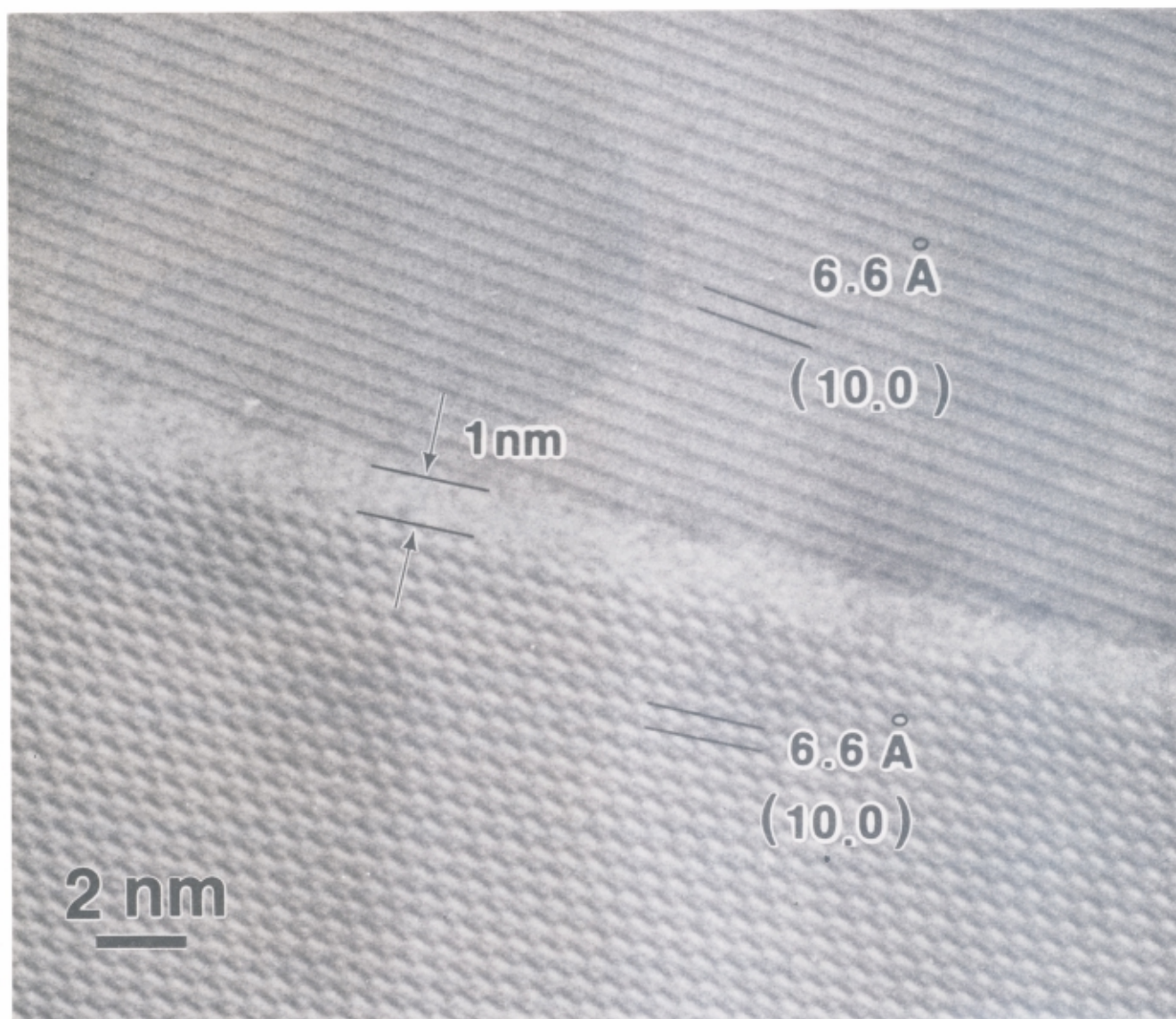


VAKUUMIST

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

LJUBLJANA, OKTOBER 95

LETNIK 15, ŠT. 3, 1995



VSEBINA

☐ Silicijevi senzori tlaka (M. Pavlin)

☐ Analitska elektronska mikroskopija sodobnih keramičnih materialov (G. Dražič)

☐ Rentgenska elektronka (A. Pregelj, S. Južnič)

☐ NASVETI

☐ IZOBRAŽEVANJE

☐ DRUŠTVENE NOVICE

☐ OBVESTILA

Slika na naslovni strani: **Meja med dvema Si_3N_4 zrnoma** s prisotno oksinitridno amorfnoplastjo. Posnetek je bil narejen z **visoko ločljivim presevnim elektronskim mikroskopom** JEOL 200 FX, ki omogoča ločljivost med kristalnima ravninama 0,14 nm, ločljivost med dvema točkama 0,28 nm in maksimalno povečavo 1000000-krat. Mikroskop ima vgrajen analizni sistem LINK AN 10000, ki omogoča analizo elementov od **B** naprej. Avtor posnetka je **dr. Goran Dražič**, sodelavec **Odseka za keramiko na Institutu "Jožef Stefan"** v Ljubljani.

Obvestilo

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 1995.

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

SPONZORJI VAKUUMISTA:

- Ministrstvo za znanost in tehnologijo Slovenije
 - Ministrstvo za šolstvo in šport Slovenije
- balzers** Balzers Hochvakuum Ges. m. b. H., Dunaj

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

SILICIJEVI SENZORJI TLAKA

Marko Pavlin, Hipot-Hybrid d.o.o., Trubarjeva 7, 68310 Šentjernej

Silicon Pressure Sensors

ABSTRACT

General terms about sensors are presented. Silicon pressure sensors are discussed. Two kinds of silicon pressure sensors are presented: a piezoresistive and a capacitive. Processing of a thin diaphragm is discussed. The electrical characteristic of both types of the sensors are presented. The typical silicon pressure sensors are shown at the end. There are also a Hipot-Hybrid events introduced.

POVZETEK

V članku so najprej opisani senzorji na splošno, s kratkim pregledom njihovih parametrov. Sledi opis silicijevih senzorjev tlaka z značilnostmi, ki jih imata piezoupornostni in kapacitivni senzor tlaka. Predstaviti izdelave tanke membrane v silicijevem substratu, ki je ključni sestavni del, sledi opis električnih lastnosti za piezoupornostni in kapacitivni senzor tlaka. Obe vrsti senzorjev je moč kupiti, vendar v splošnem prevladuje piezoupornostni senzor tlaka. Tipični predstavniki so navedeni na koncu članka, kjer je tudi kratek opis dejavnosti podjetja Hipot-Hybrid d.o.o. iz Šentjerneja.

1 UVOD

Svet okrog nas zaznavamo po različnih fizikalno-kemijskih pojavih, ki jih spremljajo spremembe nekaterih količin, kot npr. /1/:

- toplotne: temperatura, toplota, pretok toplote
- mehanske: sila, tlak, hitrost, pospešek in položaj
- kemijske: sestava in koncentracija materialov, hitrost reakcije
- magnetne: jakost polja, gostota magnetnega pretoka, magnetizacija
- sevalne: valovna dolžina elektromagnetnega valovanja (EMV), intenziteta, polarizacija in faza EMV
- električne: tok, napetost, naboj.

Vse te fizikalne veličine pa lahko z ustreznimi senzorji spremenimo v električne signale. Princip, na katerem temelji pretvorba, je odvisna od pretvarjane veličine.

1.1 Parametri splošnega senzorja

Ne glede na to, kateri senzor opazujemo, ima vsak neke definirane parametre. Ti se aplicirajo v fizikalni veličini, ki je specifična. Tako je npr. izhodni signal piezouporovnega senzorja tlaka napetost ali tok, vhodna veličina pa tlak.

Lastnosti senzorja so opisane z njegovimi parametri. Prikazana specifikacija lastnosti velja za vsak senzor.

- **ABSOLUTNA OBČUTLJIVOST** je razmerje med spremembo izhodnega signala in spremembo vhodne veličine.
- **RELATIVNA OBČUTLJIVOST** je normirana absolutna občutljivost z velikostjo izhodnega signala pri ničelni vrednosti vhodne veličine.
- **KRIŽNA OBČUTLJIVOST** je sprememba izhodnega signala pri spremembi več vhodnih veličin (tlak, temperatura).
- **RESOLUCIJA** je najmanjša, še zaznavna sprememba merjene veličine, ki še povzroči spremembo izhodnega signala.

- **TOČNOST** je razmerje med največjo napako in polnim razponom izhodnega signala.
- **NAPAKA LINEARNOSTI** je največje odstopanje linearizacijske krivulje od idealne linearne karakteristike senzorja.
- **HISTEREZA** je sposobnost senzorja, da generira isti izhodni signal pri isti vrednosti vhodne veličine, ne glede na smer njene spremembe.
- **NIČELNA VREDNOST** izhodnega signala je njegova vrednost pri ničelni vhodni veličini.
- **ŠUM** je naključna vrednost izhodnega signala, neodvisna od velikosti merjene veličine.
- **ZGORNJA FREKVENČNA MEJA** senzorja je frekvenca vhodne veličine, pri kateri pade izhodni signal na določeno vrednost v primerjavi z začetno (70,7%, 99,9%).
- **DINAMIKA** senzorja je razlika med največjo in najmanjšo vrednostjo merjene veličine.
- **TEMPERATURNO PODROČJE DELOVANJA** senzorja je območje temperatur, pri katerih senzor obdrži svoje lastnosti in deluje znotraj deklariranih tolerančnih meja.

1.2 Uvod v senzorje tlaka

Iz celotne množice raznih senzorjev si bomo ogledali senzorje tlaka, izdelane na silicijevi podlagi. Poznamo dve vrsti silicijevih senzorjev tlaka. Eni temeljijo na piezouporovnem pojavu in jih imenujemo piezouporovni tlačni senzorji. Ta vrsta je najbolj razširjena, zato si bomo najprej ogledali njihovo izdelavo, v nadaljevanju pa še lastnosti in fizikalno-električne zakonitosti. Na povsem drugem principu temeljijo kapacitivni senzorji, ki so v bistvu miniaturni kondenzatorji, ki se jim spreminja kapacitivnost zaradi spremembe geometrije.

2 PIEZOUPOROVNI SENZOR TLAKA

Najprej si oglejmo, kako naredimo piezouporovni senzor tlaka. Osnovna ideja je v izdelavi tanke membrane v podlagi iz silicija. Ta membrana se pod vplivom tlaka upogne. Zaradi upogiba nastanejo v membrani mehanske sile, ki vplivajo na lastnosti silicija.

Ker je celoten postopek izdelave precej zapleten, si oglejmo ključni korak, to je izdelavo membrane s selektivnim jedkanjem silicija.

2.1 Izdelava senzorja

Selektivno jedkanje membrane spada v skupino mikromehanskih obdelav podlage. Poleg teh poznamo tudi postopke površinske mikromehanike. Vsi ti so del mehanotronike, ki je na velikem pohodu v zadnjih letih. Osnova mikromehanike podlage je kos silicija. To je material, ki ima odlične mehanske lastnosti. Zbrane so v tabeli 1 /1/.

Tabela 1 - Mehanske lastnosti silicija

Kristalna struktura	diamantna, 8 atomov/celico
Tališče	1415°C
Toplotna prevodnost	148,8 Wm ⁻¹ K ⁻¹
Temperaturni koef. raztezka	2,9 do 7,4 10 ⁻⁶ (°C) ⁻¹
Specifična gostota	2,3 g cm ⁻³
Youngov modul elastičnosti	1,9 10 ¹¹ Pa
Maksimalna mehanska napetost	6,9 10 ⁹ Pa
Trdota po Knoop-u	850 kg m ⁻²

Youngov modul elastičnosti silicija je primerljiv vrednosti za jeklo. Specifična gostota Si je primerljiva z aluminijevo. Deformacije so idealno elastične, brez znamenj plastičnosti (kot zanimivost: tanek listič silicija primerne dolžine lahko zvijemo v krog, pa se kljub temu vrne v prvotno obliko). Zaradi takih lastnosti silicij ne izkazuje mehanske histereze. Njegova trdota je večja kot pri železu, volframu ali aluminiju. Temperaturna prevodnost je enaka polovici temperaturne prevodnosti jekla, temperaturni koeficient raztezka pa je ena petina raztezka jekla.

Iz tega je razvidno, da je silicij dober material za mehanske senzore, torej tudi za senzore tlaka. S polprevodniško tehnologijo jih lahko izdelamo zelo kvalitetno za območje tlakov od 1 mbar do nekaj 100 bar. Za merjenje vakuumu pod 1 mbar pa niso primerni.

2.1.1 Mokro anizotropno jedkanje

Poznamo jedkanje silicija, pri katerem je smer in hitrost jedkanja odvisna od kristalne strukture. Tehnika je bila uporabljena ob koncu 60. let in v začetku 70. Izpopolnjena je bila šele v začetku osemdesetih.

Za anizotropno jedkanje se uporablja veliko jedkal: raztopina hidrazin-voda, EDP (etilidiamin pirokatehol-voda), KOH (kalijev hidroksid + voda), TMAH (tetrametil amonijev hidroksid) in CsOH (cezijev hidroksid). Najpogostejše se uporablja KOH.

Tabela 2 - Oblike lukenj, ki nastanejo pri anizotropnem jedkanju

oblika odprtine	orientacija površine	nastala struktura (oblika luknje)
1 kvadrat	<100>	piramida
2 pravokotnik	<100>	pravokotna piramida, kanal
3 krog	<100>	piramida
4 kvadrat, pravokotnik	<110>	prizma (luknja z navpičnimi stenami)

Glavna lastnost anizotropnega jedkanja je, da je smer in hitrost jedkanja odvisna od kristalografske orientacije.

Jedkanje poteka najpočasneje v ravnini <111>, ker je hitrost odvisna od "površinske" koncentracije atomov v izbrani ravnini. Oblika trodimenzionalne strukture, ki nastane v siliciju pri določeni geometriji maske, je odvisna od kristalografske orientacije površine rezine (tabela 2).

Za senzor tlaka sta zanimiva primera 1 in 3.

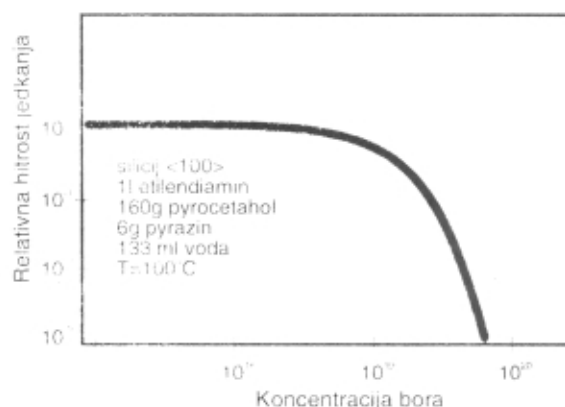
2.1.2 Selektivnost jedkal

Anizotropna jedkala so močno selektivna za različne materiale. To nam koristi predvsem pri maskiranju silicija. Površine, ki jih želimo obdržati nespremenjene, moramo zaščititi s takim materialom, ki ga jedkalo ne jedka. Fotoemulzija ni primerna zaradi dolgotrajnega jedkanja, med katerim bi lahko prišlo do odlučanja emulzije. Maskirni material je lahko SiO₂, silicijev nitrid, Cr, Au, Al,...

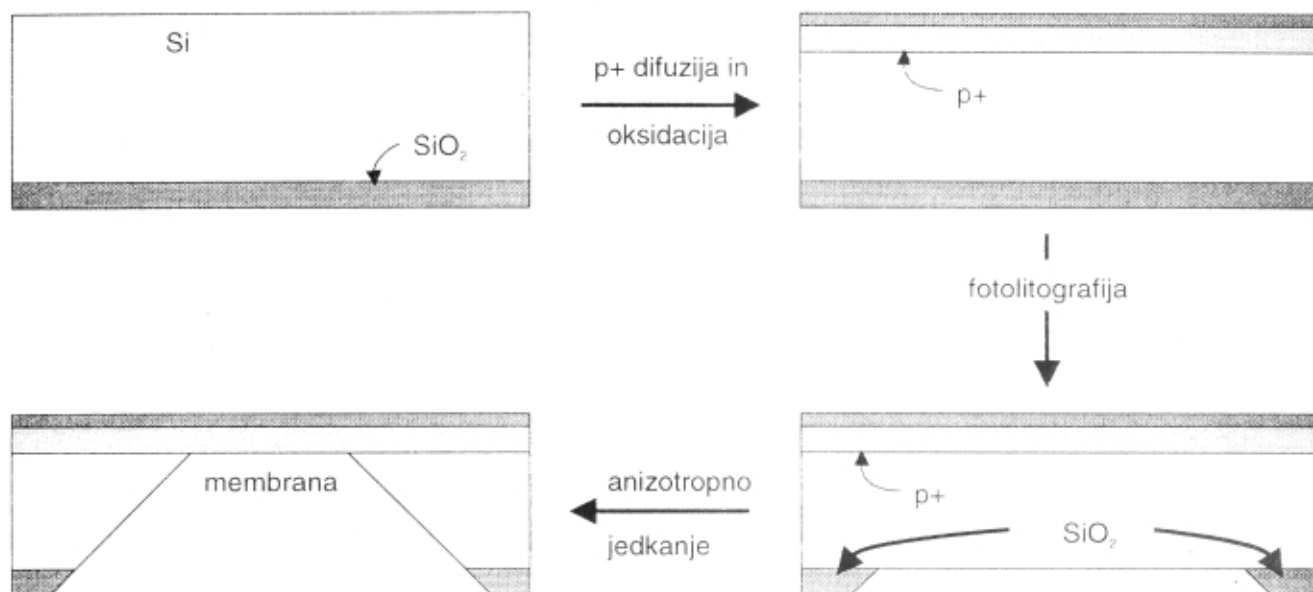
Slabost anizotropnega jedkala KOH je, da jedka SiO₂ hitreje kot katerikoli drugo anizotropno jedkalo. Pri cezijevem hidroksidu je razmerje hitrosti jedkanja Si v ravnini <110> in SiO₂ v isti ravnini približno 5500, medtem ko je isto razmerje pri KOH "le" okrog 300.

2.1.3 Zaustavitveno jedkanje

Najvažnejši parameter anizotropnega jedkanja je čas. Na srečo ni edini, saj je hitrost jedkanja odvisna tudi od koncentracije primesi in še od česa. Pri formaciji tanke silicijeve membrane z anizotropnim jedkanjem je zelo pomembno, da ponovljivo in točno ujamemo njeno debelino. Od debeline membrane so odvisne lastnosti senzorja tlaka. Pri tem je pomembno, da pravi čas ustavimo jedkanje (prenehamo jedkanje). Ta način ni najbolj ugoden, zato si pomagamo s pojavom, da je hitrost jedkanja odvisna od koncentracije primesi v dopiranem siliciju. Iz diagrama je razvidno, da je kritična koncentracija bora nekje pri 2,5·10¹⁹cm⁻³. Do te vrednosti je hitrost jedkanja praktično neodvisno od koncentracije, potem pa strmo pade.

**Sl.1. Hitrost jedkanja v odvisnosti od koncentracije primesi bora**

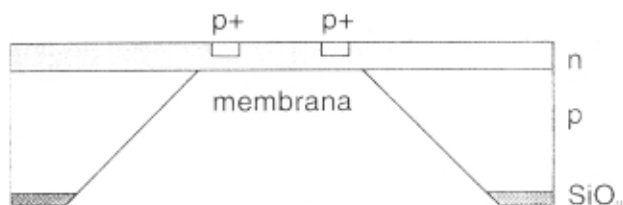
Hitrost jedkanja je obratno sorazmerna četrti potenci koncentracije. Zaradi tega lahko hitro ustavimo jedkanje. Na sliki 2 je zgled zaustavitvenega jedkanja.



Sl.2. Proces nastanka membrane pri zaustavitvenem postopku

Pri izdelavi membran natančno kontroliranih debelin uporabljamo elektrokemijske postopke, pri katerih združimo anizotropno jedkanje z elektrokemijsko zaustavitvijo.

Na sliki 3 je presek senzorja tlaka, ki ga dobimo z omenjenim postopkom.



Sl.3. Presek strukture senzorja tlaka, ki ga dobimo z zaustavitvenim postopkom

Za jedkanje se uporablja 50-50% raztopina hidrazina in vode pri temperaturi 90°C. S tem postopkom lahko izdelamo membrane debeline $20 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$.

Možna razlaga zaustavitve jedkanja je rast anodnega oksida na n-tipu epitaksijske plasti. Ta prekine jedkanje, ko izgine vsa p plast.

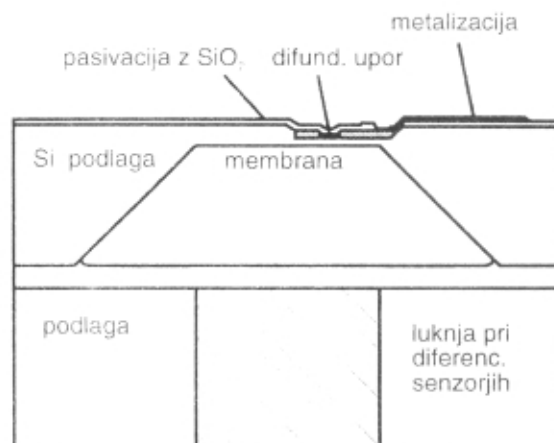
Poleg omenjenih postopkov obstaja še vrsta drugih. Vsi imajo za cilj ustvariti tanko membrano kontrolirane debeline, ki je osnova vsakega tlačnega senzorja.

2.2 Zapiranje senzorjev v ohišje

Preden si ogledamo konkretne primere senzorjev še nekaj besed o njihovem zapiranju v ohišja. Ta se razlikuje od klasičnih za integrirana vezja po tem, da

ima tlačni priključek. Imeti mora vsaj eno luknjo (za absolutne senzorje) in nastavek za priključitev cevi oz. dovoda tlaka. Celotno ohišje mora biti mehansko dovolj trdno, da se sile ne prenašajo na senzor.

Zapiranje v ohišje ima dve stopnji. Prva je na nivoju podlage (slika 4).



Sl.4. Presek senzorja

Osnovni postopek na tem nivoju je varjenje dveh Si podlag. Na enem so senzorji, na drugem pa luknje za senzorje relativnega tlaka ali polna podlaga za absolutne senzorje. V drugem primeru nastanejo problemi, ker se mora postopek spajanja odvijati v vakuumu. Podlago potem razžagamo in razlomimo na posamezne senzorje. S tem so pripravljeni za drugo stopnjo zapiranja.

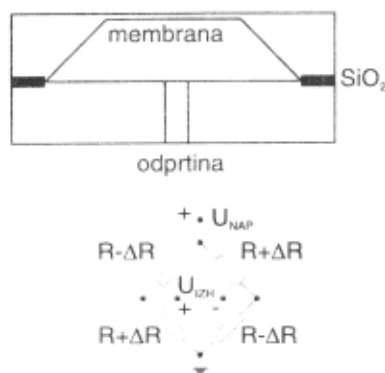
Na tržišču lahko dobimo senzorje, ki imajo strukturo "sendviča". V tej obliki jih izdeluje predvsem Motorola. Senzor relativnega tlaka je lahko tudi brez opisane

podlage, vendar so to ponavadi ceneni senzori, ki se uporabljajo v nezahtevnih aplikacijah.

