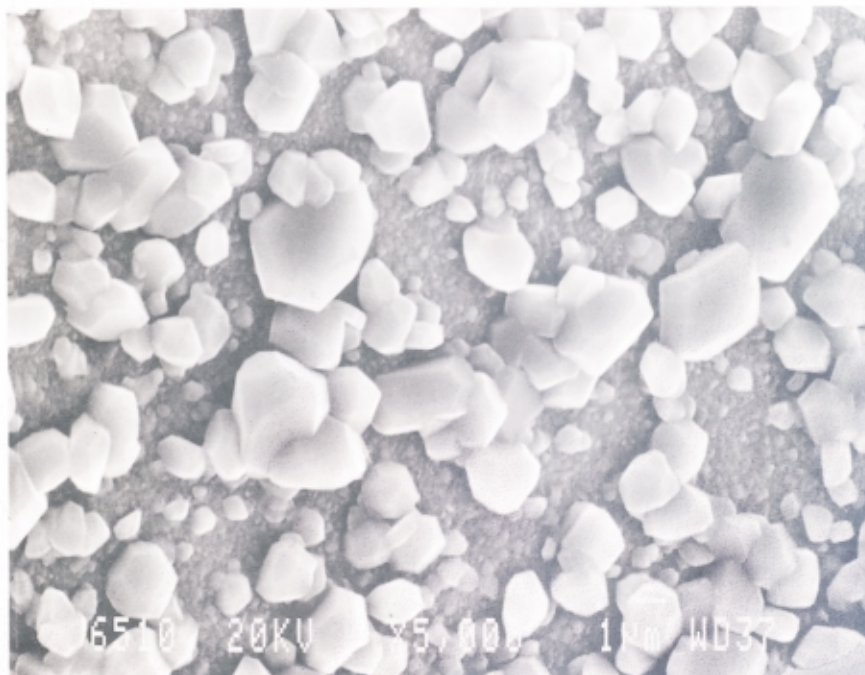


VAKUUMIST

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

LJUBLJANA, DECEMBER 95

LETNIK 15, ŠT. 4, 1995



Srečno novo leto 1996!

VSEBINA

Razvoj visokovakuumske oljne difuzijske frakcionirne črpalke s premerom sesalne odprtine 650 mm (J. Gasperič, S. Sulčič, M. Drab, A. Pregelj)

Merjenje globinske porazdelitve koncentracije vodika z metodo ERDA (B. Zorko, M. Budnar)

Določanje relativne koncentracije vibracijsko ekscitiranih molekul vodika (I. Čadež)

Zgodovina tehnologije tankih plasti (S. Južnič)

NASVETI

DRUŠTVENE NOVICE

IZOBRAŽEVANJE

OBVESTILA

Slika na naslovni strani: **Kristalna zrna Cr_2O_3** , ki so nastala po enajsturni oksidaciji 3 μm debele **CrN trde zaščitne prevleke**, na podlagi iz polirane keramike ($R_a=25\text{ nm}$). Temperatura oksidacije je bila 850°C. Posnetek je bil narejen z vrstičnim elektronskim mikroskopom pri povečavi 5000-krat. Visokotemperaturna oksidacija trdih zaščitnih prevlek je predmet sistematičnih raziskav **Odseka za tanke plasti in površine na Institutu "Jožef Stefan"**.

SPONZORJI VAKUUMISTA:

- Ministrstvo za znanost in tehnologijo Slovenije
- Ministrstvo za šolstvo in šport Slovenije
- Balzers PFEIFFER GmbH, Dunaj

Obvestilo

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1996.

Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 1000,00 tolarjev.

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

Ogled tovarne Varian S.p.a. v Torinu 28. oktobra 1995

DVTS je skupaj s predstavnikom Variana v Sloveniji g. Goličem (iz podjetja MEREL, Selnica ob Dravi) organiziralo ogled tovarne vakuumskih naprav Varian v Leini pri Torinu.

Celotno korporacijo Varian sestavlja več neodvisnih grupacij v sedmih državah Amerike, Evrope in Azije. Uprava v Palo Alto v Kaliforniji koordinira delo ter marketinške in servisne dejavnosti po svetu. Proizvodni program Variana tvorijo štiri glavne skupine izdelkov: medicinska oprema, elektronika, polprevodniki ter analitski inštrumenti in vakuumaska tehnika.

Tovarna v Torinu proizvaja turbomolekularne črpalke, ionsko-getske črpalke in specialne "leak" detektorje. Ostali del proizvodnje vakuumske opreme je stacioniran v Lexingtonu, Massachusetts, ZDA, kjer izdelujejo difuzijske črpalke, merilnike vakuumu, strojno opremo in helijeve detektorje netesnosti.

Za naš obisk so v torinski tovarni pripravili naslednji program:

- predavanje o firmi Varian in njenih izdelkih (v hotelu Ritz v Chivassu, kjer smo prenočili)
- ogled proizvodnje z razlago (v tovarni v Leiniju)
- kosilo in diskusija (v tovarniški menzi).

Predstavitve firme je imel g. Luca Cascella, ki je opisal korporacijo Varian kot internacionalno družbo ter njeno vlogo kot enega največjih proizvajalcev vakuumske opreme. Sledila je predstavitev turbomolekularnih črpalok. Prva Varianova turbomolekularna črpalka je bila konstruirana in narejena prav v Torinu pred devetimi leti. Od tistega časa so jih stalno izpopolnjevali. Najnovejše delujejo na t.i. "Macrotrorr" principu, ki omogoča večje kompresijsko razmerje za lažje pline in delovanje pri višjem predtlaku ter s tem uporabo suhih predčrpalok. V črpalke so vgrajeni pri njih razviti keramični ležaji ter mazivo z izredno nizkim parnim tlakom. S tem zagotavljajo dolgo trajnost črpalke in visoko stopnjo čistoče pri različnih režimih obratovanja.

V naslednjem predavanju so nam predstavili ionsko-getske črpalke. Nova generacija tovrstnih črpalok, "Vacion Plus", ima zelo smiselno in enotno zasnovano konstrukcijo, krmilno elektroniko in dodatno opremo. Družino novih ionsko-getske črpalok tvorijo tipi: Diode,

Triode, Noble Diode in StarCell, ki se medseboj razlikujejo po različnih črpalnih vložkih in omogočajo boljše črpanje posameznih plinov.

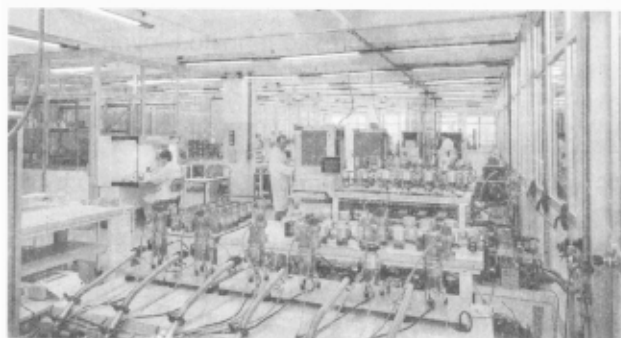
Med detektorji netesnosti je Varianov "HeliTest" popolnoma nov inštrument in predstavlja zadnji dosežek na področju prenosnih helijeve detektorjev, ki delujejo po metodi "vohanja". Odlikujejo ga naslednje lastnosti: velika občutljivost, lasten izvir energije (baterija), majhna lastna masa, preprosta in varna uporaba. HeliTest je namenjen za odkrivanje netesnosti v telefonskih kabljih, v letalski in avtomobilski industriji ter kemični in petrokemični industriji.

Po krajšem premoru smo se odpeljali v tovarno, kjer smo si ogledali proizvodni proces. Enostavnejše komponente in standardno opremo dobavljajo kooperanti, vse zahtevnejše postopke in montažo pa opravijo v tovarni. Rotorje za turbomolekularne črpalke izdelujejo na preciznih CNC obdelovalnih strojih in elektroerozivnih obdelovalnih napravah. Pred montažo rotorjev v ohišje le-te dinamično uravnotežijo z računalniško podprto opremo. Po montaži sledijo meritve karakteristik na posebnih preizkuševališčih. Drugače je pri ionsko-getske črpalok. Tu izvajajo 100% meritev skupnega toka, celotno atestiranje tehničnih karakteristik črpalke pa le na vsakih 500 kosov. Za krmiljenje proizvodnje uporabljajo sistem Kanban, tovarna pa je leta 1994 prejela tudi certifikat ISO 9001. S tem zagotavlja visoko kvaliteto in zanesljivost svojih proizvodov.

Udeležencev nas je bilo 32. Prvi dan (27. okt.) smo se spotoma ustavili v Veroni in Milanu, kjer smo si oddahnili in ogledali znamenitosti. Drugi dan, po odhodu iz Variana, pa smo se zapeljali še na kratek ogled Torina.

Na koncu še zahvala organizacijskemu odboru DVTS, ki je pripravil in odlično izpeljal zelo zanimivo in poučno ekskurzijo.

Janez Novak



Proizvodni prostori v tovarni Varian



Udeleženci ekskurzije in njihovi gostitelji pred vhodom v tovarno Varian



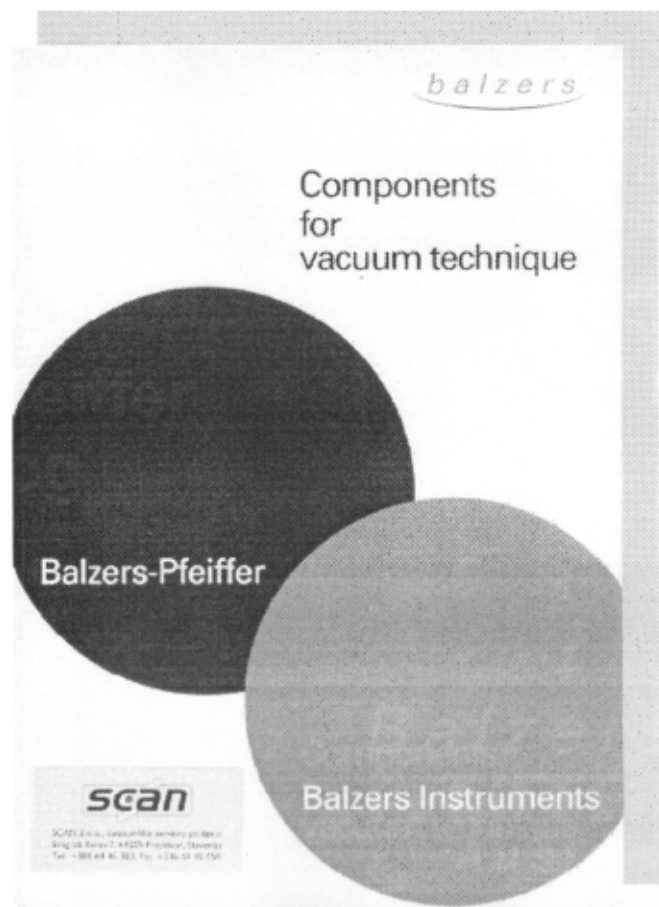
Vsem našim poslovnim
partnerjem in bralcem
Vakuumista želimo srečno in
uspešno novo leto 1996!

Balzers
PFEIFFER
Austria

The new Balzers-Pfeiffer Components-catalog is now available!

Highlights:

- Rotary vane pumps
- Turbo drag pumps
- Full range gauges
- Gas analysis systems
- Systems for laboratories
- Multivolt valves



The new Vacuum Components catalog of Balzers-Pfeiffer provides detailed technical information on all Balzers pumps, gauges and other components suitable for the production or measurement of medium to ultrahigh vacuum.

Please feel free to contact our representative Scan d.o.o., Mr. Zizek for **your free copy** of the new Balzers-Pfeiffer catalog 1996!!

Balzers Pfeifer GmbH
Diefenbachgasse 35
A-1150 Wien
Tel.: +43 1 894 17 04
Fax: +43 1 894 17 07

Scan d.o.o.
Breg ob Kokri 7
SI-64205 Preddvor
Tel.: +386 64 45383
Fax: +386 64 45050



- VAKUUMSKI SISTEMI
- VAKUUMSKE KOMPONENTE

IEVT-VSC - oddelek za razvoj vakuumskih komponent in sistemov

Imamo več kot 30-letne izkušnje z načrtovanjem in izdelavo vakuumskih sistemov ter pri razvoju visokih tehnologij. Naši izdelki so standardni ali izdelani po naročilu in so 100% preskušeni na tesnost. Uvajanje standarda ISO-9000, uporaba kvalitetnih materialov (nerjavno jeklo, Al itd.) in modernih tehnoloških postopkov (specialna varjenja, leak detekcija, analiza materialov itd.) nam omogočajo doseganje kvalitete, ki je na področju tehnike visokega vakuumu nujno potrebna.

Sistemi:

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

Komponente:

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

Storitve:

- testiranje tesnosti in odkrivanje netesnih mest s helijevim leak detektorjem
- hermetični spoji: kovina-keramika, kovina-steklo, kovina-kovina (TIG, laser, mikroplazma, spajkanje v vakuumu in v kontrolirani atmosferi, lepljenje)
- VV in UVV in'eniring ter svetovanje
- servis, meritve, priklop in zagon naprav ter vzdrževalna dela
- razvoj in postavitve vakuumskih tehnoloških postopkov
- izobraževanje kadrov (v sklopu z Društvom za vakuumsko tehniko Slovenije)
- nanos tankih plasti (napajanje, napršenje)
- toplotna obdelava manjših predmetov v vakuumu in v inertni atmosferi

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



**INŠTITUT
ZA ELEKTRONIKO
IN VAKUUMSKO
TEHNIKO**

TESLOVA ULICA 30, POB 59, 61111 LJUBLJANA
SLOVENIJA
TEL.: (+386 61) 126 45 84 N.C.,
FAX: (+386 61) 126 45 78

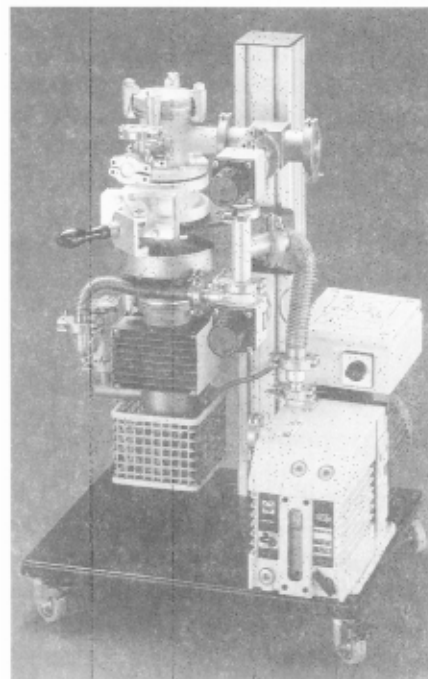
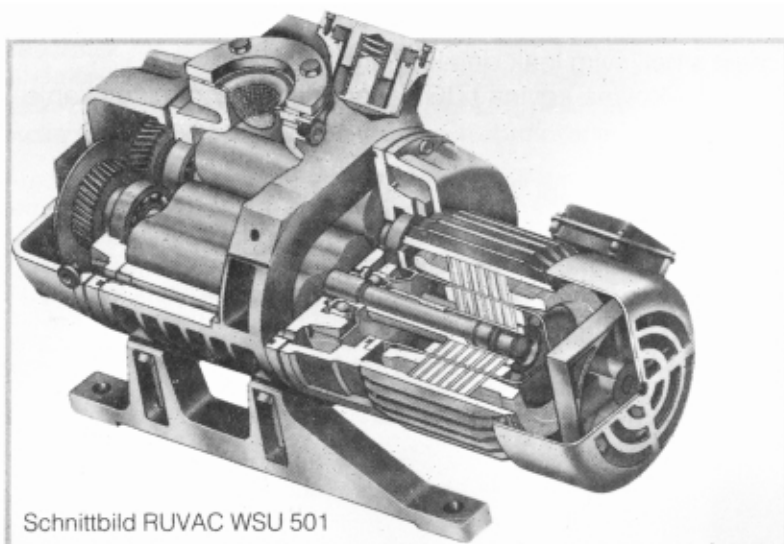
MEDIVAK

MEDIVAK, d.o.o.
Šolska ulica 21
SLO - 61230 Domžale

tel. fax : 00386 61 713060
mobitel : 0609 615 455
žiro račun : 50120-601-114647

HITRA POMOČ V TEŽAVAH**ODKRIVANJE NETESNOSTI****Helijski masni spektrometer UL 200**

- vakuumski sistemi
- vakuumski agregati
- nizko- in visokotlačne posode
- ventili, spoji
- energijske postaje

**IZPOSOJA VAKUUMSKIH
ČRPALK LEYBOLD****24 URNI SERVIS**

Schnittbild RUVAC WSU 501

- vakuumskih črpalk
- analiznih aparatov
- odkrivanje netesnosti

IZOBRAŽEVANJE**S področja****ODKRIVANJE NETESNOSTI
POPRAVILA ČRPALK**

Tečaje organiziramo na sedežu firme v Domžalah,
če se prijavi najmanj 6 oseb.

MEDIVAK

MEDIVAK, d.o.o.
Šolska ulica 21
SLO - 61230 Domžale

tel. fax : 00386 61 713060
mobitel : 0609 615 455
žiro račun : 50120-601-114647

**ZASTOPSTVO
SERVIS
SVETOVANJE**

LEYBOLD

SPECTRO

Vakuumske naprave, izmenjevalniki, analitski aparati
Vakuumske tehnologije, vakuumska metalurgija, trde in tanke plasti, analitika
Kontrola vakuumskih naprav in sistemov

PRODAJNI PROGRAM "LEYBOLD"

Vakuumske črpalke

- Rotacijske vakuumske črpalke s priborom
- Eno in dvostopenjske (1 do 1200 m³/h)
- Roots vakuumske črpalke - RUVAC (150 do 13000 m³/h)
- Membranske in ejektorske vakuumske črpalke - DIVAC 2,4 L
- Difuzijske črpalke (40 do 50.000 l/s)
- Turbomolekularne črpalke (50 do 4500 l/s)
- Sorpcijske črpalke, kriočrpalke, ionsko-getrske in sublimacijske titanske črpalke

Vakuumski črpalni sistemi

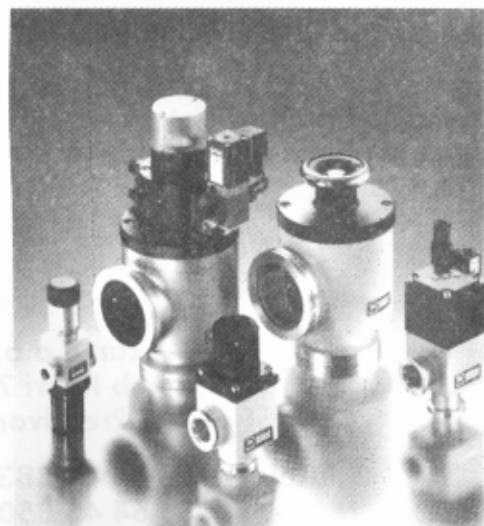
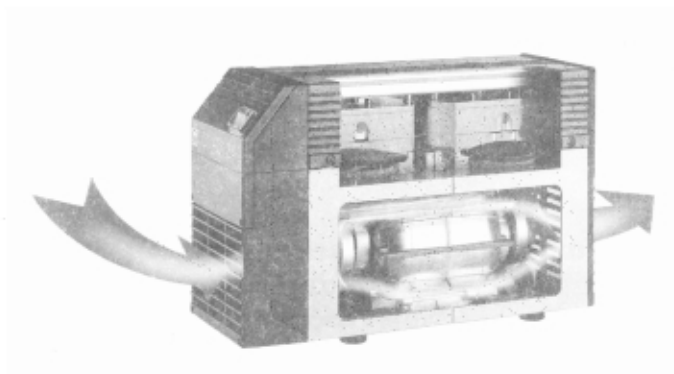
- za kemijsko in drugo industrijo

Vakuumski ventili

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

Vakuumski elementi in prirobnice

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



Mehanske in električne prevodnice Merilniki vakuuma in kontrolni instr.

- Absolutni medtlaki in merilec delnih tlakov (od 1.10⁻¹² do 2000 mbar)

Procesni regulatorji

Detektorji netesnosti (puščanja)

- Helijski in freonski detektorji

Masni spektrometri s priborom

Vakuumska olja, masti, rezervni deli

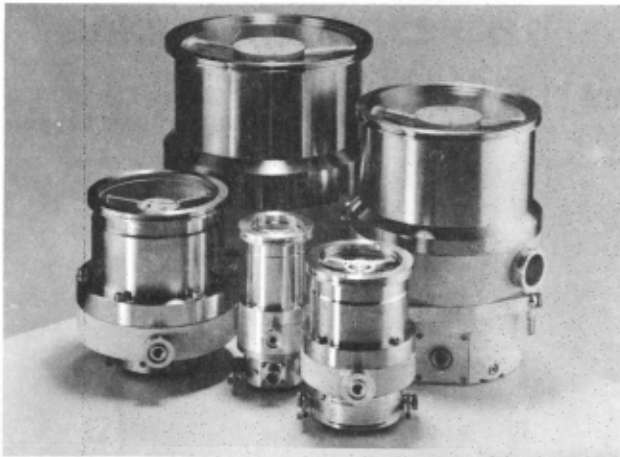


SREČNO NOVO LETO 1996

SCAN

SCAN d.o.o., zastopniško servisno podjetje, Breg ob Kokri 7, 64205 Preddvor, Slovenija
Tel. +386 64 45 383, Fax +386 64 45 050, ŽR : 51500-601-18897

Zahtevajte nov, brezplačen katalog vakuumskih komponent BALZERS-PFEIFFER!

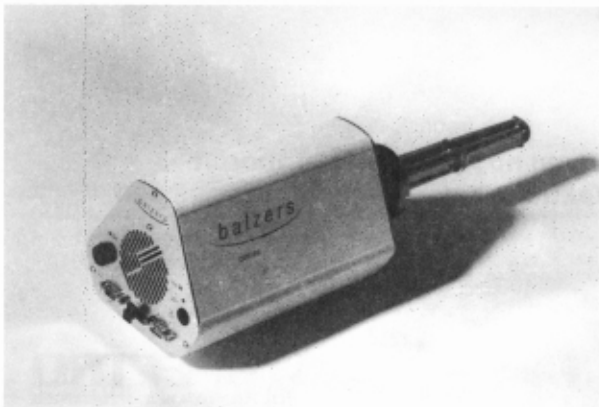
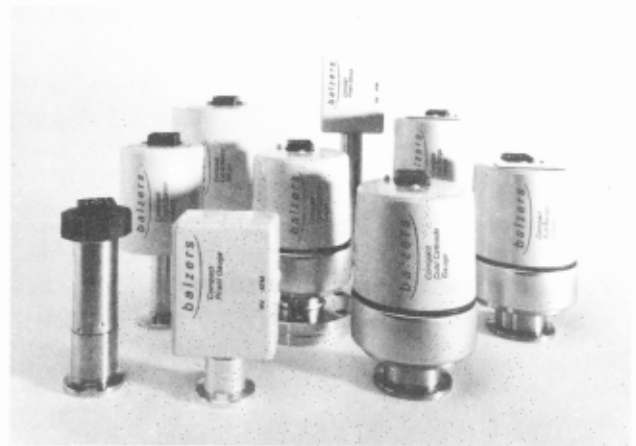


V katalogu so opisani novi proizvodi kot npr.:

- rotacijske vakuumske črpalke
- membranske črpalke
- nove turbomolekularne (DRAG) črpalke
- turbo črpalke z magnetnimi ležaji.

Družino merilnikov, imenovanih kompaktni (compact gauge), smo razširili tudi s piezoelektričnimi in kapacitivnimi, kar pomeni nadaljevanje že znanih Piranijevih, Penningovih ter t.i. "full range" merilnikov.

Predstavljamo novi kvadrupolni masni analizator Prisma z vgrajeno elektroniko in zmogljivim BALZERS-ovim programom Quadstar.



Predstavljamo še analitski sistem za zagotavljanje kvalitete in nadzorovanje procesa.

