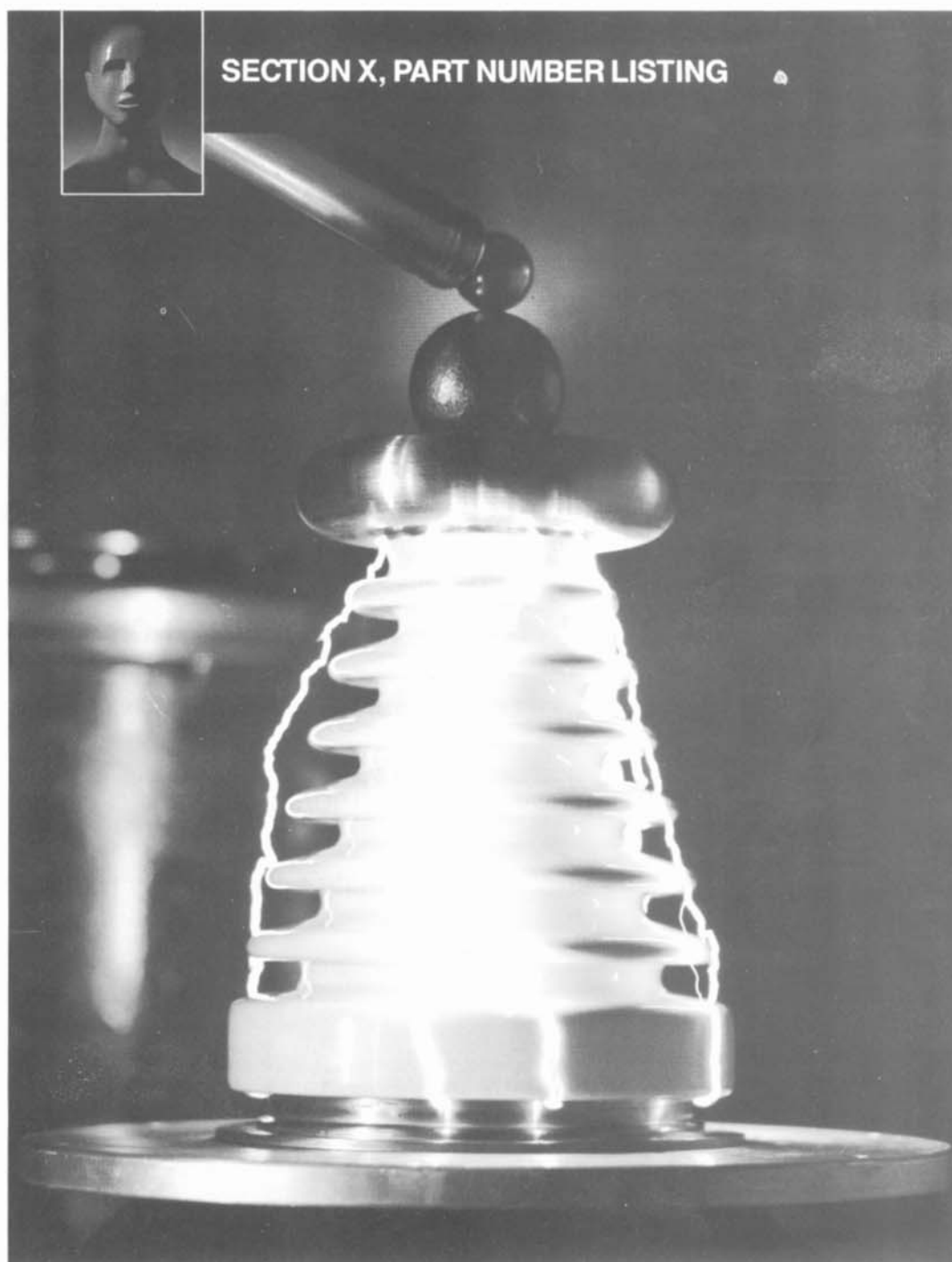


VAKUUMIST

GLASILO DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE

LJUBLJANA, marec 93

letnik 13, št. 1, 1993



VSEBINA

-
- ☐ Visokovakuumsko tesni spoji med keramiko in kovino (L. Irmančnik Belič)

 - ☐ Visokotemperaturno vakuumsko spajkanje hitroreznih orodnih jekel na konstrukcijska, z istočasno toplotno obdelavo v vakuumski peči (V. Leskovšek, D. Kmetič)

 - ☐ Vakuumska močnostna stikala (A. Pregelj)

 - ☐ Ionski izviri (P. Panjan, A. Žabkar, B. Navinšek)

 - ☐ Tanke plasti, nparjene po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS - vpliv na potencialno bariero sistema Ag/n-Si (B. Cviki)

 - ☐ Pridobivanje fullerena C₆₀ z naparevanjem (J. Gasperič, P. Venturini)

 - ☐ NASVETI

 - ☐ DRUŠTVENE NOVICE

 - ☐ OBVESTILA

Slika na naslovni strani prikazuje visokonapetostni izolator. Bistven element tega izdelka, kakor tudi številnih drugih podobnih izdelkov, ki se uporabljajo v vakuumskih tehnologijah, je vakuumsko tesen spoj keramika-kovina. Tehnologijo izdelave takega spoja so uspešno osvojili tudi na Institutu za elektroniko in vakuumsko tehniko v Ljubljani (slika je iz kataloga firme Ceramaseal).

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

BALZERS

YOUR PARTNER FOR ADVANCED VACUUM TECHNOLOGY

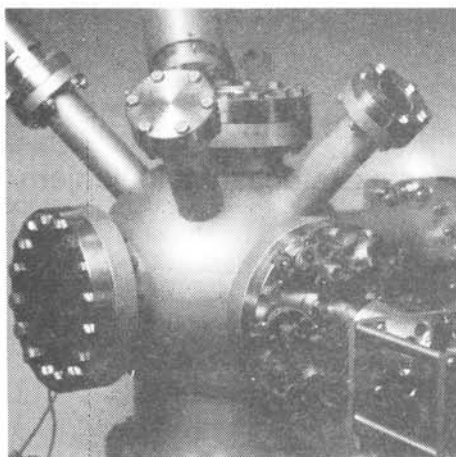
THE COMPLETE VACUUM SUPPLIER FOR:

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

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

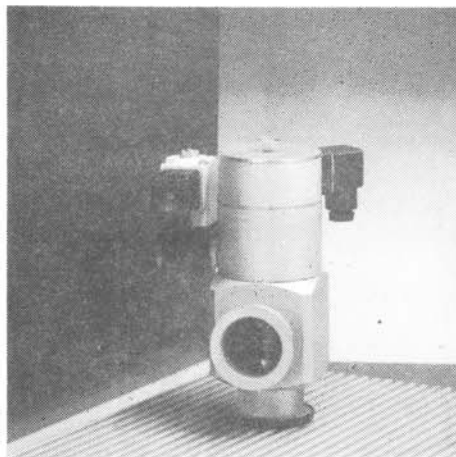


**RAZISKAVE,
RAZVOJ,
STORITVE:**



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

IZDELKI:



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

ŽELIMO VAM USTREČI - POKLIČITE NAS!

INŠTITUT
ZA ELEKTRONIKO
IN VAKUUMSKO
TEHNIKO

61111 LJUBLJANA, TESLOVA 30, POB 59,
SLOVENIJA

Telefon: 061 267-341, 267-377, 263-461

Telefax: 061 263-098, Telex: 31629 YU IEVT

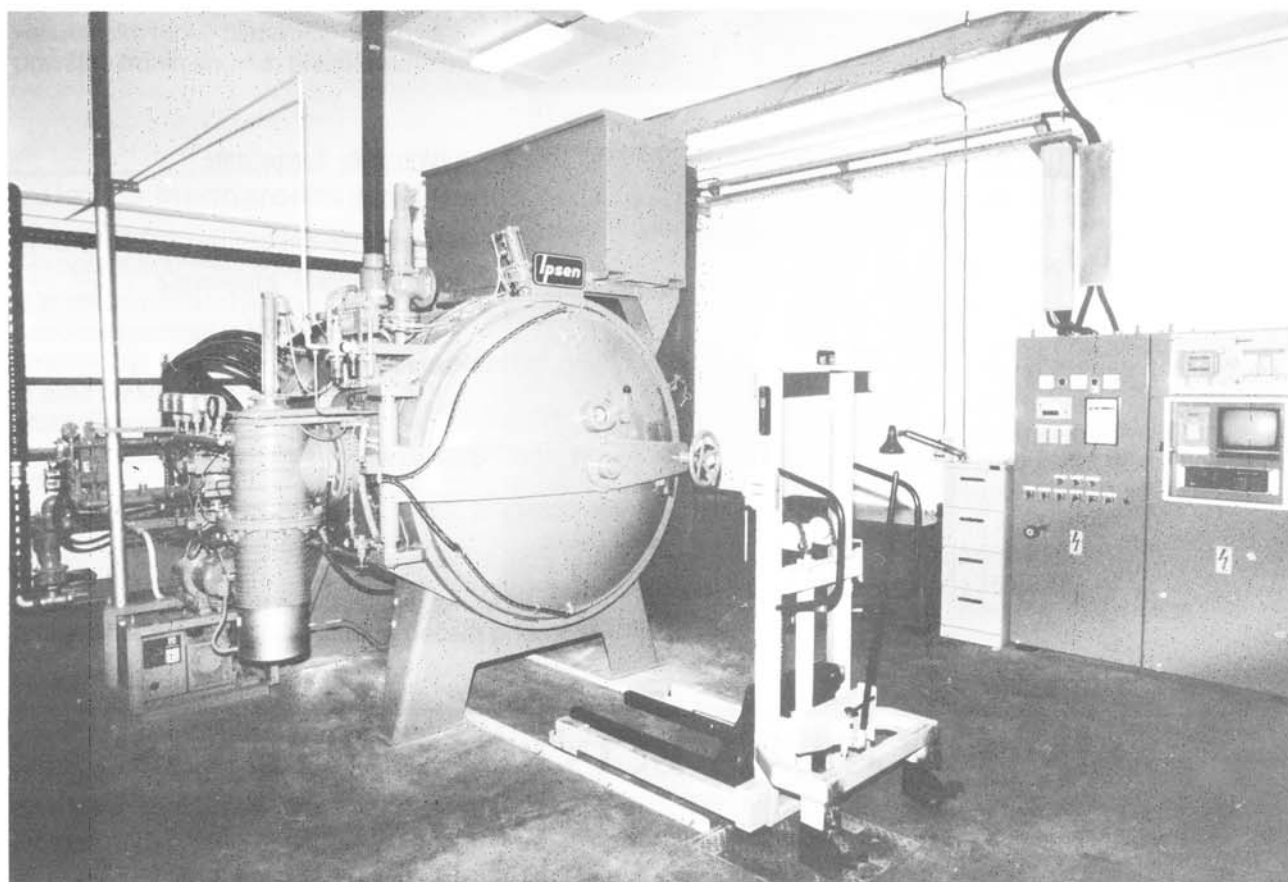
INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE

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

Telefon (061)151-161, Telefax (061)213-780
(prej METALURŠKI INŠTITUT)

Laboratorij za vakuumsko toplotno obdelavo, raziskave, razvoj in storitve

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



Vakuumska peč IPSEN VTC-324 R

SCAN d.o.o.

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

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



Zastopamo svetovno znane proizvajalce:

JEOL Ltd., Japonska

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



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

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



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

GATAN Ltd., ZDA

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



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

L'AIR LIQUIDE, Francija

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



SPI Supplies, ZDA

- potrošni material za laboratorije, elektronsko in svetlobno mikroskopijo

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



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

Se priporočamo!

Informacije in prodaja:

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

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



PRODAJNI PROGRAM

Vakuumske črpalke:

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

vakuumski črpalni sistemi:

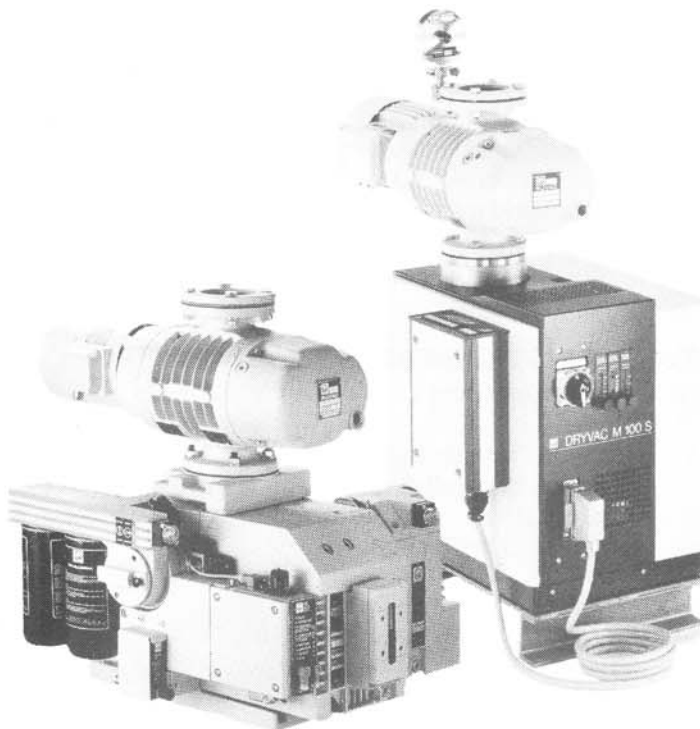
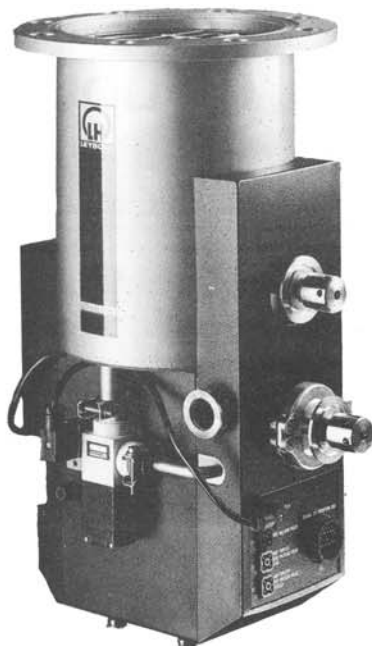
- za kemično in drugo industrijo

vakuumski ventili:

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

vakuumske prirobnice:

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



mehanske in električne prevodnice

merilniki vakuuma in kontrolni instrumenti:

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

procesni regulatorji

detektorji netesnosti (prepuščanja) in sistemi

- helijski, frigenski detektorji

masni spektrometri in pribor

- od 1 do 200 ame

IZDELAVA STROJEV IN TEHNOLOGIJE ZA:

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

ZASTOPSTVO IN SERVIS

MEDIVAK

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

PRODAJA

TEAM TRADE

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

d.o.o.

Pisarna: 61000 LJUBLJANA
Cesta v Rožno dolino 42
Telefon (061) 274-123
Telefax (061) 274-125
Račun SDK 50140-601-85343

NDT - KONTROLA BREZ PORUŠITVE MATERIALA

OPTIČNA KONTROLA

- OLYMPUS, JAPONSKA

- ✱ ogledala in povečala, endoskopi in fibroskopi, foto in TV dokumentacija ter TV kontrola cevi
- ✱ posebni prenosni aparati za optično kontrolo površine vseh vrst materialov s povečavo do 1000-krat
- ✱ metalurški in ostali mikroskopi

Kontrola s penetrantskimi tekočinami

- HELLING, ZRN

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

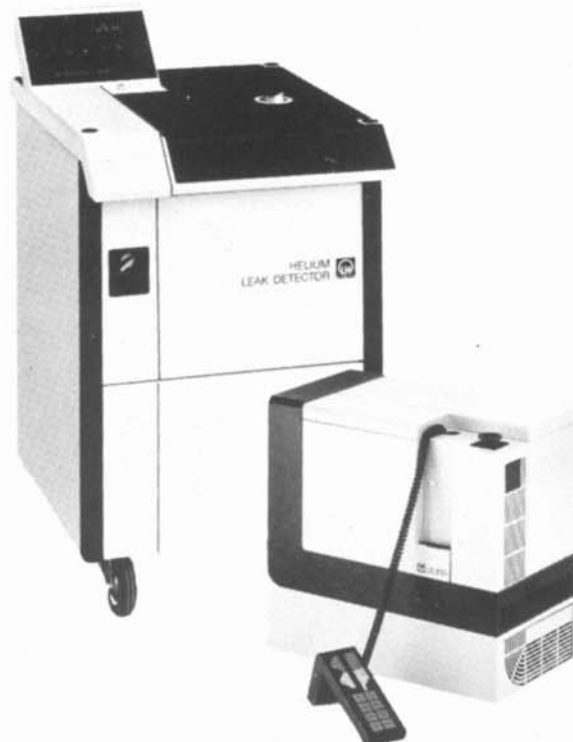
Magnetna kontrola - HELLING, ZRN

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

Kontrola z vrtnčastimi tokovi - ROHMANN, ZRN

in ultrazvočna kontrola - PANAMETRICS, ZDA/ZRN

- ✱ prenosni aparati za kontrolo materialov, merilniki debelin materialov



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

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

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

Industrijski RTG filmi in kemikalije - RAZLIČNI PROIZVAJALCI

Kontrola netesnosti / prepuščanja

- LEYBOLD, ZRN, - HELLING, ZRN

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

Analize materialov

- SPECTRO, ZRN, - LEYBOLD, ZRN

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

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

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

TEAM TRADE d.o.o.

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

Pisarna: 61000 LJUBLJANA
Cesta v Rožno dolino 42
Telefon (061) 274-123
Telefax (061) 274-125
Račun SDK 50140-601-85343

PERKIN ELMER

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

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

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

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



KemoAnalitika

družba z omejeno odgovornostjo

R.D. V/24, 61000 Ljubljana

telefon 061/261 957

telefaks 061/261 537

VISOKOVAKUUMSKO TESNI SPOJI MED KERAMIKO IN KOVINO

dr. Lidija Irmančnik Belič, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61111 Ljubljana

HIGH VACUUM TIGHT METAL TO CERAMIC SEALS

Abstract

The article describes the survey of a high vacuum tight seals between metal and ceramics. A special emphasis is given to the high temperature metallization process. IEVT fabricates the seals made on 96% Al_2O_3 with the mentioned technology. Gained seals properties satisfy conditions for the use in complex optoelectronic devices. Produced seals have the adhesion strength up to 200 MN/m^2 , the ultrahigh vacuum tightness with leaking lower than 10^{-15} mbar l/s and the very high insulation resistivity in the range of 10^{-14} Ω cm.

Povzetek

V članku je podan pregled visokovakuumskih spojev med keramiko in kovino. Poudarek je na spojih, narejenih z visokotemperaturno metalizacijo na korundni keramiki. Po tej tehnologiji izdelujemo na IEVT spoje 96% Al_2O_3 keramike s kovino, ki so po vseh lastnostih enakovredni tujim in se uporabljajo v zahtevnih optoelektronskih komponentah. Taki spoji dosegajo natezne trdnosti do 200 MN/m^2 , ultra vakuumsko tesnost - puščanje $< 10^{-15}$ mbar l/s, spoji pa morajo imeti tudi visoko izolacijsko upornost (10^{-14} Ω cm).

1 UVOD

Trden, vakuumsko tesen spoj dveh fizikalno in kemično tako različnih snovi, kot sta keramika in kovina, obstojen v širokem temperaturnem področju, predstavlja zanimiv raziskovalni in tehnološki problem. Poleg izenačenega termičnega raztezka je za obstoj trdnega spoja med keramiko in kovino potrebna posebna vezna ali prehodna plast, v kateri fizikalne in kemične lastnosti keramike na majhni razdalji zvezno preidejo v kovinske. Tako strme gradientne omogoča steklasta faza, ki je poleg večinske kristalinične faze (zrna Al_2O_3) bistvena sestavina keramike. V steklasti fazi prehodne plasti so razporejeni kristali kovin - molibdena ali volframa (kermetna struktura).

Glede na način tvorbe vmesne - vezne plasti razlikujemo spoje s predhodno metalizacijo (visoko temperaturna metalizacija - VTM, nizko temperaturna metalizacija - NTM, vakuumski nanos) in direktne spoje (difuzijski in reaktivni spoji).

Pri tvorbi spojev s predhodno metalizacijo poteka postopek le-te in spajkanje kovinskega dela z metalizirano keramiko v ločenih procesih, pri direktnih spojih pa v enem samem. Obstaja več tehnologij predhodne metalizacije keramike. V industriji je najbolj razširjen postopek s sintranjem metalizacijske paste. Poznani pa so tudi postopki metalizacije keramike z vakuumskim nanosom - naparivanje, naprševanje.

Direktne spoje ločimo glede na način metalizacije v dve vrsti: v spoje, pri katerih poteka metalizacija keramike s kovino v trdnem stanju, in v tiste, pri katerih

keramiko metaliziramo s staljeno kovino. Do metalizacije keramike s trdno kovino pride ob tvorbi tki. difuzijskih spojev pod visokim pritiskom /1,2,3/. Reakcija spajanja poteka na temperaturi, ko je kovina v plastičnem stanju, to je cca. 30°C pod tališčem kovine (npr. za Cu pri 1060°C). Pri tem je kovina, ki difundira, lahko kovinski partner spoja ali pa obroč, ki ga vložimo med oba dela spoja.