Druga stopnja zapiranja je lepljenje golih senzorjev na neko podlago, ponavadi na keramiko Al_2O_3 , ki je obenem tudi podlaga hibridnega vezja za kompenzacijo in obdelavo izhodnega signala. Poleg lepljenja je potrebno še bondiranje za električno priključitev senzorja. Le-ta je lahko zaščiteno z gelom, ki je zelo elastičen material, obenem pa ga zaščiti pred okoljem. Težava z gelom je tudi, da je odporen le za nekaj vrst medijev, predvsem plinov. Za bolj robustna okolja, na primer avtomobilsko industrijo ali agresivne tekoče medije, je potrebno senzor bolj zaščititi. Taki senzori so zaprti v kovinskem ohišju z jekleno membrano, ki je zavarjena po posebnem postopku. Med membrano in senzorjem je silikonsko olje, ki prenaša silo tlaka z membrane na senzor.

2.3 Modeliranje in simulacija piezoporovnega senzorja tlaka

Presek izdelanega PR senzorja je na sliki 5. V tanki membrani so difundirani štirje upori. Zaradi sile tlaka se membrana upogne. Upogib povzroči nastanek mehaničnih sil, ki vplivajo na upornost senzorskih uporov. Upori so vezani v Wheatstonov mostič. Dvema uporoma se upornost poveča, dvema pa zmanjša glede na upornosti, ki jih imajo v neobremenjenem stanju. Zaradi tega je odziv največji.



Sl.5. Piezoporovni senzor tlaka

Najprej si oglejmo mehaniko tanke membrane. Iz izračunanih upogibov določimo mehanske napetosti in končno spremembe upornosti. Sprememba izhodne napetosti je proporcionalna spremembi upornosti, ta pa linearno sledi spremembam tlaka.

2.3.1 Mehanika tanke membrane

Senzor tlaka je sestavljen iz tanke membrane, v kateri so difundirani upori. Membrana se pod vplivom tlaka p upogne. Sile, ki delujejo nanjo so odvisne od razlike tlakov pod in nad njo. Upogib membrane je majhen v primerjavi z njeno debelino (h). Z enačbo 1 opišemo mehansko ravnovesje med tlakom in upogibnim momentom [2,6].

$$\frac{\partial^2 M_x}{\partial x^2} - 2 \frac{\partial^2 M_{xy}}{\partial x \partial y} + \frac{\partial^2 M_y}{\partial y^2} = -p \quad (1)$$

Membrana se nahaja v kartezijevem koordinatnem sistemu v ravnini $x-y$. Razmerje med upogibnimi momenti in upogibom (w) podajajo enačbe 2 do 4.

$$M_x = - \left[D_x \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + D_0 \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right] \quad (2)$$

$$M_y = - \left[D_y \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + D_0 \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right] \quad (3)$$

$$M_{xy} = 2D_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \quad (4)$$

Upogibne trdnosti D so funkcije kraja (x,y).

$$D_x = \frac{E_x h^3}{12(1-\nu_{xy}\nu_{yx})} \quad (5)$$

$$D_y = \frac{E_y h^3}{12(1-\nu_{xy}\nu_{yx})} \quad (6)$$

$$D_0 = \frac{E_x \nu_{xy} h^3}{12(1-\nu_{xy}\nu_{yx})} \quad (7)$$

$$D_{xy} = \frac{G_{xy} h^3}{12} \quad (8)$$

E_x in E_y sta Youngova modula v smereh x in y . G_{xy} je strižni modul. Poissonovi števili ν_{xy} in ν_{yx} podajata razmerje med raztežkom v eni smeri in skrčkom v drugi, ki je posledica raztezka. Enačbe 2, 3 in 4 vstavimo v enačbo 1 in dobimo sistem parcialnih diferencialnih enačb, ki ima obliko

$$[L_0 + L_1 + L_2][w] = p \quad (9)$$

L_0 , L_1 in L_2 so linearni operatorji nad upogibom w , ki je posledica tlaka p .

Izračun upogiba ni enostaven. Največkrat se uporabljajo numerične metode. Obstaja tudi nekaj programov za izračun.

Za izračun odziva kapacitivnega senzorja je dovolj, da določimo upogib. Iz znanega upogiba z enostavno metodo integracije določimo kapacitivnost oz. njene spremembe zaradi spremembe razdalje med ploščama kondenzatorja.

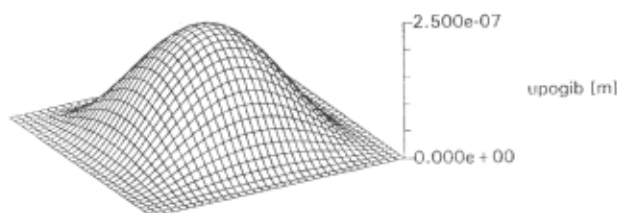
Pri piezoporovnem senzorju, kjer deluje piezoporovni pojav, moramo določiti še mehanske napetosti v membrani.

$$\sigma_x = -\frac{h}{2(1-\nu^2)} \left[E_x \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + E_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right] \quad (10)$$

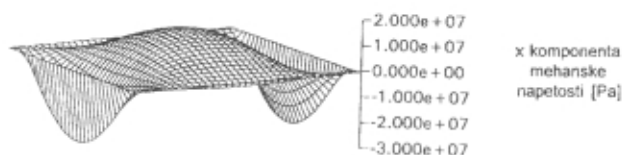
$$\sigma_y = -\frac{h}{2(1-\nu^2)} \left[E_y \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} + E_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial x^2} \right] \quad (11)$$

$$\tau_{xy} = h G_{xy} \frac{\partial^2 w}{\partial x \partial y} \quad (12)$$

Predpostavili smo, da sta pri siliciju Poissonovi števili enaki. Sistem parcialnih diferencialnih enačb je analitično rešljiv le pri določenih pogojih (enakomerna debelina membrane, pravilna geometrija...), vendar to ni slika dejanskega senzorja. Pri računanju mehanskih napetosti v resničnem senzorju uporabljamo numerične metode. Z metodo končnih elementov ali končnih diferenc določimo upogib in mehanske napetosti v membrani. Na sliki 6 so prikazani upogibi in mehanske napetosti v enakomerno debeli membrani debeline 25 μm , s stranico dolžine 800 μm /3/.



Slika 6. Izračunani upogibi membrane v ekvidistančnih točkah mreže na kvadratni silicijevi membrani širine 790 μm in debeline 25 μm pri tlaku 10^5 Pa



Slika 7. Izračunana x komponenta mehanske napetosti v ekvidistančnih točkah mreže na kvadratni silicijevi membrani širine 790 μm in debeline 25 μm pri tlaku 10^5 Pa

2.3.2 Električne zakonitosti

Mehaniko membrane smo spoznali v prejšnjem razdelku. Iz znanih upogibov smo določili mehanske sile v membrani. Te vplivajo na spremembo upornosti difundiranih uporov v njej. Pojav spremembe upornosti zaradi mehanskih sil opisuje piezoupornostni pojav /2/.

Piezoupornostni pojav je fizikalni pojav, pri katerem se zaradi deformacije v materialu spremeni njegova specifična upornost /7,8/.

V n-tipu silicija so večinski nosilci prosti elektroni. Ležijo v treh enakih skupinah, ki so razporejene v treh kristalografskih smereh $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ in $\langle 001 \rangle$. Mobilnost elektronov v eni skupini je najmanjša v smeri, kateri skupina pripada, najmanjša pa pravokotno nanjo. Povprečna mobilnost vseh prostih elektronov v vseh treh skupinah je izotropna. Pri obremenitvi silicija z mehansko silo se elektroni prerazporedijo glede na smer sile. V primeru, ko sila deluje npr. v smeri $\langle 100 \rangle$, se bo mobilnost povečala v smeri $\langle 100 \rangle$, v smereh $\langle 010 \rangle$ in $\langle 001 \rangle$, ki sta pravokotni, pa se bo zmanjšala. Na simetrali $\langle 111 \rangle$ je učinek najmanjši.

V p-tipu silicija je prevodnost odvisna od povprečne mobilnosti vrzeli. V siliciju, na katerega deluje sila, se spremenijo energijski maksimumi posameznih vrzeli. Skupno število vrzeli ostane nespremenjeno, spremeni pa se porazdelitev učinkovitih mas. Zaradi tega se spremeni specifična upornost.

Sprememba specifične upornosti silicija zaradi piezoupornostnega pojava je podana s tenzorjem piezoupornostnih koeficientov.

$$\Delta \rho_i = \rho_0 \sum_{j=1}^6 \pi_{ij} \chi_j \quad (13)$$

V enačbi 13 predstavlja χ_j vektor deformacij, π_{ij} pa tenzor piezoupornostnih koeficientov.

2.3.3 Procesni parametri

Izračun odziva piezoupornostnega senzorja tlaka temelji na idealnem senzorju, ki v praksi ni izvedljiv. Zaradi tega moramo upoštevati še neke faktorje, ki vplivajo na odziv in nastanejo zaradi napak v postopku izdelave, kot tudi zaradi naključnih, neobvladljivih vplivov, ki vnašajo odstopanje od pričakovanih lastnosti senzorja.

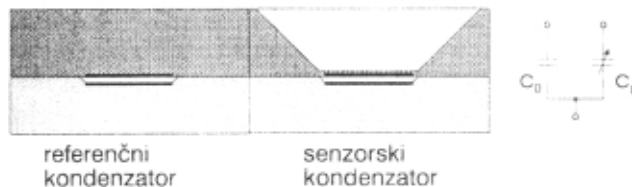
Pri izračunu odziva piezoupornostnega senzorja z opisanimi postopki smo predpostavili, da so upori koncentrirani v eni točki na robu membrane. V resnici ima upor neke končne dimenzije, ki so izbrane kot kompromis med zahtevami in sposobnostmi tehnologije. Reprodukcijska narašča z velikostjo uporov. Po drugi strani pa narašča tlačna občutljivost z manjšanjem uporov.

Drug parameter je debelina membrane. Zaradi njene neenakomernosti dobimo različne upore, na katere tlak različno vpliva. Poveča se ničelna napetost in nelinearnost senzorja. Poleg debeline je pomemben tudi položaj membrane glede na upore. Membrano jedkamo z zadnje strani podlage, upori pa so na sprednji strani. Zelo pomembno je, da se položaj uporov pokriva s položajem membrane. Zaradi zamikov se spremeni tlačna občutljivost. Takim napakam se izognemo, če izdelamo večjo membrano. Na tak način zmanjšamo relativni zamik uporov. S tem se tudi zmanjšajo tolerance tlačne občutljivosti. Žal je velikost membrane določena in se je ne da spreminjati. Zaradi tega moramo take napake upoštevati že pri načrtovanju senzorja.

3 Kapacitivni senzor tlaka

Kapacitivni silicijev senzor tlaka je sestavljen iz dveh kondenzatorjev. Poleg referenčnega kondenzatorja C_0

je še delovni C_p . Temu se spreminja kapacitivnost v odvisnosti od tlaka. Sprememba kapacitivnosti nastane zaradi spremembe geometrije kondenzatorja, ker je ena od plošč narejena na tanki membrani. Sila tlaka upogne membrano in približa plošči kondenzatorja, zaradi česar se poveča kapacitivnost /4/.



Slika 8. Kapacitivni senzor tlaka

Na sliki 8 je prikazan presek kapacitivnega senzorja tlaka. Med elektrodama je reža, ki je izdelana s podobnim postopkom kot membrana, le da je jedkanje ustavljeno veliko prej.

3.1 Izdelava kapacitivnega senzorja tlaka

Kapacitivni senzor tlaka je izdelan s podobnimi postopki kot piezouporovni. Postopka se razlikujeta le v tem, da pri kapacitivnem senzorju odpade difuzija uporov v membrani. Membrana je metalizirana po vsej površini, ker predstavlja eno od elektrod kondenzatorja. Poleg tega moramo izdelati podlago, v kateri sta dve "votlini", v katerih sta druga para elektrod kondenzatorjev.

3.2 Mehanske in električne zakonitosti kapacitivnega senzorja tlaka

Kapacitivni senzor ima podobno membrano kot piezouporovni, zato veljajo enake mehanske lastnosti za oba. Pri kapacitivnem si bomo ogledali le, kako se spreminja kapacitivnost med membrano in podlago v odvisnosti od tlaka.

Kapacitivnost med membrano in podlago je /4/:

$$\iint \frac{\epsilon_0}{d_0 - w(x, y)} dx dy \quad (14)$$

ϵ_0 je dielektrična konstanta, d_0 pa razdalja med ploščama pri neobremenjenem senzorju. Definirajmo še efektivni upogib, ki ustreza paralelnemu premiku dveh plošč.

$$d = \frac{1}{A} \cdot \iint w dx dy \quad (15)$$

Pri tem predstavlja A površino plošče oz. membrane. Sprememba kapacitivnosti je potem:

$$\Delta C = C_0 \frac{d}{d_0 - d} \approx C_0 \frac{d}{d_0} \quad (16)$$

C_0 predstavlja začetno kapacitivnost pri tlaku $p=0$.

Tlačno občutljivost lahko izračunamo iz dolžine in debeline membrane ter začetnega razmika med ploščama. Ker je občutljivost proporcionalna upogibu, je močno odvisna od dimenzij membrane ($\propto l^4$ in $\propto h^3$). Prednost kapacitivnih senzorjev je njihova velika občutljivost in majhna temperaturna odvisnost nekaterih parametrov. Zaradi tega se uporabljajo v posebnih razmerah, še posebej pri visokih temperaturah.

Začetna kapacitivnost senzorja je zelo majhna, spremembe kapacitivnosti pa so še manjše. Senzorju je dodano vezje (ponavadi nek oscilator), ki te majhne spremembe ojači. Taki senzorji so ponavadi dražji in se redko uporabljajo.

Pri obeh vrstah senzorjev, tako pri piezouporovnih kot pri kapacitivnih, se srečamo še z eno vrsto temperaturne odvisnosti. Pri senzorjih absolutnega tlaka je v referenčni komori pod membrano vakuum. Zaradi temperaturnega raztezka residualnega plina v komori pride do (sicer majhne) spremembe tlačne občutljivosti in ničle. Kapacitivni senzorji so tudi zelo občutljivi na spremembe dielektričnosti zraka med ploščama, ki jih povzroči sprememba vlage.

4 Primeri senzorjev

Trenutno obstaja veliko proizvajalcev senzorjev in pretvornikov tlaka. Vsi večji (Motorola, Texas Instruments, SenSym, Silicon Microstructures,...) imajo v svoji ponudbi osnovne senzorske elemente brez ohišja v obliki tabletk. Taki senzorji so neprimerni za direktno uporabo in so namenjeni t.i. OEM (Original Equipment Manufacturer) proizvajalcem, kakršen je tudi Hipot-Hybrid iz Šentjerneja. Poleg golih senzorjev se dobijo tudi pasivno kompenzirani v raznih ohišjih za razne razpone tlakov od nekaj milibarov do nekaj 100 barov. Vezje v takem senzorju poskrbi za temperaturno kompenzacijo. Ker so v ohišju, so primerni za vgradnjo in takojšnjo uporabo. Ker je kompenzacijsko vezje le pasivno, je izhodni signal takih senzorjev nizek, pod 100 mV pri 5 V napajalni napetosti. Zato moramo dodati neko zunanje ojačevalno vezje ali pa uporabiti tlačni pretvornik kot najbolj izpopolnjeno obliko senzorja tlaka.

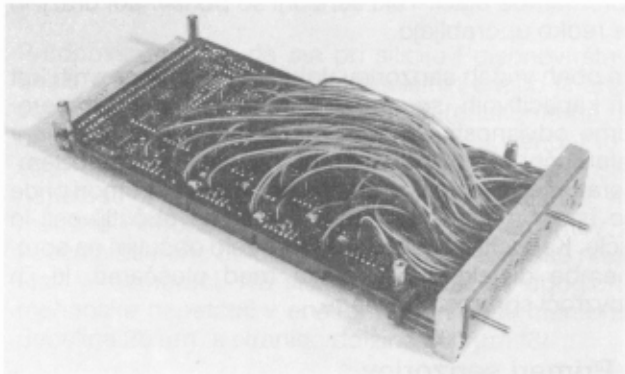
Pretvornik tlaka je aktivni element, ki pretvarja informacijo o velikosti tlaka na vходу v eno od standardnih oblik procesnih signalov na izhodu:

1. Napetostni izhod
 - 0-5 V
 - 2,5-2V
 - 0-10V
 - 0,5-4,5V
2. Tokovni izhod
 - 0-20mA
 - 4-20mA
3. Frekvenčni izhod
4. Digitalni izhod
5. Preklopni izhod (tlačno stikalo)

Možna je tudi kombinacija posameznih oblik. Pri "pametnem senzorju" (Smart sensor) je kombinirana tokovna zanka (4-20 mA) z digitalno obdelavo signala.

Takim senzorjem je dodan mikrokontroler, ki krmili digitalne potenciometre. Vse skupaj je povezano v tokovno zanko, tako da je možno samo z dvema žicama napajati celoten pretvornik, nastavljati njegove parametre in odtipavati tlak.

V Hipotu izdelujemo pretvornike za razpone tlakov od 0-5 mbar do 0-15 bar, za absolutno in diferencialno merjenje tlakov. Poleg tega izdelujemo senzore po želji kupcev s poljubnim izhodom za razpone tlakov od 5 mbar do 15 bar. Primer takega razvoja je senzorsko polje s 120 senzorji tlaka na enem samem tiskanem vezju (slika 9).



Slika 9. Primer aplikacije tlačnih senzorjev: polje 120 senzorjev na enem tiskanem vezju. Vezje je kombinacija hibridne tehnologije in površinske montaže. S spodnje strani so vidni trije od 15 hibridnih vezij, v katerih je v vsakem po 8 senzorjev tlaka.

Senzorji tlaka, izdelani v Hipotu, dosegajo točnosti do 0.5% in so popolnoma temperaturno kompenzirani. Po želji kupcev izdelamo tudi poljubno ohišje iz brizgane plastike. Poleg industrijskih tlačnih senzorjev izdelujemo tudi medicinske tlačne senzore, senzore za nadzor pretoka in mikrokontrolersko nadzorovane senzorske module.

Proizvodnja Hipot-Hybrid d.o.o. zajema tudi druge veje senzorike, in sicer:

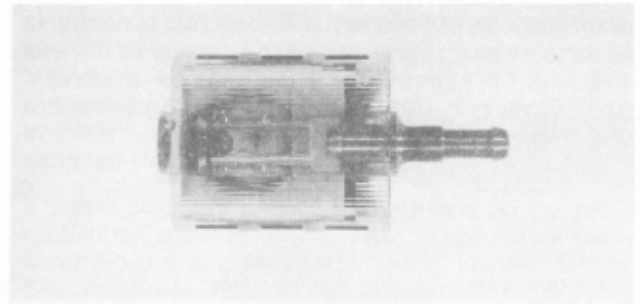
- senzorje sile ("strain gauge" na keramični podlagi za sile od 1N do 1000 N)
- PTC in NTC upore (od +3500 ppm/°C do -10000 ppm/°C)
- približevalna stikala v miniaturizirani debeloplastni izvedbi
- senzorje vlage in kisika.

V nadaljevanju si oglejmo tri senzore tlaka, proizvedene v Hipot-Hybrid d.o.o. /5/.

4.1 Tlačni senzor IST 1000(A)

IST 1000 je temperaturno kompenzirani senzor tlaka, zaprt v plastičnem ohišju (slika 10), ki ima standardni tlačni priključek PK 3 za cevi premera 4 mm. To je majhen, cenen senzor z odličnimi karakteristikami. Ob-

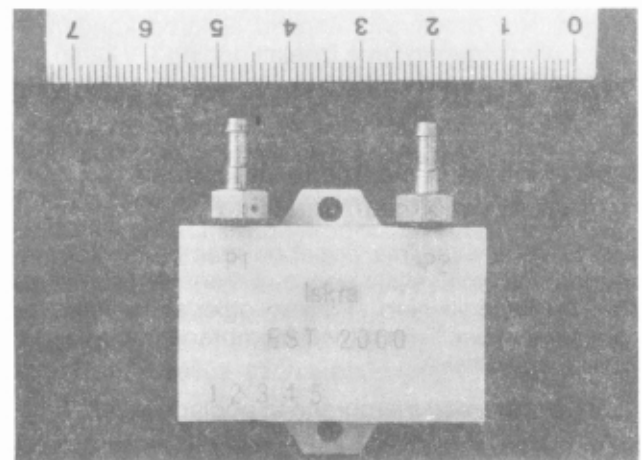
stajata dve izvedenki, in sicer IST 1000, ki ima obseg tlakov do 1 bar in IST 1000A, ki ima obseg do 5 bar. Občutljivost obeh senzorjev je 28 mV/bar pri napajalni napetosti 7,5 V.



Slika 10. Tlačni senzor IST 1000 s pasivno temperaturno kompenzacijo

4.2 Tlačni pretvornik EST 2000

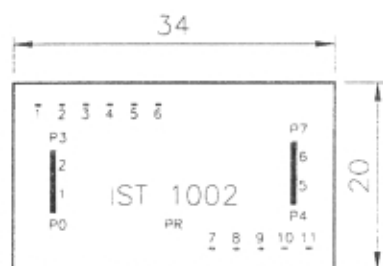
V tlačnem pretvorniku EST 2000 je poleg senzorja še ojačevalnik (slika 11). Obseg tlakov osnovne izvedbe je ± 150 mbar. Po želji izdelamo pretvornik za poljubni tlačni obseg od 5 mbar do 15 bar. Napajalna napetost se lahko giblje od 4,8 V do 9 V. Izhod iz pretvornika je napetostni.



Slika 11. Tlačni pretvornik EST 2000

4.3 Polje osmih senzorjev IST 1002

IST 1002 je hibridni modul, na katerem je osem senzorjev tlaka, ki merijo diferencialni tlak proti enemu referenčnemu tlaku (slika 12). Senzorji so multipleksirani. Izbira senzorja je digitalna (CMOS logika). Priključne cevke imajo presek 0,6 mm. Senzorji niso temperaturno kompenzirani, ker se kompenzacija v večtočkovnih tlačnih sistemih izvaja programsko. Po želji kupcev lahko vgradimo poljubne senzore.



Slika 12. Modul IST 1002 z osmimi senzorji tlaka

4.4 Pretvorniki senzorskih signalov

Poleg celovitih izvedb senzorjev in pretvornikov izdelujemo tudi pretvornike za senzorske signale, ki se dajo uporabiti tako pri senzorjih tlaka kot pri katerikoli drugih z mostično konfiguracijo ali napetostnim izhodom.

Prvi tak pretvornik je ETZ 1012, ki je v bistvu sigma-delta pretvornik z resolucijo 10 bitov (slika 13). Izhod je digitalen v obliki serijskega vlaka impulzov. Na vhodu ima čopersko stabiliziran ojačevalnik, kar omogoča direktno priključevanje senzorjev. Pretvornik je možno direktno priključiti na procesor ali na vhod računalnika.



Slika 13. Senzorski vmesnik z A/D pretvorbo ETZ 1012

Drug modul je bolj kompliciran. Oznako ima ETZ 1003 in je programilen modul za merilne in kontrolne aplikacije. Ker ima majhno porabo, je primeren za baterijsko napajanje. Na izhodu se lahko priključi 7-mestni LCD. Uporablja se lahko kot samostojni modul ali kot del večjega sistema. Programiranje modula izvedemo v Hipotu po algoritmu, ki ga zahteva kupec.