Scan d.o.o.
Breg ob Kokri 7
SI-64205 Preddvor

Tel.: +386 64 45 383
Fax: + 386 64 45 050

MEDIVAK

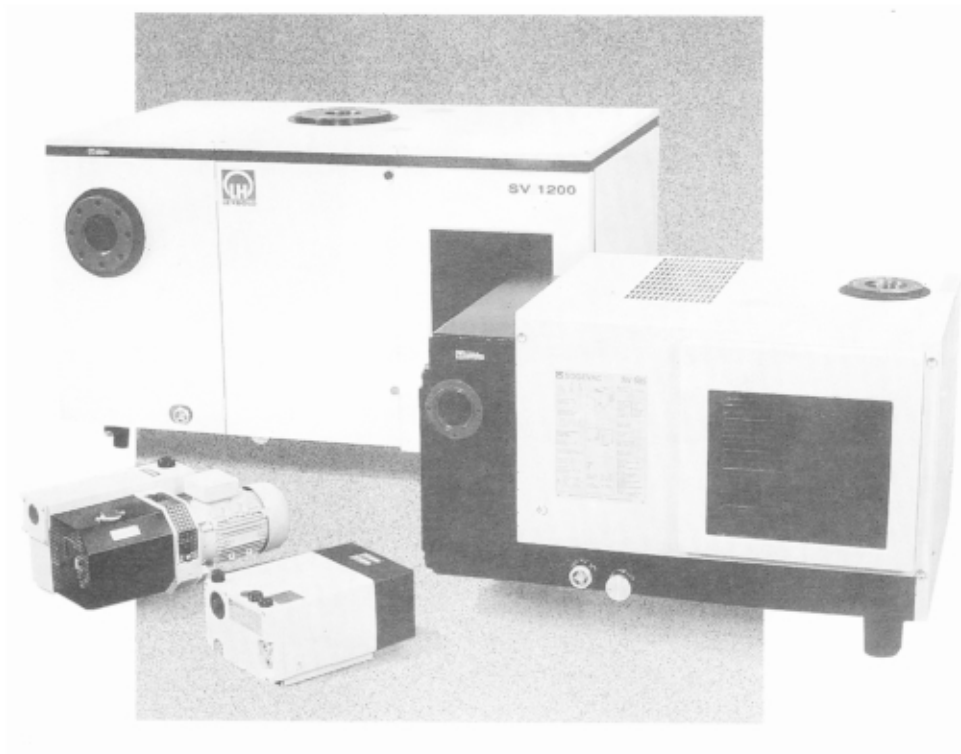
MEDIVAK, d.o.o.
Šolska ulica 21
SLO - 61230 Domžale

tel. fax : 00386 61 713060
mobitel : 0609 615 455
žiro račun : 50120-601-114647

VAKUUMSKE ROTACIJSKE ENOSTOPENJSKE ČRPALKE

SOGEVAC

**SREČNO
NOVO
LETO
1996!**



Tehniški podatki

- | | |
|--------------------|-------------------------------|
| • Črpalna hitrost | 16 do 1.200 m ³ /h |
| • Vakuum | 0,1 do 1000 mbar |
| • Moč motorja | 0,55 do 11 kW |
| • Priklj. napetost | 220 / 380 V |
| • Teža | 23 do 130 kg |

Zelo tiho delovanje

Vsebnost olja v izpuhu 0,0001%

Kompaktna konstrukcija

Velika črpalna hitrost

Enostavno vzdrževanje

Zagotovljen servis

Uporaba

- Avtomobilska industrija
- Letalska in pomorska industrija
- Kemijska in petrokemijska industrija
- Elektro in elektromehanska industrija
- Elektronika
- Proizvodnja hrane (sušenje, vakuumsko pakiranje, hlajenje, transport hrane, degaziranje, etiketiranje, ...)
- Steklarska in keramična industrija
- Laboratoriji
- Laserska tehnika
- Medicina
- Metalurgija, strojništvo
- Farmacevska in kozmetična industrija
- Lesna industrija
- Plastična in gumarska industrija



Srečno novo leto 1996!



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

RAZVOJ VISOKOVAKUUMSKE OLJNE DIFUZIJSKE FRAKCIONIRNE ČRPALKE S PREMEROM SESALNE ODPRTINE 650 mm*

J. Gasperič¹, S. Sulčić², M. Drab³, A. Pregelj³, ¹Institut J. Stefan, Ljubljana, ²Galileo Special Vacuum Equipment, Zgonik, Trst, ³Center za vakuumsko tehniko in tehnologije, IEVT, Ljubljana

The development of high vacuum oil diffusion fractionating pump with the inlet diameter of 650 mm

ABSTRACT

In this article the main physical fundamentals of operation, as well as results of the calculation and construction of the high-vacuum four stage fractionating oil diffusion pump are presented. The pump inlet diameter of 651 mm is taken and the pumping speed of 15000 l/s at $1 \cdot 10^{-4}$ mbar is calculated. On the basis of results of calculation the pump is built up.

Key words: high-vacuum diffusion pump, jet system, construction of the diffusion pump, ultimate pressure, limiting forepressure

POVZETEK

Članek podaja glavne fizikalne osnove delovanja, izračun in konstruiranje difuzijske frakcionirne štiristopenjske črpalke s sesalno odprtino 651 mm in črpalno hitrostjo 15.000 l/s pri $1 \cdot 10^{-4}$ mbar.

Ključne besede: visokovakuumska difuzijska črpalka, sistem šob, konstruiranje difuzijske črpalke, črpalna hitrost, končni tlak, mejni predtlak

1 Uvod

Veliki visokovakuumski sistemi navadno uporabljajo oljne difuzijske črpalke, ker so v primerjavi z drugimi (npr. turbomolekularnimi, kriogenskimi, ionsko-getrskimi) mnogo cenejše in enostavnejše za izdelavo in tudi za vzdrževanje. Ker difuzijske črpalke nimajo gibljivih delov, je njihova trajnost praktično neomejena. Drugače povedano, pri normalnem delu z njimi jih ni mogoče uničiti. Zato lahko še vedno najdemo v laboratorijih in tudi v industriji črpalke, ki so stare nad petdeset let, tj. iz začetnih časov proizvodnje, in jih še vedno s pridom uporabljajo. Pri vzdrževalnih delih je treba le občasno zamenjati električne grelnike, doliti ali zamenjati olje ter očistiti sistem šob. Pri črpalakah, ki delujejo več desetletij, se dodatno pojavi še zamašitev vodnih hladilnih cevi s kotlovcem. Od prvih začetkov, tj. od Gaedejevega izuma l. 1913, pa do danes so difuzijske črpalke opravile dolgo razvojno pot, ki je bila podprta s teoretičnimi in praktičnimi spoznanji (Jaeckel, 1950, L. Zobač, 1955 in drugi). Teorija je sicer zgrajena na aproksimacijah in ustreza bolj cilindričnim šobam kot pa obročastim divergentnim Lavalovim, vendar je dobra podlaga za razumevanje fizikalnih osnov delovanja difuzijskih črpalok. Danes uporabljamo za izračun termodinamične enačbe. Zaradi velikih pomenostavitev, ki jih uporablja teorija, konstruktorji veliko raje eksperimentirajo ter izboljšujejo svoje konstrukcije za doseganje optimalnih črpalnih hitrosti, najnižjih končnih tlakov, za odpravo ali vsaj zmanjšanje povratnega toka oljnih par itd. Največ eksperimentiranja "doživljajo" sistemi šob. V praksi najdemo take sisteme, ki so sestavljeni iz treh, štirih ali celo petih stopenj,

odvisno od tega, kako se je odločil konstruktor, da porazdeli kompresijska razmerja med njimi za tlačno področje od 10^{-7} do 10^{-1} mbar, tj. namreč delovno področje difuzijskih črpalok, ki potrebujejo, kot vemo, za svoje delovanje primerno predčrpalno. Pri naši konstrukciji smo se odločili za štiri stopnje zaradi velikosti črpalke oz. njene sesalne odprtine, ki ima premer 651 mm, kar je bila zahteva investitorja. Glavni pogoj pri konstruiranju te črpalke pa je bil, da mora biti konstrukcija kar se da enostavna za izdelavo, da bi bili zato tudi stroški manjši. V konstrukcijo smo skušali vnesti vse prednosti in finese moderne gradnje/5,6/, ki so znane iz literature in ki jih je mogoče pri nas realizirati. Tudi izkušnje pri konstruiranju črpalok iz preteklosti so nam bile v pomoč/1,4/.

2 Fizikalne osnove delovanja in dimenzioniranje difuzijske črpalke

Delovanje difuzijske črpalke skušamo zajeti z dveh strani, in sicer tako, da obravnavamo:

- difuzijo plina (zraka) v curek pogonske pare ter pot plinskih molekul od ustja črpalke do predčrpalke. Od tega je predvsem odvisna črpalna hitrost.
- termodinamične razmere v prostoru, kjer ima dostop pogonska para, tj. od vrelnika (bojlerja), dovodnih valjev, šob in delovnega prostora do kondenzacije na hladnih stenah črpalke.

Obe strani sta med seboj povezani. Tako npr. črpalna hitrost ni odvisna le od geometrije vstopnih delov črpalke, fizikalnih lastnosti črpanega plina in pogonske pare, ampak tudi od tlaka in temperature pare, privedene k šobam, njene hitrosti in gostote v **delovnem prostoru** (tj. prostor, kjer nastaja difuzija plinskih oz. zračnih molekul v curek pogonske pare).

Pojav, ki ima nasprotno smer kot difuzija, bomo imenovali **povratna difuzija**. Pri difuzijskih črpalakah govorimo o **povratni difuziji plina** in **povratni difuziji pare** ter njunem vplivu na lastnosti črpalke.

Pri izračunu črpalke moramo ugotoviti optimalno gostoto pogonske pare v delovnem prostoru, pri kateri sta obe povratni difuziji zanemarljivo majhni in zato ne zmanjšujeta črpalne hitrosti. Zato moramo dimenzionirati šobe in dovodne dele za paro, upoštevajoč temperaturo in tlak pare pri izviru (v vrelniku) in temperaturne padce ter spremembe tlaka na različnih mestih. Hitrost pare v delovnem prostoru je pri difuzijskih črpalakah med 100 in 600 m/s. Srednja termična hitrost plinskih molekul je približno istega velikostnega reda in je pri temperaturi dovodnih delov (ustja črpalke) 15°C za zrak približno 460 m/s (za vodik 1750 m/s). Mase molekul črpanih plinov so med $M = 2$ do 40, uporabljene pogonske tekočine (npr. silikonsko olje) pa so od 200 do 500. Iz tega sledi, da je kinetična energija pogonske pare v delovnem prostoru mnogo večja od črpanega plina, zato dobe plinske molekule

* Pripispevek je bil predstavljen na 3. konferenci o materialih in tehnologijah v Portorožu, okt. 1995

že po nekaj trkih z molekulami pare njihovo smer oz. smer curka.

Iz študija difuzije plina (zraka) v curek pogonske pare v delovnem prostoru izhajajo naslednje ugotovitve:

- Izstopna smer molekul plina ni odvisna od vstopne smeri v curek.
- Skozi curek pogonske pare prodre zelo majhno število plinskih molekul (srednja prosta pot plinskih molekul v pari mora biti zato manjša od debeline curka, ki prihaja iz šobe) in je zato večina plinskih molekul prenesena po površini curka, koncentracija plinskih molekul pa se večja v smeri od šobe proti steni črpalke.
- Povratna difuzija plina z večanjem kota med steno in smerjo curka narašča, s tem pa se manjša črpalna hitrost (teoretično je vpadni kot v mejah med 0° in 90°. Koti blizu 0° konstrukcijsko in funkcionalno niso mogoči, čeprav bi bila črpalna hitrost maksimalna. Koti blizu 90° pa pomenijo zmanjšanje črpalne hitrosti na nič.). Poiskati je treba neki optimalni kot, ki je tudi konstrukcijsko izvedljiv.
- Na površini parnega curka se plinske molekule tudi odbijajo, kar bomo zaradi poenostavitve vključili v pojem povratne difuzije plina.
- Nastopa tudi verjetnost, da plinske molekule prodre skozi curek pogonske pare brez trkov v obeh smereh, pri čemer je verjetnost, da prodre molekule iz izstopne smeri na vstopno večja zaradi višjega tlaka na izstopni strani.
- Ob steni črpalke nastane difuzni odboj molekul plina, nekatere plinske molekule proniknejo nazaj v črpani prostor (tj. v smeri ustja, od koder so priletele), druge pa se vrnejo v curek tik pred steno in se po nekaj trkih s parnimi molekulami in odbojih na steni znajdejo na izstopni strani. Ker je gostota pare ob steni najmanjša, je tu možnost povratne difuzije plina največja, odvisna pa je tudi od prej omenjenega vpadnega kota parnega curka na steno črpalke. Para pogonske tekočine (olja) se na hladni steni črpalke kondenzira in odteče nazaj v vrelnik.

Ugotovili smo že, da povratni tok plinskih in parnih molekul zmanjšuje efektivno črpalno hitrost. Kadar ta tok doseže velikost vstopnega plinskega toka, ali drugače povedano, ko je število vstopajočih plinskih molekul v curek pogonske pare enako izstopajočim, je efektivna črpalna hitrost enaka nič. Ravnotežni tlak, ki se pri tem vzpostavi v ustju črpalke imenujemo končni tlak črpalke p_0 .

Namen tega sestavka ni, da bi razpredali teorije o difuziji in s tem povezanim črpanjem, pač pa, da bi pokazali, kako praktično dimenzioniramo difuzijsko črpalko.

3 Izračun difuzijske črpalke

3.1 Glavne tehnične zahteve oz. osnovni podatki za izračun

- a) Črpalna hitrost pri 1.10^{-4} mbar 14.000 l/s (s hladno kapo nad 1. stopnjo)

- b) Končni tlaknižji od 1.10^{-6} mbar, olje (silikonsko) DC 704
- c) Mejni predtlakvečji od 2.10^{-1} mbar
- č) Notranji premer črpalke $d_0 = 651$ mm (zaradi kompatibilnosti s črpalkami drugih proizvajalcev)
- d) Višina celotne črpalke $H = 1121$ mm
- e) Število stopenj 3 ali 4; izbrali smo 4 stopnje za frakcionirno delovanje črpalke
- f) Material za sistem šob aluminij, debelina 2 mm

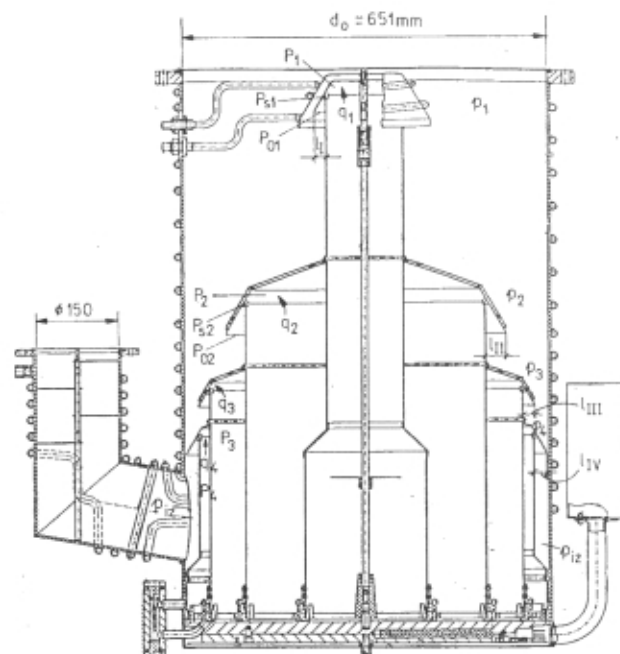
3.2 Izbira kompresijskega razmerja med posameznimi stopnjami

Izračun glavnih dimenzij sistema šob temelji na razmerah, ki vladajo pri največji obremenitvi, tj. pri najvišjem vstopnem tlaku, kjer lahko črpalna črpa največjo množino plina (največji pretok). V tem primeru doseže tlak plina v delovnem prostoru vseh šob maksimalno absolutno vrednost.

Ker smo izbrali sistem šob s štirimi stopnjami, moramo tlačno področje pri največjem pretoku, ki je navadno za difuzijske črpalke pri tlakih od 1.10^{-3} do nekajkrat 10^{-1} mbar, primerno razdeliti. Pri največji plinski obremenitvi in konstantnem pretoku se tlaki (plina, zraka) med posameznimi stopnjami ustale v razmerju črpalnih hitrosti vsake stopnje posebej (sl. 1). Torej:

$$p_{1max}:p_{2max}:p_{3max}:p_{4max}:p_{iz\ max} = S_{iz} : S_4 : S_3 : S_2 : S_1 \quad (1)$$

pri čemer je p_{1max} najvišji vstopni tlak nad 1. šobo ali kar na ustju črpalke, p_{2max} je vstopni tlak nad 2. šobo (ki je enak izstopnemu tlaku 1. šobe) itd. Tlak p_{iz} je izstopni tlak 4. šobe, ki je kar enak izstopnemu tlaku črpalke oz. predtlaku (predvakuumu), ki ga mora ustvariti rotacijska predčrpalna, če želimo, da difuzijska črpalna še normalno deluje z maksimalno močjo oz.



Slika 1. Sistem šob difuzijske črpalke ODF 650-G (p - tlaki plina oz. zraka, P - tlaki oljne pare)

maksimalnim pretokom plina. Ta razmerja razumno izberemo. Tlak (oljne) pare mora biti v delovnem prostoru, tj. v prostoru, kjer difundirajo molekule črpanega plina v curek pare, ki izstopa iz šob, najmanj dvakrat večji, kot je tlak plina na odgovarjajoči izstopni strani.

Za našo črpalko smo izbrali razmerje vstopnih tlakov oz. kompresijsko razmerje takole:

$$p_{1\max} : p_{2\max} : p_{3\max} : p_{4\max} : p_{iz\max} = 1:3:20:100:300 \quad p_{1\max} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \quad (2)$$

Pri maksimalnem vstopnem tlaku plina: $p_{1\max} = 1 \cdot 10^{-3}$ mbar, so tlaki v tem razmerju naslednji:

$$\begin{aligned} p_{1\max} &= 1 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \\ p_{2\max} &= 3 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \\ p_{3\max} &= 2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \\ p_{4\max} &= 1 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \\ p_{iz\max} &= 3 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \end{aligned}$$

Tlak pare v delovnem prostoru pa mora biti, kot rečeno, vsaj dvakrat večji, kot je izstopni tlak plina za odgovarjajočo šobo. Torej:

$$\begin{aligned} P_{01} &= 6 \cdot 10^{-3} \text{ mbar} \\ P_{02} &= 4 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \\ P_{03} &= 2 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \\ P_{04} &= 6 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} \end{aligned}$$

(Opomba. Izstopni tlak plina za 1. šobo je npr. $3 \cdot 10^{-3}$ mbar, kar je tudi vstopni tlak za 2. šobo)

3.3 Izračun glavnih dimenzij štiristopenjske oljne difuzijske frakcionirne črpalke

3.3.1 Izračun 1. šobe

Vstopna odprtina (visokovakuumska stran ali ustje črpalke) je: $d_0 = 651$ mm (zahteva investitorja) in ima površino $F_0 = 3328,52$ cm², njena prevodnost C_0 za zrak je v molekularnem področju pretokov 38.611 l/s.

V splošnem je črpalna hitrost odvisna od prevodnosti (konduktance) vseh vstopnih delov. Upoštevati moramo tudi prevodnost cevi dolžine l_0 (sl. 2) in l_1 ter prevodnost odprtine (kolobar površine F_1) ob prvi šobi.

Zato je prevodnost in z njo tudi efektivna črpalna hitrost S vedno manjša od prevodnosti vstopne odprtine C_0 .

Za izračun črpalne hitrosti S (l/s) uporabljamo naslednji obrazec 2:

$$S = \frac{d_0^2}{((\alpha/12,1) + \gamma/(12,1(1-\beta)^2) + (1+\beta)\omega) + 1/(9,1(1-\beta^2)H_{01})} \quad (3)$$

pri tem je:

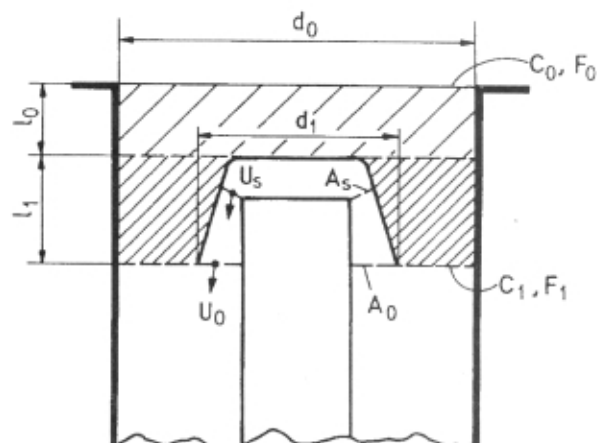
d_0 /cm/ premer ustja črpalke

$\alpha = l_0/d_0$ razmerje med dolžino vstopnega valja in premerom d_0

$\beta = d_1/d_0$ razmerje med premerom 1. šobe in premerom d_0

$\gamma = l_1/d_0$ razmerje med višino 1. šobe in premerom d_0

ω , faktor, ki je odvisen od razmerja d_1/d_0 in je tabeliran /2/



Slika 2. Vstopni del difuzijske črpalke s 1. šobo - shematski prikaz

Splošno je H_0 faktor črpalne hitrosti, ki podaja razmerje med črpalno hitrostjo S , merjeno na ustju črpalke, in prevodnostjo odprtine oz. ustja C_0

H_{01} , faktor črpalneja razmerje med črpalno hitrostjo S , merjeno na ustju črpalke, in prevodnostjo vstopnih delov do ravnine, ki jo predstavlja kolobar ob 1. šobi (sl. 2)

H_{02} , H_{03} , H_{04} ... analogno kot za H_{01} , le da gre za prevodnost vseh vstopnih delov do ravnine, ki jo predstavlja kolobar ob 2. oz. 3. in 4. šobi.

Dimenzije, kot so: l_0 , l_1 , d_1 , primerno izberemo.

Idealno bi bilo vzeti npr. $l_0 = 0$ (oz. $\alpha = 0$), vendar si tega ne moremo privoščiti. Zaradi kondenzacije povratnih oljnih par, predvsem iz delovnega prostora 1. šobe, naj bi bil črpalnin valj (ohišje) čim višje hlajen. Ker pa bomo nad 1. šobo uvedli hladno kapo (zahteva investitorja), vzamemo $l_0 = 20$ mm, torej $\alpha = 0,03$.

Za osnovni izračun vzamemo $\beta = 0,31$ (β za hladno kapo pa 0,36), kar odgovarja $d_1 = \beta \cdot d_0 = 200$ mm (za hladno kapo pa je $d_{1k} = 235$ mm), odgovarjajoča faktorja ω sta po tabeli iz literature /2/ 1,088 oz. $\omega_k = 1,265$.

Faktor γ priporočajo /2/ izbrati med 0,1 in 0,5. Ta faktor vsebuje višino 1. šobe. Pri tem je zelo pomembno razmerje iztočne hitrosti pare u_0 in kritične u_s (v najožjem delu šobe), torej u_0/u_s . To razmerje je sorazmerno razmerju presekov A_0/A_s (sl. 2). Iz diagrama na sl. 3 je razvidno, da je pri $A_0/A_s = 3,3$ razmerje $u_0/u_s = 2$. Iztočna hitrost pare v Lavalovi divergentni šobi je torej dvakrat večja, kot je kritična u_0 v najožjem delu šobe. Za našo črpalko smo po več korekturah glede na obstoječe dovodne cevi in konstrukcijo vzeli $l_1 = 75$ mm, pri tem je $\gamma = 0,115$ oz. pri hladni kapi $l_{1k} = 99$ mm, kjer je $\gamma_k = 0,152$.

Faktor črpalne hitrosti H_{01} , ki se giblje pri oljnih črpalnih med 0,3 in 0,5, smo izbrali za izračun približno srednjo vrednost, torej $H_{01} = 0,46$. Upoštevajoč hladno kapo nad to (prvo) šobo pa $H_{01k} = 0,4$.

Če vstavimo izbrane podatke v enačbo 3, dobimo črpalno hitrost naše črpalke (brez hladne kape) v l/s:

$$S_1 = 65.1^2 / ((0.03/12.1) + (0.115/(12.1(1-0.31)^2(1+0.31) 1.088))) + (1/(9.1(1-0.31^2) 0.46)) = 15.094 \text{ l/s}$$

z upoštevanjem hladne kape pa: $S_{1k} = 12.615 \text{ l/s}$.