Direktne spoje, pri katerih metaliziramo keramiko z reaktivno tekočo zlitino, imenujemo reaktivne spoje. Pri njihovi tvorbi imajo bistveno vlogo tki. reaktivne kovine (titan, cirkonij, tantal, niobij), ki delno reducirajo okside v keramiki /4/. Zlitine aktivnih kovin in spajke omočijo keramiko in kovinski kos, istočasno se izvrši metalizacija keramike in povezava s kovinskim partnerjem. V to skupino spada postopek reaktivnega spajkanja s TiH_2 , ki ga nanese na keramiko v obliki suspenzije. TiH_2 odda večino vodika pri temperaturi 650°C . V visokem vakuumu na temperaturi spajkanja 800 do 900°C TiH_2 praktično popolnoma razpade. Zlitina nastalega titana in staljene spajke omoči keramiko in omogoča tvorbo vakuumsko tesnega in trdnega spoja med keramiko in kovino.

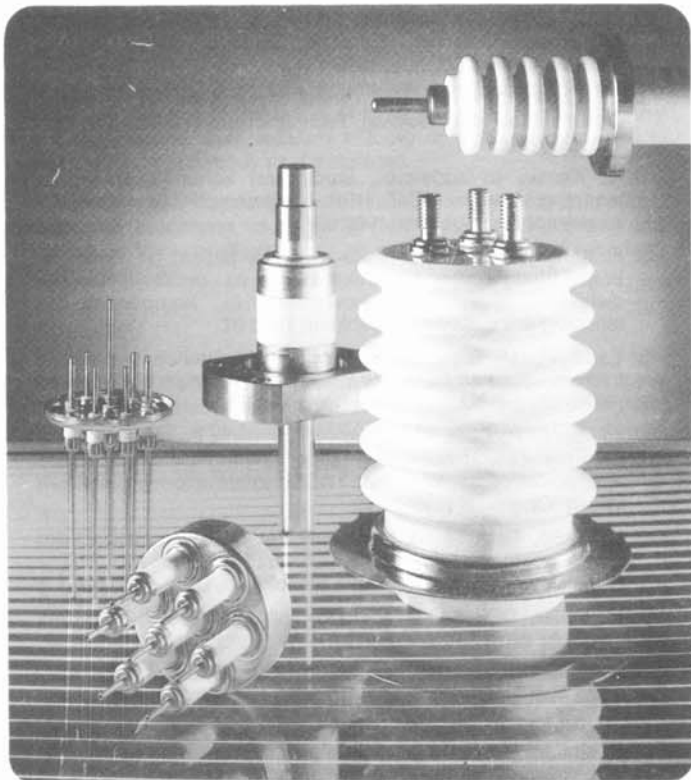
Slaba stran reaktivnih spojev je onesnaženje površine keramike v okolici spojev, kar zmanjšuje možnosti kasnejše uporabe. Pri uporabi spojev v specialnih elektronkah z visokonapetostnim napajanjem vsaka nečistoča na površini pomeni izvor električnih prebojev in plazečih se tokov po površini keramike in zato je tak spoj neuporaben.

V skupino s predhodno metalizacijo spadata VTM in NTM.

Pri NTM lahko že pri sorazmerno nizki temperaturi okoli 1100°C /5/ dosežemo odlično adhezijo metalizacijskega nanosa. Po sintranju je potrebno vrhnji metalizacijski sloj odbrusiti, ker ni kompakten, tako da ostane le 0.3 do 0.7 μm debela metalizacijska plast. NTM zadovoljuje kontrolne teste na vakuumsko tesnost in termično cikliranje, je pa zaradi zahtevne tehnologije in občutljivosti za mehanske obremenitve neprimerna za širšo uporabo, zato smo večino raziskav na IEVT nadaljevali na VTM. Med postopki VTM se je tisti z MoMn pasto izkazal kot tehnološko najprimernejši za zelo zahtevne vakuumске komponente. Z raziskavami tega postopka se na IEVT ukvarjamo že 10 let /6,7/. Po tej tehnologiji smo izdelali spoje keramike s kovino, ki se uporabljajo za slikovne ojačevalnike, prenapetostne odvodnike, prevodnice v vakuumskih sistemih in drugod.

Spoji so narejeni z domačo keramiko (AET Iskra) in metalizirani z VTM pasto, razvito na IEVT. Vzporedno z razvojem tehnologije metalizacije smo razvili in vpeljali celo vrsto metod za karakterizacijo in analizo metalizacijske plasti in spojev keramike s kovino /8/.

Literatura, ki obravnava spoje keramike (izolatorja) s kovino (prevodnikom), je obširna, kar je odsev velikih naporov, ki so bili vloženi v tovrstne preiskave. Brez takih spojev ni mogoče rešiti številnih ključnih konstrukcij v jedrski in vesoljski tehnologiji, v sodobni elektroniki in vakuumski tehniki (sl.1).



Slika 1. Električni prevodniki - primer uporabe vakuumsko tesnih spojev keramike s kovino (iz prospekta firme Friedrichsfeld).

2 Zgradba spoja korundne keramike s kovino

Z delom in raziskavami na spoju keramike s kovino so začeli v zgodnjih štiridesetih letih v Nemčiji. Na področju elektronike so iz obdobja 1934 - 1949 znani Siemensovi /9/ in Telefunkenovi patenti /10/. Prvi postopek izdelave spojev, ki je industrijsko zaživel v proizvodnji elektronike med drugo svetovno vojno, je znan pod imenom "Pulfrichov" postopek. Spoj je bil narejen na steatitni keramiki z nizkotemperaturno metalizacijo.

Kasneje je bila steatitna keramika zamenjana z glinično, ki ima boljše mehanske in električne lastnosti.

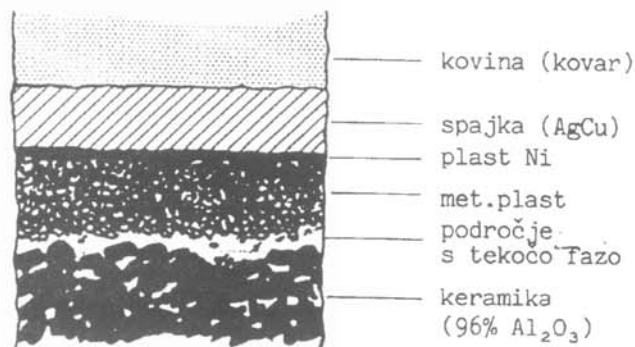
Za dober spoj keramike s kovino so potrebni: kvaliteta metalizirana keramika, kovinski partner, primerna spajka znane sestave in tališča ter tehnologija površinske obdelave in vakuumskega spajkanja. Vse našteje komponente, iz katerih je spoj oziroma keramično kovinski izdelek sestavljen, morajo biti

dimenzijsko zelo natančno obdelane. Posamezni gradniki spoja so med seboj po lastnostih zaradi razlik v razteznostnih koeficientih ponavadi precej različni. Napetosti v takem spoju so zelo velike, vendar niso kritične zaradi majhnih dimenzij sestavnih slojev. Napetosti ublaži plastičnost spajke.

Prerez spoja, ki je narejen z VTM postopkom in s pasto na osnovi MoMn, je prikazan na sliki 2. Spoj je sestavljen iz keramike, metalizacijske plasti, ki je ponikljana in prispajkana na kovinski del. Debelina sintrane metalizacijske plasti v spoju je od 20 do 30 μm , sloj niklja je debel 5 μm , plast spajke pa 10 μm .

Za spoje z VTM se navadno uporablja keramika z 92-98% Al_2O_3 , ostalo je tekoča faza /8/. S čisto korundno keramiko (99%) ne dosežemo kvalitetnega spoja, ker je dvomljiv nastanek vezne plasti. Metalizacijska plast je kermet, sestavljen iz molibdenovih zrn in taline. Talina omogoča adhezijo med molibdenovimi zrni in keramiko ter utrdi metalizacijsko plast z zapolnitvijo por med Mo zrni.

Izvir taline, ki nastane med procesom sintranja visokotemperaturne MoMn metalizacijske plasti, je na fazni meji med keramiko in metalizirano plastjo /8/. Zaradi kapilarnosti taline s fazne meje keramika - metalizacijska plast difundira v delno sintrano porozno metalizacijsko plast. Sočasno s kapilarno migracijo taline v Mo plast poteka tudi intergranularna difuzija nastale taline v keramiko.



Slika 2. Shematski prerez visokotemperaturnega spoja keramika - kovina z MoMn metalizacijsko plastjo /8/.

Plast niklja, ki tvori naslednji sloj v spoju, je nanescena na metalizacijsko plast. Plast niklja ima dvojno vlogo. Omogoča omočenje metalizacijske plasti s spajko in preprečuje vdor spajke v sintrano metalizacijsko plast /11/.

Navadno se pri visokovakuumskih spojih uporabljajo trde spajke (Ag-Cu, Ag-Cu-Pd, Cu-Au-Ni) s tališčem do 1100°C. Osnovni kriterij pri izbiri spajke je njen nizek parni tlak ter dobro omočenje površine niklja v atmosferi suhega H_2 /11/. Za eutektično spajko AgCu (72/28), s katero je bila izdelana večina spojev, je maks. temperatura spajkanja 780°C. Kovinski deli, ki se uporabljajo v spojih, morajo imeti podoben raztez-

nostni koeficient kot keramika in metalizacijska plast (okoli $50 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$). Odgovarjajoč razteznostni koeficient ima vacon 10 (28Ni- 18Co-Fe).

3 Pregled materialov in postopkov za izdelavo metalizacijske plasti in spoja keramike s kovino pri visokotemperaturni MoMn metalizaciji

Izhodne komponente: (96% Al_2O_3 , VTM pasta, NiO pasta, lotni obročki iz AgCu spajke, globoko vlečeni deli iz vacona)

Tehnološki postopki:

- čiščenje keramike (z detergentom, v vreli HNO_3 , v destilirani vodi, žarjenje na zraku na 950°C)
- nanos VTM paste (nanos MoMn paste, debelina nesintrane paste $60 \mu\text{m}$), sušenje met. paste (na zraku 24 ur)
- sintranje met. paste (vlažna redukcijska atmosfera, 1350°C , 30 min)
- nikljanje (nanašanje NiO paste s čopičem, sušenje na zraku, redukcija na 950°C v suhem H_2)
- trdo spajkanje (spajka, spajkanje v suhem H_2 , 780°C)
- testiranje spoja (natezna trdnost, vakuumsko tesnost, izolacijska upornost)

Brez natančno definiranih pogojev in ponovljivega tehnološkega postopka ni mogoče izdelati zanesljive spoje, ki bi zadostili visokim zahtevam za uporabo v optoelektronskih komponentah.

4 SKLEP

Za trdo spajkane spoje med korundno keramiko in kovino obstaja več tehnologij. Zahtevne optoelektronske vakuumске komponente na IEVT izdelujemo

po postopku s predhodno metalizacijo - procesu metalizacije sledi v ločenem procesu še spajkanje. Pri procesu VTM uporabljamo doma razvito metalizacijsko pasto na osnovi MoMn. Naši spoji ustrezajo vsem standardom za visokovakuumske spoje.

5 LITERATURA

- /1/ W. Kraft, Diffusion bonding, Joining Ceramics, Glass and Metal, Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel 1989, 55-147.
- /2/ S.D. Peteves, Designing Interfaces for Technological Applications: Ceramic - Ceramic, Ceramic - Metal Joining, Elsevier Applied Science, 1989
- /3/ J.F. Clarke, J.W. Ritz, E.H. Girard, State of the Art Review of Ceramis - to - Metal Joining, Technical report AFML - TR - 65 - 143, May 1965.
- /4/ E. Kinsky in sodelavci, Študij vezi keramika kovina in tehnologija spojev, IEVT, URP: Profesionalizacija elementov za elektroniko, Ljubljana 1980 69.
- /5/ E. Kinsky, B. Praček, R. Zavašnik, J. Šetina, L.I. Belič, M. Brejc, Študij spojev keramika kovina oz. molibden oksidni dielektrik, IEVT, URP: Novi materiali, komponente in tehnologije v elektroniki, Ljubljana 1985 67
- /6/ L.I. Belič, M. Stipanov, P. Pavli, The influence of ceramic microstructure on metal - ceramic seal formation, Vacuum, 40 (1990) 55
- /7/ L.I. Belič, P. Pavli, M. Stipanov, Diffusion Process in Al_2O_3 Ceramic - Metal Bond Formation, Joining Ceramics, Glass and Metal, Ed.: W. Kraft, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel (1989) 213
- /8/ L.I. Belič, Reakcije na fazni meji keramika - metalizacijska plast, Doktorska disertacija, Univerza v Ljubljani, FNT - Oddelek za kemijo in kemijsko tehnologijo, Ljubljana 1992.
- /9/ H. Vatter, DRP 645 871 (1935); 682 962 (1939); 106 045 (1938).
- /10/ H. Pulfrich, Ceramic - to - Metal Seals, U.S. Pat.2.163 407; 2.163 408; 2.163 409; 2.163 410 1939 (prioriteta 1937).
- /11/ L.I. Belič, M. Kocmur, S. Jerič, M. Stipanov, Pomen Ni prevlek na sintrani MoMn metalizacijski plasti, Zbornik referatov, XXV. jugoslovanski simpozij o elektronskih sestavnih delih in materialih - SD, Maribor 1989, 187

Nacionalni center za mikrostrukturno in površinsko analizo na Institutu "Jožef Stefan" in Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko

Ministrstvo za znanost in tehnologijo je s sklepom 17.11.1992 zagotovilo del sredstev za ustanovitev in delovanje Nacionalnega centra za mikrostrukturno in površinsko analizo (NCMP), ki sta ga ustanovila Institut "Jožef Stefan" in Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko.

Center je ključnega pomena za raziskave, razvoj in analizo materialov v Sloveniji, saj so sodobni materiali osnova razvoja družbe in uspešnosti njenega gospodarstva. Izredno hiter napredek novih in izboljšanih materialov, ki smo mu priča v zadnjih desetletjih, temelji na vedno novih spoznanjih o strukturi snovi. Slednje omogoča vse bolj dognana, računalniško podprta instrumentalna oprema.

Namen ustanovitve NCMP je koncentrirati sodobno opremo za mikrostrukturno karakterizacijo materialov ter jo narediti dostopnejšo čim širšemu krogu uporab-

nikov. Center združuje strokovnjake in opremo treh delovnih enot: Laboratorija za mikrostrukturno analizo, ki je v okviru Odseka za keramiko na IJS, Laboratorija za elektronsko mikroskopijo iz Odseka za fiziko trdne snovi na IJS ter Laboratorija za analizo površin in tankih plasti na IEVT.

V okviru Centra so vpeljane metode na osnovi elektronske mikroskopije in spektrometrije za raziskave materialov, površin in delcev. Oprema v Centru je edina te vrste v Sloveniji, nabavljena pa je bila z združenimi sredstvi gospodarskih organizacij, institutov in družbenih fondov (RSS in MZT) ter s prispevki mednarodnih organizacij. Oprema zaenkrat omogoča sodelavcem raziskovalno delo na dovolj visokem nivoju, da lahko uspešno izvajajo zahtevne raziskave in sodelujejo z drugimi podobnimi laboratoriji v svetu.

VISOKOTEMPERATURNO VAKUUMSKO SPAJKANJE HITROREZNIH ORODNIH JEKEL NA KONSTRUKCIJSKA, Z ISTOČASNO TOPLOTNO OBDELAVO V VAKUUMSKI PEČI

V. Leskovšek in D. Kmetič, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 61111 Ljubljana

HIGH TEMPERATURE VACUUM BRAZING OF HSS ON CONSTRUCTION STEEL, WITH SIMULTANEOUS HEAT TREATMENT

Abstract

In view of leading high temperature vacuum brazing process, at the austenitization temperature of HSS, it makes possible to carry out high temperature vacuum brazing of HSS on construction steel, with simultaneous heat treatment.

Advantages of this process are increased strength of brazed joints, increased toughness of carrying part, optimum hardness and cutting edges strength for a given combination working part/cutting tool.

Povzetek

S postopkom visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja hitroreznih orodnih jekel na konstrukcijska in z istočasno toplotno obdelavo v vakuumski peči smo izdelali kakovostna rezilna orodja. Prednost tako izdelanih rezilnih orodij je doseganje želene žilavosti nosilnega dela iz konstrukcijskega jekla in optimalne trdote rezila iz hitroreznega jekla za dano kombinacijo del/orodje.

1 UVOD

Visokotemperaturno vakuumsko spajkanje je spajanje kovinskih delov z dodatnim materialom brez uporabe talil v vakuumu pri temperaturah nad 900°C, vendar pod tališčem kovin, ki naj bi jih spojili.

Rezultati tega načina spajanja so kakovostni spoji z visoko vezno trdnostjo, ki lahko v mnogih primerih doseže trdnost osnovne kovine (npr. jekla, nikljevih ali kobaltovih zlitin) /1/.

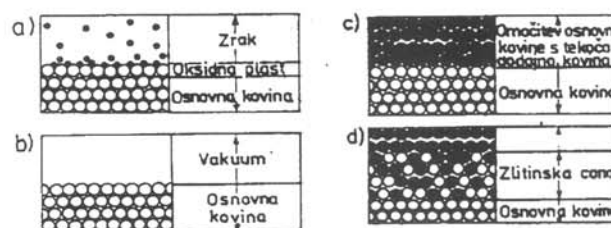
Postopek visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja v enokomorni vakuumski peči IPSEN VTC-324R s homogenim plinskim hlajenjem pod visokim tlakom vodimo že v območju avstenitizacije hitroreznih orodnih jekel. To omogoča v istem ciklusu visokotemperaturno vakuumsko spajkanje hitroreznih orodnih jekel na konstrukcijska in istočasno toplotno obdelavo v vakuumu.

Prednost tako izdelanih rezilnih orodij je predvsem v doseganju želene žilavosti nosilnega dela iz konstrukcijskega jekla, ob doseganju optimalne trdote rezila iz hitroreznega jekla za dano kombinacijo del/orodje. Takšno kombinacijo mehanskih lastnosti rezilnega orodja, izdelanega po klasičnem postopku iz hitroreznega jekla, je možno doseči le z dodatno toplotno obdelavo delnega popuščanja. Druge prednosti visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja pa so še v prihranku energije, dragih orodnih jekel in čiščenju.

2 MEHANIZEM VISOKOTEMPERATURNEGA VAKUUMSKEGA SPAJKANJA IN DEJAVNIKI, KI VPLIVAJO NA TRDNOSTNE LASTNOSTI SPAJKANEGA SPOJA

Slika 1 shematsko prikazuje mehanizem visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja. Na površini kovine se absorbirajo molekule preostale atmosfere. Kisik reagira s kovino in tvori oksidno plast na površini - slika 1a. Med spajkanjem so privlačne sile na površini kovine zasičene, izoblikovana oksidna plast pa preprečuje stik med površino kovine in dodatnim materialom. Za odstranitev oksidne plasti uporabljamo talilo oziroma spajkanje izvršimo v zaščitnem plinu ali vakuumu in na ta način preprečimo nastanek oksidne plasti.

V vakuumu so na površini kovine nezasičene privlačne sile, ker ne pride do oksidacije - slika 1b. Tekoča dodatna kovina omoči površino kovine ob delovanju adhezijskih privlačnih sil med obema gradnikoma spoja - slika 1c. Ta adhezivna prevleka je ojačana z medsebojno difuzijo elementov iz osnovne kovine in dodatne kovine - slika 1d /1,2/. Med ohlajanjem se dodatni material strdi, njegova kohezivna odpornost



naraste.

Slika 1. Mehanizem visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja

Mehansko trdnost spoja ocenjujemo z doseganjem kohezivne in adhezivne odpornosti, ki jo merimo z nateznim preizkusom.

Trdnost dodatnega materiala je eden od glavnih dejavnikov, ki vpliva na trdnostne lastnosti spajkanega spoja. Trdnostne lastnosti surovo litega dodatnega materiala so direktno merilo za trdnostne lastnosti spoja /1/.

Pri spoju z ozko špranjo se pojavi visok tlak polnjenja. Ob upoštevanju trdnostnih lastnosti spajkanega spoja mora biti tudi širina špranje ozka /1/. Za spajkanje s talili lahko rečemo, da preozka špranja odseva v nižji

natezni trdnosti. V tem primeru nimamo zadostne količine talila v špranji, da bi odstranili oksidno plast, prav tako pa je omejen tudi tok dodatnega materiala. Posledica je zelo slaba kakovost spoja /1/.

Ti problemi pa se ne pojavljajo pri spajkanju brez talila, kjer dosežemo najvišjo natezno trdnost pri spoju s širino špranje do $100\ \mu\text{m}$ /3/.

Natezna trdnost spajkanega spoja narašča z naraščanjem natezne trdnosti osnovne kovine, če sta druga dva pogoja, kot dodatni material in širina špranje, konstantna.

Natezna trdnost osnovne kovine ne vpliva na strižno trdnost spajkanega spoja. V tem primeru so prevladujoče samo lastnosti dodatnega materiala. Natezna trdnost spoja se zmanjša z naraščanjem kontaktne površine spajkanja. To lahko razložimo z verjetnostjo naraščanja deleža plinskih mehurčkov v sloju spajke pri naraščanju kontaktne površine, še posebej, če narašča tudi pot toka dodatnega materiala /1/.

Nosilnost dela vsekakor narašča s povečevanjem kontaktne površine spajkanja. Da bi dosegli zaželene trdnostne lastnosti spoja je nujno, da izberemo točno temperaturo spajkanja. Če je temperatura spajkanja prenizka, dodatni material ne bo tekel in omočil površine ter se ne bo vezal na osnovno kovino /3/.

Nasprotno pa temperatura spajkanja ne sme biti previsoka zaradi možnosti izparevanja legirnih elementov v dodatnem materialu ali neželenih sprememb osnovne kovine.

