhne vrednosti, določene s kinetiko masnega



Slika 1: Širjenje postopkov vakuumske metalurgije v svetu.

prenosa. Za hitro in uspešno zmanjšanje vsebnosti nekaterih elementov na želeni nivo je potrebno intenzivno premešavanje taline (z argonom ali induktivno) ter čim hitrejši znižanje parcialnega tlaka.

Razplinjevanje jekla največkrat zajema odpravo raztopljenega vodika in dušika. Predvidevamo, da dvoatomne molekule plina disociirajo na površini kovine ali reagirajo z ioni kisika na površini oksidne faze, kot je n.pr. žilindra, in se raztapljajo v talini v atomskem stanju. Zrak pri tem je glavni "dobavitelj" oz. onesnaževalec taline z dušikom. Glavni vir vodika pa je vlaga iz zraka in v različnih sredstvih, ki jih dodajamo v proces (kot apno, talila, zlitine in ognjevarni material).

Količina vodika v jeklu je po termodinamičnih zakonitostih odvisna ne samo od parcialnega tlaka vode, temveč tudi od aktivnosti kisika v jeklu. Pri nižji aktivnosti kisika in istem parcialnem tlaku vode je vsebnost vodika v jeklu večja. Pri vakuumskih postopkih vplivajo na zmanjšanje vsebnosti vodika:

- stopnja vakuuma, premešavanje z vpihovanjem argona, sestava jekla, obseg dezoksidacije pred postopkom vakuumiranja, ponoven porast vsebnosti vodika zaradi žilinder in ognjevarnega materiala med postopkom vakuumiranja in odlivanja /5/.

Za razvoj vakuumskih postopkov je zelo pomembna reakcija med ogljikom in kisikom, ki je močno odvisna od tlaka. Na tej reakciji je osnovana uporaba rafinacijskih postopkov pri razogljčenju in dezoksidaciji v vakuumu. Razogljčenje v vakuumu intenzivno poteka z lastnim kisikom do ekstremno majhnih vsebnosti ogljika (do 0.005 %).

Da bi lahko uporabili prednosti vakuumskega razogljčenja tudi v talinah z večjo vsebnostjo ogljika, so iz postopka vakuumskega razogljčenja razvili postopke z vpihovanjem kisika na površino taline pri znižanih tlakih. Take postopke so najprej razvili pri izdelavi nizkoogljčnih nerjavnih jekel, n.pr. postopki VOD, RHO in RH-OB. Zadnja dva postopka so razvili predvsem za izdelavo nizko- in srednjeogljčnih jekel v LD konvertorjih.

Dezoksidacija je najpomembnejša faza rafinacije za čistost in za kakovost izdelanega jekla. Največja prednost dezoksidacije v vakuumu je, da lahko izdelamo jeklo z majhno vsebnostjo kisika brez tvorbe vključkov. Ta fenomen uporabljamo pri izdelavi zelo čistih jekel, ko med prebodom opravimo delno preddezoksidacijo, nato pa v vakuumu dezoksidacijo in na koncu dodamo potrebni aluminij. S stalnim premešavanjem taline zagotavljamo razmere za odstranjevanje vključkov v jeklo.

Danes uporabljajo v svetu v industrijskih razmerah predvsem naslednje vakuumske postopke /6/:

- SD (Stream degassing) - vakuumsko razplinjenje med litjem iz ponve v ponvo ali iz ponve v ingot
- DH (Ladle degassing) - vakuumsko razplinjenje s premešavanjem z argonom

- RH (Ruhrstahl-Heraeus) - proces za razplinjanje kvalitetnih jekel, primeren za doseganje odzivne homogenizacije in ozkih analizičnih mej (varianete tega procesa RHO, RHOB)
- VOD (Vacuum Oxygen Decarburation) - vakuumska rafinacija jekel s končno vsebnostjo ogljika pod 0,005 %
- VAD (Vacuum Arc Degassing) - vakuumska rafinacija legiranih in visoko legiranih jekel, obločno dogrevanje pod vakuumom.

Primerjava možnosti različnih vakuumskih postopkov in drugih procesov obdelave jekla v ponvi je v tabeli 1.

Z zmanjšanjem vodika in ogljika v jeklu lahko odstranimo ali zmanjšamo žarjenje za odpravo vodika oz. ogljika. Zagotavljamo boljše mehanske lastnosti (trdnost, žilavost in varivost) zaradi čistejšega jekla. Trdnost in odpornost proti interkristalni koroziji v feritnih jeklih se izredno poveča z zmanjševanjem ogljika in dušika. Feritna nerjavna jekla so znana po odlični odpornosti proti napetostni koroziji, vendar so slabo variva - to pa lahko v veliki meri popravimo z vakuumskim razogličanjem teh jekel.

Tabela 1

| TEHNOLOŠKA FAZA | V VAKUUMU | | BREZ VAKUUMA | |
|-----------------|--------------------|------------------------|--------------------------------------|--------------|
| | BREZ GRETJA RH, DH | Z GRETJEM VAD ASEA-SKF | BREZ GRETJA premešavanje, vpihovanje | Z GRETJEM LF |
| LEGIRANJE | * | ** | * | ** |
| KONTROLA TEMP | * | ** | * | ** |
| KONTROLA SEST | * | * | O | * |
| VODIK, ODPRAVA | ** | ** | X | X |
| RAZOGLJIČENJE | ** | ** | X | X |
| DUŠIK, ODPRAVA | O | * | X | X |
| RAZFOSFORENJE | X | O | X | O |
| RAŽŽVEPLANJE | O | * | * | * |
| DEZOKSIDACIJA | X | * | * | * |

** - odlično
 * - dobro
 O - možno
 X - nemogoče

V naslednji tabeli so zbrani vplivi obdelave jekla v vakuumu na njegove lastnosti in na sam postopek izdelave (tabela 2) /5/.

Uporaba vakuumskih tehnologij je jeklnam omogočila širitev tržišča. Tipičen primer je avtomobilska industrija, kjer razvijajo vrsto nerjavnih jekel za povečevanje življenjske dobe avtomobilov. Najnovejše smeri razvoja kažejo na hitro povečevanje uporabe teh materialov /4/.

Postopek z vpihovanjem kisika v vakuumsko posodo (VOD) je nastal iz DH postopka, ko so dodatno uvedli vpihovanje plinastega kisika in s tem zagotovili izredno zmanjšanje vsebnosti ogljika v jeklu, kar omogoča izdelavo jekel z ultra majhno vsebnostjo ogljika - zato lahko optimiziramo postopke termične obdelave (npr. bistveno skrajšanje postopka razogličanja z žarjen-

njem). Metoda vpihovanja kisika v vakuumsko posodo omogoča tudi podaljšanje časa obdelave taline, ker zgorevanje ogljika dvigne temperaturo /7/.

Tabela 2

| VPLIV NA LASTNOSTI JEKLA | VPLIV VAKUUMSKE OBDELAVE | PREDNOSTI ZA PROCES IZDELAVE |
|------------------------------|---|---------------------------------|
| Zmanjšanje notranjih napak | Odprava vodika | Boljši izkoristek ferozlitin |
| Razpoke in kosmičenje | Vakuum. dezoksidacija in razogličanje | Izdelava jekel z ultra nizkim C |
| Manj površinskih napak | | |
| Čistejše jeklo | Zmanjšanje količine vključkov | Izdelava novih kvalitet jekel |
| Izboljšanje lastnosti jekla: | | |
| Trdnost | Ozko območje predpisane kemične sestave | Stabilizacija izdelave |
| Obdelovalnost | Homogenizacija | |
| Anizotropičnost | | |
| Homogenost | Natančno doseganje livnih temperatur | Priprava taline za konti litje |

Zaradi manjšega parcialnega tlaka CO v vakuumski posodi je možno razogličanje brez istočasnega odgora drugih legiranih elementov. Premešavanje z inertnimi plini med razogličanjem omogoča odlično homogenizacijo taline in visoko razžveplanje. Postopek izdelave nerjavnega jekla ima v primerjavi s konvencionalim v električni obločni peči naslednje prednosti:

- Prihranek zaradi uporabe cenejših ferozlitin: možna je uporaba sorazmerno mnogo cenejšega FeCr_{carb} in FeNi v vložku, kar lahko pomeni do 20 % prihranka pri teh zlitinah.
- Povečanje produktivnosti: ker poteka v električni obločni peči le taljenje - razogličanje, dolegiranje in rafinacija pa v VOD ponvi, se do 100 % poveča produktivnost osnovne obločne peči, za toliko se namreč zmanjša čas od preboda do preboda).
- Prihranek pri ognjevarni obzidavi peči: z VOD postopkom se pri izdelavi nerjavnih jekel prepreči močno pregrevanje jekla, ki je pri klasičnem postopku potrebno zaradi boljšega izkoristka kroma. To pa se zrcali v daljši življenjski dobi in s tem manjši specifični porabi ognjevarnega materiala.
- Prihranek pri izkoristku legiranih elementov: pri VOD postopku razogličimo jeklo z vpihovanjem kisika v vakuumsko posodo, ki premakne CO ravnotežje k nižjim vsebnostim C in O; ker naraste temperatura do 1700°C, so izgube Cr minimalne. Računamo, da so izgube Cr v VOD do 1% v primerjavi s 4% pri klasični tehnologiji.
- Možnost izdelave novih kvalitetnih jekel: postopek VOD je omogočil izdelavo tako imenovanih super feritnih jekel z vsebnostjo kroma do 29 % in skupno vsoto C + N manj kot 150 ppm. VOD postopek omogoča tudi bistveno kvalitetnejšo izdelavo

nekaterih vrst jekel, kot n.pr. jekla za dinamo pločevino. Ta jekla naj vsebujejo čim manjšo količino ogljika, ki povzroča magnetne izgube. Zato mora biti vsebnost ogljika manjša od 0.004 %. Pri izdelavi teh jekel po VOD postopku izvedemo vakuumsko razogljíčenje pod 0,01 % pred končno dezoksidacijo in legiranjem. Kot legirni element največkrat uporabljamo silicij. Dokončno razogljíčenje dinamo jekel dosežemo s posebno termično obdelavo.

Izdelava zelo čistih jekel se je zelo uveljavila s pomočjo postopkov dogrevanja v vakuumu (VAD oz. ASEA-SKF). Z uporabo ustreznih žlinder in premešavanja taline je možno odstraniti večino kisika in žvepla. Postopek se imenuje vakuumiranje v ponvi z elektroobločnim dogrevanjem. Razvili so ga iz stacionarne degazacije v ponvi. Toplotne izgube v ponvi nadomestimo z električnim oblokom, ki se tvori med tremi elektrodami. Ogrevanje mora biti dovolj močno, da krije toplotne izgube in dogreje talino po dodajanju ferozlitin na livno temperaturo. V industrijski izvedbi poznamo danes predvsem tri različice tega procesa:

- Klasičen VAD postopek s posebno vakuumsko komoro, kamor damo ponev s tekočim jeklom. Postopek je poznan tudi kot Finkl-Mohr.
- Safe-Heurthey je izpopolnjena verzija VAD postopka, ko ni več potrebna posebna vakuumska komora, ampak imamo le pokrov, ki zapira ponev. Tako Finkl-Mohr kot Safe-Heurthey postopka imata možnost dogrevanja pri zmanjšanem tlaku (ca. 200 do 250 mbar), premešavanje pa poteka zaradi vpihovanja inertnih plinov skozi kamen na dnu ponve.
- Tretja inačica tega procesa je znana kot ASEA-SKF proces, kjer je postopek razdeljen posebej na fazo razplinjevanja in posebej na dogrevanje z indukcijskim premešavanjem taline. Za dogrevanje jekla v ponvi je potrebno toliko energije, da omogoča ogrevanje taline s hitrostjo do 5 °C/min; zaradi karakteristik obloka pa ni možno ogrevanje, če je tlak pod 200 mbar.

S primerno tehnologijo je zagotovljena skupna vsebnost kisika pod 0.010 % tudi v primeru nizkoogljíčnih jekel. Po razplinjenju pade vsebnost vodika pod 2 ppm, pri izhodnih vsebnostih žvepla 0.030 % pa so te vsebnosti po končanem postopku praviloma pod 0.010 % (z večkratnim ponavljanjem operacije razžveplanja v vakuumu pa je možno pravzaprav v celoti odpraviti žveplo - tudi do 0.001%). Izredno pomembno je natančnejše zadevanje kemijske sestave zaradi legiranja v nevtralni atmosferi. Primerjava čistosti stotih talin iz postopka Safe-Heurthey s stotimi klasično izdelanimi talinami je pokazala, da je število vključkov v jeklu, izdelanem v vakuumu, za več kot polovico manjše od tistega v konvencionalno izdelanem jeklu (33 : 100). Vključki v talinah, izdelanih v vakuumu, so tudi enakomerneje razporejeni in manjši /8/.

Z najnovejšimi tehnologijami vakuumske obdelave jekla v povezavi s kontinuirnim odlivanjem jekla lahko zagotovimo ekonomično izdelavo zelo čistega jekla z majhnimi vsebnostmi kisika (do 8 ppm) in žvepla (do

10 ppm). Za konstrukcijska jekla taka tehnologija jamči tudi enakomerno trdoto in zmanjšanje segregacij /9/.

Kot zanimivost si pogledjmo, katere kvalitete jekel danes v svetu v večji ali manjši meri izdelujejo z vakuumskimi postopki (tabela 3). Po nekaterih podatkih /6/ so v zahodnih državah leta 1979 z vakuumskimi postopki izdelali 7.5 % celotne proizvodnje jekla (ca 50 milj. ton), verjamemo pa /7/, da izdelajo danes v svetu na tak način že ca 10 - 15 % jekla, kar pomeni skoraj 100 milj. ton letno (samo Japonci "vakuumirajo" letno blizu 40 milj. ton jekla).

Tabela 3

| VAKUUMSKA IZDELAVA JEKLA V LETU 1985 | | |
|--|------------|--|
| VRSTA JEKLA | % IZDELAVE | UČINKI VAKUUMA |
| kroglični ležaji | 80 | znižanje vključkov in vodika |
| nizkolegirana jekla z visoko trdnostjo | 60 | znižanje vključkov in dezoksidacija |
| dinamo jekla | 53 | vakuumsko razogljíčenje, homogenizacija, natančna kemična sestava in temperatura |
| jekla za žice | 35 | zagotovitev plastičnosti vključkov |
| legirana konstrukcijska jekla | 21 | znižanje vključkov, ozke analize meje |
| jekla za kovanje | 18 | homogenost, čistost, razplinjevanje |

PRIHODNOST VAKUUMSKIH POSTOPKOV

Ker dosegamo z nekaterimi vakuumskimi postopki že tako majhne vsebnosti žvepla, kisika, vodika in ogljika, da so natančne kemijske analize že zelo otežene, pričakujemo, da bo treba v bodočnosti usmeriti več navora v izboljšanje ekonomike vakuumskih procesov. Pri tem naj ponovno poudarimo, da gre pri nekaterih elementih dejansko samo še za vsebnosti nekaj ppm - to pa v bistvu pomeni takšno natančnost, kot zadeti tarčo velikosti 1 mm na razdalji 1 km.

Predvidevamo, da bo razvoj usmerjen predvsem v optimizacijo procesov: kot skrajšanje časa obdelave, optimalni izbor ognjevarnih materialov in enostavnejša oprema in predvsem zagotavljanje optimalne povezave s predhodnimi in kasnejšimi tehnološkimi procesi.

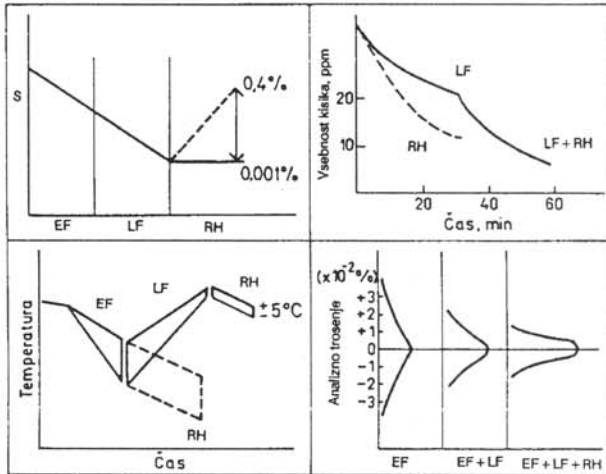
Predvidevamo, da se bo metalurgija izdelave kakovostnih jekel s pomočjo različnih vakuumskih postopkov razvijala predvsem v naslednjih smereh:

• Super čista jekla

Danes lahko predvsem zaradi ekonomskih dejavnikov znižamo vsebnost ogljika z vakuumskim razogljíčenjem na 20 do 30 ppm. Da bi odstranili vpliv še tega

ogljika, pa je potrebno dodajati drage t.i. "čistilne (scavenging)" elemente, kot npr. titan. Če bi nam uspelo izdelati jeklo z 10 ppm ogljika, ne bi več potrebovali teh dodatkov.

Kot primer najnovejših dosežkov pri izdelavi super čistih cementacijskih jekel in jekel za toplotno obdelavo s posebnimi lastnostmi so na slikah 2 in 3 nekateri rezultati iz japonskih jeklarn /9,10/.



Slika 2: Vpliv vakuuma na razne tehnološke parametre.

Na sliki 2 je prikazan vpliv znižanega tlaka na kontrolo vsebnosti žvepla od 0.001 do 0.4 %, na vsebnost kisika (pod 10 ppm), na ozko območje kontrole temperature in za zoževanje območja trosenja vsebnosti posameznih elementov. Na sliki 3 so prikazane nekatere lastnosti teh, zelo čistih jekel.

● Feritna in superferitna nerjavna jekla

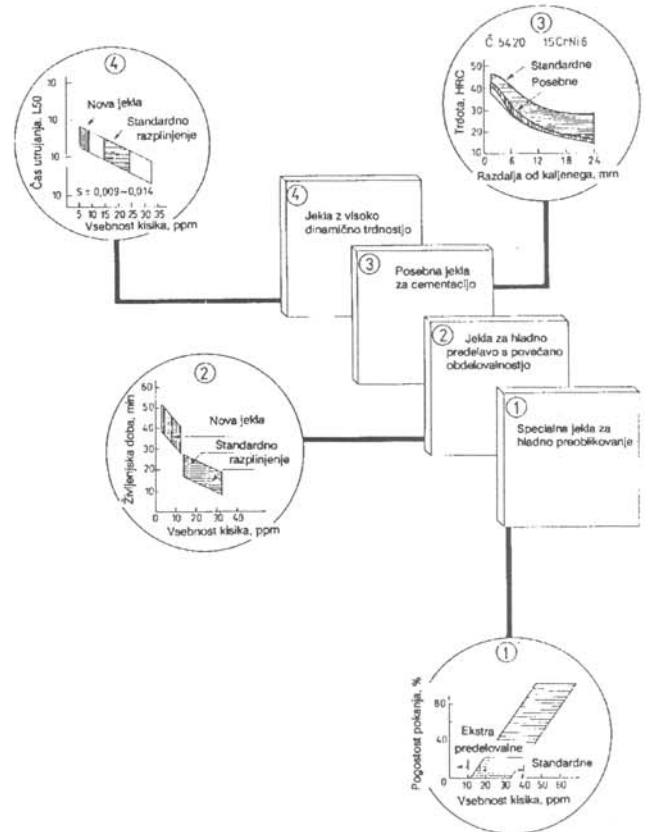
Z razvojem vakuumskih tehnologij je prišlo do dramatičnih sprememb različnih lastnosti nerjavnih jekel. Eden od najvažnejših efektov je izredno povečanje žilavosti feritnih in predvsem superferitnih jekel z odličnimi korozijskimi lastnostmi.

Mehanske lastnosti:

Navadna feritna nerjavna jekla (npr. vrste Fe-13%Cr, Fe-17%Cr) imajo v primerjavi z avstenitnimi nerjavnimi jekli mnogo večjo odpornost proti napetostnemu korozijskemu pokanju v kloridnih medijih (npr. v morski vodi), vendar jih navkljub nizki ceni (ker ne vsebujejo niklja) zaradi majhne korozijske odpornosti v kislinah in bazičnih medijih ter premajhne žilavosti, deformabilnosti in varivosti nismo mogli v polni meri uporabljati v kemični in procesni industriji.

V zadnjem času pa se uporaba feritnih in superferitnih jekel močno povečuje. Razlog je uvedba novih vakuumskih tehnologij in uporaba nekaterih znanstvenih dognanj na tem področju /4,7/:

- S hkratnim zmanjševanjem vsebnosti ogljika in dušika se izboljša žilavost in druge mehanske ter korozijske lastnosti.