(Opomba. Črpalna hitrost 1. šobe S_1 je kar enaka črpalni hitrosti celotne črpalke S .)

3.3.2 Izračun dimenzij naslednjih šob

Iz enačbe za pretok plina:

$$q_{1\max} = p_{1\max} \cdot S_1 \quad (4)$$

ter zaradi kontinuitete plinskega toka in zaradi pogoja, da ne smejo biti prekoračeni dopustni vstopni tlaki, sledi:

$$p_{1\max} \cdot S_1 = p_{2\max} \cdot S_2 = p_{3\max} \cdot S_3 = p_{4\max} \cdot S_4 = p_{iz\max} \cdot S_{iz} \quad (5)$$

oziroma:

$$S_1 : S_2 : S_3 : S_4 : S_{iz} = p_{iz\max} : p_{4\max} : p_{3\max} : p_{2\max} : p_{1\max} \quad (6) = (1)$$

Ker pa je črpalna hitrost posamezne stopnje premosorazmerna površini odprtine (krožnemu kolobarju ob šobi) in odgovarjajočemu faktorju H_0 , lahko pišemo zgornjo enačbo 6 takole:

$$F_1 H_{01} : F_2 H_{02} : F_3 H_{03} : F_4 H_{04} = p_{4\max} : p_{3\max} : p_{2\max} : p_{1\max} \quad (7)$$

(Opomba. Upornost dovodov med posameznimi šobami je zanemarljivo majhna in je ne upoštevamo.)

Sledi:

$$F_2 = \pi/4(d_0^2 - d_2^2) \geq \pi/4(d_0^2 - d_1^2) (p_{1\max}/p_{2\max}) (H_{01}/H_{02}) \quad (8)$$

$$F_3 = \pi/4(d_0^2 - d_3^2) \geq \pi/4(d_0^2 - d_2^2) (p_{1\max}/p_{3\max}) (H_{02}/H_{03}) \quad (9)2$$

$$F_4 = \pi/4(d_0^2 - d_4^2) \geq \pi/4(d_0^2 - d_3^2) (p_{3\max}/p_{4\max}) (H_{03}/H_{04}) \quad (10)$$

Izbrali smo:

$$H_{01} = 0,46 \quad H_{03} = 0,2$$

$$H_{02} = 0,4 \quad H_{04} = 0,2$$

Vrednosti za H_0 za drugo in naslednje šobe smo vzeli manjše, kar je v skladu z eksperimentalnimi dognanji, da se ta faktor zmanjšuje zaradi večje gostote pare in plina.

Če postopoma ustavljamo v zgornje enačbe odgovarjajoče vrednosti, dobimo velikosti površine kolobarjev ob šobah: F_2 , F_3 in F_4 . Iz tega pa se da izračunati odgovarjajoče premere

$$(npr.: $d_2 = \sqrt{d_0^2 - (4F_2 / \pi)}$ itd.).$$

V našem primeru smo izračunali naslednje premere: $d_2 = 505 \text{ mm}$, $d_3 = 603 \text{ mm}$, $d_4 = 643 \text{ mm}$.

Pri konstrukciji črpalke smo morali upoštevati polzečo plast kondenzata (olja), ki zmanjšuje efektivni premer črpalkega valja, zato smo izračunane premere d_2 , d_3 in d_4 primerno zmanjšali za nekaj mm, in sicer:

$$d_2 = 500 \text{ mm}, d_3 = 600 \text{ mm}, d_4 = 640 \text{ mm}$$

Dalje sledi iz enačbe 5 oz. 6, da mora biti:

$$S_{iz} \geq S_1 (p_{1\max}/p_{iz\max}) \geq 15.094 (1.10^{-3}/3.10^{-1}) \geq 50,3 \text{ l/s} \geq 180 \text{ m}^3/\text{h} \quad (11)$$

Iz tega izhaja zahteva po dimenzioniranju predvakuumskega priključka in kapaciteti predčrpalke pri $p_{iz\max} = 3.10^{-1} \text{ mbar}$.

Konduktanca predvakuumskega voda mora biti enaka ali večja od 50 l/s oz. najmanj 180 m³/h. Zadostuje sicer cev premera 60 mm, vendar jo vzamemo z notranjim premerom 150 mm, ker bomo vanjo vgradili še lovilnik par in tudi zato, ker je zahteva investitorja, da mora biti predvakuumski priključek DN ISO 160, kot ga imajo podobne črpalke drugih proizvajalcev.

3.3.3 Dimenzioniranje divergentnih Lavalovih šob

Potem ko smo v prejšnjem poglavju izračunali zunanje dimenzije šob iz izbranih tlačnih razmerij in črpalnih hitrosti za posamezne šobe, se bomo sedaj osredotočili na izračun minimalne debeline curka oljne pare v delovnem prostoru, tj. prostoru, kjer nastopa difuzija, z namenom, da bi dosegli izbrana kompresijska razmerja. Za prvo šobo smo vzeli razmerje $p_{2\max} : p_{1\max} = 3:1$ in tlak pare v delovnem prostoru $P_{01} = 6.10^{-3} \text{ mbar}$.

Debelino curka na izstopni strani šobe izračunamo po naslednjem obrazcu:

$$l_I = (\ln(100(p_{2\max}/p_{1\max})) (T_1 10^{-3} / \delta_{1,2} P_{01})) = (2,3 \times 416,5 \log 300) / (118 \times 6) = 33,5 \text{ mm} \quad (12)$$

pri tem je T_1 temperatura nasičene pare, ki jo izračunamo za olje DC 704 po empiričnem obrazcu, ki ga podaja proizvajalec, podjetje Dow Corning iz ZDA.

$$T_1 = 5570 / (11,025 - \log P) = 5570 / (11,025 + 2,34679) = 416,5 \text{ K} \quad (13)$$

(P v torr; $6.10^{-3} \text{ mbar} = 4,5.10^{-3} \text{ torr}$). Faktor $\delta_{1,2} = 118$ za DC 704 in zrak /1,3/. Vzamemo l_I je 30 mm.

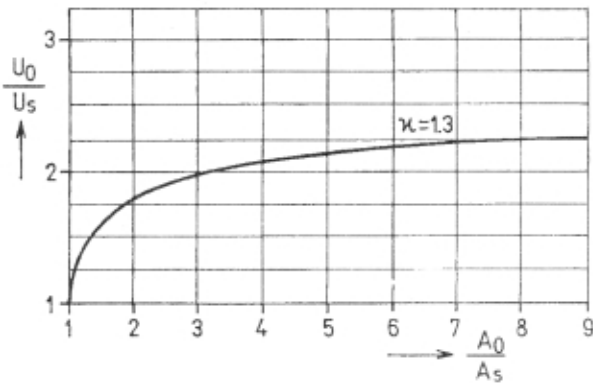
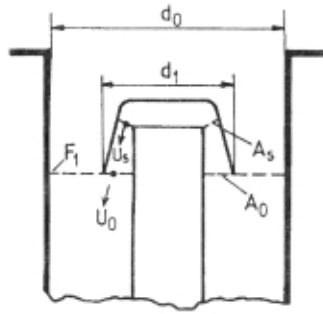
Na podoben način izračunamo dolžine l_{II} , l_{III} in l_{IV} tudi za druge šobe, ki pa smo jih prilagodili tako, da smo dobili ustrezna razmerja A_0/A_s . Tako je:

$$l_{II} = 35 \text{ mm}$$

$$l_{III} = 20 \text{ mm}$$

$$l_{IV} = 20 \text{ mm}.$$

Iz teorije divergentnih Lavalovih šob je znano, da je pri razmerju specifičnih toplot (pri konstantnem tlaku in



Slika 3. Odvisnost razmerja hitrosti u_0/u_s od razmerja presekov A_0/A_s pri $\kappa = 1,3$

konstantnem volumnu) za pline in približno tudi za pare $\kappa = 1,3$ in razmerju $A_0/A_s = 3$ (slika 3) iztočna hitrost u_0 približno dvakrat večja od kritične hitrosti u_s v najožjem delu šobe. Z večanjem razmerja A_0/A_s bistveno sicer ne povečamo u_0/u_s (npr. pri $A_0/A_s = 8$ je $u_0/u_s = 2,25$), vendar je iz praktičnih razlogov priporočljivo imeti visoka razmerja, ki jih še vedno lahko zmanjšamo s povečanjem najožjega dela šobe. Tki. "dolge" šobe tudi lepo usmerjajo curek pogonske pare v delovni prostor, da je čim manj stresanih molekul, ki povečujejo povratni tok parnih in plinskih molekul v smeri črpanega prostora.

Za našo črpalko smo izbrali dve velikosti najožjega dela šobe, in sicer: $s_1 = 2,25$ mm ter $s_2 = 2,5$ mm. Izračunana razmerja A_0/A_s so v tabeli 1.

Tabela 1. Razmerje A_0/A_s za posamezne šobe ter razmerje med izparilno površino v vrelniku in kritičnim presekom šobe A_{izp}/A_s

Šoba	A_0/A_s		A_{izp}/A_s	
	$s_1=2.25$ mm	$s_2=2.5$ mm	$s_1=2.25$ mm	$s_2=2.5$ mm
1.	15,9	14,3	35,8	32,1
2.	16,7	15,1	34,4	31,0
3.	9,2	8,2	24,6	22,1
4.	9,2	8,2	17,2	15,5

Iz teh razmerij lahko ugotovimo, da so relativno visoka in da nam dopuščajo (predvsem pri 1. in 2. šobi) povečanje kritičnega preseka (A_s), s tem pa tudi zmanjšanje iztočne hitrosti pare, kar pride v poštev pri

eksperimentalnem ugotavljanju odvisnosti črpalne hitrosti od nastavitve kritičnih presekov šob.

3.3.4 Izračun pretoka pare

Iz gladine olja v vrelniku (bojlerju) se upari iz enote površine v enoti časa neka množina pare q . Iz termodinamike je znana enačba za množino pare, ki gre skozi šobo. Za 1. šobo je:

$$q_1 = 1,33 f(\kappa) \sqrt{RT/M} A_{s1} P_1 \quad (14)$$

$$P_1/P_{s1} = ((\kappa+1)/2)^{1/\kappa} \kappa^{-1} \quad (15)$$

za $\kappa = 1,3$ je $P_1/P_{s1} = 1,83$. Vrednost funkcije $f(\kappa)$ je za olje, kjer je $\kappa = 1,3$, enaka: $f(\kappa) = 0,668$.

A_{s1} je kritični presek 1. šobe v cm.

P_1 je tlak pare v dovodnem valju pred 1. šobo

P_{s1} je tlak pare v kritičnem preseku 1. šobe

P_{01} je tlak v delovnem prostoru, ki smo ga že prej določili (6×10^{-3} mbar).

Če predpostavimo zaradi poenostavitve, da teče para od kritičnega preseka A_{s1} skozi ustje A_{01} v stožčastem curku stalne debeline k steni črpalke, potem je zaradi kontinuitete toka pare npr. za 1. šobo:

$$P_{s1}/P_{01} = d_0/d_1 = 651/200 = 3,255 \quad (16)$$

$$P_{s1} = 3,255 P_{01} = 3,255 \times 6 \times 10^{-3} \approx 2 \times 10^{-2} \text{ mbar} \quad (17)$$

$$P_1 = 1,83 P_{s1} = 1,83 \times 1,95 \times 10^{-2} = 3,6 \times 10^{-2} \text{ mbar} \quad (18)$$

Poglejmo še nekatere zanimive vrednosti za tlake oljne pare! V tabeli 2 so zbrani podatki za našo črpalko.

Tabela 2. Tlaki oljne pare ob posameznih šobah (slika 1)

šoba n	P_{0n} (mbar)	P_{sn}/P_{0n}	P_{sn} (mbar)	P_n (mbar)
1.	6×10^{-3}	3,225	2×10^{-2}	$3,6 \times 10^{-2}$
2.	4×10^{-2}	1,302	$5,2 \times 10^{-2}$	$9,5 \times 10^{-2}$
3.	2×10^{-1}	1,085	$2,2 \times 10^{-1}$	4×10^{-1}
4.	6×10^{-1}	1,017	$6,1 \times 10^{-1}$	1,1

Tlaki v vrelniku morajo biti še nekoliko višji zaradi njihovega padca na poti do odgovarjajoče šobe, kar moramo v natančnejšem izračunu upoštevati.

Razmeje med površino olja v vrelniku in kritičnem preseku za posamezne šobe (A_{izp}/A_s) je podano v tabeli 1.

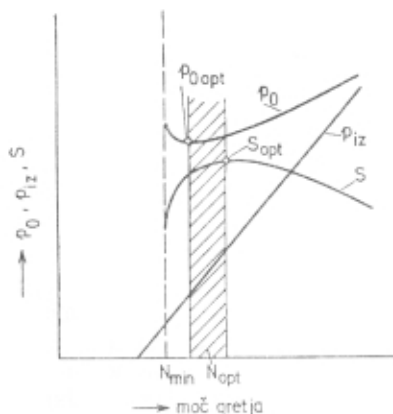
3.4 Gretje črpalke

Energija za pogon difuzijske črpalke se porablja za:

- 1) kritje toplotnih izgub, ki izvirajo iz nezaželenega odvajanja iz ogreth delov črpalke
- 2) ogrevanje cirkulirajoče množine pogonske tekočine do vrelišča in
- 3) odparevanje.

Prvo je čista izguba in jo moramo omejiti na najmanjšo mero. Pri kovinskih črpalnah z zunanjim ogrevom so lahko izgube do 50%. Druge in tretje izgube so neobhodno potrebne za obratovanje črpalke. Lahko jih zmanjšamo, če omejimo množino pare na potrebni minimum z izbiro optimalne vrednosti delovnih tlakov. To pa lahko ugotovimo le eksperimentalno, kajti končni tlak črpalke, mejni predtlak in črpalna hitrost so povezani z močjo gretja, tako kot je razvidno iz diagrama na sliki 4.

Za oceno moči gretja obstajajo obrazci, ki pa jih tu ne bomo navajali, najdemo jih lahko v literaturi [1,2]. Obstaja izkustveno načelo, da je potrebna grelna moč pri majhnih kovinskih črpalnah okoli 5 W na vsak l/s črpalne hitrosti, za največje črpalke (do 55.000 l/s) pa okoli 0,5 W na l/s. Za našo črpalno z izračunano črpalno hitrostjo ca 15.000 l/s smo instalirali grelnike s skupno močjo 13 kW (0,866 Ws/l), da bi imeli možnost ugotavljanja optimalnega gretja, smiselno tako, kot je prikazano na sliki. 4.



Slika 4. Odvisnost končnega tlaka p_0 , iztopnega tlaka p_{iz} in črpalne hitrosti S v odvisnosti od gretja N ; N_{min} je najmanjša moč gretja, pri katerem črpalna še lahko deluje, N_{opt} je optimalno gretje [2].

3.5 Hlajenje črpalke

Hlajenje spada funkcionalno h krožnemu procesu pogonskega olja v črpalni. Ko oljne pare zadenejo ob steno ohišja črpalke, se morajo kondenzirati. Stene morajo biti zato hlajene. Najprej moramo ugotoviti, koliko energije mora sprejeti hladilna površina. Želimo tudi, da je zgornji del črpalke čim bolj hladen, tj. na temperaturi 15 do 20°C. Dopustni dvig temperature na iztoku vode ne sme biti večji kot 10°C. Iztočno temperaturo hladilne vode lahko reguliramo z velikostjo pretoka. Moč, ki jo moramo odvesti, je enaka tisti, ki je potrebna za ogrevanje cirkulirajoče množine pogonske tekočine do vrelišča in za odparevanje. Seveda pa se ne moremo izogniti tudi delnemu odvzemanju čiste

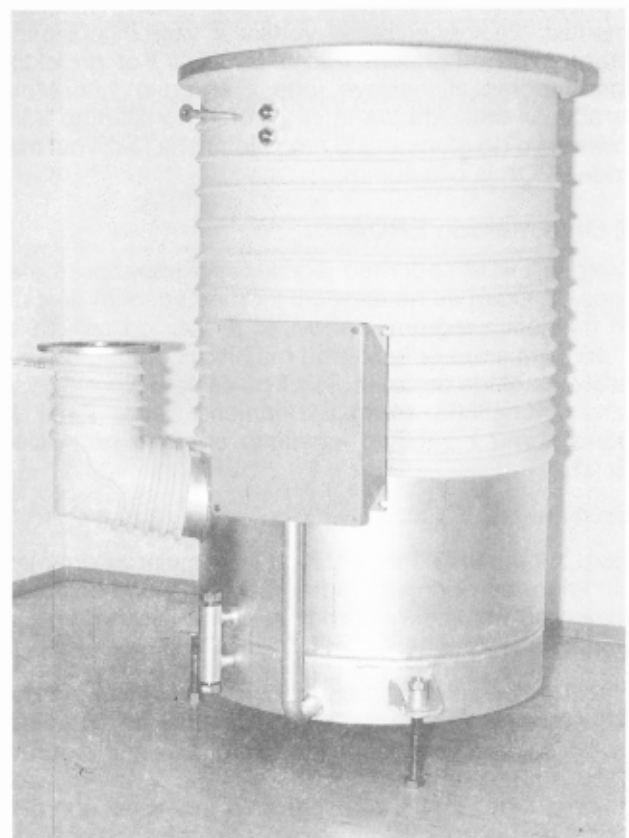
izgubne toplote, ki je konstrukcijsko pogojena. Za hlajenje naše črpalke smo predvideli porabo vode 800 l/h oz. 13 l/min pri vhodni temperaturi 20°C in izhodni 30°C. Poleg črpalkega plašča ter predvakuumskega priključka smo dodatno hladili tudi kapo, ki je bila montirana nad prvo šobo, zaradi zmanjšanja povratnega toka oljnih par iz te šobe, ki je največji ob zagonu in izklopu gretja črpalke ter pri preobremenjenosti, tj. v področju mejnega predtlaka.

4 Sklep

Razvili smo visokovakuumsko difuzijsko frakcionirno štiristopenjsko oljno difuzijsko črpalno (sl. 5) s sesalno odprtino 651 mm na temelju izračuna, ki je v grobih obrisih predstavljen v tem delu. Izračunana črpalna hitrost je okoli 15.000 l/s (pri tlaku $1 \cdot 10^{-4}$ mbar), s hladno kapo pa okoli 12.600 l/s. Izmerjeni podatki so predstavljeni v posebnem članku: Meritve in optimizacija delovanja VV oljne difuzijske črpalke premera 650 mm (Avtorji: A. Pregelj, J. Gasperič, S. Sulčič).

5. Literatura

- /1/ J. Gasperič, Projektiranje in konstruiranje kovinske frakcionirne difuzijske vakuumske črpalke (magistrsko delo), Ljubljana, dec. 1964
- /2/ L. Zobač, Zaklady vakuové techniky, SNTL, Praha, 1954
- /3/ L. Zobač, Príspevek k teorii difuznich vyviev, Slaboproudy Obzor, 16, 1955, 10, 541-549
- /4/ J. Gasperič, Izračun in projektiranje štiristopenjske oljne difuzijske frakcionirne črpalke z vgrajenim lovilnikom par, Dokumentacija IEVT, Ljubljana, julij 1984
- /5/ M.H. Hablanián, Prevention of overload in high-vacuum systems, Proc. of AVS, Seattle, 1991
- /6/ M. Hablanián, K. Caldwell, The overload conditions in high-vacuum pumps, Proc. of Society of vacuum coaters, March, 177-22, 1991, Philadelphia, USA



Slika 5. Difuzijska črpalna ODF 650-G

MERJENJE GLOBINSKE PORAZDELITVE KONCENTRACIJE VODIKA Z METODO ERDA

B. Zorko, M. Budnar, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana, Slovenija

Measurement of depth profiles of hydrogen by ERDA method

ABSTRACT

A nuclear spectroscopic method ERDA installed in the laboratory for atomic spectroscopy at the J. Stefan Institute will be introduced. The depth profiles of hydrogen in polyimide (kapton) and amorphous silicon (a-Si:H) measured by ERDA method are presented.

POVZETEK

V prispevku predstavljamo jedrsko spektroskopsko metodo ERDA, ki smo jo vpeljali v laboratoriju za atomske raziskave na Institutu Jožef Stefan v Ljubljani. Z metodo ERDA smo izmerili globinsko porazdelitev vodika v vzorcih polimida (kapton) in amorfne silicija (a-Si:H).

1 Uvod

Vodik lahko odločilno vpliva na fizikalne in kemijske lastnosti materialov. Med redkimi spektroskopskimi metodami za merjenje koncentracije vodika je zelo uspešna spektrometrija prožno odrinjenih jeder-ERDA /1/ (Elastic Recoil Detection Analysis). Metoda temelji na elastičnem trku med vpadnim delcem-projektilem in jedrom lahkega elementa v snovi. Odlikujejo jo primerna občutljivost, saj lahko izmerimo koncentracijo vodika pod 0.1 at.%. Dobra je njena globinska ločljivost, ki je nekaj 10 nm, ter se ponaša z dokaj natančnimi rezultati ($< \pm 15\%$).

V prispevku bomo predstavili metodo ERDA in rezultate meritev /2/ koncentracije vodika v vzorcih polimida (kapton) in amorfne siliciju (a-Si:H). Kot projekte smo uporabljali helijeve ione z energijo 1,45 MeV. Izračunali smo, da sta imela vzorca konstantno koncentracijo do globine 200 nm. Globinska ločljivost metode ERDA je bila 40 nm.

2 Opis metode ERDA

Metoda ERDA sodi med jedrske spektroskopske metode/3/. Opira se na elastični trk med vpadnim delcem in mirujočim jedrom v snovi, ki je lažji od projektila. Odrinjena jedra odletijo pod majhnim kotom glede na smer vpadlega delca, projektili pa se nato sipljejo v vse smeri. Kinetična energija odrinjenih jeder $E_2(x)$ je sorazmerna z začetno kinetično energijo projektilov $E_0(x)$:

$$E_2(x) = K_{ERDA} E_0(x). \quad (1)$$

Sorazmernostni koeficient K_{ERDA} imenujemo kinematski faktor za odrinjena jedra. Odvisen je od količnika mas med mirujočim jedrom in projektilom ter kota φ pod katerim ta delec odleti.

Nabit delci pri prodiranju skozi snov skoraj zvezno izgubljajo kinetično energijo zaradi sodelovanja z elektroni v snovi. Izgubo kinetične energije na enoto opravljene poti imenujemo zavorna sila (S). V spektru odrinjenih jeder imajo zato največjo kinetično energijo tista jedra, ki jih projektili izbijejo s površine tarče. Izbita jedra, ki priletijo iz večje globine, pa imajo manjšo kinetično energijo. V prvem približku je kinetična ener-

gija odrinjenih jeder sorazmerna z globino, iz katere so prileteli. Sorazmernostni koeficient je skupna zavorna sila S_{ERDA} , ki upošteva izgubo kinetične energije projektila od površine tarče do določene globine in izgubo kinetične energije odrinjenega jedra do površine tarče. Z merjenjem kinetične energije odrinjenih jeder dobimo tako informacijo, kje v tarči so se jedra lahkkih elementov nahajala:

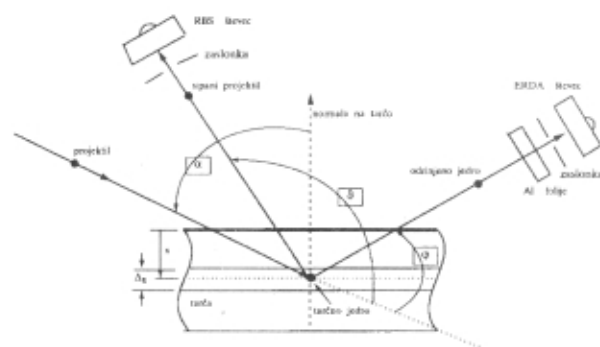
$$x = (1/S_{ERDA}) \cdot (K_{ERDA} E_0(x) - E_2(x)). \quad (2)$$

Če želimo določiti, kolikšen je delež posameznega elementa v tarči, moramo meriti tudi pridelek $P_k(x)$ sipanih delcev. Število delcev na interval kinetične energije imenujemo pridelek. Pridelek je pri določeni kinetični energiji sorazmeren s koncentracijo posameznega elementa $C_k(x)$ v snovi. Kot vemo, je kinetična energija delca sorazmerna z globino (enačba 2). Tako z metodo ERDA izmerimo porazdelitev koncentracije vseh elementov, lažjih od projektila, v odvisnosti od globine v vzorcu:

$$C_k(x) = P_k(x) S_{ERDA}(x) (\lambda \frac{d\sigma(E_0(x), \varphi)}{d\Omega} \Delta\Omega)^{-1}. \quad (3)$$

Z λ označimo konstanto, povezano z nekaterimi merskimi parametri, $d\sigma/d\Omega$ pa je diferencialni sipalni presek za odrinjena jedra, ki odloča o sipanju v prostorski kot $\Delta\Omega$. Če uporabimo kot projekte helijeve ione, lahko analiziramo vodik in njegova izotopa.