Raziskave so pokazale, da se trdnostne lastnosti spoja močno znižajo že pri najmanjših količinah nečistoč v dodatnem materialu. Spajka postane krhka zaradi tvorbe krhkih plasti med dodatnim materialom in osnovno kovino. Iz tega razloga so dovoljene nečistoče v dodatnem materialu za visokotemperaturno spajkanje omejene na skupno 0,1%, največja dovoljena vsebnost aluminija pa na 0,005% (DIN 8513).

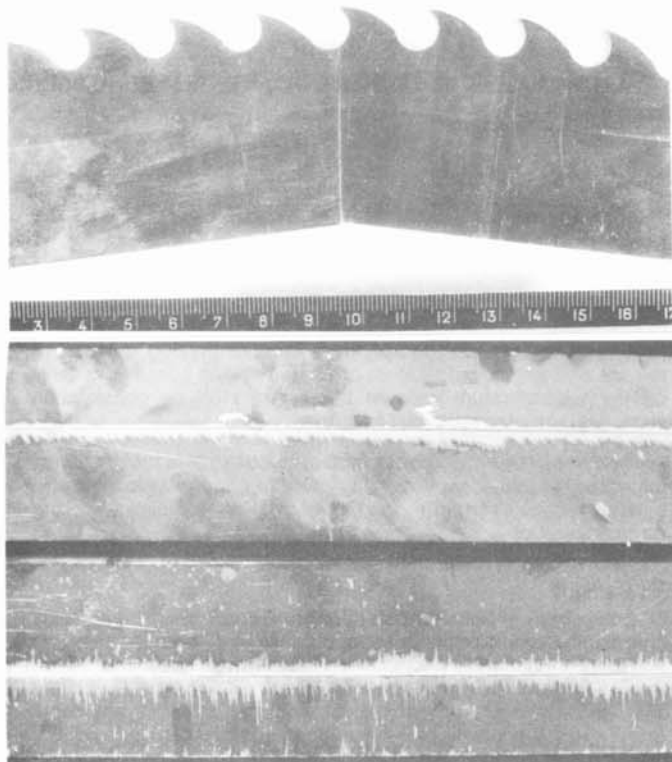
3 EKSPERIMENTALNI DEL IN REZULTATI

Pri eksperimentalnem delu smo se omejili na visokotemperaturno vakuumsko spajkanje segmentov za krožne žage in nožev za rezanje papirja, ki so izdelani iz jekla Č.7680, nosilni del je izdelan iz jekla Č.4320 - slika 2.

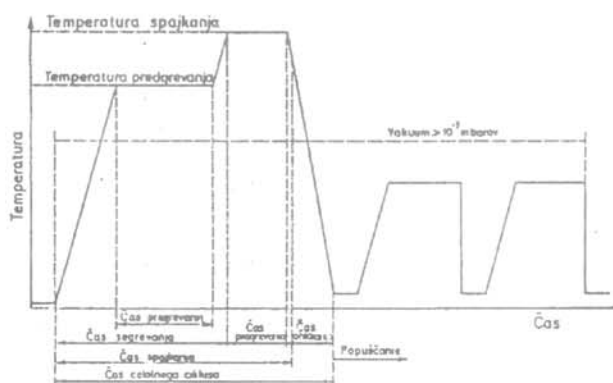
Dodatna materiala, ki smo ju uporabili pri tem postopku, sta proizvoda firme Nicrobraz Wall Colmonoy, na osnovi Ni-Cr z oznako 30 in LM, z zrnatostjo prahu $80\ \mu\text{m}$ /4/.

Pri spajkanju segmentov krožnih žag smo glede na konstrukcijo izbrali čelni spoj s širino špranje $70\ \mu\text{m}$. Temperatura spajkanja je bila 1190°C , s te temperature smo dele ohladili v toku dušika pod tlakom 5 bar, ter jih zatem dvakrat popuščali na temperaturi 540°C - slika 3.

Spajkanje smo izvršili v vakuumu, ki je bil boljši od 10^{-4} mbar, uporabili smo spajko z oznako 30. Tako izdelani segmenti žag so bili v tej fazi predvideni za nadaljnje metalografske in mehanske preiskave.



Slika 2. Segmenti krožnih žag in noža za rezanje papirja, izdelana po postopku visokotemperaturnega spajkanja in istočasno toplotno obdelana na $64 \pm 1\ \text{HRC}$

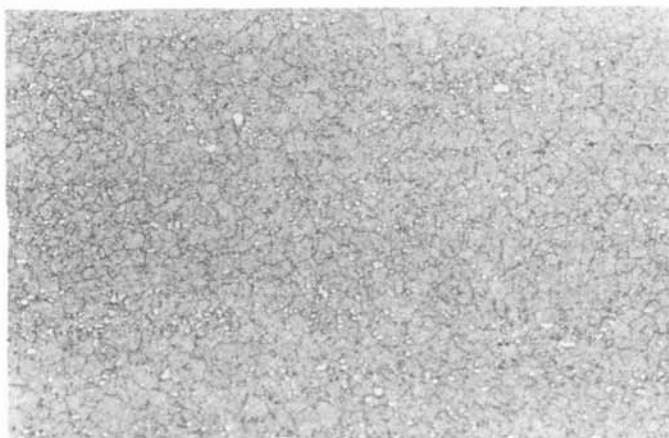


Slika 3. Shematski prikaz postopka visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja in toplotne obdelave

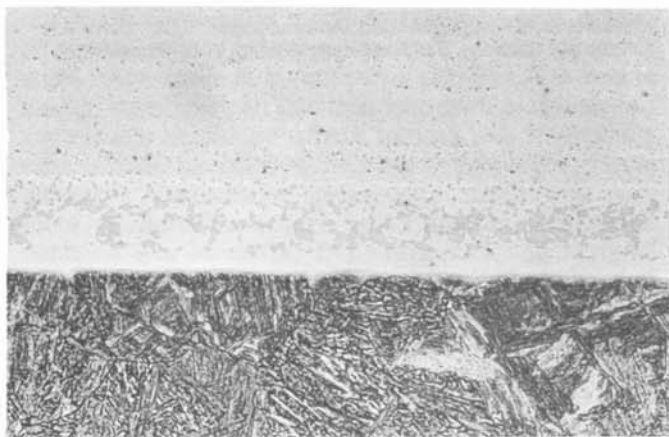
Za preizkus vzdržljivosti visokotemperaturnega vakuumskega spoja smo izdelali 2 noža za rezanje papirja dimenzij $425 \times 117 \times 10\ \text{mm}$ in en nož dimenzij $560 \times 117 \times 10\ \text{mm}$, slika 2, iz jekla Č.7680 in Č.4320. Pri teh nožih smo uporabili spajko z oznako LM.

Glede na konstrukcijo nožev smo izbrali prekrivni spoj, širina špranje je bila $70\ \mu\text{m}$. Vsi ostali parametri spajkanja in toplotne obdelave so bili enaki kot pri segmentih za krožne žage.

Za orodja, izdelana po postopku visokotemperaturnega spajkanja z istočasno toplotno obdelavo, je poleg zahtevanih lastnosti orodnega jekla najpomembnejša vezna trdnost med orodnim in konstrukcijskim jeklom /1,2/. Orodno jeklo ima drobno zrnato mikrostrukturo in po dvakratnem popuščanju matico iz popuščene martenzita, v kateri so drobni karbidi (slika 4). Trdota jekla je 641 HRc. Konstrukcijsko jeklo EC 80 ima mikrostrukturo iz popuščene martenzita in bainita. Zaradi visoke temperature avstenitizacije so avstenitna zrna velika.



Slika 4. Mikrostruktura orodnega jekla Č.7680 (BRM2) (pov. 200x)



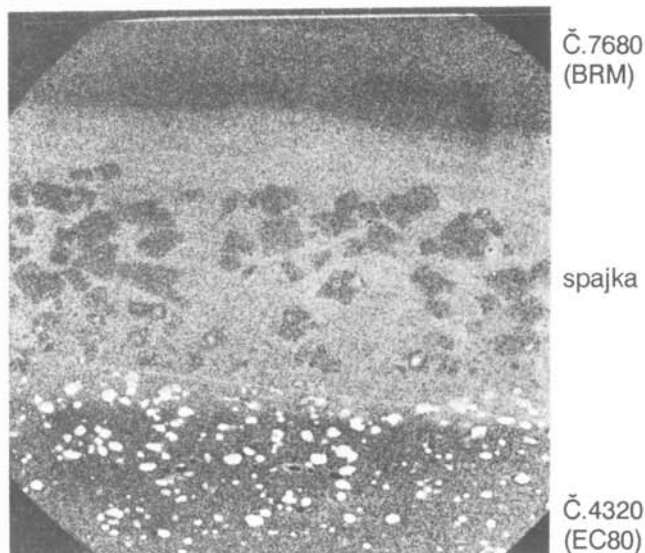
Slika 5. Mikrostruktura na stiku visokotemperaturno spajkanega orodja (pov. 200x)

Na sliki 5 je prikazana mikrostruktura vezne plasti med orodnim in konstrukcijskim jeklom na kaljenem in popuščenem vzorcu. Vzorec je bil spajkan s spajko 30. V vezni plasti opazimo zrna faze, ki je nastala v času spajkanja zaradi difuzijskih procesov. Difuzija je hitrejša na meji orodno jeklo/spajka, zato je te faze več v vezni plasti ob orodnem jeklu. Na meji s konstrukcijskim jeklom je vezna plast homogena.

Vzorke smo pregledali tudi v SEM. S slike 6 je razvidno, da so večja poligonalna zrna v vezni plasti različna, drobnejša zrna pa identična s karbidi v orodnem jeklu (bela zrna). Analiza v SEM je pokazala, da je v tej fazi prisoten tudi ogljik, ki deloma izhaja iz sestave spajke, deloma pa je difundiral v spajko iz orodnega jekla. Poleg ogljika difundirajo v spajko še W, Mo in V. Ni in Si difundirata iz spajke v orodno jeklo. Natančnejše preiskave v elektronskem mikroanalizatorju so pokazale, da so večja poligonalna zrna po sredini vezne plasti intermetalna faza iz Ni, Cr in Si, ki vsebuje še nekaj W, Mo in V. Drobnejša zrna so karbidi. Intermetalna faza je trda, izmerili smo vrednosti mikrotrdot od 500 do 600 HV. Povprečna mikrotrdota matice je 195 HV. Prisotnost intermetalne faze in karbidnih nizov znižuje vezno trdnost spoja /5/.

Na meji med spajko in konstrukcijskim jeklom poteka difuzija Cr, Ni in Si v konstrukcijsko jeklo. Na poboljšanih vzorcih smo opazili na tej meji tanko plast, bogato z ogljikom (slika 5). V temperaturnem področju popuščanja se aktivnost ogljika spremeni in difuzija ogljika poteka iz konstrukcijskega jekla na mejo s spajko.

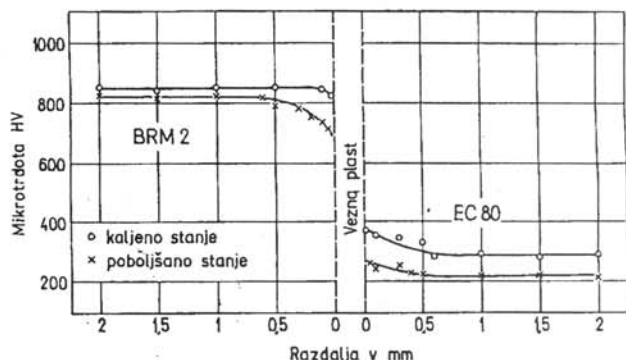
Difuzija legirnih elementov poteka v taki meri, da vpliva tudi na potek trdote na prehodu iz vezne plasti v orodno in konstrukcijsko jeklo. Na sliki 7 sta podana profila mikrotrdot (merjeno z obtežbo 25 g) na prehodu orodnega jekla in vezne plasti in vezne plasti ter konstrukcijskega jekla. Trdota orodnega jekla na prehodu pade, konstrukcijskega pa se poveča.



Slika 6. Mikrostruktura na stiku visokotemperaturno spajkanega orodja, posneta v SEM

Trdnostne lastnosti vezne plasti so odvisne od tehnologije izdelave orodja in pogojev toplotne obdelave. Vezna plast spajke mora biti čim tanjša, čim bolj homogena ter brez poroznih mest in razpok. Nastajanju intermetalnih faz in karbidov se zaradi difuzijskih procesov, ki so na temperaturi obdelave orodij že zelo hitri, ne moremo popolnoma izogniti /5/.

Dimenzije dela in osnovna kovina v glavnem določata čas segrevanja in hlajenja ter temperaturo spajkanja.



Slika 7. Potek mikrotvrdoe HV na prehodu iz vezne plasti v orodno in konstrukcijsko jeklo

Vakuumske peči za visokotemperaturno spajkanje morajo zadovoljiti več pogojev, kot so: zadostne zmogljivosti črpanja v razmerju z efektivno prostornino, majhno puščanje peči (10^{-3} mbar l s $^{-1}$), vakuum, ki je boljši od 10^{-4} mbar, dobra izenačenost temperature v delovnem področju peči, natančno krmiljenje in registracija ciklusa čas-temperatura itd. /1/. Da bi izdelali visokokvaliteten spoj s spajkanjem, moramo optimirati prevladujoče parametre spajkanja, kot so:

- temperatura spajkanja
- čas pregrevanja
- širina špranje in difuzijska toplotna obdelava za vsako kombinacijo dodatne in osnovne kovine.

4 SKLEP

Z visokotemperaturnim vakuumskim spajkanjem in istočasno toplotno obdelavo v vakuumski peči smo izdelali vzorce orodij iz nosilnega konstrukcijskega jekla in koristnega dela iz hitroreznega jekla. Kot dodatni material smo uporabili dve spajki, izdelani na bazi Ni-Cr.

Med toplotno obdelavo zelo hitro potekajo difuzijski procesi med tekočo spajko in trdno fazo, zlasti na meji z orodnim jeklom. Pri spajkah, izdelanih na bazi Ni-Cr, nastanejo v vezni plasti intermetalne in evtektične faze; karbidi v pasu orodnega jekla ob vezni plasti, po avstenitnih mejah pa mreža iz evtektičnih karbidov in lahko tudi praznine.

Trdnostne lastnosti vezne plasti so torej odvisne od tehnologije izdelave orodja in pogojev toplotne obdelave. Vezna plast spajke mora biti čim tanjša, čim bolj homogena in brez poroznih mest in razpok. Nastajanju intermetalnih faz in karbidov se zaradi difuzijskih procesov, ki so na temperaturi obdelave orodij že zelo hitri, ne moremo popolnoma izogniti.

Pri modernih vakuumskih pečeh s homogenim ohlajevanjem pod visokim tlakom je uporaba tega postopka ekonomična, če moramo spojiti in toplotno obdelati nekaj delov ali pa več tisoč.

5 LITERATURA

- /1/ J.W. Bouwman, High Temperature Vacuum Brazing, Ipsen interna dokumentacija
- /2/ Brazing, ASM International, Metals Park, Ohio 44073
- /3/ GoteK, Know how Systeme für die Oberflächentechnik
- /4/ Microbraz Data file, Wall Colmonoz corporation
- /5/ Hartloten, Grundlagen und Anwendungen, Lutz Dorn v.A., Kontakt Studium, Band 146 Expertverlag, 7032 Sindelfingen

Obvestilo

Naročnike Vakuumista vljudno prosimo, da s priloženo položnico **poravnate naročnino** za leto 1993. Cena štirih števil, kolikor jih bo predvidoma izšlo v letošnjem letu, je 800,00 SIT; za naročnike iz drugih držav pa 15 DEM, oz. protivrednost v njihovi domači valuti. Prosimo vas, da naročnino nakažete čimprej.

VAKUUMSKA MOČNOSTNA STIKALA

Andrej Pregelj, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61111 Ljubljana

VACUUM CIRCUIT BREAKERS

Abstract.

The space without molecules is an excellent heat and electric insulator. The idea to use this vacuum nature in the electric field for developing special switches which would be smaller and more safe has been existing for more than 100 years, but a commercial realization appeared not later than 25 years ago. Nowadays vacuum switch and break elements have already passed their research and developing period. Modern vacuum technologies (leak detection, brazing, high vacuum pumping, use of vacuum degassed materials, etc.) assure the high quality of these pretentious electric components. At the same time the vacuum circuit breakers are a school example of a device operating on vacuum principle.

Izvelek.

Prostor brez molekul je odličen toplotni in električni izolator. Ideja, da bi to lastnost vakuumu na električnem področju uporabili za izdelavo stikal, ki bi zato lahko bila manjša in varnejša, je stara že okrog 100 let, vendar je do komercialne realizacije prišlo šele v zadnjih desetletjih. Sedaj so sodobni vakuumski stikalni elementi že prestali glavno razvojno raziskovalno obdobje. S svojo kvaliteto dokazujejo, kako nujne so vakuumске tehnologije za izdelavo visoko zahtevnih elektronskih sestavnih delov in hkrati predstavljajo lep primer tehnične naprave, ki deluje na osnovi lastnosti vakuumu.

1 UVOD

Vakuumska močnostna stikala so električne naprave, ki se v trifazni mreži srednje napetosti (0,4 do 110 kV) uporabljajo za vkapljanje in izkapljanje močnih tokov (tokovi kratkega stika reda velikosti 10000 A). Močno so se uveljavila v zadnjih dveh desetletjih. Druga stikala za omenjeno področje tokov in napetosti uporabljajo kot izolacijski medij za preprečevanje obloka pri izkapljanju naslednja sredstva: zrak, olje, piš stisnjenega zraka in komprimiran plin SF₆. Vakuum je s svojo veliko dielektrično trdnostjo omogočil bistveno zmanjšanje kontaktne reže, s tem pa tudi zmanjšanje giba in celotne stikalne naprave v primerjavi s prej naštetimi. Vakuumsko stikalo je sestavljeno iz hermetično zaprte izolacijske cevi - ampule, v kateri se nahajata dva kontakta. Z zunanje strani je mirujoči kontakt podaljšan v priključek za togo vgradnjo ampule v okvir stikalne naprave, na gibljivem kontaktu pa se nahaja spojka za priklop sprožilnega oz. pomičnega mehanizma.

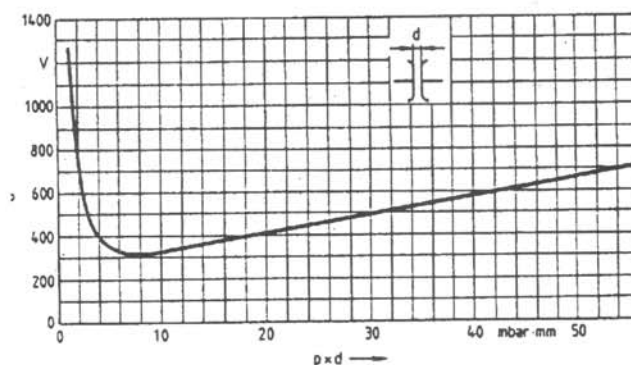
Odlike tovrstnih stikal so:

- kontakti so zaprti v negorljivem ohišju - zmanjšana možnost požara
- hitro odkapljanje (navadno ob koncu prve polperiode) - zelo zmanjšan oblok
- manjše dimenzije stikalnega elementa in s tem celotne naprave
- poenostavljen mehanizem zaradi kratkega giba
- kontakti so stalno čisti in neoksidirani - daljša življenjska doba (> 10 let) - povečana varnost osebja
- ni vzdrževanja; ko je potrebno, zamenjamo cel element
- niso hrupna.

Ta sestavek prikazuje stikalo predvsem kot odličen zgled za uporabo vakuumu v tehniki, kot mesto zanimivih dogajanj na površini kontaktov in kot tehnološko zahteven vakuumski element.

2 VAKUUM KOT ELEKTRIČNI IZOLATOR

Osnova za razlago delovanja vakuumskih stikal je poznano fizikalno dejstvo, da je plin brez ionov izolator. Njegova napetostna prebojna trdnost je podana s tki. Paschenovim zakonom (Paschen 1889), ki ga prikazuje krivulja na sliki 1. Iz nje je razvidno, da na prebojno napetost vplivata tako razdalja med elektrodama (d) kot tudi okoliški tlak oz. vakuum (p). Za vsak plin obstaja minimalna prebojna napetost pri določeni vrednosti produkta " $p \times d$ ". Kadar želimo imeti dobro izolacijo brez nevarnosti za preboj, moramo pri konstruiranju upoštevati nevarnost območja tega minimuma. Pri določeni razdalji in plinu moramo izbrati čim nižje tlake ali pa tiste blizu atmosferskega. Za vakuumsko stikala, ki so izdelana kot ampule s stalnim vakuumom, je seveda izbrano področje na levem kraku Paschenove krivulje, kjer so prebojne napetosti najvišje, torej v področju ultra visokega vakuumu.



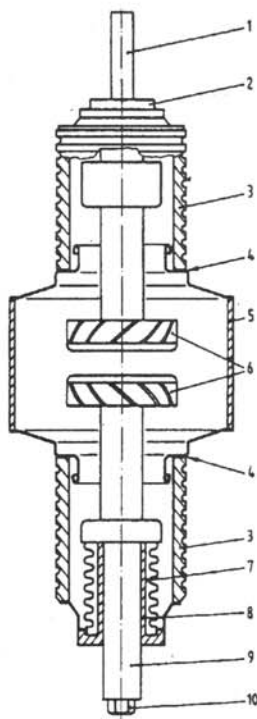
Slika 1. Napetostna prebojna trdnost v odvisnosti od tlaka zraka in razdalje med elektrodama

Kot vsako stikalo tudi vakuumsko opravlja dve funkciji: vkapljanje in izkapljanje. Oblok, ki je najbolj kvarni dogodek za elektrodi in s tem za življenjsko dobo stikala, nastaja zelo izrazito predvsem pri izkapljanju pod napetostjo. Ker vakuum deluje kot močan dušilni medij za oblok, so vakuumska stikala zelo primerna za odkapljanje tokov in jih zato pogosto imenujemo odklopniki (circuit breakers). Pomanjkanje plinskih molekul in ionov ob kontaktnih elektrodah namreč onemogoča nastanek obloka, kakršen je navadno na zraku. Majhen oblok, ki se vseeno pojavlja, je odvisen od preostalih plinov v ampuli in od kontaktnega materiala, ki se ob odklopu na površini lokalno stali in upari.

