

ICONISMCUS XI



Fig. IV.

# VAKUUMIST

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



Fig. V.

LJUBLJANA, DECEMBER 2000

ISSN 0351-9716

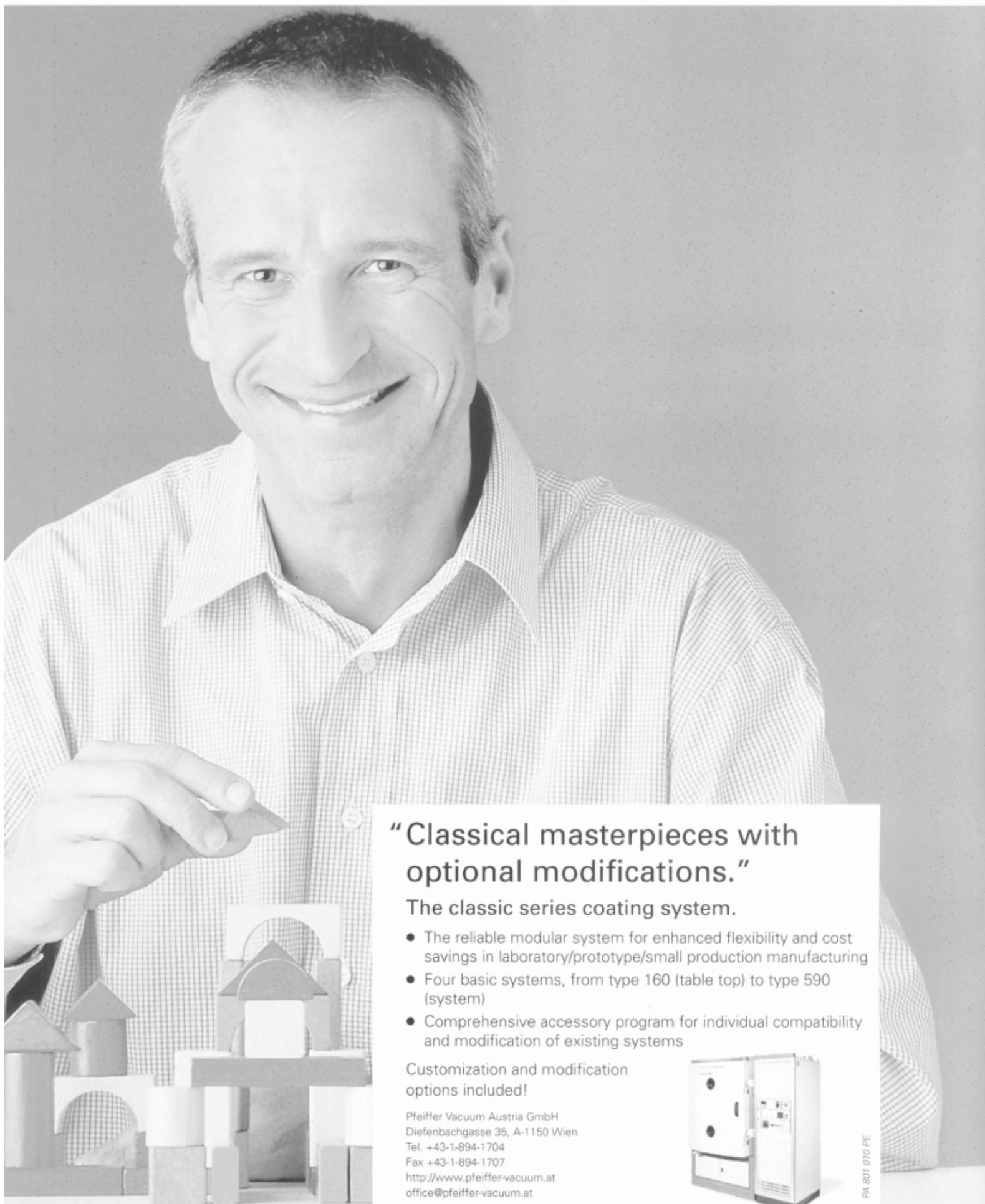
LETNIK 20, ŠT. 3-4, 2000

UDK 533.5.62:539.2:669-982



SCAN d.o.o. zastopniško servisno podjetje  
Breg ob Kokri 7, 4205 Preddvor, Slovenija  
Tel.: 04 27 50 200, Fax: 04 27 50 540,

PFEIFFER  VACUUM



## “Classical masterpieces with optional modifications.”

The classic series coating system.

- The reliable modular system for enhanced flexibility and cost savings in laboratory/prototype/small production manufacturing
- Four basic systems, from type 160 (table top) to type 590 (system)
- Comprehensive accessory program for individual compatibility and modification of existing systems

Customization and modification options included!

Pfeiffer Vacuum Austria GmbH  
Diefenbachgasse 35, A-1150 Wien  
Tel. +43-1-894-1704  
Fax +43-1-894-1707  
<http://www.pfeiffer-vacuum.at>  
[office@pfeiffer-vacuum.at](mailto:office@pfeiffer-vacuum.at)



PA 801 010 PE

## VSEBINA

Merjenje adhezije tankih plasti (M. Čekada)

Razelektrivna optična spektroskopija (GDOES) (P. Šmid)

Vpliv vakuumskega merilnika na tlak in sestavo preostale atmosfere (V. Nemanič, B. Zajec)

Zgodovina ionske implantacije (S. Južnič)

Uporaba vakuumske tehnike v sodobni industriji (P. Panjan)

NASVETI - Kriočrpalke Polycold za črpanje vodnih par (T. Kralj, P. Panjan)  
Večstopenjska plinska ejektorska črpalka (J. Gasperič)

IN MEMORIAM

NOVICE - OBVESTILA

*Srečno novo leto 2001!*

### Obvestilo

Naročnike Vakuumista prosimo, da čim prej poravnate naročnino za leto 2000.

Cena štirih števil, kolikor jih bo izšlo v letu, je 2000,00 tolarjev.

### SPONZORJI VAKUUMISTA:

- **Ministrstvo za znanost in tehnologijo**
- **Ministrstvo za šolstvo in šport**
- **PFEIFFER Vacuum Austria GmbH**

### VAKUUMIST

- Izdaja Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije
- Glavni in odgovorni urednik: dr. Peter Panjan
- Uredniški odbor: mag. Andrej Demšar, dr. Jože Gasperič (urednik za področje vakuumske tehnike in sistemov), dr. Bojan Jenko, dr. Monika Jenko (urednica za področje vakuumske metalurgije), dr. Stanislav Južnič, dr. Janez Kovač, dr. Ingrid Milošev, dr. Miran Mozetič, dr. Vinko Nemanič, Marjan Olenik, dr. Boris Orel, mag. Andrej Pregelj, dr. Vasilij Prešern in dr. Anton Zalar
- Lektor: dr. Jože Gasperič
- Korektor: mag. Miha Čekada
- Naslov: Uredništvo Vakuumista, Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 1000 Ljubljana, tel. (061)177 66 00
- Elektronska pošta: DVTS.group@guest.arnes.si
- Domača stran DVTS: <http://www2.arnes.si/guest/ljdvts/index.htm>
- Številka žiro računa: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, 50101-678-52240
- Oblikovanje naslovne strani: Ignac Kofol
- Grafična obdelava teksta: Jana Strušnik
- Tisk: Littera picta, d.o.o., Rožna dolina, c. IV/32-36, 1000 Ljubljana
- Naklada 400 izvodov

## MERJENJE ADHEZIJE TANKIH PLASTI

Miha Čekada, Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, Ljubljana

### Measurement of Thin Film Adhesion

#### ABSTRACT

A short summary on the physical background of thin film adhesion is given. In the second part, ten methods of adhesion measurement are briefly described with short comments on their applicability.

#### POVZETEK

Podan je kratek opis fizikalnih osnov adhezije (oprijemljivosti) tanke plasti na podlago. V drugem delu pa je na kratko opisanih deset metod merjenja adhezije s kratkimi komentarji uporabnosti.

### 1 Uvod

Adhezija (oprijemljivost) je definirana kot stanje, v katerem se dve površini držita skupaj zaradi kemijskih vezi ali mehanske prepletенosti /1/. Nasprotno od kohezije, kjer gre za povezavo v enem materialu, je adhezija vez med dvema različnima materialoma. Čeprav je adhezija eden najpomembnejših parametrov sistema podlaga-tanki plast, pa je še vedno slabo poznana, zato ji pogosto posvečajo premalo pozornosti. Dejstvo pa je, da še tako dobre lastnosti tanke plasti (mehanske, električne, optične) izgubijo vso veljavo, če je adhezija slaba, torej, če se začne plast luščiti.

Adhezija ni elementarna fizikalna količina, temveč skupček več lastnosti. Na atomskem nivoju je sicer dobro definirana, toda povezava z makroskopsko adhezijo, torej tisto tehnološko zanimivo, je še precej meglena. Zato nekateri avtorji razlikujejo dva pojma: "osnovna adhezija" na atomskem nivoju in bolj fenomenološka "praktična adhezija" /2/.

### 2 Fizikalno-kemijsko ozadje adhezije

S termodinamskega stališča je odločilno delo  $W_a$  (adhezijsko delo), ki je potrebno, da ločimo dve fazi v stiku. Omejili se bomo na sistem podlaga-plast:

$$W_a = \gamma_s + \gamma_f - \gamma_{fs}$$

kjer sta  $\gamma_s$  in  $\gamma_f$  specifični površinski energiji podlage in plasti,  $\gamma_{fs}$  pa energija meje. Če je delo pozitivno, se podlaga in plast privlačita (adhezija), če je negativno, pa odbijata (dehezija). Veliko adhezijo, tj. veliko adhezijsko delo, bomo dosegli, če sta v stiku dva materiala z visoko specifično površinsko energijo, npr. dve kovini z visokim tališčem. Enakomerna rast tanke plasti z velikim številom nukleacijskih centrov kaže na močne kemijske vezi med podlago ter plastjo in adhezija nastalega sistema bo dobra. Nasprotno pa pri otočkasti rasti pričakujemo slab stik in morebiti še nastanek por na meji, adhezija pa bo slaba /3/.

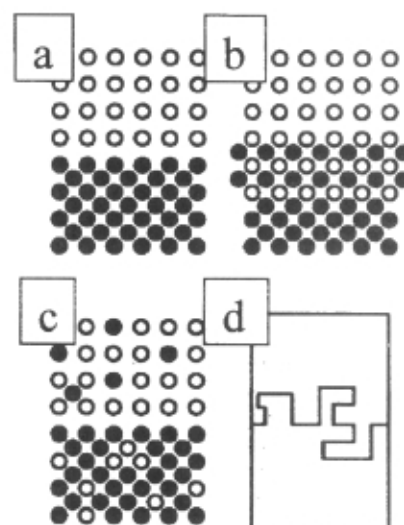
Ključnega pomena je, kakšen je prehod med podlago in plastjo. Razlikujemo štiri tipe mej (slika 1):

- Za ostro mejo je značilen jasen prehod med podlago in plastjo, širok eno ali dve atomski plasti. Tak prehod je posledica šibkih interakcij med atomi podlage in plasti. Zaradi ostrega prehoda so na-

pake omejene na ozko področje meje, gradienti napetosti so veliki, zato je adhezija slaba. Poboljšamo jo lahko, če povečamo hrapavost podlage.

- Spojinska meja nastane, kadar pride med podlago in plastjo do kemijske reakcije in tvorbe spojine na meji. Nastanek vmesne plasti sicer v splošnem izboljša adhezijo, če je ta plast dovolj tanka. Pogosto pa nastanek vmesne plasti spremljajo volumske spremembe, kar močno poveča notranje napetosti in poslabša adhezijo.
- Do difuzijske meje pride, če sta materiala podlage in plasti medsebojno topna. Prehod iz podlage v plast je zvezen in adhezija takega sistema je dobra. Toda pogosto je temperatura nanosa tanke plasti prenizka, da bi prišlo do zaznavne difuzije. Lahko pa z ionskim obstreljevanjem pripravimo t.i. psevdodifuzijsko plast, ki ima podobne lastnosti.
- O mehanski meji govorimo, kadar je površina podlage groba, tako da se plast preplete preko površinskih nepravilnosti, ki tako delujejo kot nekakšna mehanska sidra. Adhezija ni toliko odvisna od kemijske kompatibilnosti materialov, temveč od geometrije. Tak spoj je trden.

Stanje površine pred nanosom tanke plasti močno vpliva na adhezijo. Poleg mehanskega in kemičnega čiščenja je pri vakuumskih postopkih potrebno še ionsko očistiti površino. Kot rečeno, lahko neravnine in defekti na površini poboljšajo adhezijo zaradi mehanskega zamreženja plasti v podlago. Po drugi strani pa se lahko na raznih defektih lokalno močno povečajo napetosti. Če je omakanje slabo, nastanejo pore, ki



Slika 1: Štiri tipi meje med podlago in plastjo:

- ostra
- spojinska
- difuzijska
- mehanska

lahko pri obremenitvah rastejo. Tudi nečistoče in meje med zrnji lahko olajšajo nastanek razpok. Vse to poslabša adhezijo. Če se podlaga in plast močno razlikujeta v mrežnem parametru, kristalni strukturi, termičnem raztežku ipd., to slabo vpliva na adhezijo. V tem primeru je bolje pripraviti vmesno (psevdo)difuzijsko plast ali celo posebno plast nekega tretjega materiala, npr. pred nanašanjem TiN na jeklo nanese še tanko plast čistega titana.

### 3 Nukleacijske metode merjenja

Odlučenje plasti od podlage si lahko predstavljamo kot pretrganje vseh vezi med atomi plasti in podlage. Tako lahko vsaj v principu določimo adhezijo iz meritve adsorpcijske energije atoma plasti na podlagi. Take meritve so zahtevne in za industrijsko uporabo neprimerne, saj merimo v uvodu omenjeno "osnovno adhezijo". Na razpolago je več metod, kjer merimo hitrost nukleacije, gostoto otočkov, kritično kondenzacijo in čas, ki ga atom prebije na površini /4/. Adhezijsko energijo lahko določimo tudi termično, z merjenjem sproščene toplote pri kemični ločitvi plasti od podlage, vendar so take meritve že na meji ločljivosti mikrokolorimetrov in zato za praktično delo neuporabne /5/.

### 4 Mehanske metode merjenja

Mehanske metode merjenja so primerjalnega značaja. Zasedujemo, pri kakšnih razmerah se zgodi neka značilna poškodba plasti (pogosto kar odlučenje), in rezultat primerjamo z že znanimi za referenčne plasti. Čeprav ima rezultat meritve pri nekaterih metodah enoto MPa, nas to ne sme zavesti, češ da smo izmerili neko absolutno trdnost spoja. Izmerili smo adhezijsko trdnost v danih razmerah preskusa. Rezultat meritve pri pravokotnem potegu se lahko bistveno razlikuje od tistega pri strižnem. Mehanske metode merjenja adhezije so večinoma destruktivne ter orientirane v čim lažjo praktično uporabo in ne v fizikalno ozadje; merimo torej "praktično adhezijo". V grobem jih lahko delimo v dve skupini, in sicer lahko plast obremenimo pravokotno (metode 4.1 - 4.4) in prečno na podlago (metode 4.5 - 4.10).

#### 4.1 Pravokotni poteg (*direct pull-off*)

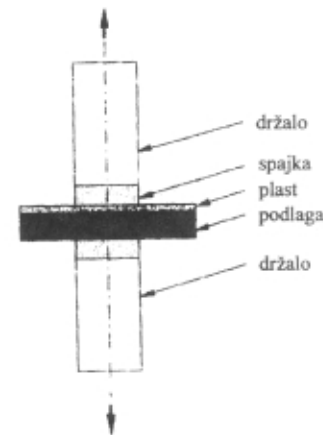
Najbolj direkten način merjenja adhezije je, da poskušamo pravokotno razkleniti podlago in plast. V ta namen na podlago prispajkamo držalo, posebej pa še na plast, in merimo silo, pri kateri plast odtrgamo (slika 2). Kljub enostavnosti na prvi pogled je metoda omejena s trdnostjo spajke (do največ 100 MPa), nevarnostjo, da spajka poškoduje mejo med plastjo in podlago, poskrbeti pa je treba za čim bolj vzporedno obremenitev. Namesto večje površine lahko nanjo prispajkamo le žico (*wire-pull test*).

#### 4.2 Preskus z ultracentrifugo

Pri tej metodi vzorec vrtimo pri zelo visokih obratih (do 100.000/min) v vakuumu. Pri dovolj velikem številu obratov je centrifugalna sila večja od adhezijske in plast odstopi. Tako lahko adhezijsko trdnost direktno izmerimo:

$$\sigma_a = 4\pi^2 n^2 r \rho t$$

kjer je  $n$  frekvenca (število vrtljajev na sekundo),  $r$  oddaljenost vzorca od osi vrtenja ter  $\rho$  in  $t$  gostota oz. debelina plasti. Metoda nima široke uporabe.



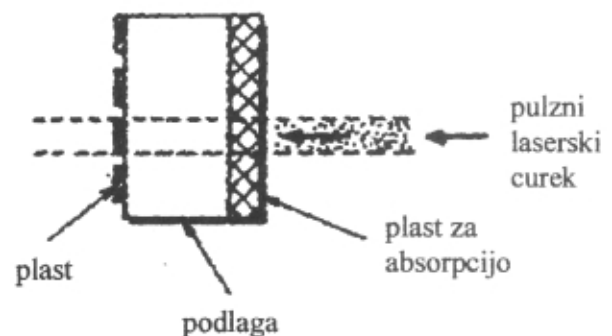
Slika 2: Pravokotni poteg

#### 4.3 Ultrazvočni (kavitacijski) preskus

Uporaba ultrazvočne kopeli je ena standardnih metod čiščenja površin, s katero odstranimo adsorbirane nečistoče. Isti princip lahko uporabimo za merjenje adhezije, le da so sile, ki vežejo plast na podlago, večje. Zaradi hitrih sprememb smeri pri ultrazvočnih frekvencah pride do močnih sil, pravokotno na površino vzorca. Plast se začne gubati, nastajajo mehurčki, ki rastejo in ko dosežejo kritično velikost, počijo. Stanje površine po takem preskusu nam da informacijo o adheziji.

#### 4.4 Metoda udarnih valov

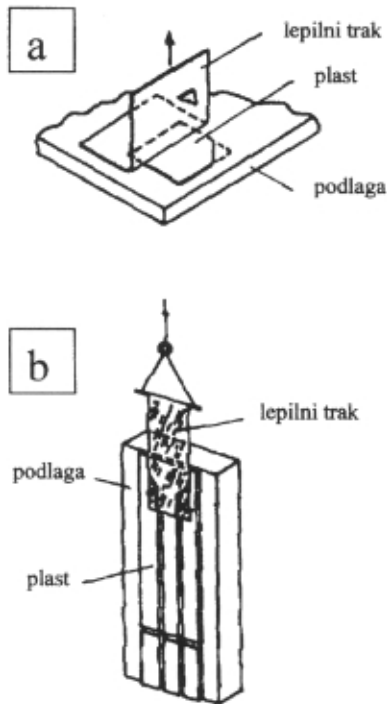
Pri tej metodi z močnim laserskim snopom posvetimo na vzorec od zadaj, to je na podlago. Tanek sloj na površini podlage v trenutku odpari in nastane udarni val (slika 3). Le-ta se širi po vzorcu in se na drugi strani, kjer je tanka plast, odbije. Če so pri tem natezne napetosti dovolj velike, se plast odluči. Meritev poteka tako, da moč laserja počasi večamo (delovati mora pulzno) in opazujemo, pri kateri moči se začne plast luščiti, kar je mera za adhezijo. Namesto laserja lahko uporabimo tudi elektronski curek ali mehanski sunek.



Slika 3: Metoda udarnih valov. Če je podlaga prozorna, je treba na zadnjo stran podlage nanesti še plast, ki absorbira svetlobo.

#### 4.5 Metoda lepilnega traku (*Scotch-tape method*)

Eden najstarejših in najenostavnejših načinov preizkušanja adhezije je z lepilnim trakom. Prilepimo ga na plast in sunkovito potegnemo. Čeprav je metoda zelo primitivna, lahko na ta način, če se plast odtrga, takoj izločimo defektni vzorec. Metoda je tudi standardizirana, kjer je poleg lepila določena še geometrija in dinamika preskusa (slika 4). Uporabna je za slabše oprijemljive plasti z adhezijsko trdnostjo do 10 MPa.



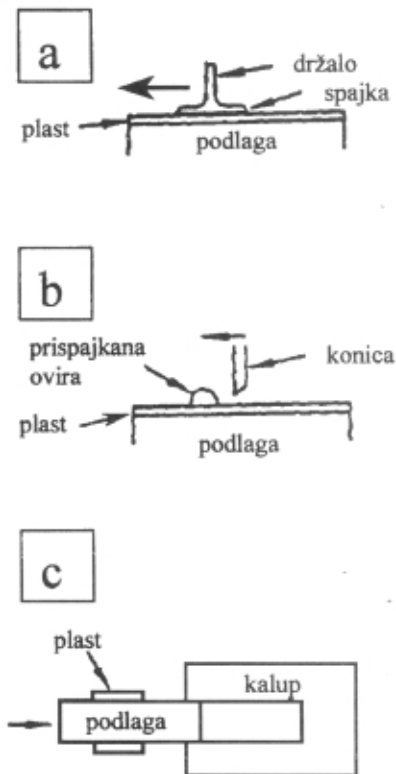
Slika 4: Metoda lepilnega traku:  
a) princip delovanja  
b) standardizirana izvedba - plast je narezana na segmente

#### 4.6 Strižni preskusi

Pri strižnih preskusi sistem obremenimo prečno na podlago (strižno) in merimo obremenitev, pri kateri plast odstopi. Obstajajo tri izvedbe, ki so podobne metodi direktnega potega, le da je obremenitev namesto natezne strižna (slika 5): (a) na plast prispajkamo držalo in ga vlečemo v smeri, vzporedno s podlago; (b) na plast prispajkamo oviro in jo poskusimo odtrgati s konico, obremenjeno vzporedno s podlago; (c) plast nanese na del podlage in jo poskusimo odlučiti s konico, ki drsi po podlagi (primerno za debelejšje plasti).

#### 4.7 Preskus razenja (*scratch test*)

Preskus razenja je verjetno najbolj razširjena metoda za merjenje adhezije tankih plasti. Razlog je preprosta uporaba, ki ne zahteva nobene posebne predpriprave, in relativno dobra ponovljivost. Na tržišču je veliko avtomatiziranih naprav, ki omogočajo enostavno izvedbo tega preskusa.



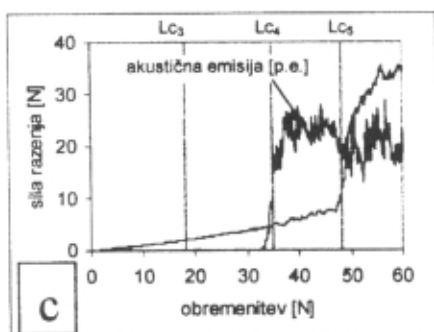
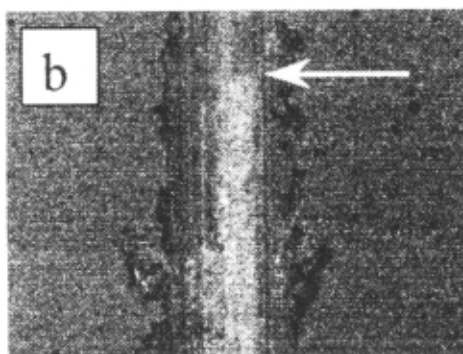
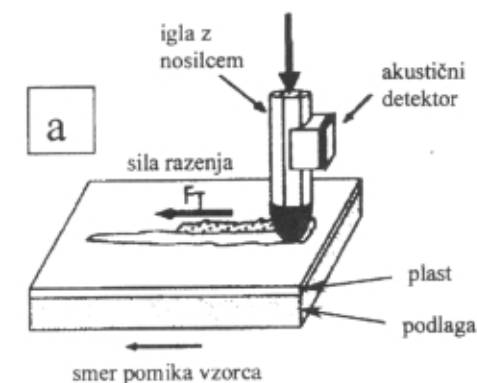
Slika 5: Strižne metode

Z iglo (ponavadi diamantno) predpisanih dimenzij razimo po površini plasti (slika 6). Večina naprav omogoča linearno povečevanje obremenitve, pravokotno na podlago, v nekaterih primerih pa je obremenitev konstantna in moramo narediti več raz pri različnih obremenitvah. Adhezijo izrazimo s kritičnimi silami (obremenitvami), pri katerih se zgodijo značilne poškodbe oz. dogodki. Prva poškodba je nastajanje razpok v razi, ki jo ponavadi spremlja akustična emisija ultrazvočnega valovanja. Nadalje se začne ob robovih raze plast luščiti, medtem ko je v sami razi plast še cela. Pri dovolj veliki sili pa igla predre plast v celoti in govorimo o totalni delaminaciji (odluščenju) plasti. Te značilne poškodbe lahko identificiramo pod optičnim mikroskopom, z merjenjem akustične emisije in z merjenjem sile razenja (tangencialna sila, pri majhnih obremenitvah je ekvivalentna sili trenja). Pri totalni delaminaciji namreč sila razenja doživi izrazit skok. Kritična sila za totalno delaminacijo  $L_{c5}$  je povezana z adhezijskim delom na dolžinsko enoto  $W_a$ :

$$L_{c5} = \frac{A}{v_1 \mu} \sqrt{\frac{2E_1 W_a}{t}}$$

kjer je  $A$  presek raze,  $E_1$  in  $v_1$  Youngov modul in Poissonovo razmerje plasti,  $\mu$  koeficient razenja in  $t$  debelina plasti /6/; ta zveza se redko uporablja.