Poleg odrinjenih jeder sočasno zaznavamo tudi projekte, ki se sipljejo na težjih jedrih. Sipani projektili pri čelnem trku odletijo pod velikim kotom glede na vpadno smer. Ta pojav je osnova za spektroskopsko metodo s povratno sipanimi projektili - RBS (Rutherford Back-scattering Spectrometry) /4/. Z metodo RBS merimo globinske porazdelitve koncentracije elementov, ki so težji od projektila. Projektili se sipljejo tudi pod majhnim kotom glede na vpadno smer žarka. Če želimo meriti le pridelek odrinjenih jeder, jih moramo ločiti od sipanih projektilov. Najenostavneje to storimo tako, da postavimo aluminijevo folijo v curek odrinjenih



Slika 1. Odbojna eksperimentalna razporeditev metod ERDA in RBS. Z α označimo vpadni kot projektilov. Odrinjena jedra merimo pod kotom φ , sipane projekte pa zaznavamo pod kotom θ glede na smer vpadlih delcev.

in sipanih delcev pri izbranem kotu. Projektili so težji in imajo večjo zavorno silo od odrinjenih jeder. Primerno debela folija prepusti le odrinjena jedra. Na sliki 1 je shematsko prikazana t.i. odbojna eksperimentalna razporeditev metod ERDA in RBS.

3 Eksperiment

Merilno opremo, ki smo jo uporabili pri eksperimentu, sestavljajo a) Van de Graaffov pospeševalnik, ki nam je rabil kot izvir helijevih ionov, b) merilna celica, v kateri so dvoosni goniometer /5/ z nosilcem tarče in števca za zaznavanje delcev in c) detekcijski sistem, ki podpira delovanje števecv.

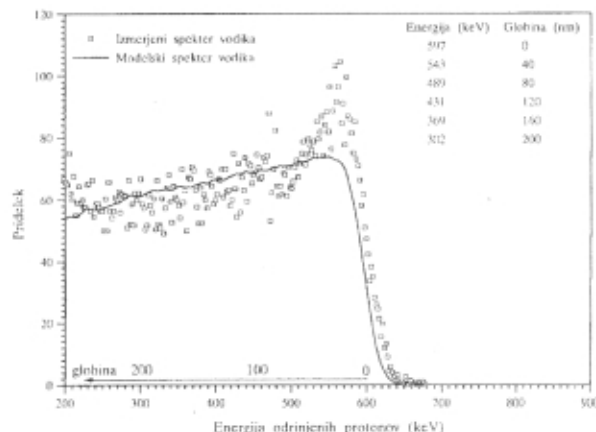
Curek helijevih ionov vodimo po pospeševalni cevi skozi magnetno polje, s katerim izbiramo njihovo kinetično energijo. Žarek pred vstopom v merilno celico omejimo z dvema zaslonkama. Z vrtenjem dvoosnega goniometra izberemo kot, pod katerim helijevi ioni vpadajo na tarčo. Za zaznavanje odrinjenih in sipanih projektivov uporabljamo polvodniška silicijeva števca s površinsko zaporno plastjo-SBD (Surface Barrier Detector). S prvim števcem (ERDA števec) zaznavamo odrinjene protone. Nahaja se pod kotom 20° glede na vpadno smer helijevih ionov. Pred števcem je 4 μm debela aluminijeva folija, s katero ločimo odrinjene protone od sipanih helijevih projektivov. Drugi števec (RBS števec) pa je postavljen pod kotom 150° in nam rabi za zaznavanje sipanih helijevih ionov na jedrih elementov, ki so težja od helijevih ionov. V merilni celici imamo vakuum 1 mPa. Detekcijski sistem, ki podpira delovanje števecv, je sestavljen iz predojačevalnika, napetostnega izvira za števec, ojačevalnika, ADC pretvornika in večkanalnega analizatorja. Spekter opazujemo na zaslonu računalnika, ga shranimo in nato analiziramo.

4 Rezultati

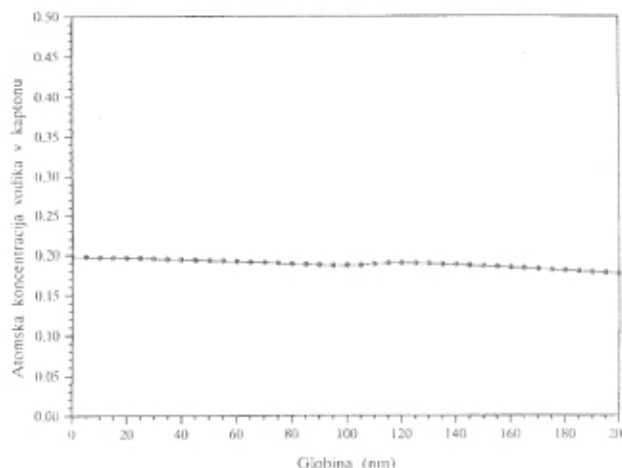
Z metodo ERDA smo izmerili globinsko porazdelitev koncentracije vodika v kaptonu, ki je polimerni poliimid in amorfne siliciju (a-Si:H). Kot projekte smo uporabljali helijeve ione z energijo 1,45 MeV. Odrinjene protone smo zaznavali pod kotom 20° glede na vpadno smer žarka, sipane projekte pa pri kotu 150°. Tarči sta bili zasukani za kot 80° od smeri žarka.

Kaptonski vzorec je rabil kot standardni vzorec, saj ima znano sestavo. Tarčo smo preiskovali do globine 200 nm. Iz izmerjenega spektra ERDA kaptona, ki je prikazan na sliki 2, smo izračunali, da je porazdelitev koncentracije vodika v kaptonu konstantna in je bila 20 at.% (slika 3). Iz spektra RBS smo izračunali še koncentracije ogljika (63 at.%), kisika (10 at.%) in dušika (7 at.%). Kinetična energija odrinjenih protonov s površine vzorca je 597 keV. Z umerjeno metodo ERDA smo izmerili še spekter vodika v amorfne siliciju (slika 4) in iz njega izračunali globinsko porazdelitev koncentracije vodika. S slike 5 je razvidno, da je bila tudi v tem vzorcu porazdelitev koncentracije vodika konstantna od globine 30 nm do 200 nm. Delež vodika je bil 12 at.%. V vrhnji plasti, ki je debela 30 nm, je delež vodika 38 at.%. Odstopnost pripisujemo onesnaženju tarče pred meritvijo. Z metodo RBS pa smo se prepričali, da v vzorcu od 30 do 200 nm ni bilo znatnih koncentracij drugih primesi in tako razliko med 100 in 12% pripišemo siliciju.

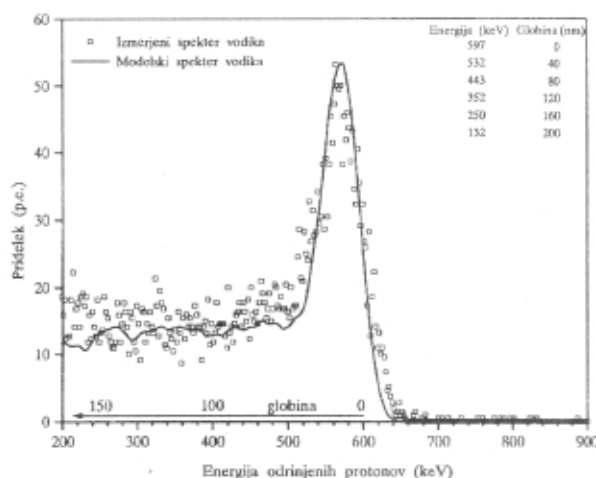
V tabeli je prikazana odvisnost kinetične energije odrinjenih protonov od globine v kaptonu.



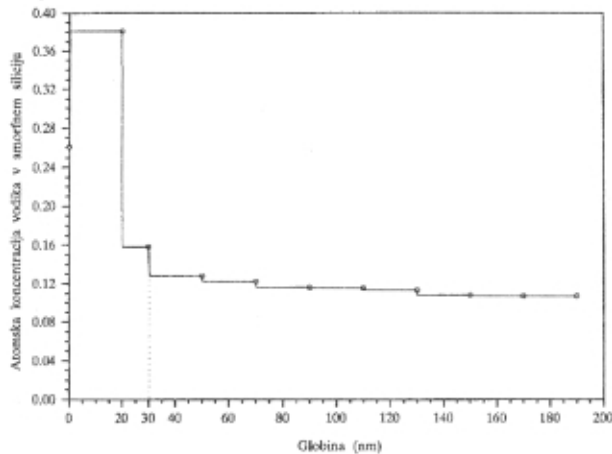
Slika 2: Spekter ERDA vodika v kaptonu.



Slika 3. Globinska porazdelitev atomske koncentracije vodika v kaptonu.



Slika 4. Spekter ERDA vodika v amorfne siliciju. V 30 nm debeli vrhnji plasti je 15 at.% vodika več kot v plasti amorfne silicija. To dejstvo je posledica onesnaženja tarče med meritvijo. Iz tabele je razvidno, kako se kinetična energija odrinjenih protonov spreminja z globino v amorfne siliciju.



Slika 5. Atomska koncentracija vodika v odvisnosti od globine v amorfni siliciji.

5 Sklep

Pri metodi ERDA, ki smo jo vpeljali v laboratoriju za atomske raziskave, se je pokazalo, da je lahko uspešno orodje za merjenje koncentracije vodika v snovi. Iz izmerjenih spektrov odrinjenih protonov smo ocenili, da je bila atomska koncentracija vodika v kaptonu 20 at.%, v amorfni siliciju pa 12 at.%. V obeh primerih je bila porazdelitev koncentracije vodika konstantna do globine 200 nm. Pri eksperimentu se je pokazalo, da na novo vpeljana metoda ERDA in že vpeljana metoda /6/ RBS tvorita zelo močno orodje za natančno določanje sestave materialov, saj lahko sočasno izmerimo globinske profile večine kemijskih elementov v opazovanih vzorcih. Za zanesljivejše rezultate bodo potrebne dodatne izboljšave merilnega sistema in analitskega postopka.

6 Literatura

- /1/ J. L. Ecuyer, J. Appl. Phys., 47 (1976), 881
- /2/ B. Zorko, Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, 1995
- /3/ M. Budnar, et. al., Vakuumist 14/3, 1994
- /4/ W. K. Chu, et. al., Backscattering spectrometry, Academic Press, New York, 1978
- /5/ Z. Šmit, Magistrsko delo, Univerza v Ljubljani, 1984
- /6/ P. Pelicon, Diplomsko delo, Univerza v Ljubljani, 1991

Mednarodna konferenca o raziskovalnih možnostih, ki jih nudijo sinhrotroni tretje generacije, Lipica, Slovenija, 25.-29. maj 1996

Od 25. do 29. maja 1996 bo v Lipici mednarodna konferenca o raziskovalnih možnostih, ki jih nudijo sinhrotroni tretje generacije (International Conference on New Opportunities for Research at Third Generation Light Sources). Na konferenci bodo sodelovali uveljavljeni strokovnjaki s področja uporabe sinhrotronske svetlobe v znanosti in industriji, ki bodo predstavili najnovejše rezultate iz karakterizacije materialov in površin, uporabe sinhrotronske svetlobe v mikroelektroniki, mikromehaniki, kemiji, biologiji in medicini. Vabljeni smo tudi raziskovalci iz Slovenije, saj je udeležba na konferenci najprimernejši način spoznavanja uporabnosti sinhrotronske svetlobe.

Prvo obvestilo je izšlo v začetku decembra in ga dobite pri:

Lipica Conference
c/o Institut Jožef Stefan
Jamova 39
P.O.B. 100
61111 Ljubljana
tel (061) 177 3453
faks (061) 219 385
E-mail @Lipica ijs.si

Štipendija Welchovega sklada za leto 1996

Komite Welchovega sklada pri mednarodni zvezi za vakuumsko znanost, tehniko in uporabe (IUVSTA) je kot vsako leto objavil razpis za šolnino za mladega raziskovalca, ki se želi izpopolnjevati na področju vakuumskih znanosti in tehnologij. Namenjena je kot nagrada enemu od mladih, ki so končali študij na univerzi, pri čemer imajo prednost kandidati z že opravljenim doktoratom znanosti. Štipendija v višini 12.500 ameriških dolarjev je enoletna in prične teči 1. septembra 1996. Izplačuje se v treh obrokih: prvi obrok 6000 \$ na začetku, drugi 6000 \$ po šestih mesecih in zadnji 500 \$ po predaji končnega poročila. Kandidat si lahko sam izbere laboratorij, kjer bo delal, zaželeno pa je, da je zaradi mednarodnega značaja štipendije v tujini.

Od kandidatov se zahteva, da govorijo jezik dežele, v kateri se nameravajo izpopolnjevati, ali angleško.

Obrazec za prijavo dobite pri:

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

Prijavo z ustreznimi prilogami je treba poslati na ta naslov najkasneje do 15. aprila 1996. Kandidat bo o izbiri obveščen konec julija ali v začetku avgusta. Doslej še ni bilo prijav iz Slovenije in funkcionarji IUVSTA so predstavnike našega društva že večkrat vzpodbujali, da naj se okorajžijo tudi Slovenci.

A.P.

DOLOČANJE RELATIVNE KONCENTRACIJE VIBRACIJSKO EKSCITIRANIH MOLEKUL VODIKA

Iztok Čadež*, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, Ljubljana

DETERMINATION OF RELATIVE CONCENTRATION OF EXCITED HYDROGEN MOLECULES

ABSTRACT

The method for determination of the vibrational excitation of hydrogen molecules is described. The method is based on the detection of H⁺ ions, formed by the dissociative attachment of low energy electrons (between 0 and 4.5 eV). The method allows the detection of vibrational states of H₂ molecule up to v=9 (up to v=10 for HD and up to v=13 for D₂).

POVZETEK

Opisana je metoda za določanje vibracijske ekscitacije molekul vodika. Temelji na detekciji H⁺ ionov iz procesa disociativnega zajetja elektronov z majhno energijo (med 0 in 4,5 eV). Metoda omogoča detekcijo vibracijskih stanj H₂ molekule do v=9 (do v=10 za HD oz. v=13 za D₂).

1 UVOD

Vpliv atomske fizike na druga področja fizike, druge naravoslovne vede kot tudi na različne tehnološke dejavnosti, je velik. Posebno je očiten pri razvoju novih instrumentalnih metod, ki slonijo na specifičnih lastnostih posameznih atomskih delcev. Takšnih primerov je veliko, omenimo naj samo uporabo specifičnih lastnosti atomov ali molekul pri razvoju laserjev, plazemskih tehnologij, ki se uporabljajo pri razvoju novih materialov, ter razvoj novih metod za določanje minimalnih sledi specifičnih snovi v različnih vzorcih. Sistematično raziskovanje posameznih lastnosti atomov in molekul je v bistvu izredno donosna dejavnost, saj poleg tega, da pogloblja razumevanje fundamentalnih lastnosti materije in osnovnih zakonitosti, ki v mikrosvetu obstajajo, tudi bistveno vpliva na razvoj drugih fundamentalnih znanosti (druga področja fizike, npr. astrofizike, kemije, biologije), tehnologije, medicine in tako prispeva k izboljšanju kakovosti vsakdanjega življenja.

O enem primeru razvoja nove merilne metode, ki sloni na poznavanju detajlov atomskih procesov, bo govora v tem prispevku. Poznavanje specifičnih lastnosti disociativnega zajetja elektronov majhne energije na molekule vodika smo uporabili za razvoj popolnoma nove metode za določanje stanj rotacijsko-vibracijske ekscitacije teh molekul. Zanimivo je, da je, zaradi simetrije molekule, življenjska doba različnih vibracijsko in rotacijsko ekscitiranih stanj popolnoma proste molekule vodika izredno velika, od okoli 24 dni pa do več let (najnižja rotacijska stanja).

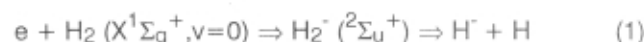
Velik je temeljni pomen vibracijsko in rotacijsko ekscitiranih vodikovih molekul, tako v naravi kot tudi pri različnih raziskavah tehnološkega pomena. Naj samo omenimo pomen za astrofiziko /1/, za intenzivne volumske izvire H⁺ ionov /2/ in za procese na površinah /3/. Rekombinacija atomov vodika na površinah je naj-

bolj elementaren katalitični proces, zato je zelo pomembno poznavanje lastnosti molekul, ki se pri tem tvorijo /4/. Poleg metode, opisane v tem prispevku, obstajajo tudi laserske metode, ki omogočajo detektiranje ro-vibracijskih nivojev vodikovih molekul /5/. Te metode so praviloma dražje, omogočajo zadostno občutljivost zaznavanja nižjih ekscitiranih nivojev, so pa hitreje in imajo odlično ločljivost.

Z metodo, o kateri govorimo, smo prvič zaznali izredno veliko vibracijsko ekscitacijo molekul vodika, ki se tvorijo z rekombinacijo na površinah volframa in tantala /6/, in s tem pričeli bolj detajlno analizo tega procesa. Metodo smo uporabili za analizo vibracijske ekscitacije molekul vodika, nastalih pri rekombinaciji na površinah 12 različnih kovin /7/, kot tudi na površini amorfne ogljika /8/. Eksperimentalno metodo smo razvili v Laboratoire de Dynamique Moleculaire et Atomique, Université Pierre et Marie Curie, Paris, odgovarjajočo numerično zasnovano analizo eksperimentalnih spektrov pa na Institutu za fiziko v Beogradu.

2 EKSPERIMENTALNA METODA

Metoda za detekcijo vibracijsko ekscitiranih molekul vodika je že detajlno opisana /9/. Metoda sloni na lastnostih disociativnega zajetja elektronov na molekulo vodika v področju njenega najnižjega resonančnega stanja:



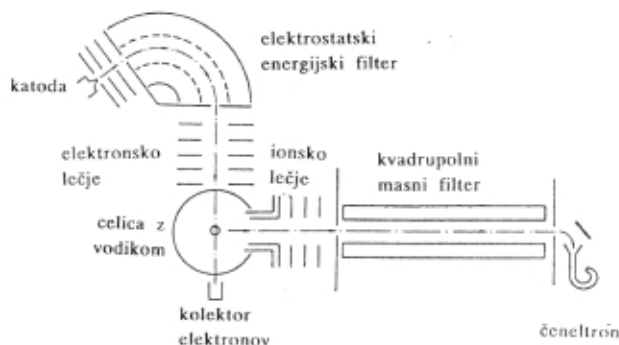
Disociativno zajetje je resonančni proces (dogaja se samo v ozkem intervalu energije vpadnega elektrona). Pri resonančnih procesih prihaja, v prvem koraku, do začasnega zajetja elektrona oziroma formiranja nestabilnega negativnega iona. Obstojnost tako formiranih negativnih ionov je različna za različne molekule in je lahko od približno 10⁻¹¹s pri O₂, 10⁻¹⁴s pri N₂ in 10⁻¹⁶s za proces (1) v H₂. Vedno prisoten način razpada takega nestabilnega iona je izpuščanje zajetega elektrona, to se pravi inverzni proces zajetja. Pri tem procesu, imenujemo ga resonančno sipanje elektrona, praviloma prihaja do bolj ali manj pomembnega vibracijskega ekscitiranja nevtralne molekule. V primeru, ko imajo neki atomi, ki tvorijo molekulo, pozitivno elektronsko afiniteto, je mogoč tudi razpad nestabilnega negativnega iona z disociacijo na nevtralni del in stabilni negativni ion. Ta, drugi kanal resonančnega procesa imenujemo disociativno zajetje.

Presek v maksimumu za disociativno zajetje (1) elektrona na molekulo H₂ je zelo majhen, 1,8x10⁻²¹cm²/10/. Proces ima prag pri 3,71 eV, presek pa je zaradi specifičnih lastnosti molekularnih potencialov ustreznih stanj končen, takoj nad pragom - vertikalni porast. Stabilni negativni ioni vodika, ki s tem procesom nastanejo, imajo energijo E_{H-} = 0,5(E_{eI} - 3,71 eV), kar pomeni, da je energija v bližini praga zelo majhna. Zelo

* stalni naslov: Institut za fiziko, Pregrevica 118, 11080 Zemun

pomembna lastnost tega najnižjega procesa disociativnega zajetja je, da ustrezeni preseki izredno hitro naraščajo, če je molekula vibracijsko ali rotacijsko ekscitirana - v začetku za več kot en velikostni red za vsako naslednje višje vibracijsko stanje /11/. Tako doseže preseki za disociativno zajetje na molekulo v vibracijskem stanju $v=5$ vrednost okoli 10^{-16}cm^2 ! Prag za disociativno zajetje na molekulo, ki ima energijo ro-vibracijske ekscitacije E_{ex} , je ravno za velikost te energije nižji od praga za primer $v=0$ oziroma se prag nahaja na $3,71 \cdot E_{\text{ex}}$, če energijo izrazimo v eV. Posebnosti disociativnega zajetja na vodik, so razlog, da je ta proces ugoden za diagnostiko vibracijske (in tudi rotacijske) ekscitacije te molekule. Ta ugodna naključja so: 1) relativno velika razdalja med vibracijskimi nivoji v vodik (okoli 0,5 eV za nižje nivoje) in s tem razmaknjeni pragovi za zajetje, 2) nastali ioni imajo majhno energijo pri pragu in 3) preseki so izredno veliki za molekule v višjih ekscitiranih stanjih.

Da bi opisane lastnosti disociativnega zajetja elektrona na molekule vodika uporabili kot diagnostično metodo, smo postavili eksperimentalno aparaturo, ki je shematsko prikazana na sliki 1.



Slika 1. Shematska predstavitev eksperimenta za določanje vibracijske ekscitacije molekul vodika

Elektroni, ki jih s termično emisijo sprošča katoda, tvorijo začetni elektronski curek, ki nato preide skozi elektrostatski energijski filter (127-stopinjski cilindrični, odklonski). S tem se zmanjša širina energijske porazdelitve prepuščenih elektronov na, značilno, okoli 60 meV. Te elektrone nato z ustreznim lečjem pospešimo ali zavremo do končne želene energije. Tako formirani curek elektronov seka pod pravim kotom curek vodika, ki ga želimo analizirati, in ga nato ujamo v kolektorju elektronov. Značilni tok elektronskega curka je okoli 20 nA. Vodik, ki ga analiziramo, prihaja iz celice, ki je bila opisana v prejšnjem prispevku /12/ (slika 4 v /12/). V njej prihaja do nastanka ro-vibracijsko ekscitiranih molekul vodika ob rekombinaciji atomov vodika na kovinskih stenah. Razni procesi v sami celici (rekombinacija na površini, prenos vibracijske energije molekul pri trkih s stenami ali z drugimi molekulami) so najbolj zanimivi in je njihovo raziskovanje tudi cilj našega eksperimenta. Bolj detajlni opis teh procesov in stanje njihovega trenutnega poznavanja bo objavljeno v prihodnjem prispevku v Vakuumistu.

Navpično na smer elektronskega curka in curka plina iz celice postavimo sistem za detekcijo nastalih H^+ ionov, ki ga sestavljajo:

- i) ionsko lečje, ki nam omogoči učinkovito zbiranje nastalih H^+ ionov z majhno energijo in oblikovanje ustreznega ionskega curka
- ii) kvadrupolni masni filter, ki je nastavljen tako da loči H^+ ione od elektronov in eventualno drugih negativnih ionov, in
- iii) čeneltrona, ki detektira posamezne ione. Čeneltron je postavljen zunaj osi, da bi fotoni ter metastabilni atomi in molekule čim manj prispevali k signalu ozadja. H^+ ione detektiramo z čeneltronom s standardno tehniko večkanalnega skaliranja.