3 ZGRADBA VAKUUMSKIH STIKAL

V visoko evakuiranem hermetično zaprtem cilindričnem ohišju sta aksialno nameščena mirujoči in gibljivi drog s kontaktnima glavama na stičnem mestu. Slika 2 prikazuje ampulo z razmaknjenima kontaktoma in glavnimi sestavnimi deli. Tu naj pripomnimo, da ima novo nevgrajeno stikalo kontakte staknjene, ker zunanji zračni tlak potisne pomični kontakt do mirujočega.

Za odklapljanje rabijo posebne mehanske naprave (stroji), ki primerno hitro razklenijo oba kontakta na točno določeno delovno razdaljo (cca 10 mm) in ki v zaprtem stanju tudi dodatno z vzmetmi tiščijo kontakta skupaj.



Slika 2. Presek vakuumskega stikalnega elementa: 1 električni priključek mirujočega kontakta, 2 stranski pokrov, 3 izolator, 4 trda spajka, 5 plašč ampule, 6 kontakta, 7 kovinski meh, 8 vodilo, 9 el. priključek ampule gibljivega kontakta, 10 spojka za mehanski pogon

Kratek opis glavnih sestavnih delov:

- ohišje sestavljajo keramični ali stekleni valj ter dva stranska pokrova iz specialne zlitine FeNiCo (v tehnologiji spajanja kovin s steklom ali s keramiko znane pod imenom kovar) in iz nerjavnega jekla. To je tehnološko zelo zahteven element, ki hkrati povezuje in nosi vse sestavne dele, rabi kot električni izolator in zagotavlja ohranjanje vakua v ampuli; tlak več let ne sme narasti nad 10^{-6} mbar.
- kovinski meh, ki omogoča gibanje pomičnega drogu in hkrati dopolnjuje hermetično ovojnico ohišja, je navadno iz nerjavnega jekla debeline 0,10-0,20 mm
- drogova, ki nosita kontakte sta iz masivnega OFHC bakra

- zasloni, ki ščitijo, da bi kovinske pare ne naporile prevodne plasti na izolacijsko (stekleno oz. keramično) steno ampule, so navadno iz tanke nerjavne pločevine in so na robovih tako zaobljene, da čim bolj onemogočajo električni preboj.
- kontakti so različni tako po obliki kot po materialu in jih bomo omenili še posebej.

4 DELOVANJE STIKALA

Sklopljeno stanje časovno ni omejeno; preko stične površine se izravnava tlačna sila in preko nje teče ali pa ne teče električni tok. Važno je, da se v daljših obdobjih mirovanja v komori ne poslabša vakuum toliko, da bi pri naslednji uporabi ne bilo več mogoče doseči zadostne prebojne trdnosti. Med razklapljanjem pod tokovno obremenitvijo potekajo mikro pojavi na površini obeh kontaktov približno takole: zaradi zmanjševanja tlačne sile se povečuje električna upornost med stičnima ploskvama; segrevanje na odmikajočih se točkah je tolikšno, da pride do taljenja in uparivanja. Oblak kovinskih par je poleg drugih, v komori prisotnih preostalih, plinov osnova za električni oblok. Le-ta ugasne pri razmikanju, še preden se tok izmenične periode, ki jo prekinjamo, zmanjša na nič. Ta prekinitevni tok naj bi bil zelo majhen (komaj nekaj amperov) zato, da bi obdržali tudi čim nižjo vrednost induktivne napetosti, ki se pojavi v trenutku prekinitve tokokroga. Kakor hitro je oblok zadušen, se morajo zadosti hitro kondenzirati tudi še navzoče delno ionizirane kovinske pare (predvsem na zaslonu in na robovih kontaktov). Le tako je namreč pri ponovnem pojavu napetosti tlak v okolici kontaktov dovolj nizek, da ne pride spet do vžiga obloka. S primernim dimenzioniranjem in pravilno izbiro kontaktnih materialov se na območju obloka doseže napetostna prebojna trdnost v nekaj mikrosekundah. Na sliki prikazano stikalo ima kontaktne obroče s spiralno narezanimi robovi. Ti utori povzročijo vrtnčenje obloka, ki se zato iz osrednjega plazemskega koridorja razprši na obrobje diskov. Odgorevanje oz. odparevanje kontakta se tako porazdeli po vsej površini in poraba materiala je močno zmanjšana.

5 KONTAKTNI MATERIAL

Že iz kratkega opisa nastanka in nehanja obloka se da spoznati, da na potek dogajanja med kontaktoma vplivajo mnogi dejavniki. Eden najpomembnejših je prav gotovo kontaktni material sam; za dobro delovanje mora ustrezati naslednjim zahtevam:

- da ne oddaja plinov, mora biti izdelan iz zlitine, pretaljene v vakuumu
- biti mora odporen proti zvarjenju
- biti mora primeren za vzdrževanje obloka
- zagotavljati mora nizek prekinitevni tok
- pri odklapljanju mora biti odgorevanje materiala enakomerno in čim manjše (delno se to doseže tudi z obliko)
- zahteva se visoka električna prevodnost (za omejitvev električnih izgub pri prevajanju v sklopljenem stanju)
- imeti mora dobro toplotno prevodnost

- ohraniti mora gladko površino tudi po razklapljanju pod obremenitvijo
- zahteva se primerna mehanska trdnost, kajti jakost udarcev pri sklapanju je precejšnja

Dolga desetletja še po II.svetovni vojni so morala preteči, da so metalurgi in fiziki razvili materiale, ki vsaj delno zadoščajo zgornjim zahtevam. Večinoma so to zlitine na osnovni CuCr z različnimi dodatki. Zanimivost v zvezi s kontaktnim materialom je naslednja: ob vsakem odklapanju se nastale kovinske pare kondenzirajo na zaslonu in drugih površinah in s procesom getranja črpajo pline iz okolice; stikalo torej ob aktivni uporabi samo izboljšuje svoj vakuum.

6 TEHNOLOŠKE ZANIMIVOSTI

Zahteve, ki jih postavlja funkcija stikala (hermetičnost, trdnost, izolativnost, kvaliteta kontaktov, tlak $< 10^{-5}$ Pa, veliko število preklapov...) so resen problem za razvijalca in za tehnologa. Zato so za izdelavo vakuumskih stikal potrebni mnogi specialni postopki, prijemi in izkušnje, ki so v običajni tehniki manj znani. Naj jih na kratko omenimo:

- Pri spojih izolator-kovina keramika vse bolj izpodriva steklo. Vzrok temu je mogočen razvoj glinične keramike in različnih past za njeno metalizacijo v zadnjih desetletjih. Izdelovalci stikal kupujejo keramične že metalizirane cevi pri specializiranih firmah; spajkanje na kovarske pokrove izvedejo sami v vakuumskih pečeh.
- Spajkanje Cu drogov na meh oz. na pokrov iz nerjavnega jekla se tudi tu izvede v vakuumski peči, in sicer s spajko z nižjim tališčem, potem ko je bil na drog na podoben način že prispajkan kontakt s spajko z višjim tališčem.
- Sestavni deli se po mehanski izdelavi razmastijo v primernih topilih in z uporabo ultrazvoka, nato posušijo in shranijo v zaprtih suhih posodah.
- Varjenje kovarja na prokron se izvede s TIG postopkom na prirejenih vrtilnih napravah, pogosto še v dodatni zaščitni atmosferi argona ali dušika.
- Delno spojeni sklopi se kontrolirajo na tesnost zato, da se ne bi nadaljevala draga izdelava z nekvalitetnimi deli.
- Za evakuiranje mora ampula imeti prispajkan črpalni pecelj; navadno je to cevka premera 8 do 10 mm iz OFHC bakra na eni od stranskih pokrovnih plošč.
- Izčrpavanje se izvede na UVV črpalnem sistemu, ki ima možnost segrevanja ampule. Priključeno stikalo se ogreva med izčrpavanjem na 400-500°C (odvisno od uporabljenih materialov); hkrati se meri tlak ter kontrolira residualna atmosfera; na koncu se še enkrat preveri tesnost.

- Ampula se zapre in loči od črpalnega sistema tako, da se s posebnimi kleščami preščične vezna Cu-cevka, ki postane s tem hermetično zaprta na obe strani (mrzli zvar).

7 SKLEP

Prednosti vakuumskega prekinjevanja so znanstveniki poznali že v prejšnjem stoletju. Prva poskusna stikala za majhne moči so naredili Švedi leta 1921 in Američani 1923. V letih 1930-40 so v ZDA začeli izdelovati vakuumska stikala za omrežno napetost in celo za več kV, a le za tokove nekaj A. Tehnično niso bila dovršena, predvsem zaradi puščanja zvarov, sproščanja plinov iz kontaktnega materiala in zaradi zvarjanja kontaktov. Z napredkom in novimi spoznanji na področju fizike plazme, metalurgije in tehnike izdelave so začeli v letih 1950-60 proizvajati prva komercialna stikala. Po letu 1970 so pričeli vakuumski stikalni elementi konkurirati in na nekaterih področjih celo izpodrivati druge stikalne principe. Šele v zadnjih desetletjih so bili namreč v svetu dovolj dobro rešeni problemi, ki so za kvalitetno izdelavo bistveni. To so: izdelava kontaktne zlitine z optimalnimi preklapnimi lastnostmi, ekstremna hermetičnost spojev in priprava materialov, ki ne vsebujejo plinov.

Vakuumska stikala so na prvi pogled dokaj enostaven element, saj so sestavljena le iz približno 15 glavnih sestavnih delov, ki so nekateri med njimi še celo enaki, vendar je iz tega kratkega opisa razvidno, da kljub temu pomenijo konstrukcijsko in tehnološko velik zalogaj za vsakega proizvajalca.

8 LITERATURA

- /1/ S. Harča, Ž. Idžotic: O metodologiji razvoja nove serije sklopnih blokova sa vakuumskim prekidačima, Končar - Stručne informacije 3-4/88
- /2/ Poročila IEVT o razvoju vakuumskih stikal 1977-82
- /3/ Pupp Hartmann: Vakuumtechnik, Carl Hanser Verlag, München, Wien 1991
- /4/ Prospekti različnih proizvajalcev.
- /5/ T. Sokaliya i saradnici: Vakuumski sklopni elementi, Bilten JUVAK 24, 1990
- /6/ R.E. Voshall et. coll.: Experiments on vacuum interrupters in high voltage 72 kV circuits IEEE, 1978, New York
- /7/ J.F. Hamman, H. Kippenberg, H. Hassler and H. Schreiner: Abreiss Stromverhalten von Vakuumlichtbogen unter besonderer Berücksichtigung des Werkstoff- und Struktureinflusses der Elektroden, Siemens Forsch. und Entw. Ber. Bd.9/1980-4
- /8/ S. Sakuma, Y. Kashimoto: New Type Vacuum Interrupters; Series No 56 - 1979 No. 2

IONSKI IZVIRI

Peter Panjan, Anton Žabkar in dr. Boris Navinšek, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

ION SOURCES

Abstract

The most frequently used ion sources and the problems of generation, extraction and propagation of ion beam are described. The applications of these sources are also briefly reviewed.

Povzetek

V članku so opisani najpogostejše uporabljeni ionski izviri. Poizkušali smo pojasniti, kako ioni nastanejo, kako jih potegnemo iz plazme, pospešimo in oblikujemo v curek. Naredili smo tudi krajši pregled uporabe ionskih izvirov.

1 Uvod

Obstreljevanje površin trdnih snovi z ioni spremljajo različni procesi, med katerimi so najbolj znani: razprševanje, izbijanje sekundarnih ionov, elektronov in fotonov, sipanje primarnih ionov, implantacija ionov itd. /1/. Naštete interakcije ionov s površinami trdnih snovi lahko uporabimo v številnih analitskih tehnikah in tehnoloških postopkih.

Tako npr. proces razprševanja izkoriščamo za:

- nanašanje tankih plasti
- plazemsko čiščenje podlag
- suho jedkanje
- litografijo z ionskim curkom
- jedkanje vzorcev pri profilnih analizah itd.

Sekundarni ioni so osnova sekundarne ionske masne spektroskopije (SIMS), ki je ena izmed metod za določanje sestave površin trdnih snovi /1/. V isti namen se izkorišča tudi sipanje primarnih ionov.

Implantacija ionov pa je standarden postopek dopiranja polprevodnikov, pogosto pa se uporablja tudi za izboljšanje površinskih lastnosti specialnih zlitin.

V vseh naštetih primerih in še mnogih drugih, ki jih nismo omenili (pospeševalniki, magnetni separatorji izotopov, injektorji nevtralnih delcev v fuzijskih reaktorjih), potrebujemo curek ionov s točno določeno energijo, maso in smerjo. Za te namene so razvili več deset različnih vrst ionskih izvirov, ki se razlikujejo po načinu delovanja kakor tudi po karakteristikah ionskega curka. Od plazemskih naprav za jedkanje in naprševanje se razlikujejo po tem, da je plazma v ionskem izviru fizično ločena od podlage (vzorca), zato le-ta ne vpliva na karakteristike plazme. To nam omogoča, da neodvisno kontroliramo energijo, gostoto toka in smer ionov. Bistvena prednost je tudi v tem, da je delovni tlak v posodi praktično neodvisen od tlaka v ionskem izviru.

Osnovna vprašanja, na katera bomo poskušali odgovoriti v tem prispevku so naslednja: (a) kako ioni nastanejo v izviru, (b) kako jih potegnemo iz plazme in (c) kako jih pospešimo ter usmerimo v curek. V tem članku bomo poskušali odgovoriti na ta vprašanja in na kratko opisali nekatere najbolj pogosto uporabljene izvire.

2 Opis delovanja ionskih izvirov

Pri večini ionskih izvirov na tak ali drugačen način naredimo v določenem prostoru plazmo, potem pa ione z ustreznimi potenciali sesamo in pospešimo do želene energije. Lastnosti ionskega curka so močno odvisne od načina vzbujaanja plazme in od ionsko optičnih lastnosti izbranega sistema elektrod. Ionski curek označimo z energijsko razmazanostjo, porazdelitvijo mase in naboja, gostoto ionov in s premerom. Prvi dve lastnosti sta pogojeni z dinamičnim ravnoesjem (koncentracije ionov), ki se vzpostavi okrog ekstrakcijske odprtine. To ravnoesje pa je odvisno od delovnih pogojev, konstrukcije izvira in od vrste materialov, iz katerih je izvir izdelan. Tako ima npr. steklo v primerjavi z kovinami majhen koeficient rekombinacije, kar vpliva na sestavo plazme.

V nadaljevanju si bomo nekoliko podrobneje ogledali delovanje tistih ionskih izvirov, ki jih najpogostejše srečujemo v praksi.

a) Duoplazmatron /2-4/

Delovanje duoplazmatrona je prvi opisal von Ardenne leta 1956. Shematsko je prikazan na sliki 1. Elektroni, ki jih oddaja žareča nitka, so pospešeni proti anodi. Med potjo ionizirajo plin, ki se nahaja v izviru pri tlaku 15 do 70 mbar. Pri tem se med žarečo nitko in anodo prižge nizkonapetostni lok. Le-ta je omejen na področje blizu sesalne (ekstrakcijske) odprtine v anodi, kar dosežemo:

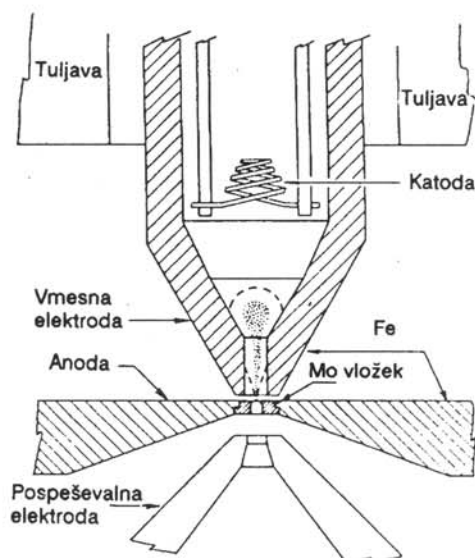
- i) s posebno konično oblikovano elektrodo, ki se nahaja med žarečo nitko in anodo
- ii) z magnetnim poljem, ki konvergira proti sesalni odprtini v anodi.

Gostota plazme je v tem področju ekstremno velika, zato mora biti anoda izdelana iz materiala z visokim tališčem (npr. Mo).

Z duoplazmatroni lahko dobimo ionski tok do nekaj A in gostoto toka do nekaj $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$. Slabost izvira je, da je delež molekulskih ionov glede na število enoatomskih ionov velik, medtem ko je energijska razširitev lahko manjša od 10 eV in je določena s potencialno razliko v plazmi ob anodi.

Značilni delovni parametri duoplazmatrona so:

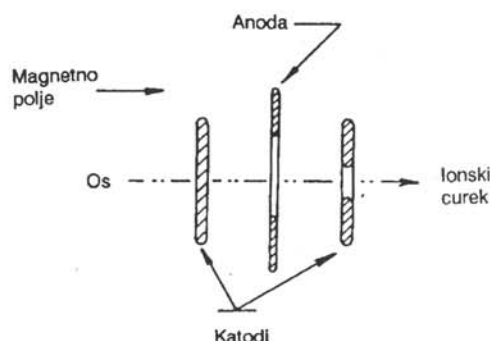
- razelektritveni tok: 0.25-0.75 A
- napetost loka: 40-70 V (odvisno od vrste plina v izviru)
- tlak: 70 mbar
- sesalna napetost: 2-3 kV
- gostota toka na tarčo: $100-400 \mu\text{A}/\text{cm}^2$
- energijska razmazanost: 6-10 eV



Slika 1. Shema duoplazmatrona [2/]

b) Penningov ionski izvir [2-4/

Bistven element Penningovega izvira je plinska razelektritev v magnetnem polju pri nizkem tlaku. Izvir je shematsko prikazan na sliki 2. Katodi sta dve vzporedni ploščici, ki sta pravokotni na magnetno polje z jakostjo nekaj sto Gaussov. Med obema katodama je anoda, ki ima v sredi luknjo, tako kot ena izmed katod.



Slika 2. Penningov ionski izvir

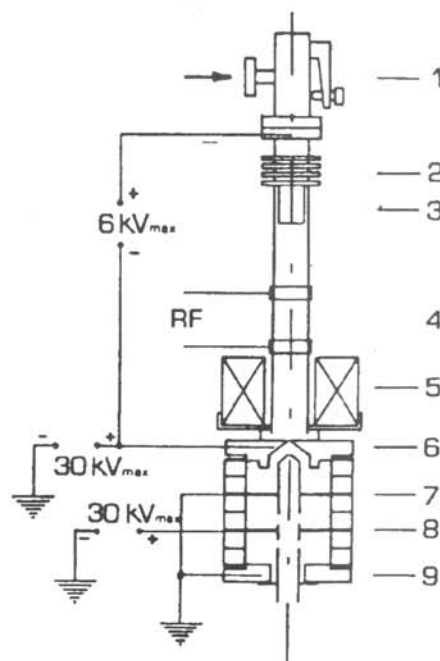
Elektroni ki nastanejo ob katodi se pospešijo v smeri anode, potujejo skozi in se na poti proti drugi katodi zaustavijo ter ponovno pospešijo v nasprotni smeri. Med osciliranjem v tem prostoru elektroni ionizirajo plin. Tlak le-tega je v izviru 10^{-5} mbar in manj. Napetost izvira je kritično odvisna od materiala iz katerega je katoda, in je manjša, če uporabimo material z visoko sekundarno emisijo. Tako je delovna napetost v izviru z nikljevimi elektrodami 3600 V in le 350 V, če uporabimo aluminijeve katode. Ta izvir je pravzaprav posebna izvedba Penningovega merilnika tlaka, le da je v eni od katod odprtina, skozi katero dobimo ione s sesalnimi elektrodami. Ioni v curku imajo energije, ki so približno 10 do 30% nižje od ustreznega sesalnega potenciala. Razmazanost energije je okrog 10 do 15% povprečne vrednosti energije. Prednost izvira je v dolgem času uporabnosti.

Značilni delovni parametri Penningovega izvira so naslednji:

- napetost med anodo in katodo: 7.5 kV
- sesalna napetost: -5 kV glede na katodo
- magnetno polje: 600 Gauss
- tok ionov: 1 mA ali več (znotraj razelektritve)
- energijska razmazanost: 25 eV
- tlak v izviru: 10^{-4} do 10^{-3} mbar

c) Radiofrekvenčni ionski izvir [2-4/

Pri radiofrekvenčnih izvirih (sl. 3) ustvarimo plazmo v stekleni cevi z visokofrekvenčnim elektromagnetnim poljem (12.6 MHz). Plazmo lahko vzbujamo z induktivno ali s kapacitivno sklopljenim oscilatorjem. Gostoto plazme zelo povečamo z magnetnim poljem. Ione potegnemo iz plazme s sesalno elektrodo, ki je na visokem potencialu in se nahaja v plazmi (ekstrakcija s sondo), lahko pa tudi tako, da imamo v anodi odprtino, z drugo elektrodo, ki je na nižjem potencialu pa privlačimo ione. Na tarčo jih fokusiramo s sistemom elektrostatičnih leč. Intenziteto ionskega snopa pojačamo, če povečamo sesalno odprtino (omejitev je pretok plina iz izvira v sistem), če povečamo moč oscilatorja ali sesalno napetost (omejitev so preboji in pregrevanje). Energijska razmazanost ionskih izvirov z radiofrekvenčnim vzbujanjem plazme je velika (20-100 eV), zato so izviri te vrste uporabni za eksperimente, kjer potrebujemo visokoenergijske ione. Delež atomarnih ionov je 80 do 90%, kar je posledica dejstva, da je plazma pretežno omejena s steklenimi deli.