Preskus razenja ima primerjalno vrednost. Kritične sile različnih sistemov podlaga-plast, dobljene pri enakih pogojih razenja, primerjamo med seboj. Redkeje se uporablja tudi pojem delo razenja -  $\int F_{\text{razenja}} dx$  ter število akustičnih signalov.



Slika 6: Preskus razenja:

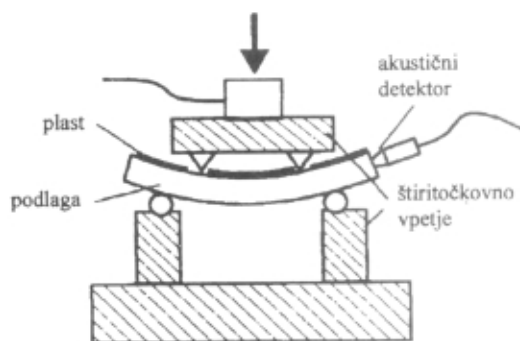
- princip delovanja
- slika raze pod optičnim mikroskopom (puščica prikazuje mesto, kjer je prišlo do totalne delaminacije plasti)
- sila razenja in akustična emisija pri rastoči obremenitvi; optično identificirane poškodbe (Lc) se dobro ujemajo z obema krivuljama

#### 4.8 Upogibni preskus (bend test)

Vzorec obremenimo štiritočkovno (slika 7). Pri enostavnejši verziji preskusa vzorec obremenimo z dano silo in optično pregledamo površino. Namesto tega lahko zapisujemo karakteristiko obremenitev-upogib ali spremljamo akustično emisijo. Tako kot pri preskusu razenja lahko študiramo kritične sile. Primeren je za plasti z dobro adhezijo (>100 MPa).

#### 4.9 Metoda odtisa

Gre za enak postopek kot pri merjenju trdote, le da namesto dimenzij odtisa opazujemo nastanek razpok.



Slika 7: Upogibni preskus

Naredimo več odtisov pri različnih obremenitvah in kot merilo adhezije uporabimo tisto, pri kateri se prvič pojavijo razpoke. Metoda ni zanesljiva, saj je nastanek razpok odvisen tudi od zlomne žilavosti plasti ter od trdote.

#### 4.10 Metoda mehurčkov

Pri tej metodi med plast in podlago injiciramo kapljevino ali plin. Povečujemo hidrostatski tlak in opazujemo karakteristiko tlak-volumen. Dehezijo opazimo po skokih na krivulji. Metoda je uporabna le za debelejšje plasti s slabšo adhezijo.

### 5 Nedestruktivne metode

Nekatere v prejšnjem poglavju opisane metode (št. 4.1, 4.4, 4.6) so nedestruktivne, če jih delamo tako, da še ne pride do poškodb. Tako lahko preskusimo izdelke in zavrzemo slabe. Z že po naravi nedestruktivnimi metodami pa na adhezijo sklepamo indirektno, npr. z meritvijo Youngovega modula in notranjih napetosti. Naj jih naštejemo nekaj: lasersko-akustična metoda, akustična spektroskopija [2], vrstična termična spektroskopija [3], uklon rentgenskih žarkov, elektrokemijska meritve [5].

### 6 Sklep

Univerzalne metode za merjenje adhezije ni. Med opisanimi desetimi metodami bo zainteresirani uporabnik našel tisto, ki ustreza njegovemu sistemu podlaga-plast in napravam, ki jih ima na razpolago. Posebej pa je treba poudariti, da ima merjenje adhezije primerjalno vrednost, zato so primerljive le meritve, opravljene z enako metodo in pri enakih pogojih.

### 7 Literatura

- [1] M. Ohring, The Material Science of Thin Films, Academic Press Inc., Boston, 1992, 439-450
- [2] H. Ollendorf, D. Schneider, Surf. Coat. Technol. 113, 1999, 86-102
- [3] D.M. Mattox, Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, Noyes Publications, Westwood, 1998, 588-635
- [4] L.I. Maissel, R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, New York, 1970, 12.6-12.21
- [5] B. Bhushan, B.K. Gupta, Handbook of Tribology, McGraw-Hill, New York, 1991, 15.45-15.58
- [6] K. Holmberg, A. Matthews, Coatings Tribology, Elsevier, Amsterdam, 1994, 274-283

# RAZELEKTRITVENA OPTIČNA SPEKTROSKOPIJA (GDOES)\*

Petr Šmíd, Zahodnočeška univerza, Oddelek za fiziko, p.p. 314, 306 14 Plzeň, Češka

## Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy (GDOES)

### ABSTRACT

In this paper the basic principle of glow discharge optical emission spectrometry for depth profile analysis is described and some of the remaining problems with regard to quantification are discussed. Several applications of this technique are also presented.

### POVZETEK

V prispevku opisujemo osnovni princip, na katerem temelji razelektritvena optična spektroskopija, ki se uporablja za analizo sestave trdnega vzorca po globini. Obravnavamo tudi nekatere nerešene probleme, s katerimi se srečujemo pri kvantifikaciji izmerjenih spektrov. Uporabnost metode ilustriramo z nekaj praktičnimi primeri.

## 1 Uvod

Tanke plasti, pripravljene s PVD- in CVD-postopki, se uporabljajo na različnih področjih. Veliko laboratorijev po svetu se ukvarja z razvojem novih prevlek s točno določenimi oz. specialnimi lastnostmi. Vzporedno s širitvijo in proizvodnjo novih prevlek raste tudi potreba po njihovi karakterizaciji.

Pomembna informacija pri opisu nekega materiala je njegova kemična sestava. Pri masivnih materialih zadostuje povprečna kemična sestava, medtem ko nas pri sistemu podlaga-prevleka zanima tudi globinski profil. Razelektritvena optična spektroskopija (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy - GDOES) je metoda za hitro določitev globinskega profila kemične sestave, kakor tudi za analizo masivnih materialov.

## 2 Osnovna ideja

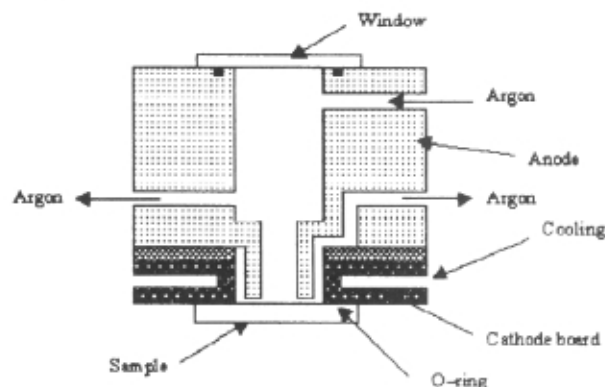
Razelektritvena optična spektroskopija temelji na razprševanju in emisiji svetlobe iz razpršenih atomov. Princip metode je naslednji: če žlahtni plin pri nizkem pritisku (1 mbar) uvajamo med planparalelne elektrodi (oddaljenosti nekaj cm), na kateri priključimo visoko napetost, pride do plinske razelektritve. V tako nastali razelektritvi ločimo različna področja: blizu katode je temno področje, imenovano katodni temni prostor, veliko svetlo področje poleg je negativno tlenje, ki mu sledi Faradayev temni prostor in svetel pozitivni steber ob anodi. Velikost, pa tudi sam obstoj posameznih področij sta odvisna od tlaka, napetosti, toka, vrste uporabljenega plina in razdalje med elektrodama. Če razdaljo dovolj zmanjšamo, ostaneta le še katodni temni prostor, kjer je praktično ves padec napetosti, in negativno tlenje.

Ionsko bombardiranje (ponavadi se za delovni plin uporablja argon) je usmerjeno na katodo, zato se le-ta razpršuje in oddaja sekundarne elektrone. Atomi, ki so zapustili površino, potujejo proti negativnemu tlenju. Ti atomi se v katodnem temnem prostoru zelo hitro termalizirajo (povprečna prosta pot pri tlaku 1mbar je

okrog 0,03 mm), tako da je njihovo nadaljnje gibanje difuzijski proces. Pri trkih s prenosom naboja se lahko atomi v katodnem temnem prostoru ionizirajo in pospešijo nazaj na katodo, kjer povzročijo nadaljnje razprševanje in emisijo elektronov. Sekundarni elektroni se v katodnem temnem prostoru pospešijo in v področju negativnega tlenja je njihova energija dovolj velika za vzbujanje in ionizacijo atomov delovnega plina. Ta mehanizem vzdržuje razelektritev in razprševanje. Če na mesto katode postavimo naš vzorec in če znamo izmeriti emisijski optični spekter med deekscitacijo, govorimo o razelektritveni optični spektroskopiji (GDOES). Če lahko merimo število nastalih ionov, pa govorimo o razelektritveni masni spektroskopiji. V tem prispevku bo govora le o GDOES. Med razprševanjem katode (vzorca) atomi iz posameznih globin vstopajo v razelektritev in če lahko merimo intenziteto posameznih emisijskih črt kot funkcijo časa, dobimo informacijo o kemični sestavi po globini (globinski profil kemične sestave).

## 3 Izvedba eksperimenta

Opisana planarna postavitve ni uporabna. Zato je Grimm /1/ razvil postavitve z votlo anodo (slika 1), ki se danes široko uporablja. Anoda leži v anodni plošči, ki je vedno hlajena. Vzorec pričvrstimo na katodno ploščo, ki je izolirana proti anodi. Gumijasta tesnilka zagotavlja vakuumsko tesnjenje, vzorec pa mora biti kompakten in dovolj velik, da v celoti pokrije tesnjeno odprtino (minimalni premer 12 mm za anodo velikosti 4 mm).



Slika 1: Poenostavljena shema Grimmove votle anode

Najpogosteje se uporablja anode z notranjim premerom 2, 4 ali 8 mm. Razdalja med anodo in katodo je 0,1- 0,2 mm, odvisno od premera anode, in je vedno manjša od katodnega temnega prostora. Tako plazmo omejimo na notranjo stran anode in v ozki špranji med katodo in anodo do razelektritve ne more priti. Na nasprotni strani je anoda zaprta z majhnim oknom, prepustnim za svetlobo valovne dolžine 110-800 nm. Za to primeren material je npr. MgF.

Notranji prostor anode najprej izčrpamo na osnovni tlak nekaj stotink mbar, potem pa vanj spustimo delovni plin pri tlaku nekaj mbar. Anoda je ozemljena, na katodo pa

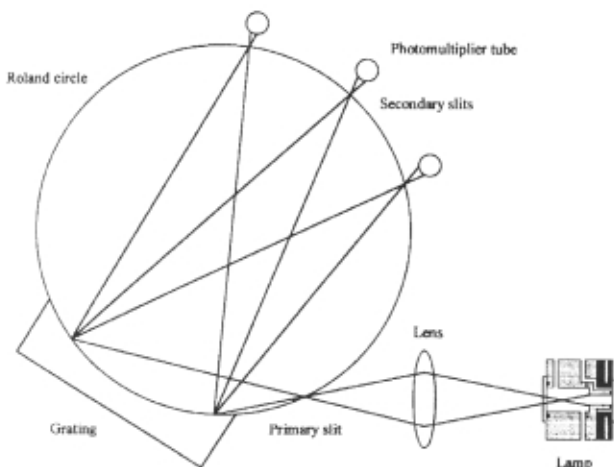
\*Iz angleščine prevedel mag. Miha Čekada. Prispevek je bil napisan posebej za Vakuumista.



priključimo negativno napetost. Značilni parametri so: napetost 400-1200 V, tok 20-120 mA in tlak 1-5 mbar. Zavedati se je treba, da teh parametrov (napetost, tok in tlak) ne moremo neodvisno spreminjati. Dva od njih lahko določimo poljubno, medtem ko je vrednost tretjega odvisna od katodnega materiala. Delovni režim vedno nastavimo tako, da sta napetost in tok konstantna, spreminjamo pa pretok plina skozi anodo.

Med meritvijo se razpršeni material odlaga na notranjih stenah anode. Po končani analizi je zato potrebno čiščenje s svedrom. Nalaganje materiala na anodo ima še eno slabo stran - razdalja med katodo in anodo se manjša, dokler ne pride do kratkega stika. Hitrost kontaminacije je pglavitni faktor, ki vpliva na globino vzorca, ki jo lahko dosežemo.

Negativno tlenje je glavni izvir plazemskega sevanja. Emitirano polikromatsko sevanje gre iz vakuumskega sistema skozi okno v optični sistem. Komercialne naprave so opremljene s polikromatorji - govorimo o simultanjem spektrometru (slika 2) - ali z monokromatorjem. Žarek vstopi v sistem skozi vstopno režo, nato ga kolimiramo na disperzijskem elementu, ki je pogosto konkavna holografska mrežica. Na ta način zagotovimo disperzijo polikromatskega sevanja na posamezne valovne dolžine in obenem fokusacijo žarkov na izhodne reže s fotopomnoževalkami. Računalnik krmili sistem in zbira podatke iz fotopomnoževalk. Ker sežejo izmerjene valovne dolžine tudi v ultravijolično področje (do 110 nm), mora biti spektrometer evakuiran. Ogrodje Rowlandovega kroga je potrebno segrevati, da se lega izhodnih rež ne spreminja s temperaturo.



Slika 2: Shema postavitve instrumenta GDOES s polikromatorjem

Do zdaj je bilo govora le o GDOES z enosmerno napetostjo, ki omogoča analizo prevodnih materialov. Če namesto tega uporabimo rf-generator, lahko razpršujemo tako prevodne kot tudi neprevodne materiale. V zadnjem času je veliko raziskav posvečenih radiofrekvenčnemu načinu delovanja.

#### 4 Kvantitativna analiza

Med analizo merimo intenziteto posameznih emisijskih črt, ki pripadajo določenim elementom. Če prikazemo odvisnost teh intenzitet v poljubnih enotah, dobimo kvalitativni globinski profil. Če pa želimo dobiti kvanti-

tativni globinski profil ali analizo masivnega vzorca, moramo pretvoriti intenzitete v koncentracije. Ker je GDOES relativna metoda, potrebujemo za kvantitativno analizo referenčne materiale.

Postopek razprševanja, vzbujanja in deekscitacije atomov lahko opišemo z naslednjo enačbo za emitirano svetlobo:

$$I_x = k_x e_x S_x + b_x \quad (1)$$

kjer je  $b_x$  signal ozadja,  $S_x$  gostota toka razpršenih atomov,  $e_x$  popisuje emisijski proces in  $k_x$  je občutljivost instrumenta. Gostoto toka razpršenih atomov določa koncentracija elementa v vzorcu  $c_x$  in hitrost razprševanja vzorca  $q$ . Proces emisije je odvisen od števila fotonov, ki jih emitira razpršeni atom, in od absorpcije fotonov v plazmi na njihovi poti do okna. Tako lahko enačbo (1) zapišemo:

$$I_x = k_x S_x R_x c_x q + b_x \quad (2)$$

kjer je  $S_x$  absorpcijski faktor in leži med 0 in 1,  $R_x$  pa emisijski izkoristek (število fotonov, emitiranih na en prispeli atom). V nadaljnji izpeljavi bomo privzeli, da je absorpcija zanemarljiva, torej  $S_x=1$ . Enačba (2) je dejansko sistem enačb za vsak element  $x$ , kjer predpostavimo, da je vsota koncentracij vseh elementov na dani globini enaka 100%, torej:

$$\sum_x c_x = 1 \quad (3)$$

kjer ima  $c_x$  enoto atomskega ali masnega deleža. Če obenem rešimo enačbi (2) in (3), dobimo informacijo o koncentraciji vsakega elementa v vzorcu na določeni globini ter tudi o hitrosti razprševanja:

$$c_x = \frac{1}{q} \frac{I_x - b_x}{k_x R_x S_x} \quad (4)$$

$$q = \sum_x \frac{I_x - b_x}{k_x R_x S_x} \quad (5)$$

Veliko člankov je že bilo objavljenih o tem, kako določiti parametre  $k_x$ ,  $R_x$  in  $b_x$  z uporabo kalibracije /2/ ali razelektritvenih parametrov /3/. V nekaj člankih je pozornost posvečena tudi signalu ozadja.

Če določamo kemično sestavo masivnega vzorca, podatka o hitrosti razprševanja niti ne potrebujemo. Toda če nas zanima globinski profil kemične sestave, moramo pretvoriti čas razprševanja v globino vzorca, za kar pa potrebujemo hitrost razprševanja za vsako globino posebej. Globino  $h$ , ki ustreza času razprševanja  $t$ , lahko izračunamo iz:

$$h = \sum_t SR(t)\Delta t \quad (6)$$

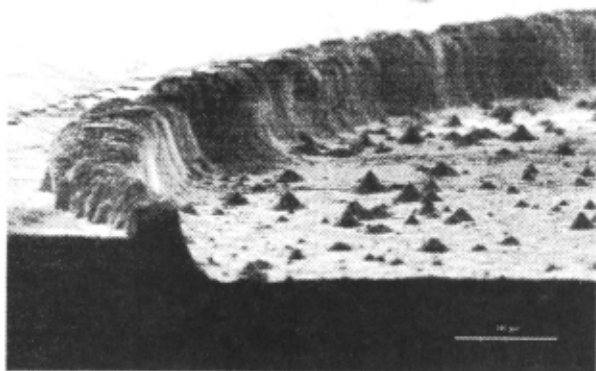
kjer je  $SR(t)$  hitrost razprševanja v  $\mu\text{m/s}$ . Toda večinoma je hitrost razprševanja podana v  $\mu\text{g/s}$ , zato je treba predpostaviti še gostoto materiala, da lahko pretvorimo iz  $q$  z enoto  $\mu\text{g/s}$  v  $SR$  z enoto  $\mu\text{m/s}$ . Problem pretvorbe časovne skale v globinsko se tako prevede na problem določitve gostote materiala, ki je seveda odvisna od kemične sestave. Obstaja nekaj semiempiričnih formul, katerih veljavnost pa je omejena le na določen tip materiala.

## 5 Globinska ločljivost in napake v kraterjih

Pri globinski analizi je pomembno, da v danem trenutku le atomi iz ene globine vstopajo v plazmo ter da je dno kraterja kar se da ravno. Toda razprševanje je naključni proces, tako da med bombardiranjem ioni delovnega plina dovajajo energijo atomom vzorca na nekem intervalu globin, zato so določena področja bolj erodirana od drugih.

Drug problem, ki je prav tako statistično odvisen, je preferenčno razprševanje. Površina realnega materiala vsebuje različne atome z različnimi vezavnimi energijami v kristalu. Če imajo elementi na površini zelo različne razpršitvene koeficiente, se na začetku pretežno razpršujejo atomi elementa z večjim razpršitvenim koeficientom, medtem ko ostanejo atomi elementa z manjšim razpršitvenim koeficientom praktično nedotaknjeni. Pri emisijskem signalu tako dobimo navidezno manjše intenzitete za elemente z nižjim in navidezno večje intenzitete za elemente z višjim razpršitvenim koeficientom. Pojav imenujemo nestehiometrično razprševanje, odvisno od razpršitvenih koeficientov in pogojev razelektritve, preide v običajen stehiometrični režim, ki ustreza kemični sestavi površine. V primeru anode Grimmovega tipa lahko pride do razlik vsega nekaj nanometrov.

Različne kristalne faze se prav tako lahko razpršujejo z različnimi hitrostmi. V tem primeru pa pride do stacionarnega stanja šele pri globini nekaj kristalnih zrn, tj. nekaj mikrometrov. Rezultat takih vplivov je popačenje globinskega profila kemične sestave, npr. v sivi litini /4/, kjer imajo grafitni delci manjšo hitrost razprševanja. Površina kovin je tudi pogosto prekrita s tanko plastjo oksida ali kako drugače kontaminirana, kar spet povzroči diferencialno razprševanje. Dodaten pojav je nastanek posebnih oblik na površini, podobnih stožcem (slika 3), ki rastejo zaradi prepovedanega ali omejenega razprševanja in posledične redepozicije na



Slika 3: Dno kraterja s stožci po razprševanju



Slika 4: Popačenje kraterja: (a) konkavna oblika, (b) konveksna oblika

neprevodnih oksidnih delcih z mnogo manjšimi hitrostmi razprševanja.

Pri vseh vrstah diferencialnega razprševanja se povečuje hrapavost dna kraterja, ki narašča z globino. Neravnine na dnu kraterja poslabšajo globinsko ločljivost, še posebej ko merimo prehod med podlago in prevleko. Namesto ostre meje tako izmerimo širok, difuzen prehod, na kar je treba biti pozoren pri interpretaciji. Hrapavost dna kraterja je tudi odvisna od začetnega stanja površine.

Še večji vpliv na globinsko ločljivost pa ima oblika kraterja kot celote. V idealnem primeru bi moral krater imeti ravno dno in navpične stene. V praksi pa se med razprševanjem dno ukrivi in nastala oblika je bodisi konkavna (globlja na straneh; slika 4a) ali konveksna (zaobljena na straneh; slika 4b). Opazili so, da na obliko kraterja vplivata dva poveljavna dejavnika: redepozicija razpršenega materiala in oblika napetostne porazdelitve v katodnem temnem prostoru. Pri danem materialu lahko najdemo primerne pogoje razelektritve za idealno obliko kraterja.

## 6 Uporaba

### 6.1 Masivni materiali

Razelektritvena optična spektroskopija je ena najbolj natančnih metod za karakterizacijo kovinskih in zlitinskih materialov, za katere obstajajo dobri standardni referenčni materiali, tako da je značilna napaka okoli 2-3%. V zadnjih letih poteka razvoj v smeri karakterizacije neprevodnih materialov z rf-generatorjem. Treba je dodati, da so to šele začetki, toda prvi rezultati so spodbudni.

GDOES se uspešno uporablja v analizi prahov /5/. Prah, ki ga želimo analizirati, pomešamo s ponavadi bakrenim kovinskim prahom v razmerju prah 5-10%, kovinski prah 95-90% in stisnemo v ploščice. Na ta način dosežemo, da je vzorec dovolj kompakten in ne razpade v vakuumu ter dovolj prevoden za razelektritev.

### 6.2 Inženirstvo površin

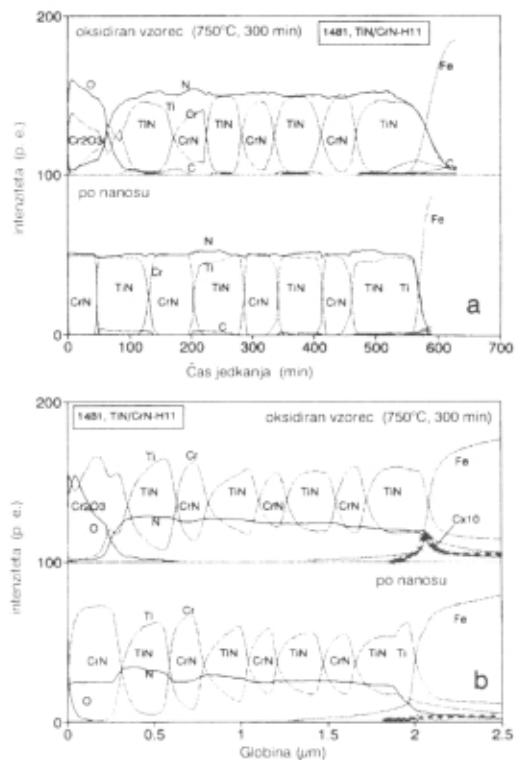
Naslednja možnost uporabe GDOES je analiza površin kovin po toplotni ali mehanski obdelavi, npr. razogljčenje jekla, nitriranje, cementiranje in nitrocementiranje jekla, obogatitev površin z manganom, kromom, silicijem ali aluminijem, nitriranim aluminijem in druge neželezne površine.

### 6.3 Prevleke

GDOES se pogosto uporablja pri analizi materialov, prekritih s prevlekami. Prevleke na osnovi nitridov in karbidov titana, kroma, aluminija in drugih elementov ter kombinacij teh elementov se široko uporabljajo. Problem pa je, da nimamo na razpolago primerne referenčne materiala za kalibracijo. Zato potrebujemo pomožne referenčne materiale, katerih kemično sestavo smo določili z drugimi analitskimi tehnikami. Ne glede na to pa je GDOES primerna metoda za globinsko profilno analizo sistemov podlaga-prevleka.

## 7 Sklepi

Opisana metoda je relativno nova, toda se v industriji uporablja že dalj časa. Precej dela je še treba vložiti, da



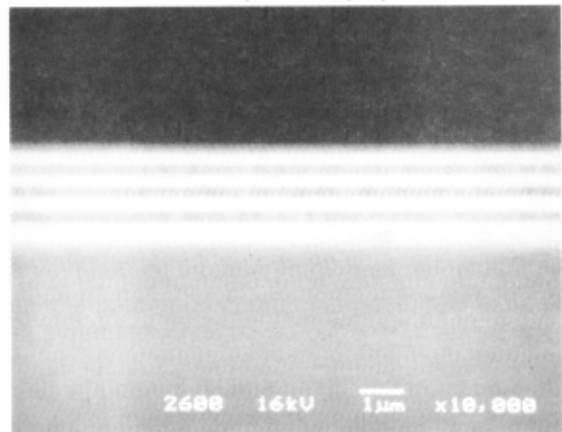
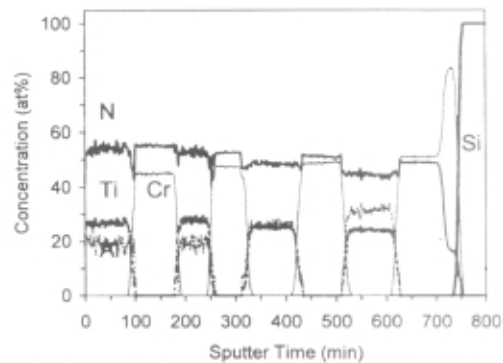
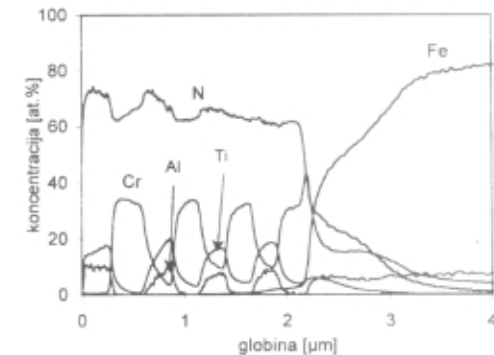
Slika 5: Primerjava GDOES in AES globinskih profilov TiN/CrN večplastne strukture po nanosu in po oksidaciji (pri 750°C, 300 min) [9]

bi to metodo vpeljali med druge dobro poznane analitične tehnike. Teoretično lahko z GDOES določimo vse elemente periodnega sistema, v praksi pa je glavna ovira dostopnost referenčnih materialov. Posebno pozornost je treba posvetiti plinskim elementom (kisik, dušik, vodik), ker le-ti močno vplivajo na pogoje razelektritve. Med drugimi prednostmi omenimo relativno veliko hitrost določanja kemične sestave in možnost zmanjšanja statistične napake zaradi velike površine analize (12,56 mm<sup>2</sup> za anodo premera 4 mm). Slabost pa je slabša globinska ločljivost, ki pa jo lahko izboljšamo z nekaterimi matematičnimi popravki. Osnovne karakteristike so podane v tabeli 1 [6].