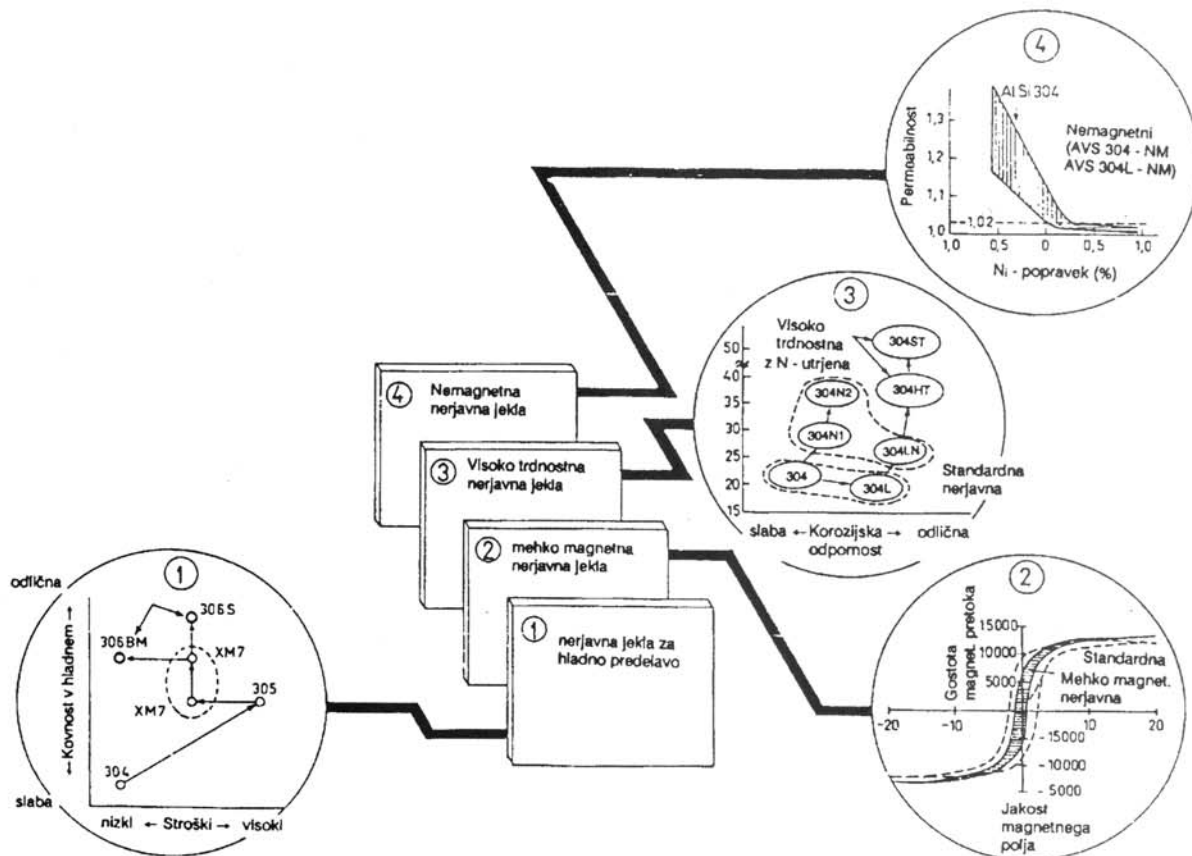
Slika 3: Nekateri lastnosti zelo čistih cementacijskih jekel iz vakuumskih postopkov.

Trdijo /11/, da interkristalna korozija v feritnih jeklih ni možna, če je v jeklu z 19% kroma skupna vsebnost ogljika in dušika največ 60-80 ppm, pri 26 % kroma je dovoljeno med 100 do 130 ppm, pri 30% kroma pa že 150 do 200 ppm ogljika in dušika. Feritna jekla z manj kot 150 ppm skupnega ogljika in dušika imenujemo superferitna jekla prav zaradi izredno dobrih korozijskih in mehanskih lastnosti.

- Če v feritna jekla dodamo molibden, dobijo le-ta podobne korozijske lastnosti v kislih in bazičnih medijih, kot jih imajo avstenitna nerjavna jekla, zadržijo pa še vedno odlično korozijsko odpornost v kloridnih medijih.
- Če ob hkratnem znižanju ogljika in dušika dodamo jeklu močne karbonitridne elemente, kot titan in niobij, lahko pospešimo precipitacijo kromovih karbonitridov na fazne meje in s tem stabiliziramo mehanske lastnosti in povečamo odpornost proti interkristalni koroziji.

● Avstenitna nerjavna jekla

Z modernimi vakuumskimi metodami je danes tudi komercialno že možno izdelovati avstenitna nerjavna jekla s 100 do 200 ppm C. Še vedno pa so ta jekla precej občutljiva na interkristalno korozijo. Za jedrske reaktorje so zato predpisane kvalitete teh jekel z višjimi vsebnostmi niklja (n.pr. tip 316 -19/14) Navadno izboljšamo korozijske lastnosti (jekel tipa 304 - 18/8) z dodatki titana in niobija, na sliki 4 pa je prikazan vpliv nekaterih najnovejših tehnologij na bistveno izboljšanje mehanskih, magnetnih in korozijskih lastnosti avstenitnih nerjavnih jekel /12/.



Slika 4: Vpliv vakuuma na nekatere lastnosti avstenitnih nerjavnih jekel.

LITERATURA:

- /1/ Holappa L.E.K.: The Sixth International Iron and Steel Congress, October 21-26, 1990, Nagoya, Japan, Vol. 3, 494-503.
- /2/ H. Maas: Proceedings of the Seventh International Conference on Vacuum Metallurgy, 1982, Tokyo, Japan, November 26-30, 890-903.
- /3/ Cotchen J.K.: Iron and Steelmaker, 15, 1988, No. 11, 52.
- /4/ Y. Adachi : Proceedings of the Sixth International Iron and Steel Congress, 1990, Nagoya, Japan, October 21-26, 248-251.
- /5/ T. Ohtake : Proceedings of the Seventh International Conference on Vacuum Metallurgy , 1982, Tokyo, Japan, November 26-30, 821-878.
- /6/ Batelle Geneva Research Centers Report : Future Development in Iron and Steel Refining 1980/1981.
- /7/ Miyashita Y., Y. Kikuchi: International Conference Secondary Metallurgy, Preprints, Aachen, FRG, September 21-23, 1987, 195-207.
- /8/ Davies I.G. et al. : Ironmaking and Steelmaking, Institute of Metals, London, Vol. 13, No. 1, 1986, 40-45.
- /9/ Eguchi M. et al. : The Sixth International Iron and Steel Congress, October 21-26, 1990, Nagoya, Japan, Vol. 3, 644-650.
- /10/ Tsubota K.: Committee on High Purity Steel, No. 13, 1987.
- /11/ Demo J.J.: Metallurgical Transactions. 5A, (1974), 2253-2259.
- /12/ Ishikawa S.: CAMP-ISIJ, Vol. 2, 1989, 237.

OBVESTILO

Naročnike Vakuumista, ki še niste poravnali naročnine za leto 1991, vljudno prosimo, da to storite čimprej. Naročnino 150,00 din nakažite na žiro račun Društva za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, Ljubljana: 50101-678-52240.

IZDELAVA PRAHOV HITROREZNIH JEKEL Z VODNO ATOMIZACIJO

Borivoj Šuštaršič, dr. Matjaž Torkar, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 61001 Ljubljana

Materiali, izdelani na osnovi upraševanja kovinskih talin, imajo v primerjavi s konvencionalnimi postopki vrsto prednosti, saj imajo lastnosti, ki jih prej praktično ni bilo mogoče doseči /1,2/. Kot primer vzemimo hitrorezna jekla, izdelana po postopkih metalurgije prahov (PM - angl.: Powder Metallurgy), ki imajo izredno kemijsko homogeno in drobno zrnato mikrostrukturo z enakomerno porazdelitvijo drobnih karbidov pravih oblik. Takšna jekla so zato dimenzijsko stabilna med toplotno obdelavo in se tudi lažje mehansko obdelujejo. PM jekla imajo večje žilavosti pri ohranjeni ali celo višji trdoti in so zato bolj odporna proti obrabi /3/. Najbolj pomembno pa je, da nekaterih vrst materialov po postopkih konvencionalne metalurške prakse ni možno izdelati /2/. Cilj našega razvojno raziskovalnega dela je zato osvajanje tehnologije izdelave različnih vrst zahtevnih kovinskih prahov in nato njihova popolna konsolidacija (zgostitev) v sodobne materiale, kot so na primer: hitrorezna jekla, super zlitine, psevdolitine itd., v obliki palic ali lamel, namenjenih za preizkuse ali nadaljnjo predelavo. S tem bi lahko postopno prenašali osvojene tehnologije v redno proizvodnjo slovenskih železarn in drugih podjetij metalurške ali strojno predelovalne stroke.

Ne smemo pa pozabiti, da kovinske prahove ne uporabljamo samo za zgoščevanje in s tem izdelavo PM izdelkov končnih oblik in lastnosti, temveč jih uporabljamo tudi v svoji osnovni obliki, to je kot kovinski prah (dodatki barvam in črnilom, goriva, vžigala, eksplozivi, prahovi za navarjanje, spajkanje in lotanje, plamensko in plazemsko naprševanje itd.) /1,4,5/. Eno najpomembnejših področij neposredne uporabe kovinskih prahov je plamensko in plazemsko naprševanje oziroma nanašanje korozijsko ali obrabno obstojnih plasti. Postopek je razširjen na mnogih področjih, predvsem pa v avtomobilski industriji za navarjanje trdih, pri povišanih temperaturah obrabno odpornih plasti na sesalne in izpušne ventile (zlitine na osnovi Co z dodatki Cr, Ni in W). Razvojno raziskovalno delo za izdelavo kovinskih prahov bo omogočalo bodočim proizvajalcem prahov ali njihovim odjemalcem izbrati najboljšo tehnologijo izdelave oziroma vrste prahu.

V laboratoriju za metalurgijo prahov in hitro strjevanje Inštituta za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani (nov naziv za Metalurški inštitut Ljubljana) smo z namestitvijo nove pilotne naprave za izdelavo kovinskih prahov z vodno atomizacijo in laboratorijske naprave za ulivanje amorfnih in mikrokristaliničnih trakov pridobili orodje za vključevanje v razvoj novih materialov, izdelanih po postopkih PM.

V pričujočem prispevku je podan kratek pregled najpomembnejših postopkov izdelave kovinskih prahov, s poudarkom na izdelavi kovinskih prahov z vodno atomizacijo. Kratko je predstavljeno tudi praktično opravljeno delo na sistematičnem ugotavljanju vpliva procesnih parametrov vodne atomizacije na lastnosti izdelanih prahov hitroreznih jekel.

1. POSTOPKI IZDELAVE KOVINSKIH PRAHOV

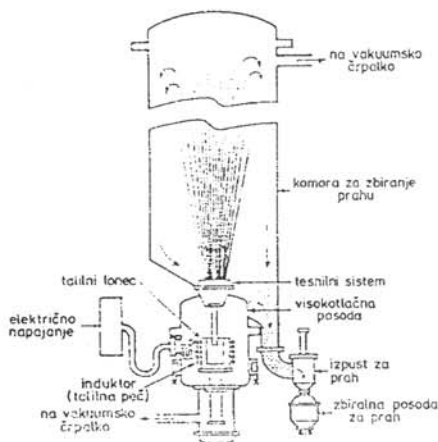
Danes poznamo vrsto postopkov oziroma tehnologij izdelave kovinskih prahov. Izbrani postopek je odvisen od vrste kovine ali zlitine, ki jo želimo izdelati, oblike in namembnosti izdelka, ekonomičnosti in mnogih drugih dejavnikov. V splošnem lahko razdelimo postopke oziroma metode izdelave prahov na: fizikalne, kemične in mehanske. Omejili se bomo le na kratek opis fizikalnih postopkov izdelave kovinskih prahov, ker kemične (izločanje, disociacija, elektroliza itd.) in mehanske metode (drobljenje, mletje) izdelave sodijo med konvencionalne tehnologije in ne pomenijo tako imenovane tehnologije hitrega strjevanja (RST - angl.: Rapid Solidification Technology), ki omogoča izdelavo materialov s posebnimi lastnostmi. Fizikalne metode izdelave kovinskih prahov so tudi najbolj razširjene in zato tudi najpomembnejše. To so postopki upraševanja kovinskih talin z razprševanjem ali atomizacijo. Bistvo vseh teh postopkov je neposredno oblikovanje prahu z razprševanjem raztaljene kovine.

1.1 PLINSKA ATOMIZACIJA

Pri plinski atomizaciji se kot razprševalno sredstvo uporablja inertni plin (dušik, argon ali helij - angl.: inert gas atomization), v nekaterih primerih tudi zrak. Razlikujemo horizontalne in vertikalne naprave za plinsko atomizacijo. Horizontalne naprave uporabljamo v glavnem za izdelavo kovinskih prahov z nižjim tališčem. Pri proizvodnji kovinskih prahov z višjim tališčem in tam, kjer je pomembno, da ne pride do oksidacije prahu, navadno uporabljamo vertikalne zaprte plinske atomizerje. Na **sliki 1** je shematično prikazana plinska atomizacija z vertikalno napravo in princip razprševanja raztaljene kovine.

Glavni značilnosti plinsko atomiziranega prahu sta pravilna (kroglična) oblika delcev in relativno široka velikostna porazdelitev. Na lastnosti izdelanega prahu vplivajo naslednji procesni parametri: vrsta kovine ali zlitine, temperatura pregretja nad tališčem, vrsta razprševalnega sredstva, njegov tlak in hitrost, gabariti naprave in način razprševanja (število in razporeditev šob, premer šob, kot razprševanja itd.). V glavnem

ohlajanjem v trenutku zmanjša. Ker proces poteka v vakuumu, je tudi prenos toplote in ohlajevanje izključno s sevanjem, kar zahteva precejšnje višino atomizacijske komore (do 20 m).



Slika 4: Shematični prikaz vakuumske atomizacije [6].

1.4 DRUGI POSTOPKI IZDELAVE KOVINSKIH PRAHOV

Za izdelavo kovinskih prahov iz reaktivnih kovin so razvili postopke upraševanja s centrifugalno atomizacijo. S pomočjo centrifugalne sile razpršimo raztaljeno talino v drobne kapljice, ki se hitro strdijo v prah. Razvite so bile naslednje vrste postopkov centrifugalne atomizacije: z vrtečo se elektrodo, na vrtečem se krožniku (disku), v vrteči se čaši, z vrtečim se valjem in z vrtečim se sitom. Prednost teh postopkov je v tem, da vsi lahko potekajo v zaščitni atmosferi ali vakuumu, kar preprečuje nezaželeno oksidacijo prahu.

Razvita je še vrsta postopkov izdelave kovinskih prahov z atomizacijo ali razprševanjem. Med njimi omenimo le še atomizacijo s tlakom plina in elektrostatsko. V prvem primeru raztaljeno kovino razpršujemo skozi šobo s pomočjo nadtlaka plina. V drugem primeru pa raztaljeno kovino vežemo na visoko elektrostatsko napetost (20-50 kV) in jo vodimo skozi drobno šobo, kjer pride do razprševanja taline v drobne delce zaradi elektrostatskih odbojev. V novejšem času postajajo vse bolj zanimivi tudi postopki, kjer neposredno pretvarjamo raztaljene kapljice kovine v trden polizdelek (oblikovanec). Med te postopke štejemo:

- neposredno pretvorbo atomiziranega prahu v kovan ali valjan polizdelek (angl.: Spray forging or Osprey technique),
- neposredno pretvorbo peletov v ingot (angl.: Vacuum Arc Double Electrode Remelting - VADER).

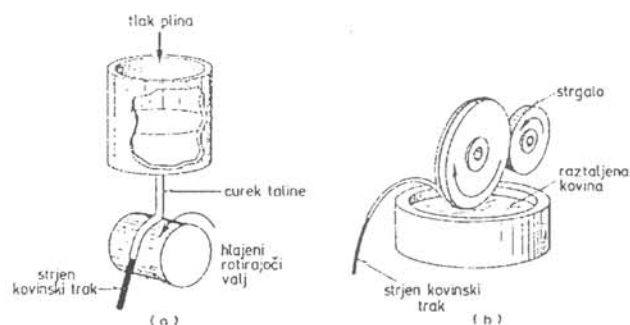
Postopki izdelave kovinskih prahov pri zelo velikih hitrostih ohlajanja omogočajo izdelavo mikrokristaliničnih ali celo amorfni prahov s hitrostmi ohlajevanja med 10^6 in 10^9 K/s. V to skupino štejemo predvsem naslednje postopke izdelave kovinskih prahov:

- centrifugalno atomizacijo s pospešenim konvektivnim ohlajanjem
- izdelavo tankih litih trakov na vrtečem se valju in drobljenje trakov in
- ultrazvočno atomizacijo.

Omenimo le izdelavo tankih litih trakov na vrtečem se valju. Laboratorijska naprava te vrste (Melt Spinner M10 Marko Materials Inc.) se nahaja tudi na IKMT Ljubljana. Razlikujemo dva osnovna postopka (glej sliko 5):

- curek taline pada na hlajeni vrteči se valj (angl.: chill-block melt spinning process)
- ekstrakcijo traku iz taline s pomočjo vrtečega se valja (angl.: melt extraction process).

V prvem primeru se nahaja nad rotirajočim valjem indukcijska talilna peč, kjer stalimo kovino, ki jo pod tlakom plina (Ar) v tankem curku usmerjamo na vrteči se valj. V drugem primeru pa iz taline vlečemo od spodaj strjeni kovinski trak. Oba postopka omogočata izdelavo trakov debeline pod $40 \mu\text{m}$ in širine do 50 mm s hitrostmi ohlajanja reda velikosti 10^6 K/s v zaščitni atmosferi ali vakuumu. Metodi omogočata izdelavo mehkomagnetnih amorfni zlitin na osnovi Fe, Ni ali Co z dodatki metaloidov (B,Si), trdomagnetni materialov NdFeB, superlahkih zlitin Ti6Al4V in superzlitin. V primeru, da želimo izdelati prah, moramo izdelane kovinske trakove drobiti oziroma mleti.



Slika 5: Shematični prikaz izdelave mikrokristaliničnih ali amorfni litih tankih trakov:

- a) na Melt Spinner napravi in
- b) napravi za vlečenje traku iz taline [6].

2. PRAKTIČNO DELO

V okviru osvajanja tehnologije izdelave hitroreznih jekel po postopkih metalurgije prahov smo pričeli s sistematičnim ugotavljanjem vpliva procesnih parametrov vodne atomizacije na lastnosti izdelanih kovinskih prahov. Z delom smo pričeli predvsem za pripravo prahu hitroreznega jekla Č.7680 (BRM-2 po oznaki Železarne Ravne ali M-2, kot ga označujejo v večini primerov drugje po svetu).

Pri izdelavi končnih popolnoma zgoščenih izdelkov iz hitroreznih jekel ali tudi drugih materialov po postopkih metalurgije prahov je naša prva naloga vsak trenutek izdelati prah s točno določenimi fizikalno-

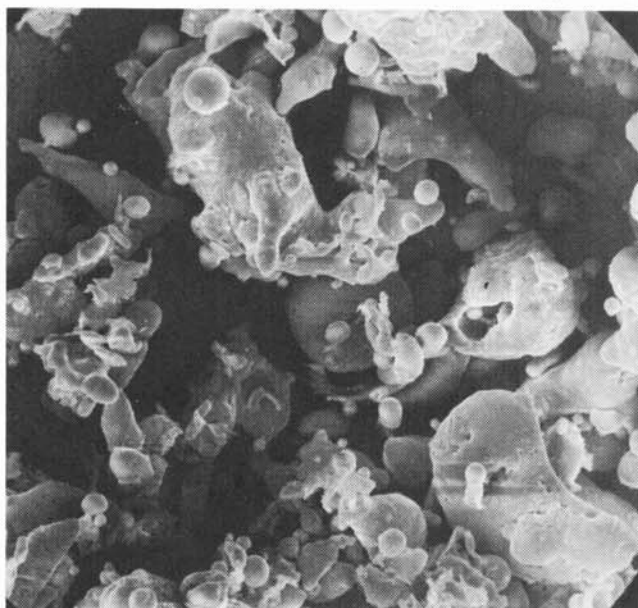
kemijskimi lastnostmi. Ker je tlak vode glavni vplivni parameter vodne atomizacije, je logično, da smo se osredotočili predvsem na preizkuse, kjer smo večino vplivnih parametrov vzdrževali konstantno (v okviru tehničnih možnosti) in pri vsakem posameznem preizkusu spremenili le tlak razprševalnega sredstva. Tako naj bi bili za dano zlitino sposobni vsak trenutek izbrati primerne pogoje atomizacije, ki bi nam omogočili izdelavo prahu z želeno obliko in velikostno porazdelitvijo delcev.

V tabeli 1 so zbrani vsi tehnološki parametri, ki smo jih zasledovali med posameznimi preizkusi. Tlak razprševalnega sredstva smo spreminjali med 100 in 275 bari, to je skoraj v celotnem delovnem območju visokotlačne črpalke.

Tabela 1: Procesni parametri izvedenih preizkusov izdelave prahov hitroreznega jekla BRM-2

| Procesni parameter (vodni atomizer D5/2 Davy Mc Kee) | | Opomba |
|--|--|-------------------------------------|
| Temperatura pregretja taline (°C) | 1580 (+/-20°C) | merjeno z optičnim pirometrom |
| Temperatura pregretja vmesne posode (°C) | 1230 (+/-20°C) | merjeno s termoel. Pt-PtRh13 |
| Premer šobe vmesne posode (mm) | 4.5 | šobe izdelane iz taljenega kremenca |
| Premer vodnih glavne šob (mm) | 1.20 x 1.05 | tip 1503 |
| šob pomožne | 1.10 x 0.85 | tip 1502 |
| Kot razprševanja glavne šob (v stopinjah) | 50 | originalna |
| pomožne šob (v stopinjah) | 40 | razdelilna glava |
| Tlak vode (bar) | 100 do 275 | v stopinjah po 50 bar |
| Vrsta in pretok zaščitnega plina | dušik (N ₂) 0.8 m ³ /h | merjeno z rotametrom |

* Temperatura tališča BRM-2 je $T_1 \approx 1445^\circ\text{C}$, kar pomeni, da je bila temperatura pregretja približno 135°C nad temperaturo tališča.



Slika 6: Posnetek prahu BRM-2 na vrstičnem el. mikroskopu.
Frakcija: pod 63 μm , Povečava: 600x.