Kot zadnjega naj omenim še tokovni oddajnik za 4-20 mA tokovno zanko. Modul se napaja z dvožilno tokovno zanko. Na vhodu ima poljuben tlačni senzor, na izhodu pa oddaja tok v razponu od 4 mA do 20 mA, ki je sorazmeren vhodni napetosti. Ojačanje (oz. transkonduktanca) je nastavljivo v diskretnih točkah ali zvezno. Uporaben je v vseh primerih, kjer je zahtevana visoka imunost za motnje in v vseh procesnih sistemih, kjer se uporabljajo tokovne zanke.

Proizvodnja vseh hibridnih vezij je certificirana po ISO 9001. V podjetju Hipot-Hybrid d.o.o. smo pridobili certifikat o ustreznosti 7. julija 1993 in pohvalimo se lahko, da ISO 9001 uspešno izvajamo tudi v praksi.

5 Sklep

Senzorske tehnologije so v zadnjem obdobju doživele velik razcvet. Tok dogodkov je s seboj potegnil tudi Hipot-Hybrid d.o.o., kjer ne samo izdelujemo, ampak tudi razvijamo nove senzorje. Ne smemo zanemariti sodelovanja z Institutom "Jožef Stefan", kjer se s senzoriko ubadajo na Odseku za keramiko. Sodelovanje je privedlo do mnogih novih spoznanj s področja senzorjev in senzorike. Vse to znanje pa se že in se bo še naprej koristno uporabljalo v praksi. Golo znanje, pridobljeno v laboratorijih, je nekoristno, če se ne zrcali v industriji. Prav tako kot z IJS, sodeluje Hipot tudi s Fakulteto za elektrotehniko in računalništvo iz Ljubljane, le da je obseg sodelovanja zaenkrat manjši kot z Institutom. Hipot ima debeloplastno tehnologijo, ki se jo da lepo dopolniti s polprevodniško tehnologijo, ki jo obvladujejo na fakulteti v Laboratoriju za elektronske elemente. V kombinaciji z raziskovalnimi možnostmi, ki jih ima Institut "Jožef Stefan", nastane idealna kombinacija za razvoj in proizvodnjo novih senzorjev in izpopolnjevanje (in pocenitev) obstoječih.

Dodatek I

Tabela pretvorb med posameznimi enotami za tlak:

psi	atm.	Pt. Hd. H ₂ O	in H ₂ O	Kg/cm ²	Metres H ₂ O	in Hg	mm.Hg	Cm.Hg	bar	mbar	kPa
1	0.0680	2.310	27.720	0.0703	0.704	2.043	51.894	5.188	0.0690	68.947	6.895
14.696	1	33.559	407.513	1.0330	10.351	30.019	762.480	76.284	1.0130	1013.0	101.325
0.433	0.0290	1	12.000	0.0300	0.305	0.884	22.452	2.245	0.0300	29.837	2.984
0.026	0.0025	0.833	1	0.0025	0.025	0.074	1.871	0.187	0.0025	2.486	0.249
14.223	0.9680	32.867	394.408	1	10.018	29.954	737.959	73.796	0.9610	960.662	96.066
1.422	0.0970	3.267	39.370	0.0990	1	2.905	73.796	7.379	0.0990	98.066	9.807
0.489	0.0330	1.131	13.575	0.0340	0.345	1	25.400	2.540	0.0340	32.753	3.275
0.019	0.0013	0.045	0.534	0.0014	0.0136	0.039	1	0.100	0.0010	1.329	0.133
0.193	0.0131	0.445	5.340	0.0140	0.1360	0.390	10.000	1	0.0130	13.290	1.329
14.503	0.9870	33.514	402.164	1.0000	10.2110	29.625	752.470	75.247	1	1000.0	100.00
0.014	0.0009	0.033	0.402	0.0010	0.0102	0.029	0.752	0.075	0.001	1	0.100
0.145	0.0098	0.335	4.021	0.0100	0.1020	0.296	7.525	0.752	0.010	10.000	1

Literatura

- 1/ Ristić L., *Sensor Technology and Devices*, Norwood, Artech House, 1994
- 2/ Pavlin M., *Temperature lastnosti silicijskega piezoresistivnega senzorja tlaka*, diplomska naloga, Fakulteta za elektrotehniko in računalništvo, Ljubljana, 1995
- 3/ Aljančič U., *Simulacija odziva in optimizacija tehnologije silicijskega piezoresistivnega senzorja tlaka*, magistrska naloga, Fakulteta za elektrotehniko in računalništvo, Ljubljana, 1993
- 4/ Ko W.H., et al., *A High-Sensitivity Integrated-Circuit Capacitive Pressure Transducer*, IEEE Transaction on Electron Devices, Vol. ED-29, No.1, Jan. 1982, pp. 48-56
- 5/ Interna dokumentacija Hipot-Hybrid d.o.o.
- 6/ S.E. Clark, K.D. Wise, *Pressure Sensitivity in Anisotropically Etched Thin-Diaphragm Pressure Sensors*, IEEE Trans. on Electron Devices, Col. ED-26, No. 12, Dec. 1979, pp. 1887-1896
- 7/ C.S. Smith, *Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon*, Physical Review, Vol. 94, No. 1, Apr. 1954, pp. 42-49
- 8/ O.N. Tufte, E.L. Stelzer, *Piezoresistive Properties of Silicon Diffused Layers*, J. of Applied Physics, Vol. 34, No. 2, Feb. 1963, pp. 313-318

Viri slik:

- Sl.6. in sl.7.:
Aljančič U., *Simulacija odziva in optimizacija tehnologije silicijskega piezoresistivnega senzorja tlaka*, magistrska naloga, Fakulteta za elektrotehniko in računalništvo, Ljubljana, 1993
- Sl.9. do sl.13.:
Fotografski arhiv in interna dokumentacija Hipot-Hybrid d.o.o.

ANALITSKA ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA SODOBNIH KERAMIČNIH MATERIALOV

Goran Dražič, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 61111 Ljubljana

Analytical Electron Microscopy of Advanced Ceramic Materials

ABSTRACT

The development of advanced ceramic materials with special mechanical, electrical, optical and magnetic properties is strongly connected with the parallel development and use of different methods for microstructural characterization. In many cases the knowledge of the chemical composition and structure of submicron (or even nanometer) phases (precipitates, intergranular layers, corrosion products, interface layers) is important for better understanding of chemical and physical processes taking place during the fabrication of ceramic materials. Analytical electron microscopy is usually an adequate method for such demands. Basic methods for the study of materials using the analytical electron microscopy are:

- high resolution transmission electron microscopy (HRTEM), where direct imaging of the crystal lattice is possible,
- energy dispersive X-ray spectroscopy (EDXS). With this method chemical analysis of very small volume of the material could be obtained,
- selected area electron diffraction (SAED), microdiffraction and convergent beam electron diffraction (CBED), which enable us to determine the crystal structure and the crystallographic relationships between phases in material.

In the present work principles of quantitative EDXS analysis are described and some examples of use of the analytical electron microscopy in the development of advanced ceramic materials are displayed.

POVZETEK

Hiter razvoj sodobnih keramičnih materialov s posebnimi mehanskimi, električnimi, optičnimi ali magnetnimi lastnostmi je pogojen z uporabo specialnih metod karakterizacije mikrostrukture. V delu so opisane fizikalne osnove kvantitativne kemijske analize z energijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov in na primerih razložene osnovne metode, ki jih omogoča analitski elektronski mikroskop. Te metode so visokoločljivostna elektronska transmisijaska mikroskopija (HRTEM), s katero direktno opazujemo kristalno mrežo, energijska spektroskopija rentgenskih žarkov (EDXS), ki nam omogoča določitev elementne kemijske sestave izredno majhnih volumnov in različne vrste elektronske difrakcije (elektronska difrakcija izbranega področja (SAED), mikrodifrakcija ter elektronska difrakcija s konvergiranim snopom (CBED)), ki nam omogočajo določitev strukture in kristalografskih odnosov med posameznimi fazami v vzorcu.

UVOD

Razvoj sodobnih keramičnih materialov je neločljivo povezan z razvojem in uporabo različnih metod karakterizacije keramične mikrostrukture. S pojmom mikrostruktura označujemo skupek količin, kot so velikost, oblika, usmerjenost in kemijska ter strukturna sestava osnovnih kristalinitov (v terminologiji keramikov te kristalite imenujemo zrna) ter delež in porazdelitev drugih faz (kristaliničnih ali amorfnih), ki so prisotne v materialu. Mikrostruktura keramike določa njene mehanske, električne, optične ali magnetne lastnosti in s tem namembnost in uporabnost keramičnega izdelka (električni kondenzatorji, senzorji, trajni magneti, polprevodni elementi, noži, rotorji plinskih turbin itd.).

Dimenzije osnovnih faz v keramični mikrostrukturi se gibljejo v območju od nekaj deset nm pa do zgolj nekaj μm . Z optičnimi mikroskopi opazujemo faze do velikosti nekaj μm , manjše faze pa lahko preiskujemo z metodami elektronske mikroskopije in mikroanalize.

Elektronska mikroskopija in mikroanaliza

Mikroskope, pri katerih je delovanje povezano z elektronskim snopom, v grobem delimo na vrstične in presečne. Prvi so namenjeni za opazovanje površine trdnih, nehlapnih vzorcev, z drugimi pa opazujemo vzorce, ki so stanjšani do debeline okoli 100 nm.

Pri interakciji elektronskega snopa s snovjo nastanejo med drugim tudi značilni (karakteristični) rentgenski žarki, ki jih lahko uporabimo za določanje elementne kemijske sestave. S polprevodnim detektorjem na osnovi monokristalnega Si ali Ge rentgenske žarke ločimo glede na njihovo energijo, tako da dobimo energijski spekter ali pa jih s kristalnim monokromatorjem uklonimo po valovnih dolžinah, tako da dobimo valovni spekter. Oba načina se uporabljata pri metodah elektronske mikroanalize.

Tako elektronska mikroskopska (EMPA - Electron Microprobe Analysis), kar je historično ime za kombinacijo elektronskega vrstičnega mikroskopa (SEM - scanning electron microscope) in valovnega spektrometra (WDS - Wavelength Dispersive Spectroscopy), kot tudi elektronski vrstični mikroskop z energijskim spektrometrom rentgenskih žarkov (EDXS - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) nam omogočata določanje kemijske sestave vzorca z volumsko ločljivostjo velikostnega reda μm^3 . Elektronski snop z energijo nekaj deset keV se pri prodiranju skozi vzorec razširi, tako da je vzbujani volumen vedno bistveno večji, kot pa je premer primarnega elektronskega snopa tik predno zadene vzorec. Značilne globine prodiranja, ki so odvisne od energije snopa in kemijske sestave vzorca, so nekaj μm , tako so vzorci s stališča elektronskega snopa neskončno debeli.

Večkrat pa je za razumevanje kemijskih in fizikalnih procesov, ki nastopajo pri pripravi keramike in njeni uporabi, pomembno poznavanje strukturne in kemijske sestave faz nanometrskih dimenzij, kot so precipitati, amorfna ali kristalizirana faza na mejah med zrna, korozijski produkti, vmesne plasti med posameznimi komponentami kompozitnih materialov itd. V tem dimenzijskem področju ne moremo uporabiti metod EPMA ali SEM-EDXS, saj bi zaradi volumske ločljivosti analizirali poleg željenega objekta še velik del okolice. Določitev strukturne in kemijske sestave v izredno majhnih volumnih nam omogoča analitski elektronski mikroskop.

Analitska elektronska mikroskopija

Osnovni del analitskega elektronskega mikroskopa (AEM) je presečni (transmisijski) elektronski mikroskop (TEM), kateremu je dodana ena od mikroanalitskih

metod, kot so energijska spektroskopija rentgenskih žarkov (EDXS) ali spektroskopija energijske izgube elektronov (EELS = Electron Energy Loss Spectroscopy). Delovne napetosti (energije) presevnega elektronskega mikroskopa so odvisne od preiskovanega materiala in se gibljejo med nekaj sto kV (tipično 200 ali 300 kV) za študij anorganskih materialov in pod 100 kV v primeru bioloških ali medicinskih preparatov.

Namen pričujočega članka je predstaviti uporabo analitskega mikroskopa pri razvoju novih keramičnih materialov na nekaterih konkretnih primerih in razložiti teoretične osnove kvantitativne elementne analize z energijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov.

Članek je dostopen v elektronski obliki na Internetu kot HTML dokument na URL naslovu:

<http://www2.ijs.si/~goran/aemkeram.html>, kjer so tudi mnoge povezave z dokumenti o elektronski mikroskopiji in mikroanalizi po vsem svetu. Med njimi je prav tako moč najti osnove delovanja in mnogo primerov uporabe elektronskih mikroskopov.

EKSPERIMENTALNO DELO

Vzorci iz keramičnih materialov so bili pripravljene za opazovanje z analitskim mikroskopom tako, da so bili najprej mehansko obdelani na debelino nekaj desetink milimetra, nato pa so bili z ultrazvočno žago iz vzorcev izžagani valjčki premera 3 mm. Ti valjčki so bili z mehanskim poliranjem stanjšani na nekaj 10 μm in z ionsko erozijo perforirani. Zgolj ozko področje okoli perforiranega dela vzorca ima debelino okoli 100 nm, ki je uporabna za pregledovanje s presevnim elektronskim mikroskopom. Vzorci so bili analizirani z mikroskopom Jeol 2000 FX z EDXS sistemom Link AN 10000 pri delovni energiji elektronov 200 keV.

PRIMERI UPORABE ANALITSKEGA ELEKTRONSKEGA MIKROSKOPA

Študij mej med zrnji v keramičnih materialih

Meje med zrnji imajo izredno pomemben, večkrat celo odločilen vpliv na mnoge lastnosti keramičnih materialov. Segregacija določenih atomov na mejah med zrnji povzroča željene električne lastnosti v primeru ZnO varistorjev, PTC uporov in kondenzatorjev z zapornimi plastmi. Tanke plasti druge faze, tako amorfne kot kristalinične, na mejah med zrnji pa imajo izredno pomembno vlogo pri visokotemperaturnih mehanskih lastnostih (npr. lezenju) konstrukcijske keramike iz Si_3N_4 .

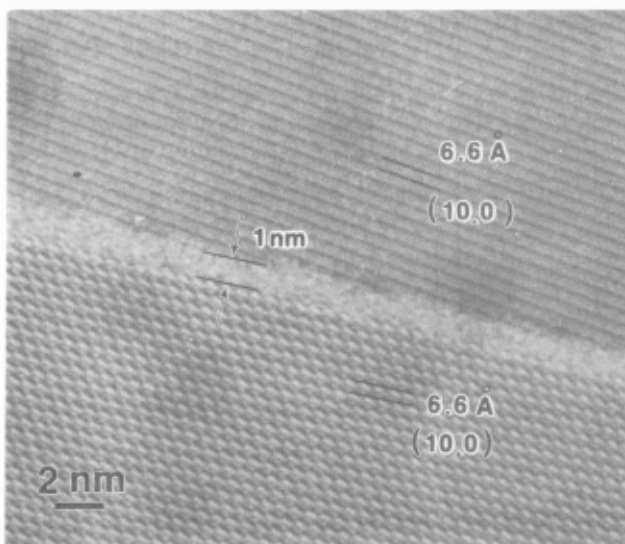
Osnovne metode študija mej med zrnji, ki jih omogoča analitski elektronski mikroskop so:

- visokoločljivostna elektronska transmisijska mikroskopija (HRTEM = High Resolution TEM), s katero direktno opazujemo kristalno mrežo na meji. Pri tej metodi smo omejeni z ločljivostjo presevnega elektronskega mikroskopa (TEM).
- energijska spektroskopija rentgenskih žarkov (EDXS), ki nam omogoča določitev elementne kemijske sestave materiala. Precejšnji problemi nastopijo pri kvantitativni analizi, predvsem lahkih elementov (C, N, O) in pri izredno tankih plasteh.
- elektronska difrakcija izbranega področja (SAED = Selected Area Electron Diffraction), mikrodifrakcija in elektronska difrakcija s konvergentnim snopom (CBED = Convergent Beam Electron Diffraction), ki

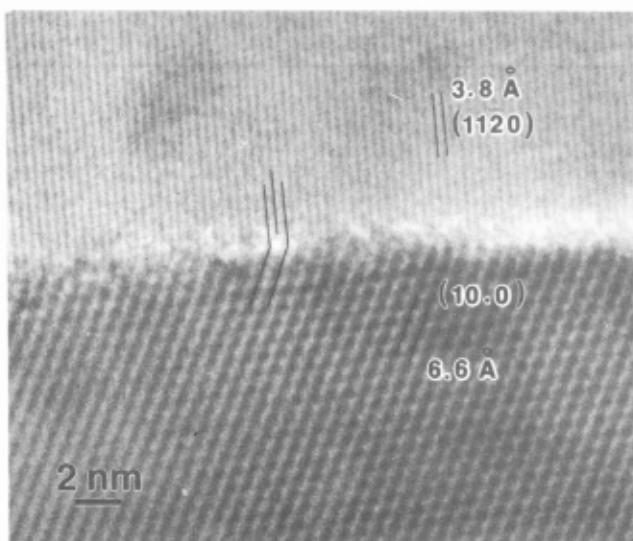
nam omogočajo določitev strukture in kristalografskih odnosov med fazami na mejah med zrnji.

Oksinitridne plasti na mejah med zrnji v Si_3N_4 - Yb_2O_3 keramiki

Si_3N_4 keramika je zelo obetaven konstrukcijski material z dobrimi visokotemperaturnimi lastnostmi in precejšnjo korozijsko odpornostjo. Značilna uporaba keramike iz silicijevega nitrida je izdelava rotorjev turbin, krogličnih ležajev in drsnih kontaktkov. Pri pripravi materiala se uporabljajo dodatki oksidov itrija ali redkih zemelj (iterbija), ki tvorijo pri temperaturah sintranja tekočo fazo, ki se nahaja na mejah med zrnji in v žepkih na ogliščih zrn. Po ohlajanju vzorcev ostane ta talina amorfna, kar ima za posledico precejšnje visokotemperaturno lezenje (creep) materiala. S temperaturnimi obdelavami lahko talina, ki se nahaja na tromejah, med zrnji izkristalizira in s tem izboljša visokotemperaturne mehanske lastnosti. V vsakem primeru pa na dvomejah



Slika 1a: Meja med dvema Si_3N_4 zrnoma s prisotno oksinitridno amorfnoplastjo

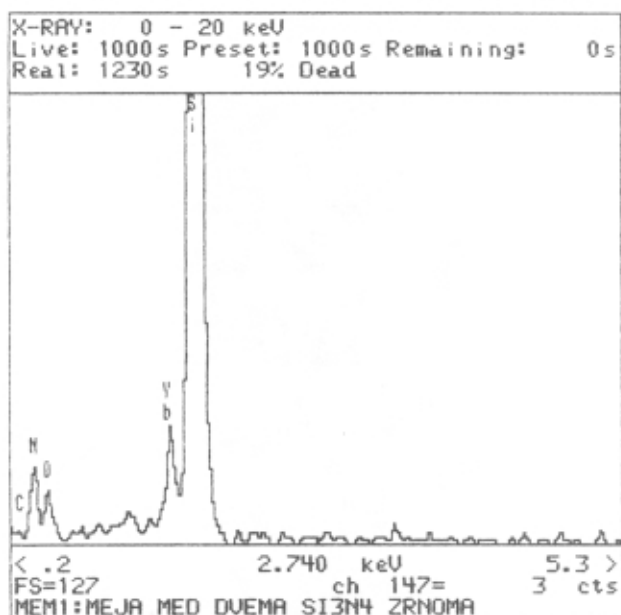


Slika 1b: Meja med dvema Si_3N_4 zrnoma brez oksinitridne amorfnoplasti

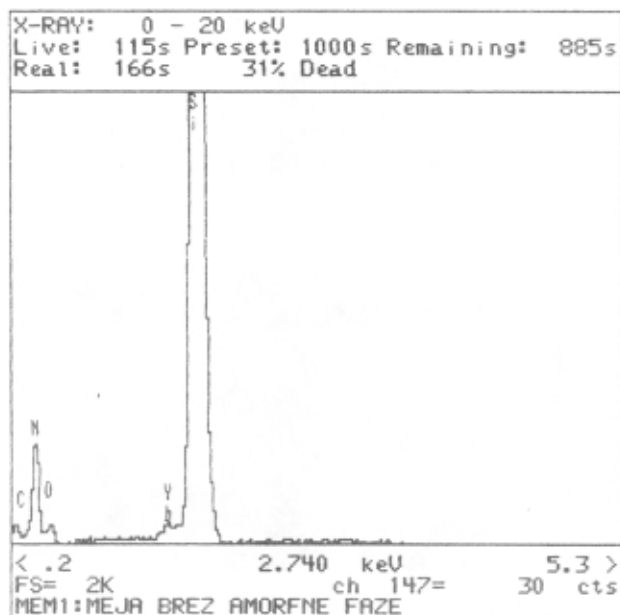
med zrnj ostane tanka plast (okoli 1 nm) amorfne faze, razen v primeru "posebnih" mej, kot so nizkokotne meje, dvojčične meje itd., ki so energijsko gledano bolj stabilne, če so brez amorfne faze [1]. Kemijska sestava amorfne faze na dvomejah vpliva na njeno viskoznost pri visokih temperaturah in s tem tudi na mehanske lastnosti. Razumevanje kristalizacije, struktura kristalizirane faze in poznavanje kemijske sestave tanke amorfne faze je zelo pomembno za nadaljen razvoj materiala.

Na sliki 1a je prikazan HRTEM posnetek meje med dvema Si_3N_4 zrnoma s prisotno amorfno fazo in na sliki 1b posnetek nizkokotne meje, ki nima amorfne faze.

EDXS spektri mej z amorfno fazo kažejo na prisotnost Yb in O na meji. Na sliki 2 sta spektra mej s prisotno amorfno fazo (2a) in brez nje (2b).



Slika 2a: EDXS spekter meje z oksinitridno fazo.



Slika 2b: EDXS spekter meje brez oksinitridne faze.