Metodo, ki jo opisujemo, lahko uporabimo le v vakuumu (do okoli 10^{-5} mbar) zaradi nemotenega transporta elektronskega in ionskega curka in tudi zaradi ustreznih razmer za uporabo čeneltrona. Vakuumsko komora in črpalni sistem omogočata čisto delo z osnovnim vakuumom okoli 10^{-8} mbar.

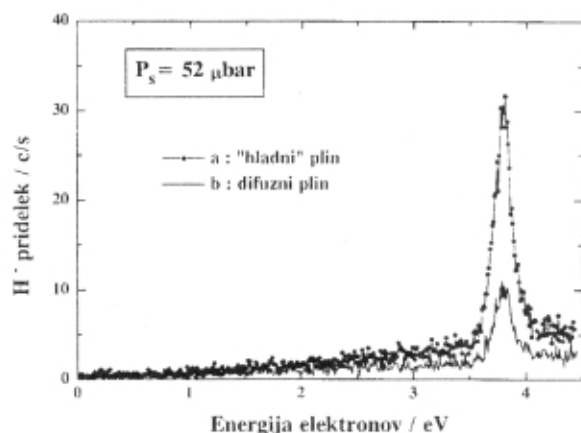
Populacijo vibracijske ekscitacije vodikovih molekul iz plinskega curka določimo iz spektra, ki ga dobimo, ko zvezno spreminjamo energijo elektronskega curka od okoli 0 eV pa do 4,5 eV. Istočasno s spreminjanjem energije elektronskega curka detektiramo H^+ ione. Na sliki 2 je prikazana odvisnost ionskega signala od energije elektronov za primer, ko je tarča vodik pri normalni, sobni temperaturi. Za energijo curka, manjšo od 3,6 eV, opazimo samo signal ozadja, medtem ko nato signal hitro narašča in dobimo maksimum, ki že nad okoli 4,1 eV ponovno preide v ozadje. Širina vrha signala je odvisna od širine energijske porazdelitve elektronskega curka, selektivnosti vhodne ionske optike na ione "nulte" energije in temperature plina. Vhodno ionsko lečje uporabljamo po načinu, znanem pod imenom "spektroskopijski pragov". Ker v opisanem eksperimentu ne uporabljamo tehnike diferencialnega črpanja, je del signala, ki ga izmerimo na opisani način, posledica trkov z molekulami, ki se nahajajo v preostali atmosferi vodika v celici. Te molekule ne prihajajo direktno iz celice, pač pa so tu zaradi počasnega izčrpanja in karakterizirajo molekule, ki so se velikokrat zaleteli ob stene vakuumske komore, predno so, naključno, prispeli nazaj do interakcijskega prostora. Da bi ocenili prispevek signala, ki je posledica tega, difuznega plina, snemamo posebej tudi H^+ signal, ko z istim pretokom vodika, in s tem pri enakem tlaku v vakuumski komori, vpuščamo plin skozi posebno stransko cev, ne pa skozi celico. V tem primeru imamo v vakuumski komori enakomerno porazdelitev plina in ustrezno manjši signal. Tako izmerjeni signal je za ilustracijo relativnega prispevka k signalu od difuznega plina prikazan na sliki 2 (krivulja b). Za oba spektra, kakor tudi za spekter (a) s slike 3, je bil čas zbiranja signala 10 s na kanal.

Skala za energijo elektronskega curka na sliki 2 in na naslednjih slikah je določena tako, da je vrh $v=0$ signala postavljen na 3,8 eV. Zaradi kontaktne razlike potencialov različnih materialov in drugih vzrokov pa obstaja pri eksperimentih z elektronskimi curki majhnih energij vedno razlika (tudi do nekaj sto meV) med eksperimentalno (določeno z razliko napetosti med katodo in prostorom interakcije) in pravo energijo elektronov. Precizno kalibracijo je možno narediti z natančnim merjenjem praga za disociativno zajetje (1)

ali pa, recimo, s pragom za proces formiranja ionskega para:

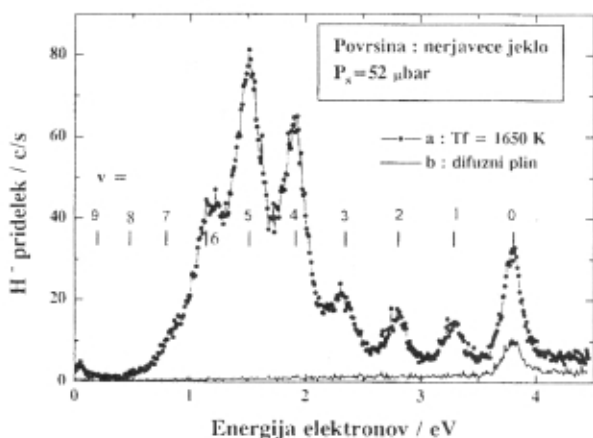


ki se nahaja pri nekoliko višji energiji (17,34 eV).



Slika 2. Odvisnost pridelka H^- ionov od energije elektronov: a) molekule iz celice niso vibracijsko ekscitirane - hladen plin; b) prispevek signalu od plina ozadja

Ko imamo v plinskem curku, ki prihaja iz celice, tudi molekule vodika, ki so vibracijsko ekscitirane, prihaja do disociativnega zajetja že pri nižji energiji elektronov in s tem tudi do spremembe H^- spektra glede na spekter na sliki 2. Primer spektra H^- ionov, dobljenega z vzorcem vodika, ki vsebuje tudi visoko ekscitirane molekule, je prikazan na sliki 3. V tem primeru vidimo niz vrhov v signalu pri energiji elektronskega curka, ki je nižja od tiste, na kateri se pojavi signal za molekule z $v=0$. Razlika energij vrha, ki odgovarja $v=0$, in nekega drugega vrha iz spektra je ravno enaka energiji ekscitacije molekul, iz katerih prihajajo ioni na tem



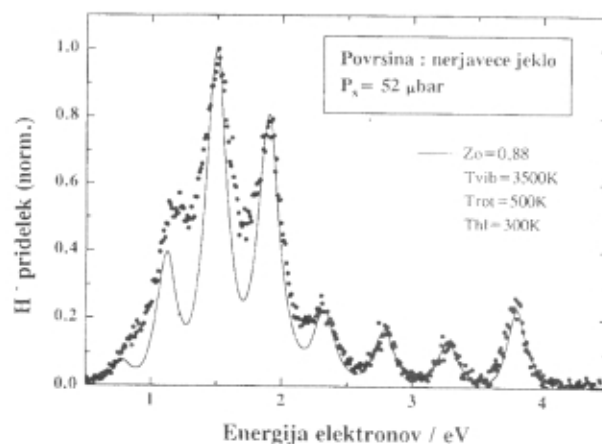
Slika 3. Odvisnost pridelka H^- ionov od energije elektronov: a) molekule iz celice so vibracijsko ekscitirane, s T_f označimo temperaturo volframske nitke za disociacijo; b) prispevek k signalu od plina ozadja - isto kot b na sliki 2

mestu. Tako je izmerjeni spekter v bistvu spekter ekscitacije vodikovih molekul v plinskem curku. Na sliki so z navpičnimi črtami predstavljeni položaji, ki odgovarjajo vrhovom za $v=0$ do 9. Prikazani spekter (a) s slike 3 je dobljen pri tlaku vodika v celici, $P_s=52 \mu\text{bar}$, ko na stene celice ni bilo naparjene druge kovine. To se pravi, da je ta spekter značilen za nerjaveče jeklo, iz katerega je celica narejena.

Pri obdelavi eksperimentalnih spektrov moramo najprej od signala odšteti prispevek difuznega plina in nato še približno linearno ozadje. Iz takega eksperimentalnega spektra dobimo relativno populacijo molekul v posameznih vibracijskih stanjih, če upoštevamo omejeno odvisnost presekov za disociativno zajetje od začetne ekscitacije molekul. Za to smo razvili posebni postopek dekonvolucije.

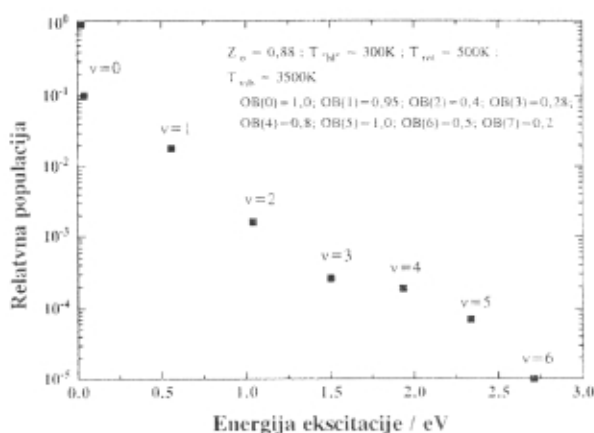
Z uporabo teorije lokalnega kompleksnega potenciala smo /9/ izračunali preseke za disociativno zajetje elektronov za vsa dosegljiva vibracijska stanja (do $v=9$ za H_2 , do $v=10$ za HD in do $v=13$ za D_2) za tri izotope molekule vodika (metoda, ki jo opisujemo, je uporabna za vse te izotope). Izračunali smo preseke za prvih 15 rotacijskih stanj vsakega od omenjenih vibracijskih stanj (razen za najvišja, kjer je bila omejitvev zgornja meja celotne ro-vibracijske energije). Če z eksperimentalnim profilom črt konvoluiramo produkte populacij in izračunanih presekov, ki jih postavimo na ustrezne energije, dobimo izračunan spekter, podoben eksperimentalnemu. Eksperimentalni profil črt dobimo iz spektra za hladni plin. Poskusne populacije spreminjamo, dokler ne dobimo zadovoljivo ujemanje izračunanega in eksperimentalnega spektra. Pri iskanju populacij vedno začnemo z Boltzmannovo porazdelitvijo za vibracijske (vibracijska temperatura T_v) in rotacijske (temperatura T_R) nivoje. Da bi dobili končno ujemanje izračunanega in eksperimentalnega spektra, prilagodimo posamezne intenzitete vibracijskih vrhov. Zaradi omejene ločljivosti spektrov ponavadi ni mogoče bolj detajlno opisati populacijo rotacijskih nivojev.

Na sliki 4 je prikazan primer analize eksperimentalnega spektra (a) s slike 3. Uporabljeni so bili naslednji parametri: $Z_0=0,88$ (kar pomeni, da je 88% prispevka v $v=0$ vrhu posledica molekul, ki niso nastale z rekombinacijo na površini), $T_{HI}=300 \text{ K}$ (temperatura teh, "hladnih" molekul), $T_{vib}=3500 \text{ K}$ (začetna približna vibracijska temperatura) in $T_{rot}=500 \text{ K}$ (rotacijska temperatura,



Slika 4. Eksperimentalni in izračunani spekter pridelka H^- ionov za značilen zgled - spekter a s slike 3

predpostavljeno enaka za vsa vibracijska stanja). Intenzitete posameznih vrhov so glede na Boltzmannovo, ki bi ustrezala temperaturi $T_{\text{vib}}=3500$ K, individualno korigirane z množenjem z naslednjimi faktorji: 1,0 (za $v=0$), 0,95 (za $v=1$), 0,4 (2), 0,28 (3), 0,8 (4), 1,0 (5), 0,5 (6), 0,2 (7). Primerjava izračunanega in eksperimentalnega spektra je zadovoljiva, čeprav oblike vrhov kažejo, da obstajajo neujemanja, ki so posledica različne rotacijske populacije molekul za različna vibracijska stanja. V izračunanem spektru je predpostavljena stalna rotacijska temperatura $T_R = 500$ K za celotni spekter. Zaradi omejene ločljivosti metode, vpliva rotacijska temperatura v glavnem na širino vrhov za posamezne vibracijske nivoje. Kot posebne vrhove ali bolj močne perturbacije oblik vibracijskih vrhov lahko zaznamo le višje (ponavadi $J=5$ in 7) rotacijske nivoje. S slike 2 je razvidno, da se pri rotacijski temperaturi 500 K ustrezno reproducirata le prva dva vibracijska vrhova ($v=1$ in $v=2$), da so pa vrhovi za višje vibracijske nivoje širši kar je posledica drugačne, višje, rotacijske temperature.



Slika 5. Porazdelitev populacij vibracijskih nivojev za spekter, prikazan na sliki 4 v odvisnosti od energije vibracijske ekscitacije

Končni rezultat analize eksperimentalnega spektra, ki je vključen v izračunanega s slike 4, je porazdelitev populacij vibracijskih nivojev, kar je za isti primer prikazano na sliki 5. Na tej sliki je prikazana relativna populacija nivojev glede na $v=0$ in v odvisnosti od energije vibracijske ekscitacije. Ugotavljamo, da prikazana porazdelitev odstopa od Boltzmannove, ki bi bila premica z naklonom, karakterističnim za T_v .

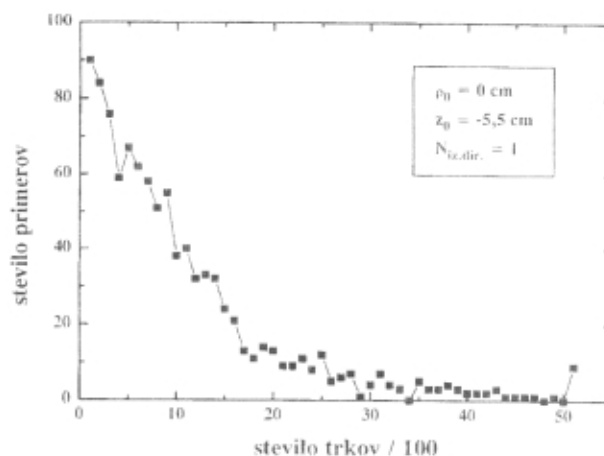
3 FORMIRANJE VIBRACIJSKO EKSCITIRANIH MOLEKUL

Tu bomo samo na kratko omenili način, kako pripravimo vodik z visoko vibracijsko ekscitacijo v celici. Kot je opisano v [12], imamo v celici, skozi katero prepuščamo vodik, vročo volframsko nitko, s katero povzročimo disociacijo molekul. Nastali atomi vodika se lahko pri trku ob kovinske stene celice adsorbirajo ali pa lahko pride do njihove rekombinacije z atomi, ki se na steni že nahajajo. Ta, drugi proces



je rekombinativna desorpcija, ki pripelje do vibracijske ekscitacije, ki je v naših eksperimentih opazimo. Reakcija (3) je dejansko najbolj elementarna kataliza in je zaradi tega njeno raziskovanje temeljnega pomena. V eksperimentih z opisanim sistemom lahko menjamo lastnosti površin z napajanjem različnih kovin, lahko spreminjamo tlak v celici in temperaturo njenih sten v območju od okoli 400 K pa do okoli 90 K.

V celici, v kateri z reakcijo (3) tvorimo vibracijsko ekscitirane molekule vodika, se dogajajo še drugi procesi, kar pripelje do tega, da interpretacija naših eksperimentalnih spektrov ni enostavna. Molekula ima nato, ko je formirana z reakcijo (3), majhno verjetnost, da direktno, brez trkov s steno, pride iz celice v prostor, kjer se sekata plinski in elektronski curek. Zaradi geometrijskih parametrov celice je ta verjetnost le okoli 0,1%. Na sliki 6 je pokazana porazdelitev števila trkov ob notranjo steno celice od trenutka nastanka pa do tedaj, ko molekula prileti skozi izhodno odprtino v območje interakcije oziroma v vakuumsko komoro. Porazdelitev s slike 6 je dobljena z računalniško simulacijo statističnega gibanja molekule v celici, brez upoštevanja medsebojnih trkov molekul. Predpostavljena je realna oblika in dimenzije celice: valj premera 37 mm in višine 55 mm s centralno izhodno odprtino premera 4 mm v sredi zgornje ploskve valja.



Slika 6. Porazdelitev števila trkov molekule na stenah celice po njenem nastanku z rekombinacijo na površini. Za prikazani primer vse molekule začnejo svojo pot v sredi dna celice. Računalniško je simuliranih 1000 naključnih primerov.

V splošnem se molekula po nastanku z rekombinacijo zaleti večkrat ob stene celice, predno prileti iz nje. Pri tem prihaja do spremembe njenega ro-vibracijskega stanja. V curku vodika, ki prihajajo iz celice, imamo torej neko "mešanico" molekul, ki so preživele različne nize dogodkov: i) molekule, ki so nastale z rekombinacijo in se nato večkrat zaletale ob stene celice, ii) molekule, ki so udarile ali nastale na vroči volframski nitki in nato po trkih z stenami celice priletele v interakcijski prostor ter iii) molekule, ki so po nekem številu trkov s stenami celice brez kakršne koli spremembe prišle v interakcijski prostor. Molekula doživi povprečno okoli 680 trkov,

preden prispe v prostor interakcije. Dejstvo, da v eksperimentih zaznamo veliko vibracijsko ekscitacijo, priča, da je vibracijska relaksacija pri trkih s površinami šibka.

V tej diskusiji smo zanemarili trke med samimi molekulami ter med molekulami in atomi v sami celici, kar je upravičeno glede na relativno nizek tlak v celici - največ do okoli 70 μ bar. Ker je srednja prosta pot za vodik $\lambda(\text{cm}) = 12/P_s(\mu\text{bar})$, imamo v našem primeru še vedno pomembno število tudi med-molekulskih trkov. Vseeno je njihov vpliv na eksperimentalne spektre majhen zaradi zelo majhne verjetnosti vibracijsko-vibracijskega (V-V), vibracijsko-rotacijskega (V-R) in vibracijsko-translatornega (V-T) prenosa energije pri posamičnem trku. Zanemarljivost vpliva volumnih trkov dokažemo iz nespremenjene oblike spektrov, ko spreminjamo tlak v celici pri posameznih eksperimentih. Spremembe tlaka v celici v območju med okoli 5 μ bar in 70 μ bar pripeljejo samo do proporcionalne spremembe intenzitete signala ne pa tudi do spremembe oblike spektra. Bolj verjetni so V-T prenosi pri trkih molekul z atomi vodika, toda v našem primeru je stopnja disocijacije vedno majhna, značilno okoli 1%.

Iz povedanega je razvidno, da je za točno interpretacijo rezultatov eksperimenta potrebna ustrezna statistična analiza. Vendar tudi brez take detajlne analize lahko sklepamo na določene lastnosti procesov.

4 REZULTATI

Z opisano metodo smo analizirali vpliv sestave sten v celici na vibracijsko ekscitacijo molekul, ki iz celice izhajajo. Na stene smo naparili tanke plasti, značilno okoli 0.1 μm , raznih kovin in opazili pomembne spremembe spektrov. Raziskali smo vpliv Al, Ag, Au, C, Cu, Fe, Mo, Nb, Ni, Pd, Pt, Re, Ta, Ti, W in nerjavečega jekla (meritev z čisto celico brez naporevanja). Ugotovljene so bile bistveno različne porazdelitve ro-vibracijskih stanj vodika za različne kovine in ti vplivi so zelo reproducibilni. V nekaterih primerih praktično nismo zaznali vibracijske ekscitacije ali pa je le-ta bila zelo šibka (srebro, renij, sveže naparjena površina zlata), pri nekaterih smo zaznali bolj ali manj izrazito ekscitacijo samo prvih treh ali štirih nivojev (platina, baker, stabilna plast zlata), pri nekaterih pa izrazito ekscitacijo do najvišjih nivojev (volfram, nerjaveče jeklo, molibden, tantal in še posebno aluminij in niobij). Posamezni primeri imajo svoje, zelo zanimive karakteristike. Tako, recimo, pri niobiju zaznamo poleg zelo velike vibracijske ekscitacije tudi zelo široke vrhove, kar pomeni, da je tudi rotacijska energija zelo visoka (okoli 2000 K). Pri tantalu je nasprotno: čeprav opazimo zelo visoko vibracijsko ekscitacijo, imamo najnižjo rotacijsko, samo okoli 600 K za visoke vibracijske nivoje in manj za nižje. Pri bakru imamo posebnost, da zaznamo veliko rotacijsko ekscitacijo, čeprav so ekscitirani le samo prvi trije vibracijski nivoji.

Po relativno površnem eksperimentalnem "obisku" mnogih vrst površin sledi detajlna analiza posameznih

primerov, ki so pokazali določene zanimive posebnosti. Prvo od teh raziskav smo pred kratkim naredili z zlatom. Dobro poznavanje mehanizmov za vzbujanje in gasitev vibracijske ekscitacije molekul vodika bo verjetno imelo pomembne, tudi praktično uporabne posledice.

5 SKLEP

V prispevku smo se omejili na opis metode za detektiranje ro-vibracijskih ekscitacij molekul vodika. Skupaj z metodo za določanje relativne stopnje disocijacije, ki je bila opisana v /12/, pa opisani eksperimentalni sistem predstavlja močno orodje za diagnostiko vodika, ki bi ga lahko uporabili tudi za dopolnilno diagnostiko plazme, v kateri je vodik prisoten primarno ali pa kot produkt reakcij. Eksperimente lahko nadalje razvijamo z dveh vidikov: da omogočimo meritev hitrosti molekul, ki iz celice prihajajo, in da z uporabo diferencialnega črpanja, omogočimo "čisti" eksperiment. To se pravi, da bi molekule, ki jih detektiramo, prihajale direktno v območje interakcije z elektronskim curkom brez trkov s površinami sten.

V prihodnjem prispevku bomo obravnavali proces rekombinativne desorpcije vodika in sedanje stanje poznavanja tega procesa.

LITERATURA

- /1/ W.W. Duley and D.A. Williams, *Interstellar Chemistry*, Academic Press, London, 1984
- /2/ M. Bacal and D.A. Skinner, *Comments At. Mol. Phys.*, 23 (1990) 283
- /3/ C.T. Rettner and M.N.R. Ashfold, *Dynamics of Gas-Surface Interactions*, The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 1991
- /4/ K. Christmann, *Introduction to Surface Physical Chemistry*, Springer, 1991; tudi: K.Christmann, *Surf. Sci. Rep.*, 9 (1988) 1
- /5/ I. Čadež, R.I. Hall, M. Landau, F. Pichou, D. Popović and C. Schermann, 14th International Symposium on the Physics of Ionized Gases (SPIG-88), Sarajevo, August 15-19, 1988. Progress Report, Eds. N.Konjević, L.Tanović and N.Tanović, Nova Science Publishers, Commack, NewYork, 1989, 93
- /6/ R.I. Hall, I. Čadež, M. Landau, F. Pichou and C. Schermann, *Phys. Rev. Lett.*, 60 (1988) 337
- /7/ I. Čadež, C. Schermann, M. Landau, F. Pichou, D. Popović, and R.I. Hall, *Z. Phys. D: At. Mol. Clusters*, 26 (1993) 328 in: Schermann C., Pichou F., Landau M., Čadež I. and R.I. Hall, *J. Chem. Phys.*, 101 (1994) 8152
- /8/ S. Gough, C. Schermann, F. Pichou, M. Landau, I. Čadež and R.I. Hall, *Ap. J.*, 1995, v tisku; tudi: C. Schermann, S.F. Gough, F. Pichou, M. Landau, R.I. Hall and I. Čadež, *Physical Chemistry of Molecules and Grains in Space*, 50th international meeting, 6-10 Septembre 1993, Mont Sainte - Odile, France; AIP Conference Proceedings No: 312: *Molecules and Grains in Space*, Ed. Irene Nenner, 1994, 801-9
- /9/ D. Popović, I. Čadež, M. Landau, F. Pichou, C. Schermann and R.I. Hall, *Meas. Sci. Technol.*, 1 (1990) 1041
- /10/ G.J. Schulz and R.K. Asundi, *Phys. Rev.*, 158 (1967) 25-9
- /11/ M. Allan and S.F. Wong, *Phys. Rev. Lett.*, 41 (1978) 1791-4
- /12/ I. Čadež, *Vakuumist*, 13/3 (1993) 16

OBVESTILO

Naročnike *Vakuumista* prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1996. Cena štirih številok, kolikor jih bo izšlo v letu, je 1000,00 tolarjev.

ZGODOVINA TEHNOLOGIJE TANKIH PLASTI

Stanislav Južnič*

History of thin film technology

ABSTRACT

The history of the thin film technology in the past hundred years is described. The special concern is put on the work done in Slovenia.

POVZETEK

Povzemamo sto let razvoja tehnologije vakuumskih tankih plasti. Posebna pozornost je posvečena raziskavam v Sloveniji.