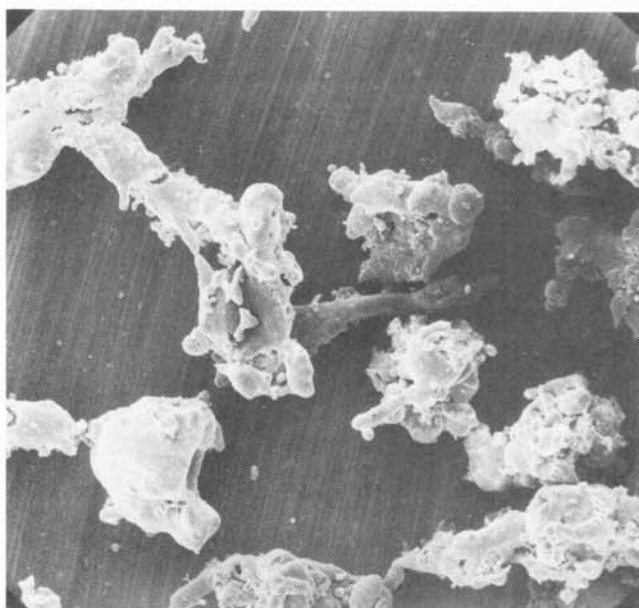
2.1 Analiza dobljenih rezultatov izdelanih kovinskih prahov hitroreznega jekla BRM-2

2.1.1 Kemijska analiza vzorcev izdelanih prahov

Vzorci hitroreznih jekel smo analizirali na IKMT Ljubljana s pomočjo klasične kemijske analitike in ARL kvantometra (tip 3460 Metal Analyzer). Doslej nismo izvajali sistematične kemijske analize izdelanih prahov po velikostnih razredih, temveč smo samo rutinsko preverjali, ali je preizkušani material v okviru predpisanih meja. Analize so nam pokazale, da sestava rahlo odstopa od nominalne, ki jo navajajo specializirani proizvajalci. To odstopanje na dobljene rezultate nima odločilnega vpliva, saj smo vse preizkuse izvajali pri enaki (izbrani) kemični sestavi, ker je bil vložek za vse preizkuse vzeti iz iste šarže. Pomeni le, da dobljene vrednosti za povprečno velikost delcev in velikostno porazdelitev ne veljajo točno za nazivno kemijsko sestavo BRM-2 jekla. Pri delu smo se srečali tudi z nekaterimi posebnostmi, ki so vezane na kemijsko analizo RST prahov. Natančne analize prahov bodo možne le sčasoma, ko bo opravljeno večje število primerjalnih analiz, tako na prahovih, kot tudi na končno zgoščenih izdelkih, izdelanih iz teh prahov.

2.1.2 Mikroskopija vzorcev izdelanih prahov

Vzorci prahov smo metalografsko preiskali z optičnim in vrstičnim elektronskim mikroskopom po posameznih velikostnih razredih. Prah je izrazito nepravilne oblike, z oksidirano površino, zaradi prisotnosti elementov z veliko afiniteto do kisika. Med posameznimi delci je opaziti tudi delno nagnjenost k sferoidizaciji delcev, ki pa je zavrta z veliko hitrostjo ohlajanja in prisotnostjo elementov, ki tvorijo okside z visokim tališčem. Na slikah 6 in 7 je prikazan posnetek izdelanega prahu, atomiziranega pri tlaku vode 275 bar. Poudarimo, da ni opazne razlike med to

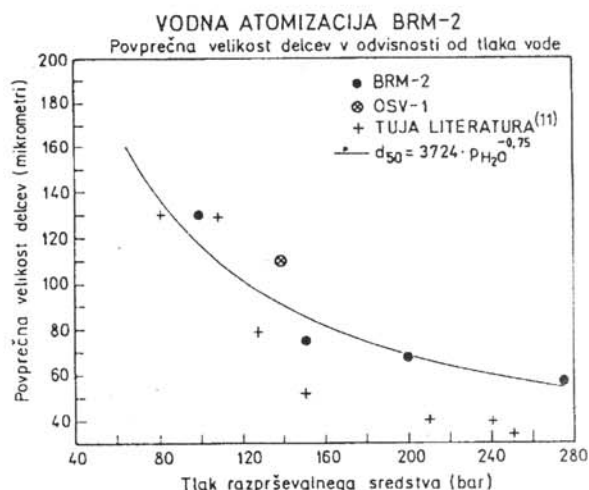


Slika 7: Posnetek prahu BRM-2 na vrstičnem el. mikroskopu.
Frakcija: 75 do 90 μm , Povečava: 200x.

obliko delcev in obliko delcev prahov, ki so bili izdelani pri nižjih tlakih razprševalnega sredstva. Bistvena je le razlika v velikostni porazdelitvi.

2.1.3 Določitev velikostne porazdelitve delcev prahov

Najenostavnejša metoda določanja velikostne porazdelitve delcev je sejalna analiza. V okviru raziskav smo naredili standardne sejalne analize vseh izdelanih prahov. Na **sliki 8** je prikazana praktično dobljena odvisnost med povprečno velikostjo delcev (d_{50}) izdelanega prahu hitroreznega jekla in tlakom vode. Regresijska analiza in dobljena eksponencialna krivulja odvisnosti nam pove, da smo dobili dobro odvisnost, s katero je že možno vsak trenutek napovedati okvirno povprečno velikost in porazdelitveno krivuljo vodno atomiziranih prahov hitroreznih jekel. EkspONENT $n = -0.75$ tudi pove, da smo bili blizu pogojev idealnega razprševanja ($n = -0.8$), kot jih navaja tuja literatura /11/. V primerjavi z navedbami v tuji literaturi so dobljene povprečne velikosti delcev prahu sicer nekoliko višje, kar pa je vezano predvsem na izbrane procesne in geometrijske parametre naše naprave.

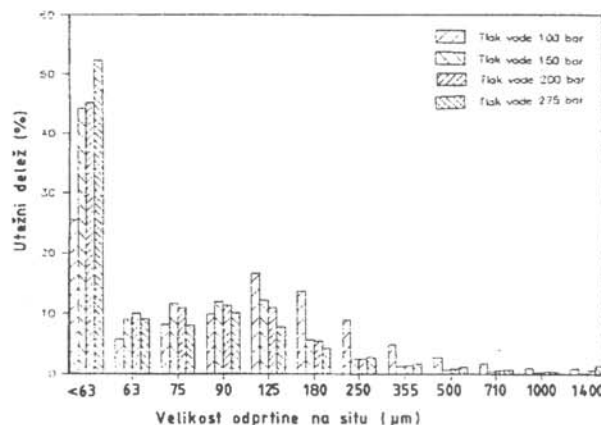


Slika 8: Povprečna velikost delcev v odvisnosti od tlaka razprševalnega sredstva za hitrorežno jeklo BRM-2 (IKMT Ljubljana 1990 - vodni atomizer D5/2 Davy Mc Kee).

Na **sliki 9** je prikazana sejalna analiza oziroma stolpičasti diagram (histogram) velikostne porazdelitve delcev prahov hitroreznega jekla za posamezne tlake razprševalnega sredstva. Ugotavljamo, da ima v vseh primerih glavni delež frakcija pod $63 \mu\text{m}$. Zato bi bilo v nadaljevanju primerno poleg sejalne analize uporabljati še kakšno drugo metodo določevanja velikostne porazdelitve delcev (na primer Sedigraph) /7/.

Praktične meritve velikostne porazdelitve delcev nam tudi povedo, da imamo pri atomizaciji z našo napravo dva ločena stadija dezintegracije. Na to kaže dvojna (bimodalna) velikostna porazdelitev delcev. V primerih plinske in vodne atomizacije različni avtorji /8/ omenjajo praviloma takšno velikostno porazdelitev. Le v primeru nadzvočnih hitrosti razprševalnega sredstva (ultra-zvočna atomizacija) avtorji poročajo o eno-

stopenski dezintegraciji (angl.: one-step fragmentation). Prvi stadij dezintegracije tvori delce velikosti približno $100 \mu\text{m}$, drugi pa drobnejše (približno $40 \mu\text{m}$). V našem primeru sejalne analize smo lahko identificirali samo delce, nastale kot posledica prvega stadija dezintegracije. Na druge, manjše, pa lahko samo sklepamo iz poteka krivulje velikostne porazdelitve.



Slika 9: Histogram velikostne porazdelitve delcev prahu v odvisnosti od tlaka razprševalnega sredstva za hitrorežno jeklo BRM-2 (IKMT Ljubljana 1990 - vodni atomizer D5/2 Davy Mc Kee), dobljen na osnovi sejalne analize.

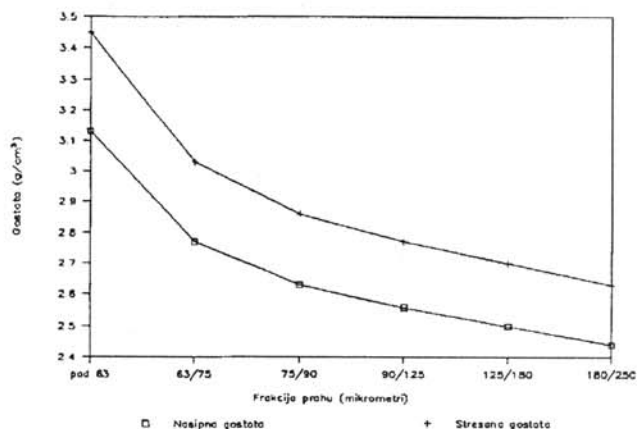
2.1.4 Določitev nasipne in stresane gostote ter tekočnosti prahov

Na **sliki 10** je podana odvisnost nasipne in stresane gostote izdelanega prahu hitroreznega jekla BRM-2 pri tlaku 275 bar po posameznih frakcijah. Nasipna in stresana gostota (gostota po 100 stresljajih) rasteta, čim manjši so delci. Tekočnost prahov smo določevali s Hall-ovim merilnikom pretoka /3/. Na **sliki 11** je prikazana tekočnost vodno atomiziranega jekla BRM-2 v primerjavi z vodno atomiziranim prahom nerjavnega jekla z 19%Cr in 9%Ni, ki smo ga poizkusno tudi izdelali na naši napravi. Vidimo, da prah nerjavnega jekla teče bolje kot prah hitroreznega jekla. To pomeni, da ima nerjavno jeklo pravilnejšo obliko delcev kot hitrorežno jeklo, kar se vidi tudi iz posnetkov na vrstičnem elektronskem mikroskopu. Najfinejša frakcija delcev (pod $63 \mu\text{m}$) v obeh primerih ne teče, iz česar lahko sklepamo, da so ti prahovi, v celoti gledano, netekoči, saj ima v njih najdrobnejša frakcija največji delež.

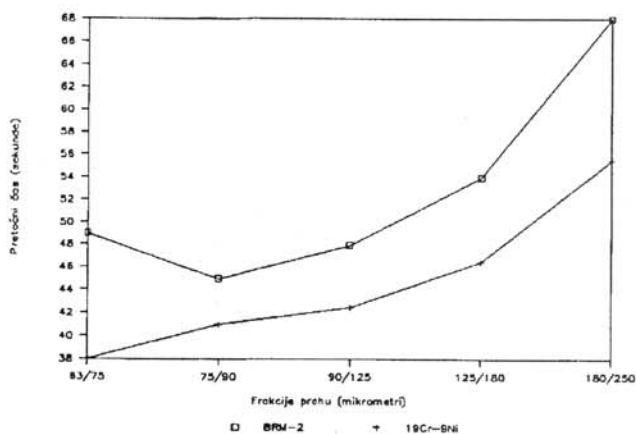
2.2 Toplotna obdelava prahov

Vsebnost kisika v jeklenih prahovih je pomembna še posebej takrat, ko prah uporabljamo za izdelavo popolnoma zgoščenih izdelkov /9/. Vsebnost kisika v prahovih običajno znižamo s toplotno obdelavo prahov pred zgoščevanjem. Toplotna obdelava atomiziranih prahov ugodno vpliva tudi na stisljivost prahov, saj dobimo po toplotni obdelavi na 800 do 900°C v vakuumu ali vodiku in počasnem ohlajanju mehkejši in s tem stisljivejši prah. Na **sliki 12** imamo

prikazano stisljivost našega vodno atomiziranega hitroreznega jekla pred in po toplotni obdelavi v vodiku (2 uri pri 800°C). Stisljivost prahu je pri tlaku pod 4t/cm² že tako slaba, da preizkušanci niso več primerni za nadaljnje rokovanje (glej črtkani del krivulj na sliki 12).



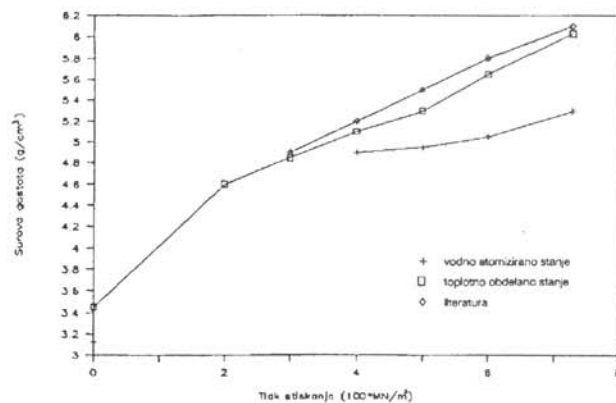
Slika 10: Nasipne in stresane gostote vodno atomiziranega prahu po posameznih velikostnih razredih (BRM-2 pri tlaku vode 275 bar, IKMT Ljubljana 1990 - vodni atomizer D5/2 Davy Mc Kee).



Slika 11: Tekočnost vodno atomiziranih prahov po posameznih velikostnih razredih (primerjava BRM-2 in nerjavno jeklo 19Cr9Ni pri tlaku vode 200 bar, IKMT Ljubljana 1990 - vodni atomizer D5/2 Davy Mc Kee).

Vsebnosti kisika v vodno atomiziranih prahovih so relativno visoke (2000 do 3000 ppm), vendar v okviru podatkov, ki jih navajajo v tuji literaturi /9/. Preizkusi so pokazali, da nam toplotna obdelava v vakuumu daje večje znižanje kisika v prahu kot obdelava v vodiku. V nadaljevanju smo pričeli s sistematično analizo vsebnosti kisika po posameznih velikostnih deležih.

Sejalna analiza toplotno obdelanih prahov tudi kaže, da prihaja že do delnega sintranja (rasti delcev) pri tako nizki temperaturi toplotne obdelave. Po žarenju v vodiku je delež frakcije pod 63 μm padel s 100% (gledano relativno) na 93%. Zato lahko ocenimo, da s stališča izkoristka prahu ne smemo prekoračiti zgoraj podane temperature in časa toplotne obdelave.



Slika 12: Odvisnost gostote od tlaka stiskanja vodno atomiziranega hitroreznega jekla BRM-2 v primerjavi s tujo literaturo /10/. Vzorci so bili hladno izostatsko stiskani v polivretanskih modelih na IJS Ljubljana.

3. ZAKLJUČKI

Laboratorijska pilotna naprava za vodno atomizacijo z induktivnim talilnim sistemom nam omogoča sistematično delo za pripravo različnih vrst posebnih kovinskih prahov. Tako smo pričeli s sistematičnim določevanjem vplivnih parametrov vodne atomizacije na lastnosti prahov hitroreznih jekel. Za hitrorežno jeklo Č.7680 (BRM-2) smo določili vpliv tlaka razprševalnega sredstva na glavne morfološke lastnosti prahu. Na osnovi preizkusov je postavljena empirična enačba odvisnosti povprečne velikosti delcev prahu od tlaka razprševalnega sredstva. Ta nam omogoča za dane parametre naprave okvirno napoved povprečne velikosti delcev in tudi drugih morfoloških lastnosti izbranega hitroreznega jekla. Dvojna (bimodalna) velikostna porazdelitev delcev prahu kaže na to, da na naši napravi potekata dva ločena stadija dezintegracije. Lastnosti izdelanega prahu hitroreznega jekla so v okviru tehnoloških možnosti postopka vodne atomizacije in tudi tujih literaturnih podatkov. Prahovi so primerni za nadaljnje zgoščevanje s sintranjem in kasneje z vročo ekstruzijo do popolne zgostitve. To nam kažejo prvi preizkusi sintranja v zaščitni atmosferi in vakuumu.

Poleg prahov hitroreznih jekel smo preizkusno pričeli izdelovati in analizirati tudi nekaj drugih vrst kovinskih prahov, zanimivih za našo industrijo in druge uporabnike.

4. UPORABLJENA LITERATURA

- /1/ B. Šuštaršič, F. Vodopivec, B. Breskvar: Literaturna študija o postopkih metalurgije prahov, Poročila MI Ljubljana, junij 1989
- /2/ B. Šuštaršič, F. Vodopivec, M. Komac: Tehnologija vročega izostatskega stiskanja, Zbornik XXXIX. Posveta o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1988, s.:119/138
- /3/ B. Šuštaršič, F. Vodopivec, B. Breskvar, A.Rodič, V.Leskovšek: Vodna atomizacija kovinskih talin in konsolidacije kovinskih prahov, interna naloga 88-066MIL, 1988
- /4/ R.M.German: Powder Metallurgy Science, Metal Powder Industries Federation (MPIF), Princeton, New Jersey, 1984
- /5/ F.V.Lenel: Powder Metallurgy - Principles and Applications, MPIF, Princeton, New Jersey, april 1980

- /6/ G. H. Gessinger: Powder Metallurgy of Super alloys, Butterworths Monographs in Materials, BBC Brown Boveri and Co. Ltd, Switzerland, 1984
- /7/ R. Gabrovšek: Predstavitev kompleta inštrumentov za fizikalno karakterizacijo trdnih in praškastih materialov, Kemijski Inštitut Boris Kidrič Ljubljana, november 1986.
- /8/ M. Buerger, E. V. Berg, S. H. Cho, A. Schatz: Fragmentation Process in Gas and Water Atomization Plant for Process Optimization Purposes, Powder Metallurgy International, Vol.: 21, No.: 6/89, s.:10/15
- /9/ J. J. Dunkley : The Factors Determining the Oxygen Content of Water Atomized 304L Stainless Steel Powder, Reprint of Paper Presented at the National PM Conference, Philadelphia, USA, 1981
- /10/ Davy McKee: Tool Steel Powders, Komercialni prospekt podjetja DavyMcKee 021/2M/477
- /11/ J. J. Dunkley, J.D. Palmer: Factors affecting particle size of atomized metal powders, Powder Metallurgy 1986, Vol.: 29, No.:4

INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE NAMESTO METALURŠKI INŠTITUT V LJUBLJANI, ZAKAJ?

Metalurški inštitut je ustanovila slovenska vlada leta 1950 s ciljem, da ima strokovno inštitucijo, ki bi sodelovala v razvoju metalurške industrije, tedaj v Sloveniji še proizvodnje groblja, jekla, svinca, cinka in aluminija iz rud in odpadkov. Delo inštituta je bilo naravnano v ekstraktivne procese in temu primerna je bila tudi kadrovska zasedba, oprema in raziskovalni program. Že v letu 1955 pa se je pokazalo, da Slovenija potrebuje tudi svetovalno ustanovo za racionalno uporabo kovinskih materialov in razvoj materialov kot industrijskega gradiva. Zato se je začela počasna preusmeritev raziskovalnega in razvojnega dela. Po letu 1960 je začel v programu naraščati razvoj novih materialov, ki ga je tedaj podpirala predvsem armada, pa tudi nastajajoča elektronska industrija. Po letu 1970 se je začel hitro zmanjševati del programa, usmerjen v ekstrakcijo kovin, in danes od vsega tega ostaja le še raziskave uporabe sekundarnih surovin in odpadkov, neposredno v metalurški industriji ali zunaj nje, in projekt razvoja postopka za izdelavo aluminija največje čistosti. Skladno z zmanjšanjem aktivnosti na področju ekstrakcije je rastla vključenost inštituta v probleme raziskav in razvoja materialov ter njihove optimalne uporabe v industriji in ekspertno delo. Na primer, že leta 1966 je Toplarna Ljubljana, ki je bila tedaj v gradnji, na osnovi ekspertize inštituta iztožila okoli 700.000 USD od inozemskega dobavitelja. Za slovensko termo energetiko je bilo izvršeno še več ekspertiz, na osnovi katerih so bili povrnjeni stroški za havarirane industrijske naprave v podobni višini. Te ekspertize so dokazale vrhunsko znanje sodelavcev Inštituta na področju industrijske uporabe kovinskih materialov. Od leta 1960 je bilo vsako leto pripravljeno veliko število ekspertiz in strokovnih mnenj s področja uporabe in kakovosti

materialov in raziskovalno-razvojnih del za nemetalurško industrijo, ki so privedla do koristnih aplikacij. V letu 1990 je imel inštitut sklenjene pogodbe o raziskovalno-razvojnem delu za enako število metalurških in nemetalurških podjetij skupno za okoli 60 raziskovalnih nalog. V tem letu je bilo pripravljenih tudi 112 ekspertiz s področja materialov in tehnologij, opravljeno pa je bilo tudi 84 tehnoloških storitev za nemetalurška podjetja.