Nadaljnji razvoj GDOES lahko opišemo z besedami delovne skupine 'EC Thematic Network on Glow Discharge Spectroscopy for Spectrochemical Analysis' [7], ki je postavila več raziskovalnih smernic. Prvič, treba je postaviti nove referenčne materiale in jih stan-

Tabela 1. Osnovne karakteristike za razelektritveno optično spektroskopijo (GDOES) v primerjavi z masno spektroskopijo (MS)

vrednost	GDOES	MS
spodnja meja detekcije [ppm]	1-100	0,01-10
minimalno število detektiranih atomov [atomov/cm <sup>2</sup> ]	10 <sup>13</sup> -10 <sup>15</sup>	10 <sup>11</sup> -10 <sup>14</sup>
minimalna globina informacije	1 nm	1 nm
relativna globinska ločljivost instrumenta	10%	10%
hitrost jedkanja	1-100 nm/s	0,1-10 nm/s



Slika 6: GDOES (zgoraj) in AES (v sredini) globinska profila TiAlN/CrN večplastne strukture. Na sliki spodaj pa je posnetek prereza iste strukture, narejen z vrstičnim elektronskim mikroskopom. Vzorci so bili narejeni na Institutu »Jožef Stefan« v Ljubljani, AES globinski profil pa na Institutu za tehnologijo površin in optoelektroniko

dardizirati. Ti novi referenčni materiali bodo namenjeni tako novim prevlekam kot tudi določanju slednih elementov. Poleg tega je treba vložiti več navora v razvoj novih instrumentov, še posebej z rf-izviru, kakor tudi v optimizacijo obstoječih naprav. In nenazadnje je pomemben tudi študij mehanizmov razelektritve.

Literatura

/1/ W. Grimm, Spectrochim. Acta, Part B 23 (1986), 433  
 /2/ Z. Weiss, J. Anal. At. Spectrom. 10 (1995), 891  
 /3/ A. Bengtson, J. Anal. At. Spectrom. 5 (1990), 563  
 /4/ Z. Weiss, Spectrochim. Acta, Part B 51 (1996), 863  
 /5/ R. Payling, Materials Forum 18 (1994), 195  
 /6/ A. Bengtson, Spectrochim. Acta, Part B 49 (1994), 411  
 /7/ <http://homepages.unl.ac.uk/~rogresi/gdsnet>  
 /8/ A. Bogaerts, R. Gijbels, Spectrochim. Acta, Part B53(1998), 1  
 /9/ P. Panjan, B. Navinšek, A. Cvelbar, Z. Zalar, J. Vlcek, Surf. Coat. Technol. 98 (1998), 1497-1502

## VPLIV VAKUUMSKEGA MERILNIKA NA TLAK IN SESTAVO PREOSTALE ATMOSFERE

Vincenc Nemanič, Bojan Zajec, Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Teslova 30, 1111 Ljubljana, Slovenija

The vacuum gauge influence on the total pressure and residual atmosphere composition

### ABSTRACT

The ultimate pressure in a vacuum vessel is defined as a quotient between the total outgassing rate and pumping speed. In high vacuum and especially in UHV, the method for determination of outgassing rate and pumping speed becomes important since the pressure gauge may influence the result. It is well known that the hot ionization gauge may be a permanent gas source, while the processes on the cathode surface may completely change the composition of the gas. In the paper, we show the influence of the quadrupole mass spectrometer, mounted in a well outgassed UHV vessel, upon the total pressure reading and residual gas composition. It was clearly shown that the hot cathode is the main source of gas.

### POVZETEK

Končni tlak v posodi je določen s kvocientom hitrosti razplinjevanja stene posode in hitrostjo črpalke. Z nižanjem tlaka postaja merilna metoda, s katero določamo hitrost razplinjevanja posode ali črpalke, vse bolj pomembna. Poznano je, da so merilniki na vročo katodo izdaten vir plinov, procesi na katodi pa lahko povsem spremenijo sestavo plina. Za zgled navajamo meritev tlaka s kvadrupolnim masnim spektrometrom v predhodno dobro razplinjeni UVV-posodi, kjer je vroča katoda glavni vir plina.

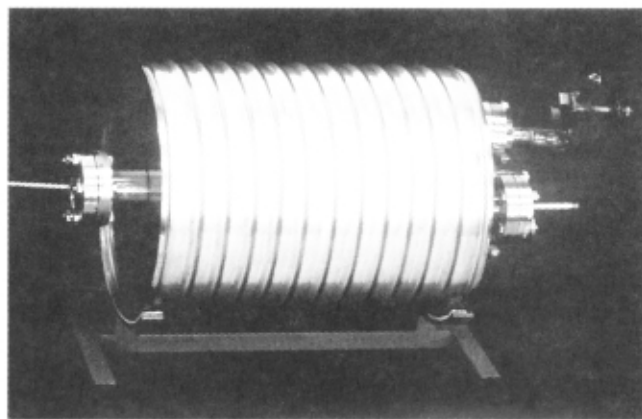
### 1 Uvod

V preostali atmosferi pravilno predobdelane in tesne posode prevladuje vodik, kar lahko dokažemo s selektivnim merilnikom tlaka direktno v UVV ali pa določimo sestavo akumuliranega plina, ki se je nabral v daljšem časovnem obdobju, kasneje in pri višjem tlaku. Bistvo slednje metode sloni na dejstvu, da se po zaprtju UVV-posode tlak zaradi razplinjevanja vodika povečuje linearno s časom od UVV preko več velikostnih razredov. Nagib premice  $dp/dt$  je direktni indikator izjemno nizkih vrednosti hitrosti razplinjevanja vodika  $q_{out}$ , vendar le, če sam merilnik ne vpliva na tlak. Viskoznostni merilnik (SRG) je v tem pogledu skoraj idealen merilnik tlaka, saj je njegov prispevek na rezultat merjenja zanemarljiv /1,2/. To metodo smo uporabili za ugotavljanje prednosti zasnove UVV-posode s tanko steno, kjer smo dosegli izredno nizko hitrost razplinjevanja vodika v enostavnem črpalnem postopku brez predhodne predobdelave in žarjenja /3/. Namen raziskovalnega dela je bil poglobiti razumevanje omejitvenih mehanizmov sproščanja vodika iz kovinske stene posode. Z eksperimentom smo potrdili nekatere prednosti uporabe čim tanjših sten. V primerjavi s klasično zasnovo posode z debelimi stenami bi z novo zasnovo posod lahko UVV in EVV dosegli enostavneje z bistveno manjšimi črpalkami. V tem prispevku opisujemo, v katerem primeru lahko prednost nove zasnove posode izkoristimo in uporabimo.

### 2 Eksperimentalni del

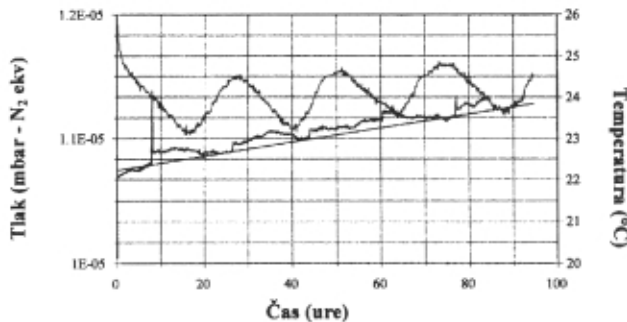
Za preverjanje modela, ki smo ga predstavili v /4/, smo si zadali cilj, da izdelamo posodo UVV-sistema labora-

torijske velikosti (vsaj 10 l) brez debelih delov, ki hranijo velike zaloge vodika in bistveno prispevajo k celotnemu razplinjevanju posode. Če bi bilo takih delov le za 10 % vse površine in bi se razplinjevali 10-krat močneje, bi bila prispevka izenačena. Problema, ki smo ju morali rešiti, sta bila torej dva: zadostna trdnost posode in možnost priključitve standardiziranih CF-priključkov. V dilemi, ali izbrati valjasto ali kroglasto posodo, smo se zaradi lažje izdelave odločili za prvo. Izbrana debelina stene je bila 0,6 mm, premer valja je bil 24 cm in višina 29 cm. Trdnost ravnih ploskev pri izbrani debelini ni bila kritična, ker smo dopustili v evakuiranem stanju znaten upogib. Valjastemu delu so obodno trdnost zagotovila ojačitvena rebra, zato posoda spominja na sodček za nafto, slika 1. Posodo smo opremili s štirimi prirobnicami CF 35, tri smo uporabili za povezavo do črpalke med prvim črpanjem, za priklop SRG-merilnika in ionsko-getrske (IG) črpalke. Vse uporabljene prirobnice smo prilagodili tako, da debeli deli skrbijo za stiskanje Cu-tesnilke, v vakuum pa so izpostavljeni le deli, ki so ob zvarih stanjšani na 0,6 mm oz. debelino stene. Cela posoda je izdelana iz avstenitnega nerjavnega jekla ACRONI 11EX s sestavo po specifikaciji. Sestava ustreza jeklu z oznako AISI304, za katerega je glede razplinjevanja v vakuumski literaturi razmeroma veliko podatkov /5/. Da smo meritve z SRG-merilnikom lahko ponavljali pri enakem totalnem tlaku, smo posodo opremili še z miniaturno IG-črpalko. Po pregrevanju posode za 72 ur pri 200 °C smo jo ločili od črpalnega sistema s hladno zavaritvijo Cu-cevke z notranjim premerom 5 mm. Njena izračunana prevodnost v molekularnem režimu je bila 0,15 l/s. Nato je bila z SRG izmerjena hitrost  $q_{out}(295K)=1,0 \cdot 10^{-13}$  mbar l H<sub>2</sub>/(cm<sup>2</sup>s). Celotna posoda z notranjo površino  $A \approx 3500$  cm<sup>2</sup> je tako sproščala  $Q=3,5 \cdot 10^{-10}$  mbar l H<sub>2</sub>/s /3/. Tlak v območju 10<sup>-7</sup> mbar, ki smo ga želeli doseči za določitev residualnega trenja in s tem ničelne točke SRG-merilnika, je tako lahko dosegla in vzdrževala IG-črpalka z manj kot  $S_{IG}=0,01$  l/s. Mimogrede, prevodnost odprtine prirobnice CF 35 bi omogočala priklop črpalke s hitrostjo  $S=100$  l/s.



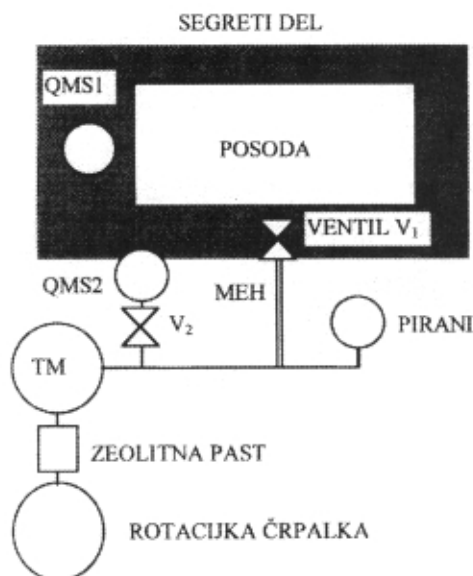
Slika 1: Tankostenska vakuumska posoda

Za študij vpliva kvadrupolnega masnega spektrometra (QMS1) na sestavo plina v taki posodi smo izbrali eno od dveh opisanih posod /3/. Predhodno smo jo dodatno segrevali na zraku 10 ur pri 400 °C in jo nato črpali pri temperaturi 150 °C nekaj ur. Po zavaritvi Cu-čevki smo z SRG izmerili še dosti nižjo vrednost  $q_{out}(295K) = 2,6 \cdot 10^{-14}$  mbar l H<sub>2</sub>/(cm<sup>2</sup>s), pri čemer je bil akumulirani totalni tlak med meritvijo v območju 10<sup>-5</sup> mbar. Rezultat nekajdnevne meritve je prikazan na sliki 2.



Slika 2: Nekajdnevni diagram naraščanja tlaka v posodi, merjen z SRG (naravnano na dušik) in izračunan povprečni prirastek. Dodan je še potek temperature v klimatizirani sobi.

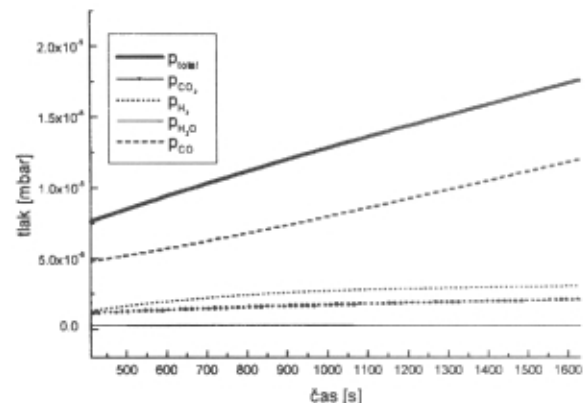
Ob vgradnji novega spektrometra QMS1 (za meritev v UVV ima dodan ojačevalnik ionskega toka, t.i. channeltron) smo na posodo namesto bakrene cevke za črpanje in kasnejšo ločitev od črpalke namestili kovinski ventil. S tem smo dobili možnost, da smo po predhodnem preverjanju tesnosti in segrevanju na povišani temperaturi lahko postopek nabiranja ponavljali. Sestavo akumuliranih plinov pa smo lahko izmerili z drugim kvadrupolnim spektrometrom (QMS2), vgrajenim na osnovnem črpalnem sistemu. Shema vakuumskega sistema s turbomolekularno črpalko (TM) je na sliki 3.



Slika 3: Shema vakuumskega sistema, na katerem smo opravili meritve s QMS1 in QMS2

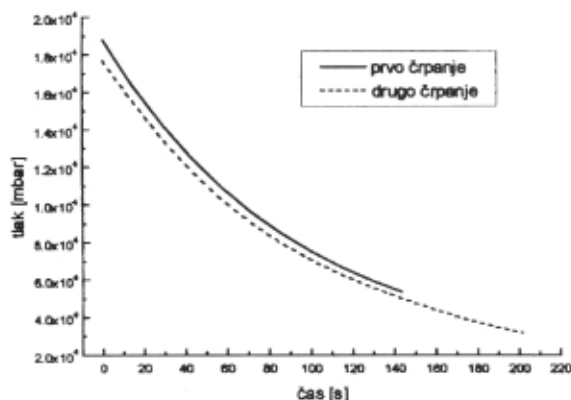
### 3 Rezultati

Po vgradnji QMS1 smo posodo znova priključili na vakuumski črpalni sistem in jo preko noči enakomerno segrevali pri 180 °C. Podobno kot pri prejšnjem črpanju s Cu-čevko, je imela povezava med posodo in črpalko majhno prevodnost, tokrat omejeno predvsem s prevodnostjo kotnega ventila. Pred vklopom spektrometra smo skušali izmeriti prispevek razplinjevanja posode k celotnemu tlaku, izmerjenem s QMS2 nad črpalko. Pri zaprtem ali odprtem ventilu je bil totalni tlak  $p \approx 3 \cdot 10^{-8}$  mbar. To je bila za sistem, ki ni bil v celoti pregret, tudi spodnja meja tlaka. Ob vklopu QMS1 se je tlak v posodi pri odprtem ventilu in po začetnem izbruhu plinov ustalil pri  $p_k \approx 1 \cdot 10^{-6}$  mbar. Ob predpostavki, da je bila hitrost razplinjevanja posode enaka kot pred vgradnjo QMS1 in ventila, puščanje pa tudi nižje od merljivega, sledi, da je "prižgan" masni spektrometer glavni vir plinov. Hitrost razplinjevanja spektrometra QMS1 lahko izmerimo: a) dinamično preko končnega tlaka, če imamo dobro oceno za črpalno hitrost S, ali b) preko hitrosti naraščanja tlaka pri zaprtem ventilu. V našem primeru smo imeli možnost uporabiti obe metodi. V trenutku, ko smo ventil V<sub>1</sub> zaprli, je tlak v sistemu pričel naraščati, slika 4. V dvajsetih minutah je naraščal skoraj linearno s hitrostjo, ki je ustrezala  $Q_{QMS1} = 1 \cdot 10^{-7}$  mbar l/s. Iz končnega tlaka  $p_k$  in  $Q_{QMS1}$  sledi groba ocena za  $S \approx 0,1$  l/s in časovna konstanta  $V/S \approx 120$  s. Po odprtju smo merili še hitrost padanja tlaka, slika 5. Prikazan je potek tlaka po dveh akumulacijah, tik pred nabiranjem (slika 4) in takoj po njem, iz česar smo določili časovno konstanto:  $\tau \approx 86$  s in  $\tau \approx 91$  s, kar je ustrezalo črpalni hitrosti  $S \approx 0,13$  l/s.



Slika 4: Naraščanje tlaka v posodi po zaprtju ventila V1, ki ga je povzročal in hkrati meril QMS1.

Nasprotno od merilnikov totalnega tlaka lahko s QMS spremljamo tudi sestavo plinov. Iz diagrama na sliki 4 je razvidno, da vroča katoda producira predvsem CO in CO<sub>2</sub>. Delež vodika je znaten, vendar ga ne moremo pripisati le prispevku sten, pač pa tudi drugih delov, predvsem indirektno gretih elektrod. Vodik se vede vseeno drugače od drugih plinov. Navidezno zmanjšanje razplinjevanja je lahko posledica nastajanja metana, česar pa žal nismo opazovali. Hitrejše črpanje vodika, ki smo ga opazili po odprtju ventila, pa lahko pripišemo večji prevodnosti povezave in krajši časovni konstanti. Ko smo sestavo akumuliranega plina določili še s QMS2, smo dobili dobro ujemanje z meritvijo s QMS1. V začetku je bil delež vodika večji kot na koncu.



Slika 5: Potek tlaka v posodi po odprtju ventila V1. Merili smo tik pred nabiranjem (slika 4) in takoj po njem.

Vzroka za poudarjeno sproščanje CO sta lahko dva: 1) že med segrevanjem posode smo imeli na razpolago majhno črpalno hitrost, 2) namenoma pa elektrod tudi nismo dodatno razplinili, saj bi bil učinek pri danih razmerah skromen. S slike 4 razberemo, da glavni prispevek k naraščanju totalnega tlaka izvira iz vroče katode. Prispevek vodika od sten posode (slika 2) na istem merilu ne bi bil opazen, saj je več velikostnih razredov manjši od prispevka merilnika. Posredno se je to pokazalo iz končnega tlaka, ki ga je izmeril QMS2 pri zaprtem ali odprtem ventilu. Če bi pred vgradnjo QMS1 na posodo priključili črpalko s hitrostjo  $S=1$  l/s, bi idealni merilnik tlaka v posodi pokazal  $p=1 \cdot 10^{-10}$  mbar. Da bi dosegli enak tlak s priključenim QMS1, bi morali uporabiti črpalko, ki ima  $S=1000$  l/s. Od tod izvira praktičen nasvet, da je za doseganje najnižjega tlaka v sistemu, ki ga narekuje npr. nanos čiste plasti ali preiskava, najbolje merilnik z vročo katodo ugasniti.

Problem doseganja in merjenja UHV in EHV tako ni le v dobri zasnovi posode, temveč tudi v načinu meritve, saj je vpliv merilnika z nižanjem tlaka vse bolj pomemben. V našem primeru je res tudi to, da bi v sistemu s črpalko, ki bi dosegala UVV, lahko vroči del spektrometra razplinili bistveno bolje, vendar bi tudi preostalo razplinjevanje še vedno močno vplivalo na končni tlak v posodi /6/.

#### 4 Sklep

Preizkus prednosti UVV-posode s tanko steno v primerjavi s klasično zasnovano posodo smo nadaljevali s priključitvijo novega kvadrupolnega masnega spektrometra, po zasnovi namenjenega za vgradnjo v UVV. Na predhodno dobro razplinenem vakuumskem sistemu smo prikazali, da je prispevek vroče katode na totalni tlak in sestavo plinov lahko bistven. V 12 l -posodi s površino  $3500 \text{ cm}^2$  smo ozadje vodika pred vgradnjo spektrometra znižali pod  $Q=1 \cdot 10^{-10}$  mbar l  $\text{H}_2/\text{s}$ , kar je bilo zanemarljivo glede na hitrost razplinjevanja spektrometra s prižgano vročo katodo, ki je bila enaka  $Q_{\text{QMS1}}=1 \cdot 10^{-7}$  mbar l/s. V posodi, ki smo jo črpali z majhno črpalno hitrostjo približno 0,1 l/s, je bil v preostali atmosferi ogljikov monoksid blizu 70% totalnega tlaka.

**Zahvala:** Predstavljeni rezultati so nastali pri projektu, ki ga je financiralo MZT.

#### Literatura:

- /1/ J.R.J. Bennett, R.J. Elsey, Vacuum, 43 (1992), 1, 35
- /2/ J.K. Fremerey, J.V.S. Japan, 37 (1994), 118
- /3/ V. Nemanič, J. Šetina, JVST, A18 (2000), 1789
- /4/ V. Nemanič, Vakuumist, 19 (1999) 2, 4
- /5/ M. Bernardini in sodelavci, JVST A16 (1998), 1, 188
- /6/ J.R.J. Bennett, R.J. Elsey, Vacuum, 44 (1993), 5-7, 647

#### Tečaj vakuumske tehnike v tovarni Iskra Kondenzatorji v Semiču 10. in 11. oktobra 2000

Med redne aktivnosti DVTS sodi prirejanje izobraževalnih tečajev s področja vakuumske tehnike. V letu 2000 je bil tak tečaj organiziran namensko za tovarno Iskra Kondenzatorji v Semiču. Dejavnost tovarne je desetletja povezana z vakuumom. Gre za dve ključni tehnologiji: napajanje aluminija na polimerne folije in vakuumsko sušenje, ki ji sledi impregnacija kondenzatorskih zvitkov. Kljub izkušnjam, ki so jih pridobili skozi desetletja dela, je ob zaostrenih zahtevah pri zagotavljanju kakovosti in ob menjavi generacij vodstvo spoznalo potrebo po dodatnem izobraževanju zaposlenih tudi na specialnem tehničnem področju. Šest predavateljev: dr. J. Gasperič, dr. J. Kovač, dr. M. Mozetič, dr. V. Nemanič, mag. A. Pregelj in mag. J. Šetina nas je pripravilo tematska predavanja iz področij, ki se dotikajo problematike ključnih tehnologij tovarne.

Tečaja se je udeležilo okoli 30 zaposlenih, ki so svoj interes pokazali s polnoštevilno prisotnostjo in vprašanji po koncu predavanj. Ta so se vrstila kljub lepemu vremenu na Martinovo soboto, ki je v Beli Krajini, sploh pa ob vinski letini, kakršna je bila leta 2000, velik praznik.

## ZGODOVINA IONSKE IMPLANTACIJE

Stanislav Južnič\*

### The History of Ion Implantation

#### ABSTRACT

The article reviews the history of ion implantation. It concentrates on the time period from the invention of the ion implantation in 1905 until about 1978, when ion implanters have come of age. In the first part we describe the invention of ion implantation and development until World War II.

In the second part of the article we review the development of the use of ion implantation for transistor industry after the World War II. We present the use of ion implantation in semiconductor devices. Special concern is put on the use of the ion implantation in metallurgy of recent times. Some details about the echo of research of ion implantation among Slovenes are also described.

#### POVZETEK

Opisujemo razvoj ionske implantacije med iznajdbo leta 1905 in letom 1978, ko je ionska implantacija postala zrela oblika tehnologije. V prvem delu razprave obravnavamo odkritje ionske implantacije in njen razvoj do odkritja tranzistorja po drugi svetovni vojni.

V drugem delu razprave opisujemo razvoj uporabe ionske implantacije v industriji tranzistorjev po koncu druge svetovne vojne. Raziskujemo uporabo ionske implantacije za izdelavo polprevodniških naprav. Posebno pozorno obravnavamo njeno uporabo v sodobni metalurgiji. Z nekaj besedami orišemo tudi odmev ključnih odkritij na Slovenskem.

## I. DEL: ODKRITJE IONSKE IMPLANTACIJE

### 1 Uvod

Ionsko implantacijo (vcepljanje) prištevamo k plazemskim tehnologijam. Omogoča nadzorovano vgrajevanje nečistoč v podlago z električnim pospeševanjem izbranih ionov. Je povsem elektronski postopek, v katerem s pospeševalno napetostjo od nekaj kV do nekaj 100 kV spreminjamo energijo implantiranja in z njo globino vgrajevanja. Tok v obliki pulzov določa oddani naboj in z njim število implantiranih ionov (dozo). Doze segajo do  $10^{16} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  in jih lahko kontroliramo med samim postopkom /1/.