1. UVOD

"Tanke plasti" so najprej izdelovali s kovanjem. Egipčanski mojstri iz Luxorja so znali že v XVIII dinastiji (1567-1320 p.n.š.) kovati zlato v 0,3 mikrometra debele lističe. Danes znamo skovati 0,1 do 0,05 mikrometra debele lističe, kar je skoraj nevidno pri pogledu od strani.

Sodobni naziv za specializirano tehnologijo "tankih plasti" se uporablja le za plasti, ki jih izdelamo s procesi nalaganja atoma na atom in ne s tanjšanjem razmeroma velikega kosa snovi.

Najstarejši tehniki nanašanja tankih plasti sta kemijska redukcija, ki je omogočala pripravo srebrne plasti za zrcala, in posrebevanje z električnim postopkom. Obe tehniki so iznašli pred več kot 150 leti.

V tej razpravi se bomo omejili na tanke plasti, ki jih izdelujemo v vakuumu. Zanje uporabljamo tri vrste tehnik: vakuumsko naprevanje, katodno razprševanje in kemijsko nanašanje.

XIX. STOLETJE

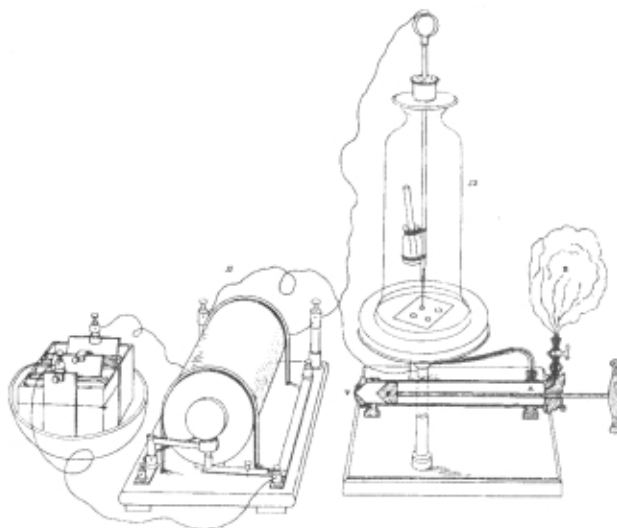
Prve vakuumske tanke plasti so opazili med raziskovanjem "katodnih žarkov" v Londonu in Bonnu. Že od Plückerjevega obiska pri Faradayu leta 1848 so Nemci in Angleži tesno sodelovali, saj so eksperimentalne naprave Angleža Gassiota uporabljali tudi v Bonnu in Münstru, razprave pa so sproti prevajali (Martin, 1944, 30, 33; Hittorf, 1869, 5, 202).

"Naprevanje" tanke plasti na stenah izpraznjene cevi sta prva opazila William R. Grove (1811-1896) leta 1853 in samostojno Plücker leta 1857 po električnem praznjenju ter Faraday leta 1857 med eksplozijo kovinske žice v vakuumu. Prve raziskave so dajale predvsem kvalitativne ugotovitve o trajanju "naprevanja" in legi "naparitve" glede na elektrodi (Južnič, 1994, 24-25). Tanke plasti so opazovali med raziskovanjem "katodnih žarkov" kot spremljevalni, večkrat moteči pojav.

Meritve na Angleškem

Gassiot je nadaljeval Faradayevo raziskovanje "katodnih žarkov". Ugotavljal je, da "naprevanje" katode iz platine ne more povzročati svetlobnih pojavov pri

praznjenju cevi, saj nima enake smeri v prostoru (1863, 134, 137; Plücker, 1857, 67). Preprečil je nastajanje kovinske usedline na stekleni steni okrog katode v izpraznjeni cevi, pred katero je postavil dodatno odprto cev z manjšim premerom. Katoda je potem ostala mrzla in nepoškodovana (Hittorf, 1869, 197-198, 210-211).



Slika 1. Shema naprave, s katero je W.R. Grove raziskoval razelektritve v plinih in leta 1853 prvič opazil pojav razprševanja katode

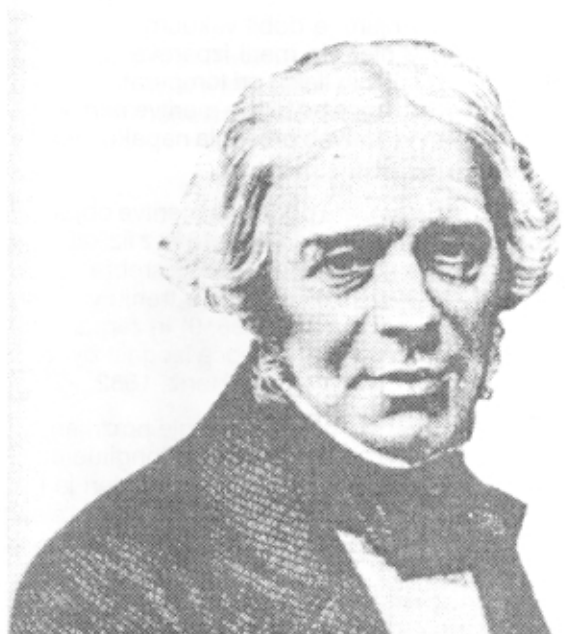
Meritve na Nemškem: Bonn

Plücker je v svoja eksperimentalna raziskovanja vnesel matematičnega duha, saj je opisoval vakuum kot nedosegljivo limbo (1858, 518). V svoji prvi razpravi o praznjenju električnega naboja skozi razredčene pline je 27.12.1857 objavil, da je mogoče med praznjenjem pozlatiti, posrebrati ali pobakriti stene cevi.

30.3.1858 je opazil, da se iz segrete katode iz platine razpršujejo delci proti anodi. Zato se notranjost dovolj majhne izpraznjene cevi prekrije z lepim zrcalom, na katerem lahko kemijsko dokažemo platino. Menjaval je primesi plinov v izpraznjeni cevi in ugotavljal, da npr. s fluorom in borom ne dobimo tankih plasti.

Nemški matematik Julius Plücker (1801-1868) se je začel ukvarjati z eksperimentalno fiziko kot začasni direktor fizikalnega kabineta univerze v Bonnu leta 1836 in predavatelj eksperimentalne fizike leta 1842 (Jungnickel, 1986, I/235). Po obisku pri Faradayu v Londonu leta 1848 je nadaljeval s kvalitativnimi poskusi tam, kjer so Faradayeva dela zaradi bolezni obstala. V Plückerjevem opusu si izmenoma sledijo pomembne raziskave v geometriji in eksperimentalni fiziki, kar je izjemen pojav v zgodovini znanosti. Po njegovi smrti je katedro in laboratorij za fiziko v Bonnu prevzel Rudolph Clausius (1822-1888).

* Stanislav Južnič je profesor fizike in računalništva na srednji šoli v Kočevju. Leta 1980 je diplomiral iz tehnične fizike na Fakulteti za naravoslovje in tehnologijo, magistriral pa leta 1984 iz zgodovine fizike na Filozofski fakulteti v Ljubljani.



Slika 2. Michael Faraday (1791-1867)

25.8.1858 je opazoval zelo tanko plast platine modre barve, zelo podobno tankim plastem zlata, ki jih je pred letom opisal Faraday. Lepa zrcala je dobil tudi s cinkovo elektrodo. Raziskoval je potek napajanja spreminjajoč debelino in dolžino elektrode v cevi (Plücker, 1858, 105, 113, 117, 68; Južnič, 1994, 25).

Nabit "izparjeni" delci so se čisti ali pomešani z delci plina odlagali na stene posode. Zato jih je lahko odklanjaj z magnetom tako, da je počrnil le posamezne dele cevi. Poročal je tudi o posebno lepim zrcalim iz platine na ravni podlagi (Plücker, 1859, 602, 614; 1862, 651).

Münster

Plücker je raziskoval predvsem spektre razredčenih plinov, njegovega učenca Hittorfa v Münstru pa je zanimala električna prevodnost. 9.10.1869 je raziskoval prevodnost plinov pri nizkih tlakih in visokih temperaturah. Pri razdalji med elektrodama 1 do 2 mm je zažarela elektroda iz platine, debela 1/2 mm. Kovina iz katere je bila katoda, je "naparila" zrcalo na steklo (1869, 210-211).

"Napajanje" platine z elektrode na steklo je manj motilo meritve pri uporabi večjih cevi, kot je bila Ruhmkorffova s 40 cm dolgo iskro na razstavi v Parizu leta 1867. Tam je spomladi 1867 eksperimentalno Plücker, septembra pa Hittorf (Hittorf, 1869, 202, 210).

Leta 1884 je Hittorf ugotavljal, da večina kovin "izpareva" iz katode že pred tališčem. Platina "izpareva", ko dobi spirala zaradi električnega toka v cevi barvo rumelega žara. Za 2 mm debele katode iz aluminija je potreboval kar 1000 med seboj povezanih Bunsenovih baterij, tlak v cevi pa je bil 2-3 mm Hg. "Napajanje" ob lepi, morsko zeleni barvi tlivne razelektritve je trajalo le nekaj sekund, med katerimi so se steklene stene pokrile z debelim sivim zrcalom.

V primeru ko katoda iz aluminija ni "izparila" do konca, je njena površina postala hrapava, polna tankih konic. Anoda je ostala nespremenjena. Hittorf je opisal tudi

"napajanje" praktičnih zrcal iz bakra (1884, 125-127, 130).

Pri nanašanju materiala katode na stene izpraznjene posode, v kateri so raziskovalci opazovali razelektritev, seveda ni šlo za napajanje, ampak za pojav, ki so ga že takrat poimenovali ionsko napajanje (angleško "sputtering", nemško "zerstäubung", rusko "raspilenie" in francosko "pulverisation"). Katoda izpostavljena obstreljevanju z visokoenergijskimi ioni iz plazme, se razpršuje. Vsak ion izbije določeno število atomov iz katode, ki se potem nalagajo na stene posode. Mehanizem razprševanja so razložili približno petdeset let po tistem, ko so ga prvič opazili, šele sto let pozneje pa so bili narejeni prvi kvantitativni modeli razprševanja (Behrisch, 1964, 297-300, Behrisch, 1981, 1-2).

Dunaj

V fizikalnem inštitutu Jožefa Stefana na Dunaju so se v sedemdesetih letih ukvarjali s plini, najprej z difuzijo nato pa s toplotno prevodnostjo. Z okoli 6 cm dolgo iskro so v izpraznjeni cevi dobili v pol ure lepo zrcalo iz platine. Niso pa še znali napolniti aluminija (Puluj, 1880, 870; Južnič, 1994, 25-26).

Strassburg: optične lastnosti tankih plasti

Presojnost tankih lističev zlata je preučeval že Thomas Young (1773-1829). Raziskovanja je nadaljeval britanski astronom Waren de la Rue (1815-1889) v sodelovanju s Faradayem, ki je leta 1857 preučeval presojnost tankih lističev cele vrste kovin, dobljenih s kemijskimi in elektrokemijskimi metodami. Zlate lističe je dobil tako, da je s praznjenjem leydenske steklenice napolnil vodnik iz zlata na steklo (Faraday, 1857, 320; Quincke, 1863, 369; Martin, 1944, 34).

Quincke je v Berlinu preučeval presojnost tankih plasti na zraku in v vakuumu (1863, 384). Pomembne raziskave optičnih lastnosti interferenčnih kolobarjev tankih lističev sljude so bile objavljene tudi v Avstriji (Stefan, 1864).

Nahrwold je marca 1888 v Helmholtzovem fizikalnem inštitutu preučeval naelektritev razžarjene katode iz platine v evakuirani cevi. Opazil je, da se katoda iz platine veliko manj razpršuje v vodikku kot na zraku (1888, 119, 121; Bunshah, 1994, 939).

Kundt je novembra 1885 uporabil napravo, podobno tisti, s katero je septembra 1877 Američan A.W.Wright opazil interferenčne kolobarje v plasteh različnih kovin, razpršenih iz katode. Deset cm dolg navpični stekleni valj je na obeh straneh zaprl z gladkima steklenima ploščama. S spodnje strani je zatalil elektrodo iz aluminija, od zgoraj pa katodo iz kovine, namenjene za razprševanje, ki jo je pritrdil s kavčukom na cev, tako

Nemški fizik Avgust Adolph Kundt (1839-1894) je leta 1886 kot profesor fizike v Strassburgu objavil prvo razpravo, ki je bila v celoti posvečena vakuumskim tankim plastem. Tesno je sodeloval s svojim učencem Wilhelmom Konradom Röntgenom (1845-1923), tedaj že profesorjem v Würzburgu, ki se je v tem Kundtovem delu srečal s "katodnimi žarki", ki so mu deset let pozneje prinesli svetovno slavo.

da jo je lahko med meritvami menjaval. Veliki indukcijski aparat je vzbujal z 3-6 Bunsenovimi elementi. Uporabil je različne kovine, vendar so se mu poskusi najbolj posrečili s platino. Pri katodi dolgi 2 cm, premera 0,2-0,5 mm je postavil vodoravno ploščo na razdaljo 2-12 mm. Iz posode je pazljivo odstranil kisik in vodno paro. Tudi z mikroskopom ni bilo mogoče najti nehomogenosti na tako dobljenih zrcalih v obliki stožca s povprečno debelino 10 nm in največjo debelino tik pod katodo.

Kundta je presenetilo odkritje dvojnega loma svetlobe odbite na meji med kovino in stekleno podlago zrcala. Tanko plast je opisal kot kristalno elastično membrano, ki je neenakomerno napeta zaradi naboja razpršenih delcev in zato povzroča dvojni lom. Leta 1888 je izmeril tudi lomni količnik zrcala iz platine (Kundt, 1886, 60-61, 65, 70; 1888, 473-474; Bunshah, 1994, 939).

Berlin: kondenzacija in izparevanje

J. Celestin Jamin (1818-1886) v Parizu in Heinrich Gustav Magnus (1802-1870) v Berlinu sta raziskovala kondenzacijo par in plinov na površinah trdih teles in pokazala pomembnost adsorbiranih plasti in povezavo s kemijskimi procesi na površini, kot je kataliza.



Slika 3. Heinrich Hertz (1857-1894)

Heinrich Hertz (1857-1894) je leta 1882 kot asistent Hermana von Helmholtza (1821-1894) v Berlinu v dveh delih raziskoval hitrost nalaganja snovi pri destilaciji kovinskega živega srebra v vakuumu. Dognal je, da je hitrost izparevanja sorazmerna razliki ravnotežnega tlaka živega srebra pri določeni temperaturi in hidrostatičnega tlaka na površini snovi, ki izpareva. Živo srebro je bilo pripravnejše za meritev od vode zaradi velike prevodnosti. S sočasnim črpanjem z živosrebno

črpalko in s segrevanjem je dobil vakuum z manj kot tisočinko mm Hg. V njem je meril izparevanje živega srebra pri devetih različnih tlakih pri temperaturah med 100°C in 200°C. Uporabne so bile le meritve nad 80°C, kjer je velikost tlaka zaznavno preseгла napako meritve 0,02 mm Hg.

Poleg Hertza so v istem letu podobne meritve objavljali tudi G.Hagen ter Ronker in Black leta 1883 z fizikalnega instituta v Berlinu. Meritve lastnosti živega srebra so bile zanimive zaradi Helmholtzove teorije o trenju v fluidih (Hittorf, 1883, 721; Jungnickel, 1986, 9) in zaradi uporabe v črpalkah, saj se ni bilo mogoče izogniti živosrebrenim param v izpraznjenih ceveh (Hertz, 1882, 222).

Helmholtz si je obetal, da bo raziskovanje praznjenja v vakuumu potrdilo njegovo domnevo o longitudinalni komponenti transverzalnega valovanja, h kateri je usmerjal vse Hertzove meritve, vključno z odkritjem elektromagnetnih valov leta 1888 (Južnič, 1994, 24).

Hertz je iz svojih meritev izpeljal temeljno enačbo za hitrost izparevanja, ki jo po poznejših dopolnitvah imenujemo Hertz-Knudsenova. Leta 1909 je Danec Knudsen dokazal veljavnost kosinusnega zakona za izparevanje S, Zn, Ag, in SbS₃. 24.6.1915 je dokazal, da je Hertz zaradi nečistoč na površini živega srebra dobil manjše vrednosti od napovedi teorije.

Leta 1913 je Irving Langmuir (1881-1957) ugotovil, da se Hertz-Knudsenova enačba nanaša na izparevanje iz prostih površin. Pri General Electricu je najprej preučeval vezi med atomi v tanki plasti plina na kovinskih vodnikih, ki je zanimala že Humphryja Davyja (1778-1829) leta 1822, saj je plin po segrevanju katode pokvaril vakuum (Hittorf, 1883, 735, 741). Pozneje je Langmuir raziskoval enomolekulske tanke plasti na vodi in na steklu, za katere se je zanimal že Lord Rayleigh (1842-1919). Za teorijo adsorpcije zaradi nenasičenih valentnih vezi atomov na površini plasti je Langmuir dobil leta 1932 Nobelovo nagrado za kemijo.

TANKE PLASTI V XX. STOLETJU

Tlivna razelektritev je v XX. stoletju ostala le še zanimiv svetlobni pojav. Raziskovanje se je usmerilo v dotlej manj pomembni spremljevalni pojav naprševanja tankih plasti (Hippel, 1926, 1043).

Tanke plasti na steklu

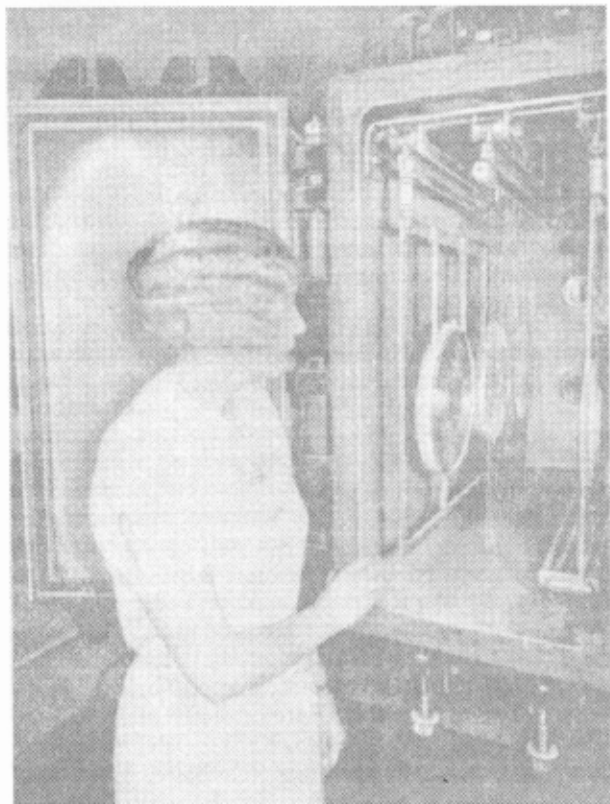
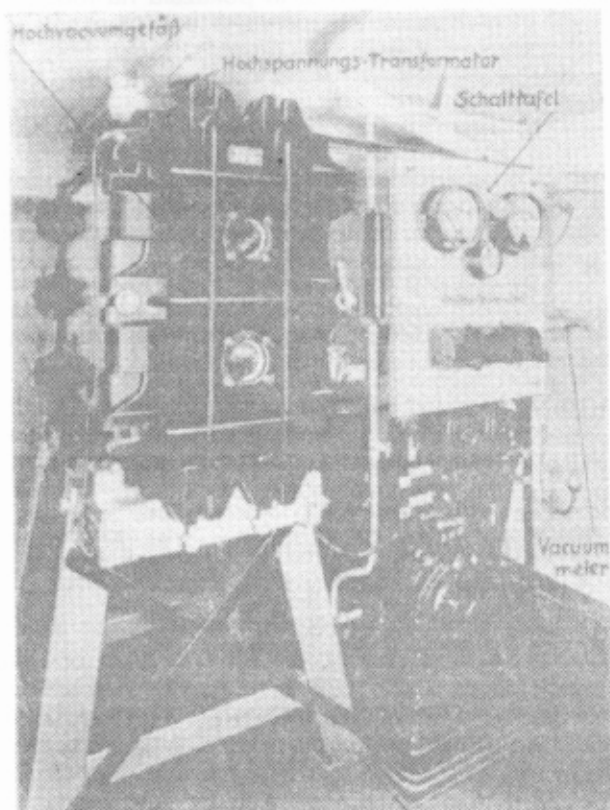
a) Antirefleksijske plasti

Joseph von Fraunhofer je leta 1817 prvi izdelal antirefleksijsko plast na steklu, ki ga je slučajno namakal v koncentrirano žvepleno ali dušikovo kislino. Večdar odkritja tedaj niso poskusili tehnično uporabiti. Šele desetletja pozneje so pojasnili, da interferenca zmanjša odboj na stekleni podlagi, če nanjo nanese tanko plast z manjšim lomnim količnikom.

Bauer z univerze v Göttingenu je 27.11.1933 izmeril absolutne vrednosti absorpcijskih konstant nekaterih kristalov alkalihalogenidov. V vakuumu je neparil plasti do debeline okoli 1000 nm, ki so bile najbolj primerne za meritve (Bauer, 1934, 434-435).

Leta 1935 sta John Strong s California Institute of Tehnology in Smakula iz Zeissa s kondenzacijo kalcijevega fluorida v vakuumu dobila enoplastno antirefleksijsko prevleko na steklu (Zinsmeister, 1984, 112-113;

Kansky, 1993, 8). Leta 1939 sta C.Hawlet Cartwright in A.Francis Turner z MIT objavila, da je s plastjo debeline 125 nm in lomnim količnikom 1,2 do 1,3 mogoče



Slika 4. (zgoraj) Zunanji izgled naprave za katodno naprševanje iz leta 1935, ki jo je neznano podjetje iz Hanau-a v Nemčiji uporabljalo za metalizacijo matric za izdelavo gramofonskih plošč; (spodaj) notranjost iste naprave - v sredini se vidi katoda iz srebrne žice.

praktično odpraviti odbojnost stekla. Lomni indeks materiala je bilo mogoče približati dani vrednosti s kontrolo okoliščin pri njegovem naprejanju. Vendar se je zato znižala gostota in s tem tudi mehanska žilavost, kar je močno omejilo seznam uporabnih snovi. Predlagala sta tudi uporabo večplastnih prevlek in praktično odpravila odboj z naprejanjem Al_2O_3 in SiO_2 .

Vrsta drugih predlaganih snovi je imela odlične optične lastnosti, vendar ni bila odporna proti mehanskim in drugim vplivom okolice. Izjema je bil magnezijev fluorid, ki je postal vodoodporen po nanašanju na vroče podlage iz stekla. Leta 1942 je Lyon v ZDA izdelal prvo stabilno antirefleksijsko enoplastno prevleko iz magnezijevega fluorida (MgF_2) na prej segretem steklu.

Poskuse z večplastnimi prevlekami so delali v ZDA in v Evropi že leta 1938. Prvo tehnično zadovoljivo rešitev je dal dvoplastni sistem Auwärterja leta 1949 pri podjetju Balzers, ki je bilo ustanovljeno na njegovo pobudo (Zinsmeister, 1984, 113).

b) Kovinska zrcala

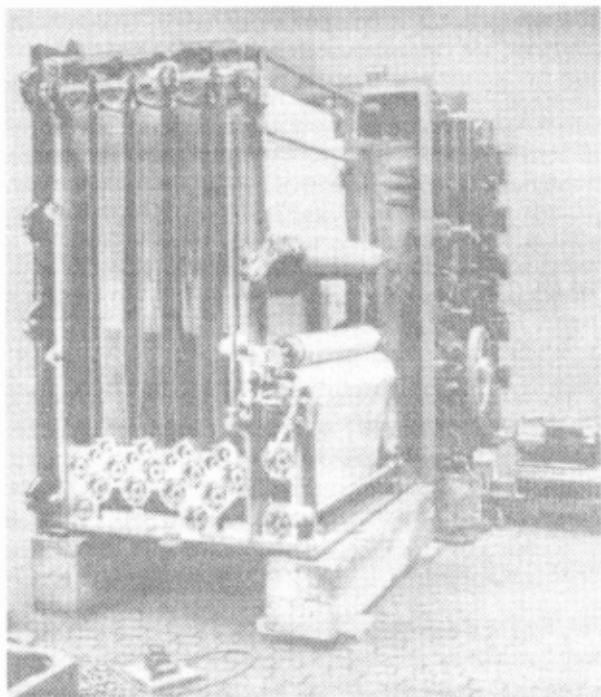
Visoko odbojne plasti so začeli industrijsko izdelovati veliko prej kot antirefleksijske. J. Liebig je že leta 1835 poročal o srebrnih zrcalnih plasteh, dobljenih z mokrim kemijskim postopkom. Prvi postopek metalizacije s katodnim naprševanjem je leta 1903 patentiral T.A. Edison (US-Patent Nr. 767 216). R.W. Pohl in Pringsheim sta leta 1912 poskusila dobiti tanko plast na zrcalu z naprejanjem Ag, Al in drugih kovin v vakuumu. Naprevala sta iz keramičnih (MgO) talilnih lončkov.