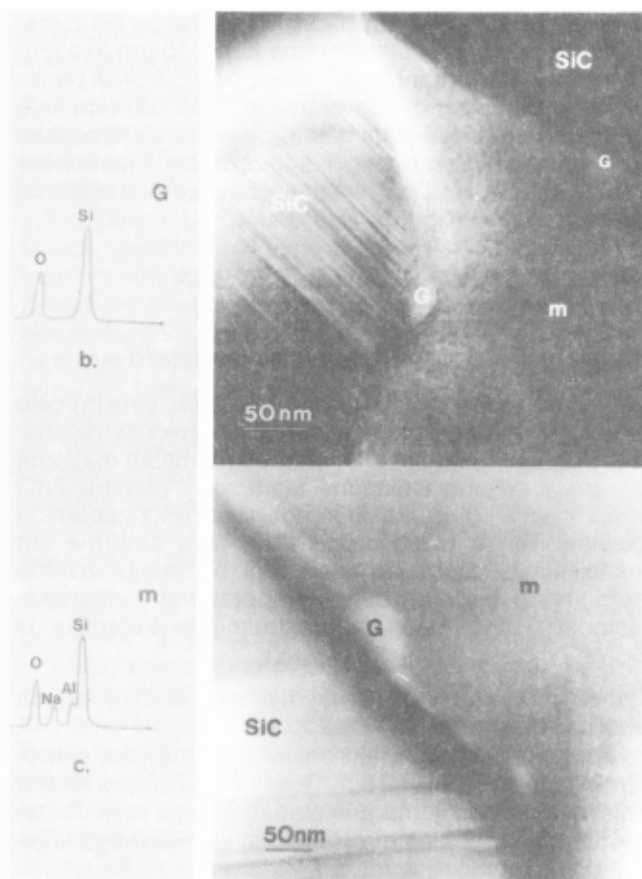
Vpliv mikrostrukture na korozijsko odpornost SiC

Pri študiju visokotemperaturne korozije SiC v alkalnih talinah smo pri vzorcih SiC, ki so bili pripravljani z različnimi metodami, spremljali vpliv kemijske sestave taline na stopnjo korozije. Poudarek je bil predvsem na mikrostrukturnih preiskavah, na študiju hitrosti korozije posameznih faz in na nastanku novih faz v korozijski plasti. Korozijo smo preiskovali v talinah na osnovi $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$ z dodatki oksidov železa, aluminija, kalcija in titana pri temperaturah okoli 1000 °C.

Z metodami elektronske mikroskopije in mikroanalize smo ugotovili, da na meji SiC/talina nastanejo otočki steklaste, SiO_2 faze, v nekaj μm debeli plasti ob meji pa se tvori različno debela (glede na čas korozije in sestavo taline) plast taline, ki je obogacena s SiO_2 , kar deluje kot zaščitna plast pri nadaljnji koroziji, saj je transport kisika skozi to plast oviran (zaradi povišane viskoznosti plasti).

Na sliki 3b je EDXS spekter 50 nm otočkov SiO_2 (označeni kot G na presevalni elektronski sliki 3a). Sama talina (m na sliki 3a) vsebuje poleg Si in kisika še Al in Na, kot je vidno iz EDXS spektra na sliki 3c.

Za razliko od EMPA oziroma SEM/EDX analiz, ki so v današnjem času rutinske in avtomatizirane, pa kvanti-



Slika 3: Področje stika med zrnem SiC in talino, v kateri so bili opravljeni korozijski poskusi.

(b) - EDXS spekter SiO_2 otočka,
(c) - EDXS spekter taline ob zrnih,
(a) - presevalna slika z označenimi SiO_2 otočki (G) in talino (m)

tativne analize z AEM še vedno predstavljajo izziv, saj so zaradi vpliva velikega števila parametrov, ki jih v mikroskopu ne moremo direktno oziroma enostavno meriti (debelina vzorca, premer elektronskega snopa, tok elektronskega snopa, debelina kontaminacijskega sloja ...), izpostavljene možnim velikim napakam.

Mnogokrat je potrebno poznati kvantitativno kemijsko sestavo preiskovane faze in ne samo prisotnost določenih elementov. V nadaljevanju so opisane osnove kvantitativne kemijske analize z energijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov.

FIZIKALNE OSNOVE KVANTITATIVNE KEMIJSKE ANALIZE Z AEM

Intenziteta oddanih rentgenskih žarkov

Ko elektronski snop z energijo E_0 na svoji poti zadane ob vzorec, ki vsebuje element A, pride do ionizacije atomov tega elementa. Vsak elektron iz primarnega snopa povzroči povprečno n ionizacij /2/:

$$n = \frac{N \cdot C_A \cdot \rho}{A_A} \cdot \int_{E_c}^{E_0} \frac{Q_A}{dE/dx} \cdot dE \quad (1)$$

dE/dx je povprečna sprememba energije primarnega elektrona pri opravljeni poti x skozi vzorec. N je Avogadrovo število, ρ je gostota vzorca, A_A atomska masa elementa A, C_A je koncentracija elementa A (masni %), E_c je kritična vzbujevalna energija za K, L ali M črte elementa A, Q_A pa je ionizacijski presek (verjetnost, da bo elektron z dano energijo povzročil na določeni poti ionizacijo ene od lupin (K,L,M) elementa A).

Pri debelih vzorcih (EMPA) se del primarnih elektronov sipa nazaj (povratno sipani elektroni) in ne povzroči ionizacije. Število teh elektronov definiramo kot $1 - R$. Torej je R delež elektronov, ki ostane v vzorcu in lahko povzroči ionizacijo.

Če povprečno število ionizacij na elektron (n) pomnožimo s fluorescenčnim pridelkom (ω_A - kar je verjetnost, da bo ioniziran atom oddal karakterističen kvant rentgenske svetlobe) za značilne črte elementa A in to pomnožimo še s faktorjem R , dobimo intenziteto karakteristične rentgenske črte, izražene kot število nastalih fotonov na vpadni elektron:

$$I_A = \frac{\text{konst}}{A_A} \cdot C_A \cdot R \cdot \omega_A \cdot N \cdot \rho \cdot \int_{E_c}^{E_0} \frac{Q_A}{dE/dx} \cdot dE \quad (2)$$

Ker je to število fotonov karakterističnih rentgenskih žarkov, ki nastanejo v določeni globini v vzorcu, moramo upoštevati, da se zaradi absorpcije pri potovanju skozi vzorec (na poti proti detektorju) delež teh fotonov zmanjša. Prav tako lahko del fotonov povzroči ionizacijo drugih elementov (sekundarna fluorescenca), kar ponovno zmanjša intenziteto I_A . Vse te efekte moramo upoštevati pri kvantitativni analizi /3,4/.

Vzorci za transmissijski elektronski mikroskop (TEM) so praktično transparentni za elektronski snop, tako da lahko zanemarimo število povratno sipanih elektronov. Delež energije, ki jo elektroni izgubijo v vzorcu, je tudi zanemarljiv, zato lahko predpostavimo, da se znotraj vzorca ionizacijski presek (Q_A) ne spreminja. Pot elektronov lahko kar izenačimo z debelino vzorca (t). V tem primeru dobimo močno poenostavljen izraz za intenziteto rentgenskega žarčenja elementa A:

$$I_A = \frac{\text{konst}}{A_A} C_A \cdot \omega_A \cdot Q_A \cdot N \cdot \rho \cdot t \quad (3)$$

Če je debelina plasti pod okvirno 100 nm (kar je odvisno od sestave), lahko pri kvantitativni analizi zanemarimo efekt absorpcije in sekundarne fluorescence.

Z merjenjem intenzitete I_A in poznavanjem drugih parametrov bi lahko določili koncentracijo elementa A (C_A). Žal pa je večina parametrov v enačbi (3) izredno težko merljivih (ω_A , Q_A , ρ , t).

Razmerja intenzitet

Da se izognemo velikim napakam pri določanju parametrov iz enačbe (3) uporabimo metodo razmerja intenzitet (k -razmerij) /5-8/.

Izraz (3) preuredimo tako, da dobimo izraz za koncentracijo v odvisnosti od intenzitete vrha:

$$C_A = \frac{I_A \cdot A_A}{f(Q \cdot \omega \cdot t)_A} \quad (3b)$$

pri čemer je $f(Q \cdot \omega \cdot t)_A$ neka funkcija, odvisna od Q , ω in t . Če sta v vzorcu dva elementa (A in B) in istočasno merimo intenziteto njunih karakterističnih črt, lahko napišemo izraz za razmerje koncentracij:

$$\frac{C_A}{C_B} = \frac{A_A \cdot (f(Q \cdot \omega \cdot t))_B \cdot I_A}{A_B \cdot (f(Q \cdot \omega \cdot t))_A \cdot I_B} \quad (4)$$

oziroma, če vpeljemo k_{AB} kot razmerje $f(Q \cdot \omega \cdot t)$ obeh elementov:

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{AB} \cdot \left(\frac{I_A}{I_B} \right) \quad (5)$$

k_{AB} je odvisen od vzbujevalne napetosti, ni pa odvisen od debeline vzorca in sestave, če le merimo istočasno intenziteto črt elementov A in B (torej na istem mestu, kjer je debelina enaka). Vrednosti za k_{AB} merimo na standardnih vzorcih (z znano kemijsko sestavo).

Splošno sprejeto ime za metodo določanja kemijske sestave z enačbo (5) je metoda Cliff-Lorimer.

Korekcija zaradi absorpcije

Če želimo izboljšati točnost rezultatov kvantitativne analize, predvsem v primerih, ko je debelina vzorca več kot 100 nm oziroma, ko imajo elementi matrice absorpcijski rob v bližini energije črte elementa, ki ga merimo, moramo pri delu upoštevati vpliv absorpcije.

Absorpcija v snovi je odvisna od poti, ki jo rentgenski žarki z določeno energijo opravijo in od gostote in kemijske sestave absorbenta (vzorca). Goldstein /9/ je izpeljal izraz za korekcijo absorpcije pri kvantitativni kemijski analizi tankih vzorcev:

$$\frac{C_A}{B_A} = k_{AB} \cdot \frac{I_A}{I_B} \cdot \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_V^A \cdot \left(\frac{1 - \exp \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_V^B \cdot \csc(\alpha) \cdot (\rho \cdot t)}{1 - \exp \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_V^A \cdot \csc(\alpha) \cdot (\rho \cdot t)} \right) \quad (6)$$

pri čemer je prvi del enačbe (6) identičen Cliff-Lorimerjevemu izrazu (5), t in ρ sta debelina in gostota vzorca, indeksa A in B označujeta elementa A in B v vzorcu, $\csc(\alpha)$ je kosekans odvzemnega (take-off) kota, ki je definiran z razdaljo med detektorjem in vzorcem, nagibom vzorca glede na vpadni snop elektronov in kotom med osjo detektorja in optično osjo mikroskopa.

$\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_V^X$ je masni absorpcijski koeficient za črto elementa X (X je v primeru enačbe (6) A ali B) v vzorcu (V) z določeno sestavo in je definiran z izrazom:

$$\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_V^X = \sum_i^N \left(C_i \cdot \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i^X \right) \quad (7)$$

N je število različnih elementov v vzorcu, C_i je masni delež elementa i v vzorcu in

$\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i^X$ je masni absorpcijski koeficient za rentgensko črto X, ki se absorbira v čistem elementu i (ti koeficienti so poznani in so tabelirani) /10/.

Ker moramo za izračun masnih absorpcijskih koeficientov vzorcev poznati njihovo kemijsko sestavo (C_i), uporabimo iteracijski način računanja. Najprej izračunamo C_i , ki jih dobimo brez upoštevanja korekcije zaradi absorpcije (Cliff-Lorimer, enačba 5), nato izračunamo masne absorpcijske koeficiente za vzorec (enačba 7), te vstavimo v enačbo (6) in dobimo natančnejše vrednosti za C_i . Ta postopek ponavljamo, dokler se vhodne in izhodne vrednosti za C_i razlikujejo.

Napake štetja

Zaradi statistike štetja pri detekciji rentgenskih žarkov s sistemi EDX vnesemo neko napako, ki je odvisna od števila dogodkov (counts). Ponavadi merimo integral črte (vrha) v določenih energijskih mejah. Standardni odklon zaradi statistike štetja je proporcionalen z $1/\sqrt{N}$, pri čemer je N število dogodkov (integral vrha). Tako lahko relativno napako (rel. st. odklon) s 95 % verjetnostno mejo izrazimo kot /11/:

$$2\sigma(\%) = 200 / \sqrt{N} \quad (8)$$

Za celotno napako analize moramo sešteti vse napake, ki izvirajo iz statistike štetja. Tako pri metodi Cliff-Lorimer določimo napako za k_{AB} kot vsoto napak štetja za element A, plus napako za element B:

$$2\sigma(\%) = 200 / \sqrt{N_A} + 200 / \sqrt{N_B} \quad (8a)$$

pri čemer sta N_A in N_B integrala karakterističnih vrhov elementov A in B.

Metoda kontinuuma (Hall)

Posebnost pri Cliff-Lorimerjevi metodi je v tem, da mora vzorec vsebovati vsaj dva elementa, katerih karakteristične črte merimo istočasno. Težava se pojavi pri vzorcih, pri katerih je v spektru zgolj ena črta. Tak primer so biološki vzorci, pri katerih s standardnimi detektorji EDXS z Be oknom ne opazimo karakterističnih črt za C, N ali O, ker je njihova energija zelo nizka in se rentgenski žarki absorbirajo v oknu, želimo pa npr. meriti koncentracijo Cl (ali S, P, Al...). V takem primeru uporabimo metodo, ki temelji na razmerju intenzitet karakteristične črte (vrha) in intenzitete ozadja. To metodo je prvi predlagal Hall /12/.

Razširitev snopa

Pri prehodu elektronskega snopa skozi vzorec pride zaradi neelastičnega sipanja elektronov v snovi do razširitve snopa (snop je pri izhodu iz vzorca širši kot pri vstopu). Na osnovi modela enojnega sipanja je Goldstein /9/ izpeljal izraz:

$$b = 625 \left(\frac{Z}{E_0} \right) \cdot \sqrt{\frac{\rho}{A}} \cdot t^{1.5} \quad (9)$$

b je razširitev točkastega snopa (v cm), Z in A sta povprečno atomsko število in povprečna atomska masa vzorca, ρ je gostota (g/cm^3), t je debelina vzorca (cm) in E_0 je energija (keV) elektronskega snopa.

Model enojnega sipanja ni, fizikalno gledano, čisto eksakten, daje pa vseeno zadovoljive rezultate. Boljši je način simulacije razširitve snopa z metodo Monte-Carlo, je pa za praktično delo neustrezen zaradi dolgih časov računanja. Poznavanje razširitve snopa je pomembno v primerih analize zelo majhnih delcev, ko je velika nevarnost, da pri analizi zajamemo tudi del okolice. Premer najmanjšega elektronskega snopa presevnih elektronskih mikroskopov se giblje od nekaj desetink nm (nekaj Å) pri posebnih mikroskopih z izvirom elektronov na osnovi efekta električnega polja (FEG - field effect electron gun), nad 10 nm širokega snopa pri sodobnejših mikroskopih z izvirom elektronov na osnovi LaB_6 , pa do nekaj 100 nm debelega snopa pri starejših mikroskopih z izvirom iz volframa.

Merjenje debeline vzorca

Iz večine dosedanjih izrazov vidimo, da je poznavanje debeline vzorca (na mestu kjer določamo kemijsko sestavo) zelo pomembno. S klasičnimi načini merjenja (mikrometer, interferometer...) si ne moremo pomagati, saj so tipične debeline med 20 in 200 nm.

Metoda kontaminacijskih točk /14/

Če elektronski snop zožimo (fokusiramo) na določeno točko vzorca, pride zaradi povišanja temperature na preiskovanem mestu in ogljikovodikov, ki so vedno prisotni v vakuumu, do kontaminacije. Izoblikujeta se dva kontaminacijska stožca iz amorfne ogljika, eden (višji) pri vstopu snopa v vzorec in drugi pri izstopu (nižji, a širši), kot je prikazano na sliki 4.



Slika 4. Merjenje debeline vzorca s kontaminacijskimi točkami

Ko analiziramo vzorec pri določenem nagibnem kotu (α), je na zaslonu opazna temna lisa (krog), ki je projekcija obeh kontaminacijskih stožcev. Pri spremembi nagibnega kota (za kot β) se temna lisa razcepi v dva kroga, katerih centra sta v razdalji L. Debelino vzorca (t) izračunamo z izrazom:

$$t = \frac{L \cdot \cos(\alpha)}{\sin(\alpha + \beta)} \quad (10)$$

Merjenje debelin s to metodo ni natančno /14/, napaka meritev je okvirno $\pm 10\%$. Paziti moramo, da je kontaminacijski stožec čim manjši (točka), saj pri izdatnejši kontaminaciji pride do prekrivanja kontaminacijskih krogov, kar onemogoča meritev razdalje L.

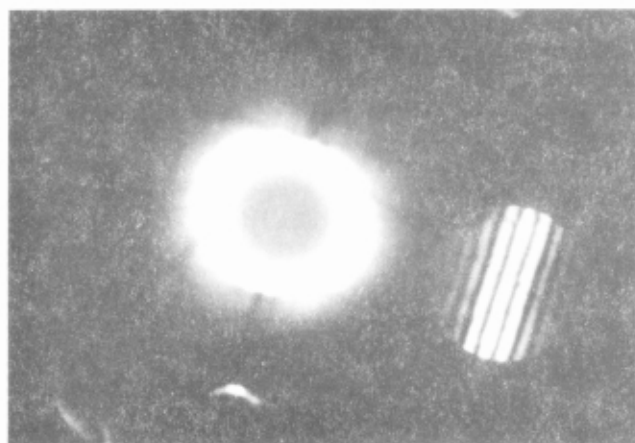
Merjenje debeline z elektronsko difrakcijo s konvergentnim snopom

MacGillavry /16/ je opisal odvisnost minimumov v uklonski sliki, posneti z uporabo konvergentnega (zoženega, v obliki stožca) snopa elektronov od debeline preiskovanega kristaliničnega vzorca, ob upoštevanju dinamične teorije:

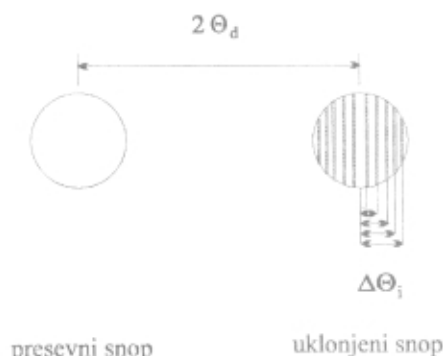
$$(\sigma_i^2 + 1/\xi_g^2) \cdot t^2 = n_i^2 \quad (11)$$

σ_i je odklon i-tega minimuma od Braggovega pogoja, ξ_g je ekstincijska debelina, t je debelina vzorca in n_i (i gre od 1 do števila minimumov v uklonjenem snopu) celo število, za katerega velja: $n_{i+1} = n_i + 1$.

Kelly /15/ je poročal o načinu merjenja debeline vzorca, ki temelji na izrazu (11). Na sliki 5a je elektronska uklonska slika zrna Si_3N_4 , posneta s konvergentnim snopom, na sliki 5b pa je shematska predstavitev centralnega (presevnega) in uklonjenega snopa v uklonskem vzorcu. Z meritvijo oddaljenosti obeh snopov ($2\Theta_d$), poznavanjem celičnih parametrov (d uklona) in meritvijo oddaljenosti minimumov v uklonjenem snopu od središča ($\Delta\Theta_i$) lahko izračunamo debelino vzorca z izrazi (12) - (14):



Slika 5a. Uklonska slika Si_3N_4 zrna, posneta s konvergentnim elektronskim snopom



Slika 5b. Presevni in uklonjeni snop v shematski uklonski sliki

$$S_i = \frac{\lambda}{d^2} \cdot \left(\frac{\Delta\Theta_i}{2\Theta_d} \right) \quad (12)$$

λ je valovna dolžina elektronov (ob upoštevanju relativistične korekcije):

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{\left(2m \cdot V \cdot e \cdot \left(1 + \left(\frac{e \cdot V}{2m \cdot c^2} \right) \right) \right)}} \quad (13)$$

h je Planckova konstanta, m in e sta masa in naboj elektrona, V je pospeševalna napetost elektronskega snopa.

Izraz (12) preuredimo:

$$(S_i/n_i)^2 = -(1/n_i^2) \cdot (1/\xi_g^2) + 1/t^2 \quad (14)$$

V diagramu $(S_i/n_i)^2$ v odvisnosti od $1/n_i^2$ lahko iz naklona premice določimo ekstincijsko debelino (ξ_g) in iz odseka na abscisi debelino vzorca (t). Celó število (n_i) moramo uganiti tako, da točke v diagramu ležijo na

premici. Najprej predpostavimo, da je $n_1 = 1$, in z linearno regresijo določimo korelacijski faktor točk v diagramu. Nato vrednost za n_1 povečamo za ena, ponovno izračunamo korelacijo in ta postopek ponovljamo toliko časa, dokler ne dobimo korelacijskega faktorja, ki je najbližje vrednosti 1. V primeru uklona na sliki 4a smo izračunali, da je debelina vzorca 109 ± 5 nm in ekstinkcijska debelina 140 ± 7 nm. Število n_1 je bilo v tem primeru kar 1, korelacijski faktor pa 0,993.

Metodo merjenja debeline vzorca z elektronsko difrakcijo s konvergiranim snopom lahko uporabljamo zgolj za kristalizirane vzorce v območju debelin od 50 - 300 nm. Uklon, iz katerega določamo debelino, mora imeti d vrednost v območju med 0.7 in 1,5 Å. V primerjavi z metodo kontaminacijskih točk je ta metoda bistveno bolj natančna ($\pm 2\%$) /17/.

PRAKTIČNI PROBLEMI PRI ANALIZI Z METODO CLIFF-LORIMER

Priprava vzorca

Vzorec mora biti zadosti debel, da je hitrost štetja rentgenskih žarkov zadovoljiva in čas zbiranja spektra primerno kratek (100-200 s). Ustrezne debeline so med 50 in 150 nm, odvisno od kemijske sestave vzorca. Če so časi zbiranja spektra predolgi, pride do izdatne kontaminacije površine in pojavi se problem premikanja (drift) vzorca. V primeru debelejšega vzorca ne smemo zanemariti vpliva absorpcije.

Energija pri ionski eroziji med pripravo vzorca ne sme biti previsoka, tako da ne pride do porušitve strukture (in s tem tudi kemijske sestave). Debelina amornega kontaminacijskega sloja, ki se navadno pojavi na stanjšanih delih vzorca, je tudi odvisna od energije ionskega snopa. Pri občutljivih materialih moramo vzorec med obdelavo z ionsko erozijo hladiti s tekočim dušikom.

Izbira standardov

Za kvantitativno analizo po metodi Cliff-Lorimer potrebujemo "k" razmerja elementov, ki jih določamo. Tako za vzorec, ki vsebuje elemente A, B in C uporabimo standard, ki vsebuje vse tri elemente. Iz spektra, posnetega na standardu, izračunamo razmerji k_{AC} in k_{BC} (normalizacijski element je v tem primeru C). Na preiskovanem vzorcu izmerimo intenzitete črt vseh treh elementov in te vrednosti vnesemo v enačbo (5) oziroma (6) ter izračunamo koncentracijo elementov A in B. Koncentracijo elementa C izračunamo iz razlike do 100. Namesto enega lahko uporabimo dva standarda, v katerih sta v enem primeru prisotna elementa A in C, v drugem pa B in C. Možno je tudi, da "k" razmerja izračunamo posredno. Če prvi standard vsebuje elementa A in E, drugi pa B in E, lahko izračunamo razmerje k_{AB} :

$$k_{AB} = \frac{k_{AE}}{k_{BE}} \quad (15)$$

Energija primarnega snopa mora biti enaka pri snemanju spektrov standarda in vzorca. Zaželeno je tudi, da je standard kemijsko čim bolj podoben preiskovanemu vzorcu in da so geometrijski parametri (debelina vzorca, odvzemni kot, oddaljenost detektorja od vzorca...) čim bolj podobni.

Obdelava spektrov EDX

Možen vir napak pri kvantitativni analizi z AEM je prekrivanje vrhov v rentgenskem spektru. Če se dve karakteristični rentgenski črti v spektru prekrivata, ju lahko ločimo z odštevanjem masnega dela spektra čistega elementa od sumarnega spektra.