Osnovni sestavni deli implanterja so izvir ionov, masni separator in odklonski mehanizem s tarčo. Ionska implantacija ima prednost pred difuzijskimi postopki, ker ne onesnažuje okolja, je uporabna pri bistveno nižji temperaturi podlage (20 do 200 °C), masni separator pa omogoča implantacijo ionov enega samega elementa.

Pomanjkljivosti postopka so, poleg razmeroma dragih naprav, tudi navadno nezaželene radiacijske poškodbe, ki spremenijo električne lastnosti podlage in jih lahko deloma odpravimo s poznejšim segrevanjem do visokih temperatur (kaljenje, pregrevanje). Dopiranje v večje globine je manj uspešno kot v tanke plasti pod površino. Med implantacijo in po njej dopirani ioni prodrejo v večje globine od predvidenih zaradi difuzije in drugih pojavov /2/.

Ionska implantacija je omogočila polprevodniški tehnologiji razvoj, v katerem so se  $\mu\text{m}$ -razdalje iz šestdesetih let močno skrajšale na pragu novega tisočletja. Čeprav se razvijajo tudi nove površinske tehnologije dopiranja za nadomestilo posameznih stopenj obdelave polprevodnikov, ima ionska implantacija še vedno prihodnost. Danes se uporablja tudi zunaj industrije integriranih vezij, kjer je skupni delež plazemskih tehnologij pri proizvodnji čipov okoli 30 % /3/.

Razvoj ionske implantacije je posebno zanimiv, ker so od »iznajdbe« do prve tehnološke uporabe minila nenavadno dolga štiri desetletja. Zamuda je v 20. stoletju primerljiva le še z Einsteinovo teorijo stimulirane sevanja iz let 1916-1917, ki jo prav tako ločijo štiri desetletja od prvih maserjev in laserjev. Vendar je Einstein objavil le teorijo in ne izuma, podobnega Rutherfordovi ionski implantaciji /2/.

### 2 Prva raziskovanja prodiranja naelektrenih delcev v trdno snov: Absorpcija »katodnih žarkov« v raziskavah Helmholtzovih učencev

Prve raziskave prehajanja naelektrenih delcev skozi trdno snov so opravili v Nemčiji. Leta 1882 je Goldstein v Berlinu dokazal, da se »katodni žarki« difuzno odbijejo nazaj ob prehodu skozi svetlo tanko plast kovine. Devet let pozneje je Hertz v Bonnu nadaljeval raziskovanje sipanja »katodnih žarkov«. Opazil je, da jih kovina bolj prepušča od svetlobe. »Katodni žarki« so lahko prebili tanko plast kovine, kar do tedaj znani žarki niso mogli. Del ploščice iz stekla, obogatene z uranovimi spojinami, je pokril s tanko plastjo zlata, drugi del pa s sljudo. Ploščico je postavil v katodno elektronko tako, da je bila proti katodi obrnjena stran pod Au. Opazil je luminescenco na delu stekla, prekritem z Au, ne pa tudi pod sljudo. Luminescence niso preprečile niti 2 ali 3 plasti Au-listov. Žarki so prodirali tudi skozi liste iz Ag, Al ter zlitin zlata ali srebra s Pb, Zn in Cu. Prav tako jih niso ustavile plasti Cu, Ag ali Pt, napršene v vakuumu po razelektritvi /4/.

Meritve dosega in sipanja »katodnih žarkov« v trdnih snoveh je po Hertzovi smrti nadaljeval njegov asistent Lenard. Uporabljal je Al-liste debeline 2,65  $\mu\text{m}$ , preučeval pa je tudi Au, Ag, Cu, papir, steklo in sljudo. Pri vseh meritvah je bila absorpcija »katodnih žarkov« približno sorazmerna gostoti snovi. Leta 1898 je spuščal katodne žarke skozi Al-okno debeline 3  $\mu\text{m}$  in premera 1,8 mm v vakuum s 30 mPa in tako opazoval prodiranje nabitih delcev skozi trdno snov /5/.

\* Dr. 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 leta 1984 iz zgodovine fizike na Filozofski fakulteti v Ljubljani, kjer je leta 1999 tudi doktoriral.

Med poskusi s »katodnimi žarki« zunaj »Lenardove« elektronke po prehodu skozi tanke kovinske liste so v nekaj letih odkrili celo vrsto važnih pojavov, med njimi rentgenske žarke leta 1895 in kmalu za njimi še elektron. Do srede 20. stoletja so se zanimali predvsem za lastnosti izstrelkov in manj za spremembe, ki jih njihov prelet ali implantacija povzroči v tarči. Izjema je bil prav Lenard, ki je za dolgoletno natančno merjenje absorpcije »katodnih žarkov« v različnih snoveh leta 1905 dobil Nobelovo nagrado iz fizike. Raziskovanje tarče in ne le izstrelkov je bil morda eden od vzrokov, da so mu »smetano« odkritij rentgenskih žarkov, elektrona in fotona pobrali drugi, čeprav je bil najpomembnejši strokovnjak za »katodne žarke« /6/.

### 3 Montreal in Pariz: Prva ionska implantacija, opazovana pri raziskovanju absorpcije žarkov $\alpha$ v snovi (1905-1906)

Razvoj fizike na prehodu v 20. stoletje so zaznamovala razmišljanja o sestavi atoma in odkritja različnih žarkov in delcev. Med številnimi novostmi si je Rutherford konec 19. stoletja za svojo raziskovalno pot izbral žarke  $\alpha$ . V letih 1905-1906 je v Montrealu raziskoval zmanjševanje hitrosti žarkov pri prehodu skozi snov. Po letu 1909 je v Manchestru dokazoval, da so delci  $\alpha$  He-ioni. Med letoma 1909 in 1914 je nizal poskuse za potrditev modela atoma z majhnim »središčnim nabojem«, ki ga je leto ali dve po odkritju imenoval »jedro«. Rutherfordovemu opisu absorpcije žarkov  $\alpha$  je nasprotoval Becquerel, modelu atoma pa Thomson. Oba nasprotnika sta dobila Nobelovi nagradi za fiziko, Rutherford pa je bil leta 1908 nagradjen za kemijo.

Rutherfordov prijatelj Bragg z univerze Adelaide v Avstraliji je leta 1904 objavil teorijo absorpcije žarkov  $\alpha$  in opisal njihovo območje ionizacije v zraku. V Braggovem pismu istega leta se je Rutherford prvič seznanil z opisom »odprtega« atoma z veliko praznega prostora /7/. Tako je Bragg vzpodbudil Rutherfordovo raziskovanje prodornosti žarkov  $\alpha$  in jedrskega modela atoma.

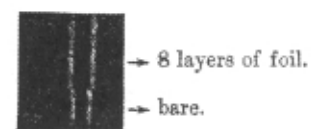
Rutherford je julija 1905 objavil meritve zmanjševanja hitrosti žarkov  $\alpha$  med prehodom skozi snov. Ko se je začetna hitrost žarkov na poti skozi Al-liste zmanjšala na okoli 60 %, niso več mogli vplivati na fotografsko ploščo ali ionizirati plin. Rezultati so podpirali Braggovo teorijo absorpcije in ugotovitev, da »radij oddaja 4 različne vrste žarkov  $\alpha$  različne prodornosti«, ki so jo pozneje pojasnili s fino strukturo spektra žarkov  $\alpha$  oziroma s sevanjem potomcev  $^{226}\text{Ra}$  v radioaktivnem nizu /8/.

Rutherfordovi rezultati so nasprotovali raziskovanjem H. Becquerela, ki je leta 1903 na fotografski plošči meril magnetni odklon žarkov  $\alpha$  pri navadnem tlaku. Ugotovil je, da dvakrat močnejše polje ne premakne sledi žarkov  $\alpha$  na fotografiji. Zato je trdil, da je izvir homogen in oddaja le žarke  $\alpha$  enakih hitrosti. Polmer odklona žarkov je naraščal z oddaljenostjo od izvira, kar je H. Becquerel pojasnil z domnevo, da masa žarkov  $\alpha$  narašča z razdaljo zaradi »priraščanja delcev iz zraka« /9/. Podobne ideje so ob prelomu stoletja objavljali tudi zakonca Curie, Crookes, Kelvin in Perrin /10/, vendar s sodobnega stališča zvenijo dovolj nenavadno, da jih je Rutherford lahko zavrnil.

**Antoine Henri Becquerel (1852-1908)** je bil sin predsednika pariške akademije in že tretja generacija v znameniti družini fizikov in kemikov. Leta 1874 je končal pariško Politehniko in postal tam dve leti pozneje lektor, leta 1895 pa profesor. Leta 1892 je nasledil očetovo službo v Muséum d'Histoire Naturelle v Parizu skupaj z odličnimi preparati uranovih spojin, zatajenih v steklu, ki so kar čakali na raziskovalca. 1.3.1896 je odkril žarke, ki so jih mnogi, med njimi J.J. Thomson, imenovali kar »Becquerelovi«. Becquerel je sprva menil, da opazuje luminescenco v območju rentgenskih žarkov, kar je leta 1896 podprl tudi Thomson. Rutherford je januarja 1899 objavil, da gre za nove vrste žarkov, ki jih je imenoval  $\alpha$  in  $\beta$  /11/. Becquerelovo odkritje so pozneje imenovali radioaktivnost, zanj pa je leta 1903 prejel Nobelovo nagrado za fiziko skupaj z zakoncema Curie. Leta 1900 je izmeril razmerje  $e/m$  za žarke  $\beta$  in ugotovil, da je enako kot pri tri leta starejših Thomsonovih meritvah »katodnih žarkov«.

11.9.1905 je H. Becquerel ponovil Rutherfordove meritve absorpcije žarkov  $\alpha$  pri prehodu skozi Al-liste. Nasprotno od Rutherforda je meril pri navadnih tlakih in ne v vakuumu, vključil pa je tudi magnetno polje. Podobno kot Rutherford je dodajal ovire iz Al-listov do debeline 0,034 mm na razdalji nekaj mm od fotografske plošče. Pri vseh meritvah se fotografije žarkov  $\alpha$  po prehodu skozi Al-liste niso ločile od tistih, na katere so žarki prileteli le skozi zrak. Zato je menil, da je Rutherford opazil absorpcijo žarkov zaradi posebnosti uporabljane Ra. Becquerel je imel seveda na razpolago veliko boljši Ra in njegove soli. Rutherford je uporabljal le Ra iz 1 mg čistega  $\text{RaCl}_2$ , ki mu ga je dala na razpolago pariška Société Centrale des Produits Chimiques. Becquerel je ponovno zavrnil Braggovo in Rutherfordovo teorijo absorpcije žarkov  $\alpha$  v snovi. Menil je, da imajo vsi žarki enake hitrosti, ki se ne spreminjajo ob prehodu skozi snov, medtem ko masa  $\alpha$ -žarkov »na nek način narašča med potjo skozi zrak« /12/.

15.11.1905 je Rutherford v Montrealu ponovno poročal o obstreljevanju Al-lista z žarki  $\alpha$ . Seveda si ni upal oporekati meritvam bolj slavnega pariškega kolega in Nobelovega nagrajenca. Zato je raje priznal njihovo veljavo, vendar je rezultate pojasnil v prid svoji in Braggovi teoriji. Uporabil je Al-liste debeline 3,1  $\mu\text{m}$  in konstantno magnetno polje, ki ga je periodično obračal. S številom dodanih Al-listov je naraščala razdalja med



Magnification 1'4.

*Slika 1: Rutherfordova fotografija žarkov  $\alpha$  v vakuumu, ki so prileteli na polovico fotografske plošče skozi 8 Al-listov, na drugo polovico pa so padali brez vmesnih ovir. Oddano v natis 15.11.1905 (Ernest Rutherford, Some Properties of  $\alpha$  Rays from Radium, Phil.Mag. 11 (1906) fig. 1)*



črtami na polovici fotografske plošče za njimi in črtami na drugi polovici plošče, ki so jo žarki dosegali brez ovir. S 13 Al-listi je znižal hitrosti žarkov na 62 % in s tem onemogočil njihov zapis na fotografski plošči.

V naslednjem nizu meritev je Rutherford uporabil merilno napravo, podobno Becquerelovi. Z zaslonom iz sljude je fotografsko ploščo razdelil na dve polovici. Eno je pokril z osmimi Al-listi. Večja razpršenost žarkov  $\alpha$  po prehodu skozi Al-list je bila na fotografiji jasno vidna, čeprav je imel Rutherford nekaj težav zaradi naprševanja črne plasti iz Cu-vodnika pri preveliki pospeševalni napetosti, ki je nekoliko znižala hitrost žarkov.

Rutherford je posnel žarke  $\alpha$  iz čistega RaCl na 4 cm oddaljeni fotografski plošči v vakuumu. Uporabil je šibko magnetno polje, ki je odklanjalo žarke  $\beta$ , ne pa tudi  $\alpha$ . Ob stalnem toku se med poskusom magnetno polje ni spreminjalo za več kot 0,5 %. Po prehodu skozi Al-liste so žarki zarisali na fotografijo za 1,9-krat širše črte od žarkov, ki so na ploščo prileteli skozi vakuum. Razširitev črt je že tedaj napeljala Rutherforda na možnost odboja od velikega »središčnega naboja« atoma.

Rezultat poskusa je podprl opis žarkov  $\alpha$  kot delcev z enakimi razmerji  $e/m$  in različnimi hitrostmi, zaradi katerih se ločijo v magnetnem polju. Meritev so seveda motili žarki  $\beta$  in  $\gamma$  s svojim prispevkom k počrtnitvi fotografske plošče.

Rutherford je pojasnil tudi Becquerelova opazovanja s svojo oziroma Braggovo teorijo absorpcije. Na fotografsko ploščo naj bi po prehodu skozi Al-oviro prišli samo najhitrejši žarki, ki so se tudi najbolj odklonili v magnetnem polju. Isti žarki so se najbolj odklonili tudi brez prehoda skozi Al-oviro. Črte na obeh polovicah fotografske plošče, ločenih z zaslonom iz sljude, so se zato skladale. Ugotovitev je veljala tako pri preletu skozi zrak, kot pri preletu skozi vakuum na drugo polovico plošče. Notranji rob fotografskih sledi se je zaradi znižanih hitrosti sicer premaknil navzven. Pri širokem Becquerelovem snopu žarkov je bilo premik težko opaziti. Dodatno ga je zabilisalo sipanje žarkov na molekulah zraka, če ne merimo v vakuumu.

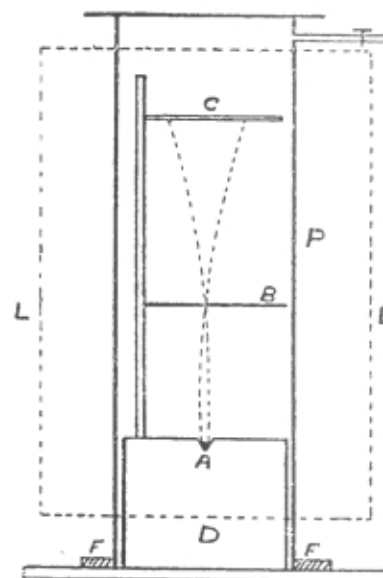
Da bi raziskal Becquerelovo trditev o naraščanju polmera ukrivljenosti poti žarkov  $\alpha$  z razdaljo od izvira, je Rutherford meril tudi pri navadnem tlaku. Po 40 minutah osvetlitve fotografske plošče je kovinsko oviro prestavil na drugo polovico plošče in izčrpal merilno posodo. Na isti fotografiji se je sled žarkov po prehodu skozi vakuum zarisala z dvema ožjima črtama. Po enako dolgem preletu skozi zrak so bile črte bolj odklonjene in širše. Majhen premik med obema skupinama črt je nastal zaradi naključnega premika plošče med prestavljanjem kovinskih ovir sredi poskusa. Rutherford je ob koncu razprave napovedal še podobne meritve sipanja na trdnih snoveh.

Rezultat je bil v nasprotju z Becquerelovo trditvijo o zmanjševanju razmerja  $e/m$  z razdaljo od izvira. Ta je bila, po Rutherfordu, posledica napačne domneve o homogenosti žarkov  $\alpha$ . Polmer ukrivljenosti tira žarkov  $\alpha$  na zunanjem robu fotografske sledi je naraščala z oddaljenostjo od izvira, ker so do večjih razdalj prileteli le žarki z višjimi začetnimi hitrostmi. Na notranjem robu je veljalo nasprotno, saj hitrost najhitrejših žarkov pada

z oddaljenostjo od izvira. Naraščanje polmera ukrivljenosti na zunanjem robu prevlada nad zmanjšanjem polmera ukrivljenosti na notranjem robu slike. Zato radij ukrivljenosti naraste, kot je pravilno opazil Becquerel /13/.

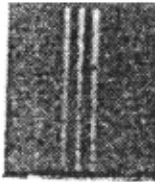
Odločilno prednost v sporu z Becquerelom so Rutherfordu prinesle meritve v visokem vakuumu, s katerimi se je bilo mogoče izogniti stranskim vplivom snovi. V naslednjih mesecih je Rutherford dopolnil svoje dokaze o stalnem razmerju  $e/m$  pri žarkih  $\alpha$ . Za žarke  $\beta$  sta takšno razmerje skoraj desetletje prej izmerila Thomson in za njim Becquerel. Rutherford je izmeril razmerje med gibalno količino in nabojem ter med kinetično energijo in nabojem za žarke  $\alpha$  po preletu skozi vakuum ali zaslon iz sljude. Ko je sljudi dodal Al-list, je skoraj za dvakrat povečal absorpcijo. Pri vseh meritvah je dobil približno enaka razmerja  $e/m$ . Čeprav so se mu rezultati zdeli previsoki, je z njimi dokazal, da vseskozi opazuje enake delce /14/. Rutherfordova ugotovitev enakega razmerja  $e/m$  pri vseh žarkih  $\alpha$  je bila uvod v 3 leta poznejši dokaz njihove istovetnosti s He-ioni.

14.6.1906 je v Montrealu poročal o obstreljevanju Al-lista z žarki  $\alpha$ . Opisal je tudi Ra-vodnik v trikotnem utoru valja iz bronu, pritrjenem na temeljno ploščo. Ob eno stran valja je pričvrstil navpično palico. Dve premični stojali sta bili povezani skozi zarezo v sredi. Spodnja je imela režo, zgornja pa majhno fotografsko ploščo. Razdaljo med stojaloma je lahko spreminjal z vijaki. Merilnik je obkrožal zgoraj zaprt valj iz bronu, katerega spodnja stran je bila povezana z robom kolesa, vstavljenega v temeljno ploščo. Z mazilom za svedre je kolo zatesnil, tako da je posodo lahko hitro izpraznil s Fleussovo črpalko. Tako se je izognil povešanju bronaste posode pri tesnjenju ob bronasto ploščo in si je prihranil čas in delo, kar je bilo zelo pomembno pri poskusih z magnetnim odklanjanjem žarkov  $\alpha$  iz Ra. Vse skupaj je postavil v lesen okvir med pola velikega elektromagneta s poljem, vzporednim žarkom, praktično enakim vzdolž njihove poti. Področje med Ra-iz-



Slika 2: Rutherfordova merilna naprava, sestavljena v Kanadi leta 1906 (Ernest Rutherford, Retardation of the  $\alpha$  Particle from Radium in passing through Matter, Phil. Mag. 12 (1906) str. 135)

virom in fotografsko ploščo je z navpičnimi ploščami iz sljude predelil v dve polovici. Prva je bila nepokrita ali pokrita z zaslonom, ki je absorbiral toliko žarkov  $\alpha$  kot 3,5 cm zraka. Drugo je pokrival z različnim številom Al-listov. Tako je na fotografski plošči dobil dve skupini črt s središčema, razmaknjenima za dvojni odklon žarkov  $\alpha$  od pravokotnice zaradi vpliva magnetnega polja. Razdalja med odklonjenimi črtami je bila obratno sorazmerna hitrosti žarkov po prehodu skozi oviro /15/.



Slika 3: Rutherfordova fotografija odklona žarkov  $\alpha$  po prehodu skozi sljudo iz leta 1906 (Ernest Rutherford, *Retardation of the  $\alpha$  Particle from Radium in passing through Matter, Phil.Mag. 12 (1906) fig. 3*)

Rutherford je dal posneti več kot 100 fotografij, ki so kazale vpliv električnega in magnetnega polja na žarke  $\alpha$ . Sprva so fotografije opazovali skozi mikroskop, vendar je to močno utrujalo oči. Zato so raje s svetilko projicirali 20 do 40-krat povečano sliko na zaslon. Uporabljali so Al-liste, ki so ustavljali toliko žarkov  $\alpha$  kot okoli 5 mm široka plast zraka. Razdalji med radioaktivnim izvirom in rezo ter med rezo in fotografsko ploščo sta bili po 2 cm, pri drugih poskusih pa 0,5 in 1,5 cm. Zaporedno so postavili oviro, ki jo je sestavljalo do 14 Al-listov. Če so jim dodali še dve plasti bolj prepustne »holandske« kovine, so docela absorbirali žarke  $\alpha$ , tako kot 7,06 cm zraka po Braggovem eksponentnem zakonu /16/.

V začetku 20. stoletja so absorpcijo žarkov  $\alpha$  v snovi raziskovali predvsem v Cavendishu, Manchesteru in na Dunaju. Taylor je leta 1909 izmeril, da se absorpcija žarkov  $\alpha$  v različnih snoveh spreminja s hitrostjo tem bolj, čim večji sta hitrost žarkov in atomska masa snovi. Koeficiente absorpcije v  $H_2$ , Al, Pb, Au in Sn je primerjal z zrakom. Thomson je leta 1910 raziskoval absorpcijo žarkov  $\alpha$  v tankih plasteh, dve leti pozneje pa še ionizacijo snovi ob tiru nabitega delca. Braggov model absorpcije žarkov  $\alpha$  v zraku so z meritvami žarkov iz polonija podprli Geiger, Taylor, Friedman in Boltzmanov vnuk Flamm na Dunaju /17/.

#### 4 Rutherford v Manchesteru:

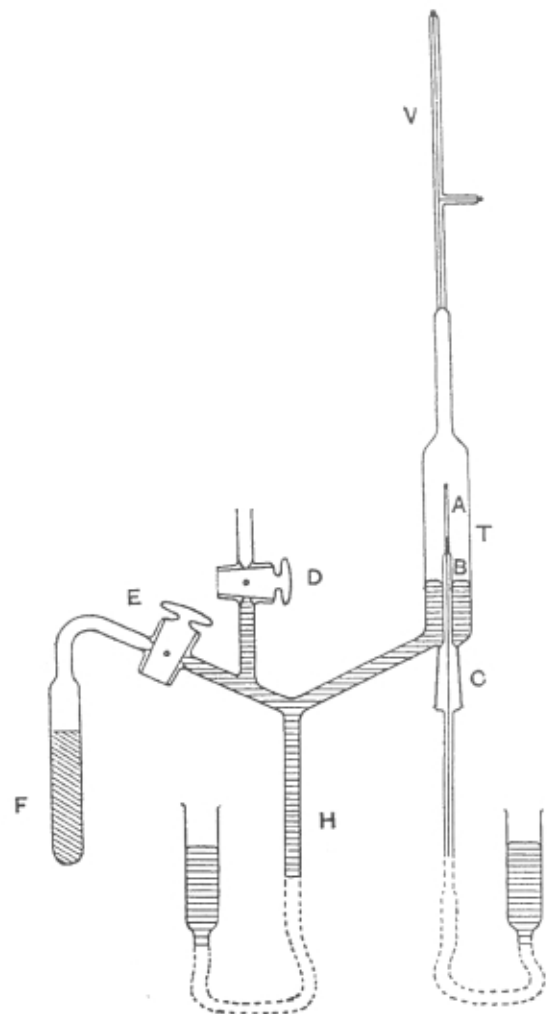
##### Prvi opis implanterja in dokaz istosti žarkov $\alpha$ in He-ionov (1908 -1909)

Rutherford je uporabljal okoli 400 mg radija, pridobljenega iz svinčevega klorida v uranitu, ki mu ga je dunajska akademija januarja 1908 poslala na posodo v Manchester, podobno kot je pred tem preskrbela več ton češke uranove rude zakoncema Curie v Parizu /18/.

V Rutherfordovem laboratoriju so poleg fotografij še avgusta 1908 uporabljali tudi izboljšani spintariskop, ki ga je Crookes prvič opisal 19.3.1903. Pod mikrosko-

pom so opazovali scintilacije, ki so jih žarke  $\alpha$  po prehodu skozi snov povzročali na luminescenčnem ZnS. Leta 1908 sta Geiger in Rutherford sestavila števec delcev  $\alpha$ , ki je po poznejših izboljšavah dobil ime Geiger-Müllerjev. Škot Charles Thomson Rees Wilson (1869-1959) je že leta 1893 začel razvijati po njem imenovano meglčno celico. Za opazovanje žarkov  $\alpha$  jo je priredil leta 1911 v Cavendishu /19/. Sprva so uporabljali Töplerjevo črpalko, dopolnjeno z grafitom v tekočem zraku. Pozneje so nabavili nekaj Gaedejevih rotacijskih Hg-črpalk, vendar je bilo med številnimi uporabniki v laboratoriju težko priti na vrsto zanje. Tako je npr. Lenardov laboratorij v Heidelbergu glede vakuumskih črpalk prekašal Manchester v času pred 1. svetovno vojno /20/.