Začetna usmerjenost v ekstraktivno metalurgijo se je postopoma preusmerjala v proizvodnjo materialov iz odpadnih surovin, raziskovanje pa se je vse bolj usmerjalo v razvoj materialov, njihovo procesiranje za doseg optimalnih lastnosti in v uporabo. Pri mnogih potencialnih uporabnikih strokovnih, raziskovalnih, tehnoloških in ekspertnih storitev pa je vendarle naziv "Metalurški" asociiral na ekstraktivno metalurgijo in jih odvrčal od središča, kjer je v Sloveniji in v Jugoslaviji največ teoretičnega in praktičnega znanja o izdelavi kovinskih materialov, njihovem procesiranju, preiskovanju in lastnostih pri uporabi. Zato se je zadnja leta vse bolj kazala potreba, da se naziv inštituta prilagodi že izvršeni vsebinski pretvorbi dela. Izbran je bil nov naziv INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE. Geslo inštituta ostaja še naprej: biti čim bolj aktiven v razvoju novih materialov in tehnologij, svetovati, kako preiskovati materiale, da bodo najbolj ustrezali specifičnim namenom uporabe, svetovati kako racionalno in optimalno izkoriščati njihove lastnosti in vzgajati strokovnjake, ki bodo takim nalogam v industriji kos.

Dr. Franc Vodopivec

STANJE POVRŠINE IN MIKROSTRUKTURA TANKIH KOVINSKIH TRAKOV

Dr. Franc Vodopivec in dr. Monika Jenko, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 61001 Ljubljana

Povzetek

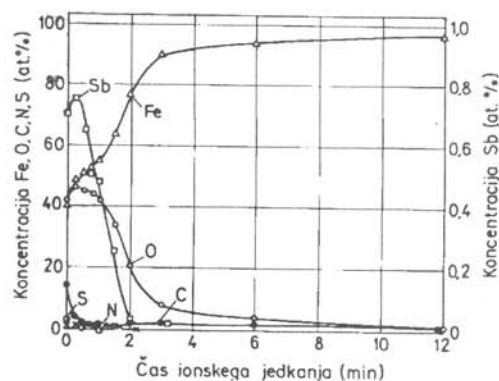
Z dodatkom okoli 0,05% antimona v jeklo z 1,87% Si za neorientirano elektropločevino se doseže izboljšanje teksture in zmanjšanje vatnih izgub. Med ključno termično obdelavo antimon segregira na površini pločevine. V delu se dokazuje, da je velikost zrn pri isti sestavi tem večja, čim debelejša je pločevina. Tekstura je najboljša pri najtanjši pločevini iz jekla z dodatkom antimona, enako velja za koercitivnost.

1. UVOD

Že pred približno 30 leti je skupina 30 raziskovalcev, ki jo je vodil J. Benard /1/, ugotovila, da se pri žarjenju mikromorfologija gladke površine jekla in bakra spreminja, če so ustvarjeni pogoji, da se nanjo adsorbirata kisik ali žveplo. Na spočetka gladki površini se razvijejo facete, ki po prostorski legi ustrezajo gosto posedenim kristalnim ploskvam. Avtorji so pojav pripisali vplivu kemisorpcije kisika ali žvepla na površinsko energijo kovin. Ta vpliv je selektiven zato, ker so na kristalnih ploskvah mesta, kjer vgnezdjenje tujega atoma različno spremeni površinsko energijo. Z veliko poenostavitvijo bi lahko rekli, čim bolj vgnezdjenje tujega atoma zgladi relief površine na nivoju velikosti parametra kristalne mreže kovine, tem večje je zmanjšanje površinske energije kristalne ploskve. S tem postane ploskev bolj stabilna in raste ob pogoju, da je mobilnost atomov zadostna, torej da je kovina na primerni temperaturi. V večini kovinskih proizvodov je velikost zrn, ki sestavljajo mikrostrukturo, majhna v primerjavi z debelino proizvoda. V neorientiranih elektropločevinah pa je zaradi najmanjših vatnih izgub optimalna velikost zrn okoli 0,12 mm /2/. Če upoštevamo, da je debelina pločevine 0,35 ali 0,5 mm, je očitno, da ima lahko vsako peto zrno eno kristalno ploskev na površini pločevine in je torej vzporedna s to površino. Skupna energija tega zrna, ki je vsota volumnske in površinske energije, je zato odvisna tudi od proste energije kristalne ploskve na površini pločevine. V orientiranih elektropločevinah pa je velikost zrn celo najmanj desetkrat večja od debeline pločevine, zato komponenta površinske energije prevladuje v celotni energiji kristalnega zrna /3/.

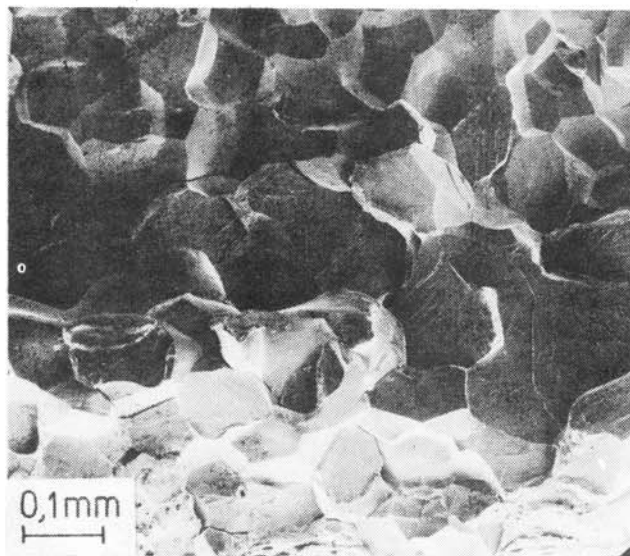
Če bi lahko v neorientirani elektropločevini selektivno zmanjšali površinsko energijo zrn, ki imajo na površini neko prostorsko lego, npr. tako, da se ploskev kocke (100) pokriva s površino pločevine, bi ta zrna postala stabilnejša in bi rastla na račun sosedov. Tako bi nastala magnetno mehka tekstura, ki pločevini zagotavlja najmanjšo koercitivnost, z njo pa tudi najmanjše vatne izgube pri spremembi smeri magnetnega polja.

Iz literature je znano, da se vatne izgube neorientirane elektro pločevine zmanjšajo, če jeklo legiramo z majhno količino antimona ali kositra /4,5,6,7,8/. Oba elementa sta površinsko aktivna in med žarjenjem pločevine za rekristalizacijo in razogljichenje segregirata po mejah kristalnih zrn. Na sliki 1 je prikazan profil



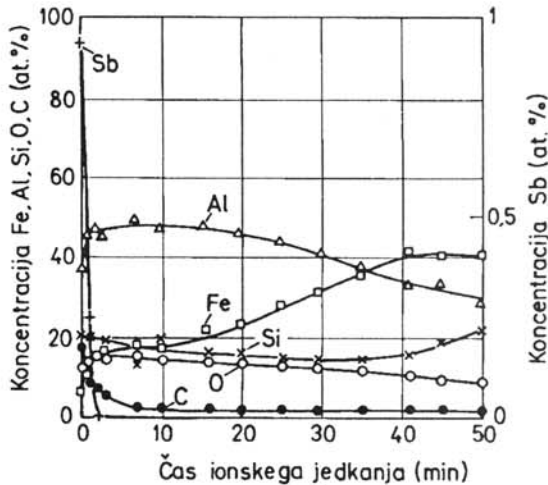
Sl. 1: AES profilni diagram porazdelitve nekaterih elementov v globino površine preloma na sl. 2. Po ref. 9.

porazdelitve antimona, posnet z Augerjevimi spektrometrom na vzorcu 2,5 mm traka, ki je bil žarjen 2 uri pri 850°C, gašen in nato prelomljen z upogibom po ohladitvi v tekočem dušiku. Slika 2 nam prikazuje



Sl. 2: Pretežno interkristalna površina preloma na vzorcu 2,5 mm debele pločevine iz jekla z 0,047% Sb, ki je bil žarjen 2 uri pri 850°C, gašen, ohlajen v tekočem dušiku in prelomljen z upogibom. (Povečava: 100x).

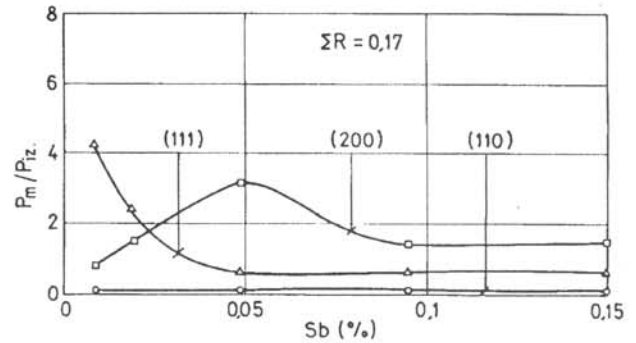
pretežno interkristalno površino na istem vzorcu jekla. Očitno je interkristalna segregacija precej izrazita in je omejena na plast z debelino največ nekaj atomov. Na sl. 1 izgleda globlja zato, ker je posneta na reliefni površini, s katere ionsko jedkanje ne odnaša plast za plastjo atomov enakomerno na vseh površinah vseh zrn. Poleg antimona segregirajo po kristalnih mejah še drugi elementi. Na sliki 3 je prikazana segregacija antimona na površini vzorca podobnega jekla, ki je bilo izvaljano v trak z debelino 0.5 mm, nato pa žarjeno 2 uri pri 850°C v suhem vodiku. Na površini najdemo



Sl. 3: AES profilni diagram porazdelitve nekaterih elementov ob površini neorientirane elektro pločevine z 1,87% Si in 0,052% Sb, ki je bila žarjena 2 uri pri 850°C v suhem vodiku. Po ref. 10.

segregacijo, ki je po velikosti in globini podobna tisti na kristalnih mejah. Na sliki 4 je prikazana odvisnost gostote polov za kristalna zrna, ki imajo izbrane kristalne ploskve v ravnini pločevine, v odvisnosti od vsebnosti antimona v jeklu po 2 urah žarjenja 0.5 mm debelih trakov, v vlažnem vodiku pri 850°C zaradi razogljichenja in rekristalizacije. Prednost rentgenskih žarkov, s katerimi je bila izvršena analiza, je pod 0.1mm. Zato predstavlja slika 4 gostoto polov v površinski plasti jekla z debelino največ nekaj zrn. Iz slike je razvidno, da vsebnost antimona v jeklu ne vpliva na gostoto (110) polov, da se gostota (111) polov zmanjša od največje, pri najnižjem antimonu, na neko konstantno vrednost pri cca. 0.05% Sb. Prav pri tej vsebnosti antimona pa je največja gostota polov (100) magnetno mehkih kristalnih zrn. Vatne izgube so bile najmanjše prav pri tej vsebnosti antimona v jeklu /9/.

Pazljiva analiza naših eksperimentalnih izsledkov in podatkov iz literature nas je pripeljala do sklepa, da je vpliv antimona na teksturo in vatne izgube v zvezi z njegovo segregacijo. Pri tem je bazičen vpliv segregacije na površini pločevine oziroma na kristalni ploskvi zrn, ki leži na tej površini, ne pa segregacija na kristalnih mejah, ki ležijo znotraj pločevine /11/. Po naši hipotezi površinska segregacija antimona selektivno zniža površinsko energijo, z njo pa tudi stabilnost zrn, ki imajo eno ploskev na površini pločevine.



Sl. 4: Odvisnost med gostoto polov kristalnih zrn s ploskvami (200), (110) in (111) v ravnini pločevine in vsebnostjo antimona v jeklu. Pločevina z debelino 0,5 mm je bila žarjena za razogljichenje in rekristalizacijo 2 uri pri 850°C. Po ref. 9.

Pri določeni stopnji segregacije je njen vpliv zelo selektiven in najbolj zmanjša površinsko energijo zrn z magnetno mehko lego (100), zato ta zrna hitreje rastejo, so večja ali jih je več in zato je koercitivnost pločevine manjša. Pri večji vsebnosti antimona je segregacija večja, vse površine so nasičene, selektivne rasti ni več.

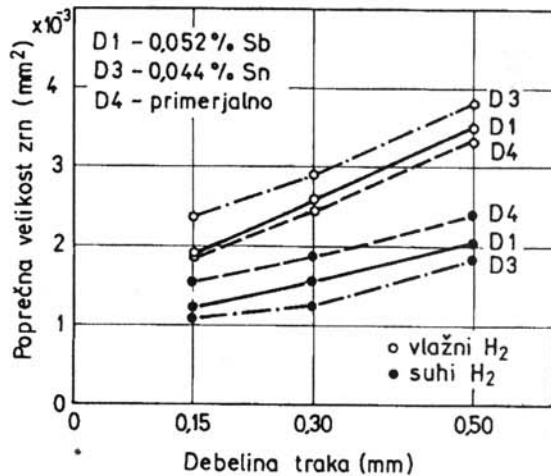
Na voljo nimamo inštrumentacije, s katero bi direktno preverili utemeljenost te razlage, zato smo se odločili, da jo preverimo na indirektnen način. Rezultate tega dela predstavljamo v tem sestavku.

2. EKSPERIMENTALNO DELO

V laboratorijski peči smo iz istih surovin pripravili vrsto jekel, primerjalno in jekla z dodatki antimona in kositra, ki sta, kot je bilo že omenjeno, površinsko aktivna. Bloke s presekom 60 x 60 mm smo vroče izvaljali v trak z debelino 2.5 mm, odstranili škajo, hladno izvaljali na debelino 1.6 mm, žarili za rekristalizacijo, jih nato izvaljali na debeline 0.5, 0.3 in 0.2 mm. Tega smo žarili za popravo pri 600°C in izvaljali na debelino 0.15 mm. Nato smo vse vzorce trakov žarili 2 uri pri 850°C in v njih določili velikost zrn, koercitivnost in v nekaj primerih tudi teksturo. Žarjenje je bilo izvršeno v dveh atmosferah: v vlažnem vodiku, kar je imelo za posledico razogljichenje vseh vzorcev na 0.002% C in rekristalizacijo, ter v suhem vodiku, kjer je prišlo le do rekristalizacije, vsebnost ogljika pa je ostala na nivoju 0.02%, torej 10-krat večja.

3. REZULTATI

Na sliki 5 je prikazana odvisnost med debelino traka in velikostjo zrn za vsa tri jekla. Pri vseh treh je zelo jasna in nekoliko presenetljiva ugotovitev, da je velikost zrn tem večja, čim debelejša je pločevina. Kot se je pričakovalo, so v povprečju zrna mnogo večja v pločevinah, kjer se je med žarjenjem izvršilo razogljichenje in

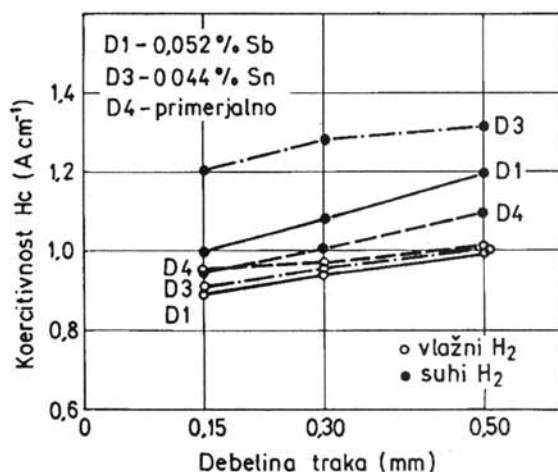


Sl. 5: Odvisnost med debelino pločevine in velikostjo zrn za primerjalno in za jekli, legirani z antimonom in kositrom po žarjenju v suhem in v vlažnem vodiku.

rekristalizacija, kot če se je izvršila samo rekristalizacija.

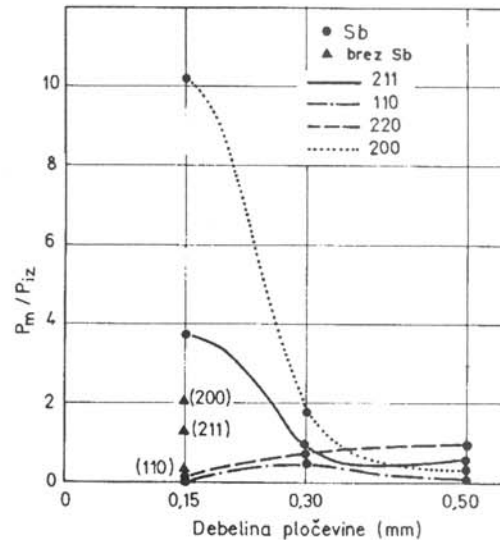
Žarjenje pločevin je trajalo dve uri pri 850°C, kar je cca. 150°C nad temperaturo rekristalizacije te vrste jekel [12]. Zato smatramo, da sta bila trajanje in temperatura žarjenja zadostna, da so zrna dosegla naravno velikost, ki je funkcija vsebnosti ogljika, odvisna pa je tudi od vsebnosti površinsko aktivnih elementov. Res, da zaključne stopnje hladne deformacije niso bile pri vseh pločevinah enake, saj so bile 68.7% pri 0.5 mm pločevini, 81.2% pri 0.3 mm in 90.6% pri 0.15 mm pločevini. Zato bi lahko bile razlike v velikosti zrn tudi v zvezi z različno stopnjo hladne deformacije. V bodočnosti se bo to možnost preverilo ter definitivno opredelilo, ali je res velikost zrn pri določeni sestavi jekla odvisna od debeline pločevine.

Na sliki 6 je prikazana odvisnost med koercitivnostjo in debelino pločevin. Po obeh žarjenjih raste z debelino pločevine in je mnogo večja po žarjenju v suhem vodiku, torej v nerazogljčenem jeklu. Razlaga



Sl. 6: Odvisnost med debelino pločevine in koercitivno silo za vzorec na sl. 5.

te razlike je enostavna. V nerazogljčenem jeklu je ogljik vezan v cementitnih precipitatih, ki zavirajo sukanje smeri magnetenja elementarnih Weissovih domen. Na sliki 7 je prikazana odvisnost med debelino pločevine in gostoto polov za zrna z različno prostorsko lego v ravnini pločevine. V pločevini, legirani z antimonom, raste gostota polov (200) zrn od največje



Sl. 7: Odvisnost med debelino pločevine in gostoto polov (200), (220) in (211) za nekatere vzorce na sl. 5.

do najmanjše debeline, pri kateri je cca. 30-krat večja. Podoben je vpliv pločevine na gostoto polov zrn z lego (212), vendar je relativna gostota polov teh zrn mnogo manjša. Najmanjša je gostota polov (220) zrn, kjer se kaže tudi nasproten vpliv debeline pločevine. Eksperimentalni izsledki kažejo, da se z debelino pločevine enake sestave spreminjajo velikosti zrn, koercitivnost in tekstura, iz česar lahko zanesljivo sklepamo, da delež in stanje površine v celotni masi kovine vpliva na vse dejavnike, ki so povezani z mikrostrukturo. O povezavi med velikostjo zrn in debelino pločevine bomo govorili, ko bo s ponovnim poskusom potrjeno, da je pri enaki sestavi velikost zrn zanesljivo tudi funkcija debeline pločevine. Poskusimo sedaj razložiti povezavo med debelino pločevine in teksturo pri trakovih iz istega jekla, ki posredno razlaga tudi vpliv debeline na koercitivnost. Najprej velja poudariti, da se je pri tem delu ponovno potrdilo, da je v pločevini iz jekla z dodatkom okoli 0.05% Sb gostota polov kristalnih zrn z lego (100) v ravnini pločevine večja kot v enako debeli in enako termično obdelani pločevini iz jekla brez dodatka antimona. Velikost zrn je izražena kot povprečna ploščina (S). Predpostavimo, da so zrna pravilni šesterkotniki. Zanje velja, da je razmerje med ploščino in premerom opisanega kroga (D), ki je neke vrste maksimalna linearna velikost zrn $S/R^2 = 2.598$ (13). Iz tega izraza izračunamo, da je pri povprečni ploščini zrn 0.0019 mm² v 0.15 mm pločevini iz jekla z antimonom linearna velikost zrn povprečno 0.027 mm, v 0.5 mm pločevini iz istega jekla pa je povprečna linearna velikost zrn 0.037 mm. V 0.15 mm pločevini je povprečno na preseku $0.15/0.027 = 5.55$ zrn, od

katerih sta dve (torej 36%) taki, ki imata na površini pločevine eno ploskev. V 0.5 mm pločevini je na preseku $0.5/0.037 = 13.5$ zrn, od katerih imata spet dve eno ploskev na površini, torej 14.8%. Pri enakih drugih pogojih upošteva analiza v difraktometru v 0.15 mm pločevini 2.43-krat več zrn z eno ploskvijo na površini kot v 0.5 mm pločevini. To se ujema z razlago, da segregacija na površini pospešuje rast zrn z lego (100) v ravnini pločevine. Vendar pa je razmerje gostote polov mnogo večje od razmerja deleža zrn z eno ploskvijo na površini pločevine. Iz tega sklepamo, da obstaja pri manjši debelini še en mehanizem, ki opravlja dve vlogi: zavira splošno rast zrn in je pri tem manj učinkovit pri preprečevanju rasti zrn s ploskvijo (100) v ravnini pločevine. Ta mehanizem je potrebno še opredeliti, mogoče je vezan na notranjo oksidacijo, ki nastane v zelo tankem sloju površine pri žarjenju v vlažnem vodiku in ki je lahko vplivna v fazi nastanka kali za rekristalizacijo in v fazi rasti teh kali.