V naslednjem koraku moramo odšteti ozadje od karakterističnih črt. V ta namen lahko uporabimo različne metode, kot so filtracija, odvajanje ali preprosto odštevanje integrala ozadja od integrala vrha v enako širokih mejah.

Korekcija zaradi absorpcije

Za izračun korekcijskih faktorjev moramo poznati gostoto in debelino vzorca na analiziranem mestu. V primeru amornih ali drobno polikristaliničnih snovi izmerimo debelino s kontaminacijskimi točkami. Če je le možno, uporabimo metodo na osnovi elektronske difrakcije s konvergiranim snopom.

Orientacija vzorca med analizo

Odvzemni (take-off) kot mora biti med analizo vsaj 30° . Če analiziramo kristaliničen vzorec (zrna, monokristali, epitaksialne tanke plasti...), moramo paziti, da pri tem kristal ni orientiran tako, da močno uklanja (zone nižjega reda). V takih primerih lahko pride do napake zaradi elastično sipanih elektronov ("electron channeling").

Ocena napak pri kvantitativni analizi

Če želimo dobiti rezultate analize na nekaj (značilno $\pm 5\%$) odstotkov natančno, mora biti čas zbiranja spektra tak, da je neto integral karakterističnih črt vsaj 10^4 (zaradi statistike štetja, enačba 8a). Upoštevati moramo korekcijo zaradi absorpcije, zato morajo biti tudi napake pri določanju debeline vzorca enakega velikostnega reda (nekaj %, zato uporabimo metodo elektronske difrakcije s konvergiranim snopom). Uporaba antikontaminacijske pasti, hlajene s tekočim dušikom, zniža intenzivnost nastanka kontaminacijskih točk, kar omogoča daljše čase zbiranja spektra.

V splošnem velja, da je analizna napaka pri skrbnem delu med 5 in 10 %, pri izredno natančnem delu v enostavnejših sistemih pa okoli 3% /18/.

SKLEP

V delu so opisane fizikalne osnove kvantitativne analize z energijsko spektroskopijo rentgenskih žarkov in primeri uporabe analitske elektronske mikroskopije pri študiju sodobnih keramičnih materialov. Metodo odlikuje predvsem možnost analize izredno majhnega volumna, ki je pod 10^{-5} mm³, oziroma zelo majhne mase analiziranega področja, ki je velikostnega reda 10^{-17} g. V tem volumnu je meja detekcije posameznega elementa (3σ) med 0,5 in 1,0 masnimi odstotki, relativna natančnost med 3 in 10 % ter ponovljivost (relativni standardni uklon, meritev) boljša od 5%. Problemi pri kvantitativni analizi so povezani predvsem s pripravo vzorca (ionska erozija), pri kateri lahko pride do porušitve strukture ter spremembe kemijske sestave. Z ionsko erozijo pri nizki energiji (pod 3,8 keV) ter s hlajenjem vzorca s tekočim dušikom se večini težav delno izognemo.

Analitska elektronska mikroskopija nam omogoča tudi uporabo različnih metod elektronske difrakcije, s katerimi lahko določimo strukturo in kristalografske odnose med posameznimi fazami v vzorcu.

LITERATURA

- /1/ Cinibulk, H.J. Kleebe, M. Ru'hle, "Quantitative Comparison of TEM Techniques for Determining Amorphous Intergranular Film Thickness", J. Am. Ceram. Soc. 76, 1993, 2, 426
- /2/ Castaing, Thesis, University of Paris, ONREA Publ. #55, 1951
- /3/ Goldstein, H. Yakowitz, Practical Scanning Electron Microscopy, Plenum Press, New York, 1975
- /4/ S.J.B. Reed, Electron Microprobe Analysis, Cambridge University Press, Cambridge 1975
- /5/ Duncumb, J. de Microscopie, 7, 1968, 581
- /6/ Philibert, R. Tixier, Physical Aspects of Electron Microscopy and Microbeam Analysis, ed. by B.M. Siegel and D.R. Beaman, J. Wiley, New York, 1975, 333
- /7/ Tixier, J. Philibert, Proc. 5th. ICXOM, ed. by G. Mallenstedt and K.H. Gaukler, Springer Verlag, Berlin, 1969, 180
- /8/ Cliff, G.W. Lorimer, J. Microscopy, 103, 1975, 203

- /9/ Goldstein, J.L. Costley, G.W. Lorimer, S.J.B. Reed, SEM/1977, ed by O. Johari, IITRI, Chicago 111, 1977, 315
- /10/ Heinrich, "X-ray Absorption Uncertainty", The Electron Microprobe, ed. by T.D. McKinley, K.F.J. Heinrich, D.B. Wittry, J. Wiley & Sons, New York, 1964
- /11/ Russ, Scanning Electron Microscopy, 11, 1979, 673
- /12/ Hall, B.L. Gupta, "EDS Quantitation an Application to Biology" in Introduction to Analytical Electron Microscopy, ed. by J.J. Hren, J.L. Goldstein, D.C. Joy, Plenum Press, New York, 1979, 169
- /13/ Romig, J.I. Goldstein, Microbeam Analysis, ed. by D.E. Newbury, San Francisco Press, 1979, 124
- /14/ Lorimer, G. Cliff, J.N. Clarke, Developments in Electron Microscopy and Analysis EMAG 75, ed. by J.A. Vanables, Academic Press Inc. London, 1976, 153
- /15/ Kelly, A. Jostons, R.G. Blake, J.G. Napier, Phys. Stat. Sol. (a), 31, 1975, 771
- /16/ MacGillavry, Physica, 7, 1940, 329
- /17/ Allen, Philosophical Magazine A, 43, 1981, 2, 325
- /18/ Goldstein, D.B. Williams, Microbeam Analysis, 1, 1992, 1, 29

TEČAJ - jesen 1995

Vse uporabnike vakuumske tehnike obveščamo, da je za jesen 1995 predviden naslednji strokovno izobraževalni tečaj:

VZDRŽEVANJE VAKUUMSKIH NAPRAV

28.-29. november 1995

Obravnavana bo predvsem tematika, ki jo srečujemo v tehniki grobega vakuumu. To je: delovanje, vzdrževanje in popravila rotacijskih črpalk, pregled in uporaba različnih črpalk, ventilov in drugih elementov, meritve vakuumu, hermetičnost in odkrivanje netesnosti v vakuumskih sistemih, materiali za popravila, tehnike čiščenja in spajanja, skupno 16 ur, od tega tretjina praktičnih prikazov in vaj.

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

Tečaj se prične 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. žiro računa: 50101-678-52240).

Prijave sprejema organizacijski odbor (Koller, Spruk, Mozetič, Nemanič), ki daje tudi vse dodatne informacije (tel. 061 263-461).

Tečaj "Osnove vakuumske tehnike za srednješolske predavatelje" bo tudi še 9.-11. novembra in je razpisan v informativnih glasilih za šolstvo.

Leybold in Balzers združena v koncernu Oerlikon-Bührle

Gospodarska recesija v zadnjih letih je vzrok, da sta se veliki in ugledni podjetji s področja vakuumskih tehnik in tehnologij, Balzers in Leybold, povezali v koncern Oerlike-Bührle. Bistvo združitve je razdelitev proizvodnih programov in odprava medsebojne konkurence, kar naj bi bila osnova za lažje nastopanje na svetovnem tržišču. Podjetji Leybold in Balzers bosta v bodoče delovali v osmih samostojnih poslovnih enotah: Balzers - tankoplastne komponente, Balzers - procesni sistemi, Balzers - instrumenti, Balzers - trde prevleke, Leybold - tankoplastna tehnika, Leybold - didaktika, Leybold - materiali in Leybold - vakuum.

Stojan Tašner, MEDIVAC, Domžale

RENTGENSKA ELEKTRONIKA

Andrej Pregelj in Stanislav Južnič*, Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 61000 Ljubljana

X-ray tube

ABSTRACT

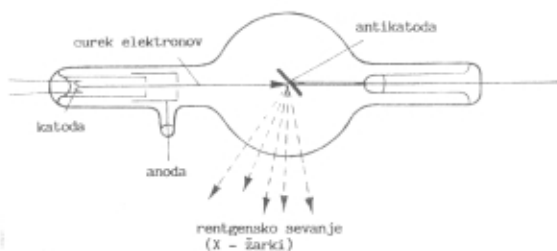
Hundred fifty years ago was born Conrad Wilhelm Röntgen (1845-1923) and just hundred years is passing away since this famous physician and experimenter discovered the mysterious X-rays. Soon their origin was explained and they became used for different purposes. Röntgen tube as a source of the same name rays in principle remained equal but its realisation has been changed many times according to new knowledges. As an electron element which has to maintain the high vacuum all its lifetime and to enable the rotation of anode it is very interesting from the construction and technology point of view.

POVZETEK

Letos mineva 150 let od rojstva Conrada Wilhelma Röntgena (1845-1923) in 100 let odkar je ta pomembni fizik in eksperimentator odkril skrivnostne žarke X. Kmalu so pojasnili njihov nastanek in jih pričeli uporabljati v najrazličnejše namene. Rentgenska elektronika kot izvir istimenskega sevanja je v principu ves čas enaka, izvedbeno pa se je z novimi dosežki neprestano izpopolnjevala. Kot elektronski element, ki mora v sebi ohranjati potreben vakuum vso svojo "življenjsko dobo" in omogočati vrtenje anode, je zanimiva konstrukcijsko in tehnološko.

1 UVOD

Kadar udari curek zelo hitrih, energijsko bogatih elektronov na kovinsko elektrodo (anodo), se nekateri od nje odbijejo, drugi pa vsaj deloma prodrejo v kovino (sl.1). Ob zaustavljanju oziroma zaviranju elektronov v atomih anodne kovine pride do medsebojnega učinkovanja, katerega posledica je kratkovalovna svetloba, poznana pod imenom rentgenski ali žarki X. Sestavljata jo zavorno sevanje in lastno ali karakteristično sevanje materiala anode. Zavorno sevanje nastane ob zaviranju hitrih elektronov v el. polju jeder v anodi. Sestavljeno je iz svetlobe z različnimi valovnimi dolžinami, ki so odvisne od napetosti, s katero smo pospešili elektrone. Lastno sevanje atoma pa vsebuje le določene valovne dolžine, ki so značilne za strukturo atomov anode. Elektron iz vpadajočega curka, ki prodre v notranjost atoma, izbije elektron z ene notranjih elektronskih lupin (energijskih nivojev) in to izpraznjeno mesto izpolni elektron, ki preskoči s katerega koli višjega energijskega nivoja, najverjetneje z najbližjega. V tem primeru se sprosti energija, ki se razširja skozi prostor kot



Slika 1. Nastanek rentgenskih "žarkov"

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

RÖNTGEN PRED ODKRITJEM ŽARKOV

Röntgen je med leti 1865-1868 študiral na Politehniki v Zürichu. Večino fizikalnih predmetov je poslušal pri Gustavu Zeunerju (1828-1907), tehnično fiziko v 2. letniku pa pri Rudolfu Clausiusu (1822-1888) z univerze v Zürichu, ki je malo pred tem utemeljil sodobno kinetično teorijo toplote in plinov. Poleg Zeunerjevih predavanj o mehanični teoriji toplote je poslušal tudi Clausiusova neobvezna predavanja o isti snovi, ki so nanj globoko vplivala s svojo jasnostjo in točnostjo.



W. C. Röntgen.

Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923)

Leta 1868 je bil za Clausiusovega naslednika izvoljen mladi Avgust Adolf Kundt (1839-1894). Po disertaciji o plinih leta 1869 je Kundt preusmeril strojnega inženirja Röntgena v fiziko (Glasser, 1959, 51-56; Sommerfeld, 1973, 127).

RÖNTGENOV LABORATORIJ

7. maja 1895 je Philipp Lenard (1862-1947) iz Bonna poslal Röntgenu naročeno cev, ki jo je izdelal steklopipač Müller-Unkel iz Braunschweiga. Steklена cev je imela antikato do iz 0,005 mm debelega aluminija, ki je prepuščala "katodne žarke". Pozneje se je izkazalo, da je bil prav lahki aluminij najslabša izbira za poskuse z rentgenskimi žarki.

Röntgen je 28.12.1895 našel kar tri različne evakuirane elektronke, s katerimi je bilo mogoče opazovati nove žarke. O aparatu, ki ga je uporabil ob odkritju 8.11.1895, imamo tako različna pričevanja, obarvana tudi z interesi glede Lenardove prioritete (Glaser, 1959, 3; Garig, 1936, 304).

Röntgen je uporabljal veliki Ruhmkorffov indukcijski aparat podjetja Ernecke iz Berlina. Cev je pokrival s tankim pocrnjenim prilagajalnim se kartonom. V zatemnjenem prostoru je opazil fluorescenco tudi z razdalje 2 m na papirnatem zaslonu, pobarvanim z barijevim platinocianidom, ki ga je postavil blizu elektronke. Fotografski posnetki so mu sprva rabili le za potrditev opazovanih fluorescenc. Že leta 1895 je med drugim fotografiral tudi kosti roke in nehomogenosti v kosu kovine, kar je že naslednje leto odprlo široka področja uporabe.

9.3.1896 je Röntgen objavil poskuse, pri katerih je karton nadomestil z omarico iz pocinkane pločevine, ki je imela okno iz svinca. Uporabil je 3 cm debelo in 45 cm dolgo cev iz medenine z 1 cm širokim oknom, pokritim z aluminijasto pločevino (Röntgen, 1898, 1, 5, 6-7 in 12-14, Glasser, 1959, 1-2).



Röntgenov laboratorij na fizikalnem inštitutu Univerze v Würzburgu

SPORI GLEDE NARAVE RENTGENSKIH ŽARKOV

Röntgen je ob kopijah svoje prve razprave o odkritju 28.12.1895 pošiljal znanim raziskovalcem tudi rentgenske fotografije. Uporaba fotografije je vzbujala občutek, da so novi žarki valovanje. Röntgen je ugotavljal (Röntgen, 1898, 10), da novi žarki niso enaki katodnim, saj električni naboji nanje ne vplivajo. Prav tako niso UV svetloba, saj se ne uklanjajo, se nepravilno odbijajo, jih ni mogoče polarizirati, njihova absorpcija pa je odvisna od gostote telesa.

Naši predniki so pred sto leti takole brali o novem odkritju: "Ta lastnost je Röntgena navdala z mislijo, da žarki te svetlobe nimajo tistega valovanja, kakor navadna svetloba, t.j. transversalno tresenje ali nihanje sem in tje, navpik na svoj tir, ampak da se razširja migljaje poleg svojega tira, ali z longitudinalnim pomikanjem, t.j. naprej in nazaj, kakoršno opazuje fizik pri donenju" (Šubic, 1896, 188)

Boltzmann (15.1.1896, 22.9.1899), Kelvin (12.2.1896) in drugi Angleži so sprva podprli Röntgenovo teorijo o longitudinalnem valovanju etra (Wheaton, 1893, 18; Wilson, 1897, 172). Kmalu pa so Kelvin (25.2.1896), J.J.Thomson (predavanje 10.6.1896) in drugi dali prednost transversalnemu valovanju in rentgenskim žarkom kot kratkovalovni UV svetlobi.

karakteristično monokromatsko sevanje.

To sevanje je decembra 1895 prvi pravilno opisal prof. dr. C.W. Röntgen. Imenoval jih je "žarki-X", ker še ni poznal razlage zanje. K odkritju je pripomoglo takrat že živahno raziskovanje električnega toka v plinih (Faraday, 1838) in kasneje tudi študij elektronskih curkov, ki so jih takrat imenovali še katodne žarke. Tedaj so z izboljšanimi vakuumskimi črpalkami že znali zmanjšati zračni tlak v steklenih ceveh pod en milibar. Novo sevanje je izviralo iz dela elektronke, v katerem so elektroni zadevali steklo. Nekateri predmeti so rentgensko sevanje prepuščali, drugi ne; z magnetnim poljem ga ni bilo moč odkloniti; posebej občutljive so nanj bile fotografske plošče. Leta 1912 je Max von Laue s sodelavci pokazal z interferenčnimi poskusi, da je to sevanje navadno elektromagnetno valovanje z valovno dolžino, manjšo od UV svetlobe. Sodobne naprave generirajo pri napetosti od nekaj kV do 150 in več kV cel spekter valovanj, od trde ($\lambda=0,01$ nm) do mehke ($\lambda>1$ nm) rentgenske svetlobe.

2 RENTGENSKE ELEKTRONKE

Pred sto leti so bile rentgenske elektronke preproste steklene bučke (slika 2), iz katerih so izsesali zrak, kolikor je to takrat bilo mogoče. Med negativno (v prvih začetkih še hladno) katodo in pozitivno anodo je bilo mogoče opazovati pramen elektronov oz. katodnih žarkov. Elektroni, izhajajoči iz katode, so na svoji poti zadevali molekule ostankov zraka. Nastali ioni pa so, udarjajoč na katodo, spet generirali nove elektrone. Te tki. ionske "cevi" je bilo zelo težko regulirati zaradi nedefiniranega tlaka, ki se je v času delovanja zmanjševal. Prve ionske elektronke niso imele izrazitega



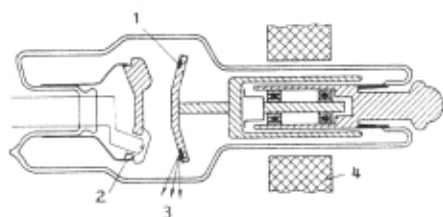
Slika 2. Prve rentgenske elektronke

žarišča in pri slikanju niso dajale ostrih senc; vse je bilo motno, brez detajlov in kontrastov. Rentgenska svetloba je sevala iz vseh sten bučke, ki so jih zadevali elektroni. Kasneje so katodo oblikovali konkavno in s tem fokusirali curek elektronov na eno točko v sredini elektronke, kjer je bila nameščena kovinska ploščica, imenovana antikatoda. Potem so pričeli izdelovati elektronke z vročo katodo, s čimer so dosegli priložno izstopanje elektronov. Ostanek zraka v elektronke ni bil več potreben. Z boljšimi črpalkami so dosegli tlake do 0,001 mbar. Napetost med anodo in katodo je vsem elektronom dajala enako kinetično energijo, katere večji del, spremenjen v toploto na antikatodi, je bilo treba odvezovati. Razvili so sisteme za hlajenje, najprej z zrakom, nato še s tekočo vodo. Moderne rentgenske elektronke za stalno uporabo imajo poleg tega vgrajeno še rotacijo anode, ki omogoča še večjo specifično obremenitev materiala. Zlitina iz renija, volframa in molibdena bi se namreč v točki udarjanja elektronskega curka (približno 1 mm²) preveč segrela, če bi je ne vrteli s hitrostjo 3000 in več obr./min.

3 IZDELAVA MODERNIH RENTGENSKIH ELEKTRONK

3.1 Steklene elektronke

Ohišje je iz specialnega trdega stekla, ki ima visoko prepustnost za rentgensko sevanje. Da bi bila uporaba varnejša in priročnejša, je steklena bučka vgrajena v kovinsko ohišje, napolnjeno z oljem, ki ščiti proti visokonapetostnemu preboju. Za izstop sevanja je v ohišju predvideno posebno okence. Na sliki 3 je prikazana notranja zgradba sodobne tovrstne rentgenske elektronke. Električni dovodi za žarilno nitko katode in za geter (ki ni narisani) so iz molibdenskih žic, vtaljenih na levi.



Slika 3. Steklena izvedba rentgenske elektronke (dolžina cca 240 mm): 1-katoda, 2-vrteča anoda, 3-izstopajoči rentgenski "žarki", 4-stator elektromotorja

Vrtljiva anoda je z ležaji vred nameščena v telo, ki ga nosi v steklo vtaljen obroč iz kovarja (zlitina: železo-nikelj-kobalt, ki ima termične raztezke enake kot steklo). Telo anode je lahko iz naslednjih materialov: molibdena, temperaturno zelo stabilne molibdenove zlitine, ali posebnega elektrografita; kolobar, ki je izpostavljen bombardiranju elektronov, pa je iz volframa. Vrtenje omogoča enakomerno porazdelitev toplote in preprečuje lokalno pregretje oz. taljenje na mestu udarjanja elektronskega curka.

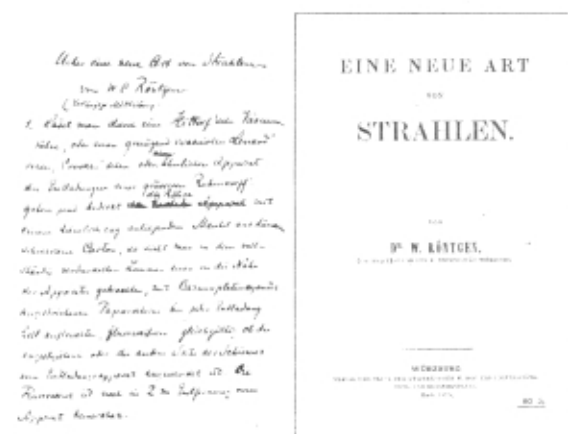
V primeru, ko je vrtenje onemogočeno, pride že pri vključitvi aparata za eno samo slikanje do tolikšne koncentracije toplote, da se prične taliti volfram.

Anoda je čvrsto spojena z rotorjem večfaznega motorja, katerega stator se nahaja zunaj vakuumске elektronke. Zaradi visokih napetosti so smiselne velike reže med elementi; pri tem je rotor anodnega motorja izveden kratkostično. Kroglični ležaji za delovanje v vakuumu so trajno namazani oz. natrti s svincom ali srebrom.

Vse sestavne dele rentgenske elektronke pred montažo temeljito očistijo in razplinijo v vakuumu. Čistoča je pri tem največja zahteva. Pri izdelavi je zato nujna uporaba neprašnih prostorov, rokavic, eksikatorjev za shranjevanje itd. Osnovne enote, ki so: katodni in anodni sklop ter stekleni valj, zatalijo na steklarski "stružnici" v celoto. Preko črpalnega pečlja se ta polizdelek priključi na vakuumski sistem. Med evakuiranjem do tlakov pod 10^{-4} mbar je potrebno bodočo rentgensko elektronko eno do dve uri pregrevati na 400°C , zato da se z notranjih sten odstrani vlaga. Po ohlaiditvi sledi segrevanje anode z elektronskim curkom do najvišjih temperatur, ki se pojavljajo pri normalnem obratovanju. To traja 4 do 8 ur. Nato sledi odtalitev elektronke od črpalnega sistema z zataljitvijo črpalnega pečlja in uparjanje getra.

Podobno je profesor Puluj iz Prage 13.2.1896 menil, da Röntgenova hipoteza o longitudinalnih žarkih ni dovolj utemeljena (str.238). Vendar jo je ovrgel s polarizacijo rentgenskih žarkov leta 1904 šele Anglež Charles Glover Barkla (1877-1944).

Lenard je menil, da gre za zelo hitre katodne žarke, ki naj bi jih že sam odkril pred Röntgenom. Skupaj z drugimi nemškimi fiziki je nasprotoval britanskim teorijam o katodnih žarkih kot delcih oziroma elektronih (Južnič, 1994, 22-23).



Rokopis in naslovnica prve Röntgenove razprave o novi svetlobi

Ob osnovnem nasprotju so se pojavljale tudi drugačne teorije novih žarkov. Anglež William Henry Bragg (1862-1942) v Avstraliji in Srb Nikola Tesla (1856-1943) v ZDA (1.8.1896 in 29.8.1896) sta menila, da so rentgenski žarki majhni delci, ki lahko izbijajo elektrone iz atomov.