Rutherfordova prva naprava za ionsko implantacijo ni bila nič bolj zapletena od majhne steklene cevi z radioaktivnim radonom, ki je oddajal žarke  $\alpha$ . 13.11.1908 sta jo opisala skupaj z Roydsom, ki se je skupaj z Geigerjem naučil spektroskopije že pri Rutherfordovemu predhodniku Schusterju v Manchesteru. Raziskovala sta naravo žarkov  $\alpha$  pri poskusu, ki si ga je Rutherford zamislil že v Kanadi. Okoli 140 mg Ra sta očistila in stisnila s stolpom Hg v tanko stekleno cev,



Slika 4: Prva naprava za ionsko implantacijo po skici Rutherforda in Roydsa, poslani v objavo 13.11.1908 (Rutherford in Royds, *The Nature of the  $\alpha$  Particle from Radioactive Substances, Phil.Mag. 17 (1909) str. 282*)

dolgo okoli poldrugi cm. Nemškemu steklopihaču Baumbachu sta dala napihati enakomerno debelo stekleno posodo debeline manj kot 0,01 mm, ki je bila dovolj močna, da je zdržala tlak Hg. Obenem je imela dovolj tanke stene, da je ustavljala le toliko žarkov  $\alpha$  kot 2 cm debela plast zraka. Tako je večina žarkov pobegnila iz posode proti luminescenčnemu zaslonu ZnS, vendar sprva le do razdalje 3 cm. Po eni uri je bilo luminescenco mogoče opazovati tudi na razdalji 5 cm, saj so prevladali žarki  $\alpha$  z višjimi hitrostmi, ker so bili tisti z nižjimi večinoma že izsevani z razpolovnim časom 3 minute. Steklena posoda je bila obkrožena in v stiku s steklenim valjem dolžine 7,5 cm in premera 1,5 cm, ki sta ga izpraznila s črpalko. Vakuum sta izboljšala s cevjo polno oglja, hlajeno v tekočem zraku. Žarki  $\alpha$  so se po preletu skozi tanko steno steklene posode ustavili v stenah zunanje steklene posode ali pa na površini Hg.

Če bi bili žarki  $\alpha$  ioni He, bi postopoma difundirali iz stekla in Hg nazaj v vakuum. Z dvigom Hg-stolpa sta pline potisnila v vakuumsko posodo in jih tam opazovala s spektroskopom. Po dveh dneh sta opazila značilno rumeno črto He, po 4 dneh tudi zeleno, po 6 dneh pa vse glavne črte He-spektra. Pri nekaterih poskusih jima je pomagal tudi Geiger /21/.

Rutherfordovi dokazi za istost ionov He in žarkov  $\alpha$  so mu močno povečali ugled, saj so jih podprli tudi starejši britanski raziskovalci, med njimi Dewar: »Ujemanje med poskusom in Rutherfordovimi teorijskimi predvidevanji je skoraj prečudovito, kar potrjuje pravilnost teorije radioaktivnih sprememb, za katere začetek in razvoj je že toliko storil.« /22/

### 5 Rutherford v Manchesteru: »Središčni naboj« atoma, dokazan s sipanjem žarkov $\alpha$ na kovinah (1909-1914)

Difuzne fotografije žarkov  $\alpha$  po preletu skozi tanke kovinske liste so že v Montrealu napeljale Rutherforda na možnost odboja. Že ob prvih raziskavah sipanja žarkov  $\alpha$  je domneval, da »se mogoče nekateri (žarki) odklonijo za veliko večji kot (od  $2^\circ$ ); toda če je tako, je vpliv na fotografsko ploščo prešibak za zaznavo ... odklon za  $2^\circ$  od smeri gibanja posameznih žarkov  $\alpha$  pri prehodu skozi 0,003 cm debelo sljudo zahteva povprečno transverzalno električno polje okoli 100 milijonov V/cm. Takšen rezultat jasno dokazuje, da so atomi snovi središča zelo močnih električnih sil - domneva v skladu z elektronsko teorijo snovi« /23/. Trditev je bila zametek poznejše Rutherfordove jedrske teorije atoma.

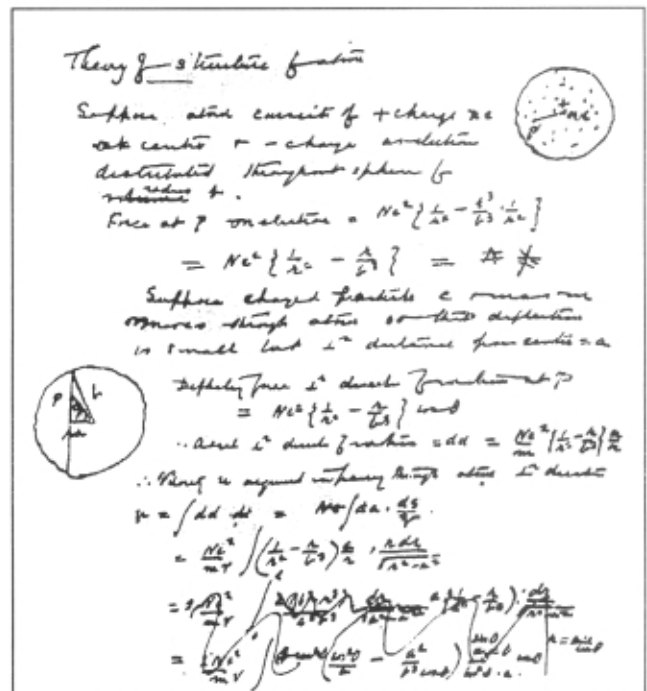
Že maja 1909 je Rutherford v Phil.Mag. objavil, da »ve, kakšni so atomi« /24/. Jedrski model so pred njim poleg Bragga in Nagaoke obravnavali še številni raziskovalci, med njimi Rus Peter Lebedev (1866-1911) 22.1.1887, Anglež George Johnstone Stoney (1826-1911), Francoz Jean-Baptiste Perrin (1870-1942) leta 1901 s poznejšimi dopolnitvami rojaka H. Becquerela, Nemec Lenard leta 1903 po pol stoletja starejših Dynamidah in naslednje leto celo J.J. Thomson.

Po Rutherfordovih navodilih sta Marsden in Geiger spomladi leta 1909 opazila odboj okoli 1/8000 žarkov  $\alpha$  iz Ra-C ob prehodu skozi tanko plast Pt. Pri listu Au

debeline 4  $\mu\text{m}$ , ki je absorbiral enako kot 1,6 mm zraka, se je v povprečju eden od 20000 žarkov  $\alpha$  odklonil za več kot pravi kot. Delež odbitih žarkov sta merila tudi na listih kovin Pb, Sn, Ag, Cu, Fe in Al. Cev z 20 mg RaBr<sub>2</sub> sta izčrpala do nekaj mbar in zaprla z oknom iz sljude, ki je absorbiralo le toliko žarkov  $\alpha$  kot 1 cm zraka. Odklone za več kot pravi kot sta opazila z mikroskopom kot scintilacije na ZnS-zaslonu. Razen pri Pb sta potrdila Braggovo teorijo, po kateri je absorpcija na atomu sorazmerna s kvadratnim korenom iz njegove mase. Merila sta tudi odboj na različnih številnih tankih Au-listov z odbojnostmi, enakimi 0,4 mm zraka, in dokazala, da ne gre za površinski, temveč za prostorninski pojav /25/.

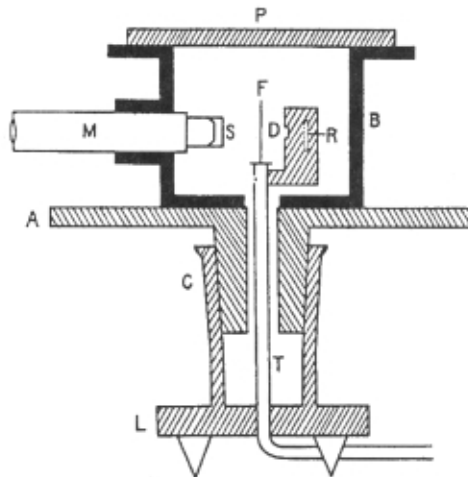
Geiger je poročal Rutherfordu o nepričakovanem odkritju. Pol ure pozneje je Rutherford ob nedeljskem kosilu na svojem domu poročal sodelavcem o odkritju »središčnega naboja« v atomu. Rezultat naj bi bil po enem njegovih zadnjih predavanj »prav tako nepričakovan, kot če bi streljali s 15-palčnim (38 cm) nabojem na list svilnatega papirja, pa bi se izstrelek odbil in vas zadel« /26/. To je bil še eden številnih Rutherfordovih izrekov, namenjenih zgodovini. V resnici je jedrski model na tihem podpiral že več let, vendar ga dotlej še ni znal učinkovito dokazati s poskusi. 7.3.1911 ga je opisal Manchestrskemu društvu literatov in filozofov. Pred istim društvom je Dalton sto let prej poročal o raziskovanju mas »nedeljivih« atomov /27/.

Pri objavi razprave o sipanju žarkov  $\alpha$  in  $\beta$  se je Rutherford še posebej potrudil pri računanju, čeprav sicer ni slovel kot matematik. Naslednji mesec je razpravo z »Rutherfordovo enačbo« poslal v objavo v Phil.Mag. Pokazal je, da so atomi središča močnega električnega polja. Najprej je obravnaval Thomsonovo teorijo sipanja naelektrnih delcev na tanki plasti »puding«



Slika 5: Stran iz Rutherfordovega laboratorijskega dnevnika, na kateri je med letoma 1910 in 1911 skiciral sestavo atoma (O.A. Staroseljskaja-Nikitina, Ernest Rutherford, Nauka, Moskva 1967, str. 141)

atoma, v katerem so bili masa in naboja obeh predznakov enakomerno porazdeljeni. Thomsona sta s poskusi podprla Crowther in Madsen leta 1910 z merjenjem sipanja žarkov  $\beta$  na Al. Madsen je meril na nekoliko debelejših plasteh. Crowther je ocenil, da je število elektronov okoli trikrat višje od atomske mase. Iz Geigerjevih in Marsdenovih meritev sipanja žarkov  $\alpha$  na Pt in Au je sledilo, da imajo ti atomi v središču okoli 100 osnovnih nabojev, kar je približno enako njuni atomski masi. Rutherford je menil, da za prehod žarkov  $\alpha$  in  $\beta$  skozi snov veljajo enaki splošni zakoni, ki kažejo na »atom, sestavljen iz središčnega naboja, domnevno osredotočenega v točki ... s središčnim nabojem približno enakim atomski masi, vsaj za atome, težje od Al.« Vrste naboja v središču atoma si še ni upal določiti. Skliceval se je tudi na podobnost svojih domnev s »Saturnovim« atomom Japonca Nagaoka, objavljenim na seji Fizikalno-matematične družbe v Tokiju 5.12.1903. Nanj je Rutherforda šele 11.3.1911 opozoril W.H. Bragg, 9 dni pozneje pa je Rutherford pisal Nagaoki na Japonsko /28/.



Slika 6: Merilna naprava Geigerja in Marsdena iz leta 1913 (Geiger in Marsden, *The Laws of Deflection of  $\alpha$ -Particles through Large Angles*, Wien.Ber; Phil.Mag. VI 25 (1913) str. 609)

Meritve Rutherfordovih sodelavcev sprva niso prinesle prevlade ideji »središčnega naboja« atoma, predvsem ne v Cavendishovem laboratoriju /29/. Rutherford se je konec oktobra 1911 udeležil 1. Solvayevga kongresa v Bruslju, vendar se tudi tam še nihče ni zanimal za jedrski model. Nicholson ga je leta 1912 poskusil opisati s kvantno mehaniko, vendar se je to posrečilo šele Bohru avgusta leta 1912 v Rutherfordovem laboratoriju, kjer je pomagal tudi pri meritvah. Tako je nov model atoma prevladal z uveljavitvijo nove generacije raziskovalcev in spodbudil razvoj kvantne mehanike.

Leta 1912 je Rutherfordovo teorijo sipanja dopolnil tudi C.G. Darwin. Njegov ded Charles Robert (1809-1882) je za razvoj vrst predvidel starost Zemlje več milijard let, ki jih je pojasnila šele Rutherfordova teorija radioaktivnosti /30/.

Leta 1913 sta Geiger in Marsden dopolnila svoje meritve s spreminjanjem vpadnega kota in hitrosti žarkov. Rezultate sta objavila najprej pri dunajski akademiji, bržkone iz hvaležnosti za posojeni radij, ki

sta ga uporabljala v enakem izviru kot 4 leta prej Rutherford in Royds. Izvir sta zaprla v Pb, da bi zmanjšala vpliv žarkov  $\beta$ . Merila sta na listih iz Au in Ag z absorpcijo enako 4,5 oziroma 3 mm zraka, vakuum pa sta izboljšala z grafitom, hlajenim v tekočem zraku. Dokazala sta, da je sipanje pri tankih listih sorazmerno njihovi debelini. Meritve sta dopolnila še na Sn, Cu, Al in C v parafinskem vosku. Sipanje na Au-listu debeline 21  $\mu\text{m}$  pri razdalji 1 cm od izvira je potrdilo Rutherfordove napovedi /31/.

Na 2. Solvayevem kongresu leta 1913 je Rutherford v razpravi po Thomsonovem poročilu že dokazal prednosti svojega opisa atoma. Leta 1914 je Rutherford že ocenil velikost jedra na manj kot 1,7 fm, kar je bilo celo nekoliko nižje od tedanje ocene za velikost elektrona. V razpravi se je približal tudi poznejšemu pojmu vezavne energije oziroma masnega defekta /32/.

V naslednjih letih se je Rutherford lotil sipanja žarkov  $\alpha$  na lahkih jedrih. Zaradi vojaških obveznosti narodnostno pisanih sodelavcev je med 1. svetovno vojno Rutherford meril le ob pomoči laboranta Williama Kaya, ki je pred prihodom v Manchester pri Jamesu Dewarju v RI sestavil večji del naprav za visoke tlake. Poskusi z dušikom so decembra 1917 pripeljali do prve načrtno sprožene jedrske reakcije. To je bilo zadnje odkritje, ki ga je Rutherford objavil pred odhodom v Cavendish. Z njim je prešel od ionske implantacije k raziskovanju strukture jedra /33/.

Anglež **Thomas D. Royds** je prav tako kot desetletje pred njim Rutherford in James Chadwick (1891-1974) dobil štipendijo »Razstave 1851 za študij znanosti«, da je lahko nadaljeval študij fizike v Manchestru pri Shusterju in Rutherfordu. To najbolj čislano štipendijo za diplomante provincialnih univerz v znesku 150 funtov sterlingov so na pobudo moža kraljice Viktorije podeljevali iz dela dohodka Svetovne razstave v Londonu leta 1851.

Nemec **Hans Wilhelm Geiger** (1882-1945) je bil rojen v Neustadtu-an-der-Weinstrasse. Leta 1906 je končal študij v Erlangenu pri izrednem profesorju Arthurju Wehneltu (1871-1944), izumitelju »Wehneltove« katodne elektronke. Nato je 7 let sodeloval z Rutherfordom. Leta 1911 je objavil zvezo med razpolovnim časom in energijo žarkov  $\alpha$ . Leta 1925 je dokazal, da se energija in gibalna količina ohranjata pri Comptonovem pojavu. Med letoma 1925 in 1929 je bil profesor na univerzi v Kielu, do leta 1936 v Tübingenu in nato na tehnični univerzi v Berlinu.

Novozelanec **Ernest Marsden** (1889-1970) je bil rojen v Angliji in je študiral in raziskoval v Manchestru do leta 1914. Nato je odšel v Novo Zelandijo in bil tam do leta 1922 profesor v Wellingtonu, nato pa je do leta 1954 delal v Oddelku za znanstvene in industrijske raziskave, od leta 1947 kot predsednik novozelandske RS.)

**James Arnold Crowther** (1883-1950) je bil med letoma 1924 in 1946 profesor fizike na univerzi Reading, od leta 1936 honorarni tajnik, od leta 1946 pa podpredsednik fizikalnega instituta v Londonu.

**John William Nicholson** (1881-1955) je bil med leti 1912 in 1921 profesor na kraljevem kolidžu univerze v Londonu.



Slika 7: Ernest Rutherford (1871-1937)

**Ernest Rutherford** (1871-1937) je bil rojen na Novi Zelandiji v družini kolarja in nekdanje učiteljice. Kot enajstleten fantič se je znanosti učil iz knjige *Outlines of Physics* Balfourja Stewarta (1828-1887) iz Manchestra, katerega katedro v Manchestru je prevzel četrto stoletja pozneje. Rutherford je študiral na univerzi Canterbury, ki je bila leta 1873 ustanovljena v mestu Christchurch. Po magisteriju leta 1893 ni bil posebno uspešen kot srednješolski učitelj. Sestavil pa je detektor, s katerim je lahko lovil radijske valove na razdalji 3 km, kar je bil v tistem času rekordni dosežek. Raziskovalno delo mu je odprlo pot do štipendije »Razstave 1851 za študij znanosti«, ki se ji je leto dni starejši kemik J.S. Maclaurin iz Aucklanda odrekel iz družinskih virov. Tako se je Rutherford leta 1895 odpravil v Cambridge za prvega raziskovalnega asistenta Josepha Johna Thomsona (1856-1940). Na poti se je ustavil še pri Braggi v Avstraliji.

Thomson in Rutherford sta si bila globoko različna. Thomson je največje uspehe požel z raziskovanjem žarkov  $\beta$ , Rutherford pa je skoraj 4 desetletja raziskoval predvsem žarke  $\alpha$ , ki jih je tudi sam poimenoval januarja 1899 /34/. Oba sta imela do raziskovanih »korpuskul« zelo osebne odnose, ki se je ohranil v številnih zgodbah. Vendar so sodelavci raje videli, da Thomson ne prijemlje laboratorijskih naprav. Njegova nespretnost je bila že kar legendarna, skoraj primerljiva z Dunajčanom Wolfgangom Paulijem (1900-1958), ki je baje na več metrih razdalje kvaril poskuse /35/. Rutherford pa je bil sila spreten in je pozneje kot vodja laboratorija po večkrat na dan obiskoval raziskovalce in jih kar zapovrstjo grajal zaradi neučinkovitosti in počasnosti. Nekoč je tako v kratkem času dvakrat pobaral zidarja, ki ga je pomotoma zamenjal za enega svojih »fantov«. Mož se je silno razburil in odpovedal delo /36/.

Med septembrom 1898 in junijem 1907 je Rutherford odšel v Kanado za profesorja McGillske univerze v Montrealu in vodjo tamkajšnjega laboratorija, ki ga je gmotno podpiral MacDonald s svojo tobačno industrijo. Leta 1899 je odkril nov element Ra ter žarke  $\alpha$  in

$\beta$ . Leta 1905 je bil izbran v RS. Do leta 1919 je poučeval na univerzi Victoria v Manchestru, ki se je razvila iz Owensovega kolidža, ustanovljenega leta 1846. Tam sta fiziko nekoč poučevala tudi John Dalton (1766-1844) in njegov učenec James Prescott Joule (1818-1889) /37/, od leta 1870 do smrti Stewart skupaj z znamenitim spektroskopistom Henryjem Roscoejem in pred Rutherfordom Arthur Schuster (1851-1934). Tehniko je med letoma 1868 in 1905 poučeval Osborne Reynolds (1842-1912). Kolidž je leta 1900 dobil fizikalni laboratorij, tri leta pozneje pa je postal samostojna univerza.

Leta 1908 je Rutherford prejel Nobelovo nagrado iz kemije za raziskovanje radioaktivnosti, s katerim je začel spodkopavati antično idejo o nedeljivosti atomov. Na pojedini po nobelovskem predavanju je Rutherford razglasil, da je »imel opraviti že s številnimi različnimi pretvorbami z različnimi periodami, vendar je med vsemi najhitrejša moja lastna trenutna pretvorba iz fizika v kemika«. Ob novici o Nobelovi nagradi mu je mati, ena prvih učiteljic na Novi Zelandiji, v pismu čestitala in izrazila upanje, da bo vendarle prišel domov pomagat kopati krompir. Pri tem je bržkone pozabila, da ji je sin že pred leti pokazal »zadnji krompir, ki ga koplje«, ko mu je med delom na vrtu sporočila novico o prejemu »štipendije 1851. leta« /38/.

Leta 1914 je Rutherford odkril proton in dobil naziv dvorjana. Leta 1917 je raziskoval ultrazvok za potrebe vojske skupaj z nekdanjim sodelavcem v Cavendishu Langevinom na Collège de France, kjer je pred tem študiral tudi poznejši izumitelj televizije Zworykin. Leta 1919 je Rutherford nasledil Thomsona kot vodja Cavendisha. Leta 1925 je postal predsednik RI, leta 1931 pa je dobil naziv Lord Nelson po mestecu v Novi Zelandiji, kjer je obiskoval srednjo šolo.



Slika 8: Ernest Rutherford in Bohr s soprogo (John Archibald Wheeler, Niels Bohr, the man, *Phys. Today* (oktober 1985) str. 70

Rutherfordova knjiga *Radioactivity* je po prvem natisu leta 1904 dobivala vedno nova poglavja in je vplivala na celo generacijo eksperimentalnih fizikov. Med Rutherfordovimi učenci in sodelavci jih je več kot 10 pozneje dobilo Nobelovo nagrado, med njimi tudi tujci: Nemci, Rusi in prebivalci habsburške monarhije.

## 6 Bohr v Manchesteru in Kopenhagenu: Teorija ionske implantacije

Rezultate meritev v Rutherfordovem laboratoriju je Bohr avgusta 1912 in julija 1915 v Manchesteru povezal v prepričljivo teorijo. Pokazal je, da absorpcijo žarkov  $\alpha$  v najtežjih elementih določa število elektronov v atomih in njihove lastne frekvence. Povprečno absorpcijo hitrih delcev je dve leti pozneje dopolnil še z izgubo hitrosti za vsak posamezen delec. Pri oceni zmanjševanja hitrosti oziroma izgube energije na enoto poti je upošteval le vpliv elektronov, ne pa tudi jeder atomov. Ustavljanje žarkov  $\alpha$  in ionov nasploh v težjih elementih je približno opisal z idejo, da imajo poleg zunanjih elektronov z lastnimi frekvencami v vidnem območju tudi elektrone, vezane z večjo energijo in lastnimi frekvencami v območju rentgenskih žarkov. Po Bohru je Thomsonova teorija dajala pravilne rezultate ob upoštevanju sekundarnih ionizacij, ki jih povzročajo elektroni, izbiti iz atomov. Bohrovo delo sta z bolj realnimi teorijami dopolnila Rutherfordov občasni sodelavec Nemeč Bethe in Švicar Bloch z univerze v Leipzigu, poznejši direktor CERN-a. Bethe je dobil Nobelovo nagrado iz fizike leta 1967 za raziskovanje jedrskih reakcij v zvezdah, Bloch pa leta 1952 za odkritje jedrske magnetne resonance /39/.

Kljub pomembnim dosežkom je obstreljevanje z ioni ostalo dolgo časa le posebej prirejen poskus za dokazovanje jedrskega modela atoma, po letu 1917 pa za

**Niels Hendrik David Bohr** (1885-1962) je bil rojen v Kopenhagenu, kjer je študiral fiziko, leta 1909 magistriral in 13.5.1911 doktoriral. Štipendija mu je po doktoratu omogočila študij pri Thomsonu v Cambridgeu. Rutherforda je prvič srečal oktobra leta 1911 na vsakoletnem obedu v Cavendishu, vendar se je z njim seznanil šele nekaj tednov pozneje ob obisku pri očetovem prijatelju v Manchesteru /40/. Ker Thomson ni pokazal prevelikega zanimanja za opise atomov, ki so nasprotovali njegovim lastnim, se je Bohr sredi marca leta 1912 raje odpravil k Rutherfordu v Manchester. Tam sta teoretik Bohr in eksperimentalni fizik Rutherford ustvarila učinkovit krog zagovornikov jedrskega modela atoma. Rutherfordov laboratorij je sproti preverjal Bohrove ideje, Bohr pa je s teorijo podprl Rutherfordov model atoma. Njunjo razmerje je bilo začinjeno tudi z obilico humorja. Rutherford sicer ni spoštoval teoretikov in je ob koncu nekega predavanja Wernerja Heisenberga (1901-1976) povedal: »Neskončno smo vam hvaležni za pojasnitev številnih zanimivih nesmislov, ki so nam dali veliko misliti«. Zato so Rutherforda presenečeno spraševali, zakaj ima povsem drugačen odnos do teoretika Bohra. Navdušeni športnik Rutherford se je izvlekel z odgovorom: »Bohr - on je povsem drugačen, on je nogometaš« /41/. Kljub temu pa pozneje, po Bohrovem »Scottovem« predavanju v Cavendishu o načelu nedoločenosti, ni mogel ostati brez opombe: »Veste, Bohr, vaša izvajanja se mi zdijo prav tako nedoločena kot predpostavke, na katerih temeljijo« /42/.

sporožanje jedrskih reakcij. Uporabnost postopka na drugih področjih ni bila obravnavana, saj so ga imeli le za laboratorijsko posebnost, podobno kot pol stoletja pred tem katodno elektronko. Raziskovali so predvsem sile, ki ustavljajo ione v snovi. Med teorijami se prevladovala dela Bohra in njegovih danskih sodelavcev. Bohr je leta 1948 opisal osnove prehoda ionov skozi snov. Objavil je poseben zakon izmenjave energije vzdolž poti ionov in ocenil postopno zmanjševanje naboja ionov. Na začetku poti prevladujejo trki z elektroni snovi. Na koncu, ko se ioni že upočasnijo in večinoma izgubijo naboj, prevladujejo trki z jedri. Z enačbo je ponazoril, kako naboj in hitrost iona vplivata na število elektronov, ki jih ion zajame ob svoji poti skozi snov.