Slika 3. Shema radiofrekvenčnega ionskega izvira, ki smo ga naredili na IJS [6/ (1 - igelni ventil, 2 - anoda, 3 - kremenova cev, 4 - kapacitivni sklop z oscilatorjem, 5 - magnet, 6 - prirobnica s sesalnim kanalom, 7 - pospeševalna elektroda, 8 - spremenljivi potencial leče, 9 - nosilna prirobnica)

Značilni delovni parametri rf izvira so:

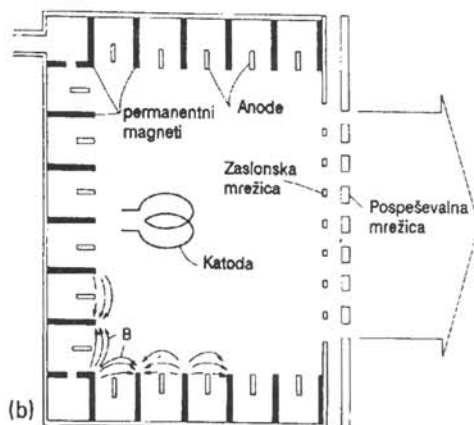
- tlak v izviru: 10^{-2} – 10^{-3} mbar
- rf moč: 300 W
- sesalna napetost 3 kV
- magnetno polje: 40 Gauss
- gostota ionov: 10^{11} ionov/cm³
- ionski tok: 10 mA
- energijska razmazanost: 20-100 eV

Prednost rf izvira je enostavnost konstrukcije, izredna stabilnost in zanesljivost delovanja v daljših časovnih obdobjih (trajnost je celo do 1500 ur).

d) Kaufmanov ionski izvir s širokim snopom /2,6-11/

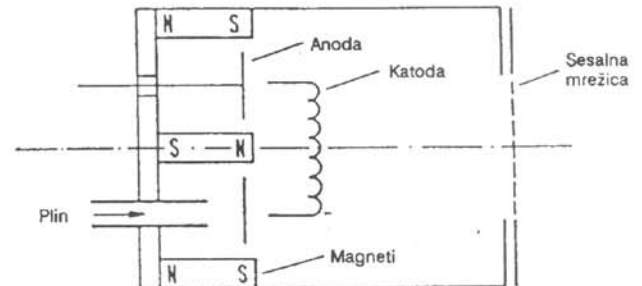
Ionske izvire s širokim snopom so v začetku razvijali predvsem za pogonske motorje vesoljskih plovil, v sedemdesetih letih pa so že postali široko uporabni za raziskovalne in proizvodne namene. Danes se najbolj pogosto uporabljajo za ionsko jedkanje in naprševanje tankih plasti. Obstaja cela vrsta komercialno dosegljivih izvirov, ki imajo premer curka tudi več kot 60 cm. Ionski izviri s širokim snopom so se uveljavili kot alternativa diodni plazmi, v primerjavi z njo pa imajo pomembne prednosti. Z njimi lahko tvorimo curke nevtraliziranih ionov, ki jim neodvisno kontroliramo energijo in smer pa tudi ionski tok.

Med več različnimi tipi ionskih izvirov, ki so bili zgrajeni in opisani v zadnjih desetletjih, se bomo tukaj omejili le na t.i. Kaufman-ove izvire. Kaufmanov ionski izvir s širokim snopom je shematsko prikazan na sliki 4. Elektrone, ki jih seva ena ali več žarečih nitk, pospešimo proti anodi z napetostjo ~50 V. Napetost na anodi (razelektritvena napetost) je pri vseh ionskih izviri približno 50 V, to pa zato, ker elektroni s tako energijo najbolj učinkovito ionizirajo plin. Pri višji napetosti se pojavi težava zaradi nastajanja dvakrat ioniziranih ionov, ki pa so nezaželeni. Tlak plina v izviru mora biti ~ 10^{-4} mbar. Ionizacijo povečamo z magnetnim poljem, ki ga ustvarijo magneti, razporejeni po plašču izvira (sl. 4), tako da je gostota plazme



Slika 4. Shema Kaufmanovega ionskega izvira z dvema mrežicama, ki ima magne razporejene tako, da ustvarijo zapleteno multipolno polje /5/

v izviru čimbolj enakomerna. Izviri z velikim premerom curka imajo magnetne, razporejene v zapleteno multipolno polje, pri manjših izviri pa je mogoče magnetno polje poenostaviti tako, da ima pretežno radialno smer z manjšo gostoto ob sesalni elektrodi (slika 5).



Slika 5. Shema ionskega izvira z radialnim magnetnim poljem in eno mrežico /11/

Nastale ione pospešimo z izbranim sistemom elektrod proti tarči, ki jo želimo obstrlejevati. Elektrode imajo ponavadi veliko število odprtin (zato ponavadi govorimo o mrežicah), kar omogoča večje ionske tokove kot v primeru ene same sesalne odprtine.

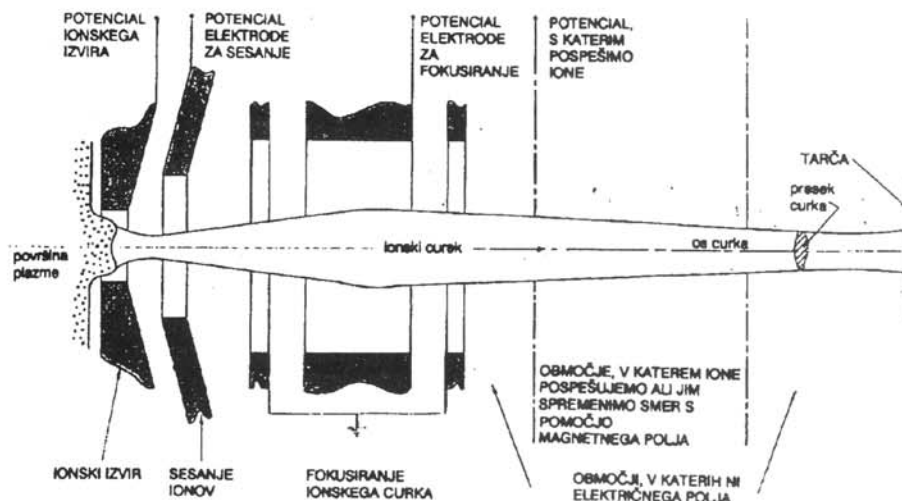
3 Ionska optika

Sesanje, fokusiranje in transport ionskega curka so shematsko prikazani na sliki 6. Prva in najpomembnejša ionska leča je površina plazme. Aberacije, ki jih vnesemo na tej stopnji, ostanejo in jih ne moremo odpraviti pri kasnejšem pospeševanju ionov in transportu curka. Površina plazme je določena s parametri, ki jih ne moremo meriti direktno. Odvisna je od koncentracije nabitih delcev, temperature le-teh v plazmi, od oblike in položaja plazme v odprtini na izhodu izvira, sesalne napetosti, itd.

Za pospeševanje in fokusiranje ionskega curka lahko uporabimo kombinacijo ("gap" in "einzell") leč. Pri tem imamo ionski izvir na visokem potencialu, prva pospeševalna elektroda pa je na potencialu, ki je nižji za 1 do 2 kV ("gap" leča). Sledi simetrična ("einzell") leča, ki je sestavljena iz treh valjastih elektrod in rabi za dodatno fokusiranje snopa. Napetost na srednji elektrodi lahko spreminjamo, drugi dve pa sta ozemljeni. Druga faza pospeševanja ionov je torej prehod le-teh skozi prostor med prvo pospeševalno in ozemljeno elektrodo "einzell" leče. S tako razporeditvijo elektrod dosežemo bolj enakomeren profil ionskega curka, posebno če imamo opravka z večjimi tokovi.

Osnovne parametre leč je mogoče izračunati /11-13/ in na osnovi dobljenih podatkov izbrati najugodnejšo geometrijo.

Medtem ko imajo pri ionskih izviri za ozke curke elektrode, ki sestavljajo ionsko optiko, cilindrično obliko, so pri izviri s širokim curkom mrežice. Če so dimenzije luknjic v mrežici manjše od Debye-jeve dolžine (λ_D (cm) = $743 \sqrt{T_e \text{ (eV)} / n \text{ (cm}^{-3})}$), kjer je



Slika 6. Shematski prikaz sesanja, fokusiranja in transporta ionov [12]

n go-stota in T_e temperatura elektronov v plazmi), potem plazma ne prodre na drugo stran mrežice, medtem ko posamični ioni lahko potujejo skozi luknjice.

Kaufman-ov ionski izvir lahko deluje z eno, dvema ali tremi mrežicami. Pri izviru z dvema mrežicama, je na drugi (pospeševalni) negativna električna napetost (-50 do -300 V) glede na prvo (zaslonsko); ioni se na poti skozi njo pospešijo in oblikujejo ionski curek. Notranja (zaslonska) mrežica je na potencialu razelektritvene posode ali pa na "plavajočem" potencialu. Pomembno pri tem je, da sta mrežici postavljeni tako, da se luknjice prekrivajo, sicer se del ionov ujame na drugo mrežico. Energijo ionov, ki preletijo potencial pospeševalne mrežice, določa napetost na razelektritveni posodi. Pospeševalna mrežica ne vpliva na energijo ionov; toliko energije kot jo ioni pridobijo na poti do te elektrode, jo tudi izgubijo, ko se od nje oddaljijo. Vloga le-te je zgolj v tem, da potegne ione iz izvira.

Za nizke energije ionov je ugodna ena (pospeševalna) mrežica. S tem ohranimo razmeroma velik ionski tok, pomanjkljivost pa je erozija mrežice oz. kratka obstojnost.

Pri izvirih s tremi mrežicami je tretja, tj. zunanja, ozemljena. S to mrežico lahko popravimo divergenco ionskega curka. Prednost pred izvirom z dvema mrežicama je, da lahko dela pri nižjih energijah, ne da bi se pri tem gostota toka znatno zmanjšala. Problem je seveda, kako namestiti več mrežic tako, da se luknjice pokrivajo. Če pri tem nismo uspešni, se izgubi precej ionskega toka.

Teoretični izračuni ionske optike pri izvirih s širokim curkom izhajajo iz ti. Child'ovega zakona, ki povezuje gostoto ionskega toka s potencialno razliko (V) med dvema elektrodama in razdaljo (d) med njima ($j = \text{konst.} \cdot e V^{3/2} / m d^2$, e in m sta naboj in masa iona). Pri izbranem potencialu V je torej gostota toka tem večja, čim manjša je razdalja med mrežicama. Ta razdalja pa je po drugi strani omejena z največjim, še dopustnim električnim poljem (2 kV/mm).

Pri izbiri materialov za izdelavo mrežic imamo več možnosti. Najpogostejše so narejene iz pirolitskega

grafita in molibdena, v nekaterih primerih pa tudi iz volframa ali nerjavečega jekla.

4 Sklep

Ionske izvire so pred nekaj desetletji uporabljali izključno za znanstvene poizkuse. Danes pa so sestavni del številnih tehnoloških postopkov v mikroelektroniki, optiki pa tudi na drugih področjih (modifikacija materialov, nanašanje tankih plasti). V Sloveniji srečujemo ionske izvire predvsem v raziskovalnih laboratorijih, le redko v proizvodnih organizacijah (Iskra Elektrooptika).

V članku smo opisali, kako delujejo nekateri najpogostejše uporabljeni ionski izviri. Kolikor je bilo mogoče, smo posredovali praktične izkušnje, ki smo si jih pridobili z konstruiranjem in uporabo le-teh.

5 Literatura

- /1/ P. Panjan, Vakuumist št.17/1, 1989
- /2/ T.T. Forrester, Large Ion Beams, John Wiley & Sons, New York, 1988
- /3/ L. Valyi, Atom and Ion Sources, John Wiley & Sons, Budapest, 1977
- /4/ G. Carter and J.S. Colligon, Ion Bombardment of Solids, Heineman Educational Books Ltd, London, 1968
- /5/ H.R. Kaufman, J.J. Cuomo and J.M.E. Harper, J. Vac. Sci. Technol., 21 (3) (1982) 725
- /6/ B. Navinšek, N. Tanović in A. Žabkar, Bilten JUVAK št. 17, 1979, 391
- /7/ J.M.E. Harper, J.J. Cuomo and H.R. Kaufman, J. Vac. Sci. Technol., A4 (3) (1986) 7644
- /8/ H.R. Kaufman, J. Vac. Sci. Technol., A4 (3) (1986) 764
- /9/ H.R. Kaufman and R.S. Robinson, Vacuum, 39, 11/12 (1989) 1175
- /10/ J. Vossen and W. Kern, Thin Film Processes II, Academic Press, San Diego, 1991
- /11/ A. Žabkar, P. Panjan in B. Navinšek, Bilten JUVAK št.22, 1986, 76
- /12/ N.J. Tanović, Doktorska disertacija, Elektrotehniški fakultet, Univerza u Sarajevu, 1978
- /13/ F.H. Read, A. Adams and J.R. Soto-Montiel, J. Phys. E: Sci. Instr., 4 (1971) 625
- /14/ D. Čirić, I. Terzić and J. Vukanić, J. Phys. E: Sci. Instr., 9 (1976) 839

TANKE PLASTI, NAPARJENE PO METODI CURKA IONIZIRANIH SKUPKOV, CIS - VPLIV NA POTENCIALNO BARIERO SISTEMA Ag/n-Si(111)

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

IONIZED CLUSTER BEAM THIN FILM DEPOSITION, ICB - AN INFLUENCE ON Ag/n-Si(111) POTENTIAL BARRIER HEIGHT

Abstract

The uniqueness and the suitability of the ionized cluster beam deposition, ICB, method for a controlled variation of Schottky potential barrier height occurring at metal/ semiconductor interfaces and, consequently, for the investigation of its related physical processes is being illustrated on an example of characteristics of the silver thin film on n-doped silicon wafers depositions as a function of experimental parameters.

Povzetek

Posebnost in ustreznost nanašanja tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS, za nadzorovano spreminjanje višine Schottkyjeve potencialne bariere ob stiku kovina/polprevodnik in proučevanje s tem povezanih fizikalnih pojavov je ilustirano na primeru nanosa tanke plasti srebra na n dopirane rezine silicija v odvisnosti od vrednosti eksperimentalnih parametrov.

1. Uvod

Postopek in značilnosti tankih plasti, izvedenih po relativno manj poznani in razširjeni metodi nanašanja s curkom ioniziranih skupkov, CIS, je bil nedavno opisan v /1/. Povzeto na kratko, gre za naslednja dogajanja: v vakuumu, z adiabatno ekspanzijo skozi šobo talilnega lončka tvorjeni skupki taljenca (t.j. grozdi, sestavljeni iz nekaj sto med seboj spojenih atomov ali pa celo molekul) potujejo na poti proti podlagi skozi ionizator, kjer so podvrženi prhanju z elektroni. Tisti delež skupkov, ki se ob tem ionizira, je nato moč pospešiti v statičnem električnem polju in tako vplivati na njihovo translacijsko kinetično energijo. V splošnem velja prepričanje, da je prav ta delež skupkov tisti, v veliki meri tudi zaradi svojega električnega naboja, ki odločujoče vpliva na kvaliteto nanese tanke plasti. Vsi, t.j. tako nevtralni kot ustrezno pospešeni ionizirani skupki, se, zaradi medsebojne rahle vezave atomov, ob vpadu na površino podlage razletijo na individualne atome. Le-ti po njej difundirajo in povzročajo, zaradi svoje energije, lokalno mikro segrevanje površine, zelo plitko implantacijo v podlago, tvorbo aktivacijskih središč za nukleacijo in v majhni meri tudi razprševanje atomov s površine podlage. Zaradi mikro segrevanja in trkov s površinskimi atomi nečistoč povzročajo omenjeni delci lokalno čiščenje površine in temu pojavu pripisujejo vzrok, da poteka postopek nanašanja po metodi CIS pri višjih tlakih in nižji temperaturi podlage kot z drugimi metodami nanašanja.

Poročajo, da je z metodo curka ioniziranih skupkov mogoče nanašati visokokvalitetne tanke plasti snovi, kot so /2/: kovine, polprevodniki, termoelektrični materiali, dielektriki, magnetni materiali in celo nekatere organske spojine (n.pr. Cu ftalocianin,

antracen, polietilen itd.). Da poteka postopek rasti tankih plasti z nanašanjem po metodi curka ioniziranih skupkov na način, ki v osnovi še ni docela pojasnjen in se kvalitativno razlikuje od fizikalno-kemijskih postopkov rasti vseh ostalih metod gojenja tankih površin, bomo ilustirali na tehnološko izjemno pomembnem primeru nanašanja, po metodi CIS, izbrane kovine na podlago ustreznega polprevodnika.

Znano je, da temelji področje mikroelektronskih tehnologij na natančno določenem zaporedju medsebojnih planarnih nanosov kovine, dielektričnih (SO_x) tankih plasti in (bolj ali manj ustrezno dopirane) površine polprevodnika. Če se v nadaljnjem omejimo zgolj na stik kovina/polprevodnik, tedaj rabi le-ta v najpreprostejši obliki ali kot električni kontakt ali pa po drugi strani, kot usmerjevalni mikroelement, tki. - Schottkyjeva dioda. V mikroelektronski Si tehnologiji se električni stik najpogosteje izdelava z vakuumskim nanosom izbrane kovine na močno dopirano podlago (tanka, z ionsko implantacijo dopirana plast, navadno silicijeve rezine, kjer je koncentracija dopantov okoli $10^{25}/m^3$), če pa so koncentracije dopantov manjše, pa se tedaj vede stik kovina/silicij kot usmerjevalna (t.j. Schottkyjeva) dioda. V slednjem primeru je višina potencialne bariere, ki se tvori med polprevodnikom in kovino (za dani polprevodnik), zaradi prisotnosti elektronskih stanj na vmesni plasti /3/, večinoma neodvisna od izbire kovine. Ugotovili so, da je mogoče v nekaterih primerih zvišati ali pa znižati bariero tudi do 30%, z implantacijo visoko koncentriranih ustrezno izbranih dopantov (ali donorjev ali pa akceptorjev) v globino nekaj 10 nm v notranjost polprevodnika /4/. To spremembo višine potencialne bariere gre pripisati navedeni (tako dopirani) površinski plasti, ki neposredno vpliva na vrednost električne poljske jakosti pod samo površino polprevodnika in tako učinkuje na transport nosilcev naboja med njegovo notranjostjo in površino.

V pričujočem prispevku bo podan prikaz neposredne vzajemne povezanosti (neznane) sestave vmesne plasti, kot jo določajo razmere, lastne nanašanju tankih plasti po metodi curka ioniziranih skupkov, CIS, in ustreznih električnih karakteristik na primeru Ag/n-Si(111) Schottkyjeve diode. Poudariti gre, da se v tem primeru razmere bistveno razlikujejo od tistih, navedenih zgoraj /4/, saj tu ne gre za implantacijo dopantov in s tem povezani pojav nastanka površinske električne dipolne plasti. Namen predstavitev spodaj opisanih eksperimentalnih rezultatov sloni na dejstvu, da so fizikalna dogajanja, ki vodijo do nastanka potencialne bariere na stiku kovina/polprevodnik, v znatni meri še vedno pomanjkljivo pojasnjena /5/, in zato je

umestno pričakovati, da bi lahko metoda nanašanja CIS tvorno prispevala k razjasnitvi nekaterih osnovnih dogajanj na samem stiku, hkrati pa nudila možnost, da na posredni način prispeva h splošnemu razumevanju poteka rasti in sestave vmesne - nesilicidne - plasti.