Že 23.1.1896 je Artur Schuster (1851-1934) iz Manchestra objavil, da katodni žarki izločajo rentgenske žarke iz trdnin. Podobno sta Britanec Georg Gabriel Stokes (1819-1903, 26.3.1896) in neodvisno Nemec Emil Wiechert (1861-1928) iz Königsberga trdila, da pri zaviranju elektronov nastanejo zelo kratki pulzi rentgenskih "arkov" (Bragg, 1944, 8; Glasser, 1959, 262-264). Stokesova ideja, "da vsaka nabita molekula (sic!) ustvari takšen pulz ko trči ob steno" je bila kompromis med delci in valovi, ki ga je sprejela večina britanskih fizikov v prvem desetletju našega stoletja (Wheaton, 1983, 15-17; Wilson, 1987, 203).

EKSPERIMENTALNA DOLOČITEV NARAVE RENTGENSKIH ŽARKOV

Po letu 1899 je profesor eksperimentalne fizike v Münchnu Röntgen reorganiziral institut za teorijsko fiziko, ki je po Boltzmannovem odhodu izgubljal na pomenu. Leta 1905 je dosegel, da so izvolili profesorja Arnolda Sommerfelda (1868-1951), ki je raziskoval predvsem teorijo rentgenskih žarkov in je bil sicer zagovornik Stokesove in Wiechertove teorije. Leta 1909 so nastavili privatnega docenta Maxa von Laue-ja (1879-1960).

Leta 1912 je Laue v kavarni v Münchenu na vsakodnevem sestanku tamkajšnjih fizikov zagovarjal možnost uklona rentgenskih žarkov na kristalu. Zaradi termičnega gibanja so mnogi dvomili v Lauejevo idejo, med njimi tudi Sommerfeld in Röntgen. Da bi rešil spor je asistent Walter Frederick (1883-1968) napol skrivaj postavil poskus v laboratoriju. Uporabil je kristal modre galice, ki jo je bilo veliko v laboratoriju. Pozneje ga je nadomestil s kristalom cinkove svetlice pravilne kubične strukture, iz katerega je pravokotno na glavno os izrezal kvader velikosti 10 mm x 10 mm x 0,5 mm (Trigg, 1978, 17-20).

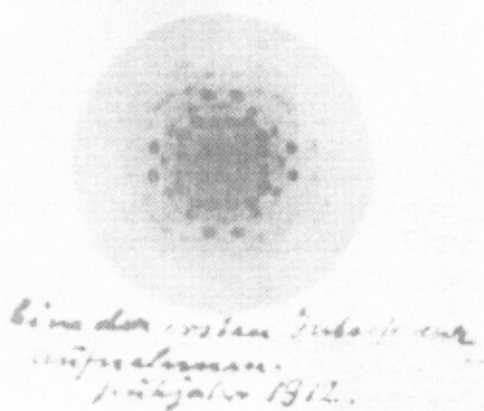


Max von Laue (1879-1960)

Kristal je postavil na pot žarkov, pravokotno nanj pa fotografsko ploščo, s katero bi bilo mogoče po dolgi ekspoziciji zaznati rentgenske žarke, sipane pod pravim kotom. Vendar niso zaznali nečesar, podobno kot svoj čas Röntgen, ki je postavljaval kristal približno izvira žarkov.

V isti sobi je ta čas pripravljaval doktorat Paul Knipping (1883-1935), ki naj bi čez dva ali tri tedne zapustil laboratorij. Postavil je fotografsko ploščo za kristal, kar je prineslo uspeh. Kratko poročilo so izdali aprila, 8.6.1912 pa je Sommerfeld predstavil münchenski akademiji skupno delo Laueja, Fredericka in Knippinga (Bragg, 1944, 6; Glasser, 1959, 76; Joffe, 1983, 26 in 34-36; Strnad, 1988, 150).

W. Friedrich.

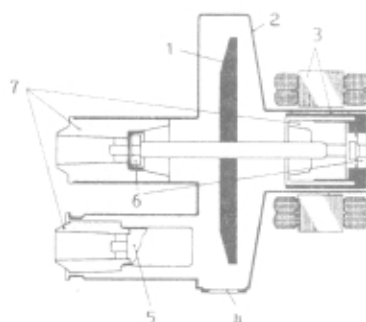


Eden prvih interferenčnih posnetkov, ki jih je naredil W. Friedrich

Zaradi preskusa na prebojno trdnost je potrebno po opisanem postopku izdelano rentgensko elektronko vgraditi v preizkuševalni aparat, ki je napolnjen z izolirnim oljem in zaščiten proti sevanju. Pri tem morata napetost in obremenitev doseči predpisane vrednosti, ki so višje od nominalnih. Ta tehnološka faza traja 8 do 20 ur, odvisno od tipa elektronke.

3.2 Kovinsko-keramične izvedbe elektronk

Pri teh rentgenskih elektronkah je zunanji plašč povsem kovinski in vezan na potencial zemlje. Visokonapetostna osamitev je izvedena z dvema, znotraj vgrajenima keramičnima izolatorjema. Pri ceveh z vrtečo se anodo je potreben še tretji, keramični vložek, ki zagotavlja centriranje rotorja v ohišju in s tem učinkovitejše delovanje pogonskega motorčka (slika 4).



Slika 4. Rentgenska elektronka, izvedena s spoji keramika-kovina: 1-vrteča se anoda, 2-kovinsko ohišje, 3-elektromotor, 4-okno, 5-elektronska puška, 6-ležaj, 7-keramični izolator

Varjena izvedba in možnost uporabe justiranih vložkov omogočata večjo točnost izdelave kot pri steklenih elektronkah. Ena od posebnosti je tudi, da lahko elektronko že na črpalnem mestu priključimo na polno obratovalno napetost.

Zaradi tega se zgoraj omenjeni proces usposabljanja skrajša. Pri taki elektronki varuje zunanje ohišje okolico pred sevanjem in zagotavlja hlajenje ter pritrditev na aparaturo, nima pa več funkcije visokonapetostne zaščite.

4 UPORABA RENTGENSKIH ELEKTRONK OZ. RENTGENSKE SVETLOBE

Uporaba rentgenske svetlobe je mnogostranska. Za posamezne namene so prirejene njeni izviri, tako elektronka sama, kot tudi generatorji visoke napetosti. Napetost je lahko konstantno enosmerna ali prekinjena; od njene višine je odvisna trdota in s tem prodornost žarkov. Izkoriščamo dve lastnosti rentgenske svetlobe:

- različnost prehodnosti skozi snovi - za senčno slikanje predmetov in
- specifične značilnosti iz snovi izhajajočega valovanja, ki nastanejo po interakciji rentgenske svetlobe ali elektrostatskega curka z atomi kristalnih mrež, kar uporabljamo za preiskave trdnih snovi.

Senčno slikanje se uporablja največ v medicini (zlomi kosti, spremembe oblike organov, tujki v telesu, zobozdravstvo, rentgenska tomografija), v tehniki predvsem

za kontrolo kakovosti (defektoskopija, atestiranje kritičnih mest, npr. v odlitkih in zvarih, kontrola oblike, povečave specialnih mikroelementov) ter v drugih področjih gospodarstva in življenja (priprava hrane in bioloških vzorcev, preiskave arheoloških predmetov, umetnin itd.). Slike lahko opazujemo ali neposredno na fluorescenčnem zaslonu, ali posredno s slikovnim pretvornikom ali na fotografiji.

Rentgenski metodi za preiskavo trdnih snovi sta naslednji:

- **fluorescenčna spektroskopija.** To je kvalitativna in kvantitativna kemijska analiza, pri kateri vzorec obsevamo z rentgensko svetlobo ali obstrelujemo z elektroni in dosežemo, da seva karakteristično svetlobo, ki jo opazujemo in analiziramo
- **rentgenska preiskava kristalov.** Pri prehodu rentgenske svetlobe skozi urejeno razporejene atome v kristalni mreži nastopijo uklonski pojavi. Zaradi interference se prikaže na fotografski plošči (ali na zaslonu) urejen sistem pik in črtic - interferenčna slika, iz katere lahko sklepamo na kristalno strukturo preiskovanega materiala. Znani načini rentgenske preiskave kristalov so: Laue-jev, kjer kristal preiskovane snovi obsevamo z mešano ("belo") rentgensko svetlobo, ter Braggov in Debye-Scherrerjev, kjer uporabimo monohromatsko svetlobo.

5 LITERATURA

- W.Pupp, H.K.Hartman: Vakuumentchnik-Grundlagen und Anwendungen, C.HanserVerlag; München, Wien, 1991
- Philips GmbH, Hamburg, prospekti: Industrial X-Ray, 1985
- J.Strnad: Sto let rentgenskih elektronke; Presek, 1994/95-4
- H.Bollinger, W.Tenubner: Industrielle Vakuumentchnik; VEB Deutscher-Verlag, Leipzig, 1979
- Bragg William Lawrence (1890-1971), The history of X-ray analysis, Longmans Green and Co., Ltd., 1944
- Čadež Fran (1882-1945), Skrivnost radioaktivnosti, Ljubljana, 1908
- Garig G.E., "Jubilei" Rentgena v "Tretjei imperii", Arhiv istorii nauki i tehniki, Moskva in Leningrad, 1936, 301-308
- Glasser Otto, Wilhelm Conrad Röntgen, Springer-Verlag, 1959
- Joffe Abram Fedorovič (1880-1960), Vstreči s fizikami, Nauka, Leningrad, 1983
- Južnič Stanislav, Zgodovina raziskovanja "katodnih žarkov", Vakuu-
mist, 14/3 (1994), 22-23
- Puluj Julius (1845-1918), U'ber die Entstehung der Röntgen'schen Strahlen und ihre photographische Wirkung, Wien.Ber. 105 (1896) 228-245
- Röntgen Wilhelm Conrad (1845-1923), Ueber eine neue Art von Strahlen, Ann.Phys. 64 (1898) 1-37
- Sommerfeld Arnold (1868-1951), Nauka, Moskva, 1973
- Strnad Janez (r. 1934), Tricetrst stoletja rentgenskih interferenc, Obzornik mat.fiz. 35 (1988) 147-154
- Šubic Ivan (1856-1924), Električna, Ljubljana, 1897
- Šubic Simon (1830-1903), Fotografiranje nevidnih stvari., Dom in svet 9 (1896), 155-159 in 186-189; Človeško telo - prozorno., Dom in svet, 9 (1896) 412-414; Röntgenova luč in človeško telo., Dom in svet, 11 (1898) 218-221
- Trigg George L., Landmark Experiments in Twentieth Century Physics, ruski prevod, Mir, Moskva, 1978
- Wheaton Bruce R., The tiger and the spark, Cambridge University Press, 1983
- Wilson David B., Kelvin and Stokes, Adam Hilger, Bristol, 1987

München je bil tako poldrugo desetletje središče fizikalnega raziskovanja rentgenskih žarkov (Jungnickel, 1886, 276, 278 in 285). W.H.Bragg je sicer poleti 1912 poskušal münchenski poskus prilagoditi svoji delni teoriji rentgenskih žarkov. Njegov sin Lawrence je novembra 1912 popravil Lauejevo analizo poskusa. Pod vplivom očetove teorije in Stokesove teorije impulzov je domneval, da so rentgenski žarki delci, ki jih spremljajo valovi (Bragg, 1959, 7-8).

ODMEVI RÖNTGENOVEGA ODKRITJA V AVSTRIJI IN V SLOVENSkih DEŽELAH

Na novo leto 1896 je dunajski profesor fizike Franz Serafin Exner (1849-1926) sprejel razpravo svojega nekdanjega sošolca Röntgena. Obvestil je sodelavca, praškega profesorja fizike Ernsta Lechera (1856-1926), sina urednika Wiener Presse, kjer so objavili novico že 5.1.1896. Franzov brat, fiziolog Sigmund Exner, je 16.1.1896 objavil odkritje v Wien.Klin.Wschr. (Glasser, 177, 185).

Poltretji mesec po prvi objavi smo o rentgenskih žarkih lahko brali tudi v slovenskem jeziku. 1. in 15. marca 1995 je ljubljanski Dom in svet objavil prvi razpravi S. Šubica o novem odkritju z dvema fotografijama J.M.Edlerja, profesorja in vodje fotografske šole na Dunaju. Tudi Šubic je poslal lepe rentgenske fotografije, ki jih je izdelal njegov sodelavec na graški univerzi Paul Czermak (1857-1912), vendar jih niso objavili (Šubic, 1896, 186-187).

I. Šubic je v svoji knjigi o elektriki leta 1897 rentgenske žarke samo omenil (str.344). Več prostora jim je posvetil profesor fizike Fran Čadež (1908, 20).

Človeško telo — prozorno.

(Spiral dr. Simon Šubic.)

Bilo je na Dunaju pri mesec po Röntgenovi najdišči nove svetlobe, ko se je začelo več strokovnjakov v delavnici prof. dr. Edlerja, voditelja fotografske šole. Učenjaki so se pogovarjali o prejšnjih odkritjih prodirajoče sile Röntgenovih žarkov.

Pred mušmi je stala druga zapletena priprava, sestavljena iz fizikalnih, električnih in fotografskih priprav. V zatemnjeni sobi je stal

in trdil se je prof. dr. Exner in trdil, in poskušali so se mnogi ponotnati in večaki, a vedoma brez pravega uspeha. In zakaj je bilo vse prizadevanje zastonj? Zakaj bi ne mogli s prostimi očmi drugi ogledovati tega, kar je izmajnik zagledal s svojimi očmi?

Preiskovanje tega varuka je privleklo do spoznanja, da senca stvari, objane od katodnih žarkov, sprejme sicer fotografska ploščica, pristo

Fotografiranje nevidnih stvari.

(Spiral prof. dr. Simon Šubic.)

"Kaj, ali se nardujeta? Tako rekli, moj, ogledovalci, katerim pokazem slike košice reke, pa pravijo, da je to reka živga človeka. Ne, to ni črna reka, poškó, to so kosti mrtolovskega človeka. Čisto ne gledate, kaj ne, kako da se ne vnamajo tako debelo leži? Osvetli gledate novo fotografijo; sami se veste, ali bi se čutili bolj mojemu vkuu, da toliko

tudi bi fotografiranje ne pokazalo njegovega zunanjega obzora, ki smo ga vajeni, temveč slika bi kazala notranjega človeka, katerega pa v vsakdanjem življenju nikoli ne vidimo očem. Morda slika je polt — odkri bi se pred našimi očmi gotovo njegovo kostno ku, more, biti pa tudi njegove stene, če bi ne zavrli celo njegove pluz, jetra in srca.

Röntgenova luč in človeško telo.

(Spiral prof. dr. Simon Šubic.)

Med tistim časom, ko je v Monakovem trajal zbor biológov (životoslovcev), je bilo mnogo dotičnega orodja na ogled razstavljenega v dvoranah fizikalnega zavoda on-
dajnje univerze. Najzanimivejše je bilo na tej razstavi „Berlinsko električno društvo“

in najzanimivejše slike na svetlikajočih se zaslonih in na fotografskih tablicah. Njegova nova ustrojitev fotografuje na tiskih ploščah osebe, ki stojé dalje od aparata kakor doseje, zakaj Röntgenova svetloba lje s širokim tokom iz Zehnderjeve cevi. Na ta način je

Odlomki iz člankov prof. Simona Šubica, ki so bili v letih 1896-1898 objavljeni v reviji Dom in svet

NOBELOVE NAGRADE PRED KONCEM PRVE SVETOVNE VOJNE, POVEZANE Z ODKRITJEM RENTGENSKIH ŽARKOV

1901 Röntgen

1905 Lenard

1912 Laue

1913 Bragg, oče in sin

1917 Barkla

NASVETI

VAKUUMSKA IMPREGNACIJA

Vakuumsko impregnacijo (prepojitev) uporabljamo povsod tam, kjer želimo neko porozno snov ali predmet utrditi ali pa zaščititi pred kvarnim vplivom atmosfere, predvsem pred vlago. Le-ta je v mnogih primerih povzročitelj spremembe fizikalnih in kemijskih lastnosti snovi. Za zgled vzemimo npr. navitja elektromotorjev in transformatorjev, kjer lahko vlaga povzroči električne preboje med navitji in s tem njihovo poškodovanje ali uničenje. Podobno velja tudi za druge elektrotehnične elemente (dušilke, kondenzatorje, elektronska vezja itd.). Pri lesu in drugih organskih snoveh uporabljamo impregnacijo zato, da bi preprečili njihov razpad zaradi kemijske preobrazbe ali razkrojnega delovanja mikroorganizmov. Pri poroznih kovinah želimo z impregnacijo zapolniti drobne luknjice ali pore z impregnantom in tako preprečiti oksidacijo (npr. rjavenje pri izdelkih, sintranih iz železnih prahov). Naštevane primerov, kjer je vakuumska impregnacija potrebna, bi nas zavedlo predaleč, saj jo najdemo v različnih oblikah predvsem v elektro industriji, lesnopredelovalni, papirni, usnjarski in tekstilni industriji, v konzervatorstvu itd.

Vakuumska impregnacija se od klasične oblike impregnacije (pri atmosferskem tlaku) razlikuje po tem, da omogoča temeljito prepojitev neke snovi ali predmeta z impregnantom (prepajalom). Je neločljivo povezana z vakuumskim sušenjem, ki je njena predhodna faza. Ni si mogoče zamisliti uspešne prepojitve, če prej iz por, luknjic, razpok, kapilar, ki tvorijo z masivnimi delci snovi tki. porozno strukturo, ne odstranimo zraka in vlage. Z zrakom opravimo zelo enostavno, vlaga pa nam dela mnogo preglavic. Zato si najprej nekoliko oglejmo **vakuumsko sušenje**.

Navadno ga uporabljamo, ko je snov, ki jo želimo osušiti in nato impregnirati (prepojit), občutljiva za visoke temperature, pri katerih bi lahko prišlo do fizikalnih ali kemijskih sprememb. Sušenje v vakuumu je torej odstranjevanje (odparevanje) nezaželene vlage, tj. vode ali topil oz. hlapnih substanc, in odplinjevanje ali odstranjevanje adsorbiranih in absorbiranih plinov. Vendar mislimo, kadar govorimo o sušenju, le na odstranjevanje vlage, tj. vode, ki jo moramo najprej upariti, nastalo paro odstraniti, če pa jo je veliko, pa celo kondenzirati v posebnih zgoščevalnikih (kondenzorjih). V vakuumski tehniki razlikujemo dva načina sušenja oz. odstranjevanja vlage.

Prvi način obsega področje nad zmrziščem vode, tj. nad 0°C, kjer le-ta iz tekočega agregatnega stanja prehaja v plinasto oz. parno fazo zaradi znižanega okoliškega tlaka (vakuumu), vakuumske črpalke pa jo nato odstranijo iz sušilno-impregnacijske komore (Obvezna je uporaba dodajanja zraka, tki. "gasbalasta", pri oljnih rotacijskih črpalkah.).

Drugi način obsega področje pod zmrziščem vode, navadno od 0 do -60°C, kjer vodna para sublimira iz ledu. Ta postopek imenujemo vakuumsko sušenje v zmrznjenem stanju ali liofilizacija (angl. freeze-drying), ki pa ga pri impregnacijah (vsaj zavestno) ne uporab-

ljamo. Zgodi pa se lahko samodejno, če prehitro izčrpavamo vlago in temperatura snovi pade pod zmrzišče. (Uporaba liofilizacije je znana v farmacevtski in prehrabni industriji, v medicini itd.). Za odparevanje vode je namreč potrebna izparilna toplota, torej energija, ki se v vakuumu najprej odvzema iz snovi same, pri čemer se začne zniževati njena temperatura. Če ne želimo, da se snov pretirano ohladi, da temperatura ne zdrkne pod zmrzišče, ji moramo dovajati toplotno energijo, tako da med postopkom vzdržujemo konstantno hitrost odparevanja.

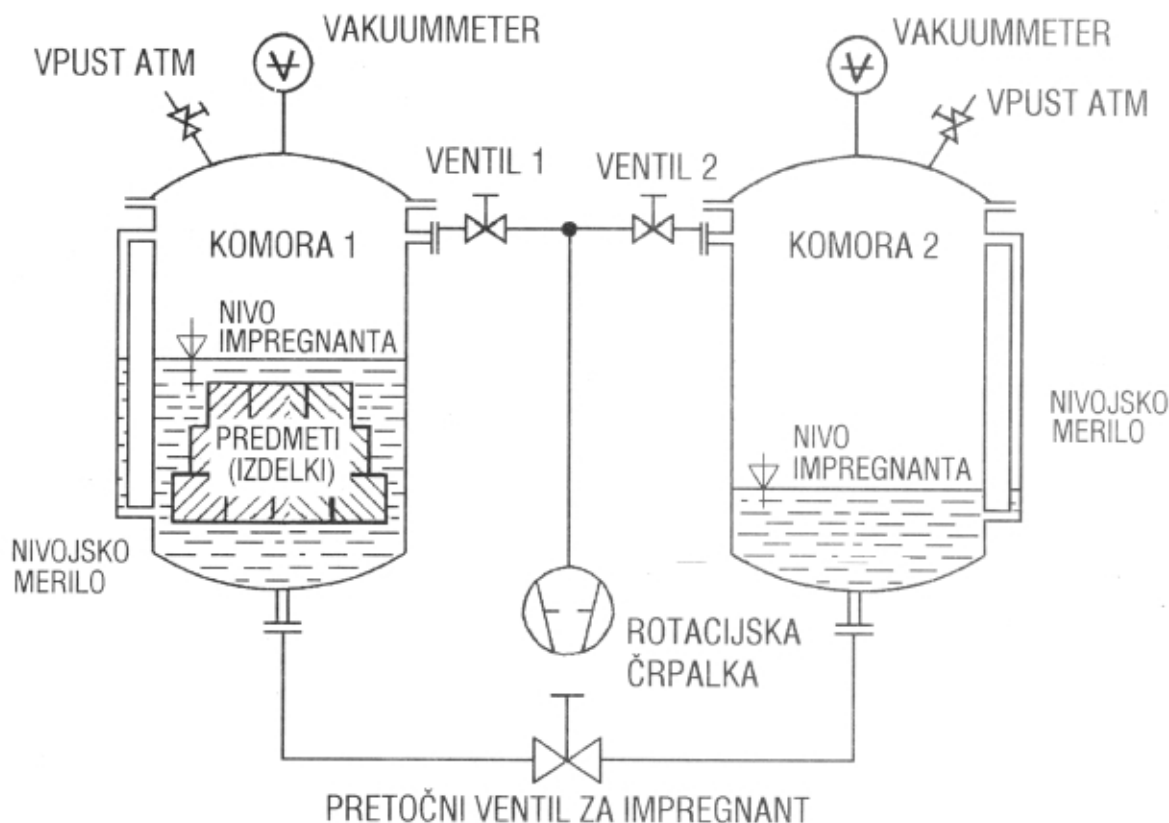
Vsaka snov ima nekatere svojske značilnosti zadrževanja vlage. Organske snovi, kot je npr. les, imajo strukturo, ki je preprežena z ozkimi kanali, velikosti premera vodnih molekul. Take snovi moramo tudi pri "dobrem" vakuumu dobro pregrevati, da dobe vodne molekule, ki se zagostijo v teh kanalih, dovolj energije, da pridejo na površje in odparijo. Postopki sušenja so navadno dolgotrajni; več ur ali dni evakuiranja in pregrevanja.