Slika 9: Niels Bohr (1885-1962)

Po Christianu Christiansenu (1843-1917) je profesor fizike v Kopenhagenu leta 1912 postal Martin Knudsen. Zato je Bohru julija 1912 preostalo doma le mesto privatnega docenta. Jeseni 1914 je raje namesto Darwina prevzel »Shusterjeva« predavanja matematične fizike pri Rutherfordu v Manchesteru, dokler ni poleti 1916 dobil mesta profesorja v Kopenhagenu. V naslednjih desetletjih je tam zunaj vihre 1. svetovne vojne razvil najvplivnejšo fizikalno »šolo« svojega časa, ki je utemeljila sodoben opis kvantne mehanike. Leta 1918 je opisal načelo korespondence, s katerim je klasično mehaniko povezal z nastajajočo kvantno teorijo. Leta 1922 je Bohr za raziskovanje zgradbe atomov in iz njih izhajajočega sevanja dobil Nobelovo nagrado za fiziko. Po nemški zasedbi je pobegnil v Anglijo in nato v ZDA, kjer je sodeloval pri izdelavi atomske bombe. Po koncu vojne se je vrnil v Kopenhagen kot slaven fizik. Primerljiv je le še z Einsteinom, s katerim sta si sicer v fiziki pogosto nasprotovala, posebno glede pojma komplementarnosti, ki ga je Bohr prvič opisal na mednarodnem fizikalnem kongresu v mestecu Como ob stoletnici smrti Alessandra Volte 16.9.1927.

Raziskovanja je v Kopenhagenu nadaljeval doktorand Lassen z meritvami izgub energije delcev, nastalih po cepitvi jeder ob njihovi poti skozi Ar in druge pline. Pozneje sta Danca Lindhard in Scharff postavila temelje za razumevanje ustavljanja visoko- in nizkoenergijskih ionov pri prodiranju skozi snov. S sodelavcem sta opisala energijsko območje ionske implantacije z

uporabo realnih interakcij med elektroni in jedri, ki jih niso več obravnavali kot proste delce. Po začetnicah avtorjev se je teorije prijel naziv LSS. Natančne meritve dosega ionov v snovi J.A. Daviesa in drugih nadaljevalcev Rutherfordovega dela v Kanadi so omogočile, da se je tehnika ionske implantacije hitreje razvijala od naprševanja tankih plasti /43/.

## II. DEL: UPORABA IONSKE IMPLANTACIJE V INDUSTRIJI

### 1 Uvod

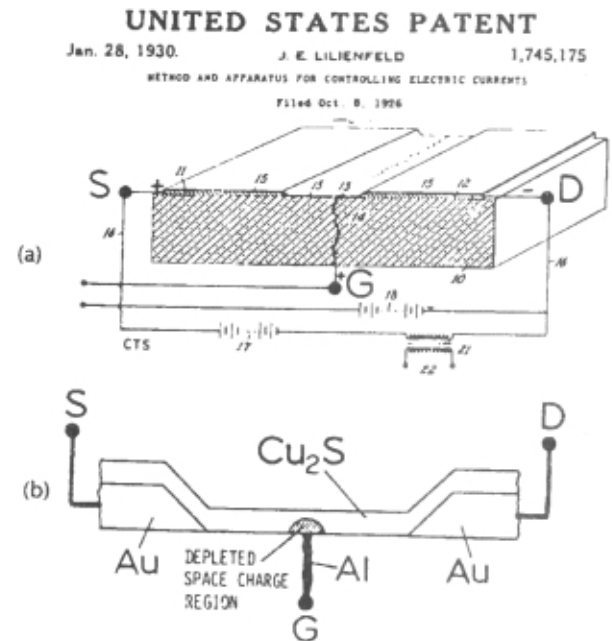
Ionska implantacija je navidez grob postopek, ki pa ob povsem elektronskem vodenju omogoča izredno natančno vgrajevanje posameznih ionov v želene dele podlage. Že izdelan postopek je prišel kot naročen novorojeni industriji polprevodniških naprav. Ob tem je imel kar ob začetku svojega razvoja v laboratorijih na razpolago številne pospeševalnike in separatorje, ki zaradi prenizkih energijskih zmogljivosti niso bili več resno uporabljani v jedrski fiziki. Hitra rast, ki jo ponazarja izredno optimističen »Moorov zakon«, je bila neizogibna posledica ujemanja srečnih okoliščin, v katerih je ionska implantacija v treh desetletjih postala zrela oblika tehnologije in se danes njena uporaba iz industrije polprevodnikov širi tudi drugam.

### 2 Tranzistor in začetki uporabe ionske implantacije v polprevodnikih

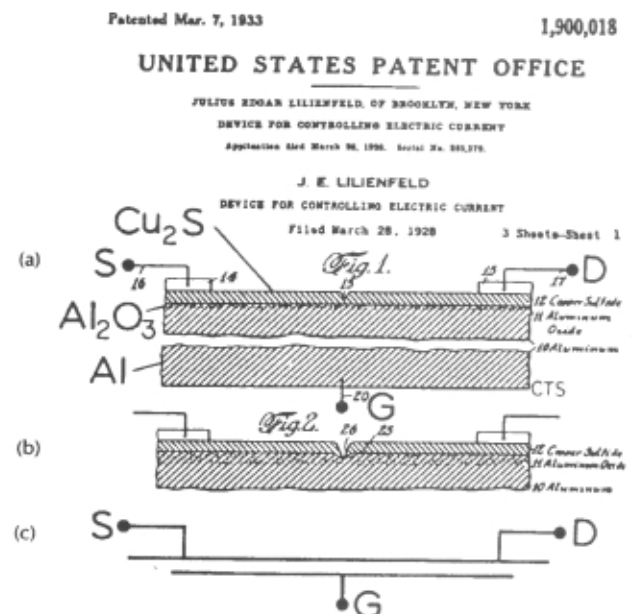
Osnove tranzistorjev so bile znane že v času, ko so bili raziskovalci iz Shockleyjeve skupine pri Bell Labs še najstniki. Poljak Lilienfeld, med letoma 1910 in 1926 profesor fizike na univerzi v Leipzigu, je leta 1920 tam objavil raziskavo o elektronski emisiji v vakuumu. Raziskovanje vakuumske elektronike je nadaljeval z raziskovanjem trdne snovi. Po emigraciji v ZDA je bil direktor raziskovanja v Ergon Research Laboratory v Maldenu. Med 8.10.1926 in letom 1932 je vložil in dobil 3 patente za osnove tranzistorja s poljskim efektom kovinski oksid - polprevodnik (MOSFET). Predložil je uporabo CuS, vendar ni znano, da bi kdaj sestavil delujoč tranzistorski ojačevalnik. Leta 1935 je postal državljani ZDA.

Prav tedaj je Nemeč Oskar Heil v Britaniji vložil patent z opisom delovanja MOSFET-a z uporabo sodobne teorije elektronov in vrzeli, ki jo je leta 1931 razvil Alan Harris Wilson (r.1906) v Cambridgeu. Heil je opisal tako n- kot p-tip na primerih Te, I, Cu<sub>2</sub>O in V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Čeprav so bile Lilienfeldove in Heilove raziskave med vojno večinoma pozabljene, so v Bell Labs med letoma 1947 in 1952 njuna odkritja pravzaprav le dopolnili s p-n ploskovnim efektom (FET) in vbrizgavanjem manjšinskih nosilcev. Vendar je bil edini vakuumski proces uporabljen pri izdelavi prvih tranzistorjev in integriranih tokokrogov naparjevanje Al- in Au-stikov z vročega V-vodnika. V naslednjih letih so sicer objavili več poročil o obstreljevanju polprevodnikov z ioni, niso pa sestavili delujoče naprave /1/.

27.4.1949 je Shockley vložil patent za »napravo za polprevodniško prevajanje«. Opisal je izdelavo stika p-n posameznega ločenega JFET-tranzistorja z uporabo ionske implantacije. Predložil je obstreljevanje polprevodnika z devteroni in z žarki  $\alpha$  /2/.

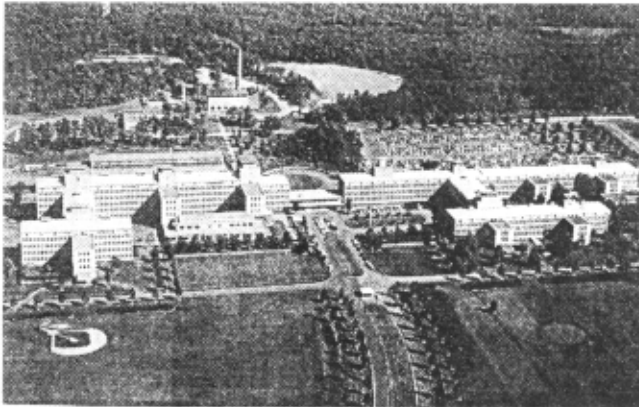


Slika 10: Lilienfeldov patent iz leta 1933 s strukturo MOSFET-a (Sah, n.d., Proc.IEEE 76/10 (1988) str. 1282)



Slika 11: Shockleyjeva ideja za izdelavo stika p-n z ionskim obstreljevanjem v ZDA-patentu št. 2666814, potrjenem dne 19.1.1954 (Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 199)

31.1.1950 je Ohl predložil prvi patent za uporabo ob-  
streljevanja z ioni različnih plinov: O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, He, Ar,  
CO in celo CHCl<sub>3</sub> pri izdelovanju polprevodniških  
naprav. Tu je prvi opisal vse temeljne značilnosti ionske  
implantacije. Vendar je napačno menil, da ioni nečistoč  
vstopijo v površino kristala ter spremenijo število nosil-  
cev naboja in z njim električne značilnosti snovi. Na-  
paka je bržkone marsikoga zavedla na stransko pot /3/.



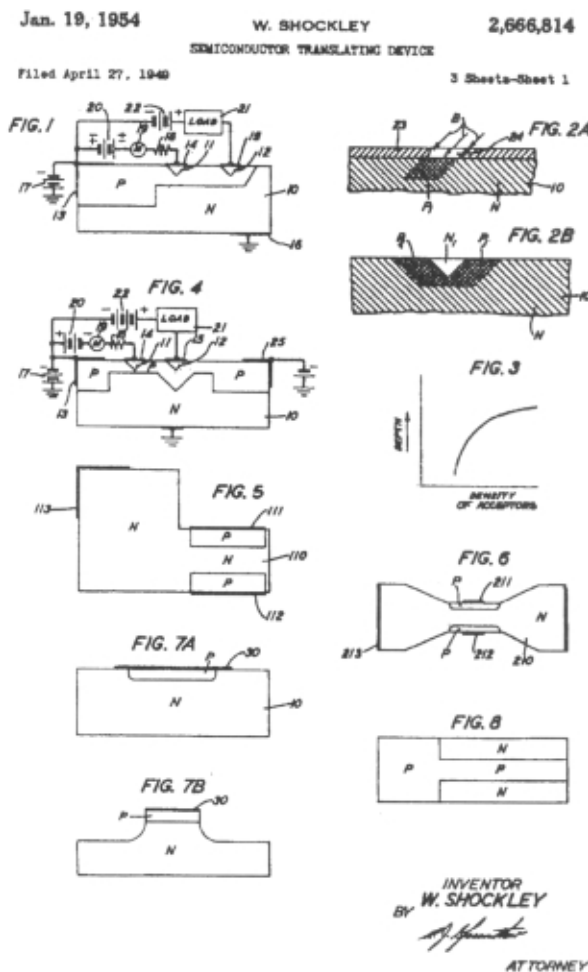
Slika 12: Bell Labs v Murray Hill, New Jersey, leta  
1950 (Henry Ehrenreich, *Strategic curiosity:  
semiconductor physics in the 1950s*, *Phys.  
Today* (januar 1995) str. 33).

Ohl je leta 1952 pri Bell Labs prvi uporabil implantacijo  
He<sup>+</sup> v polprevodniški diodi s točkastim stikom. S tem  
je izboljšal lastnosti povratnega toka, ki ga je spreml-  
njalo obstreljevanje s He<sup>+</sup> /4/.

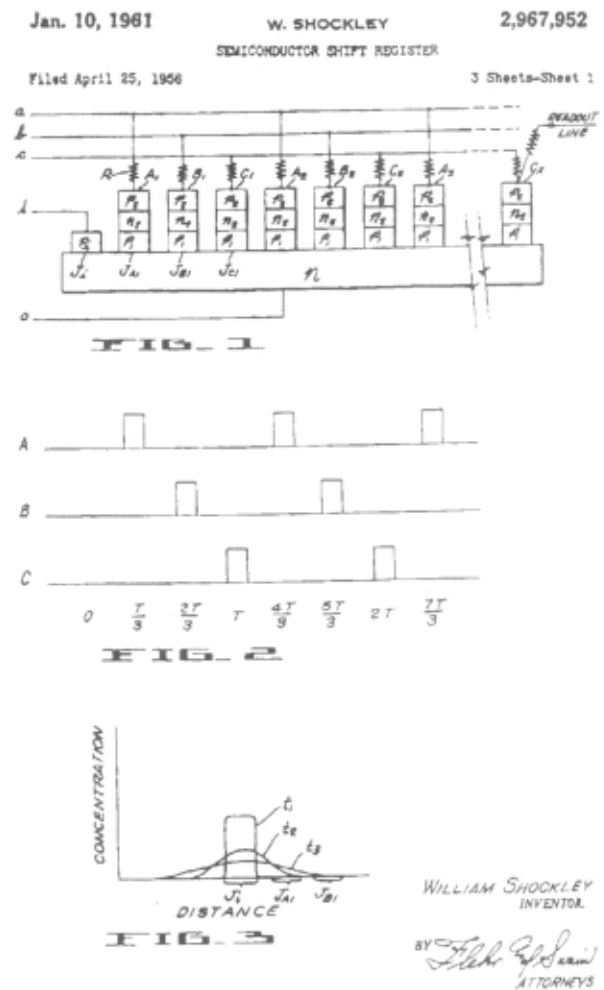
28.10.1954 je Shockley pri Bell Labs vložil patent za  
»tvorbo polprevodniških naprav z ionskim obstreljevan-  
jem«. Opisal je osnove opreme za ionsko implantacijo  
pri izdelavi JFET-tranzistorja /5/. Čeprav je podal le  
temelje postopka, je predložil tudi separacijo ionov  
pred implantacijo ter električno in mehansko skeni-  
ranje. Vpeljal je tudi pojem območje ionske implan-  
tacije in opredelil poškodbe na kristalnem Si zaradi  
obstreljevanja z ioni.

Shockleyjev patent pomeni rojstvo uspešnega ion-  
skega implantiranja. Vendar ga ni patentiral, saj je bilo  
znano. Lastil si je predvsem izum segrevanja pol-  
prevodnika do 400°C po implantaciji, ki je bilo nujno za  
odstranjanje poškodb zaradi obstreljevanja z ioni in  
za električno vzbujanje implantiranega dopanta. Takšni  
uspehi, neodvisni od same opreme za ionsko implan-  
tacijo, so tudi pozneje ostali značilnost njenega razvoja.

Nasprotno od Ohla, ki je obravnaval le površinske  
spremembe, je Shockley menil, da energija vpadnih  
ionov določa tudi globino implantiranih dopiranih  
nečistoč. Tako je prvi opisal bistvo ionske implantacije  
kot možnost vstavljanja nečistoč na zeleno mesto v



Slika 13: Shockleyjev patent za tvorbo stika p-n  
z obstreljevanjem z devteroni in delci α  
(Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 199, fig. 12.)



Slika 14: Shockleyjev patent, vložen dne 25.4.1956 za  
»polprevodniški pomikalni register«  
(Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 208-210, fig. 31)



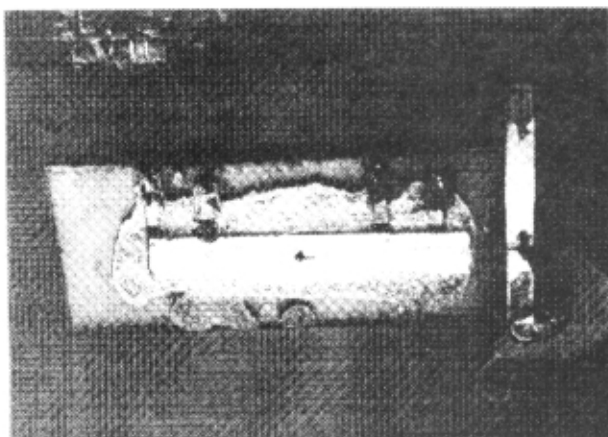
polprevodniku. J.W. Moyer pri GE je podoben patent vložil že 4 mesece pred Shockleyjem. Vendar je bil Moyerjev patent potrjen šele 15 mesecev za Shockleyjevim, ko se je uporaba ionskih snopov že udomačila pri izdelavi stikov p-n in tranzistorjev.

Leta 1955 je Cussins iz nekoč Rutherfordovega Cambridgea poročal o prvem dopiranju polprevodnikov z implantacijo. Dopiral je 12 različnih elementov v Ge. Naslednje leto je Ohl dobil prvi patent za osnove ionske implantacije /6/.

### 3 Integrirana vezja

Prvo desetletje po izumu tranzistorja so stike p-n proizvajali z difuzijo nečistoč. Vzporedno so raziskovalci polprevodnikov razmišljali o integriranem vezju, saj so bile možnosti za miniaturizacijo na dlani. Shockley je 25.4.1956, že po odhodu iz Bell Labs, vložil patent za »polprevodniški pomikalni register«. To je bil začetek razvoja monolitnih integriranih vezij /7/.

Iznajdba integriranega vezja se je posrečila Kilbyju julija leta 1958, ko je upore, kondenzatorje in diode iz Ge postavil na skupno podlago. Naslednji mesec je Kilby sestavil poenostavljeno različico tokokroga in 2.9.1958 prikazal delovanje prvega enostavnega mikročipa. 6.2.1959 je vložil patent imenovan »pomanj-



Slika 15: Prvo Kilbyjevo integrirano vezje pri TI (Ross, n.d., 1998, str. 23.)



Slika 16: Fotografija Kilbyja s čipom v roki (<http://www.texasinstruments.com>).

šano integrirano vezje« za nanos plasti Al na plast SiO<sub>2</sub>. Vendar je bil njegov polprevodniški mikročip nekoliko okoren in drag za proizvodnjo /8/.

**Jack StClair Kilby** je bil rojen leta 1923 v državi Missouri (ZDA), otroštvo pa je preživel v Kansasu. Že v mladosti je pomagal očetu elektroinženirju. Leta 1941 je pričel študij na univerzi Illinois, vendar je diplomiral šele po vojni in magistriral leta 1950 v Wisconsinu. Leta 1947 je začel razvijati elektronske pripomočke v oddelku za polprevodnike osrednjega laboratorija Globe Union Inc. v Milwaukeeju. S tranzistorji se je seznanil na predavanjih v Bell Labs. Maja leta 1958 se je zaposlil pri TI. Polprevodniški laboratorij TI je od leta 1952 vodil G.K. Teal, ki je prišel iz Bell Labs, kjer je leta 1948 sodeloval pri razvoju tehnologije velikih kristalov Ge. Med letom 1965 in 14.4.1971 je Kilby razvil prvi žepni računalnik. Novembra 1970 je postal samostojni izumitelj in je med drugim raziskoval sončne celice. Med letoma 1978 in 1984 je bil profesor elektrotehnike na univerzi A&M v Teksasu. Leta 1982 so ga uvedli v »dvorano časti« ob bok Edisonu in drugim ameriškim izumiteljem, ki se jim je naslednje leto pridružil tudi Noyce. Oba raziskovalca sta leta 1989 dobila nagrado Charlesa Starka Draperja Nacionalne akademije za tehniko, ki je za izumitelje enakovredna Nobelovi nagradi /9/.

To je bila doba sovjetskega uspeha s Sputnikom 4.9.1957, ko je vlada ZDA vlagala ogromna sredstva v miniaturizacijo. Zato ne preseneča, da je idejo za drugačno različico integriranega vezja neodvisno razvil tudi fizik Noyce januarja 1959.

Takoj za Sputnikom je Noyce sredi septembra 1957 skupaj z 8 raziskovalci različnih strok po poldrugem letu zapustil Shockleyjeve polprevodniške laboratorije. Ustanovili so podjetje Fairchild s sedežem le miljo proč ob gmotni podpori Fairchild Camera and Instrument Corporation. Prvotni cilj Fairchilda je bil razvoj, izdelava in prodaja dvojno-difundiranih Si-tranzistorjev brez uporabe ionske implantacije. Že po nekaj mesecih je prišlo do prvega uspeha, ko je teorijski fizik Hoerni



Slika 17: Robert N. Noyce (Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 204).

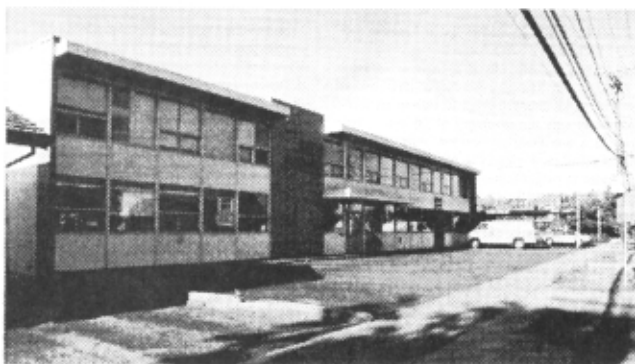
izumil proces izdelave planarnega tranzistorja, da bi se izognil nečistočam. Vendar ideje niso takoj uporabili.

Noyce je edini pri Fairchildu že pred raziskovanjem v Shockleyjevem podjetju imel izkušnje s polprevodniki, in sicer z Ge. Na pobudo patentnega urada je kot vodja oddelka za raziskave in razvoj pri Fairchildu sklical vodilne tehnične raziskovalce. Razložil jim je, kako bi Hoernijevo idejo lahko uporabili za izdelavo celotnih tokokrogov in ne le posamičnih komponent s tiskanjem plošče ob uporabi litografije /10/. 30.7.1959 je Noyce vložil patent za »polprevodniško napravo in usmernik« z opisom planarnega integriranega vezja in z uporabo Hoernijevih idej. Vodnike v vezju je nadomestil z implantacijo Al. Avgusta 1959 so pri Fairchildu javno oznanili, da bodo začeli proizvajati tranzistorje po novem Hoernijevem planarnem postopku. Skupina pod vodstvom fizika Jaya T. Lasta je še istega leta pri Fairchildu izdelala prvo planarno integrirano vezje /11/.

Proizvodnja se je začela naslednje leto. Maja 1961 je predsednik John F. Kennedy objavil program Apollo. Ob koncu leta so že vpeljali prva štiri integrirana vezja Micrologic™, ki jih je sestavljalo 5 osnovnih logičnih funkcij. Kupovala jih je predvsem vojska. Računalnik, ki ga je Apollo ponesel na Luno, je imel nekaj delov iz Micrologicove družine tokokrogov /12/.

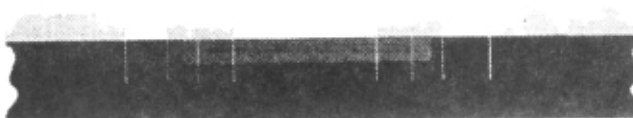
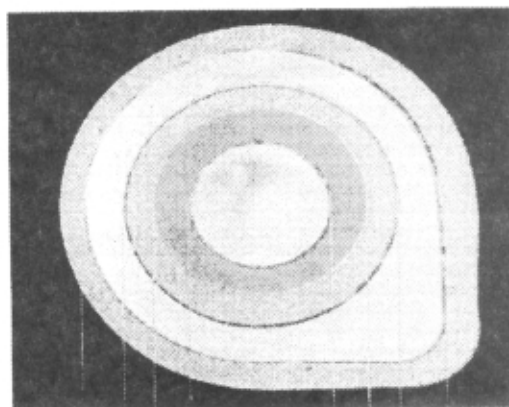
Vendar ni šlo brez prepira o prvenstvu. Noyce je dobil patent pred Hoernijem in Kilbyjem, zato je bil sprva proglašen za iznajditelja. Dolgoletni spor med Fairchildom in TI pa se je vendarle končal s sporazumom leta 1966, tako da si prioriteto pri iznajdbi integriranega vezja delita Noyce in Kilby /13/.

**Robert N. Noyce** (1927-1990) je bil sin protestantskega duhovnika iz Iowe. Bardeenov sošolec z univerze, sicer profesor fizike na kolidžu Cornell, ga je navdušil za fiziko in matematiko in seznanil s tranzistorji. Noyce je doktoriral leta 1953 na MIT in se je pridružil Philco Corporation v Philadelphiji pri razvoju tranzistorjev. Januarja 1956 se je po Shockleyjevem vabilu zaposlil v polprevodniških laboratorijih v Palo Altu. Kot je bilo v navadi v Silicijevi dolini, je tudi Noyce pogosto sodeloval pri ustanavljanju novih podjetij. Septembra 1957 je soustanovil Fairchild, julija 1968 Intel in končno še Sematech.

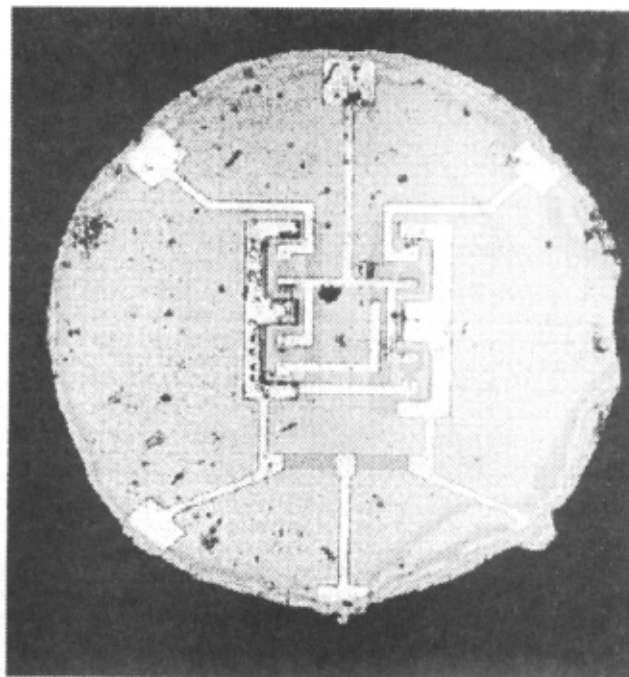


Slika 18: Fotografija stavbe Fairchild Semiconductor v Palo Altu, Kalifornija, s fotografijo spominske plošče, posvečene Noyceovemu izumu (Gordon E. Moore, *The Role of Faichild in Silicon Technology in the Early Days of »Silicon Valley«*, Proc. IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 55, fig. 2).