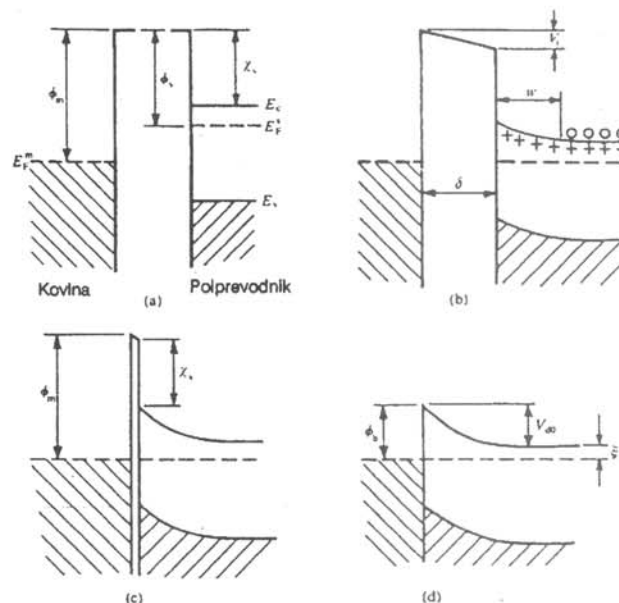
2 Značilnosti sistema kovina/polprevodnik pod istosmerno napetostjo

Dobro je poznano dejstvo, da je funkcijska odvisnost električnega toka, ki teče skozi sistem kovina/polprevodnik [6] v odvisnosti od napetosti na sponkah, večinoma izrazito nelinearna in podana z izrazom splošne oblike (zapisano za najpogostejši primer, kjer je termična emisija polja dominantni proces prevajanja elektronov skozi stik):

$$I = SA^{**} T^2 e^{-q\phi/kT} (e^{qV/nkT} - 1) \quad (1)$$

kjer je S površina stika, A^{**} je konstanta, sestavljena iz produkta faktorja, ki upošteva sipanje optičnih fononov in kvantno mehanski odboj elektronov na meji ter Richardsonove konstante $A^* = 4\pi qk m^*/h^3$, pri čemer je k Boltzmannova konstanta, h Planckova konstanta, m^* efektivna masa elektronov na dnu prevodnega pasu polprevodnika, T absolutna temperatura, q naboj elektrona, V električna napetost med sponkami, ϕ efektivna višina potencialne bariere na stiku in n faktor idealnosti. Izraz bariera, poenostavljeno gledano, opisuje ozko področje na stiku, ki ima abnormalno visoko električno upornost. V danem primeru je njen pojav povezan z obstojem (v okolici stika) prostorsko razporejenega od nič različnega presežnega naboja, ki nastane zaradi prisotnosti negibljivih ioniziranih donorjev (ali akceptorjev) v polprevodniku in pa zaradi energijskih stanj nosilcev nabojev, ki se nahajajo na površini ob samem stiku. Presežni naboj je povezan z (lokalno) prostorsko spremembo električnega potenciala, katerega vrednost se na stiku kovina/polprevodnik nezvezno spremeni. V kovini je elektrostatični potencial konstanten, v polprevodniku pa od dane vrednosti na stiku v globino pojema, in sicer sorazmerno kvadratu oddaljenosti od stika, slika 1. Velikost skoka ob stiku je približno enaka višini tki. potencialne bariere nosilcev nabojev, ϕ . Če velja gornji izraz, pravimo, da kaže sistem usmerjevalno karakteristiko (dioda) in se tedaj imenuje Schottkyjeva dioda. Pod določenimi pogoji, predvsem v primeru zelo močno dopiranega polprevodnika, pa prikazuje I-V diagram takšne sestave linearno vedenje in se torej tedaj vede kot običajni omski upor. Do slednjega pojava pride ne zaradi znižanja potencialne bariere, marveč zaradi velikega lokalnega prostorskega zoženja potencialne bariere tik ob samem stiku (zaradi močnega dopiranja), s čimer je omogočeno kvantnomehansko tuneliranje elektronov skozi bariero v smeri iz kovine v prevodni pas polprevodnika (tki. zaporna smer I-V karakteristike).

Fizikalni pojavi, ki nastopajo ob stiku kovina/polprevodnik, so po 50 letih preučevanj, čeprav izjemnega pomena za polprevodniško tehnologijo, navzlic obilici raziskav dandanes še vedno slabo pojasnjeni. Na to kaže vrsta v literaturi predloženih modelov, ki povezujejo višino Schottkyjeve potencialne bariere z



Slika 1. Idealizirana shema nastanka potencialne bariere (Schottkyjeve bariere) nosilcev naboja ob stiku kovina/polprevodnik. Skica (a) prikazuje energijske razmere elektronov kovine in n-polprevodnika na veliki medsebojni razdalji d . V limiti, ko je $d = 0$, nastane ob njunem medsebojnem stiku potencialna razlika, ki je približno podana z $\phi_b = \phi_m - \chi_s$, pri čemer pomeni $\phi_m(\phi_s)$ izstopno delo kovine (polprevodnika), χ_s afiniteta elektrona, enaka razliki energije mirujočega elektrona izven polvodnika in njegove energije na dnu prevodnega pasu, E_c . Označbi E_f pomenita Fermijevo energijo, w širino z elektroni osiromašanega področja polprevodnika in E_v vrh energije njegovega valenčnega pasu. Skice (b), (c) in (d) predstavljajo razmere električno spojenih teles, ooo označuje elektrone prevodnega pasu, +++ pa ione negibljivih donorjev znotraj prepovedanega pasu polprevodnika, [10].

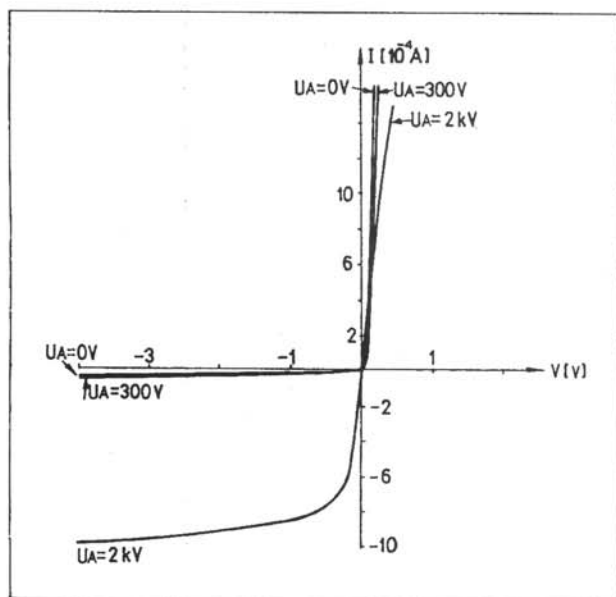
lastnostmi, kot so: izstopno delo kovine, elektronegativnost, kondenzacijska toplota in kemijske reakcije s podlago, lastna energijska stanja elektronov na površini polprevodnika, vmesna lastna stanja, energijski nivoji ob nanos induciranih defektov itd.. Bogastvo različnih modelov in različnost predpostavk, ki v njih nastopajo, kažejo da osnovni vidiki tvorbe Schottkyjeve bariere ostajajo še naprej neznani. Eno izmed temeljnih težav, ki jih je potrebno enolično razložiti, je eksperimentalno dejstvo, da je za dani, izbrani polprevodnik višina Schottkyjeve potencialne bariere skoraj neodvisna od vrste nanj deponirane kovine.

Raziskave Schottkyjeve bariere potemtakem zelo ovira dejstvo, da je samo v majhni meri mogoče spreminjati velikost potencialne bariere ob stiku danega polprevodnika. Dosedanji preizkusi namreč omogočajo kontrolirano spreminjanje bariere do približno 30 % njene vrednosti, kar se doseže s plitvo implantacijo ustrezne koncentracije dopantov tik za stično površino polpre-

vodnika /4/, pri čemer implantacija donorjev vodi do zmanjšanja, implantacija akceptorjev pa do zvišanja višine bariere.

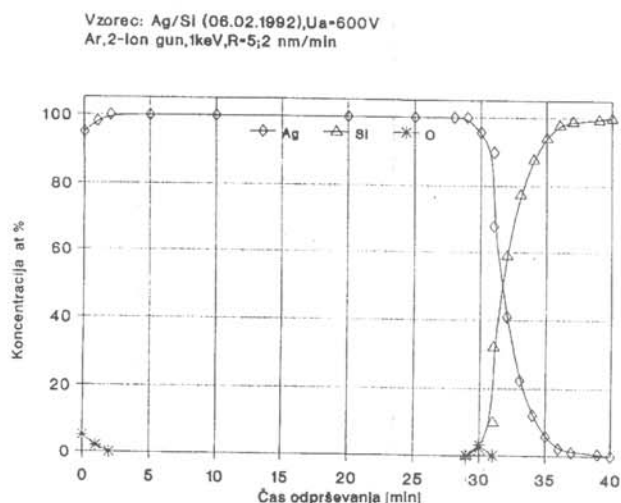
Nedavno so objavili /5/, da je mogoče z inverzno izvedeno depozicijo, ki poteka preko ustrezno izbrane vmesne plasti, spremeniti velikost Schottkyjeve bariere ob stiku. Tako npr. depozicija Si na monokristal Ag(111), na katerega je predhodno nanosena monoatomska plast Cs, zviša bariero od 0.27 eV (za Si/Ag(111)) na vrednost 0.45 eV za vzorec Si/Cs/Ag(111).

Raziskave lastnosti stika kovina/polprevodnik so bile na IJS načrtovane že v samem toku konstrukcije, izgradnje in preizkušanja /7/ pilotske naprave za nanašanje po metodi CIS, pri čemer leži poudarek na raziskavi mehanizma spreminjanja efektivne vrednosti višine potencialne bariere za sistem Ag/n-Si(111) v odvisnosti od pospeševalne napetosti Ag ioniziranih skupkov. Kot je prikazano na sliki 2, kaže I-V diagram za pospeševalno napetost ioniziranih mikroskupkov $U_p = 0$ V usmerjevalno karakteristiko tipske Schottkyjeve diode. Opisana karakteristika pa se z naraščajočo pospeševalno napetostjo prične slabšati in za vrednosti $U_p > 2$ kV preide v linearno (omsko) odvisnost. Povedano drugače, pri isti koncentraciji dopantov silicijevih rezin je električna karakteristika po CIS depoziciji izvedenega stika Ag/n-Si(111) izključno odvisna samo od vrednosti pospeševalne napetosti (ob konstantni vrednosti ionizacijskega toka). V praksi bi to lahko pomenilo, da bi bilo mogoče s primerno izbiri maske na različnih mestih iste rezine z metodo CIS nanesti plast srebra, ki bi rabila v odvisnosti od načrtovanih potreb ali kot ustrezna aktivna sestavina mikroelementa ali pa zgolj za električni kontakt.



Slika 2. Diagram toka v odvisnosti od napetosti na sponkah Ag/n-Si(111) Schottkyjeve diode, prikazan za tri različne vrednosti parametra pospeševalne napetosti ioniziranih Ag skupkov.

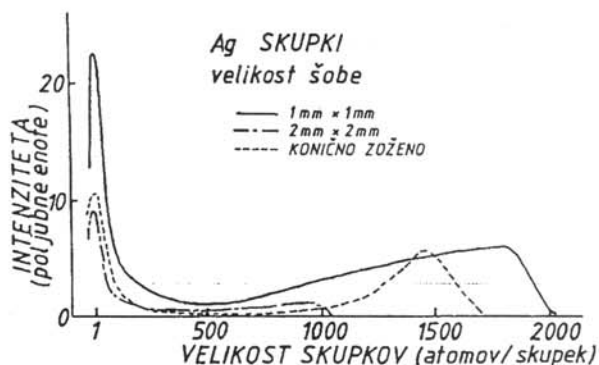
Na sliki 3 je prikazan Augerjev spekter Ag/n-Si(111) po globini ionsko jedkanega vzorca, tako da je razvidna prostorska sestava vmesne plasti ene izmed na IJS nanesenih Schottkyjevih diod. Ob tej priliki je potrebno poudariti, da tik pred pričetkom samega postopka nanašanja, navzlic njeni tehnološki pripravi (razmasititev in jedkanje po RCA postopku), prekriva površino podlage, tj. površino n dopirane rezine Si(111), do nekaj nm debela oksidna plast SiO_x . V tej plasti se po nanašanju verjetno nahajajo, v odsotnosti ali pa za



Slika 3. Augerjev spekter globinske sestave Ag/n-Si(111) Schottkyjeve diode za primer nanosa po metodi curka ioniziranih skupkov. Pospeševalna napetost je bila: $V_p = 600$ V. Na sliki se jasno razločujejo površinske nečistoče na plasti srebra, kot tudi delež atomov kisika v sami Ag/Si vmesni plasti. Hitrost jedkanja je bila okoli 2 nm/min.

nizke vrednosti pospeševalne napetosti, v SiO_x vključeni in po globini različno razporejeni mikroskopski delci srebra /8/. Omenjeni sklep je na podlagi ocene dosega Ag ionov v SiO_x plasti, ki imajo translacijsko energijo do 0.4 eV, kot jo le-ti posedujejo ob izstopu iz šobe ob predpostavki, da je njihova porazdelitev po velikosti skupkov podana na sliki 4 /2/. V primeru pospeševalne napetosti $U_p > 2$ kV, imajo Ag ioni dovolj energije, da se prebijajo skozi oksidno plast in se zaustavijo v notranjosti silicija. Ker porazdelitev po velikosti Ag skupkov ni delta funkcija, slika 4, in ker se skupki v odvisnosti od njihove velikosti ob udaru na površino obnašajo različno /9/, sledi, da je umestno pričakovati od stika pa v notranjost polprevodnika zelo zapleteno prostorsko porazdelitev Ag atomov in iz njih sestavljenih mikro delcev. Le-ti, kot je znano, z Si ne tvorijo silicidov. Na podlagi zgornje ugotovitve je mogoče postaviti dve hipotezi vzroka znižanja višine Schottkyjeve potencialne bariere v odvisnosti od pospeševalne napetosti:

- Ag mikro delci igrajo v Si rezini takšno vlogo, da skupaj z tistimi, razporejenimi v SiO_x plasti, povzročajo zoževanje Schottkyjeve bariere in s tem bistveni porast tunelskega toka elektronov, ali pa



Slika 4. Porazdelitev velikosti v ioniziranem curku prisotnih skupkov srebra v odvisnosti od premera šobe talilnega lončka, kot so jo izmerili z metodo zavirajočega električnega polja [2].

- b) vpetje Fermijevega nivoja v Ag/n-Si(111) vmesni plasti ni določeno s površinskimi stanji vmesne plasti, marveč je povezano z izstopnim delom tik ob stiku nastalih mikro skupkov, katerih koncentracija v Si s povečevanjem pospeševalne napetosti hitro narašča.

Poseben komentar zasluži druga od omenjenih dveh hipotez. Namreč, računalniška simulacija rasti tanke plasti na površini podlage, na katero se odlagajo ionizirani atomski skupki, pri čemer je kemijska sestava skupkov in podlage različna [9], kaže na sorazmerno kvalitetno planarno razporeditev iz skupka razsutih atomov ob zanemarljivi implantaciji v samo podlago. Toda, kot je razvidno iz slike 4, tvorijo relativno velik delež v curku prisotnih delcev kar srebrovi atomi sami, ki lahko v primeru, da imajo dovolj kinetične energije, prebijajo SiO_x plast ter nato tvorijo v Si vkleščene, lokalno porazdeljene mikro skupke in to sami zase ali pa v povezavi z Si, SiO_x ali pa O atomi. Opisana trditev delno sloni tudi na rezultatu Augerjeve spektroskopije, prikazane na sliki 3, kjer je jasno razviden majhen, toda izraziti vrh "nečistoč" atomarnega kisika in pa sorazmerno blago pojemanje koncentracije atomov srebra v globino silicija. Slednje je v skladu z izračunanim dosegom Ag ionov v Si, ki je približno 0.4 nm za energijo 1 eV, 0.7 nm za 100 eV, 3.7 nm za 1 keV in okoli 12 nm za translacijsko energijo Ag ionov enako 10 keV. Če sedaj privzamemo veljavnosti zgoraj omenjenega sklepa, se navedeni mikro sestavi odlikujejo s svojstveno vrednostjo izstopnega dela in tedaj bi bilo moč govoriti o "efektivnem izstopnem delu" vmesne plasti v okolici stika. To dejstvo bi pa utegnilo pomeniti podporo modelu Schottkyjeve bariere, kot sta ga formulirala Freeouf in Woodall [10]. Raziskave so v teku.

3 Sklep

Pojavi, povezani z nastankom Schottky-jeve bariere na stiku kovina/polprevodnik, so še dandanes nepopolno raziskani. V splošnem se je pokazalo, da so električne karakteristike v kritični meri odvisne od kvalitete epitakse vmesne (interfacialne) plasti; le-ta pa je močno odvisna od prisotnosti kisika ali silicijevih oksidov na začetni Si(111) podlagi. S stališča osnovnih raziskav je posebno zanimiv problem nadzorovanega spreminjanja višine potencialne bariere, to je problem, ki je hkrati tudi tehnološko dovolj pereč. V sedanjem

času omogočajo spreminjanje višine, toda samo do neke mere, metode, ki so osnovane na plitvi implantaciji površin polprevodnika z njemu ustreznimi dopanti.

V članku so opisani preliminarni rezultati vakuumskega nanosa srebra na podlago n-Si(111), izvedenega po metodi curka ioniziranih skupkov. Pokazano je, da je mogoče s primerno izbranimi parametri nanosa spremeniti višino potencialne bariere sestava Ag/n-Si(111) tako, da tvorba izkazuje usmerjevalno I-V karakteristiko pa vse do limite, ko poseduje sestav lastnosti običajnega omskega upora.

Opisane poizkuse zniževanja potencialne bariere je mogoče razumeti na osnovi hipoteze, po kateri je vmesna Ag/Si plast sestavljena iz mikroskupkov, h katerim po vsej verjetnosti prispevajo še površinske nečistoče, od katerih je najpomembnejši kisik. Področja teh mikroskupkov so verjetno stohastično porazdeljena po vsej vmesni plasti, njena debelina pa je funkcija vpadne energije Ag skupkov. Vsaki posamezni sestavi mikroskupka je mogoče prirediti neko izstopno delo, tako da postane izstopno delo celotne vmesne plasti potemtakem neka utežena funkcija odgovarjajočih vrednosti izstopnih del mikro skupkov. Ker se vrednost izstopnega dela v odvisnosti od sestave in porazdelitve mikro skupkov spreminja, le-ta pa je funkcija pospeševalne napetosti, sledi, da bi utegnil biti pojav Schottky-jeve bariere povezan ne toliko s površinskimi stanji nosilcev naboja, marveč z izstopnim delom posameznih mikro skupkov. Iz povedanega sledi, da bi bilo mogoče v nekaterih primerih oblikovati višino bariere tudi z električno nevtralnimi delci, toda ob pogoju, da le-ti tvorijo v vmesni fazi skupaj z drugimi atomi takšne mikro skupke, ki jim je mogoče pripisati funkcijo izstopnega dela.

Zahvala

Opisani eksperimenti po metodi CIS so bili opravljeni na odseku za reaktorsko fiziko, IJS. Za njuno prizadevnost gre posebna zahvala sodelavcema T. Mrdenu in M. Koželju.

4 LITERATURA

- /1/ B. Cvikl, Vakuumist št.29, 1992, st.15
- /2/ Toshinori Takagi, "Ionized-Cluster Beam Deposition and Epitaxy", Noyes Publications, ZDA, 1988, glej tudi T. Takagi, Vacuum, 36, 27 (1986)
- /3/ Michael Shur, "Physics of Semiconductor Devices", Prentice Hall, 1990
- /4/ J. M. Shannon, Appl. Phys. Lett. 25, 75, (1974)
- /5/ Y. Hwu and M. Marsi, P. Almeras and G. Margaritondo, Phys. Rev. B46, 1835, (1992)
- /6/ E. H. Rhoderick, R. H. Williams, "Metal-Semiconductor Contacts", Clarendon Press, Oxford, 1988, glej tudi S. M. Sze, "Physics of Semiconductor Devices", 2nd Edition, John Wiley & Sons, 1981
- /7/ B. Cvikl, M. Koželj, A. Zalar, E. Krištof, G. Dražič, A. Gyergyek, P. Panjan, M. Čerček, J. Peternej, R. Ilić, M. Najžer, Bilen JUVAK 24, 265, (1990)
- /8/ M. Fujii, T. Nagareda, S. Hayashi, K. Yamamoto, J. Phys. Soc. Japan, 61, 754, (1992)
- /9/ H. Hsieh and R. S. Averbach, Nuclear Instr. and Meth. in Phys. Research B59/60, 203, (1991), glej tudi Phys. Rev. B42, 5365, (1990)
- /10/ J. L. Freeouf, J. M. Woodall, Appl. Phys. Lett., 39, 727, (1981)

PRIDOBIVANJE FULERENA C₆₀ Z NAPAREVANJEM

Dr. Jože Gasperič in Peter Venturini, Inštitut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

THE PRODUCTION OF FULLERENE C₆₀ BY VACUUM EVAPORATION

Abstract

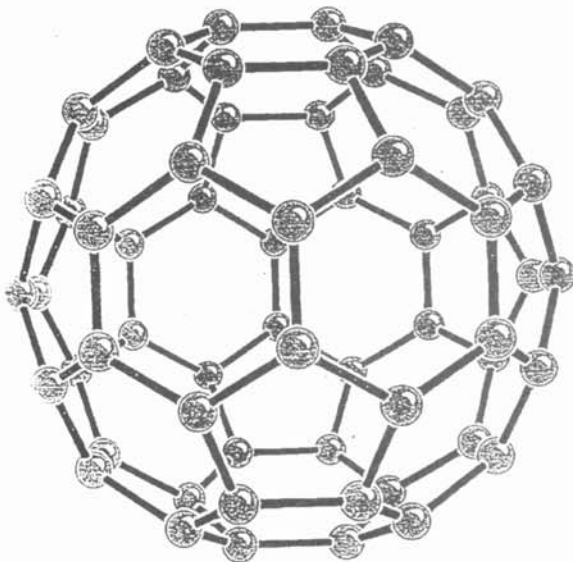
A new form of carbon molecules, fullerene C₆₀, the method for the preparation by the evaporation in a high vacuum system and further extraction processes are described.

Povzetek

V članku je predstavljena oblika ogljika, fuleren C₆₀, metoda za njegovo pridobivanje z naparevanjem v visokovakuumske sisteme ter nadaljnji proces ekstrakcije.

1 Uvod

Maja 1990 je bila odkrita nova oblika ogljika, to je molekula s 60 ogljikovimi atomi, C₆₀. Zdaj poznamo ogljik v treh vrstah, in sicer kot diamant, grafit in v najnovejši obliki, ki so jo imenovali fuleren po ameriškem arhitektu in filozofu R. Buckminsteru Fullerju, ki je projektiral mogočno stavbo, ki spominja na zgradbo C₆₀. Spominja pa tudi na nogometno žogo, zato se je molekuli C₆₀ prijelo ime "buckyball", saj je popolnoma okrogla, sestavljena iz 20 pravih šestkotnikov in 12 peterokotnikov (sl. 1).