Enako kot za sušenje snovi pred impregnacijo velja tudi za sušenje impregnanta, ki je navadno v tekočem stanju (olja, aralditi ali druge organske smole, laki, vinil acetati, polivinil butirali ...) ali v trdnem stanju (stearini, voski), ki jih je potrebno "spremeniti" v tekočo obliko (voske s segrevanjem do npr. 100°C, druge snovi z raztapljanjem v topilih) posebej, torej ločeno (navadno v drugi vakuumski posodi) od snovi, ki jo hočemo impregnirati.

Vakuumska impregnacijska naprava

Osnova vsake vakuumske sušilno-impregnacijske naprave je črpalka oz. črpalni sistem. Najpogosteje uporabljamo rotacijske črpalke, enostopenjske ali dvostopenjske, tudi kombinacije z Rootsovimi in difuzijskimi črpalkami, odvisno od tega, kakšen vakuum hočemo doseči, ali bolje rečeno, kako temeljito hočemo osušiti snov in impregnant pred impregnacijo (zalitjem z impregnantom). Vakuumsko sušimo v območju, ki je nekoliko mbar pod atmosferskim tlakom do 1 mbar (tki. področje grobega vakuumu), za zahtevnejše primere, kjer naj bi v snovi ostalo manj kot nekaj ppm (delcev na milijon ali deset tisočink odstotka) vlage, pa je potreben visoki vakuum (10^{-3} do 10^{-7} mbar).

Shematski prikaz preproste vakuumske impregnacijske naprave je podan na sl. 1. Celoten postopek je naslednji: najprej evakuiramo komoro 1 (črpalka deluje, ventil 1 je odprt), v kateri je snov, ki jo dodobra degaziramo (odplinimo, razplinimo) in izsušimo. Nato preusmerimo črpanje na komoro 2 (ventil 1 zaprt, ventil 2 odprt) z impregnantom in storimo enako. Ko je oboje razplinjeno in osušeno, odpremo pretočni ventil. Iz komore 2 se začne pretakati impregnant v komoro 1 in v njej zalije postavljene predmete. Pretakanje lahko pospešimo, če v komori 2 povišamo tlak (z vpustom atm). Ko je zalitje končano, zapremo pretočni ventil in



Slika 1: Vakuumska impregnacijska naprava (dvokomorna)

spustimo zrak v komoro 1 do atmosferskega tlaka. Ta pritiska impregnant v vse proste pore, luknje, kapilare predmetov. Tako ostanejo zapolnjene, atmosferski zrak vanje nima več pristopa. Nato evakuiramo komoro 2 in tja z vakuumom "potegnemo" preostanek impregnanta, kjer bo počakal na drugo, tretje itd. zalivanje. Delo lahko pospešimo in tudi v drugo komoro postavimo predmete za impregnacijo, jih vakuumsko osušimo in zalijemo pod vakuumom z impregnantom, ki ga "preselimo" iz prve komore v drugo, s tem da odpremo pretočni ventil.

V praksi pogosto opažamo nekatere grobe napake pri vakuumskem sušenju, na katere bi vas radi opozorili. Našteli bomo samo tri glavne.

1. Prva napaka je plod nestrokovnega razmišljanja, češ da je vsak "vakuum" dovolj dober. Profesionalne naprave imajo sicer vgrajene merilnike, ki se po daljšem obratovanju pokvarijo oz. se njihova kalibracija s časom spremeni. Rezultat je spremenljiva kvaliteta sušenja oz. vsebnost preostale vlage v snovi oz. predmetih in z njo povezana spremenljiva kvaliteta prepojitve ali impregnacije.
2. Drugo napako navadno zagrešijo vakuumsko ne najbolj izobraženi "projektanti", kasneje pa še vzdrževalci, ki dopuščajo velike netesnosti, posebno na tesnilnih površinah. Kljub najboljšim črpalkam ni mogoče doseči optimalnega tlaka oz. razmer za sušenje. Časi sušenja naraščajo, ali pa se snovi sploh ne da osušiti do zahtevane stopnje vlažnosti.

Vedno je rezultat slaba kvaliteta impregnacije oz. slab izdelek.

3. Niso vse črpalke primerne za vse vrste impregniranja. Če ima npr. tekoči impregnant visok parni tlak (hlapna topila, razredčila), potem ne smemo uporabljati oljne rotacijske črpalke, ker takoj uničimo olje, ki ima sicer funkcijo mazanja in tesnjenja. V takem primeru je še najbolje uporabiti membranske črpalke ali tiste z vodnim obročem (pri nas jih izdeluje Litostroj), seveda pa je končni tlak, ki ga te črpalke dosežejo, precej višji od rotacijskih, torej tudi ne moremo pričakovati, da bo osušitev predmetov zares dobra.

Vakuumske impregnacijske naprave niso univerzalne, pač pa so zgrajene za vsak primer uporabe posebej, pri čemer projektanti upoštevajo vse zahteve kupca, med katere spadajo tako tehnične (vakuum, residualna vlaga, vrsta impregnanta, dovoljena temperatura pri pregrevanju, čas za eno impregnacijo itd) kot ekonomske (število impregniranih kosov na časovno enoto, poraba in vrsta dovedene energije) in ekološke (toksičnost impregnantov. Spomnimo se zloglasnega impregnanta za kondenzatorje PCB v Semiču).

Dr. Jože Gasperič,
Institut "J. Stefan",
Jamova 39, 61000 Ljubljana

Ob obletnici smrti prof. dr. Dušana Lasiča, pionirja slovenske elektronike in vakuumistike

LASIČ, Dušan (Gorica, 8.4.1908 - Vrsar, 4.2.1980), elektrotehnik. Diplomiral je 1933 na elektrotehniškem oddelku TF in doktoriral 1956 na TF v Ljubljani; 1941/42 se je izpopolnjeval na elektro tehniškem inštitutu Galileo Ferraris v Torinu. Od 1942 je bil vključen v NOB; sodeloval je s konstruktorjem radia Kričar Radom Luznarjem ter napisal priročnik za partizanske veziste in tehnike. Od 1943 je bil tehnični vodja partizanskih radijskih delavnic pri GŠ NOV in POS, od 1944 pa pri VS NOV in POJ na Visu in Beogradu. L.1946 je postal izredni, 1957 redni prof. na FE v Ljubljani. Bil je zaslužni profesor ljubljanske univerze.

Napisal je več učbenikov s področja elektronk, nelinearnih elementov, teorije elektronike in radijskih oddajnikov. Ustanovil je (1949) Inštitut za elektroniko pri FE, ki je pod njegovim vodstvom (1949-66) prerasel v Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko. Na njem se je uveljavil kot vodilni raziskovalec na področju vakuumskih elektronk in drugih elektronskih sestavnih delov. Bil je tudi prvi predsednik Jugoslovanskega komiteja za vakuumsko tehniko (1960-62). L.1978 je dobil Kidričevo nagrado (Enciklopedija Slovenije, knjiga 6, 1992, str 100).



Letos mineva 15 let od smrti doktorja znanosti, pionirja slovenske elektronike in vakuumistike ter prejemnika mnogih nagrad, profesorja elektrotehnike, Dušana Lasiča.

Otroška leta je preživel v sončni Primorski. Nacionalno zavednega očeta-sodnika so avstrijske oblasti preme-stile iz Gorice na Dunaj inkasneje v Gradec (sedaj Graz v Avstriji). Kasneje je oče postal član vrhovnega jugo-slovanskega sodišča v Zagrebu (član sedmerice). Z njim se je selila tudi družina. V slovensko šolo je stopil šele po zlomu Avstrije. Gimnazijo in fakultetni študij je končal z najvišjimi ocenami v Ljubljani.

Sledila so leta intenzivnega podiplomskega študija, ki ga je večji del opravil v svojstvu asistenta-volonterja na Tehniški fakulteti v Ljubljani in Italiji. Izbral si je zahtevno znanstveno področje vakuumске elektronike. Teme-ljito in vsestransko znanje in delovni zanos sta prispe-vala k originalni izvedbi polarne katodne elektronke, ki je bila osnova za kasnejše radarske zaslone. S tem se je takratni asistent Dušan Lasič povzpел v sam vrh evropske vakuumске elektronike.

Strm znanstveni vzpon in študij je prekinila druga sve-tovna vojna. Kot strokovnjak se je vključil v ilegalno delo v okviru radijskega sektorja 99d v partizanskih Starih Žagah, v katerih je zavzemal mesto tehničnega vodje in glavnega konstruktorja. Ohranjena in objavljena je bogata dokumentacija, ki zgovorno priča med drugim tudi o Lasičevem doprinosu v tej dobi naše zgodovine. Svojo strokovno kariero je nadaljeval v tehnični službi Vrhovnega štaba na Visu in po osvoboditvi Beograda pri postavitvi radijske postaje "Svobodni Beograd".

V prvem letu svobode je Dušan Lasič deloval v kranjski Iskri kot vodja razvojnega laboratorija. Vendar se je že jeseni 1946 ves posvetil uresničitvi načrta, ki ga je obli-koval že v Starih Žagah, t.j. realizaciji visokošolske učne baze za elektroniko. Zavedal se je, da je za skladno rast elektronske industrije nujno potrebno izšolati kadre in

jih hkrati usmerjati v raziskave in razvojno delo za industrijo. Pri tej zamisli ga je podpirala tedanja oblast, ki je Lasiču zaupala nalogo zgraditi objekt, v katerem naj se predvidi prostore za obe dejavnosti, za šolo in raziskovani inštitut.

Z vsem svojim žarom se je lotil tega posla. Med pripravi in samo graditvijo je Lasič v lesenih provi-zorijih zbral okrog sebe študente, ki so si morali za izvajanje laboratorijskih vaj sami izdelati vso potrebno opremo. Najboljše kadre, ki so se izkazali pri razvoju in izdelavi laboratorijske opreme, je postavljaj za asi-stente pri izvajanju pedagoške dejavnosti in obratno. Idejo o študiju ob delu je Lasič uresničeval že takrat v polni meri, pa tudi idejo "delo ob študiju!". Z ustano-vitvijo laboratorija pri odseku za šibki tok Fakultete za elektrotehniko, k čemur je mnogo pripomogel Inštitut za elektrovezve z R. Jančarjem, je prišlo tudi že do zaposlovanja. V prvi stalni zasedbi so bili: Viktor Bradač in Vadim Murašov kot redno nastavljena ter B. Zalokar, R. Kunaver, I. Marinček in A. Belič kot pomožni asistenti od sept. 1948 dalje. Nato so se pričeli pridruževati še drugi: Hodžar, Lah, Blenkuš, Gyergek, Jerič, Novak, Tavčar, Dekleva, Žagar, K. Kunaver, Pečnik, E. Kasky, Kos, Vrabl, Kontelj, Eržen, Kobe, J. in F. Horvat, Gas-perič, Martinc, Remih, Jerčič in tako naprej.

Na fakulteti je prof. Lasič prevzel dolžnost vodje katedre za elektroniko. Istočasno je postal znanstveni vodja raziskovalnih laboratorijev, ki so po nekaj letih prerasli v samostojni Inštitut za elektroniko.

Obe funkciji je opravljal z vso odgovornostjo in never-jetno zavzetostjo. To so bila leta obnove nove Jugo-slavije, leta blokade, ko je primanjkovalo vsega. Le idealistom Lasičevega kova je uspelo malone iz ničā ustvariti organizacijo, zagotoviti prostore, študijske po-goje in učne načrte. S svojim osebnim zgledom si je ustvaril popolno zaupanje sodelavcev in študentov, ki so z organiziranimi udarniškiimi akcijami in s srcem sledili svojemu profesorju. Imeli so ga radi in ga spo-

štovali. Bil je profesor visokih znanstvenih, moralnih in pedagoških kvalitet. Študentom se je bogato oddolžil s svojimi skripti, v katerih je znal prikazati znanstveno korektno in hkrati razumljivo logično kontinuiteto prehoda od vakuumskih elektron na polprevodnike in kasneje na mikroelektronska integrirana vezja.

Z enakim uspehom je oral ledino na raziskovalnem področju. Za cilj si je zastavil uresničitev ambicioznega programa: razvijati specialne elektronke, vključno z vsemi izdelavnimi tehnologijami. Osebnost se je lotil razvoja posebne elektronke za merjenje moči po svoji zamisli. S tem delom je dosegel naslov doktorja znanosti tehniških ved. Elektrotehniška zveza Slovenije ga je počastila s častnim članstvom.

Njegov program je v resnici predstavljal pravi projekt osvajanja celotnega spektra vrhunskih vakuumskih in drugih elektronskih tehnologij, ki ga je Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko (IEVT) v kasnejših letih uspelo prilagoditi in presaditi v množico industrijskih organizacij po vsej državi in tudi v inozemstvu.

Znancem, prijateljem in študentom, bo prof. Lasič ostal v živem spominu predvsem kot lik izjemnih človeških vrednot. Bil je velik patriot, humanist in prijatelj narave. Pristna, skoraj asketska skromnost in primorska kljubovalnost sta bili njegovi lastnosti, s katerima je osvajal sodelavce. V nasprotju z vehementno aktivnostjo v "službenih" disciplinah je vsak prosti trenutek izkoristil za beg proč od hrupa v svet intimnega doživljanja prirodnih lepote. Želja po tišini in miru ga je kot izrazitega samohodca spremljala po oddaljenih planinskih poteh in plezalnih podvigih z enako intenzivnostjo kot v prodiranju v neznana področja znanosti ali v pripravah za

pedagoško delo. Nekaj teh doživetij je lepo opisal v Planinskem vestniku.

Križem in počez je prehodil gorstva v Sloveniji, Bosni in Črni gori. Plezaril je po alpskih ostenjih pozimi in poleti. Na alpinističnih tečajih je učil mlajše, zlasti v tehniki plezanja po zaledenem skalovju.

Mnogo je slikal in fotografiral. Poznane so njegove risbe, ki jih je kot partizan z edinim risarskim pripomočkom - svinčnikom - risal, lačen, raztrgan in bos na poti skozi Bosno in Liko v Vrhovni štab na Visu. Največ jih je iz širnega okoliša Starih Žag. Zapustil je zbirko svojih akvarelov, album čudovitih fotografskih posnetkov planinske flore ter obsežen herbarij. Veljal je za velikega poznavalca cvetja. Vse to in mnogo drugih "konjičkov" je skrbno hranil v svojih omarah in le najbližjim prijateljem je kdaj pa kdaj odkril to plat svojega življenja.

Ob tolikih aktivnostih in razdajanju za napredek naše družbe je prof. Lasič komaj našel čas za svoja dva sinova, za družino. Tu ga je nadomeščala njegova nadvse razumevajoča življenjska tovarišica Jelka, ki mu je tudi sicer pomagala in sodelovala pri opisanem delu.

Osebnost, delo in življenjski slog profesorja Lasiča, so nam mlajšim, še aktivnim rodovom, lahko lep izziv, hkrati pa nam nalagajo dolžnost, da se mu oddolžimo. Vsi, ki se ga občudujemo in spoštljivo spominjamo, mu bomo postavili najlepši spomenik s tem, da bomo pri svojem delu sledili njegovemu zgledu.

Uredništvo

Poročilo o delovanju DVTS in o delu I.O. društva za obdobje med občinama zboroma 4.3.93 in 5.10.95.

V statutu, ki smo ga v zadnjem mesecu intenzivno pregledovali in dopolnjevali zaradi registracije po novem zakonu o društvih, je opredeljeno naše delovanje ter pravila in postopki za doseganje skupnih ciljev. Nekaj stavkov iz statuta o smislu našega obstoja.

DVTS je prostovoljno znanstveno-tehnično združenje strokovnjakov s področij vakuumске znanosti, tehnike in tehnologij, tankih plasti, vakuumске metalurgije, nanotehnologije, znanosti o površinah in fizike plazme. Cilj delovanja je pomagati Sloveniji, da bi bila na svoji poti med bolj razvite čim bolj uspešna. Svoje poslanstvo uresničujemo z naslednjimi aktivnostmi:

- organizacija domačih in mednarodnih znanstveno-strokovnih srečanj
- vzgojno izobraževalno delo
- izdajanje revije Vakuumist
- izdajanje strokovnih in poljudno znanstvenih knjig
- organizacija javnih predavanj, razstav, ekskurzij
- sodelovanje s sorodnimi organizacijami doma in v tujini
- obravnavanje pomembnih strokovnih, družbeno gospodarskih in drugih vprašanj v organih društva
- svetovalna dejavnost itd.

Trenutno stanje DVTS:

- 331 prejemnikov Vakuumista in posebej 13 knjižnic
- število članstva v zadnjih letih: 110-160; letos trenutno 116
- stalni odbori: uredniški in za izvedbo izobraževalnih tečajev
- občasni odbori: ekonomski, za izdajo knjig ter za organizacijo konferenc

- historiat: začetek delovanja 1958 (prof. Lasič, dr. Lah, prof. Kinsky), leta 1960 v okviru JUVAK sprejeto v mednarodno zvezo IUVSTA, od l. 1992 je DVTS samostojno vključeno v IUVSTA

IO je imel v omenjenem obdobju 17 sej (93 - 6, 94 - 7, letos 4) s povprečno udeležbo 8 članov. Ker so nekateri člani IO v tem času prenehali delovati, smo kooptirali nove, tako da dejavnost ni zamrla. Da smo bili zares zanimivi, je razvidno iz naslednjega spiska opravljenih aktivnosti:

- naša revija Vakuumist izhajala redno - 4-krat vsako leto
- izdali smo knjigo o vakuumski tehniki za srednješolske predavatelje z vajami (113 str, 300 izvodov)
- izvedli smo mednarodno konferenco (6th Joint Vacuum Conference) aprila 95 na Bledu
- izdali knjigo povzetkov za omenjeno konferenco
- gostili smo 73. sejo izvršnega odbora mednarodne zveze IUVSTA na Brdu, aprila 1995
- organizirali smo skupaj z IUVSTA mednarodno znanstveno delavnico: The Structure and Reactivity of Small Polyatomic Molecules on Surfaces, takoj po 73. seji tudi na Brdu
- nabavili dvostopenjsko črpalko Edwards za izvedbo vaj na tečajih
- tečaji:
 - osnove vakuumске tehnike, marec 94, junij 93
 - vzdrževalci: nov. 94

- za sr.š. predavatelje: sept. 93 in sept. 94
- srečanja Hrvaška-Slovenija:
 1. v Zagrebu 21.4.93,
 2. v Ljubljani 26.5.94, (47 udeležencev) in
 3. na Bledu 6.4.1995
- organizacija 13, 14 in 15. Slovenskega vakuumskega posvetovanja, oktobra 93, 94 in 95 v Portorožu v okviru konference o materialih in tehnologijah
- udeležba naših članov na kongresih v Haagu, Uppsali, Jokohami in drugod
- prispevki in teksti o društvu
 - v Presek o tečaju za sr.š.predavatelje
 - v Vakuumistu o prof. Lasiču
 - na USM vloga za pričetek urejanja slovenskih vak. standardov
 - na MZT, odd. za odnose s tujino, o naši dejavnosti
 - na strok. konferencah izlože o naših aktivnostih
- evidenca članstva je že povsem vnesena na računalnik
- aktivni smo v IUVSTA (Jenko, Zalar, v odborih mednarodne zveze)
- sodelovanje z EZS
 - na skupščinah in letnih srečanjih
 - posredovali smo jim podatke o društvu in o ekspertih za posamezna področja
- pridobitev zamenjave Vakuumista z nekaj revijami: Vzdrževalec, Varilna tehnika, Strokovni vestnik, Informatika in zaznan je interes še pri drugih
- pripravljeni so popravki in dopolnila statuta.

Med naštetimi aktivnostmi moramo posebej poudariti uspešno izvedeno mednarodno vakuumsko srečanje 6th joint vacuum conference, letos, aprila na Bledu, ki je po Portorožu leta 88 spet dvignila ugled ne le našega Društva ampak tudi Slovenije. Ob tej priložnosti hvala vsem, ki ste sodelovali osebno, še posebej pa dr. Moniki Jenko, ki je tokrat nosila breme celotne odgovornosti; zahvala gre tudi institucijam, ki so moralno in finančno podprle to strokovno manifestacijo (med njimi najbolj MZT, IMT). Zelo pomembna izkaznica za našo stroko v slovenski znanstveno-tehniški sferi je Vakuumist, ki se je iz glasila DVTS "prelevil" v strokovni časopis, ki povezuje naša strokovna področja in nas razveseli vsake 3 mesece. Zanj sedaj že 3. leto prejemamo dotacijo od MZT in 2. leto nekaj od MŠŠ. V finančno skromni situaciji nam to pomeni veliko moralno podporo pri dejavnosti, ki jo z veliko dobre volje urednika dr. Petra Panjana izvajamo, ne da bi pri tem kdo kaj zaslužil.

Število tečajev je zelo padlo; pozna se znižana raven stanja gospodarstva v Sloveniji in skoraj ni več dotoka sredstev s tega naslova, kar je bilo običajno še pred 6 ali 8 leti. Zato smo se usmerili na pridobivanje reklame, tako da v naše glasilo slika tudi za razstave, ki spremljajo strokovna srečanja. Nudimo 20% od reklame vsakemu, ki jo uspe pridobiti. Tudi tu si moramo na žalost pomagati z nestrokovnimi dejavnostmi, da lahko izvajamo akcije za naše osnovne cilje, za širjenje znanja in stroke. Z institutom IEVT, kjer imamo sedež in kjer organiziramo tečaje, sodelujemo obojestransko. V naslednjem letu bomo dodatno opremili laboratorij v kleti. Želimo, da bi se simbioza ohranila in da bi Institutu uspelo prebroditi ekonomsko in organizacijsko krizo.

Naša želja za bodočnost je tudi, da bi porasla zavest članov; naše glasilo, ki naj bi ga dobili samo člani, prejema namreč precej več vakuumistov po Sloveniji, kot pa jih plača članarino. Nujno je tudi, da bi se aktivneje vključilo več članov v sodelovanje pri društvenih akcijah. Zaželjena je vsaka pobuda ali predlog, ki bi pripomogel k nadaljnjemu razvoju naše panoge in k dvigu splošnega ali specialnega vakuumskega znanja v Sloveniji.