Leta 1926 je Jakov Iljič Frenkel (1894-1952) s Fizikalno-tehničnega instituta v Leningradu objavil domnevo o obstoju kritične temperature odboja kovinskih atomov od podlage. Njegovo teorijo sta istega leta eksperimentalno potrdila Khartinov in Nikolaj Nikolajevič Semenov (r.1896) na isti ustanovi. Dve leti pozneje sta Shalnikov in Semenov raziskovala nastajanje spojine pri hkratni kondenzaciji kadmija in žvepla. Leta 1956 je Semenov dobil Nobelovo nagrado za kemijo. Leta 1928 je Ritschl objavil metodo za sočasno posrebrevanje dveh interferometrijskih zrcal z naprejanjem. Debelino posrebrene plasti je kontroliral s fotometričnim merjenjem njene prepustnosti. Optično in mehansko kvaliteto zrcal je izboljšal z obdelavo s parami solne in solitne kisline (Ritschl, 1931, 578).

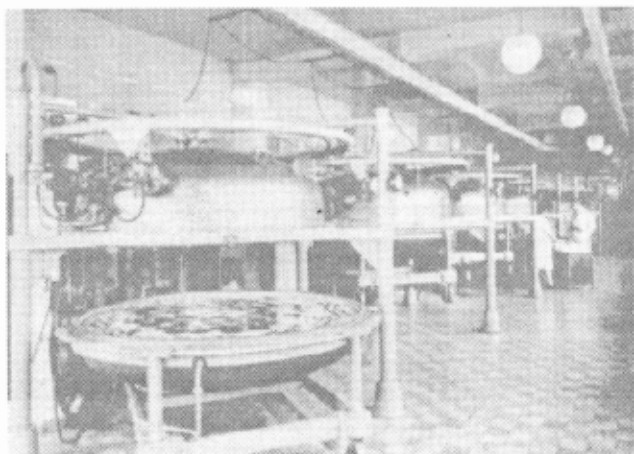
Leta 1930 sta W.W. Coblenz in R. Stair odkrila visoko odbojnost ultravijoličnih žarkov od površine aluminija in opisala tehniko izparevanja kovin v vakuumu (Zinsmeister, 1984, 112). Njuno odkritje je dopolnil John Strong s California Institute of Technology skupaj s Cartwrightom leta 1931 in samostojno 8.3.1933 v Physical Review, kjer je objavil dobro tehnično rešitev za naprejanje aluminija iz volframove spirale, kot jo pogosto uporabljamo še danes.

Aluminij je primeren za zrcala, saj skoraj tako dobro odbija zeleno svetlobo kot srebro, mnogo bolje pa ultravijolično. Aluminij se tudi bolje prime stekla, zato ga je bilo mogoče prati z vodo in milom, kar ni puščalo vidnih poškodb tudi po treh mesecih. Tudi po šestih mesecih aluminijevo zrcalo ni izgubilo leska na atmosferi. Zato je Strong predvideval uspešno uporabo aluminijevih zrcal v UV optiki in za prekrivanje interferometričnih plošč.

Strong je uporabil volframovo spiralo, na katero je natopil čisti aluminij in ga potem izpareval v vakuumu. Izrabil je omejeno topnost volframa v tekočem aluminiju.



Slika 5. Naprava iste firme, ki so jo sredi tridesetih let uporabljali za metalizacijo papirja in tekstila; delovala je na principu katodnega naprševanja.



Slika 6. Tankoplastna proizvodnja podjetja HERAEUS iz Hanaua v letih 1940-1944.

Ožbrian in Skinner sta leta 1933 naparevala odbojne materiale za proizvodnjo tarč rentgenskih žarkov. Material sta postavila v grafitni talini lonček, ki sta ga segrevala z vročo spiralo iz volframa.

G. Hass je leta 1940 patentiral postopek zaščite Al zrcal s SiO_2 (BRD - Patent 943 314). Skupaj s sodelavci je v letih 1955-1965 vpeljal tehnologijo zaščite Al-plasti z MgF_2 oz. LiF zaščitnimi plastmi (za UV področje) in $\text{MgF}_2 + \text{CeO}_2$ (za vidno področje).

Tanke plasti v elektroniki

Leo Graetz (r.1856) z Univerze v Münchnu in Pollak sta odkrila usmerjevalni efekt aluminijaste elektrode, prekrite s tanko plastjo oksida, in pokazala na možnost uporabe v elektroniki. V Münchnu je tudi Wilhelm Beetz (1822-1886) na Politehniku uporabljal tanke plasti za raziskovanje magnetnih pojavov.

Taljenje kovin v vakuumu je prvi uporabil W. von Bolton (u.1912) za pridelavo tantala pri Siemensu leta 1902. Postal je zelo pomembno za proizvodnjo magnetnih snovi in posebno kvalitetnih uporov, pa tudi za topljenje kovin na steklu pri proizvodnji raznovrstnih elektron (Siemens, 1957, I/287; II/255).

Fotoelektronske komponente, presojne in električno prevodne plasti SnO_2 , so začeli uporabljati za grelni elemente pri letalskih oknih v 2. svetovni vojni.

Druge vrste tankih plasti so našle uporabo pri uporih, kondenzatorjih in magnetnih plasteh, tako da je elektronika in mikroelektronika še danes najpomembnejše področje uporabe tankih plasti.

RAZISKOVANJE TANKIH PLASTI V SLOVENIJI

Raziskovanje tankih plasti v galvanoplastiki ima v Ljubljani že dolgo tradicijo. Gimnazijski profesor fizike Henrich Mitteis (1822-1888) je 18.3.1856, manj kot dve desetletji po prvih uporabah Mortitza Hermana Jakobija (1801-1874), podrobno poročal pred muzejskim društvom o zgodovini in razvoju galvanoplastike. Pokazal je zelo posrečene galvanoplastične odtise v bakru, poročal o pozlačevanju z galvanoplastiko in ponazoril povedano s poskusi (Dežman, 1858, 91). 11.2.1857 je podrobno pojasnil dotlej znane metode za oblikovanje aluminija in razložil vlogo, ki jo bo lahko po obsežni proizvodnji imela ta kovina v prihodnje v različnih obrtih in umetnostih (ibid. 105).

V naslednjih desetletjih Slovenija ni imela akademskega okolja, ki bi lahko sledilo razvoju eksaktnih znanosti v svetu. Še sredi XX stoletja smo Slovenci zasledovali raziskovanje tankih plasti v ZDA le s pomočjo dosegljive literature.

Sistematične raziskave in uporaba tankih plasti so se pri nas pričele v šestdesetih letih. Že prej, leta 1955, pa so v tovarni Saturnus pričeli s proizvodnjo parabol za avtomobilske žaromete, ki so jih naredili s postopkom vakuumskega naparevanja. Njihova prva naprava za naparevanje aluminija je bila kupljena pri angleški firmi Edwards. Leta 1960 je bila ustanovljena Iskra-Elektrooptika (danes Fotona), ki je začela z proizvodnjo optičnih naprav in tankoplastnih komponent. V letih 1974-1977 so na Institutu za elektroniko in vakuumsko tehniko pod vodstvom dr. Evgena Kanskega razvili tehnologijo izdelave miniaturnega potenciometra; proizvodnjo le-teh so prenesli v zamejsko tovarno Mipot v Krminu pri Gorici. Tankoplastne tehnologije so (ali so bile) tudi osnova proizvodnje kondenzatorjev v Iskrini tovarni kondenzatorjev v Semiču, Iskrni polprevodniki (danes Semicon) v Trbovljah, kovinoplastnih uporov in tekočerkristalnih prikazalnikov v bivši Iskrini tovarni Upori v Šentjernejju in seveda v bivši Iskrini tovarni Mikroelektronika. V Laboratoriju za mikroelektroniko na Fakulteti za elektrotehniko se 25 let ukvarjajo z razvojem mikroelektronskih tehnologij in sončnih celic. Z bazičnimi raziskavami tankih plasti pa se že

trideset let ukvarjajo na Institutu "Jožef Stefan", v Odseku za tanke plasti in površine. Pred desetimi leti so ustanovili Center za trde prevleke, v katerem za industrijske potrebe nanašajo trde zaščitne prevleke.

LITERATURA

Bauer Gerhard, Absolutwerte der optischen Absorptionkonstanten von Alkalogenidkristallen im Gebiet ihrer ultravioletten Eigenfrequenzen, Ann. Phys. 19 (1934) 434-464
 Berisch Rainer, Festkörperzerstäubung durch Ionenbeschuss, Springer Verlag, Berlin, 1964; Sputtering by Ion Bombardment, Springer Verlag, Berlin, 1981
 Bunshah Roitan F., History and current status of vacuum metallurgy, J.Vac.Sci.Technol. A 12 (4) (Jul/Aug 1994) 936-946
 Cartwright C.Hawley in A.Francis Turner, Reducing the Reflection from Glass by Multilayer Films, Phys.rev. 55 (1939) 675
 Dežman Karel (1821-1889), Bericht über die bei den monatl. Versammlungen der Mitglieder des Museal Vereins gehaltenen Vorträge in den J. 1856 und 1857, Jahresheft. Krain. Museum, 2 (1858), str.88-142
 Faraday Michael (1791-1867), Experimental Relations of Gold to Light, Phil. Trans. 1857 s. 145. Prevod v Ann. Phys. 101 (1857) 313-320
 Gassiot John Pieter (1798-1877), Proc. of the Roy. Soc. London 11 s. 329. Prevod Über die Wärme-Entwicklung an der Polen einer Voltaschen Batterie während des Durchganges leuchtender Entladungen durch Luft oder ein Vacuum, Ann. Phys. 119 1, 31-137
 Hertz Heinrich Rudolf (1857-1894), Über die Verdunstung der Flüssigkeiten, insbesondere Quecksilbers, im luftleeren Raume, Ann. Phys. 1882, ponatis v Schriften vermischten Inhalts, Leipzig 1895, str.199-214; Über den Druck des gesättigten Quecksilberdampfes, Ann. Phys. 1882, ponatis v Schriften vermischten Inhalts, Leipzig 1895, str.215-222
 Hippel Artur von, Zur Theorie der Kathodenzerstäubung, Ann. Phys. 81 (1926) 1043-
 Hittorf Johann Wilhelm (1824-1914), Über die Elektrizitäts-leitung der Gase, Ann. Phys. 136 (1869) 1-31 in 197-234, Ann.Phys. 20 (1883) in 21 (1884) 90

Hoover David S., Diamond Thin Film: Applications in Electronics Packaging, SST, Feb.1991, 89-92
 Jungnickel Christa in Russell McCormach, Intellectual Mastery of Nature, I in II, The University of Chicago Press, 1986
 Južnič Stanislav, Zgodovina raziskovanja "katodnih žarkov" in (katodnega) razprševanja kovin, Vakuunist, 14/3 (1994) 22-28
 Kansky Evgen (1926-1987), Nastajanje in rast vakuumskih tankih plasti, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Ljubljana, 1990
 Knudsen Martin (1871-1949), Die maximale Verdampfungsgeschwindigkeit des Quecksilbers, Ann. Phys. 47 (1916) 697-708
 Kundt August (1839-1894), Über Doppelbrechung des Lichtes in Metallschichten, welche durch Zerstäuben einer Kathode hergestellt sind, Ann. Phys. 27 (1886) 59-71; Über die Brechungsexponenten der Metalle, Ann. Phys. 34 (1888) 469-489
 Martin Thomas, The Royal Institution, Longmans Green & Company, 1944
 Navinšek Boris, Razvoj in uporaba domačih tankoplastnih tehnologij, Elektrotehniški vestnik 5 (1984), 141-145
 Nahrwold R., Über die Electricitätsentwicklung an einen glühenden Platindrahtre, Ann. Phys. 35 (1888) 107-121
 Plücker Julius (1801-1868), Über die Einwirkung des Magnetes auf die elektrischen Entladungen in verdünnten Gasen, Ann. Phys. 103 (1858) 88-106; Fortgesetzte, 103 113-128 in 105 (1858) 67-84
 Puluj Johann (1845-1918), Strahlende Elektrodenmaterie, Wien. Ber. II 81 (1880) 864-923
 Quincke Georg German (1834-1924), Über die optischen Eigenschaften der Metalle, Ann. Phys. 119 (1863) 368-388
 Ritschl Rudolf, Über ein Verfahren zur halbdurchlässiger Versilberung von Interferometerspiegeln durch Verdampfen im Hochvakuum, Zeitschrift für Physik, Berlin, 69 (1931) 578-585
 Siemens Georg, History of the house of Siemens, Karl Alber, Freiburg/Munich, 1957 (v dveh delih)
 Stefan Jožef (1835-1893), Über eine Erscheinung am Newtonschen Farbengläse, Wien. Ber. II 50 (1864) str.135-137; Über Nebeninge an Newtonschen Farbengläse, Wien. Ber. II 50 (1865) 394-396
 Strong John, Evaporation Technique of Aluminium, Phys. Rev. 4 (1833) 498
 Zinsmeister G.J., Die Entwicklung der industriellen Dünnschicht-Technik, Vakuuum-Technik, 33 (1984) 109-117

Tabela: Razvoj industrijske uporabe tankih plasti (Navinšek, 1984, 143)

Elektronika	<ul style="list-style-type: none"> × diskretni plastni upori <ul style="list-style-type: none"> × selenski usmerniki <ul style="list-style-type: none"> × diskretni kondenzatorji <ul style="list-style-type: none"> × galvanometrične plasti × mono-epitaksialne plasti <ul style="list-style-type: none"> × supra prevodne plasti × pasivna TP vezja <ul style="list-style-type: none"> × integrirana vezja s polprevodnimi diel. in prevodnimi plastmi ○ Si na safirju IC
	<ul style="list-style-type: none"> × antirefleksne prevleke <ul style="list-style-type: none"> × selenske fotocelice <ul style="list-style-type: none"> × interferenčni filtri-ogledala × fotoprevodniki × Vidicon TV elektronke <ul style="list-style-type: none"> ○ sončne celice × svetleče diode <ul style="list-style-type: none"> ○ elektroluminescenčni zasloni <ul style="list-style-type: none"> × zasloni s tekočimi kristali <ul style="list-style-type: none"> × elektro-kromski prikazalniki
Površinska obdelava	<ul style="list-style-type: none"> × metalizacija plastike × cenen nakit <ul style="list-style-type: none"> × toplotno reflektirajoče prevleke <ul style="list-style-type: none"> × korozijsko zaščitne plasti <ul style="list-style-type: none"> × toplotno absorpcijski filmi ○ filmi za mazanje (lubricant) <ul style="list-style-type: none"> × filmi proti obrabi × toplotno obstojni filmi
	<p>Leto 1930 1950 1970 1990</p>

× - že v uporabi, ○ - razvoj v teku, delna uporaba

NASVETI

VAKUUMMETER McLEOD

IZRAČUN GLAVNIH DIMENZIJ IN NAJPREPROSTEJŠA KONSTRUKCIJA KOMPRESIJSKEGA ŽIVOSREBRNEGA VAKUUMMETRA McLEODA S KVADRATNO SKALO

1 Uvod

Živosrebrni vakuumski merilnik McLeod je osnovni standardni merilnik, za katerega velja Boylejev zakon za izotermno kompresijo idealnih plinov. Merjenje z njim je neposredno in neodvisno od vrste plina. Merilnik **ne potrebuje umeritve**, je torej absoluten, saj mu lahko skalo izračunamo vnaprej. Te merilnike uporabljamo za merjenje tlakov v območju med 10 in 10^{-6} mbar.

Tako piše v učbenikih. Bolj preprosto povedano, pa je McLeod merilnik tlaka za vse pline, ki se pri stiskanju (pri konstantni temperaturi) ne utekočinijo. Torej **ne meri vodnih in drugih par**, ki se ne vedejo tako kot idealni plini. Druge vrste merilnikov, kot so npr. Piranijevi, Penningovi, ionizacijski, merijo **vse pline in pare**. Pravimo, da merijo celotni (totalni) tlak, medtem ko z McLeodov merimo le delni (parcialni) tlak plinov. Če bi imeli na neki vakuumski sistem priključena Piranijev in McLeodov merilnik, bi lahko izmerili različne tlake, kajti prvi bi meril tlak vseh plinov in par, drugi pa le tlak plina, torej **nižji** tlak.

2 Izračun

McLeodov vakuummeter, ki je v celoti steklen in napolnjen z živim srebrom, priključimo na vakuumski sistem oz. komoro (sl.1). Deluje tako, da v njem dvignemo živo srebro, ki stisne plin pri neznanem tlaku p v merilno bučko in merilno kapilarno, tako da je v primerjalni kapilari njegov nivo v višini zaprtega konca merilne kapilare*.

Če je celotna prostornina merilnega dela McLeoda V , merjena od lege AA navzgor, znana, pa tudi prostornina komprimiranega zraka v kapilari V_k , potem je po omenjenem zakonu:

$$p \cdot V = (p + p_k) \cdot V_k \quad (1)$$

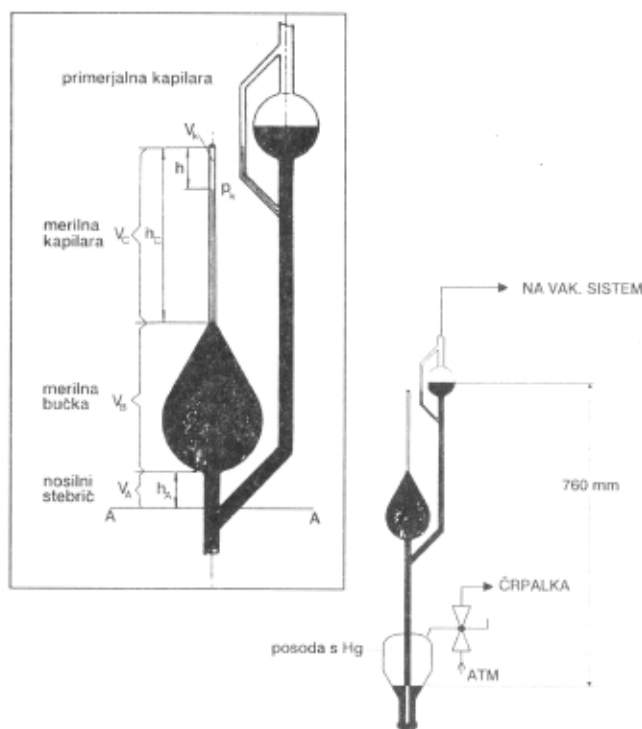
oz.

$$p = p_k \cdot (V_k / (V - V_k)) \quad (2)$$

$$V_k = (d^2 \cdot \pi / 4) \cdot h \quad (3)$$

d je premer kapilare.

* Meritev neznanega tlaka p , ki je v vakuumski komori, je opravljena tisti hip, ko dvigajoče se živo srebro zalije razcepišče AA. Če se tlak p v komori med tem spremeni, tega merilnik ne zazna. Za vsako meritev moramo spustiti Hg pod črto AA, da se tlaki v obeh krakih izravnajo. Nato Hg lahko spet dvignemo, da opravimo novo meritev.



Slika 1. McLeodov vakuummeter s kvadratno skalo

Ker je navadno neznan tlak p v vakuumskem sistemu (komori) mnogo manjši od tistega, ki smo ga stisnili v vrh merilne kapilare ($p \ll p_k$), pa je tudi prostornina tega stisnjenega plina mnogo manjša od prostornine merilne bučke ($V_k \ll V$). Enačba 2 se zato poenostavi v:

$$p = p_k \cdot V_k / V = p_k (d^2 \cdot \pi / 4 V) \cdot h \quad (4)$$

Tlak v kapilari p_k je v ravnotežju s tlakom, ki ga povzroča stolpec živega srebra v **primerjalni** kapilari (ki mora imeti natančno tak premer kot merilna kapilara). Rečemo lahko, da je tlak p_k kar enak višini h stolpca Hg (tako kot pri U manometru). Torej lahko enačbo 4 pišemo:

$$p = (d^2 \cdot \pi / 4V) \cdot h^2 = k \cdot h^2$$

(ali $F_c/V \cdot h^2$; kjer je F_c presek kapilare). Neznani tlak je torej odvisen od **kvadrata višine h**. Te vrste McLeodove merilnike tlaka z linearno skalo, ki imajo nekoliko drugačno konstrukcijo, in o njih tu ne bomo pisali.

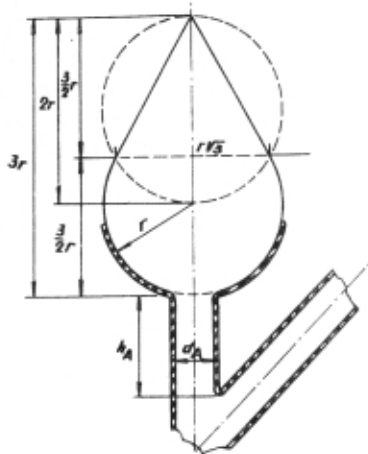
Če izrazimo **d** in **h** v mm in **V** v mm³, potem je tudi neznani tlak **p** v mmHg. Če mmHg pomnožimo z 1,3333, dobimo milibare (mbar), ki so dovoljena enota za navedbo tlaka. Jasno je tudi, da mora imeti merilna kapilara po celotni dolžini enak premer oz. presek. Obstajajo preproste metode za ugotavljanje enakomernosti preseka kapilare po celotni (uporabni) dolžini. Enako velja za primerjalno kapilaro, ki mora imeti, kot smo že zapisali, enak premer oz. presek.

Za izračun McLeoda s kvadratno skalo moramo vzeti celotno prostornino **V**, ki je sestavljena iz treh delov: **V_A**, **V_B**, in **V_C**.

V_A je prostornina nosilnega cevastega stebrička, ki je lahko enak za vse tipe McLeodov, in je npr. 1963,5 mm³ ($d_A = 10$ mm, $h_A = 25$ mm). Prostornino celotne merilne kapilare tudi znamo izračunati (dolžina je navadno okoli 200 mm, presek oz. premer pa je odvisen od tega, kakšno merilno področje naj bi imel merilnik). Ostane nam še izračun prostornine merilne bučke. Če ima le-ta za izračun ugodno obliko, potem je spodnji del presekana krogla, zgornji pa stožec (sl. 2). Če so vse dimenzije merilne bučke sorazmerne s polmerom krogle **r**, potem je prostornina celotne bučke:

$$V_B = 3/2 \pi \cdot r^3$$

oz. notranji polmer krogle $r = 0,5964 \cdot V_B^{1/3}$



Slika 2. Preprosta konstrukcija merilne bučke McLeoda

Pri izdelavi merilne bučke moramo upoštevati debelino steklene stene. Praktično se je izkazalo, da je razlika med izračunano in izmerjeno prostornino **V** manjša od ± 1 %, če imate dobrega mojstra steklopihača.

3 Zgled

$$k = 1,00 \cdot 10^{-6} \text{ mmHg/mm}^2$$

$$d = 1,00 \text{ mm (natančno ugotovimo s posebnimi merilnimi metodami)}$$

$$h_c = 200 \text{ mm (izberemo)}$$

Iz teh podatkov izračunamo presek kapilare:

$$F_c = d^2 \pi/4 = 0,785 \text{ mm}^2$$

$$\text{Celotna prostornina } V \text{ je: } V = F_c/h_c = 7,85 \cdot 10^5 \text{ mm}^3$$

$$\text{Prostornina celotne kapilare: } V_C = F_c \cdot h_c = 157,1 \text{ mm}^3$$

$$\text{Prostornina nosilnega stebrička: } V_A = 1963,5 \text{ mm}^3 \text{ (izberemo)}$$

$$\text{Prostornina bučke: } V_B = V - (V_A + V_C) = 7,83 \cdot 10^5 \text{ mm}^3$$

Polmer krogle:

$$r = 0,5964 \cdot V_B^{1/3} = 0,5964 (7,83 \cdot 10^5)^{1/3} = 55 \text{ mm}$$

Druge dimenzije določimo po sliki 2.