4. SKLEPI

V laboratoriju so bila izdelana jekla z dodatki antimona in kositra in primerjalno jeklo, vse iz istih surovin. Jekla so bila hladno in toplo izvaljana v trakove z debelino 0.5, 0.3 in 0.15 mm, žarjena za rekristalizacijo in razogljčenje v vlažnem in v suhem vodiku. Na tako pripravljenih pločevinah so bile izmerjene velikost zrn, koercitivnost in tekstura. Rezultati nam kažejo, da:

- pri enaki sestavi in termični obdelavi raste velikost zrn proporcionalno z debelino pločevine, npr. pri jeklu brez dodatkov je povprečna velikost zrn v 0.15 mm pločevini $1.8 \times 10^{-3} \text{ mm}^2$, v 0.5 mm pločevini $3.3 \times 10^{-3} \text{ mm}^2$.
- Velikost zrn je po enaki termični obdelavi najmanjša v primerjalnem jeklu brez dodatkov. Iz tega sklepamo, da interkristalna segregacija antimona in kositra ne zavira, nasprotno, celo malo olajša proces rasti rekristaliziranih zrn. Ta sklep potrjuje hipotezo, da je segregacija omejena samo na interkristalno površino zrn, podobno kot je bilo ugotovljeno za segregacijo fosforja /14/.

- Koercitivnost je mnogo manjša v razogljčenem jeklu, torej po žarjenju v vlažnem vodiku, in v vseh primerih raste z debelino pločevine. Koercitivnost je manjša v jeklu z dodatki antimona in kositra kot v primerjalnem jeklu.
- Pri enaki sestavi jekla se z debelino pločevine močno spreminja tekstura, in sicer tako, da narašča najmočneje delež zrn, ki imajo prostorsko lego, kjer se kristalna ploskev (100) ujema s pločevino površine.
- Na osnovi sedanjih empiričnih izsledkov še ni mogoče postaviti konsistentne hipoteze, ki bi razložila povezanost velikosti zrn z debelino pločevine pri enaki sestavi in termični obdelavi jekla.

VIRI

- /1/ J. Benard: L'Oxydation des Metaux; Gauthier-Villard, Paris, 1962
- /2/ H. Shimanaka, J. Ito, K. Matsumma in K. Fukuda: Journal of Magnet. and Magn. Mat., 26, 1982, 57-64
- /3/ F. Vodopivec in F. Marinšek: Orientirana elektropločevina, poročilo MIL 89-039, 1989
- /4/ G. Lyudkovsky in P.K. Rastogi: Metallurgical Transactions 15A, 1984, 257-260
- /5/ H. Shimanaka, T. Irie, K. Matsumura in H. Nakamura: Journal of Magnet. and Magn. Mat., 19, 1980, 63-64
- /6/ H.C. Fiedler: Ibidem, 26, 1982, 22-24
- /7/ P. Marko, A. Šolyon in V. Frič: Ibidem, 41, 1984, 7-10
- /8/ V. Frič, J. Janok in A. Šolyon: Hutnicke Listy, 1983, st. 7, 480-484
- /9/ F. Vodopivec, F. Marinšek, M. Torkar, F. Grešovnik in B.M. Praček: Poročilo MIL 88-034/I, 1988
- /10/ M. Jenko, F. Vodopivec, F. Grešovnik, B. Praček in M. Kern: Poročilo MIL, 90-003, 1990
- /11/ F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, D. Gnidovec, B. Praček in M. Jenko: Journal of Magnet. and Magn. Mat. (v tisku)
- /12/ F. Vodopivec in F. Marinšek, F. Grešovnik in O. Kurner: Železarski Zbornik, 21, 1987, 29-37
- /13/ I.H. Bronštejn in K.A. Semendjajev: Spravodčnik po matematike, Zal. Nauka, Moskva, 1964, str. 168
- /14/ L. Erhart in H.J. Grabke: Žel. Zbornik, 15, 1981, 149-153

Seznam nekaterih novih knjig s področja vakuumske tehnike in tehnologij

High-vacuum Technology-A Practical Guide,
Marsbed H. Hablani, Marcel Dekker, New York, 1990. ISBN 0-8247-8197-x, 410 strani.

High Vacuum Techniques for Chemical Syntheses and Measurements,
P.H. Plesch, Cambridge University Press, Cambridge, 1989. ISBN 0 521 25756 5, 167 strani.

Cryopumping theory and practice,
Rene A. Haefer; prevod iz nemščine (naslov knjige v originalu: Kryo-Vakuum-technik, Springer, 1981), Oxford University Press, Oxford, 1989, ISBN 0-19-854812-5, 435 strani.

Semiconducting Thin Films of A^{II}B^{VI} Compounds,
S. Ignatowicz in A. Kobendza, Ellis Horwood, Halsted Press: division of Wiley, Chichester, ISBN 0-85312-544-9 (Ellis Horwood), ISBN 0-470-21377-9 (Halsted Press), 1990, 420 strani.

Basic vacuum technology,
A Chambers, R.K. Fitch in B.S. Halliday, Adam Hilger, IOP Publishing Ltd, Bristol, 1989. ISBN 0 85274 128 6, 166 strani.

Atomic and molecular beam methods,
vol 1, G. Scoles, D. Bassi, U. Buck in D. Laine (uredniki), Oxford University Press, New York, 1988, ISBN 0-19-504280-8, 721 strani,

Theory and practice of vacuum technology,
M. Wutz, H. Adam in W. Walcher, Fried. Vieweg, Braunschweig, 1989 (knjigo prodaja založba Wiley), ISBN 3-528-08908-3, 667 strani.

Modern Vacuum Practice,
N.S. Harris, McGraw-Hill, ISBN 0-07-7070992-2, 315 strani.

A User's Guide to Vacuum Technology,
J.F. O'Hanlon, John Wiley & Sons, New York, 1989, druga izdaja, 481 strani.

AVTOMATIZIRANI VAKUUMSKI SISTEM ZA PROIZVODNJO BAKTERICIDNIH SEVAL

Marko Pribošek, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61111 Ljubljana

1. Uvod

Pred nekaj leti smo na IEVT razvili sevalo z baktericidnim učinkom. To je nizkotlačna živosrebrna razelektrivna cev, ki seva pretežno UV svetlobo z valovno dolžino 253,7 nm. Sevanje je učinkovito za uničevanje mikroorganizmov v zraku, na direktno obsevanih površinah in v bistri vodi. Cev je po konstrukciji in delovanju podobna fluorescenčni za razsvetljavo. Baktericidna sevala vgrajujejo v posebne svetilke ali prezračevalne naprave. Uporabljajo jih predvsem v bolnišnicah, farmacevtski in živilski industriji ter skladiščih pokvarljivega blaga. Razvili smo dva tipa seval, in sicer za priključne moči 20 in 40W. Ker se je pokazalo, da sta izdelka tržno zanimiva, smo ju začeli maloserijsko proizvajati. Poizkusna proizvodnja je sprva tekla na improviziranem steklenem vakuumskem sistemu z malo plinsko pregrevalno pečjo, v katero smo lahko namestili le dve cevi istočasno. Naraščajoče potrebe tržišča so kmalu narekemale razširitev proizvodne kapacitete, zato je bilo potrebno razviti in izdelati sodobnejši avtomatizirani vakuumski sistem. Glavne zahteve, ki jih mora izpolnjevati novi sistem, so bile:

- povečati proizvodno kapaciteto ob istem številu zaposlenih
- zagotoviti ponovljivost procesa in boljšo kvaliteto seval
- zmanjšati čas nujne prisotnosti operaterja
- povečati varnost pri delu in
- izboljšati delovne razmere (hrup, sevanje toplote ipd.)

Razvoj sistema je potekal v dveh fazah:

- projektiranje vakuumskega sistema, krmilne in močnostne elektronike, izdelava komponent, montaža sistema in uvajanje proizvodnje seval z ročnim upravljanjem procesa ter
- razvoj strojne in programske opreme, avtomatizacija proizvodnega procesa z računalnikom ter optimizacija posameznih tehnoloških faz.

2. Opis naprave

Avtomatizirani vakuumski sistem, ki je na sliki 1 prikazan brez zaščitnih pokrovov in z odprto procesno pečjo, sestavljajo:

- visokovakuumski črpalni agregat
- močnostni visokonapetostni blok
- procesna peč in
- omara s krmilno elektroniko in računalnikom

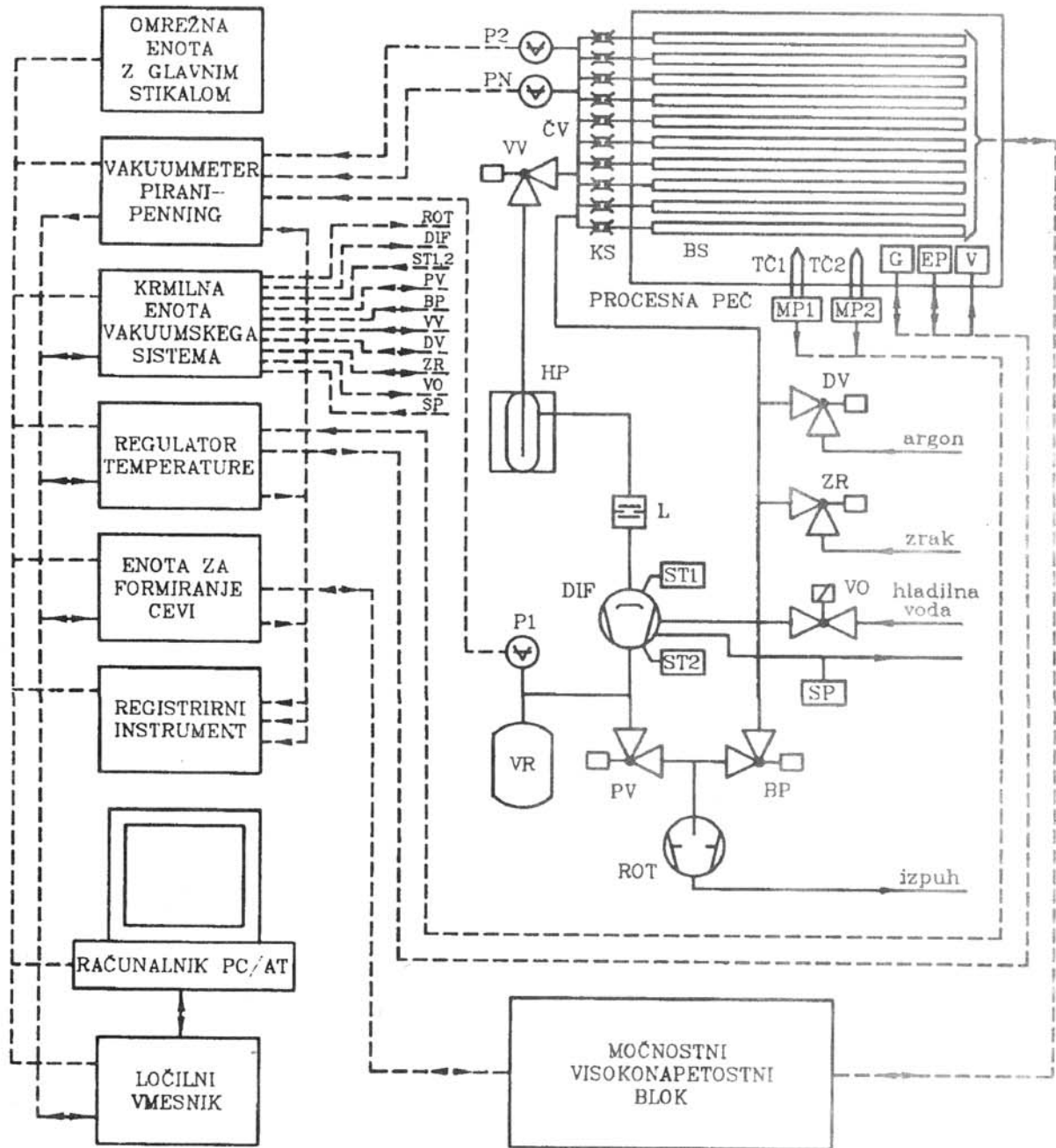
Blokovna shema celotnega sistema je prikazana na sliki 2.

Visokovakuumski črpalni agregat

Za doseg dolge življenjske dobe baktericidnih seval je pomembno, da proces vakuumске obdelave katod in cevi poteka pri čim nižjem, vendar tehnološko še sprejemljivem tlaku. V ta namen je bilo potrebno izdelati kvaliteten visokovakuumski sistem z dovolj veliko črpalno hitrostjo. Uporabljena je varianta vakuumskega sistema z rotacijsko in difuzijsko črpalno ter hlajeno sorpcijsko pastjo. Dvostopenjska rotacijska črpalna ROT s črpalno hitrostjo 8 m³/h je proizvod firme Leybold (tip D8 A), oljna difuzijska črpalna DIF s črpalno hitrostjo 150 l/s, z vodnim hlajenjem in vgrajenim lovilnikom oljnih par L, pa je domača (ODF 150, IEVT). Pretok hladilne vode omogoča elektromagnetni servo ventil VO, nadzoruje pa senzor pretoka SP. Celotna vakuumška instalacija je izdelana iz nerjavečega jekla, tesnila so VITILANSKA. Ker krmilimo črpalni proces tako v ročnem kakor tudi v avtomatskem načinu obratovanja elektronsko, so uporabljeni elektropnevmatski vakuumški ventili



Slika 1. Avtomatizirani vakuumski sistem za proizvodnjo baktericidnih seval



ROT - rotacijska črpalka
 DIF - difuzijska črpalka
 ST1, ST2 - senzorja temperature difuzijske črpalke
 L - lovilnik oljnih par
 HP - hlajena past
 VR - vakuumski rezervoar
 PV - predvakuumski ventil
 BP - "by-pass" ventil
 VV - visokovakuumski ventil
 DV - dozirni ventil
 ZR - ventil za vpust zraka
 VO - el.magnetni ventil za vodo

SP - senzor pretoka hladilne vode
 P1,P2 - Pirani merilne glave
 PN - Penning merilna glava
 ČV - črpalne vilice vak. sistema
 KS - kompresijske spojke
 BS - baktericidno sevalo
 TČ1 - merilni termočlen
 TČ2 - varnostni termočlen
 MP1,MP2 - merilna pretvornika
 G - grelnik procesne peči
 EP - elektromotorni pogon za odpiranje in zapiranje peči
 V - ventilatorja procesne peči

Slika 2. Blokovna shema avtomatiziranega vakuumskega sistema

(PV, BP, VV, DV in ZR) z indikatorji končnih leg. Ventili imajo nazivne premere DN10KF do DN40KF in so izdelki firme Leybold. Za pravilno doziranje plina je pred dozirni ventil DV vstavljena primerna zaslonka. Vakuumski rezervoar VR vzdržuje potreben predtlak za delovanje difuzijske črpalke v času, ko se črpa preko "by-pass" ventila BP in je predvakuumski ventil PV zaprt. Tlake v sistemu meri Pirani-Penning vakuummeter (PPV40, IEVT) z merilnim področjem 10^{-6} do 10^3 mbar. Baktericidna sevala BS so priključena na črpalne vilice ČV vakuumskega sistema s kompresijskimi spojkami kovina-steklo KS, ki omogočajo hitro zamenjavo ter zagotavljajo tesen spoj. Črpalne vilice so povezane z difuzijsko črpalko preko visokovakuumskega ventila VV in pasti HP, ki jo hladimo s tekočim dušikom. Hladna sorpcijska past z veliko sposobnostjo črpanja, predvsem vodnih par, odločilno pripomore k skrajšaju črpalnih ciklov.

Močnostni visokonapetostni blok

Nizkonapetostno in visokonapetostno formiranje katod baktericidnih seval omogoča močnostni visokonapetostni blok. Sestavljata ga dva močnostna visokonapetostna transformatorja, vezje za prilagoditev bremena, preklopno polje kontaktorjev ter merilna pretvornika s standardnim izhodom 0-20 mA. Pretvornika sta namenjena za merjenje el. tokov formiranja med procesom. Močnostni blok je nameščen pod procesno pečjo ob vakuumskem sistemu, krmilimo pa ga ročno ali z računalnikom preko enote za formiranje cevi, ki bo opisana kasneje.

Procesna peč

Procesna peč ima obliko plitve skrinje z dviznim pokrovom in je montirana na nosilnem okviru vakuumskega sistema. Notranje stene so izdelane iz nerjaveče jeklene pločevine, zunanje stene pa iz aluminijeve. Izolacijski material med stenama dopušča trajne delovne temperature do 500°C . Ob dnu peči so nameščeni cevni grelniki skupne moči 7 kW, na pokrovu pa ventilatorja, ki z mešanjem zraka poskrbita za enakomerno porazdelitev toplote v peči. Za meritev temperature in zaščito sta v peči nameščena termočlena TC1 in TC2, ki sta preko merilnih pretvornikov MP1 in MP2 povezana z regulatorjem temperature. Pokrov procesne peči dviga elektromotor prek mehanskega prenosa, navojnega vretena in žičnih vrvi. V peč je možno namestiti do 10 obdelovancev (seval) različnih dolžin, kar omogočajo primerno oblikovani nosilci.

Omara s krmilno elektroniko in računalnikom

Krmilno elektroniko vakuumskega sistema sestavlja več enot, ki so vgrajene v standardna ohišja širine 19" in montirane v omaro višine 200 cm. V omaro s pultom za tastaturo je vgrajen tudi računalnik PC/AT z barvnim zaslonom.

Vakuumski sistem lahko obratuje v ročnem ali avtomatskem režimu. V ročnem režimu krmilimo posamezne enote ročno, s tipkami na prednjih ploščah, v avtomatskem režimu pa upravlja celoten proces

računalnik, ročne komande so pri tem blokirane. Preklop iz ročnega v avtomatski način in obratno opravimo z enim samim stikalom na prednji plošči. Krmilno elektroniko vakuumskega sistema sestavljajo naslednje enote:

- omrežna enota
- vakuummeter
- krmilna enota vakuumskega sistema
- regulator temperature
- enota za formiranje cevi
- registrirni instrument in
- računalnik s perifernimi enotami

a) Omrežna enota: V tej enoti so združeni v kompaktno celoto: glavno stikalo, avtomatske varovalke, voltmeter za kontrolo napetosti posameznih faz ter razdelilne vtičnice, prek katerih se napaja elektronski in močnostni del vakuumskega sistema. Izklop napajanja celotnega sistema je mogoč s pritiskom na varnostno tipko, ob izpadu ene od faz trifaznega omrežja pa se izvrši avtomatsko.

b) Vakuummeter: Za merjenje tlakov v vakuumskem sistemu je uporabljen naš serijski proizvod Pirani-Penning vakuummeter PPV40. Na aparaturu sta priključeni dve Pirani merilni glavi (PRG2) z merilnim območjem 10^{-3} do 10^3 mbar in ena Penning merilna glava (PNG2) z merilnim področjem 10^{-6} do 10^{-2} mbar. Zaradi varnosti obratovanja in možnosti avtomatskega upravljanja celotnega sistema je bilo potrebno vakuummetru dodati še elektronsko vezje za signalizacijo okvar na Pirani merilnih glavah ter zaščitno vezje, ki zapre in blokira visokovakuumski ventil v primeru nenadnega porasta tlaka v črpalnih vilicah sistema (npr. ob imploziji ali lomu ene od priključenih steklenih cevi). Ta zaščita deluje neodvisno od drugih elektronskih vezij v sistemu, tako v ročnem kakor tudi v avtomatskem načinu obratovanja.

c) Krmilna enota vakuumskega sistema: Ta enota omogoča ročno in računalniško upravljanje vakuumskega sistema. Ročno upravljamo črpalni proces s tipkami na prednji plošči, dejansko stanje pa spremljamo na simbolni shemi ob tipkah. Kontrolne lučke v simbolni shemi krmilijo signali stanja, ki jih generirajo indikatorji položajev elektro-pnevmatskih ventilov, končna stikala in senzorji sistema. Logično vezje krmilne enote detektira signale stanja posameznih elementov in komande operatorja ter preko močnostnega vezja enote krmili vakuumski sistem. Naloga logičnega vezja je tudi varovanje elementov vakuumskega sistema v primeru napak ali napačnih komand operatorja. V avtomatskem režimu obratovanja prevzame funkcijo logičnega vezja računalnik. Pomembnejši del krmilne enote je že omenjeno močnostno vezje z releji in kontaktorji, ki so preko konektorjev in vtičnic na zadnji plošči aparature povezani direktno z ventili, črpalkami in drugimi elementi vakuumskega sistema.

d) Regulator temperature: Za regulacijo temperature v procesni peči je bil razvit proporcionalno-integralni regulator temperature z močnostno trifazno tiristorsko izhodno stopnjo. V istem ohišju se nahajajo še el. vezja za upravljanje z ventilatorji in motornim

pogonom za dviganje in spuščanje pokrova peči. Na prednji plošči regulatorja so poleg digitalnega merilnika temperature še kontrolne lučke za kontrolo delovanja grelnikov, potenciometri za nastavitev delovne temperature, zaščitne temperature, moči grelnikov, parametrov proporcionalno-integralnega regulatorja ter tipke za ročno upravljanje s procesno pečjo. Regulator temperature je prirejen za delovne temperature do 600 °C, na njegovo močnostno izhodno stopnjo pa je mogoče priključiti grelnike skupne moči do 10 kW. Za merjenje temperature in zaščito v primeru "pobega" peči sta uporabljena dva termočlena Ni-NiCr, ki sta preko merilnih pretvornikov s standardnim izhodom 0-20 mA priključena na vhod regulatorja. Vgrajena elektronska zaščita nas opozori z zvočnim in svetlobnim signalom ter izključi peč v naslednjih primerih:

- pri prekoračenju nastavljenih (delovne) temperature za 15%
- pri prekoračenju poljubno nastavljenih varnostnih temperatur
- pri prekinitvi merilnega ali varnostnega termočlena
- pri prekinitvi ali kratkem stiku grelnika z ohišjem sistema
- pri preboju močnostnega tiristorja v eni od faz.