Slika 1. Molekula C₆₀

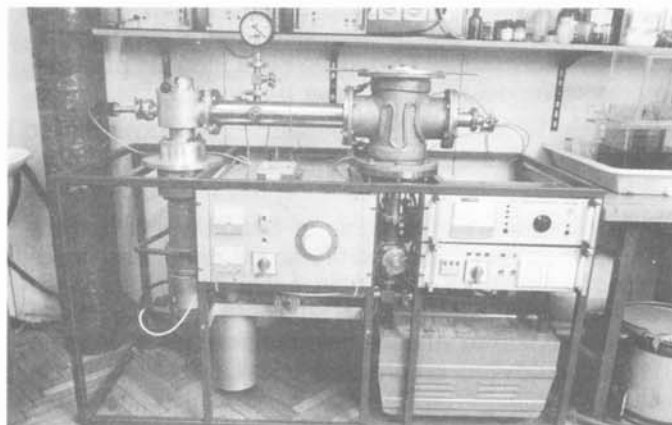
Odkrili so tudi fulerene s sedemdeset in več ogljikovimi atomi: C₇₀, C₇₆, C₇₈, C₈₄, ... Vsem fulerenom je skupno, da so sestavljeni iz natanko 12 petčlenskih obročev ogljika, medtem ko je število šestčlenskih različno. Ugotovili so, da so skupki, v katerih je vsaj 32 ogljikovih atomov, že stabilne tvorbe, vendar manj kot sta C₆₀ in C₇₀. Znani so že tudi nekateri derivati C₆₀. Tako britanski raziskovalci poročajo, da so izdelali molekulo C₆₀, pri kateri je bil vsak atom ogljika povezan z atomom fluora (C₆₀F₆₀). Ogljik in fluor namreč sestavljata teflon, zato pričakujejo, da bi bile te male teflonske kroglice lahko

in odlično mazivo ali kroglični ležaj. Možnosti različnih spojin, fuleridov, je ogromna. Morda se s tem odkritjem odpira nova smer v kemiji, tako velika, kot je organska kemija. Poleg kemijske vezave elementov na molekulo C₆₀ lahko v samo molekulo ali praznine med molekulami v kristalu vnesemo tudi druge elemente in s tem spreminjamo njene električne lastnosti. Molekula lahko postane izolator, prevodnik ali superprevodnik. Prihodnost bo pokazala ali je odkritje res tako revolucionarno, kot se kaže sedaj.

Pred dobrim letom dni smo tudi pri nas, na Inštitutu Jožef Stefan, pridobili prvi fuleren C₆₀ v napravi, ki jo v nadaljnjem na kratko predstavljamo.

2 Metoda pridobivanja ogljika C₆₀ z naparevanjem

V naparevalniku (sl. 2), katerega visokovakuumski sistem je klasične oblike, smo v vodno hlajeni komori naparevali čisti grafit, vendar ne v visokem vakuumu reda 10⁻⁵ mbar, ki smo ga morali vedno najprej ustvariti, ampak v atmosferi izredno čistega helija pri tlaku 200 mbar. V komori sta dve grafitni elektrodi, ki sta priključeni na visokotokovni izvir. Ko se elektrodi dovolj približata, pride med njima do razelektritve, pri kateri se ogljik upari. Na ploščah ob hladni steni komore se je nabrala napačina - saje. Le to smo po končanem naparevanju mehansko odstranili. V napravi imenovani Soxhlet ekstraktor smo ločili v benzenu topna fulerena C₆₀ in C₇₀ od fulerenov z večjim številom ogljikovih atomov in saj, ki so v benzenu netopni. Čiste vzorce C₆₀ smo dobili s tekočinsko kromatografijo na aluminijskem oksidu s heksanom. Posneli smo Ramanske, IR, UV in masne spektre naših vzorcev. Spektri so pokazali, da nam je na opisan način uspelo pripraviti popolnoma čiste vzorce fulerena C₆₀. Iz C₆₀, pripravljenega pri nas, sintetiziramo derivate, za katere smatramo, da bi lahko imeli zanimive optične ali magnetne lastnosti.



Slika 2. Visokovakuumski naparevalnik ogljika C₆₀ na Inštitutu "Jožef Stefan"

NASVETI

Obtočni vod v visokovakuumskega sistemu

Bralec iz Dutovelj mi je po telefonu zastavil naslednje vprašanje: "Ali se tudi čas črpanja od atmosferskega tlaka do 5×10^{-2} mbar zmanjša na polovico, če skrajšamo vod med črpalko in komoro prav tako na polovico?"

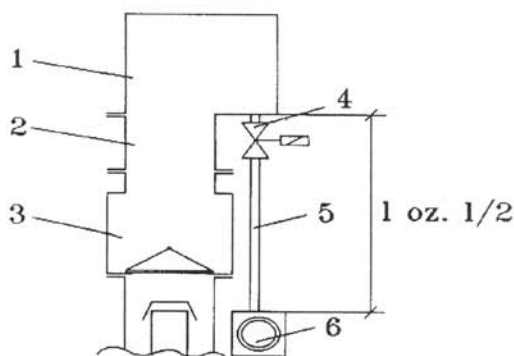
Odgovor na to vprašanje sem sicer stresel iz rokava, vendar sem ga dolžan z zgledom strokovno utemeljiti. Odgovor bo verjetno zanimal tudi nekatere druge vakuumiste, zato pojdimo kar k stvari.

Ker nekoliko poznam delo omenjenega bralca, vem, da gre za **obtočni (by pass) vod** v klasičnem visokovakuumskega sistemu, nekako tako, kot ga ponazarja sl. 1. Vse dimenzije sem za računski zgled poljubno in primerno izbral kar sam. Treba bo izračunati čas črpanja od atmosferskega tlaka 1013 mbar do 5×10^{-2} mbar. Slednji tlak namreč zadostuje, da lahko zapremo elektromagnetni ventil (4) in odpremo visokovakuumskega ter začnemo črpati z difuzijsko črpalko. V prvem primeru ima obtočni vod dolžino l v drugem pa $l/2$, pri čemer ostane premer enak. Vzemimo še, da je celotna obremenitev zaradi odplinjevanja s sten vakuumskega sistema: $Q' = 2.4 \times 10^{-3}$ mbar l/s in je v principu stalno enaka, če je le črpanje po obtočnem vodu kratkotrajno.

1. Najprej ugotovimo meje med različnimi pretočnimi režimi v obtočnem vodu.

a) Za zrak pri 298 K (25°C) je pretok v cevi s premerom d viskozen, če je $\bar{p} \cdot d \geq 1.33 \times 10^{-2}$ mbar m; $\bar{p} = \frac{p_1 + p_2}{2}$, kar je aritmetična srednja vrednost tlaka na začetku oz. na koncu cevi.

Vzemimo notranji premer obtočne cevi $d = 32$ mm (3.2×10^{-2} m).



Slika 1. Skica dela visokovakuumskega sistema (1 - procesna komora, 2 - priključni kos, 3 - viskovakuumski ventil, 4 - elektromagnetni vratni (gate) ventil, 5 - obtočni vod, 6 - dvo-stopenjska rotacijska črpalka)

Meja med viskoznim in prehodnim področjem pretoka je po zgornji enačbi:

$$p_{v.-preh.} = \frac{1.33 \times 10^{-2}}{3.2 \times 10^{-2}} = 4.16 \times 10^{-1} \text{ mbar}$$

b) Pretok v cevi s premerom d je pri enakih pogojih **molekularen**, če je $\bar{p} \cdot d \leq 2.10 \times 10^{-4}$ mbar m.

Meja med prehodnim in molekularnim področjem pretoka je po tej enačbi:

$$p_{preh.-m.} = \frac{2 \times 10^{-4}}{3.2 \times 10^{-2}} = 6.25 \times 10^{-3} \text{ mbar}$$

Iz teh dveh podatkov lahko ugotovimo, da je naše tlačno področje (1013 mbar do 5×10^{-2} mbar) v območju tki. viskoznega in prehodnega pretoka zraka.

2. Izračun časa, potrebnega, da črpalka izčrpa sistem od atmosferskega tlaka do 4.16×10^{-1} mbar.

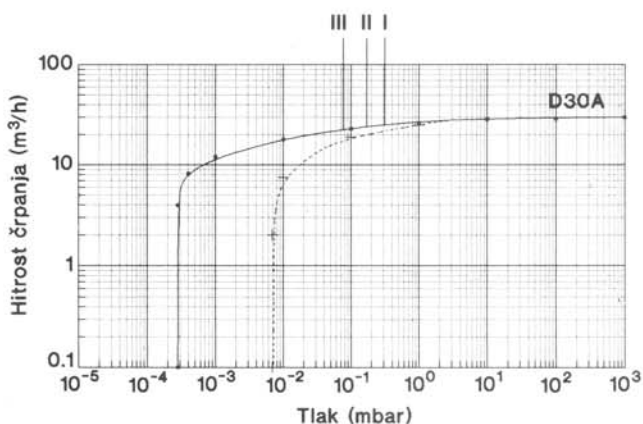
V tem področju je navadno črpalna hitrost dvostopenjske rotacijske črpalke konstantna in je npr.:

$S_p = 30 \text{ m}^3/\text{h}$ oz. 8.33 l/s (diagram na sl.2)

a) Prostornina črpanega sistema je vsota prostornin komore (1), priključnega kosa (2), ohišja viskovakuumskega ventila (3) in obtočnega voda (5) z ventilom (4), torej:

$V = V_1 + V_2 + V_3 + V_4 + V_5$. Recimo, da je ta prostornina $V = 100$ litrov oz. $100 \times 10^{-3} \text{ m}^3$

b) Čas črpanja od atmosferskega tlaka 1013 mbar do 4.16×10^{-1} mbar (meja med viskoznim in prehodnim področjem v našem zgledu!) dobimo po formuli:



Slika 2. Odvisnost črpalne hitrosti od tlaka pri dvo-stopenjski rotacijski črpalki D 30A firme Leybold (iz kataloga)

$$t_1 = \frac{V}{S_p} \ln \left(\frac{p_{zac.}}{p} \right)^{1/n} \quad n = 1, 2 \text{ (za zrak)}$$

$$t_1 = \frac{100}{8.33} \ln \frac{1013^{1/1.2}}{0.416^{1/1.2}} = 78 \text{ s}$$

Pri tem smo zanemarili odplinjevanje. **Prevodnost dolge in tudi pol krajše cevi je mnogo večja od črpalne hitrosti črpalke.** (Podatek je v opombi za primer, da je $l = 2 \text{ m}$ oz. $l/2 = 1 \text{ m}$). V tem času torej še ni nobenega vpliva ne ene ne druge dolžine cevi na čas črpanja.

3. Izračunajmo še čas črpanja od $4.16 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ do $5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$. Najprej razdelimo to področje na tri podpodročja zaradi natančnejšega izračuna.

I: od $4.16 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ do $2 \times 10^{-1} \text{ mbar}$

II: od $2 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ do $1 \times 10^{-1} \text{ mbar}$

III: od $1 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ do $5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$

a) V podpodročju I vzemimo povprečje tlaka v času:

$$\bar{p} = (4.16 \times 10^{-1} + 2 \times 10^{-1}) / 2 = 3.08 \times 10^{-1} \text{ mbar}$$

Prevodnost okrogle obtočne cevi za zrak pri 293 K (20°C) v prehodnem tlačnem področju je podana z enačbo:

$$C_{preh.} = 1.36 \times 10^5 (d^4/l) \frac{p_1 + p_2}{2} + \frac{1 + 1.9 \times 10^6 \cdot d \left(\frac{p_1 + p_2}{2} \right)}{1 + 2.35 \times 10^6 \cdot d \left(\frac{p_1 + p_2}{2} \right)} \cdot 1.21 \times 10^2 \cdot \frac{d^3}{l} \quad [\text{m}^3 \text{ s}^{-1}]$$

d in l v [m], p v [mbar].

Dolga cev, 2 m:

$$\begin{aligned} dC_{preh.I.} &= 1.36 \times 10^5 \frac{(3.2 \times 10^{-2})^4}{2} \cdot 3.08 \times 10^{-1} + \\ &+ \frac{1 + 1.9 \times 10^6 \cdot 3.2 \times 10^{-2} \cdot 3.08 \times 10^{-1}}{1 + 2.35 \times 10^6 \cdot 3.2 \times 10^{-2} \cdot 3.08 \times 10^{-1}} \cdot \\ &\cdot 1.21 \times 10^2 \frac{(3.2 \times 10^{-2})^3}{2} = \\ &= 2.356 \times 10^{-2} \text{ m}^3/\text{s} = 23.56 \text{ l/s} \end{aligned}$$

Kratka cev, 1 m:

$$kC_{preh.I.} = 4.712 \times 10^{-2} \text{ m}^3/\text{s} = 47.12 \text{ l/s}$$

Pozor! Iz enačbe oz. rezultata za prevodnost cevi je razvidno, da je le-ta linearno odvisna od njene dolžine. Torej, dvakrat krajša cev ima dvakrat večjo prevodnost.

Prevodnost elektromagnetnega vratnega (gate) ventila z nominalno odprtino premera 32 mm, dolžino 120 mm pri srednjem tlaku $3.08 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ smo izračunali*, da je $73.8 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ oz. 73.8 l/s.

Prevodnost voda, skupaj z elektromagnetnim ventilom, je:

$$\frac{1}{dC_{preh.}} = \frac{1}{dC_{preh.I.}} + \frac{1}{C_{vent.I.}} = \frac{1}{23.56} + \frac{1}{73.8} = 0.056 \text{ s/l}$$

$$dC_{preh.} = 17.86 \text{ l/s}$$

$$\frac{1}{kC_{preh.}} = \frac{1}{kC_{preh.I.}} + \frac{1}{C_{vent.I.}} = \frac{1}{47.12} + \frac{1}{73.8} = 0.035 \text{ s/l}$$

$$kC_{preh.} = 28.76 \text{ l/s}$$

b) Črpalna hitrost črpalke je pri srednjem tlaku ($3.08 \times 10^{-1} \text{ mbar}$) v tem podpodročju: $S_p = 25 \text{ m}^3/\text{h}$ oz. 6.94 l/s (iz diagrama).

$$S_{ef} = \frac{S_p \cdot dC_{preh.}}{S_p + dC_{preh.}} = \frac{6.94 \cdot 17.86}{6.94 + 17.86} = 5.0 \text{ l/s}$$

za daljšo cev

$$S_{ef} = \frac{S_p \cdot kC_{preh.}}{S_p + kC_{preh.}} = \frac{6.94 \cdot 28.76}{6.94 + 28.76} = 5.57 \text{ l/s}$$

za krajšo cev

c) Čas črpanja v podpodročju I, če zanemarimo izplinjevanje, je:

$$dt_2 = \frac{100}{5.0} \ln \frac{4.16 \times 10^{-1}}{2 \times 10^{-1}} = 14.6 \text{ s}$$

$$kt_2 = \frac{100}{5.57} \ln \frac{4.16 \times 10^{-1}}{2 \times 10^{-1}} = 13.1 \text{ s}$$

d) Za podpodročje II, to je od 2×10^{-1} do $1 \times 10^{-1} \text{ mbar}$, kjer je povprečni tlak: $p = (2 \times 10^{-1} + 1 \times 10^{-1})/2 = 1.5 \times 10^{-1} \text{ mbar}$, izračunamo prevodnost obtočnega voda po isti formuli kot v prejšnjem podpodročju.

Opomba: Prevodnost 2 m dolge cevi je v tem tlačnem področju 72.261 l/s, 1 m dolge cevi pa dvakrat večja.

* Izračuna ne navajamo posebej, da ne bi preveč obremenjevali tega sestavka.

$$dC_{\text{preh.II}} = 1.36 \times 10^5 \frac{(3.2 \times 10^{-2})^4}{2} \cdot 1.5 \times 10^{-1} + \\ + \frac{1 + 1.9 \times 10^6 \cdot 3.2 \times 10^{-2} \cdot 1.5 \times 10^{-1}}{1 + 2.35 \times 10^6 \cdot 3.2 \times 10^{-2} \cdot 1.5 \times 10^{-1}} \cdot \\ \cdot 1.21 \times 10^2 \frac{(3.2 \times 10^{-2})^3}{2} = \\ = 1.23 \times 10^{-2} \text{ m}^3/\text{s}^{-1} = 12.3 \text{ l/s}$$

$$kC_{\text{preh.II}} = 24.6 \text{ l/s}$$

Prevodnost elektromagnetnega ventila* je zdaj $4 \times 10^{-2} \text{ m}^3/\text{s}$ oz. 40 l/s

$$\frac{1}{dC_{\text{preh.}}} = \frac{1}{dC_{\text{preh.II}}} + \frac{1}{C_{\text{vent.II}}} = \frac{1}{12.3} + \frac{1}{40} = \\ = 0.1063 \text{ s/l}$$

$$dC_{\text{preh.}} = 9.4 \text{ l/s}$$

$$kC_{\text{preh.}} = 15.23 \text{ l/s}$$

e) Črpalna hitrost črpalke je pri $1.5 \times 10^{-1} \text{ mbar}$ približno $23 \text{ m}^3/\text{h}$ oz. 6.39 l/s.

$$S_{\text{ef}} = \frac{6.39 \cdot 9.4}{6.39 + 9.4} = 3.8 \text{ l/s za daljšo cev}$$

$$S_{\text{ef}} = \frac{6.39 \cdot 15.23}{6.39 + 15.23} = 4.5 \text{ l/s za krajšo cev}$$

f) Čas črpanja v podpodročju II, če zanemarimo izplinjavanje, je:

$$dt_3 = \frac{100}{3.8} \ln \frac{2 \times 10^{-1}}{1 \times 10^{-1}} = 18.2 \text{ s}$$

$$kt_3 = \frac{100}{4.5} \ln \frac{2 \times 10^{-1}}{1 \times 10^{-1}} = 15.4 \text{ s}$$

g) Za podpodročje III, to je od 1×10^{-1} do $5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$, kjer je povprečni tlak:

$\bar{p} = (1 \times 10^{-1} + 5 \times 10^{-2})/2 = 7.5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$, izračunamo prevodnost obtočnega voda na že znani način, saj smo še vedno v prehodnem področju.

$$dC_{\text{preh.III}} = 1.36 \times 10^5 \frac{(3.2 \times 10^{-2})^4}{2} \cdot 7.5 \times 10^{-2} + \\ + \frac{1 + 1.9 \times 10^6 \cdot 3.2 \times 10^{-2} \cdot 7.5 \times 10^{-2}}{1 + 2.35 \times 10^6 \cdot 3.2 \times 10^{-2} \cdot 7.5 \times 10^{-2}} \cdot \\ \cdot 1.21 \times 10^2 \frac{(3.2 \times 10^{-2})^3}{2} = 6.95 \text{ l/s}$$

$$kC_{\text{preh.III}} = 13.9 \text{ l/s}$$

Prevodnost elektromagnetnega ventila* je v tem podpodročju 24.3 l/s

$$\frac{1}{dC_{\text{preh.}}} = \frac{1}{dC_{\text{preh.III}}} + \frac{1}{C_{\text{vent.III}}} = \frac{1}{6.95} + \frac{1}{24.3} = \\ = 0.185 \text{ s/l}$$

$$dC_{\text{preh.}} = 5.4 \text{ l/s}$$

$$kC_{\text{preh.}} = 8.84 \text{ l/s}$$

Črpalna hitrost črpalke je pri $7.5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$ približno $22 \text{ m}^3/\text{h}$ oz. 6.1 l/s

$$S_{\text{ef}} = \frac{6.1 \cdot 5.4}{6.1 + 5.4} = 2.86 \text{ l/s za daljšo cev}$$

$$S_{\text{ef}} = \frac{6.1 \cdot 8.84}{6.1 + 8.84} = 3.61 \text{ l/s za krajšo cev}$$

V tem tlačnem podpodročju pa že moramo upoštevati končni tlak, ki ga lahko dosežemo s to črpalko v vakuumskem sistemu in ki je povezan z izplinjavanjem:

$$p_{k,\text{sistem}} = Q'/S_e + p_{k,\text{črp}},$$

kjer je:

Q' - obremenitev (tok plina) s sten vakuumskega sistema. Že v začetku smo predpostavili, da je $Q' = 2.4 \times 10^{-3} \text{ mbar l/s}$

S_e - efektivna črpalna hitrost na ustju vakuumskega sistema

$p_{k,\text{črp}}$ - končni tlak črpalke po podatkih proizvajalca (glej diagram) je $2.5 \times 10^{-4} \text{ mbar}$

Čas črpanja v podpodročju III po enačbi

$$t = \frac{V}{S_e} \ln \frac{p_{\text{zac.}} - Q'/S_e}{p - Q'/S_e} \text{ je:}$$

$$dt_4 = \frac{100}{2.86} \ln \frac{1 \times 10^{-1} - 8.39 \times 10^{-4}}{5 \times 10^{-2} - 8.39 \times 10^{-4}} = 24.5 \text{ s}$$

$$kt_4 = \frac{100}{3.61} \ln \frac{1 \times 10^{-1} - 6.665 \times 10^{-4}}{5 \times 10^{-2} - 6.665 \times 10^{-4}} = 19.4 \text{ s}$$

5. Celotni čas črpanja za daljšo cev (2 m):

$$dt = 78 + 14.6 + 18.2 + 24.5 \approx 135 \text{ s}$$

Celotni čas črpanja za krajšo cev (1 m):

$$kt = 78 + 13.1 + 15.4 + 19.4 \approx 126 \text{ s}$$

Odgovor na vprašanje bralca: Če skrajšamo dolžino obtočne cevi za polovico, t.j. iz 2 m na 1 m dolžine, se (za naš zgled) zmanjša čas črpanja le za 9 sekund ali za cca 7%.