Junija leta 1960 sta D. Kahng in M.M. Atalla iz Bell Labs objavila opis MOS-tranzistorja, ki je realiziral ideje ob izumu tranzistorja iz leta 1947. Leta 1964 je RCA prva uporabila tehnologijo MOS za izdelavo integriranih vezij /14/.



Slika 19: Mikrofotografija prvega planarnega tranzistorja po Hoernijevem izumu pri Fairchildu (Gordon E. Moore, *The Role of Faichild in Silicon Technology in the Early Days of »Silicon Valley«*, Proc. IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 58, fig. 4).



Slika 20: Mikrofotografija prvega planarnega integriranega tokokroga, ki so ga po Noyceovem izumu izdelali pri Fairchildu (Gordon E. Moore, *The Role of Faichild in Silicon Technology in the Early Days of »Silicon Valley«*, Proc. IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 60, fig. 5).



*Slika 21: Chin-Tang Sah, rojen leta 1932 na Kitajskem, je leta 1949 odšel v ZDA in leta 1953 poslušal Bardeenova predavanja o tranzistorjih na univerzi Illinois v Urbani. Bil je Noyceov sodelavec pri Shockley Transistor Laboratory in pri Fairchildu od leta 1959, kjer je vodil fizikalni oddelek s 65 sodelavci in razvil velik del prve generacije integriranih vezij Si do leta 1964. Leta 1963 je Bardeen posredoval, da je bil Sah imenovan za profesorja elektrotehnike in fizike na univerzi Illinois (Sah, n.d., Proc. IEEE 76/10 (1988) str. 1326).*

Kljub očitnemu uspehu integriranih vezij so zaradi nekaterih dvomov še najmanj 5 let razvijali tudi drugačne vrste »molekulske elektronike«, npr. pri letalstvu ZDA in v Bell Labs. Pri slednjem so ustanovili skupino za ionsko implantacijo šele sredi šestdesetih let, desetletje po Shockleyjevem patentu. Na začetku šestdesetih let je raziskovanje ionske implantacije v številnih laboratorijih vzpodbudilo iskanje novih področij uporabe za pospeševalnike in masne separatorje, ki so jih jedrski fiziki nadomestili z napravami višjih energijskih zmogljivosti. Tako so raziskovalci ionske implantacije že imeli na voljo raziskovalno opremo v Chalk River Nuclear Laboratories, Oak Ridge National Laboratories, AERE Harwell in drugod. Vendar pospeševalniki z visokimi energijami reda MeV in majhnimi tokovi niso bili posebej primerni za ionsko implantacijo in so bržkone povzročili prvotno usmeritev raziskovanja k navadnim temperaturam, kvečjemu do nekaj 100°C, kjer se še niso pokazale prave možnosti nove metode dopiranja /15/.

Majhno dansko podjetje za pospeševalnike Danfysik je leta 1960 izdelalo prvi industrijski implanter za kanadsko državno raziskovalno podjetje v Ontariu. Model z 70 keV so imenovali »Skandinavski«. Tako so pionijske raziskave ionske implantacije na univerzi v Kopenhagnu kmalu po Bohrovi smrti omogočile danski industriji uspehe svetovnih razsežnosti.

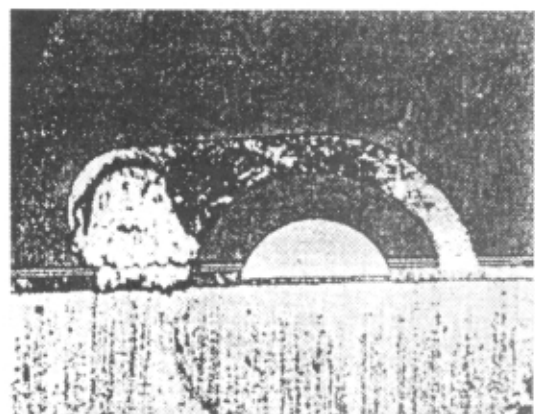
Med letoma 1956 in 1961 ni bilo posebnega napredka na področju ionske implantacije. Leta 1961 je F.M. Rourke s sodelavci opisal ionsko dopiranje Si s skupino elementov III. ali V. skupine. Dobili so koncentracijo  $10^{18}$  atomov/cm<sup>3</sup> v plasti blizu površine Si-tarče. Rourkeovo delo je vzpodbudilo raziskave Švedov Alvägerja in Hansena, ki sta leta 1962 poročala o prvi uporabi implantacije za dopiranje polprevodnika v industriji. Implantirala sta P-ione z 10 keV v B-dopiran Si-kristal p-tipa z 9000 Ωcm v elektromagnetnem separatorju izotopov v Aragonni. Dobila sta stik nekaj deset nm pod površjem. Po obstreljevanju sta izdelek segreti do 600 °C, da bi se znebila radiacijskih poškodb, vendar je pri tem nekaj P difundiralo v Si. Njun detektor delcev α površine 25 mm<sup>2</sup> je bil primerljiv z napravami, narejenimi z difuzijskim postopkom.

Leta 1947 so fizik Robert Jemison Van de Graaf (1901-1967) z MIT-a, njegov pomočnik John G. Trump in vodja britanske delegacije pri MIT Denis M. Robinson ustanovili HVEC za proizvodnjo implanterjev. Trump je prvi opisal uporabo ionske implantacije za zdravljenje raka. Raziskovalci iz podjetja HVEC so pozneje ustanovljali nova podjetja, npr. IPC za vesoljske raziskave. Leta 1965 je HVEC v ZDA izdelal prvi implanter za potrebe industrije.

Uporabniki opreme za ionsko implantacijo so okoli leta 1967 morali rešiti problem optimalnega črpanja in izbrati najugodnejšo postavitev črpalne naprave ob izviru, žarku ali ob tarči. Načrtovalci implantacije so bili predvsem strokovnjaki za visoke napetosti in so se morali šele priučiti vakuumski tehnologiji. Leta 1971 so ustanovili Extrion, prvo dolgoročno uspešno podjetje za dobavo implanterjev. Pozneje se je podjetje preimenovalo v Varian SEA in prevladuje na tržišču tudi ob koncu 20. stoletja. Poleg njega so se leta 1971 z ionsko implantacijo v ZDA ukvarjali še KEV, Ortec in Accelerators, Inc., v Angliji pa Linott, Ltd., ki se je pozneje pridružil Applied Materials /16/.

#### 4 Ionska implantacija pri višjih temperaturah

Na konferenci Aarhusu leta 1965 je K.E. Manchester s sodelavci poročal o prvem bipolarnem tranzistorju, izdelanem izključno s snopi elektronov in ionov. Novo tehnologijo so v naslovu svoje razprave že imenovali »ionska implantacija« /17/.



*Slika 22: Prvi bipolarni tranzistor, izdelan s tehniko ionske implantacije v Manchesterjevi skupini leta 1965 (Fair, n.d., 1998, str. 118)*

King iz IPC je na isti konferenci opozoril na možnost predvidevanja globine implantiranih stikov in na uporabo visokih temperatur, ki so šele odprle prave možnosti ionske implantacije. Kingovi predlogi so bili v nasprotju z mnenjem večine udeležencev. Kljub temu so jih upoštevali, saj je King že maja 1962 zaslovel z implantacijo P in drugih elementov V. in III. skupine s pospeševalnimi energijami 1 MeV v sončne celice. Raziskava je sledila leto dni starejši Alvägerjevi in Hansonovi implantaciji P-ionov v Si za izdelavo detektorjev jedrskega sevanja, v njej pa je King že uporabil naziv »ionska implantacija«.

Kingova skupina je z van de graaffom pospeševala ione  $^{11}\text{B}$  in  $^{31}\text{P}$  z napetostmi med 80 in 400 keV. Pri 1 do 10  $\mu\text{A}$  so dobili plasti n- in p- tipa v polprevodniških snoveh IV. skupine, predvsem v Si. Z visokimi napetostmi so zmanjšali razprševanje, tako da so dobili stike na uporabni globini brez procesa »kanaliranja« vzdolž izbranih površin kristalov. V prvi polovici šestdesetih let so pri IPC na ta način izdelovali sončne celice površine 2  $\text{cm}^2$ , detektorje sevanja premera 1,25 cm, spektrometre magnetnih spektrografov, unipolarne (FET) in bipolarne tranzistorje. Preizkušali so tudi diode z izdelavo plasti n-tipa po implantaciji  $^{31}\text{P}$  v diamantu.

Kingov postopek je omogočal dober nadzor gostote implantiranih ionov med  $10^{14}$  in  $10^{20}$   $\text{cm}^{-3}$  na ponovljiv način. Ione visokih energij so implantirali skozi pasivno varovalno plast  $\text{SiO}_2$ . Ker so bile uporabljene temperature pod normalnimi temperaturami difuzije, so lahko v enem kosu brez pojavov interakcije izdelali različne naprave ali elemente, tudi tranzistorje n-p-n in p-n-p. Tako so preprečili difuzijo nezaželenih nečistoč. Z visokimi energijami so se izognili razprševanju površin. Temperaturo podlage so kontrolirali med  $-195$  in  $+800$   $^{\circ}\text{C}$ . Pri implantirani koncentraciji do  $10^{18}$  ionov/ $\text{cm}^3$  so bili vsi ioni uporabljeni za substitucijo, pri stokrat višji koncentraciji pa je število uporabnih ionov padlo na 50%. Koncentracijo so računali po teoriji LSS. Razlika med teorijo in meritvami je bila pod 10%. Pri večini porazdelitev in upornosti Si-tarče je samo najvišja energija implantacije določala globino stika /18/.

Kingova pobuda je omogočila iznajdbo samonas-tavljivih (self-aligned) MOSFET-vrat, ki se je v letu dni posrečila različnim skupinam raziskovalcev na Nizozemskem in v ZDA. Reševanje različnih problemov jih je pripeljalo k enakim rezultatom. Skupina H.A. Klasensa pri Philipsu je 1.6.1964 patentirala in istega leta objavila izboljšan postopek za izdelavo tankoplastnega tranzistorja. Novost je bila v uporabi vrat za avtomatsko kontrolo področja izvira in odtoka. Dve leti pozneje je T.S. de Velde pri istem podjetju izumil uporabo vrat tranzistorja kot maske proti obstreljevanju z ioni. Poškodbe zaradi obstreljevanja z ioni Ar,  $\text{O}_2$  ali  $\text{N}_2$  je uporabil za izdelavo tranzistorja v polprevodniški podlagi iz sulfidov ali selenidov Cd ali Zn.

Istočasno je H. Dill 1.5.1966 v Hughes Aircraft Company preizkušal polikristalni Si s tališčem pri  $1410$   $^{\circ}\text{C}$  za uporabo v vratih pri visokih temperaturah. 26.10.1966 je vložil patent z opisom procesa izdelave samonas-tavljivih vrat. Samo en dan po Dillu je njegov sodelavec R. Bower vložil podoben patent z vrati iz Al, izdelanimi pri nizki temperaturi. R. Kerwin, D. Kline in J. Sarace so pri Bell Labs 27.3.1967 vložili patent, ki je bil tehnično enak pol leta starejšemu Dillovemu. B. Watkins iz GME je svojo iznajdbo sicer patentiral več kot leto pred drugimi, vendar ne brez napak.

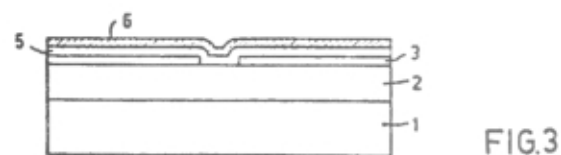


FIG. 3

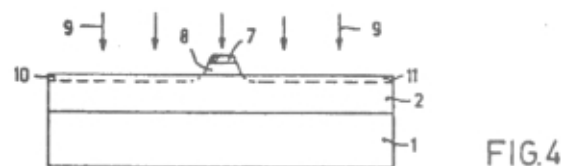


FIG. 4

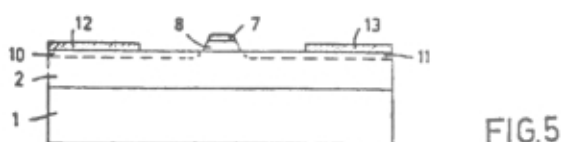
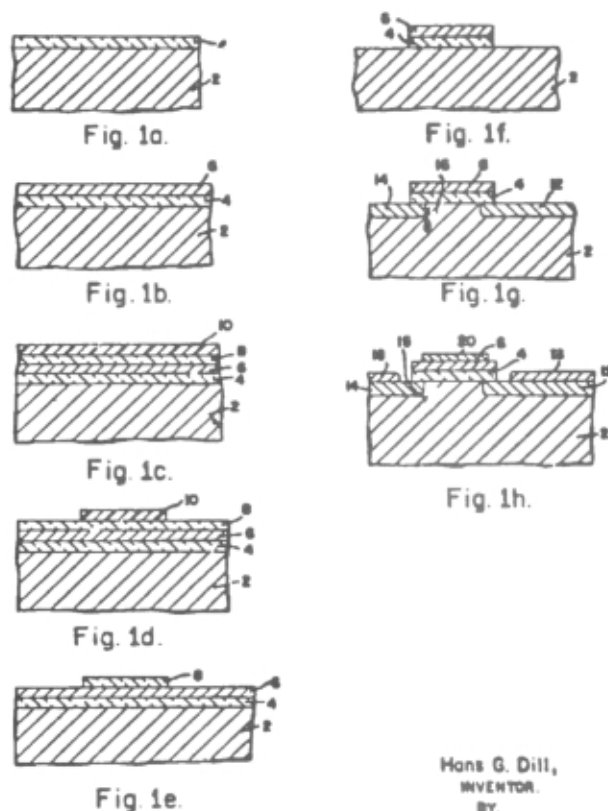


FIG. 5

TIES S. TE VELDE  
HEIN KOELHANS  
BY  
AGENTS

Slika 23: T.S. de Veldejeva samonas-tavljiva MOSFET-vrata, izdelana leta 1966 pri Philipsu (Fair, n.d., 1998, str. 120).



Hans G. Dill,  
INVENTOR.  
BY

Slika 26: H. Dillova samonas-tavljiva MOSFET-vrata, izdelana leta 1966 pri Hughes Aircraft Company (Fair, n.d., 1998, str. 121).

Prioriteta je bila leta 1974 pripisana Bell Labs, vendar so različna podjetja razvijala različne tehnologije. Zaradi nesoglasij pri izbiri tehnologije je skupina inženirjev z Noyceom in Gordonom E. Moorom julija 1968 zapustila Fairchild in ustanovila Intel za razvoj izdelkov na temelju tehnologije Si-vrat. Pri Intelu so razvili prvi mikroprocesor /19/.

## 5 Ionska implantacija kot zrela oblika tehnologije

Vzporedno z ZDA so ionsko implantacijo razvijali tudi v SZ. Njihovi dosežki so bili v bolj poljudni obliki predstavljeni šele po padcu Berlinskega zidu oktobra 1991 in so sprožili nemajhno presenečenje. Že leta 1952 je namreč M.M. Bredov opazil spremembe prevodnosti Ge p-tipa po obstreljevanju z  $\text{Li}^+$  v Fizikalno-kemijskem inštitutu v St. Petersburgu. Leta 1961 sta v Laboratoriju za ionsko obstreljevanje Kurčatovovega inštituta za atomsko energijo V.M. in M.I. Gusev dobila p-n stik z dobrimi ojačevalnimi lastnostmi po obstreljevanju Si z ioni iz III. in V. skupine periodnega sistema. Pet let pozneje so tam tehnologijo ionske implantacije prvič v SZ uporabili za množično proizvodnjo preklopnih diod p-i-n in bipolarnih tranzistorjev. Prednosti ionske implantacije pri izdelavi sončnih celic je skupina Guseva objavila že pred Kingom v ZDA /20/.

Količino implantiranih ionov so sprva določali optično. Leta 1973 so pri IBM prvič uporabili preizkušanje z avtomatskim merilnikom upornosti plasti, imenovanem IITS. Danes določamo količino implantiranih ionov z merjenjem električno aktivnih dopiranih atomov ali z optičnim ocenjevanjem poškodovanosti tarče /21/.

Leta 1967 je bila v Grenoblu v Franciji prva konferenca, posvečena uporabi ionske implantacije v polprevodniški industriji. Po izidu prve knjige, v celoti posvečene ionski implantaciji leta 1970, si redno sledijo tudi mednarodne konference o ionski implantaciji. Exitronov DF-4 iz leta 1975 pa je v Varianovi proizvodnji dve leti pozneje postal najpogostejše uporabljani implanter na svetu /22/. S temi dosežki je ionska implantacija postala zrela oblika tehnologije, razvite pri polprevodnikih. V naslednjih desetletjih so jo zato začeli uporabljati tudi na drugih področjih, predvsem v metalurgiji za razvoj novih zlitin, za boljše razumevanje vloge nečistoč v kovinah, za spreminjanje temperature faznega prehoda superprevodnikov ter kemijskih in mehanskih lastnosti kovinskih površin. Da se izognemo težavam zaradi razprševanja molekul s površin in omejeni koncentraciji implantirane snovi z ioni, raje obstreljujemo že napršene tanke plasti. Tako se dopolnjujeta dve vakuumski tehniki, ki so ju dotlej razvijali neodvisno. Ionska implantacija ima več prednosti, saj ne zahteva določene temperature tarče, dovoljuje zvezno spreminjanje sestave, ne tvori oksidov in drugih ovir med tankimi plastmi kot druge metode ter omogoča višje hitrosti reakcij in nižje temperature od klasičnih metalurških postopkov /23/. Z možnostjo natančnega doziranja katere koli dovolj nizke koncentracije ionov v tankih plasteh ima ionska implantacija upoštevanja vredno prihodnost med nanotehnologijami prihodnosti.

## 6 Ionska implantacija med Slovenci

O delovanju ioniziranih delcev v snovi je kranjski fizik Fran Čadež, nekdanji Boltzmannov dunajski študent, poročal tudi v slovenskem jeziku: »Alfa-žarki ... v mali oddaljenosti 6-8 cm od radija že mirno obtiče v zraku. Svoje kratke poti pa niso napravili brez uspeha. Vse zračne molekule, na katere so naleteli na svoji poti, so razcepili takoj v atome ali ione. En sam  $\alpha$ -delec razprši na svojem potu nad 100.000 molekul v ione. Koliko večji mora biti šele vpliv vseh  $\alpha$ -delcev skupaj!«

V istost He in  $\alpha$ -žarkov je slovenskega bralca prepričal celo leto dni pred Rutherfordovim končnim dokazom, čeprav še vedno v zvezi z (napačno) J.J. Thomsonovo domnevo o zgradbi atoma: »Že prej smo zastavili vprašanje, kaj so one gruče elektronov, ki zupuščajo posamezne radijeve atome, in sicer s hitrostjo 10.000 km v sekundi. Te gruče smo spoznali že pri  $\alpha$ -žarkih kot pozitivno električne atome, ki so le dvakrat težji od vodikovih. Kemija uči, da imajo tako teže edinole atomi plina helija. Upravičeno je tedaj mnenje, da obstajajo  $\alpha$ -žarki iz helijevih atomov in da se mora v bližini radija nabrati toliko tega plina, da ga lahko preiskujemo. Res, dokazalo se je že na več načinov, da se nahaja okoli radija vedno nekaj helija ...«

Naši predniki so lahko prebrali tudi razlago nekaterih poskusov, ki se je pozneje izkazala za netočno: »V najzadnjem času se je odkrila celo neka četrta vrsta žarkov, ki jih neprestano izžariva radij. Obstajajo namreč iz atomov, ki se popolnoma ujemajo z  $\alpha$ -delci, razlikujejo se le v tem, da niso pozitivno električni kakor  $\alpha$ -delci, ampak negativno. Kakovi so njihovi učinki, pokaže stovraprihodnost /24/. Prihodnost ni potrdila obstoja takšnih delcev, morda povezanih z električno nevtralnimi »magnetnimi žarki« Augusta Righija (1850-1920) ali z »N-žarki« Renéja Blondlota (1849-1930) /25/.

Slovenski bralec je bil tako sproti seznanjan z Rutherfordovimi dosežki. V domačem jeziku se je lahko prepričal tudi o prednostih jedrskega modela atoma: »Rutherford je sklepal, da mora biti nosilec te pozitivne elektrike helijev atom, in T. Royds je to domnevo spektroskopično tudi potrdil. Žarki  $\alpha$  so helijevi atomi, ki nosijo vsak po dva elementarna kvanta ... Pozitivna elektrika ne more biti razvrščena po površini tako velike krogle, temveč mora biti po izvajanjih E. Rutherforda zgoščena v minimalnem prostoru, v takozvanem atomovem jedru, čigar polmer je zelo majhen, gotovo manjši od  $10^{-12}$  cm, bržkone velikosti  $10^{-16}$  cm ... Elektroni niso zaprti v pozitivni električni krogli, temveč krožijo okoli pozitivnega jedra slično kakor planeti okoli Sonca«. Odkritja so seveda zbudila navdušenje: »Česar pa ni zmogla alkimija, zmore danes radiokemija /26/.«

Tesno sodelovanje med Dunajem in Manchesterom je tudi slovenskim raziskovalcem omogočilo dopolnjevanje Rutherfordovih odkritij. Hugo Victor Karl Sirk (1881-1959), pogodbeni redni profesor fizike na ljubljanski univerzi med letoma 1928 in 1934, je bil eden pomembnejših raziskovalcev radioaktivnosti v habsburški monarhiji. Na fizikalnem inštitutu v Gradcu je nadaljeval Rutherfordove raziskave torija. Leta 1913 je začel delati na Inštitutu za preučevanje radija na Dunaju, ki je pod vodstvom Stefana Meyerja (1872-1949) med leti 1910 in 1920 zelo tesno sodeloval z Rutherfordovim laboratorijem v Manchesteru. Tako je leta 1910

Hans Pettersson na Dunaju z metodo uravnovešanja toka ionizacije opazoval toplotne pojave pri  $\beta$ - in  $\gamma$ -sevanju Ra, vzporedno s podobnimi raziskavami v Manchestru. Junija 1924 je poslal Rutherfordu razpravo, v kateri sta skupaj s Kirchom raziskovala obstreljevanje C in Al z žarki  $\alpha$ . Rezultate sta dva meseca pozneje objavila na zborovanju nemških naravoslovcev in zdravnikov v Innsbrucku.

Rutherfordova povezanost z dunajskimi fiziki se je nadaljevala tudi pozneje. Razpravo o toplotnem efektu žarkov  $\alpha$  sta Rutherford in njegov demonstrator in asistent na univerzi v Manchestru, Robinson, julija 1912 poslala dunajski akademiji, ki jo je objavila februarja 1913. Šele med leti 1927 in 1933 je Rutherford uredil obročno plačevanje leta 1908 izposojenega radija, s čimer je rešil dunajski Institut za preučevanje radija iz hude gmotne zagate. Rutherfordov sodelavec madžarskega rodu Georg Hevesy (1885-1966) je skupaj s Panethom v začetku leta 1913 eksperimentiral na Dunaju. Poljak Stanislaw Loria je po Sirkovim podobnih raziskovanjih torija leta 1916 na dunajskem Institutu za preučevanje radija raziskovanje nadaljeval pri Rutherfordu v Manchestru /27/.

Tudi pri razvoju ionske implantacije po 2. svetovni vojni Slovenci nismo zaostajali. Prvi uspešno delujoči tranzistorji so se pojavili aprila 1950. Poleti 1952 smo že brali: »... da se je s tranzistorjem rodil elektronski tekmeč, ki mu bo morala v mnogih pogledih prej ali slej podleči« /28/.

V Jugoslaviji so kmalu začeli izdelovati tranzistorje v ljubljanski Iskri in »RR« v Nišu, tako da so bili leta 1962 že v prodaji /29/. V Oddelku za polprevodnike pri Institutu za elektrovezve so razvili tudi lastno planarno tehnologijo kot osnovo za integrirana vezja. Vendar razvoj ni šel dlje od poskusnih serij, saj se ni izplačalo konkurirati državam z mnogo obsežnejšim tržiščem.

V laboratoriju za mikroelektroniko FE so v sedemdesetih letih uporabljali Varian-Exitronov implanter s hladno katodo. Testno vezje je izdelala skupina dr. Beliča. Ione so pospeševali z 20 do 200 keV pri tokovih 75  $\mu$ A za B in 250  $\mu$ A za P in As. Snop ionov je bil usmerjen pod kotom 7°. Pred implantacijo MOS-tranzistorjev s kanalom p so napravo izčrpali do 2 mPa, med delom pa do 0,027 mPa. Koncentracijo ionov v odvisnosti od globine so določali s plastno upornostjo implantiranega sloja in s pragovno napetostjo MOS-tranzistorjev s kanalom p. Po implantaciji so izdelek segrevali do 900 °C /30/.