Procesno peč lahko upravljamo tudi z računalnikom. V tem primeru so ročne komande blokirane, računalnik pa lahko krmili temperaturo peči v skladu z zahtevami procesa.

e) Enota za formiranje cevi: Ta enota omogoča ročno ali računalniško krmiljenje močnostnega visokonapetostnega bloka z visokonapetostnimi transformatorji in preklopnim poljem kontaktorjev, s katerim so električno povezana sevala v procesni peč. V ročnem režimu delovanja krmilimo preklopno polje z dvema preklopnikoma na prednji plošči aparature, tokove formiranja pa nastavljamo z variacijskim transformatorjem in odčitavamo na kazalčnem instrumentu. V avtomatskem režimu delovanja so ročne komande blokirane, preklopno polje pa krmili računalnik. Trenutno stanje preklopnega polja in toka formiranja lahko v avtomatskem režimu delovanja nadzorujemo s pomočjo kontrolnih lučk in instrumenta na prednji plošči (enako kot v ročnem režimu) ali pa na zaslonu računalnika. Tokove nizkonapetostnega in visokonapetostnega formiranja seval regulira računalnik s pomočjo koračnega motorja, ki obrača variacijski transformator. V regulacijsko zanko je vključen vedno tudi en od merilnih pretvornikov močnostnega visokonapetostnega bloka, katerih naloga je pretvorba izmeničnega toka formiranja v standardni enosmerni nivo 0-20 mA, ki ga zaznavata kazalčni instrument na prednji plošči in računalnik.

f) Registrirni instrument: Vakuummeter, regulator temperature procesne peči in enota za formiranje cevi so opremljeni tudi z izhodi za pisalnik. Ti izhodi so povezani s trokanalnim pisalnikom firme Goerz (tip SE430), ki beleži tlak, temperaturo in el. tok formiranja med ročno ali računalniško vodenim procesom. Redna kontrola in arhiviranje diagramov

poteka posameznih procesov omogoča nadzor nad delovanjem celotnega sistema, zgodnje odkrivanje napak ter kontrolo kvalitete opravljenega dela.

g) Računalnik s perifernimi enotami: V avtomatskem načinu obratovanja krmili vakuumski sistem in celoten proces računalnik PC/AT. Da lahko računalnik komunicira z "realnim svetom", sta bili razviti dve razširitveni kartici s skupno 64 digitalnimi vhodi/izhodi ter 16 analognimi vhodi. Na vsak analogni vhod je mogoče priključiti napetosti 0-10 V, resolucija analogno-digitalnega pretvornika je 12 bitna, čas pretvorbe pa 25 μ s. Napetostni nivoji digitalnih vhodov in izhodov so 5V TTL, izhodi pa so opremljeni še z izhodnimi ojačevalniki (bufferji), ki omogočajo izhodni tok do 20 mA po kanalu. Razširitveni kartici sta nameščeni na prostih mestih v ohišju računalnika in z dvema 50 polnima ploščatima kabloma povezani z ločilnim vmesnikom.

Naloga ločilnega vmesnika je galvanska ločitev vseh digitalnih in analognih signalov, ki jih obdeluje računalnik. Ločilni vmesnik je bil razvit predvsem zaradi varnosti delovanja sistema. Preboj ali okvara v močnostnem visokonapetostnem bloku, nekaterih priključnih kabliah ali konektorjih bi lahko povzročila hude poškodbe ali celo uničenje občutljivih vezij računalnika, kar je povezano z velikimi stroški. Za galvansko ločitev digitalnih vhodnih in izhodnih signalov so uporabljeni optični sklopni elementi, za galvansko ločitev analognih signalov pa posebni izolacijski ojačevalniki firme Burr-Brown. Ločilni vmesnik se nahaja v panelu širine 19" pod pultom za tastaturo. Z ustreznimi kablji je povezan z vakuummetrom, krmilno enoto vakuumskega sistema, regulatorjem temperature ter enoto za formiranje cevi. Pretok podatkov preko teh povezav je dvosmeren, kar je označeno tudi v blokovni shemi (slika 2). Na prednji plošči ločilnega vmesnika se nahaja poleg stikala za vklop še stikalo za preklop celotnega sistema iz ročnega načina obratovanja v avtomatski način in obratno. To stikalo je zelo uporabno posebno v primerih, ko pride do nepredvidenih napak ali zapletov v toku procesa, saj lahko operator z enostavnim posegom kadarkoli in brezpogojno prekine avtomatsko vodenje procesa in nadaljuje z ročnim vodenjem, če je to potrebno.

3. Računalniški program

Računalniški program za avtomatsko vodenje procesa je pisan v programskem jeziku Turbo Pascal. Na barvnem zaslonu računalnika z EGA resolucijo, ki je prikazan na sliki 3, je možno spremljati delovanje celotnega sistema. V zgornjem delu zaslona so v obliki "bar-graph" prikazani glavni parametri procesa: tlak v črpalnih vilicah vakuumskega sistema, temperatura procesne peči in tok formiranja seval. Stanja črpalnik, ventilov, senzorjev in drugih elementov sistema so prikazana grafično v simbolni shemi, ob kateri se nahaja glavni menu programa. V njem lahko izbiramo izvajanje CELOTNEGA PROCESA ali podprocesov: PREDVAKUUM, VISOKI VAKUUM, PREGREVANJE, NIZKONAPETOSTNO FORMIRANJE, VPUST ARGONA, VISOKONAPETOSTNO FORMIRANJE, VPUST ZRAKA, IZKLOP SISTEMA in PREKINITEV PROCESA.

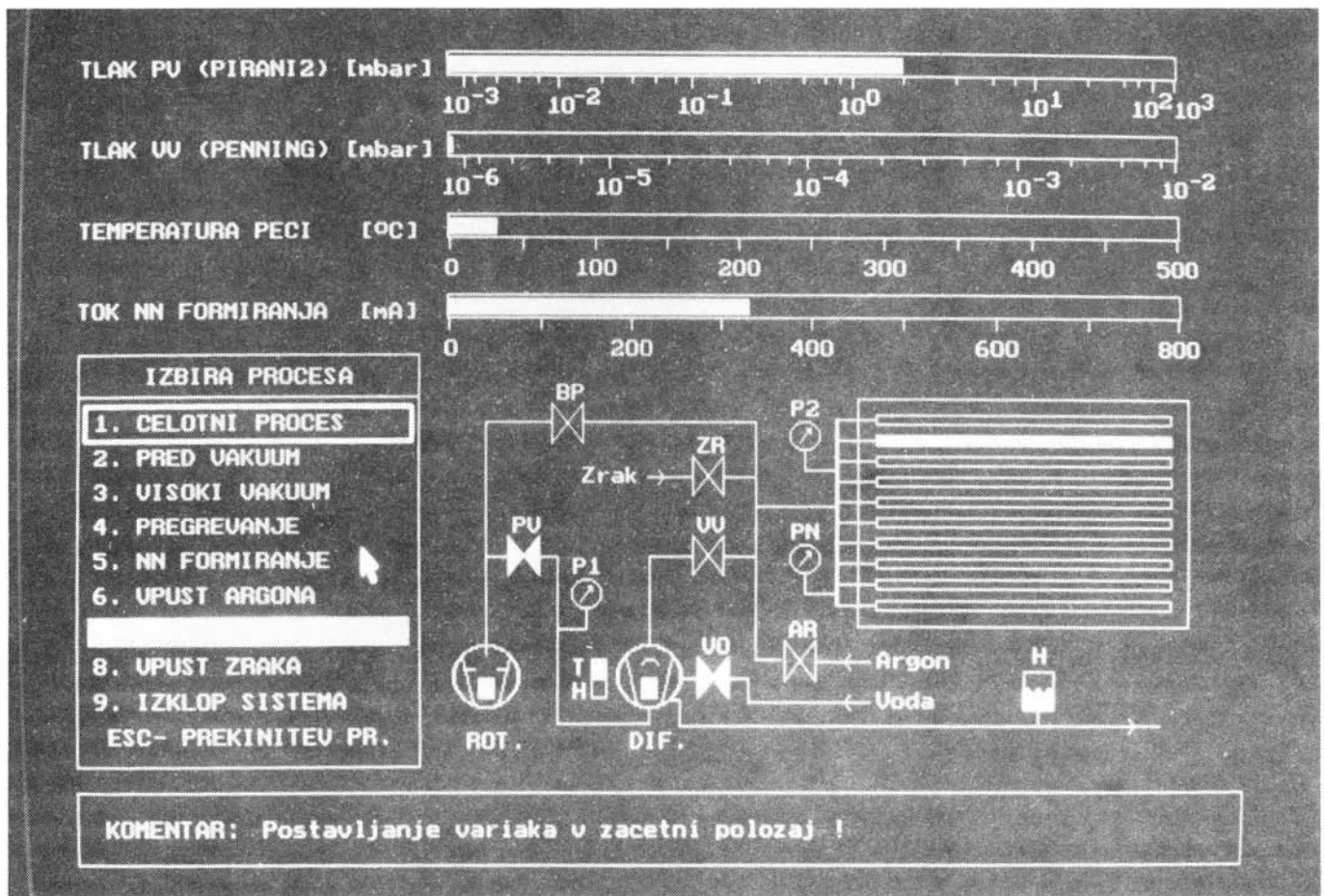
Če pride med delovanjem do nepredvidljivih napak, ki zahtevajo ročni poseg, lahko izvajanje programa prekinemo in po odpravi napake nadaljujemo delo z izbiro ustreznega podprocesa. Izbrano opcijo v glavnem meniju označuje okvir okrog napisa, trenutno tekoč podproces pa napis na rdeči podlagi. Delo na sistemu zaključimo z izbiro podprocesa IZKLOP SISTEMA. Pri tem računalnik poskrbi za varen in postopen izklop posameznih elementov, po ohladitvi difuzijske črpalke pa zapre še dotok hladilne vode.

V spodnjem delu zaslona se nahaja komentarsko okno, ki stalno obvešča operaterja o dogajanju na sistemu in mu omogoča vnašanje komand, če je to potrebno. V primeru napake na katerem od elementov sistema se izvajanje programa ustavi, računalnik pa z zvočnim signalom in kratkim obvestilom o mestu napake opozori operaterja na nepravilnost. Pri razvoju programa je bilo precej truda posvečeno ravno detekciji in javljanju napak ter reakcijam računalnika v primeru napake. Ker je za tako kompleksen sistem praktično nemogoče vnaprej prevideti vse možne napake in kombinacije, je potrebno računalniški pro-

gram predvsem v začetku eksploatacije redno vzdrževati in dopolnjevati, kar je tudi splošna praksa v računalništvu.

4. Zaključek

Opisani vakuumski sistem obratuje v redni proizvodnji že dve leti. Sprva je sistem deloval v ročnem režimu obratovanja, v letu 1990 pa je bilo prvič preizkušeno tudi računalniško vodenje procesa. Celoten sistem se je izkazal kot kvaliteten in zanesljiv, saj je bilo do sedaj potrebno odpraviti le nekaj manjših okvar. Proizvodna kapaciteta baktericidnih seval se je z uporabo novega vakuumskega sistema povečala za več kot petkrat, kar precej presega trenutno povpraševanje po tovrstnih izdelkih na našem tržišču. Z uvedbo računalniškega vodenja si obetamo še dodaten prihranek do 600 delovnih ur letno. Avtomatizirani vakuumski sistem bomo uporabili tudi pri razvoju in kasneje za izdelavo nekaterih seval s posebnimi učinki, s katerimi nameravamo razširiti naš proizvodni program. Omeniti velja tudi, da je to naš prvi računalniško vodeni vakuumski sistem za proizvodnjo, ki pomeni temelj za nadaljevanje dela na tem področju.



Slika 3. Zaslona računalnika med izvajanjem podprocesa: Visokonapetostno formiranje seval

DIELEKTRIČNI BARVNI FILTRI

Andrej Demšar, Janez Lindav in Slavko Rus, Iskra Elektrooptika d.d., Stegne 7, 61210 Ljubljana

1. Uvod

Barvni filtri razdelijo polje vidne svetlobe (valovne dolžine od 400-700 nm) na ti. barvna območja: en del svetlobnega valovanja namreč prepuščajo, drugega pa odbijajo. Tako je npr. rdeči aditivni filter presojen za rdečo svetlobo, odbija pa zeleno in modro.

Barvne filtre uporabljamo v TV kamerah, fotokopirnih strojih, filmskih procesorjih in povečevalnih glavah, barvni korekciji, prikazalnikih, studijski osvetlitvi - torej povsod tam, kjer želimo oz. potrebujemo ločitev barv.

Dielektrični barvni filtri so v primerjavi z barvnimi stekli in želatinskimi filtri spektralno stabilnejši in bolje definirani (premik spektra po valovnih dolžinah je manjši oz. ga ni) ter fizično obstojnejši. Imajo visoko prepustnost oz. odbojnost pri želeni barvi in praktično ne absorbirajo energije.

2. Oblikovanje filtrov /1,3,4,5/

Za izdelavo dielektrične filterske plasti na steklu (kratko: filtra) navadno uporabljamo materiala z visokim ($1.9 < n < 2.5$) in nizkim ($1.3 < n < 1.5$) lomnim količnikom. Kadar pa želimo, da imajo filtri omenjene lastnosti na širokem valovnem območju (npr. vidno in bližnje infra rdeče), potem vzamemo tri ali več materialov. Interferenčni efekt, tj. ojačitev ali oslabitev elektromagnetnega valovanja, dosežemo z izmeničnim nanosom tankih plasti (~100nm) izbranih materialov na steklene podlage v vakuumu (v nekaterih primerih lahko uporabimo kot podlago tudi plastično snov).

Osnovno sestavo dielektričnega filtra zapišemo takole: zrak - $(LH)^m$ - steklo, kjer pomeni L material z nizkim lomnim količnikom, H pa z visokim; m je število parov teh materialov, ki smo jih nanесли na podlago.

Optične debeline materialov L in H so enake četrtini izbrane valovne dolžine ($\lambda_0/4$). Odbojnost je premo sorazmerno odvisna od razmerja n_H/n_L in števila parov m. Pri dveh izbranih materialih lahko velikost odbojnosti povečujemo s številom parov nanosenih plasti. Dodatno pa jo lahko povečamo tako, da nanašanje plasti končamo z visokolomnim materialom: zrak - $H(LH)^m$ - steklo.

Presojnost lahko v območju, ki je zunaj visoke odbojnosti, povečamo oziroma popravimo:

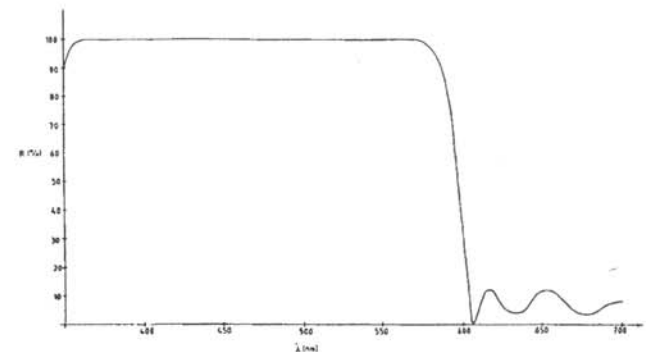
- z dodatnimi plastmi, ki nimajo take optične debeline, kot je osnovni paket $(LH)^m$, npr.: zrak - $L'H'(LH)^m L'H''$ - steklo
- s spreminjanjem debelin plasti.

Vsaka plast ima namreč svojo optično debelino, nekoliko različno od osnovne $\lambda_0/4$. Presojnost in odbojnost sta pri dielektričnih večplastnih filterskih strukturah odvisni od vpadnega kota svetlobe. Če je vpadla svetloba kolimirana (svetlobni žarki padajo vzporedno), so težave zaradi tega zanemarljive. Pri zelo konvergentni svetlobi pa je vpliv spremembe vpadnega kota svetlobe na spektralno krivuljo velik (navadno se krivulja premakne h krajšim valovnim dolžinam). Te težave rešujemo z uporabo materialov s čim večjim lomnim količnikom (razmerje n_H/n_L se pri tem seveda zmanjša) in z debelejšimi plastmi visokolomnega materiala: zrak - $(LHH)^m$ - steklo.

2.1 Rdeči aditivni filter

Sestava: $0.8 ((H/2)L(H/2))^7 L ((H/2)L(H/2))^9$
 $\lambda_0 = 500 \text{ nm}; n_H = 2.32; n_L = 1.46$

Učinkovit način povečanja prepustnosti na dolgovalovni strani je uporaba polovične debeline visokolomnega materiala na obeh straneh odbojnega paketa (zrak - $(H/2)(LH)^m L(H/2)$ - steklo), kar lahko zapišemo kot: zrak - $((H/2)L(H/2))^{m+1}$ - steklo.



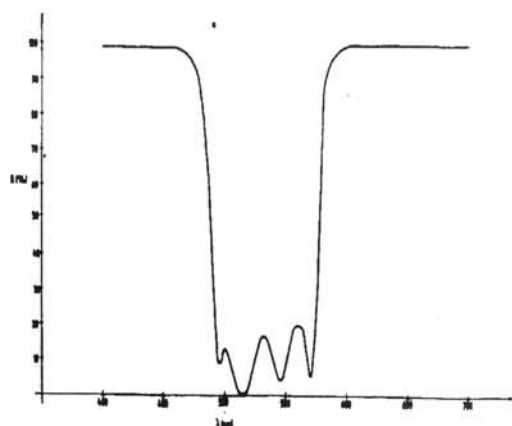
Slika 1: Spektralna karakteristika rdečega aditivnega filtra: odvisnost odbojnosti R od valovne dolžine svetlobe λ .

Da bi dobili filter, ki je presojen za rdečo svetlobo, moramo poskrbeti, da se zelena in modra barva odbijata, kar dosežemo z dvema reflektorjema (glej sestavo). Na sliki 1 je prikazana spektralna karakteristika rdečega aditivnega filtra.

2.2 Zeleni aditivni filter

Sestava: $0.66 ((H/2)L(H/2)) (a_1L, b_1H, a_2L, b_2H, a_3L, b_3H, a_4L, b_4H, a_5L, b_5H, a_6L, b_6H, a_7L, b_7H, a_8L, b_8H, a_9L, b_9H, a_{10}L, b_{10}H)$
 $\lambda_0 = 600 \text{ nm}; n_H = 2.32; n_L = 1.46$

Drugi del sestave je optimiziran z računalnikom. Optične debeline nekoliko odstopajo od tistih, ki maksimalno prepuščajo svetlobo z λ_0 . Spektralno karakteristiko tega filtra prikazuje slika 2. Filter je presojen za svetlobo zelene barve, odbija pa modro in rdečo.

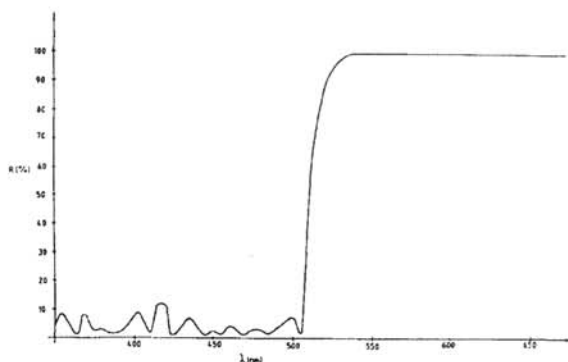


Slika 2: Spektralna karakteristika zelenega aditivnega filtra: odvisnost odbojnosti R od valovne dolžine λ .

2.3 Modri aditivni filter

Sestava: (a_1L , b_1H , a_2L , b_2H ,, $a_{19}L$, $b_{19}H$, $a_{20}L$, $b_{20}H$)
 $\lambda_0 = 400 \text{ nm}$; $n_H = 2.32$; $n_L = 1.46$

Modri aditivni filter je presojen za svetlobo modre barve, zeleno in rdečo pa odbija. Tak filter ima torej prepustno območje na kratkovalovni strani. Povečanje prepustnosti je tu zahtevnejše kot na dolgovalovni strani (npr. pri rdečem filtru). Zato smo osnovna $\lambda_0/4$ paketa za rdeči in modri reflektor optimizirali z računalnikom. Spektralna karakteristika je na sliki 3.



Slika 3: Spektralna karakteristika modrega aditivnega filtra: odvisnost odbojnosti R od valovne dolžine svetlobe λ .

3. Nanašanje dielektričnih materialov /2/

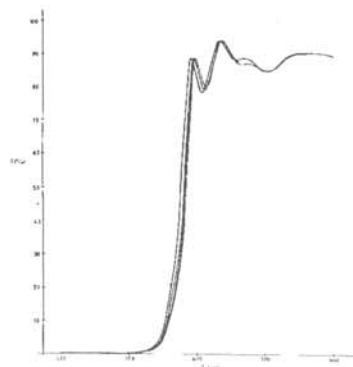
Za pripravo tankih plasti (do nekaj μm) na steklenih podlagah uporabljamo vakuumske metode nanašanja (PVD-physical vapour deposition). Material izpareva iz

izvira in kondenzira na podlagi. Ta, v principu fizikalen proces lahko spremljajo tudi kemične reakcije (reaktivno nanašanje). Uporabljamo tri tehnike nanašanja:

- naparevanje
- naprševanje
- ionsko prekrivanje

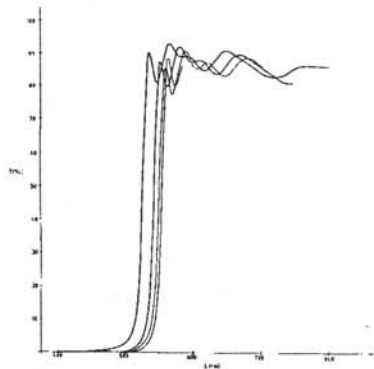
Klasičen način nanašanja dielektričnih plasti je naparevanje. Tlak v naparevalniku je 10^{-6} mbar, med reaktivnim nanašanjem pa med 10^{-4} in 10^{-3} mbar. Materiale izparevamo s segrevanjem oz. taljenjem v grelniku ali z elektronsko puško (značilne talilne temperature so med 1300 in 2500°C).