Če tak McLeod med meritvijo pokaže višinsko razliko **h** npr. 12 mm, potem je tlak v komori:

$$p = k \cdot h^2 = 1 \cdot 10^{-6} \cdot 12^2 = 1,44 \cdot 10^{-4} \text{ mmHg}$$

$$\text{oz. } 1,92 \cdot 10^{-4} \text{ mbar.}$$

McLeodov merilnik vam lahko izdelava vsak dober steklopihač, le dobro skico potrebuje in pa dve kapilari, ki morata biti premerjeni in morata imeti enaka premera.

Če boste bralci pokazali veliko zanimanja za (samo) izdelavo McLeodov ali njim podobne prenosne oz. ročne **vakustate**, potem vam bomo izdali še nekaj prepotrebni "trikov", da vam bo izdelava uspela.

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

Desetletnica Centra za trde prevleke na Institutu "Jožef Stefan"

Center za trde prevleke smo ustanovili decembra 1985 z namenom, da v slovensko industrijo vpeljemo najsodobnejšo tehnologijo zaščite orodij in strojnih delov pred obrabo, korozijo in oksidacijo v ekstremnih delovnih razmerah, kot so velike mehanske obremenitve, visoke temperature in korozivni mediji. Obraba in korozija materialov sta največja tehnična problema današnje industrije in prinašata velike finančne izgube. S primerno površinsko obdelavo lahko oba škodljiva pojava v veliki meri zmanjšamo. Zaščita orodij pred obrabo in korozijo pa je pomembna tudi z ekološkega vidika, saj na ta način zmanjšamo porabo visoko legiranih jekel, ki vsebujejo veliko redkih kovin, kot so kobalt, krom, molibden, vanadij, volfram itd. Najučinkovitejšo zaščito orodij in strojnih delov dosežemo s trdimi zaščitnimi prevlekami na osnovi keramičnih materialov, ki jih pripravimo z vakuumskimi (fizikalnimi, PVD) postopki nanašanja. Keramične prevleke PVD so bile prvič uporabljene leta 1980. Danes se najpogosteje uporabljajo štiri: TiN, Ti(C,N), (Ti,Al)N in CrN. Prevleke TiN so dobra zaščita pred adhezijsko obrabo, medtem ko so (Ti,Al)N oksidacijsko najobstojnejše. Za zaščito pred abrazijo uporabljamo prevleke Ti(C,N) (alternativa so dupleks prevleke: plazemskemu nitriranju sledi nanos prevleke PVD), CrN pa, kadar potrebujemo debelejšje prevleke, npr. za korozijsko zaščito. Če je geometrija orodja zelo komplicirana, lahko v nekaterih primerih namesto postopkov PVD uporabimo CVD. Dejansko je potrebno za vsak tribološki sistem posebej izbrati vrsto prevleke in optimizirati parametre priprave tako orodja kot prevleke. Vzdržljivost orodij, prekritih s trdo zaščitno prevleko se poveča tudi do desetkrat. Z ekonomskega vidika je pomemben tudi prihranek časa, ki je potreben za menjavo in nastavitve orodja, zlasti v primeru numerično krmiljenih obdelovalnih strojev. Boljša je tudi kvaliteta obdelave površine izdelka (manjša hrpa-vost). V nekaterih primerih lahko povečamo obdelovalne hitrosti in pomike ter s tem produktivnost.

Na Institutu "Jožef Stefan", v Odseku za tanke plasti in površine smo spremljali razvoj trdih prevlek od samega začetka. Leta 1980, ko so se pojavile prve komercialne naprave za vakuumski nanos trdih keramičnih prevlek, smo pri nas že nanašali (naprševali) prevleke TiN v dveh eksperimentalnih napravah. Že takrat smo preizkušali učinkovitost prevlek TiN na različnih orodjih (karbidne ploščice za struženje, orodje za vtiskovanje

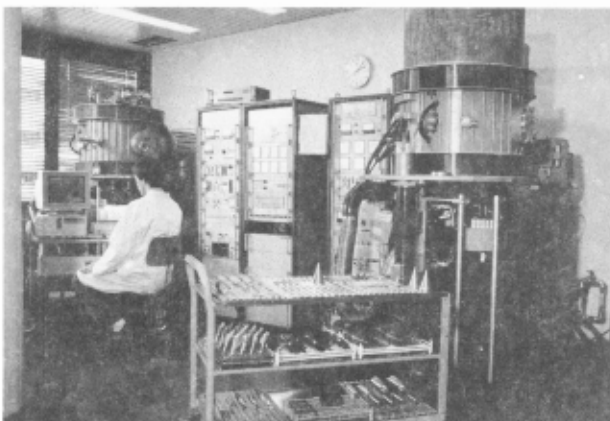
navojev in utorov na glavah križnih vijakov) v industrijskih razmerah. Pionirsko delo je opravil prof. dr. Boris Navinšek s sodelavci. Za uspešen prodor te najsodobnejše tehnologije v domačo industrijo so zaslužni tudi mnogi strokovnjaki (zanesenjaki) iz slovenske (in jugoslovanske) industrije, ki so ob začetnih težavah uvajanja pokazali veliko stopnjo zaupanja in odprtosti za tehnološke novosti.

Resen prodor tehnologije trdih zaščitnih prevlek v industrijo ni bil mogoč z razpoložljivimi eksperimentalnimi napravami. Bili smo pred odločitvijo, ali izdelamo primerno napravo doma, ali jo raje kupimo. Jasno je, da je pri uvajanju neke nove, neznane tehnologije v industrijsko proizvodnjo zelo pomembno, da imamo zanesljivo in profesionalno napravo, ki omogoča nanos prevlek na orodja z narazličnejšo geometrijo in velikostjo, ter veliko stopnjo ponovljivosti. Prof. Navinšek se je skupaj z ožjimi sodelavci odločil za nakup profesionalne naprave in za konstrukcijo ter izdelavo lastne. Medtem ko je nakup naprave stekel relativno hitro, se je izdelava doma konstruiranega cilindričnega magnetrona precej zavlekla. Vzrok so bile težave pri razvoju močnostnega električnega napajalnika, pomanjkanje nekaterih materialov in komponent, pa tudi pomanjkljive izkušnje pri razvoju tako zahtevne naprave. Kljub težavam je bila naprava v nekaj letih narejena in jo še danes uporabljamo za nanos prevlek TiN na orodja večjih dimenzij.

Do pravega prodora tehnologije TiN v industrijo je prišlo konec leta 1985, ko smo kupili profesionalno napravo za nanašanje trdih prevlek (BAI 730) podjetja Balzers iz Liechtensteina. Postopek nanašanja trdih prevlek TiN (naparevanje z nizkonapetostnim plazemskim lokom), ki so ga v tem podjetju patentirali leta 1977, je še danes najuspešnejši in najpogosteje uporabljen. Na osnovi dolgoletnega uspešnega sodelovanja prof. Navinška z njihovimi raziskovalci in rezultatov preizkušanj naših prevlek TiN v industrijskih razmerah so nam omogočili nakup naprave brez licence, kar je zmanjšalo njeno ceno za eno tretjino. 1.3 milijona švicarskih frankov, potrebnih za nakup naprave, je plačal SMELT. Denar za nakup prostorov in drugo infrastrukturno opremo je zagotovil institut, ki je imel veliko razumevanje za postavitev Centra.

Po nekaj letih zelo uspešnega poslovanja, ko smo prekrivali orodja za vso jugoslovansko industrijo, so leta 1991, zaradi razpada jugoslovanskega tržišča in gospodarske recesije v Sloveniji, nastale velike težave pri poslovanju Centra. Obseg dela se je zmanjšal na eno tretjino. Nekateri pesimisti iz institutskega vodstva so zahtevali njegovo zaprtje in odprodajo. Po zaslugi optimistov pa je Center nadaljeval delo. SMELT se je velikodušno odpovedal pravici do dohodkov iz dobička. Pojavili so se novi naročniki iz majhnih podjetij. Ko je prišlo pred dvema letoma do prvega okrevanja slovenske industrije, je bil Center rešen. Od takrat posluje samo boljše. V desetih letih je bilo prekritih približno 1.200.000 kosov orodij. Število podjetij, ki uporabljajo usluge Centra pa je več kot 500.

V okviru 5-letnega razvojno-raziskovalnega projekta s podjetjem Balzers iz Liechtensteina smo leta 1993 od njih dobili napravo BAI 730M, ki jo uporabljamo za pripravo novih trdih prevlek (v obliki binarnih in ternarnih nitridov) in za študij priprave nizkotemperaturnih



Profesionalni napravi za nanašanje trdih prevlek (BAI 730 in BAI 730M) v Centru za trde prevleke v Domžalah

trdih zaščitnih prevlek. Napravo smo dodatno opremili z masnim in energijskim analizatorjem plazme (Plasma Process Monitor, PPM 421, Balzers). Za kontrolo kvalitete trdih prevlek pa uporabljamo še avtomatski merilnik adhezije (Automatic Scratch Tester, CSMS



Slavnostni nagovor prof. dr. Borisa Navinška, vodje Odseka za tanke plasti in površine in Centra za trde prevleke na Institutu "Jožef Stefan"

Revetest) in merilnik mikrotrdote (Hardness Tester, Mitutoyo).

Razvoj novih prevlek nadaljujemo tudi v eksperimentalni napravi Sputron. V zadnjih letih smo največ pozornosti posvečali iskanju oksidacijsko in korozijsko odpornih prevlek. Zelo dobre rezultate smo dosegli predvsem z večkomponentnimi CrTiN prevlekami in večplastnimi TiN/CrN prevlekami. Rezultate razvojno-raziskovalnega dela smo v zadnjih desetih letih objavili v več kot 45 znanstvenih publikacijah v mednarodnih revijah.

Ves čas posvečamo posebno pozornost izobraževanju strokovnjakov iz industrije. Organizirali smo štiri seminarje, ki so bili zelo dobro obiskani (od 150 do 300 udeležencev), in izdali tri zbornike predavanj in dve monografiji prof. dr. Borisa Navinška: "Trde zaščitne prevleke in povečanje življenjske dobe orodij" in "Trde zaščitne prevleke" (izdal in založil Institut "Jožef Stefan", Ljubljana, 1984 in 1993). V knjigah so opisane tehnologije oplemenitenja orodij, vrste prevlek in zbrani številni domači in tuji rezultati preizkušanj zaščitnih prevlek na najrazličnejših vrstah orodij.

Dr. Peter Panjan
Institut "Jožef Stefan"
Jamova 39, 61000 Ljubljana

10. mednarodna konferenca o tankih plasteh (ICTF-10) in 5. evropska vakuumška konferenca (EVC-5), Salamanca, 23-27 sep. 1996

Konferenci bosta organizirali špansko vakuumško društvo (ASEVA) in mednarodna zveza za vakuumsko znanost, tehniko in uporabo (IUVSTA). Prvi ICTF in EVC konferenci sta bili leta 1968 v Bostonu (ZDA) oz. leta 1988 v Salfordu (Velika Britanija). Ker se programa obeh konferenc precej prekrivata, bosta tokrat organizirani skupaj. V okviru ICTF konference bodo obravnavane naslednje teme:

- tehnike nanašanja tankih plasti
- karakterizacija tankih plasti
- novi materiali (vključno z biomateriali)
- industrijska uporaba tankih plasti in novih materialov
- tanke plasti za senzorce
- večplastne prevleke
- magnetne tanke plasti
- optična prekritja
- mehanizmi rasti tankih plasti
- trde prevleke

EVC konferenca pa bo imela naslednje sekcije:

- merjenje celotnega in delnega tlaka
- razvoj vakuumskih sistemov za nizke in ekstremno nizke tlake
- veliki vakuumski sistemi
- plini in pare v vakuumskih sistemih
- znanost o površinah in analiza površin v vakuumu
- fizika plazme in plazemske tehnologije
- modifikacija površin z ionskim obstrlejanjem

Skupni sekciji obeh konferenc pa bosta:

- nanostrukture in
- tribologija.

Organiziranih bo tudi več krajših tečajev (Osnove vakuumskih tehnologij, Osnove ionskih izvirov, Osnove magnetnih materialov in magnetnega zapisa, Tehnike merjenja celotnega tlaka, AES, SIMS in XPS analiza površin, ter profila analiza, Delovanje in okvare vakuumskih črpalnih sistemov, Vrstična tunelska elektronska mikroskopija in mikroskopija na atomsko silo, PVD trde prevleke, Merilniki delnih tlakov) in delavnica na temo: "Kontrola kvalitete vakuumu", ki jo bo organizirala IUVSTA. Organizirana bo tudi razstava naj-novejše raziskovalne opreme s področja tankih plasti in vakuumške tehnike in tehnologij.

Povzetke prispevkov pošljite najkasneje do 30. aprila 1996 na naslov:

ISTF-10/EVC-5, Salamanca 1996
Laboratorio de Física del Vacío y Superficies
Instituto de Física Aplicada,
CETEF "L. Torres Quevedo"
Serrano 144
E-28006 Madrid
Spain

Dodatne informacije najdete v drugem obvestilu organizatorjev obeh konferenc, ki ga lahko dobite na sedežu DVTS, Teslova 30, Ljubljana.

Evropska konferenca o znanosti o površinah (ECOSS-16), Genova, Italija, 9.-13. sep. 1996

Septembra 1996 bo v Italiji (Genova) evropska konferenca o znanosti o površinah ECOSS-16. Konferenca bo obravnavala naslednja področja: Adsorbate Dynamics, Diffusion and Growth, Surface Reactions, Surface Phase Transitions, Statistical Mechanics and Thermodynamics, Surface Geometrics and Electronic Structure, Magnetic Properties of Surfaces, Small Particles and Clusters, Sliding Friction and Tribology, Surface Spectroscopy, High Resolution Surface Microscopy, New Methods and Techniques, Applied Topics.

Prvo obvestilo o konferenci dobite na naslovu:

ECOSS-16 Congress Secretariat
c/o Dipartimento di Fisica
Via Dodecaneso 33
16146 Genova, Italy
tel.: 39 10 353 6284
faks: 39 10 362 2790
E-mail @ecoss 16 genova.infn.it

STANDARDIZACIJA NA PODROČJU KEMIJSKE ANALIZE POVRŠIN

Večina metod za kemijsko analizo površin je bila razvita v zadnjih petindvajsetih letih, nekatere pa so tudi starejše. Najbolj uveljavljene, novejšje metode so: spektroskopija Augerjevih elektronov (AES), spektroskopija fotoelektronov, vzbujenih z rentgenskimi žarki (XPS), včasih označena tudi s kratico ESCA, in masna spektrometrija sekundarnih ionov (SIMS). Vsem metodam je skupno, da za svoje delovanje potrebujejo ultra visoki vakuum, vzbujevalni elektronski ali ionski curek, detektor sekundarnih delcev, elektronov ali ionov, in naprave za ionsko jedkanje analiziranih vzorcev. Navedene metode omogočajo elementno in kemijsko preiskavo površin in v kombinaciji z ionskim jedkanjem vzorcev tudi profilno analizo tankih plasti.

Na svetu je več proizvajalcev razmeroma zahtevne in drage raziskovalne opreme za analizo površin, ki za avtomatizacijo analize in zbiranje analiznih podatkov uporabljajo različne načine in različno računalniško opremo. Posamezni proizvajalci te opreme lahko vplivajo tudi na natančnost analiznih rezultatov, včasih pa so natančne primerjave rezultatov preiskav celo enakih vzorcev, dobljenih na napravah različnih proizvajalcev, zelo otežene ali pa nemogoče.

Navedena dejstva so bila specialistom, ki delamo na področju preiskave površin že dolgo znana. Zato je bil leta 1992 pri Mednarodni organizaciji za standardizacijo (ISO) ustanovljen Komite za kemijsko analizo površin ISO/TC 201. Pobuda za njegovo ustanovitev je prišla iz ZDA, Japonske in Anglije, kjer imajo to področje najbolj razvito. Avtorja tega prispevka so zaradi njegovega dolgoletnega dela na tem področju povabili k sodelovanju že ob ustanovitvi navedenega komiteja, obenem pa je bil zadolžen tudi za povezavo z enim od IUVSTA komitejev. Na predlog Urada za standardizacijo in meroslovje je Slovenija od leta 1994 aktivni član komiteja ISO/TC 201. V njem so sedaj predstavniki iz osemindvajsetih držav, od tega je trinajst aktivnih članic in petnajst opazovalk.

V Yokohami na Japonskem je bila od 21. do 23. septembra 1995 četrta plenarna seja komiteja ISO/TC 201, v okviru le-te pa je delalo sedem podkomitejev. Njihova imena kažejo tudi glavna področja delovanja. Ta so: terminologija, skupni postopki, zbiranje in obdelava podatkov, profilna analiza tankih plasti, spektroskopija Augerjevih elektronov, spektroskopija fotoelektronov, vzbujenih z rentgenskimi žarki, in masna spektroskopija sekundarnih ionov.

Delo podkomitejev je potekalo z namenom poenotenja in kalibracije pomembnejših postopkov. Obravnavali smo pripravo vzorcev za analizo, način zbiranja analiznih podatkov in obliko njihovega prenosa, kvantitativno vrednotenje rezultatov, uvedbo nekaterih kontrolnih postopkov, uvajanje standardov za kalibracijo postopkov in natančno navedbo pomembnejših karakteristik instrumentov za preiskave z metodami AES, XPS, SIMS, GDOS in še nekaterih drugih. Poudariti je potrebno, da člani delovnih skupin podkomitejev upoštevamo pri svojem delu, če je le mogoče, že



Plenarna seja komiteja za kemijsko analizo površin ISO/TC 201

obstoječe standarde, dokumente in predpise drugih nacionalnih organizacij in mednarodnih zvez, kot so: ASTM, DIN, NIST, IUPAC in VAMAS.

Kot aktivni član delovne skupine v podkomiteju za profilno analizo je avtor tega prispevka sodeloval pri pripravi okvirnega programa dela že pred sejo na Japonskem. V Yokohami smo v tem podkomiteju podrobneje obravnavali definicije in postopke za profilno analizo tankih plasti. Poseben poudarek je bil na določanju globine ionskega jedkanja in sicer po končani profilni analizi in med njo. Za natančno določitev teh dimenzij, ki so pogosto samo nekaj nanometrov, smo izbrali alternativne preiskovalne metode, uvesti pa bo potrebno še standarde z znano debelino tankih plasti. Predstavniki Japonske so predlagali razvoj in uvedbo natančno definirane večplastne strukture AlAs/GaAs, ameriški predlog pa je bil, da bi se za optimizacijo profilne analize z metodama AES in XPS uporabljale enojne tanke plasti. Pomemben je tudi nemški predlog, ki bo, ko bo natančno izdelan, podrobno obravnaval postopek za meritev globine ionskega jedkanja vzorca in določanje globinske ločljivosti.

Na koncu tridnevne seje v Yokohami smo se prisotni strinjali, da naj bo peta plenarna seja komiteja ISO/TC 201 na univerzi v Surreyju v Angliji, julija 1996, ob priliki 9. mednarodne konference o kvantitativni analizi površin.

Dr. Anton Zalar
Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko
Teslova 30
61000 Ljubljana

DRUŠTVENE NOVICE

Spoštovani člani in prijatelji DVTS

Spet je leto naokrog in med drugim smo na zadnji seji IO društva sprejeli tudi sklep o članarini za l. 1996, ki bo tako kot lani, 1000 SIT, in prosimo, da jo poravnate čim prej. Število članov, glede na plačano članarino, se v zadnjih letih približuje številki 150.

Želimo Vas tudi spominiti na dogovor, po katerem je potrebno v DVTS obnoviti članstvo vnaprej, torej že sedaj za naslednjih 12 mesecev.

Društvo deluje aktivno predvsem na področju izobraževanja, publicistike, mednarodnih stikov in strokovnih posvetovanj. Standardni tečaji, ki jih razpišemo vsako leto vsaj dvakrat, so sedaj trije: Osnove vakuumske tehnike, Vzdrževanje vakuumskih naprav in Vakuumska tehnika za srednješolske predavatelje. Stalna, že vtečena posvetovanja potekajo vsako leto z Društvom za vakuumsko tehniko Hrvaške - izmenoma v Sloveniji in Hrvaški, ter Slovensko vakuumsko posvetovanje, združeno s konferenco o metalurgiji, tehnologijah in materialih - vsako jesen v Portorožu. Lani je društvo izdalo knjigo o vakuumski tehniki za srednje šole, sedaj je tik pred izidom brošura za vzdrževalce in pripravljamo se na drugi ponatis knjige Osnove. Štirikrat

letno izide revija Vakuumist, ki se je v zadnjih letih izglasila društva napredovala v časopis za vakuumsko znanost, tehniko in tehnologije, vakuumsko metalurgijo, tanke plasti, površine, in fiziko plazme. Dobiva jo vsak član društva, sponzorji in mnoge strokovne knjižnice, dve celo iz tujine. Z nekaterimi drugimi revijami imamo urejeno zamenjavo za Vakuumista.

Društvo je aktivni član mednarodne zveze za vakuumsko znanost, tehniko in uporabo, IUVSTA. V domačem okolju pomagamo združevati vodilne strokovnjake s številnih znanstvenih področij in visokih tehnologij. Ker bomo na poti med bolj razvite brez dvoma tovrstnega interdisciplinarnega znanja potrebovali vedno več, je dejavnost tako našega kot tudi drugih strokovnih društev mladi državi zelo potrebna. Vabimo vas, da se včlanite oziroma da nadaljujete aktivno delovanje v DVTS in vam hkrati želimo sreče in obilo uspehov na vašem strokovnem področju v novem letu 1996.

Uredništvo
in IO DVTS

IZOBRAŽEVALNI TEČAJI v letu 1996

Vse uporabnike vakuumske tehnike obveščamo, da so v letu 1996 predvideni naslednji strokovno izobraževalni tečaji:

VZDRŽEVANJE VAKUUMSKIH NAPRAV

16. in 17. april ter 15. in 16. oktober 1996

Pod tem naslovom se obravnava predvsem tematika, ki jo srečujemo v tehniki grobega vakuuma. To je: delovanje, vzdrževanje in popravila rotacijskih črpalk, pregled in uporaba različnih črpalk, ventilov in drugih elementov, meritve vakuuma, hermetičnost in odkrivanje netesnosti v vakuumskih sistemih, materiali za popravila, tehnike čiščenja in spajanja; skupno 20 šolskih ur, od tega tretjina praktičnih prikazov in vaj.

Cena tečaja je 30.000 SIT. Vsak tečajnik bo prejel tudi brošuro "Vzdrževanje vakuumskih naprav" in potrdilo o opravljenem tečaju.

OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE

4., 5. in 6. junij ter 26., 27. in 28. november 1996

Pri tem tečaju je večji poudarek na teoretičnem razumevanju snovi. Obravnavana so vsa, že prej omenjena področja in poleg tega še: pomen in razvoj vakuumske tehnike, fizikalne osnove, črpalke za visoki vakuum, tankoplastne in druge vakuumske tehnologije, čisti postopki, analize površin ter doziranje, čiščenje in preiskave plinov - skupno 26 šolskih ur z

vajami in ogledom Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko in Inštituta "Jožef Stefan".

Cena tečaja je 28.000 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj "Osnove vakuumske tehnike" in potrdilo o opravljenem tečaju.

Oba tečaja se pričneta ob 8.00 uri v knjižnici Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, Ljubljana.

Prosimo interesente, da se informativno javijo čim prej, za dokončno potrdilo udeležbe pa velja kopija položnice o plačilu - najkasneje tri dni pred pričetkom tečaja, na naslov:

Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije,
Teslova 30, 61111 Ljubljana

(štev. žiro računa: 50101-678-52240).

Prijave sprejema organizacijski odbor (Koller, Spruk, Mozetič, Nemanič), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. 061-1264584).

Tečaj "Osnove vakuumske tehnike za srednješolske predavatelje" bo predvidoma 8. in 9. novembra in bo posebej razpisan v informativnih glasilih za šolstvo.

A.P.