Predlagam, da sprejememo naslednji plan dela do konca 1996:

- Vakuumist 4-krat letno

- organizacija tečajev; vsakega bomo razpisali 2-krat letno:
 - za vzdrževalce
 - osnove vakuumске tehnike
 - za srednješolske predavatelje
- priprava novega tečaja (možnosti: o analizi površin, o "leak" detekciji, vakuumski higieni ali konstruiranju vakuumskih sistemov)
- obnova in ponatis knjige Osnove vakuumске tehnike
- izdaja knjige za vzdrževalce vak. naprav
- delovanje naših predstavnikov v organizaciji IUVSTA
- sodelovanje z društvi sosednjih držav
- 16. slovensko vakuumsko posvetovanje jeseni 1996
- stiki s hrvaškim društvom, 4. rečanje v Zagrebu (verjetno spomladi 96)
- podpiranje udeležbe članstva še na drugih konferencah
- strokovne ekskurzije - oktobra v VARIANU v Torinu; predlogi za 1996: Sinhrotron, SAES, Italija, Tungstam, Madžarska, MG-Ruše, ACRONI, Jesenice, N.E. Krško
- nadaljevanje urejanja laboratorija za vaje
- nakup diapozitivov IUVSTA za izobraževanje
- vsaj eno javno poljudno strokovno predavanje (morda s strokovnjaki tuje firme in morda v okviru občnega zbora)
- morebitne dodelave statuta in registracija DVTS po novem zakonu
- nadaljevanje stika s fakultetami (Maribor ERI, nova NFT, Strojna fakulteta v Ljubljani itd.)
- izdaja prospekta oz. plakata o društvu
- izdelati in sprejem pravilnikov:
 - o nagradi (Kanskyjevi) za mlade raziskovalce
 - o uredniškem odboru
 - o častnih in zaslužnih članih
- podpora aktivnostim za standardizacijo in ustanovitvi nacionalnega merilnega laboratorija za podtlake
- pridobivanje sponzorjev - tudi tujih - in oglaševalcev za našo revijo
- zamenjavo revij, razširitev tudi na tuje revije
- prizadevanje, da se vsaj en Slovenec prijavi za Welchevo štipendijo
- povečati število članstva, rednega in kolektivnega (stiki s podjetji)
- vklopiti mlajše in nove sodelavce v aktivnosti DVTS
- izdelati koledarski plan naših aktivnosti z vpisanimi bodočimi vakuumskimi dogodki v svetu
- izvesti občni zbor 1996

Vse našete in morda še kake druge aktivnosti bomo izpeljali s čim manjšimi sredstvi, seveda pa brez njih ne gre. Zato planiramo tudi finance; predvidevamo naslednje dohodke in odhodke.

DOHODKI
tečaji
razstave na posvetovanjih
dotacije MZT in MŠŠ za Vakuumista
sponzorji
reklamni oglasi v Vakuumistu
reklamni oglasi v knjigah, ki jih bomo izdali članarino

ODHODKI
priprava novega tečaja
Vakuumist - tisk, dela
predavatelji na tečajih
priprava in tisk knjig
nagrada mladim razisk.
izboljšave vaj in kompleta
eksperimentalne opreme
diapozitivi IUVSTA

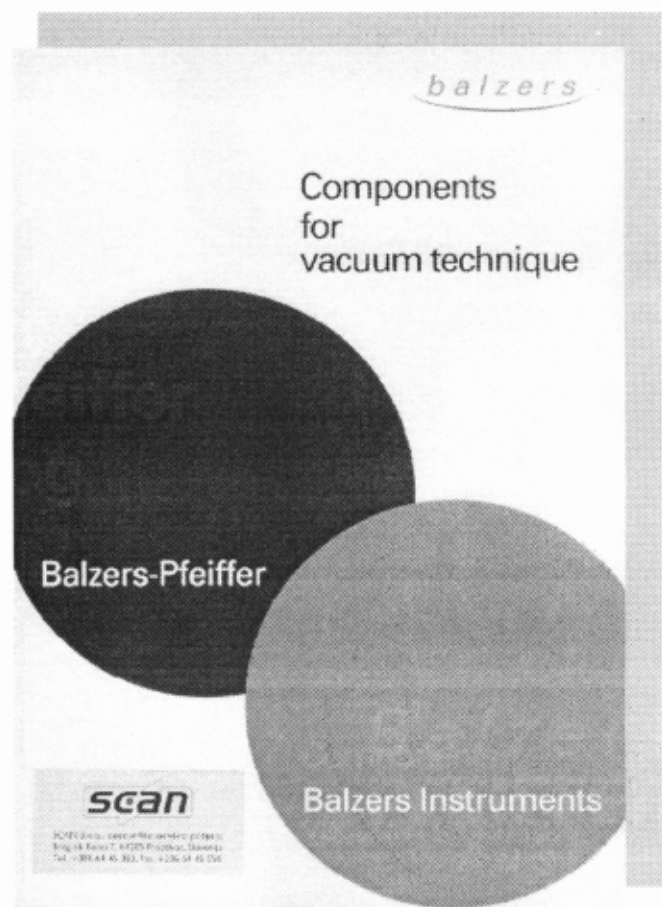
Na koncu tega poročila se zahvaljujem za trud in sodelovanje vsem članom I.O. pa tudi drugim, ki se niso pomišljali spoprijeti s pogosto suhoparnimi opravili in so za naše akcije žrtvovali marsikatero svojo prosto uro.

Predsednik DVTS,
mag. Andrej Pregelj

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

Highlights:

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



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

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

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

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



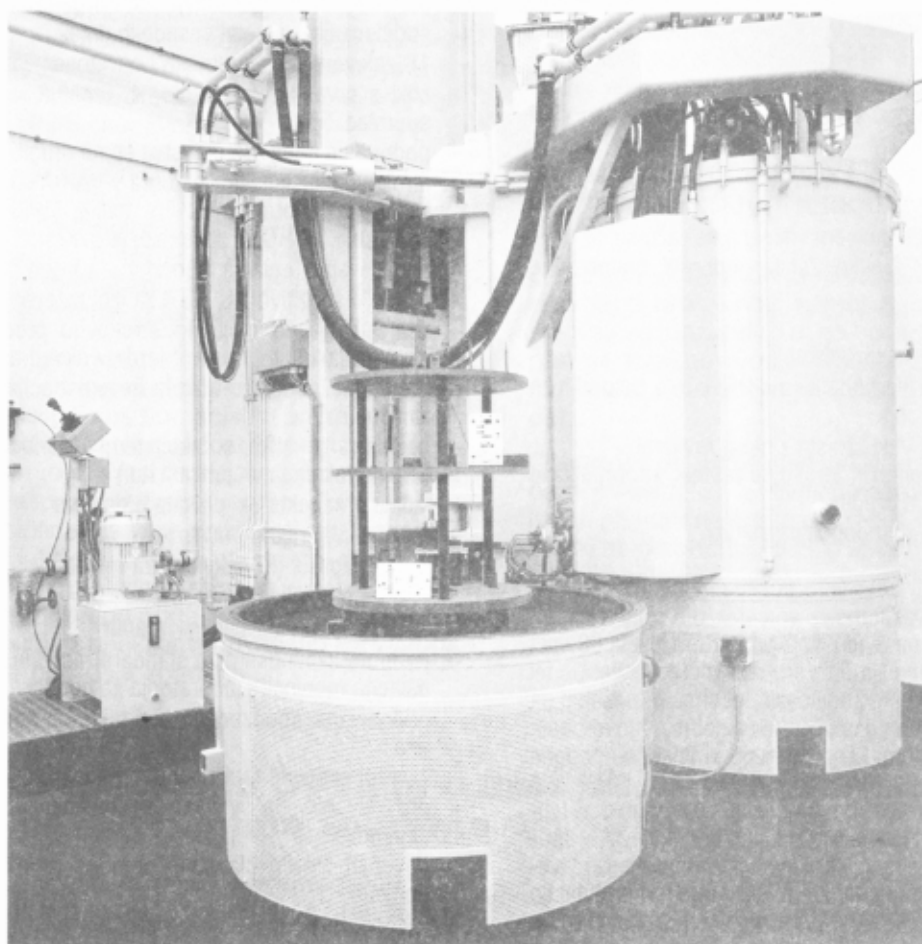
INŠTITUT ZA KOVINSKE MATERIALE
IN TEHNOLOGIJE p.o.

INSTITUTE OF METALS
AND TECHNOLOGIES

61000 LJUBLJANA, LEPI POT 11, POB 431,
SLOVENIJA

Telefon: 061 1251-161 Telefax: 061 213-780

NITRIRANJE V PULZIRAJOČI PLAZMI



Peč za nitiranje v pulzirajoči plazmi

Nitriranje v pulzirajoči plazmi je najsodobnejši postopek firme METAPLAS IONON, imenovan IONIT, ki se uporablja za utrjevanje površin orodij in strojnih delov.

ZNAČILNOSTI POSTOPKA:

- nitiranje legiranih jekel, zlitin, prahov in lahkih kovin
- nadzorovana rast nitridnih plasti, ki so trdne in duktilne
- široko območje temperatur nitiranja: 400-900 °C
- kratek čas segrevanja do temperature nitiranja
- učinkovito ionsko jedkanje visokolegiranih jekel
- delno nitiranje orodij ali strojnih delov
- zanemarljive dimenzijske spremembe, visoka stopnja ponovljivosti
- draga končna mehanska obdelava ni potrebna
- temperaturni program peči lahko prilagodimo posameznim materialom
- uporabnost za posamezne in serijske izdelke
- nalaganje na osnovno ploščo komore ali ogrodje
- okolju prijazen in energijsko varčen postopek
- največje dimenzije orodij in strojnih delov: premer 600 mm, višina 1000 mm
- največja masa vložka 400 kg

IMT - CVT & KTO

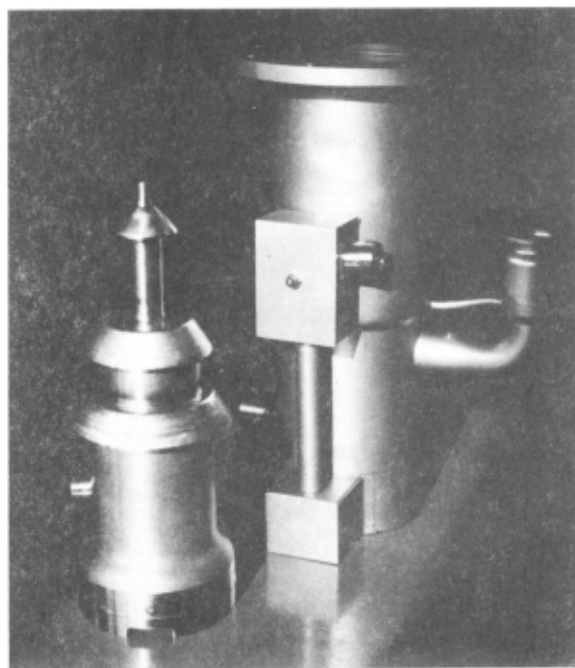
Lepi pot 11

61000 Ljubljana, Slovenija



VAKUUMSKI SISTEMI IN KOMPONENTE

**Vaš
partner
za
visoke
tehnologije**



Nudimo vam izdelke in storitve:

- projektiranje in izdelava vakuumskih sistemov
- vakuumske črpalke, merilnike in standardne elemente za vgradnjo (ventili, povezovalni elementi z različnimi prirobnicami)
- konstruiranje in izdelavo specialnih vakuumskih elementov iz nerjavnega jekla
- specialna varjenja (TIG, mikroplazma, laser, točkovno varjenje) in obdelavo površin po varjenju
- leak detekcijo s He po varjenju v laboratoriju ali pri naročniku
- zagon, vzdrževanje in servis vakuumskih sistemov in naprav
- strokovno svetovanje na področju vakuumistike
- dodatno izobraževanje vaših strokovnjakov (tečaji vakuumske tehnike skupaj z DVTS)



**INŠTITUT
ZA ELEKTRONIKO
IN VAKUUMSKO
TEHNIKO**

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

MEDIVAK

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

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

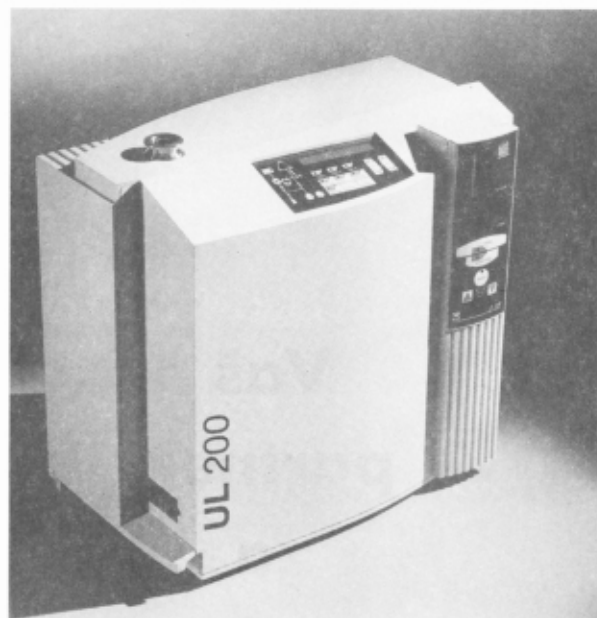
HITRA POMOČ V TEŽAVAH

ODKRIVANJE NETESNOSTI

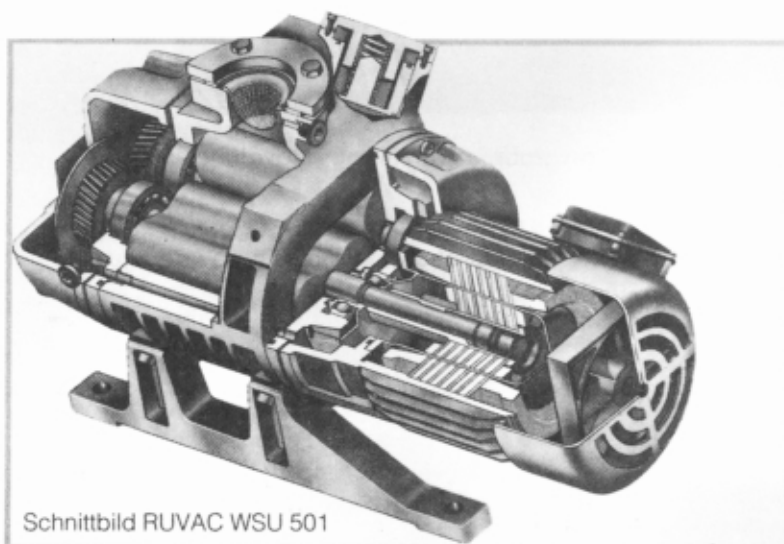
Helijski masni spektrometer UL 200

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

IZPOSOJA VAKUUMSKIH ČRPALK LEYBOLD



24 URNI SERVIS



Schnittbild RUVAC WSU 501

- vakuumskih črpalk
- analiznih aparatov
- odkrivanje netesnosti

IZOBRAŽEVANJE

S področja

ODKRIVANJE NETESNOSTI POPRAVILA ČRPALK

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

MEDIVAK

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

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

**ZASTOPSTVO
SERVIS
SVETOVANJE**

LEYBOLD

SPECTRO

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

PRODAJNI PROGRAM "LEYBOLD"

Vakuumske črpalke

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

Vakuumski črpalni sistemi

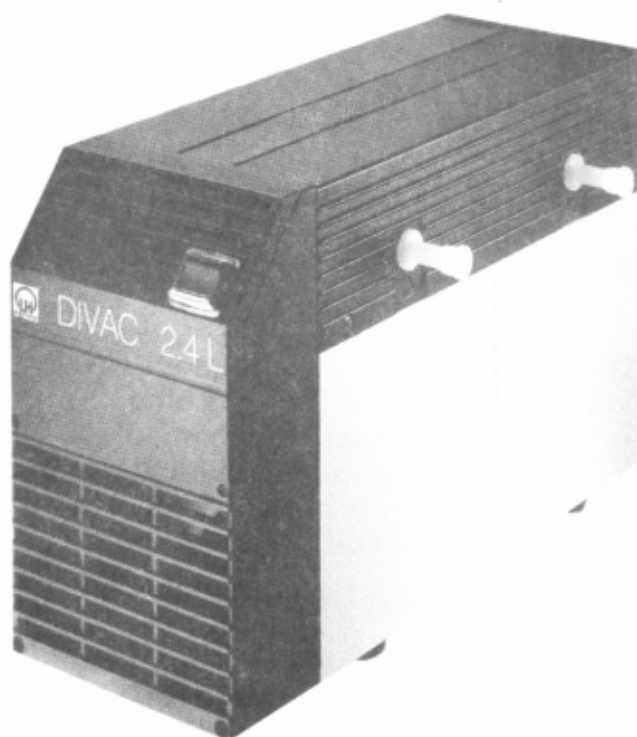
- za kemijsko in drugo industrijo

Vakuumski ventili

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

Vakuumski elementi in prirobnice

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



Mehanske in električne prevodnice Merilniki vakuuma in kontrolni instr.

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

Procesni regulatorji

Detektorji netesnosti (puščanja)

- Helijski in freonski detektorji

Masni spektrometri s priborom

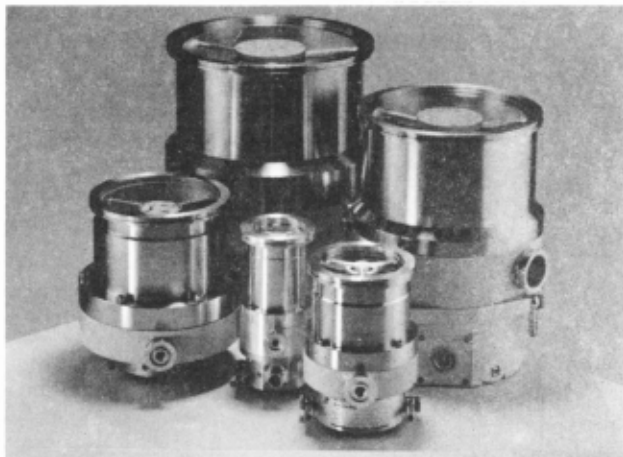
Vakuumska olja, masti, rezervni deli





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

Zahtevajte nov, brezplačen katalog vakuumskih komponent BALZERS-PFEIFFER!

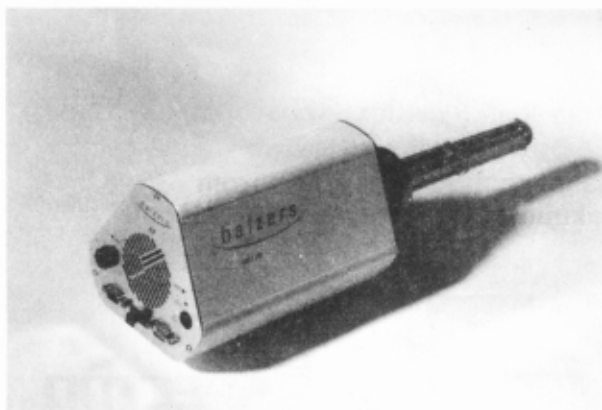
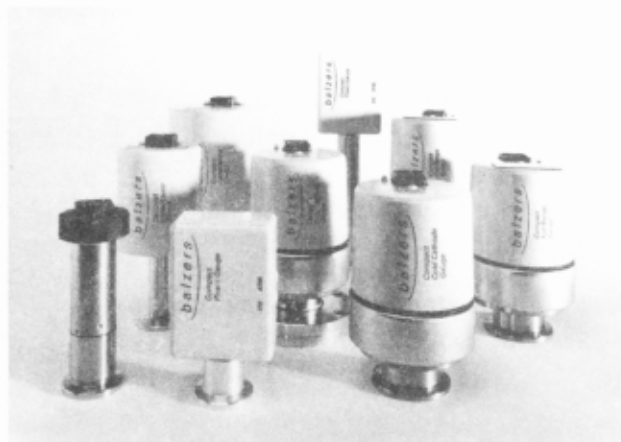


V katalogu so opisani novi proizvodi kot npr.:

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

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

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



Predstavljamo še analitski sistem za zagotavljanje kvalitete in nadzorovanje procesa.

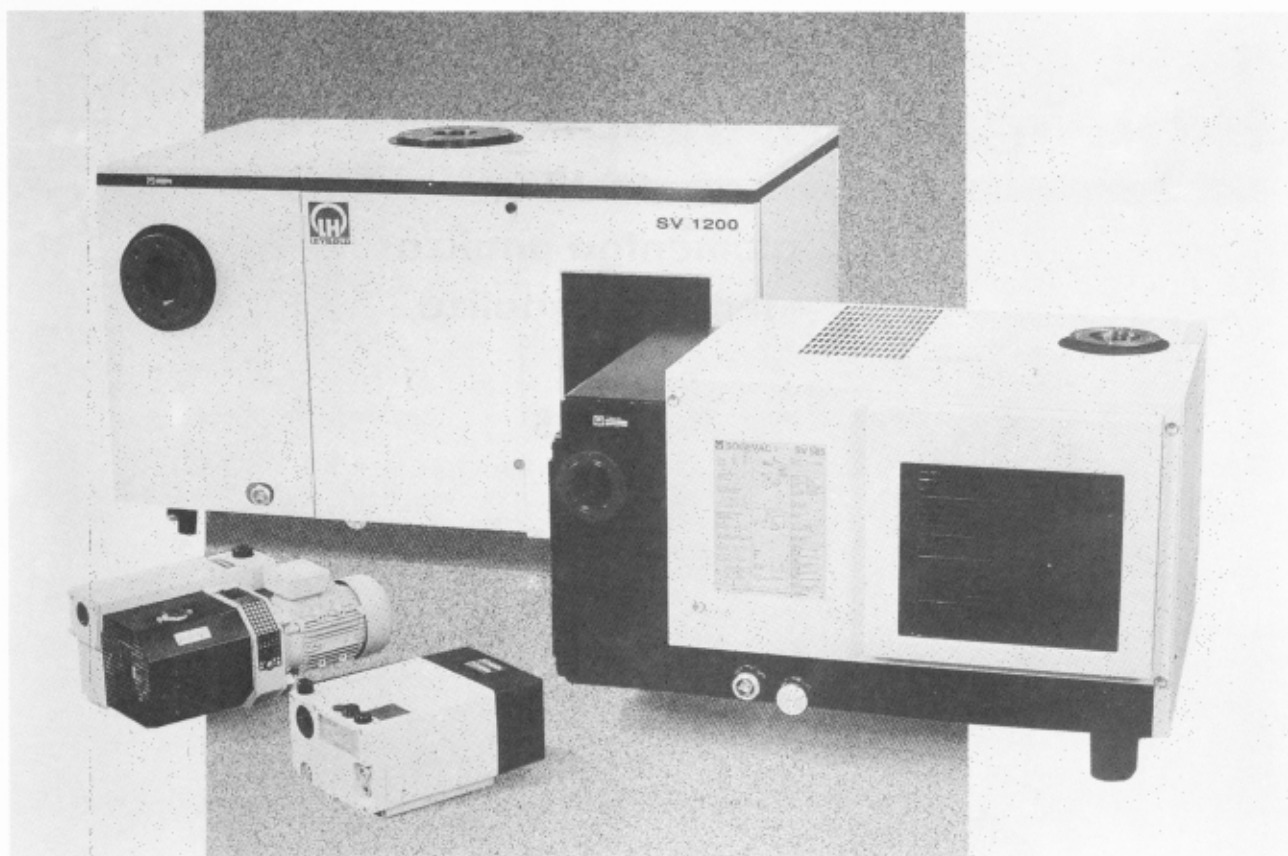
Scan d.o.o.
Breg ob Kokri 7
SI-64205 Preddvor
Tel.: +386 64 45 383
Fax: + 386 64 45 050

MEDIVAK

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

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

VAKUUMSKE ROTACIJSKE ENOSTOPENJSKE ČRPALKE **SOGEVAC**



Tehniški podatki

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

Zelo tiho delovanje

Vsebnost olja v izpuhu 0,0001%

Kompaktna konstrukcija

Velika črpalna hitrost

Enostavno vzdrževanje

Zagotovljen servis

Uporaba

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

PERKIN ELMER

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



KemoAnalitika

družba z omejeno odgovornostjo
zastopstvo Perkin Elmer za Slovenijo
Štrekljeva 3, Ljubljana

tel. 061 / 125 03 15, 061 / 125 11 05
fax 061 / 125 11 10