Na kvaliteto prekritja in ponovljivost naparevanja vplivajo poleg vakuuma in izbranega postopka nanašanja še temperatura podlage, odstopanje debeline neparjenih plasti od izračunanih vrednosti ter dimenzije ali geometrija naparevalnika. Od naštetih parametrov sta odvisna lomni količnik in geometrijska debelina posameznih plasti. Produkt obeh količin je optična debelina, ki je osnova za interferenčni efekt. Vsaka sprememba optične debeline posameznih plasti pomeni spremembo spektralne karakteristike prekritja.

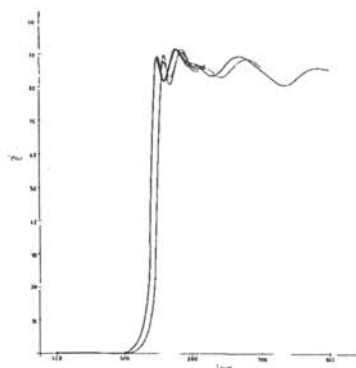


Slika 4: Spektralne karakteristike rdečih filtrov na istočasno neparjenih vzorcih (z uporabo korekcijske zaslonke): odvisnost presojnosti T od valovne dolžine svetlobe λ (50% T pri 580 nm).

Slika 4 prikazuje spektre rdečega filtra. Njihova porazdelitev je znotraj intervala 10 nm. Spektralne karakteristike so bile posnete na istočasno neparjenih vzorcih, ki so bili postavljeni na različnih mestih v naparevalniku. Zadovoljiva enakomernost je bila dosežena z uporabo korekcijske zaslonke. Brez nje smo dobili spektralne porazdelitve, ki jih prikazuje slika 5, učinek zmanjšanja temperature podlage s 280 na 260°C pa slika 6. Porazdelitve ostajajo podobne tistim na sliki 4, le da polovica prepustnosti ni več pri 580 nm , ampak pri 545 nm . Spektralne krivulje so se torej "preselile" h krajšim valovnim dolžinam. Do selitve spektralnih krivulj k daljšim valovnim dolžinam pride, če ne upoštevamo debeline že neparjenih plasti na kremenovem kristalu mikrotehnice, ki nam rabi kot merilnik debeline.



Slika 5: Spektralne karakteristike rdečih filtrov, dobljene pri naprejevanju brez korekcijske zaslone: odvisnost presojnosti T od valovne dolžine svetlobe λ .



Slika 6: Premik spektralne karakteristike zaradi spremembe temperature: odvisnost presojnosti T od valovne dolžine svetlobe λ (50% T pri 545 nm).

4. Zaključek

Za ponovljivo izdelavo kvalitetnih barvnih filtrov so poleg spektralnih karakteristik pomembne še mehanske lastnosti plasti (oprijemljivost na podlago, mikrotrdota) in odpornost na klimatske vplive. Najprimernejši materiali, ki ustrezajo postavljenim zahtevam, so oksidi. Izbrali smo TiO_2 z $n = 2.32$ in SiO_2 z $n = 1.46$, oboje pri 600 nm. Za to kombinacijo materialov so bili narejeni naši teoretični izračuni in filtri.

5. Literatura

- /1/ L. I. Epstein, The design of optical filters, J. Opt. Soc. Am., 42, 806-810, 1952
- /2/ H. K. Pulker, Coatings on glass, Elsevier, Amsterdam, 1984
- /3/ H. A. Macleod, Thin film optical filters, Sec. edition, Adam Hilger Ltd., Bristol, 1986
- /4/ A. Demšar, J. Lindav, Interferenčni filter na safirju za 4.4 mm, X. jug. vak. kongres, Bilten JUVAK 22, 1986
- /5/ A. Thelen, Design of optical interference coatings, McGraw-Hill Company, 1989

LEYBOLD AG v sodelovanju z MEDIVAK, Peternelova 21, 61230 Domžale

vam nudi tečaj za ODKRIVANJE VAKUUMSKO NETESNIH MEST ("leak" detekcija)

- Teme:**
- Definicije, merske enote, iskanje netesnosti brez detektorja, iskanje netesnih mest s testnimi plini (halogeni, helij)
 - Teoretične osnove helijske detekcije in računske vaje
 - Spoznavanje in opis opreme
 - Priključevanje detektorja in vakuumske naprave
 - Metode odkrivanja s srkalno sondo
 - Razgovor o problemih iz kroga tečajnikov
 - Praktične vaje (po želji tečajnikov)
- Trajanje:**
- 2-3 dni
- Datum tečaja:**
- po dogovoru
- Cena:**
- 500 DEM v dinarski protivrednosti po srednjem tečaju
- Prijave:**
- **MEDIVAK,**
Peternelova 21, 61230 Domžale, telefon: (061)713-060, telefax: (061)713-060.

TANKOPLASTNI POMNILNIKI V OBDELAVI PODATKOV

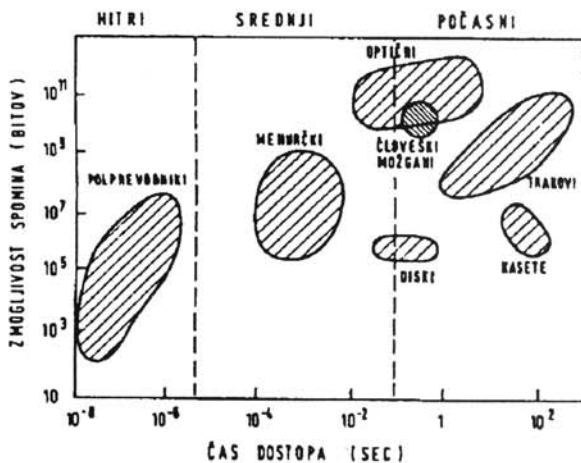
Anton Žabkar, Institut Jožef Stefan, Jamova 39, 61111 Ljubljana

UVOD

Informacijska doba nezadržno prežema tudi našo družbo. Izmenjava podatkov postaja ključen dejavnik v gospodarstvu. Vse pomembnejši - v primerjavi s klasičnim tiskom - so mediji, ki jih je mogoče čitati strojno. Sodobna informacija je zato zapisana digitalno, osnovna enota je 'bit'. Pri tem ni važno, ali imamo v mislih besedo, sliko ali npr. glasbo. Celovita obravnava pisanja, hranjenja, čitanja in brisanja podatkov seveda presega okvir tega prispevka. Omejil se bom na sodobne tankoplastne spominske elemente in na nekaj besed o magnetnem, optičnem in magneoptičnem zapisu.

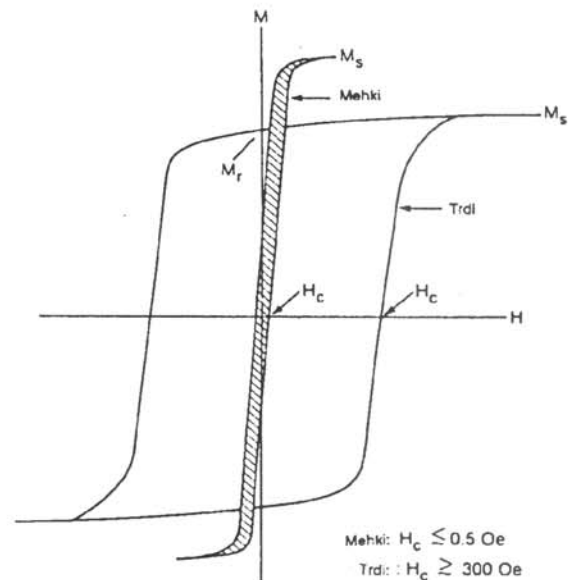
MAGNETNI SPOMINI

Tradicionalni magnetni spominski medij so trakovi in trdi diski z magnetno plastjo iz oksidnih delcev (npr. $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_2$ ali CrO_2), ki so enakomerno razporejeni v polimernem vezivu. Značilna debelina take plasti je okrog $5\ \mu\text{m}$, gostota zapisa pa $4000\ \text{bit/cm}$. Novejše tankoplastne verzije zmorejo približno desetkrat gostejši zapis. V široki uporabi so audio in video kasete, gibki in trdi diski za računalniške spomine, manj pa so znani računalniški pomnilniki z magnetnimi mehurčki. Na sliki 1 so shematično primerjani nekateri tipi pomnilnikov glede na zmogljivost spomina in čas dostopa. Omeniti je treba še magnetne zapisovalne glave s tankoplastnimi poli, ki omogočajo velike gostote zapisa. Nikljeve in kobaltove zlitine so najpogostejši material, kot podlaga pa plastika in aluminij. Mehurčni spomini imajo za podlago garnetne monokristale, celotna tehnologija izdelave pa je zahtevnejša od VLSI tehnologije v mikroelektroniki.



Slika 1. Primerjava spominov glede na zmogljivost in čas dostopa

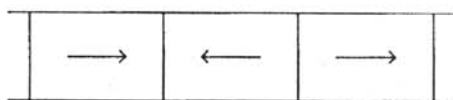
Feromagnetizem je osnova magnetnega zapisa. Če je prosta energija feromagnetne snovi odvisna od smeri magnetizacije, govorimo o magnetni anizotropiji. Smeri magnetizacije, ki ustrezajo minimumom energije, označimo kot 'lahke' smeri. Pomembni količini sta jakost koercitivnega polja (to je magnetno polje, s katerim zmanjšamo magnetizacijo na nič) in nasičena magnetizacija. Gostota zapisa je omejena predvsem s koercitivnostjo H_c , izhodni signal pri čitanju pa je sorazmeren remanenci M_r , to je magnetizaciji brez zunanega polja. Magne delimo na 'mehke' ($H_c =$ nekaj A/cm ali manj) in 'trde' ($H_c =$ tudi več tisoč A/cm). Prvi so pomembni za hitre spomine, medtem ko so drugi uporabni za trajno shranjevanje podatkov. Na sliki 2 sta shematično prikazani histerezni krivulji za 'mehke' in 'trde' magnetne materiale.



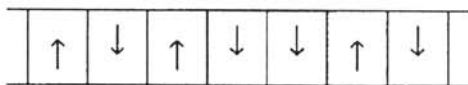
Slika 2. Temelj magnetnega zapisa je histerezna krivulja

Prispevek k anizotropiji, ki je značilen za tanke plasti zaradi njihove majhne debeline, je takoimenovana anizotropija oblike. Zaradi feromagnetne sklopitve so elektronski spini na obeh površinah plasti paralelni. Posledica tega so dvodimenzionalne magnetne domene, področja, v katerih je magnetizacija nasičena v določeni smeri. Vzrok za nastanek domen je prehajanje v stanje (konfiguracijo) z nižjo energijo. Ker magnetizacija teži k orientaciji, vzporedni s smerjo magnetnega polja, lahko konfiguracijo domen z zunanjim poljem H spreminjamo. Meje magnetnih domen niso povezane s strukturnimi mejami v materialu, ampak so le meje, kjer se spremeni smer magnetizacije. Z ozirom na smer magnetizacije poznamo dve vrsti zapisa, vzdolžnega in pravokotnega. Shematično sta prikazana na sliki 3.

Sprva je bil v rabi le vzdolžni zapis; za trakove je še vedno, na diskih pa se vse bolj uveljavlja pravokotni zapis. Pri vzdolžnem zapisu namreč magnetni poli domen omejujejo gostoto zapisa. Stabilen vzorec domen dobimo le, če so poli primerno narazen. Praktično lahko v 100 nm debeli plasti dosežemo dolžino bita 1 μm , oziroma gostoto 10000 bitov/cm. Majhna debelina seveda pomeni majhno remanentno magnetizacijo in šibek signal pri čitanju. Pri pravokotnem zapisu domene same težijo k zgoščevanju, kar praktično pomeni gostoto zapisa okrog 40000 bitov/cm v 500 nm debeli plasti. Pravokoten zapis se je uveljavil z razvojem plasti iz zlitine CoCr (okrog 18% Cr), ki vsebujejo zrna s heksagonalno kristalografsko osjo, pravokotno na plast. V takšnih plasteh lahko ustvarimo močno anizotropijo H_k v pravokotni smeri, ki preseže anizotropijo oblike (ta je sorazmerna M_s^2).



vzdolžni zapis



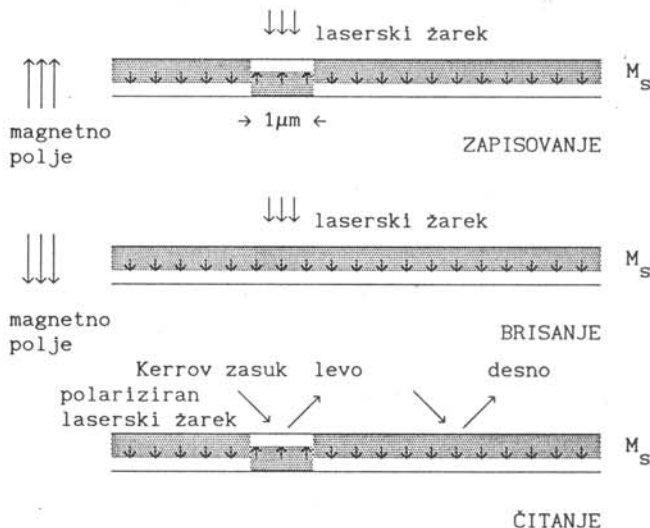
pravokotni zapis

Slika 3. Vzdolžni in pravokotni magnetni zapis (puščice kažejo smer magnetizacije v domenah)

Nasičena magnetizacija je določena s sestavo zlitine (največ so v rabi CoNi z ali brez primesi, NiFe, CoCr z ali brez primesi), na druge lastnosti lahko vplivamo s parametri nanašanja (npr. debelina plasti, vpadni kot, delni tlak kisika, magnetno polje, temperatura podlage). Poleg zahtevanih magnetnih lastnosti potrebujemo tudi odlično odpornost proti mehanski obrabi. Posebno trdi diski se zelo hitro vrtijo ob magnetnih glavah. Zato je magnetna plast prekrita s približno 50 nm ogljikove plasti, ki je zaradi svoje diamantu podobne strukture zelo trda. Drugače je ta problem rešen pri mehurčastih magnetnih pomnilnikih, kjer ni mehanskega premikanja medija, ampak si pomagamo s posebno strukturo oz. vezjem, v katerem imajo pomembno mesto visoko permeabilne plasti (ponavadi NiFe) s koercitivnostjo pod 0,5 A/cm. V napravah z magnetnimi mehurčki so te plasti debele okrog 500 nm, za zapisovalne glave pa potrebujemo nekaj μm debele plasti. Posebno pri pravokotnem zapisu pridejo tankoplastne glave do izraza, saj le z njimi lahko oblikujemo dovolj drobne spominske vzorce.

MAGNETOOPTIČNI SPOMINI

Glavni prednosti magnetooptičnih spominov sta velika gostota zapisa (okrog 10^7 bitov/cm² - tu so pomnilniki na diskih) in odpornost proti škodljivemu zunanjemu magnetnemu polju. Zasnovani so na Kerrovem magnetooptičnem pojavu in nekontaktnem pisanju oz. čitanju z laserskim žarkom. Podobno, kot pri navadnih magnetnih pomnilnikih, je zaporedje bitov zapisano z orientacijo magnetizacije v plasti. Opraviti imamo z amorfnimi plastmi z enoosno anizotropijo pravokotno na plast. Pri sobni temperaturi je koercitivnost dovolj velika, da magnetizacija obdrži smer celo v zmernem nasprotnem polju. Povišana temperatura zmanjša koercitivnost in zunanje polje magnetizaciji obrne smer. S fokusiranim laserskim žarkom lahko povzročimo lokalne termične efekte v submikronskem merilu in tako zapišemo digitalno informacijo. Pri čitanju uporabljamo šibkejši linearno polariziran žarek, da ne 'pokvarimo' plasti. Odvisno od smeri magnetizacije, je polarizacija v odbitem žarku zasukana v levo ali v desno. Zasuk uporabimo za prepoznavanje bitov. Shematično so osnovne operacije prikazane na sliki 4.



Slika 4. Operacije z magnetooptičnim spominom

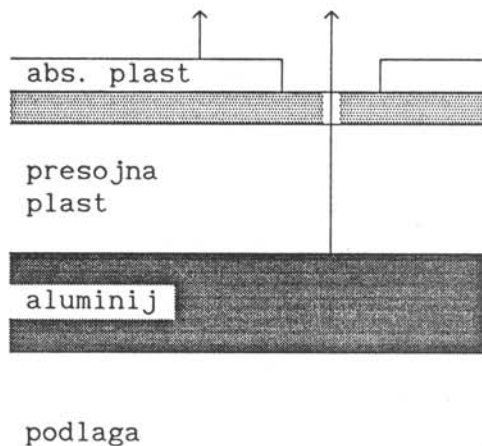
Magnetooptični pomnilniki vsebujejo zlitine redkih zemelj in prehodnih kovin. Magnetizacija je tu določena z antiferomagnetno sklopitvijo med podmrežama magnetizacij. Pri nižji temperaturi prevladuje magnetizacija redke zemlje, pri višji pa je močnejša magnetizacija prehodne kovine. Lastnosti plasti so odvisne predvsem od sestave (večinski delež - okrog 80% - imata Co ali Fe, pogosti sestavi sta CoGdTb in FeGdTb, pa tudi FeTbCo), le-ta pa v veliki meri od okoliščin med nanašanjem. Pomembna sta npr. tlak argona in napetost 'bias' na podlagi med RF napršenjem, s katerima lahko ob enaki sestavi izvira (tarče) spremenimo delež Co v plasti celo za 10 %. Z vsebnostjo argona sta povezana tako anizotropija v plasteh kot Kerrov pojav (sukanje polarizacije). Magnetooptični spomin ima poleg aktivne plasti ponavadi še dve dielektrični (npr. AlN) zaščitni plasti in odbojno (Al) plast. Podlaga je aluminij ali plastika.

Podobno kot v mnogih primerih, uporaba tudi pri magneoptičnih plasteh prehyteva temeljno razumevanje pojavov, zato si lahko obetamo še izpopolnjene sisteme.

OPTIČNI SPOMINI

Optični pomnilniki doživljajo izjemen razmah predvsem v audio in video tehniki zaradi odlične reprodukcije zvoka in slike. Tudi tu je seveda važna gostota zapisa informacije, ki pa je omejena predvsem z optičnim sistemom za čitanje oz. možnostjo fokusiranja laserskega žarka. Bite s tipično velikostjo $1 \mu\text{m}$ lahko še ločimo v zaporedju digitalnih signalov, kar pomeni gostoto zapisa okrog 10^7 bitov/cm². Čitanje (in pisanje) je nekontaktno, kar povečuje trajnost, oklepaj pa je zapisan, ker je pri navadnih 'CD' ploščah možna le prva operacija. Govorimo o pomnilnikih tipa ROM (read only memory), poznamo pa tudi takšne, v katere je mogoče pisati enkrat (WORM - write once read many) ali večkrat.

CD plošče (compact disk) so najbolj enostaven primer optičnih pomnilnikov. Na polikarbonatno podlago je nparjena ali napršena 50 nm debela, za svetlobo odbojna plast aluminija. V to plast vtisnejo strukturo jamic (tipičen premer je okrog $0,5 \mu\text{m}$), podobno kot pri gramofonskih ploščah. Med čitanjem takšnega zapisa se laserski žarek siplje na robovih jamic. Intenziteta odbite svetlobe se zato spreminja. Spremembe lahko merimo in tako reproduciramo digitalno informacijo. Audio, video in računalniške CD plošče se med seboj razlikujejo po kvaliteti, različne barve pa so v pomoč uporabnikom.



Slika 5. Shematičen prerez WORM plasti

Uporabnost ROM pomnilnikov je omejena, ker uporabniku ne dajejo možnosti, da bi sam zapisoval podatke. Korak naprej so zato pomnilniki tipa WORM. Shematično je prerez večplastne strukture v takem pomnilniku prikazan na sliki 5. Aluminijasta odbojna plast je prekrita s presojno plastjo (npr. SiO₂) in kovinsko, ki močno absorbira svetlobo. Pri pisanju z (močnejšim) laserskim žarkom vžgemo majhne luk-

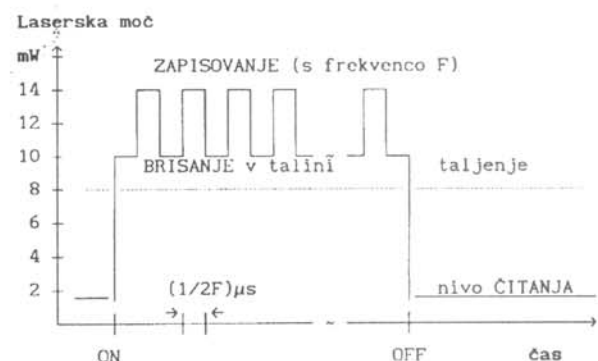
njice v zgornjo kovinsko plast. Novejša tehnologija temelji na fazni spremembi, do katere pride v telurjevem oksidu s podstehiometrično sestavo. Lokalno segrevanje z laserskim žarkom povzroči nastanek Te in TeO₂. Pregreto mesto ima spremenjeno odbojnost. Med čitanjem se šibkejši laserski žarek odbija s spremenljivo intenziteto, ki ustreza zaporedju digitalnih signalov.