Upam, da smo našemu bralcu ustregli, drugim vakuumistom pa dali priložnost, da po naših napotkih sami izračunajo čas črpanja pri svojih napravah.

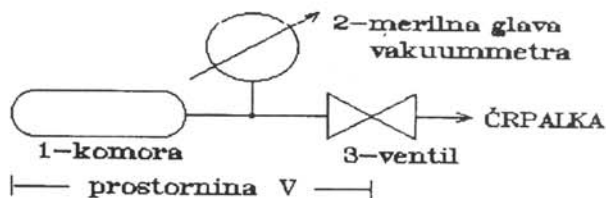
Tisto, kar sem bralcu "stresel iz rokava" po telefonu, pa je bilo, da lahko pri predvidenem krajšanju obtočnega voda na polovico pričakuje le okoli 10% zmanjšanja časa črpanja, pri konstruiranju pa naj seveda strogo pazi, da je notranji premer obtočne cevi tak, kot je notranji premer sesalnega priključka na črpalki. Če bi namreč zmanjšal premer, potem bi se efektivna črpalna hitrost na ustju komore drastično zmanjšala; v prehodnem področju s četrto (!) potenco

premera d , t.j. d^4 . To pomeni, da 2-kratno zmanjšanje premera povzroči 16-kratno zmanjšanje efektivne črpalne hitrosti, medtem ko 2-kratno povečanje dolžine povzroči le 2-kratno zmanjšanje efektivne črpalne hitrosti.

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

Preprosti merilni metodi za ugotavljanje velikosti puščanja vakuumskih sistemov

Merjenje puščanja vakuumskega sistema ali njegovega dela, npr. komore (recipienta), po metodi naraščanja tlaka (statična oz. akumulacijska metoda) nam je dobro znano, saj ga pozna vsakdo, ki se "muči" z vakuumom (glej tudi Vakuumist št.23-24, 1991/2-3, str.33-34). Samo zaradi primerjave z drugo, manj znano metodo, pa na kratko ponovimo njene glavne značilnosti (sl.1).



Slika 1. Razporeditev vakuumskih elementov pri statični metodi merjenja puščanja

Komoro izčrpamo do končnega tlaka p_0 in nato zapremo ventil. Merilnik nam prikazuje naraščanje tlaka (vzrokov je lahko več, npr. netesnost, razplinjevanje). V začetku je naraščanje navadno hitro (prevladujoče razplinjevanje, to je navidezno puščanje), potem pa se ustali oz. upočasni (resnično puščanje). V daljšem časovnem obdobju (npr. nekaj ur) lahko velikost puščanja izrazimo takole:

$$L = \frac{V \cdot (p_1 - p_0)}{t} \quad \text{mbar l/s}$$

V - prostornina komore in priključkov do ventila (v litrih)

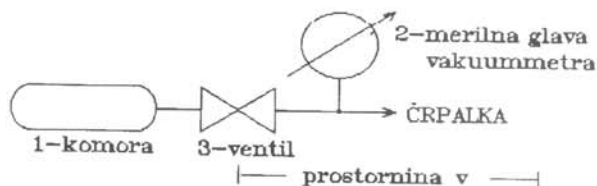
p_0 - končni tlak v komori, predno smo zaprli ventil (mbar)

p_1 - tlak po nekem času (mbar)

t - čas, pretečen med meritvijo p_0 in p_1 (v sekundah)

Najmanjše puščanje, ki ga na ta način lahko ugotovimo, je velikostnega reda 10^{-11} mbar l/s.

Druga, manj znana metoda je statično-dinamična, ki nam lahko pomaga pri meritvah puščanja sistemov, ki imajo merilno glavo vakuumetra za ventilom, tako kot prikazuje sl. 2.



Slika 2. Razporeditev vakuumskih elementov pri statično-dinamični metodi merjenja puščanja

Tako kot v prvem primeru, tudi tu izčrpamo komoro do končnega tlaka p_0 in nato ventil hitro zapremo. Merilnik bo pokazal padanje tlaka, kar je razumljivo, saj se je z zaprtjem ventila zmanjšal dotok plinov iz komore. Po zelo kratkem času Δt bo padel tlak na vrednost p_2 . Velikost puščanja izračunamo po obrazcu:

$$L = \frac{v \cdot (p_0 - p_2)}{\Delta t} \quad \text{mbar l/s}$$

Pri tem je:

v - prostornina sistema med črpalko in ventilom (v litrih). Pozor! To ni prostornina komore V .

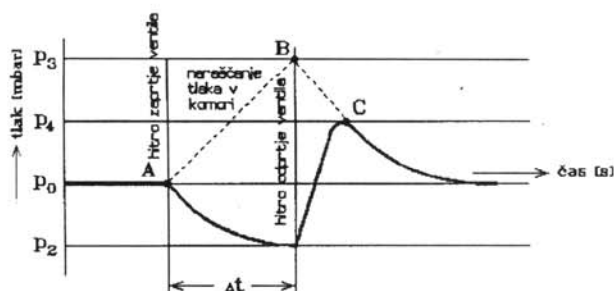
p_0 - končni tlak, predno smo zaprli ventil (mbar)

p_2 - tlak v sistemu med ventilom in črpalko po nekem času (mbar)

t - čas, pretečen med meritvijo p_0 in p_2 , oz. med (hitrim) zaprtjem ventila in doseženim tlakom p_2 (v sekundah).

Najmanjše puščanje, ki ga lahko odkrijemo s to metodo, je velikostnega reda le 10^{-7} mbar l/s.

Za bolj zahtevne bralce smo dolžni bolj natančno razložiti, kako smo prišli do tega obrazca, pri čemer si bomo pomagali s ponazoritvijo (diagram, slika 3), to je s časovnim potekom tlaka, ki ga meri merilnik med odpiranjem oz. zapiranjem ventila ter pred in po tem.



Slika 3. Časovni potek naraščanja in padanja tlaka pri odprtem in zaprtem ventilu

Kot že rečeno, bomo pri odprtem ventilu izmerili končni tlak p_0 . V hipu, ko ventil zapremo (A), bo tlak začel padati in se bo ustalil pri vrednosti p_2 , medtem ko bo v komori istočasno naraščal ter dosegel vrednost p_3 (B), ki je pa ne moremo izmeriti, saj pri komori ni nobene merilne glave (naša predpostavka, sl. 2). Ko ventil na hitro odpremo, bo merilnik sicer pokazal porast tlaka, ki pa ne bo dosegel vrednosti p_3 , saj v istem hipu nastopi črpanje, pa tudi instrument ne more v trenutku ujeti resničnega tlaka, temveč nekoliko nižjega p_4 . Za natančnejše meritve je treba biti zares hiter pri zapiranju ventila. Čas zapiranja naj bi bil manjši od $0.04 v/S_{ef}$ (v je prostornina sistema med črpalko in ventilom v litrih, S_{ef} je črpalna hitrost v litrih na sekundo pri tlaku p_0 . Pri tem S_{ef} ocenimo.). Po zaprtju ventila tlak v sistemu (med črpalko in ventilom) s prostornino v pada takole:

$$p = p_0 e^{-S \cdot t/v}$$

Če je t manjši od $0.4 v/S$, se lahko eksponentna funkcija zamenja z linearno, torej:

$$p = p_0 (1 - S t/v); \quad \text{napaka je manjša od 10\%}$$

Blizu točke A je:

$$\frac{dp}{dt} = -p_0 \cdot \frac{S}{v}$$

Ker je $p_0 \cdot S$ množina plina, ki ga črpalka počrpa v sekundi in ki je enaka tisti zaradi puščanja in izplinjavanja notranjih delov, lahko zgornjo enačbo zapišemo tudi takole:

$$dp/dt = -Q/v \quad \text{oz. puščanje (navidezno in resnično skupaj):}$$

$$L = v \frac{dp}{dt}, \quad \text{kar je približno enako}$$

$$L = v \frac{p_0 - p_2}{\Delta t} \quad (\text{mbar l/s})$$

Iz opisa te metode je razvidno, da je mnogo hitrejša glede na prvo, statično, vendar je tudi mnogo manj natančna. Zato priporočamo prvo, druga je priročna in jo lahko izvajamo hitro, kar med delom (črpanjem), če le imamo merilno glavo na pravem mestu, pri čemer pa ne moremo ločiti navideznega puščanja (razplinjevanja) od resničnega.

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

Popravek

V prejšnji številki Vakuumista nam je v rubriki Nasveti ponagajal tiskarski škrt. Slovenski izrazi za naslednje instrumente za analizo in karakterizacijo tankih plasti, površin in polprevodnikov se pravilno glasijo takole:

STM	Scanning Tunneling Microscope	vrstična tunelska mikroskopija
AES	Auger Electron Spectroscopy	Augerjeva elektronska spektroskopija
HEED	High Energy Electron Diffraction	visokoenergijski elektronski uklon
RHEED	Reflective HEED	odbojni visokoenergijski elektronski uklon
XRD	X-Ray Diffraction	rentgenski uklon

DRUŠTVENE NOVICE

Poročilo predsednika o delovanju DVTS v obdobju med občinama zboroma društva 6.3.1992 in 4.3.1993

I.O. je imel v tem obdobju 6 sej, na katerih smo se dogovorili za vrsto akcij, od katerih smo večino tudi izpeljali. Pomembnejše med njimi so naslednje:

- ogled tovarne Iskre Elektrooptike, kjer so nam njeni sodelavci pripravili tri zanimiva predavanja
- izstop iz JUVAK-a
- občni zbor s strokovnim predavanjem in ogledom Inštituta za kovinske materiale in tehnologije
- organizacija dveh tečajev: iz "Osnov vakuumске tehnike" in "Vzdrževanje vakuumskih naprav"
- izdali smo 4 številke Vakuumista
- spremenili statut in pripravili angleško verzijo letga, ki smo jo potrebovali za vstop v mednarodno vakuumsko zvezo IVUSTA; v to združenje smo bili sprejeti oktobra 92
- sodelovali pri organizaciji 43. posvetovanja o metalurgiji in kovinskih materialih, ki je bilo oktobra v Portorožu
- organizacija strokovnega predavanja dr. Looneya, sodelavca NIST inštituta, Gaithersburg, ZDA
- priprava novega tečaja o vakuumski tehniki za srednješolske predavatelje
- priprava gradiv za ponatis knjige "Osnove vakuumске tehnike" in brošure za vzdrževalce
- navezava stikov z društvom za vakuumsko tehniko Hrvaške
- dejavnosti naših predstavnikov (dr. M. Jenko in dr. A. Zalar) v IVUSTA
- imenovanje predstavnikov v posamezne strokovne sekcije v IVUSTA
- podpora kandidaturi prof. F. Vodopivca za državni svet
- sodelovanje z Elektrotehniško zvezo Slovenije (priznanje sta prejela dr. M. Jenko in A. Pregelj)

Med naštetimi dejavnostmi moramo posebej poudariti pomen izdajanja Vakuumista, ki je informativni in povezovalni medij za vse slovenske vakuumiste, hkrati pa je pomembna izkaznica za našo stroko v slovenski

znanstveni in tehnični sferi. Izdajanje Vakuumista je lani prvič finančno podprlo Ministrstvo za znanost in tehnologijo.

Število tečajev je zelo padlo, zato so se zelo zmanjšala finančna sredstva iz tega vira. Pomagamo si s pridobivanjem reklam za Vakuumista in z organizacijo razstav na strokovnih srečanjih. Vendar se tudi tukaj čuti recesijo v gospodarstvu. Vsem, ki vam uspe pridobiti reklamo za Vakuumista, nudimo 20% od cene reklame.

Z Inštitutom za elektroniko in vakuumsko tehniko, kjer ima društvo sedež, sodelujemo v obojestransko korist. Letos bomo opremili nov, večji laboratorij, ki ga potrebujemo za izvajanje tečajev. Želimo si, da bi se sodelovanje z inštitutom ohranilo in da bi slednjemu uspelo prebroditi večletno ekonomsko in organizacijsko krizo.

Na kratko še nekaj besed o planu za letošnje leto. Izdali bomo predvidoma štiri številke Vakuumista. Pri tem računamo na finančno pomoč Ministrstva za znanost in tehnologijo in Ministrstva za šolstvo. Na obe ministrstvi smo vložili prošnjo. Pripravili bomo predvidoma tri izobraževalne tečaje spomladi in tri jeseni. 21.4.93 organiziramo strokovno srečanje s hrvaškimi kolegi v Zagrebu. Izdali bomo skripta za vzdrževalce in knjigo "Osnove vakuumске tehnike" ter knjigo "Vakuumska tehnika za srednješolske predavatelje". Tudi pri izdaji teh knjig računamo na finančno podporo zgoraj omenjenih ministrstev. Organizirali bomo eno strokovno ekskurzijo in sodelovali pri organizaciji posvetovanja o metalurgiji in kovinskih materialih, kjer bomo podelili Kanskyjevo nagrado.

Spoštovani člani društva!

Poizkušali bomo izpeljati tudi vsako vašo pobudo, ki bi pripomogla k nadaljnjemu razvoju naše stroke.

Andrej Pregelj

VABILO

DVT Slovenije vabi svoje člane na **ogled Železarne Jesenice**, ki bo predvidoma v petek 16. aprila. Ogledali si bomo industrijsko vakuumsko napravo za izdelavo nerjavnih jekel in transformatorske pločevine. Pripravili bomo tudi strokovna predavanja.

Vsi, ki vas ogled zanima, se javite dr. Moniki Jenko z Inštituta za kovinske materiale in tehnologije (tel.: 061 151 161) ali Andreju Preglju z Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko (tel.: 061 263 461), kjer boste dobili tudi dodatne informacije.

OBVESTILA

Izobraževalni tečaji v letu 1993

Vse uporabnike vakuumске tehnike obveščamo, da so v letu 1993 predvideni naslednji strokovno izobraževalni tečaji:

Vzdrževanje vakuumskih naprav
- 11. in 12. maj ter 13. in 14. oktober 1993

Obravnavana bo predvsem tematika, ki jo srečujemo v tehniki grobega vakuum. To je: delovanje, vzdrževanje in popravila rotacijskih črpalk, pregled in uporaba različnih črpalk, ventilov in drugih elementov, meritve vakuum, hermetičnost in odkrivanje netesnosti v vakuumskih sistemih, materiali za popravila, tehnike čiščenja in spajanja.

Tečaj obsega skupno 16 ur, od tega tretjina praktičnih prikazov in vaj. Cena tečaja je 15 000 SIT. Vsak tečajnik prejme tudi brošuro "Vzdrževanje vakuumskih naprav" in potrdilo o opravljenem tečaju.

Osnove vakuumске tehnike - 8., 9. in 10. junij ter 9., 10. in 11. november 1993

Ta tečaj je popolnejši od prvega, obravnava podrobneje vsa prej omenjena področja in poleg tega še: pomen in razvoj vakuumске tehnike, fizikalne osnove, črpalke za visoki vakuum, tankoplastne in druge vakuumске tehnologije, čiste postopke, analize površin ter doziranje, čiščenje in preiskave plinov.

Tečaj obsega skupno 20 ur z vajami in ogledom Inštituta. Cena tečaja je 13 500 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj "Osnove vakuumске tehnike" in potrdilo o opravljenem tečaju.

Vsi tečaji se prične v torek ob **8.00 uri v knjižnici Inštituta za elektroniko in vakuumsko tehniko**, Teslova 30, Ljubljana. Prosimo interesente, da se informativno javijo čimprej, za dokončno potrdilo udeležbe pa velja kopija položnice o plačilu - najkasneje tri dni pred pričetkom tečaja na naslov: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61111 Ljubljana (štev. ŽR: 50101-678-52240). Prijave sprejema organizacijski odbor (Lidija Koller, Sonja Spruk, Miran Mozetič in Vinko Nemanič), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. (061) 263 461).

VAKUUMSKA TEHNIKA ZA SREDNJEŠOLSKÉ PREDAVATELJE FIZIKE, KEMIJE, STROJNIŠTVA

Program strokovnega izobraževanja oz. delavnica (workshop) je namenjena srednješolskim predavateljem naravoslovnih predmetov, predvsem fizike, za oblikovanje učnih ur iz vakuumске fizike in za pripravo ter vodenje eksperimentov pri pouku.

Vsebina delavnice obsega kratek oris razvoja vakuumске tehnike, razdelitev vakuum na področja uporabe, fizikalne osnove, osnove delovanja črpalk, vakuumski materiali, delovanje merilnikov in masnega spektrometra, vakuumski elementi in sistemi, detekcija netesnosti ter eksperimentalni del.

Delavnica je tridnevna (spomladi 20.-22.5. ter jeseni 26.-28.8. in 9.-11.9.1993) in bo na IEVT, Ljubljana, Teslova 30. Prične se ob četrtek ob 9. uri.

V pripravi je učna knjiga, ki jo bodo prejeli udeleženci. Ministrstvo za šolstvo in šport ter Zavod za šolstvo delavnico zelo priporočata. Ocenjena je z 1 točko po kriterijih za dodatno usposabljanje srednješolskih predavateljev.

Prijave sprejemata A. Pregelj in B. Jenko,
IEVT
Teslova 30
61111 Ljubljana
tel. 061 263 461,

do 10 dni pred začetkom delavnice.

dr. B. Jenko

Enaindvajseta konferenca o mikroelektroniki (MIEL-93) in devetindvajseti simpozij o elektronskih sestavnih delih in materialih (SD-93), Bled, 29. sept.- 1. okt. 1993

Organizator strokovnih srečanj MIEL-93 in SD-93 je tudi letos slovensko društvo za mikroelektroniko, elektronske naprave in materiale. Program konference bo obsegal naslednje teme:

- novejša procesna tehnika pri izdelavi monolitnih in hibridnih vezij
- oblikovanje naprav in vezij
- modeliranje procesov in naprav
- fizika polprevodnikov
- novi elektronski materiali in njihova uporaba
- znanost in tehnologije o elektronskih materialih
- optoelektronika

– izobraževanje na področju mikroelektronike

Na konferenci bo sodelovalo več tujih vabljenih predavateljev. Delovni jezik bo angleški. Prispevki, uvrščeni v program, bodo objavljeni v zborniku. Povzetke del pošljite najpozneje do 15. maja na naslov:

MIDEM

Dunajska 10

61000 Ljubljana

tel.: (061) 312 898, fax.: (061) 319 170

Več informacij dobite pri sekretarki konference **Meti Limpel**, tel.: (061) 551 609.

Prvo srečanje vakuumistov Slovenije in Hrvaške, Zagreb, 21. april 1993

Strokovno srečanje organizirata Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije in Društvo za vakuumsko tehniko Hrvatske. Na srečanju bo sodelovalo več kot trideset strokovnjakov z inštitutov, univerz in industrije, ki bodo obravnavali naslednje teme:

- vakuumski elementi, sistemi, proizvodnja in merjenje vakuumu
- vakuumske tanke plasti
- površine trdnih snovi in preiskovalne metode

- vakuumsko metalurgija in obdelava kovin v vakuumu
- mikronske in nanotehnologije
- materiali za elektroniko
- druga področja uporabe vakuumskih tehnologij

Organizirana bo tudi manjša razstava proizvajalcev vakuumске opreme. Več informacij dobite pri Andreju Preglju, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 61111 Ljubljana, tel.: (061) 267 341, fax.: (061) 263 098

Deveta mednarodna konferenca o tankih plasteh (ICTF 9), Dunaj, 6-10.sept. 1993

Organizator konference je avstrijsko vakuumsko društvo. Program konference bo naslednji:

- rast vakuumskih tankih plasti
- osnovne lastnosti tankih plasti
- modifikacija plasti z uporabo ionov in plazme
- analiza tankih plasti in površin
- procesi nanašanja
- magnetooptične lastnosti plasti, shranjevanje podatkov
- organske in polimerne plasti
- sončne celice in materiali
- trde in zaščitne plasti
- prekritja in večplastne strukture za uporabo v rentgenskem, UV, vidnem in infrardečem področju

- tankoplastni senzorji
- tanke plasti za mikroelektroniko

Med konferenco bo organizirana tudi mednarodna razstava opreme za pripravo in karakterizacijo tankih plasti. Več informacij dobite pri sekretarju konference:

Dr. Wolfgang Husinsky

Institut für Allgemeine Physik

Technische Universität Wien

Wiedner Hauptstrasse 8-10

A-1040 Wien, Austria

tel.: (43) (1) 588 01 5591,

fax: (43) (1) 56 42 03,

email: WOHUIAP TUVIE UUCP

Prva evropska konferenca o trdih prevlekah, Alicante, Španija, 12-15 julij 1993

Konferenco organizira špansko vakuumsko društvo. Program konference bo obsegal naslednje teme:

- metode naparivanja in naprševanja trdnih prevlek
- lastnosti trdnih prevlek
- diamantne in diamantu podobne plasti
- binarne in ternarne prevleke
- industrijska uporaba trdnih prevlek

Prispevki uvrščeni v program, bodo objavljeni v mednarodni reviji.

Zadnji rok za oddajo povzetkov je 20. maj.

Organizatorji bodo pripravili tudi razstavo najnovejše opreme na področju trdnih prevlek. Povzetke pošljite na naslov:

II RIVA/ETCHC-1

Instituto de Ciencia de Materiales, CSIC

Serrano 144

E-28006 Madrid, Spain

tel.: 34-1-561 88 06 (ext. 258),

fax: 34-1-411 76 51