Optični pomnilniki za večkratni zapis so še v fazi razvoja. Tu gre za uporabo reverzibilnih faznih sprememb med amorfnó in kristalinično fazo. Fazi se razlikujeta



Slika 6. Struktura optičnega pomnilnika za večkratni zapis

po lomnem količniku, kar lahko porabimo pri čitanju. Največ se uporabljajo ternarne spojine, npr. InSbTe,



Slika 7. Zapis s hkratnim brisanjem predhodne informacije

InSeTe, GeSbTe, pa tudi mešanice polimerov in tekočih kristalov. Slednje ne sodijo med tanke plasti, zato le nekaj besed o poglavitnih problemih pri prvi skupini. Predvsem je težava brisanje in zaradi nepopolnega brisanja omejeno število ponovnih zapisov. Problem je tudi trajnost zapisa. Tipičen čas za brisanje oziroma rekristalizacijo je 50 ns, življenjska doba amorfnega stanja pa 10 let pri temperaturi 60°C. Prvotne rešitve so vključevale posebne laserske žarke za pisanje,

brisanje in čitanje, ki so se razlikovali po intenziteti in dolžini pulza. Pri sodobnejših verzijah lahko prvi dve operaciji opravijo v enem postopku s posebej modularnim žarkom, ki obenem briše in piše novi zapis. Shematično je modulacija prikazana na sliki 7. Moč laserskega žarka za pisanje je 15 mW, za čitanje pa manj kot 2 mW. Hitrosti pisanja, ki jih dosežejo, so do 10 m/s.

SKLEP

Z uporabo tankih plasti so moderni pomnilniki vseh vrst veliko pridobili. Digitalen zapis informacije omogoča kvalitetno reprodukcijo, veliko gostoto zapisa in kratek čas dostopa. Nekontaktno pisanje in čitanje zagotavljata tudi večjo trajnost, saj odpadejo poškodbe spominskih elementov zaradi obrabe. Audio in video spominski elementi pa tudi računalniški pomnilniki zmagovito osvajajo tržišče s svojo kvaliteto.



VAKUUMSKA TEHNIKA – IZDELAVA IN SERVISIRANJE
LABORATORIJSKE OPREME
KAMBIČ ANTON
68333 SEMIČ, tel. in fax (068) 56-200



Tip: VS 50
Prostornina: 50 l
Notranje mere (šxvxd): 405x340x370 mm
Zunanje mere (šxvxd): 730x510x525 mm
Velikost polic: 320x390 mm
Priključna napetost: 220 V
Frekvenca: 50 Hz
Priključna moč: 1,52 kW
Merjenje in regulacija temperature:
Pt 100, elektronska
Temperaturno območje: do 200°C
Število polic: 2
Prikaz temperature: digitalni
Število ogrevanih polic: 2
Regulacija temperature polic:
elektronska, Pt 100
Prikaz temperature polic: digitalni
Prikaz temperature proizvoda: digitalni
Točnost temperature: 2 %
Prikaz vakuuma: mehanski vakuummeter
Hitrost črpanja in končni tlak:
3 m³/h, 10⁻² mbar

VAKUUMSKI SUŠILNIKI

Vakuumski sušilniki so najprimernejši za sušenje temperaturno občutljivih materialov, ker vakuum omogoča učinkovito sušenje pri nizkih temperaturah. Zaradi velike hitrosti izparevanja vlage je čas sušenja krajši kot v navadnih sušilnikih. Razen tega pa je tudi preprečena vsakršna oksidacija sušenega materiala.

Standardna izvedba: Ohišje vakuumskega sušilnika je izdelano iz obarvane pocinkane pločevine, notranji del pa iz nerjaveče. Grelniki posebne izvedbe, z zelo veliko ogrevalno površino, so trdno pritrjeni na zunanji strani notranjega nerjavečega dela sušilnika. Steklена vrata so tesnjena s silikonskim tesnilom in imajo možnost nastavitve. Police v sušilniku so izdelane iz toplotno dobro prevodnega materiala. Izvedba s posebej ogrevanimi policami ima digitalni prikaz temperature polic in temperature proizvoda. Vakuumska črpalka je vgrajena v ohišje sušilnika. Regulator temperature je elektronski.

Posebne izvedbe: Na željo kupca izdelamo tudi druge velikosti laboratorijskih vakuumskih sušilnikov, ogrevanih z različnimi mediji in opremljenimi z različnimi vrstami vakuumskih črpalk.

NOV LABORATORIJ ZA NAPAREVANJE POLPREVODNIKOV V TRSTU

Mag. Guido Bratina, Laboratorio Technologie Avanzate Superfici e Catalisi del Consorzio Interuniversitario per la Fisica della Materia, 34012 Trieste - Padriciano 99

Velike hitrosti in nizek šum modernih elektronskih in optoelektronskih elementov, izdelanih iz polprevodnikov, skupin III-V in II-VI, izhajajo iz visoke gibljivosti in lokalizacije nosilcev naboja. Obe lastnosti sta pogojeni s kvaliteto polprevodniških plasti in mejnih površin med njimi. Prevelika koncentracija defektov zaradi difuzije, nečistoč ali razlik v mrežnih parametrih materialov bi imela dramatičen vpliv na transportne lastnosti teh sklopov.

Naparevanje epitaksialnih plasti polprevodnikov z molekularnimi curki (molecular beam epitaxy - MBE) zagotavlja s svojim ultra visokovakuumskim okoljem najvišjo možno čistost materialov, z natančnim nadzorom pogojev rasti kristalov pa omogoča naparevanje nekaj atomskih plasti. Tudi relativno enostavno kombiniranje te metode z različnimi karakterizacijskimi metodami, kot je npr. elektronska difrakcija (reflection high energy electron diffraction - RHEED), je prispevalo k veliki razširjenosti MBE v laboratorijih za fiziko polprevodnikov po vsem svetu, v zadnjem času pa se uveljavlja tudi kot metoda za masovno proizvodnjo vrhunskih optoelektronskih elementov.

V laboratoriju TASC v Padričah pri Trstu deluje tak sistem že drugo leto. Sestavljen je iz dveh MBE komor firme Riber, od katerih je ena namenjena naparevanju polprevodnikov skupin III-V, druga pa II-V, ter analitske komore, kjer je priključen spektrometer fotoelektronov (X-ray photoelectron spectrometer - XPS). Slednji ima monokromatski izvir rentgenskih žarkov z energijo 1478 eV in celotno ločljivost 0.7 eV. Vse tri komore so povezane med seboj z ultra visokovakuumskimi moduli, po katerih lahko prenašamo vzorce. Komori za naparevanje sta opremljeni z RHEED in kvadrupolnima masnima spektrometroma. Končni tlak 6×10^{-11} mbar dosežemo v sistemu z ionskimi črpalkami, ki imajo Ti sublimacijske izvire. Materiali za naparevanje so v Knudsnovih celicah, ki so opremljene z računalniško krmiljenimi pokrovi. V vsaki komori je prostora za osem celic s prostornino 35 cm^3 . Nosilec podlag je iz molibdena in je med naparevanjem pritrjen na manipulator, gibljiv v treh med seboj pravokotnih oseh in vrtljiv okrog dveh osi ter opremljen z grelnikom in termočlenom za uravnavanje temperature vzorca. Skozi posebno odprtino v komori lahko merimo

temperaturo vzorca s pirometrom, kar omogoča večjo natančnost in ponovljivost pri izbiri pogojev za rast kristalov.

V komori za naparevanje polprevodnikov III-V imamo sedaj Al, Ga, As za pripravo GaAs in AlAs ter Be, Si in Ge kot dopanti, pri tem pa slednja dva uporabljamo tudi za naparevanje tanjših (do nekaj nm) epitaksialnih plasti teh materialov. Komora s polprevodniki II-V pa vsebuje CdTe, Te, Zn in Se, tako da lahko naparevamo CdTe, ZnSe in ZnTe.

Sistem je namenjen študiju heterostruktur II-VI/III-V, dipolnih efektov na mejnih površinah, kemijskih procesov pri rasti polprevodnikov, študiju kvantnih pojavov v kvantnih jamah in heteroplasteh in razvoju novih optoelektronskih elementov. Omogočena je tudi morebitna priključitev na bodoči tržaški sinhrotron.

Eden izmed prvih večjih projektov, ki je še v teku, je študij induciranja električnih dipolov na mejnih površinah v heterostrukturi AlAs-GaAs. Ugotovili smo, da lahko spremenimo potek energijskih pasov pri prehodu čez mejno plast v tej heterostrukturi, če med oba polprevodnika naperimo pol atomske plasti Si ali Ge. Premik valenčnih pasov je znaten, do 0.4 eV. Ukvarjamo se tudi s možnostjo naparevanja CdTe na GaAs. Mrežna parametra teh dveh materialov se razlikujeta za 14,5 %, poleg tega pa CdTe raste v smeri (111) ali (001), odvisno od razmer pri naparevanju. Radi bi predvsem ugotovili, ali je elektronska struktura na mejni površini spremenjena, če se spremeni orientacija CdTe. Hkrati se ukvarjamo s študijem energijskih nivojev v različnih kombinacijah kvantnih jam.

Laboratorij za MBE sodeluje z različnimi laboratoriji po Italiji in svetu. Predvsem navezujemo stike z raziskovalci, ki imajo dostop do različnih karakterizacijskih metod. Tako sodelujemo z laboratoriji v Bariju (rentgenska difrakcija, ramanska spektroskopija), Trentu (fotoluminiscenca), Bologni (presevna elektronska mikroskopija), Grenoblu (fotoluminiscenca), Minneapolisu, ZDA (presevna elektronska mikroskopija, transportne meritve). Pomembne meritve opravljamo v Iskri, Elektrooptiki v Ljubljani, pričeli smo tudi sodelovati z laboratoriji na Institutu Jožef Stefan.

Novi knjigi DVT Slovenije:

Evgen KANSKY: Rast vakuumskih tankih plasti, 1990, 61 str.; cena 90,00 din
(prodajajo jo tudi v Mladinski knjigi v Ljubljani - konzorcij)

Zbornik prispevkov XI. jug. vakuumskega kongresa - JUVAK 24, 1990, 600 str.; cena 250,00 din

NASVETI

V prejšnji številki Vakuumista smo pozvali bralce, da se oglasio z vprašanji, ki jih mučijo pri delu z vakuumom. Še vedno čakamo. Naša obljuba, da se bomo potrudili čim bolj popolno in strokovno odgovoriti, pa seveda drži.

Na koncu prejšnjih nasvetov smo napovedali, da bomo kdaj drugič govorili o "pasteh", v katere nas pogosto spravlja ta vražji vakuum. Ker ni bilo vaših vprašanj, bomo danes govorili o ugotavljanju puščanja ali o netesnostih.

Preprosto ugotavljanje velikosti puščanja ali netesnosti

Zgodi se nam, da "nenadoma" ugotovimo, da z našo vakuumsko napravo, ki nam je tako dolgo ustvarjala dobre razmere za delo, nekaj ni v redu: ni več dobrega vakuuma. Takrat začnemo mrzlično iskati krivdo; najprej, da morda merilnik kaže nápak, potem se spomnimo, da je že (neznano) dolgo tega, kar je bilo zamenjano olje v črpalki, ali da je nekdo "šaril" po sistemu in nekaj pokvaril itd, itd. Potem se začne iskanje strokovnjakov oz. "strokovnjakov", ki bi s hitro diagnozo odkrili in že naslednji hip odstranili vzrok za napako. Tisti, ki mu to res uspe (enako verjetno kot pri loteriji 3x3 zadeti pravo kombinacijo), velja za "mojstra vakuumskih znanosti". Pravi mojster pa lahko postanete sami, če se stvari lotite zares sistematično in strokovno. Pri tem predpostavljamo, da nimate pri rokah nobenega detektorja netesnosti (tistih nekaj delujočih detektorjev v Sloveniji lahko preštejemo na prste ene roke!), pač pa le tisto obvezno opremo, ki spada k vakuumski napravi, med katero je gotovo tudi merilnik vakuuma (kako pa bi sicer sploh lahko ugotovili, da je nekaj narobe!).

Preden začnete "razdiralno" akcijo, izčrpajte vaš vakuumski sistem (vakuumsko posodo, komoro, recipient) do končnega tlaka p_0 (mbar) ter nato hitro zaprite ventil med njim in črpalko. Zabeležite dvoje: p_0 in čas zaprtja ventila, npr. 3×10^{-4} mbar, $10^h 15^{min}$. Črpalko lahko izklopate, merilnika pa ne. Opazili boste, da bo začel tlak naraščati, v začetku navadno hitreje, nato bolj zložno. Po nekem času - lahko je to le nekaj minut (sekund) ali pa več ur, odvisno od velikosti netesnosti - že lahko ugotovimo, da se kazalec vakuummetera približuje najvišji vrednosti, ki jo lahko še imamo za relativno zanesljivo oz. točno. Pri tem sploh ni pomembno, da je merilnik natančno umerjen, saj gre za relativne spremembe tlaka. Tlak je npr. narastel in dosegel ob $12^h 30^{min}$ $p_1 = 20$ mbar (Piranijev vakuummeter ta tlak še vedno "lepo" pokaže!). Med tem sta pretekli 2 uri in 15 minut ali 8100 sekund. Ocenimo še prostornino V (v litrih) vakuumске posode z vsemi priključki, vendar le do ventila, ki smo ga pri tem poskusu zaprli. Recimo, da je "po vašem" prostornina nekje okoli 30 litrov. Če ste pri tem pogrešili za nekaj litrčkov, ni usodno. Podatke bomo takoj vstavili v enačbo za puščanje L :

$$L = \frac{V(p_1 - p_0)}{t} = \frac{30(20 - 3 \times 10^{-4})}{8100} = \frac{30 \times 20}{8100} = 0.074$$

torej 7.4×10^{-2} mbar l/s

Izračunani podatek o celotnem puščanju nam sicer še ničesar ne pove, če nimamo pri roki drugega (podatka) za primerjavo. Najboljši bi bil seveda tisti iz preteklih let (ali dni), ko je naprava še v redu delovala. Zato vedno in vsakomur priporočamo: za vsako vakuumsko napravo (novo, prenovljeno, obnovljeno, po vsakem večjem popravilu ali dopolnilu) naj bo zabeležen tudi podatek o velikosti njenega puščanja L (mbar l/s, Pa l/s ali staro torr l/s). Če je bila v preteklosti res opravljena taka meritev, smo lahko le zadovoljni, saj s primerjavo podatkov takoj ugotovimo razliko oz. povečanje puščanja. Če je bistveno večje (npr. 10 krat ali več), potem se lotimo praktičnega iskanja netesnosti. Navadno pa podatka o puščanju naše vakuumске posode ali naprave iz preteklosti, ko je še v redu delovala, nimamo, zato dobljeni rezultat primerjamo z naslednjo praktično tabelo.

| Zahtevani delovni tlak v vakuumski posodi | Praktično dopustno celotno puščanje L |
|--|---|
| grobi vakuum: 1000 mbar do 1 mbar | priporočamo manj kot 1×10^{-2} mbar l/s |
| srednji vakuum: 1 mbar do 1×10^{-3} mbar | priporočamo manj kot 1×10^{-3} mbar l/s |
| visoki vakuum: 1×10^{-3} do 1×10^{-7} mbar | priporočamo med 1×10^{-5} in 1×10^{-7} mbar l/s |
| ultra visoki vakuum: 1×10^{-7} mbar in manj | priporočamo manj kot 10^{-7} mbar l/s |

Samo ena meritev puščanja je seveda premalo. Izvesti moramo vsaj še eno ponovitev (ponovno izčrpamo do končnega tlaka, zapremo ventil, po nekem času odčitamo tlak itd). Če je rezultat približno enak, vendar večji od dopustnega puščanja, se lotimo iskanja sumljivih mest. V tem sestavku se ne bomo poglobljali v načine odkrivanja netesnosti, ker bi razpravo preveč razvlekli. Zapomnimo si le tole: Kadarkoli kaj spremenimo na vakuumskem sistemu (npr. zamenjamo tesnila, prevodnice, prigradimo nove priključke ipd.), vedno izmerimo puščanje L ter rezultat primerjamo s prejšnjim. Pri tem lahko ugotovimo, da smo "sumljivi" del odstranili (puščanje je manjše) ali pa ga vgradili (puščanje je bistveno večje).

Pogosto se dogodi, da slab končni vakuum v posodi ni posledica puščanja, ampak napake v črpalki oz. črpalnem sistemu ali pa velikega onesnaženja z močno

hlapljivimi snovmi. S poskusom, ki smo ga opisali, smo namreč presenečeni ugotovili razmeroma majhno puščanje, ki je nekako v skladu z zgornjo tabelo. To pomeni, da je naša vakuumška posoda, če je čista, popolnoma v redu in da moramo napako iskati na strani črpalke oz. kar v črpalci sami.

Dragi bralci! Ne smemo vam vsega povedati, saj potem ne boste čutili potrebe, da nas sprašujete, kar bi mi tako radi slišali. Kar se tiče puščanja v vakuumški tehniki, vam lahko le zaupamo, da vas bo ta težava spremljala vse (vakuumsko) življenje, saj ni naprave, ki ne bi imela netesnosti; absolutne tesnosti - hermetičnosti - namreč ni, je le večje ali manjše puščanje, ki pa je lahko **pravo** ali **realno** (skozi netesna mesta, skozi

porozne zveze ali strukturo materialov) ali **navidezno** (izparevanje, degazacija oz. odplinjevanje z notranjih sten).

V tem sestavku namenoma nismo uporabljali tujke za netesno mesto, tj. leak (izg. lik), ker imamo na razpolago dovolj domačih izrazov za opisovanje teh pojavov (puščanje, netesnost, prepustnost, vakuumška tesnost, netesno mesto ali pušč - slednje je nekoč predložil prof. dr. E. Kansky, vendar se beseda še ni prijela).

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

NEKATERE NOVOSTI PROIZVAJALCEV VAKUUMSKE OPREME

- Firma **EDWARDS** predstavlja tri nove modele turbomolekularnih(TM) črpalk z magnetnimi ležaji in velikimi črpalnimi hitrostmi, kar so dosegli s kombiniranjem klasične TM črpalne stopnje in kompresijske "molecular drag" stopnje. Črpalke dosežejo končni tlak 1.3×10^{-10} mbar in imajo črpalne hitrosti 600, 1000 in 1950 l/s.
- **GENEVAC** je izdelal novo verzijo črpalke, ki lahko črpa kisline, vodo in organska topila brez dodane hladne pasti. Deli črpalke so iz korozijsko obstojnih materialov, dodana majhna rotacijska črpalna pa omogoča doseganje končnega tlaka 0.15 mbar in črpalno hitrost 100 l/min.
- **BALZERS** in **SCHOTT GLASSWERKE** sta skupaj razvila sistem za ionsko jedkanje, ki je uporaben za enostavna čiščenja površine in preiskave površin. Ionska puška ustvarja gostoto toka do 60 mA/cm², posebej razvita sonda pa omogoča natančno nastavitev ionskega curka in meritev njegovih parametrov.
- **HIDEN ANALITICAL** ponuja elektrostatsko sondo za karakterizacijo plazme. Sistem potrebuje osebni računalnik, programska podpora pa omogoča izračun električnih parametrov plazme: plazmski potencial, gostoto elektronov in ionov ter temperaturo elektronov.
- Firma **POLYCOLD**, znana po hladnih pasteh za črpanje vodne pare za tlačno področje tlakov do 10^{-6} mbar, je naredila novo, ultra visoko vakuumsko (UHV) verzijo. "Fast Cycle Water Vapour Cryopump", kot se stvar imenuje, ima 0.5 m² črpalne površine oz. 45000 l/s črpalne hitrosti za vodno paro pri 10^{-10} mbar, črpa pa tudi še v področju 10^{-11} mbar.
- **VG QUADRUPOLES** ponuja dva nova spektrometra preostalih (residualnih) plinov (RGA). Dražjega, SXP Elite, za uporabnike z visokimi zah-

tevami je možno programirati, uporabniku prijazen prikazalnik pa omogoča lahko nastavitev parametrov. Cenejši Monitorr reklamirajo kot najcenejši RGA tega tipa, nadzor nad njim pa opravlja IBM PC kompatibilni računalnik. Standardna programska oprava omogoča detekcijo netesnosti, logaritemske in linearne histograme, knjižnico, analizo trendov in še kaj.

- Firma **SUB MONOLAYER SCIENCE** predstavlja nov fokusiran nevtralizator naboja za analizo neprevodnih materialov z SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) in XPS (X-Ray Photoelectron Spectrometry) sistemih. Nastaviti je možno energijo (0 - 200 eV), x-y položaj in tok za nevtralizacijo. Prednosti so: majhna toplotna obremenitev vzorcev, možnost fokusiranja na majhni površini in enostavna nastavitev curka.
- Firma **HUNTINGTON** ponuja tipski vakuumski sistem za znanost o površinah, ki je bil sprejet kot standard. Uporaba standardiziranega sistema bo omogočila lažjo primerljivost raziskovalnih rezultatov.

Vir: "Vacuum News" iz revije Vacuum

- **TECHNICS PLASMA** predstavlja novo linijo vzbujevalnikov plazme z elektronsko ciklotronsko resonanco (ECR). Izvir je primeren za obstoječe vakuumške sisteme za jedkanje ali naprševanje. Z dodatkom grafitne mrežice se ga lahko pretvori v izvir curka ionov. Sistem je kompakten, elektromagnet ustvarja gostoto polja do 1050 gaussov, porabi manj kot 2 kW energije in tehta 40 kg.

Vir: revija "EUROPEAN SEMICONDUCTOR"

Izbor pripravil Borut Stariha