Sodobne plazemske tehnologije uporabljajo tudi v Laboratoriju za elektronske elemente na FE v Ljubljani pri mikroobdelavi Si. Razvili so mokro jedkanje konveksnih struktur ob kompenzaciji s kvadratom in jedkanju v raztopinah N(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>OH ali KOH /31/. V ITPO z

ionsko implantacijo preiskujejo tudi rast tankih plasti titanovih oksidov in nitridov /32/.

## 7 Sklep

Odkritje in prva uporaba ionske implantacije sta bila povezana z različnimi opisi lastnosti žarkov  $\alpha$  pri Rutherfordu in Becquerelu. Nekaj let pozneje je jabolko spora postala porazdelitev mase in naboja znotraj atoma, glavni nasprotnik Rutherfordovih idej pa je bil njegov nekdanji učitelj Thomson. Kresanje mnenj je imelo tudi značilnosti generacijskega prepada in je močno vplivalo na zgodnji razvoj kvantne mehanike.

Ionska implantacija je ostala štiri desetletja po odkritju predvsem orodje za raziskavo vpadnih in izstreljenih delcev, manj pa njihovih tarč. Raziskovali so predvsem lastnosti žarkov  $\alpha$  in radioaktivnih produktov in ne sprememb v obstreljevani snovi. Tanke tarče so izdelovali predvsem iz kovin, medtem ko je bil pozneje razvoj ionske implantacije povezan predvsem s polprevodniki. Pred 2. svetovno vojno ionske implantacije niso uporabljali v industriji, v popolnem nasprotju s poznejšim razvojem. V drugem delu razprave bomo opisali preusmeritev raziskovanja od izstrelkov k tarčam, ki je hitro pripeljala do uporabe lastnosti snovi, spremenjenih z implantacijo.

Razvoj ionske implantacije se je začel kot laboratorijska posebnost, ki sta jo Rutherford in Bohr uporabila za meritve v podporo jedrskemu modelu atoma. Štiri desetletja spremljajoči pojavi v tarčah niso bili deležni posebne pozornosti. Ob miniaturizaciji tranzistorjev za uporabo v vesoljskih raziskavah so se pokazale potrebe po uporabi prav takšne, navidez enostavne okorne tehnike, ki s pospeševalno napetostjo določa globino vnosa ionov v podlago, s tokom pa njihovo gostoto. V nekaj letih je nova tehnologija dobila ime, posebne raziskovalne skupine, specializirane konference, monografije in prevladujoč model implanterja. S tem se je ionski implantaciji kot notranje dograjeni tehnologiji odprla široka možnost za uporabo zunaj meja industrije polprevodnikov, za katero je bila razvita.

Izjemno hiter razvoj ionske implantacije je botroval tudi nekaterim stranpotem, ki bi se jim bilo morda mogoče izogniti s širšim poznanjem zgodovine sorodnih tehnologij. Zanimiva je vzporednica med ionsko implantacijo in elektronskim mikroskopom. Obe tehnologiji sta leta 1935 oziroma 30 let pozneje uporabljali ozke snope, ki so povzročali senčenje, odboj, razprševanje in onesnaženje. Po desetih letih so se pri obeh tehnologijah leta 1945 oziroma 1975 odločili za široke snope. Ni jasne razlage, zakaj se raziskovalci ionske implantacije niso pravočasno učili iz izkušenj 30 let starejših raziskav elektronskega mikroskopa /33/. Seveda je to zgolj ocena »generalna po bitki«.

## 8 Pomembnejši dosežki v razvoju ionske implantacije

Leto	Raziskovalec / institucija	Kraj	Področje raziskovanja ali odkritje
1891-1895	Hertz, Lenard	Bonn	Prodornost »katodnih žarkov« skozi ovire iz trdnih snovi
1904	Bragg, Kleeman	Adelaide	Območje ionizacije zraka ob preletu žarkov $\alpha$
1905-1906	Rutherford, Becquerel	Montreal, Pariz	Prva ionska implantacija pri raziskavah prodornosti žarkov $\alpha$
1908-1909	Rutherford, Royds	Manchester	Objavita opis prvega implanterja v razpravi o naravi žarkov $\alpha$
1911-1914	Rutherford	Manchester	Obstreljevanje trdnih snovi z ioni, odkritje atomskega jedra
1913, 1915	Bohr	Manchester	Teorija interakcije naelektrenih delcev z elektroni in jedri tarče
1948	Bohr	Kopenhagen	Teorija zmanjševanja nabojev naelektrenih delcev pri prodiranju skozi snov
1952	Ohl	New Jersey	Patent za prvo uporabo implantacije v polprevodnikih, potrjen 1956
1954	Shockley	New Jersey	Patent za »annealing« z opisom ionske implantacije, potrjen 1958
1958-1960	Kilby, Hoerni, Noyce	Dallas, Kalifornija	Patenti za planarni tranzistor in integrirano vezje, potrjeni med letoma 1961 in 1964
1962	King, Solomon	Massachusetts	Uporaba naziva »ionska implantacija«, ustanavljanje posebnih raziskovalnih skupin
1963	Lindhard, Scharff, Schøtt	Kopenhagen	LSS-teorija energijskega območja ionske implantacije
1967	Fairchild	Kalifornija	Prva uporaba ionske implantacije v planarnem integriranem vezju
1970	Mayer, Eriksson, Davies	New York	Prva monografija o ionski implantaciji
1971	Exitrion	Kalifornija	Ustanovitev prvega dolgoročno uspešnega podjetja za dobavo implanterjev
1975-1978	Exitrion	Kalifornija	DF-4 postane najpogosteje uporabljeni implanter

### UPORABLJENE OKRAJŠAVE IN SIMBOLI

**Bell Labs** - Bell Telephone Labs, Murray Hill, New Jersey

**Cavendish** - Cavendish Laboratory, Cambridge

**C.R.** - Comptes Rendus Hebdomadaires des Seances de l'Academie des Sciences, Pariz

**Exitrion** - Exitrion, Corp., danes Varian SEA

**Fairchild** - Fairchild Semiconductor Corporation, Mountain View, Kalifornija

**FE** - Fakulteta za elektrotehniko

**GME** - General Micro-Electronics Inc., podružnica Fairchilda, ustanovljena leta 1963

**GE** - General Electric Co., Schenectady

**HVEC** - High voltage engineering company, ZDA

**II** - Ionska implantacija

**IPC** - Ion Physics Corporation, Burlington, Massachusetts, ZDA

**IITS** - Ion implant test site

**Mat.Fys.Medd.** - Kgl. Danske Videnskabernes Selskab, Matematisk-Fysiske Meddelelser, Kopenhagen

**Philips** - Philips Corporation, Eindhoven

**Ra-C** - nekdanja oznaka za današnji  $^{214}\text{Po}$

**RCA** - Radio Corporation of America

**RI** - Royal Institution, London

**Sematech** - Sematech Inc., Austin, Teksas

**Shockleyjevi polprevodniški laboratoriji** - Shockley Semiconductor Laboratory v Palo Alto, Kalifornija, ustanovljen 1955, podrejen Beckman Instruments, Inc.

**SZ** - Sovjetska zveza

**TI** - Texas Instruments, Inc., Dallas, ZDA

**Varian** - Vacuum Division of Varian Associates, Palo Alto, Kalifornija

**WE** - Western Electric

## Literatura - I. del

- 1 W. Andrew Keenan, Ion Implantation Technology, Solid State Technol. 34/10 (oktober 1991) str. 55; S. Thomas Picraux, Ion implantation metallurgy, Phys.Today 37/11 (november 1984) str. 38
- 2 Janez Resman, Postopek ionske implantacije v tehnologiji MOS, tipkopis, Ljubljana, december 1980, str. 1; Heiner Ryszel (r.1941) in Ingolf Ruge, Ionenimplantation. Prevod: Ion implantation, John Wiley & Sons, 1986, str. 1-2; M.S. Dresselhaus in R. Kalish, Ion Implantation in Diamond, Graphite and Related Materials, Springer-Verlag, 1992, str. 31
- 3 Peter Panjan, Plazemsko inženirstvo površin, Vakuunist 19/2 (1999) str. 16; Panjan, Teodor Kralj, Miran Mozetič in Marjan Maček, Industrijska uporaba plazemskih površinskih tehnologij, Vakuunist 18/3 (1998) str.9
- 4 Eugen Goldstein (1850-1930), Ann.Phys. 15 (1882) str. 246; Heinrich Rudolf Hertz (1857-1894), Über den Durchgang der Kathodenstrahlen durch dünne Metallschichten, Ann.Phys. 45 (1892) str. 28-32. Ponatis: Schriften vermischten Inhalts, Leipzig 1895, str. 355; Otto Robert Frisch (1904-1979), The Nature of Matter, London 1972, str. 55; Max von Laue (1879-1960), Geschichte des Elektrons, Phys.Bl. 3/15 (1959). Prevod: Stati i reči, Nauka, Moskva 1969, str. 310-311; David L. Anderson, The discovery of the electron, Princeton, New Jersey 1964, ruski prevod, Atomizdat, Moskva 1968, str. 48-49
- 5 Philipp Lenard (1862-1947), Ann.Phys. 51 (1894) str. 225; 52 (1894) str. 23; 56 (1895) str. 255 in 64 (1898) str. 279. Francoski povzetek v Henri Abraham in Paul Langevin (1872-1946) (ur.), Les quantités élémentaires d'électricité. Ions, électrons, corpuscules, Gauthier-Villars, Paris 1905, str. 369, 378, 386, 391 in 558-559; Janez Strnad, Razvoj fizike, DZS, Ljubljana 1996, str. 272
- 6 Strnad, Fiziki, 2. del, Modrijan, Ljubljana 1998, str. 142
- 7 William Henry Bragg (1862-1942) in R. Kleeman, Phil.Mag. (december 1904) in 10 (september 1905) str. 318 in 518; Ernest Rutherford, Retardation of the  $\alpha$  Particle from Radium in passing through Matter, Phil.Mag. 12 (1906) str. 135 in 143; Daniel Danin, Probabilities of the quantum word, Mir, Moskva 1983, str. 40
- 8 Rutherford, Some Properties of  $\alpha$  Rays from Radium, Phil. Mag. 11 (1906) str. 166, 171; 12 (1906) str. 141
- 9 Henri Becquerel (1852-1908), Sur la déviabilité magnétique et la nature de certains rayons émis par le polonium, C.R. 136 (26.1.1903) str. 199; Sur le rayonnement du polonium et du radium, C.R. 136 (16.2.1903) str. 431; Sur le rayonnement du polonium et sur le rayonnement secondaire qu'il produit, C.R. 136 (27.4.1903) str. 977; Sur une propriété des rayons  $\alpha$  du radium, C.R. 136 (22.6.1903) str. 1517. Ponatis v Recherches sur une propriété nouvelle de la matière, Paris 1903; Rutherford, n.d., 11 (1906) str. 168; Strnad, n.d., 1996, str. 280-281
- 10 Steven Weinberg, The discovery of subatomic particle, 1983. Prevod: Mir, Moskva 1986, str. 168
- 11 Stuart M. Feffer, Arthur Schuster, J.J. Thomson, and the discovery of the electron, HSPS 20/1 (1989) str. 57; F. Kedrov, Ernest Rutherford, Znanie, Moskva 1980, str. 18-20
- 12 H. Becquerel, C.R. št.11 (11.9.1905), ponatis v Phys.Z. 7/20 (15.10.1905); Rutherford, n.d., 11 (1906) str. 168-169
- 13 Rutherford, n.d., 11 (1906) str. 170-176
- 14 Rutherford, 12 (1906) str. 358-359
- 15 Rutherford, n.d., 12 (1906) str. 135-136
- 16 Rutherford, n.d., 12 (1906) str. 138 in 144
- 17 T.G. Taylor, Phil. Mag 18 (1909) str. 604 in 26 (1913) str. 402; Geiger, The ionization produced by an alpha particle. Part II. Connection between ionization and absorption, Proc. Roy. Soc. 88 (1910) str. 505 in Phil. Mag. 23 (1912) str. 449; Charles Galton Darwin (1887-1962), Phil. Mag. 23 (1912) str. 907; Thomson, Camb. Lit.&Phil. Soc. 15 (1910) str. 5; Ludwig Flamm (1885-1964), Wien. Ber. 123 (1914) 11a; F. Friedmann, Wien. Ber. 122 (1915) 11 a str. 1269; Bohr, On the Theory of the Decrease of Velocity of moving electrified Particles on Passing through Matter, Phil. Mag. 25 (1913) in On the Decrease of Velocity of swiftly moving electrified Particles on Passing through Matter, Phil. Mag. 30 (1915). Prevod: Izbranije naučne trudi, Nauka, Moskva 1970 in 1971, I, str. 63-64, 73-74, 215, 230 in 233
- 18 Niels Bohr, Reminiscences of the Founder of Nuclear Science and of some Developments Based on his Work, Proc. of Phys. Soc. 78 (1961). Prevod: n.d., 1971, II, str. 547-548; Kedrov, n.d., 1980, str. 26 in 47; O.A. Staroseljskaja-Nikitina, Ernest Rutherford, Nauka, Moskva 1967, str. 130-131; Strnad, n.d., 1998, str. 193; Harold Roper Robinson, Rutherford: life and work to the year 1919, with personal reminiscences of the Manchester period. V zborniku: Rutherford at Manchester (ur. J.B. Birks), W.A. Benjamin inc., New York 1963, str. 66
- 19 Rutherford, n.d., 12 (1906) str. 145-146; Staroseljskaja-Nikitina, n.d., 1967, str. 138-139; M.P. Bronštein, Atomi i elektroni, Nauka, Moskva 1980, str. 132 in 134
- 20 Robinson, n.d., 1963, str. 74; Andrade v Birks, n.d., 1963, str. 30
- 21 Rutherford in Royds, The Nature of the  $\alpha$  Particle from Radioactive Substances, Phil.Mag. 17 (1909) str. 282; Max Born, Der Aufbau der Materie, Springer, Berlin 1922, str. 6 in 36; Peter L. Kapica, Eksperiment teorija praktika, Nauka, Moskva 1981, str. 280; Kedrov, n.d., 1980, str. 52-54; Strnad, n.d., 1996, str. 278; Andrade v Birks, n.d., 1963, str. 32
- 22 James Dewar, The Rate of Production of Helium from Radium, Proc.Roy.Inst. 81 (1908) str. 280 in 286. Ponatis v Collected papers, Cambridge 1927, II, str.1013
- 23 Rutherford, n.d., 12 (1906) str. 144-145; Richard P. Brennan, Heisenberg Probably Slept Here, John Eiley & Sons, Inc., 1997, str. 124
- 24 Danin, n.d., 1983, str. 48
- 25 Rutherford, The Scattering of  $\alpha$  and  $\beta$ -Particles by Matter and the Structure of the Atom, Phil.Mag. Ser.6, 21 (1911) str. 669 in 680-681; Rutherford, Phil.Mag. 27 (1914) str. 494; Hans Geiger (1882-1945) in Ernest Marsden (1889-1970), On a Diffuse Reflection of the  $\alpha$ -Particles, Proc.of Roy.Soc.(A) 82 (1909) str. 495-500; Charles Galton Darwin (1887-1962), Phil.Mag. 27 (1914) str. 506; George Paget Thomson (1892-1975), 1961. Prevod: Duh nauki, Znanie, Moskva 1970, str. 61; Staroseljskaja-Nikitina, n.d., 1967, str. 140
- 26 Kedrov, n.d., 1980, str. 55-58; Thomson, n.d., 1970, str. 62; A.I. Anseljm, Očerki razvitija fizičeskoj teorij v pervoi treti XX veka, Nauka, Moskva 1986, str. 79; Danin, n.d., 1983, str. 37; Weinberg, n.d., 1986, str. 169; Strnad, n.d., 1996, str. 294 in 1998, str. 194; Robinson, n.d., 1963, str. 68
- 27 Weinberg, n.d., 1986, str. 178
- 28 Crowthor, Proc.Roy.Soc. 84 (1910) str. 226; Rutherford, n.d., 1911, str. 686-688; Hantaro Nagaoka (1865-1950), Phil.Mag. 7 (1904) str. 445; S.R. Filonovič, Sudba klasičeskoj zakona, Nauka, Moskva 1990, str. 193; Eri Yagi, The development of Nagaoka's saturnian atomic model, Histoire de la physique, V, Albert Blancherd, Paris 1971, str. 117-119
- 29 Danin, n.d., 1983, str. 30-31, 50 in 93; Anseljm, n.d., 1986, str. 74; Filonovič, n.d., 1990, str. 189-190
- 30 Brennan, n.d., 1997, str. 120
- 31 Geiger in Marsden, The Laws of Deflexion of  $\alpha$ -Particles through Large Angles, Phil.Mag. VI 25 (1913) str. 604, 606 in 621-623
- 32 Nicholson, The Constitution of the Solar Corona, Month. Not. Roy. Astr. Soc. 72 (1912) str. 49, 139, 677-692(II) in 729-739(III); Bohr, 1913, n.d., str. 10-31; Bohr, n.d., 1971, II, str. 594-595; Rutherford, Structure of the Atom, Phil.Mag. 27 (1914) str. 494-495; Filonovič, n.d., 1990, str. 195; Geiger, n.d., 1913, str. 604
- 33 Birks, n.d., 1963, str. 11-12, 52, 69, 71, 104-106 in 139; Rutherford, Collision of  $\alpha$  Particles with Light Atoms. IV. An Anomalous Effect in Nitrogen, Phil.Mag. VI 37 (1919)
- 34 Kedrov, n.d., 1980, str. 20
- 35 Weinberg, 1986, str. 85 in 143; Strnad, n.d., 1998, str. 178; Wolfgang Pauli's 100<sup>th</sup> birthday, Europhysics news, julij/avgust 2000, str. 12
- 36 Kapica, n.d., 1981, str. 298-299
- 37 Kedrov, n.d., 1980, str. 46
- 38 Staroseljskaja-Nikitina, n.d., 1967, str. 120 in 123; Kedrov, n.d., 1980, str. 12
- 39 Bohr, n.d., 1970, I, str. 83, 216 in 245-246; Hans Albrecht Bethe (r.1906), Ann.Phys. 5 (1930) str. 325 in Z.Phys 76 (1932) str. 293;



- Felix Bloch (r.1905), Z.Phys. 81 (1933) str. 363; Ryssel, n.d., 1986, str. 5
- 40 Bohr, n.d., 1971, II, str. 545-546
- 41 Kedrov, n.d., 1980, str. 106-107; Leon Rosenfield (r.1904) in E. Ryttinger, Gennembrudsarene, 1911-1918. Prevod v Niels Bohr, Zizn i tvorčestvo, Nauka, Moskva 1967, str. 158
- 42 Weinberg, n.d., 1986, str. 147; Strnad, n.d., 1998, str. 199
- 43 Bohr, The penetration of atomic particles through matter, Mat. Fys. Medd. 18/8 (1948) 144 strani; Electron capture and loss by heavy ions penetrating through matter (z J. Lindhardom), Mat. Fys. Medd. 28/7 (1954) str. 3-30; N.O. Lassen, On The Energy Loss By Fission Fragments Along Their Path, Phys. Rev. 75 (1949) str. 1762 in 79 (1950) str. 1016; J. Lindhard in M. Scharff, Mat. Fys. Medd. 27/15 (1953) in Phys. Rev. 124 (1961) str. 128; Bohr, n.d., 1971, II, str.446, 454 in 469; Lindhard, Scharff in H.E. Schött, Range concepts and heavy ion ranges, Mat. Fys. Medd. 33/14 (1963); Ryssel, n.d., 1986, str. 7; Orlando Auciello in Roger Kelly, Ion bombardment modification of surfaces, Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York-Tokyo 1984, str. 1; Dresselhaus, n.d., 1992, str. 35
- Proc. IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 175; Ian M. Ross, The invention of the Transistor, Proc. IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 22-23; Melliar-Smith, n.d., 1998, str. 93; Sah, n.d., 1988, str. 1292
- 12 Waits, n.d., 2000, str. 1738; Moore, n.d., 1998, str. 59
- 13 Yarling, n.d., 2000, str.1746-1747; Ross, n.d., 1998, str. 22; R.B. Fair, History of Some Early Developments in Ion-Implantation Technology Leading to Silicon Transistor Manufacturing, Proc. IEEE 86/1 (Januar 1998) str. 111 in 119; Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 204
- 14 Moore, n.d., 1998, str. 60-61; Ross, n.d., 1998, str. 24; Sah, n.d., 1988, str. 1293
- 15 Wegmann, n.d., 1981, str. 1, Fair, n.d., 2000, str. 111 in 114; Ross, n.d., 1998, str. 23; Ryssel, n.d., 1986, str. 3
- 16 Stuart W. Leslie, Profit and loss: The military and MIT in the postwar era, HSPS 21/1 (1990) str. 75; Waits, n.d., 2000, str. 1741 in 1744; Torsten Alväger in Niels J. Hansen, Doping of Crystals by Ion Bombardment to Produce Solid State Detectors, Rev.Sci.Instrum. 33 (1962) str. 567; Fair, n.d., 1998, str. 115; Robert E. Mcgeary, Ion Implantation: From Lab to Fab, Solid State Technol. 31/3 (marec 1988) str. 33
- 17 Yarling, Walther H. Johnson, Keenan in Lawrence A. Larson, Uniformity Mapping in Ion Implantation: Part I, Solid State Technol. 34/12 (december 1991) str. 57; Fair, n.d., 1998, str. 117-118
- 18 W.J. King, J.T. Burrill, S. Harrison, F. Martin in C.M. Kellett, Experience in fabricating semiconductor devices using ion implantation techniques, Nucl.Instrum.Methods 38 (1965) str. 178-179; Wegmann, n.d., 1991, str. 5; Yarling, n.d., 1991, str. 57; Fair, n.d., 1998, str. 111, 115 in 117-118
- 19 Fair, n.d., 1998, str. 111 in 119-124; Moore, n.d., 1998, str. 62; Waits, n.d., 2000, str. 1739; Sah, n.d., 1988, str. 1284
- 20 Yarling, n.d., 2000, str. 1750; A.F. Vyatkin, V.V. Smirnov in A.I. Kholopkin, Development of Ion Implantation Equipment in the USSR, Solid State technol. 34/10 (oktober 1991) str. 57; I.A. Gusev, A.N. Murin in P.P. Spregin, Sov.Phys.-Solid State 6 (1964) str. 1491; Ryssel, n.d., 1986, str. 338
- 21 Yarling, n.d., 1991, str. 58 in Part II, Solid State Technol. 35/3 (marec 1992) str. 29
- 22 Ryssel, n.d., 1986, str. 3; J.W. Mayer, L. Eriksson in J.A. Davies, Ion Implantation in Semiconductors, Stanford Press, New York, 1970; Yarling, n.d., 2000, str. 1746-1747
- 23 Picraux, n.d., 1984, str. 38, 39 in 42-43; Ryssel, n.d., 1986, str. 1-2; Dresselhaus, n.d., 1992, str. 156-158; Panjan, n.d., 1999, str. 16
- 24 Fran Čadež (1882-1945), Skrivnost radioaktivnosti, Slovenska matica, Ljubljana 1908, str. 33, 39 in 35
- 25 Bruno Carazza in Helge Kragh, Augusto Righi's magnetic rays: A failed research program in early 20<sup>th</sup>-century physics, HSPS 21 (1990) str. 12
- 26 Čadež, n.d., 1908, str. 31 in 37; Lavo Čermelj, Materija in energija, 1923. Ponatis: Slovenska matica, Ljubljana 1980, str. 97, 148 in 110
- 27 Wien.Ber. 2a 120 (1911) str. 313-336, 121 (1912) str. 1491-1516, 122 (1913) str. 1855-1884; Staroseljskaja-Nikitina, n.d., 1967, str. 131, 180-181 in 231; Birks, n.d., 1963, str. 36 in 131
- 28 Miroslav Adlešič, Od mehanike do elektronike, MK, Ljubljana 1952, str. 468
- 29 Primož Kršter, sestavimo si tranzistorski radio, ŽIT, št.5, 1962, str. 185
- 30 Avgust Belič, Integrirani tranzistor na poljski pojav s kanalom p, EV (1976) str. 186; Resman, n.d., 1980, str. 2, 9, 12 in 18
- 31 Drago Resnik, Uroš Aljančič, Danilo Vrtačnik, Matjaž Cvar in Slavko Amon, Mikroobdelava silicija, Vakuumist 18/1 (1998) str. 9; Panjan, n.d., 1998, str. 11
- 32 Miran Mozetič, Anton Zalar in Jacek Jagielski, Preparation of thin coatings of titanium compounds with ion implantation, Informacije MIDEM, 29/3 (1999) str. 117-120
- 33 Ernst Ruska (1906-1988), The development of the electron microscope and of electron microscopy, 8.12.1986. V zborniku: Nobel lectures, Physics 1981-1990, World Scientific, Singapore, New Jersey, London, Hong Kong, str. 359; Wegmann, n.d., 1981, str. 2

## Literatura - II. del

- 1 Julius Edgar Lilienfeld (1882-1963), Method and apparatus for controlling electric currents, ZDA patent št. 1745175, vloženo 8.10.1926, potrjen 18.1.1930; Device for controlling electric current, ZDA patent št. 1900018, vloženo 28.3.1928, potrjen 7.3.1933; Amplifier for electric currents, ZDA patent št. 1877140, vloženo 8.12.1928, potrjen 13.9.1932; Oskar Heil, Improvements in or relating to electrical amplifiers and other control arrangements and devices, Britanski patent št. 439457, vloženo 4.3.1935, potrjen 6.12.1935, dogovor z Nemčijo 2.3.1934; Chih-Tang Sah (r.1932), Evolution of the MOS Transistor-From Conception to VLSI, Proc.IEEE, 76/10 (oktober 1988) str. 1280-1283; Robert K. Waits, Evolution of integrated-circuit vacuum processes: 1959-1975, J.Vac.Sci.Technol. A 18 (4) (Jul/Avg. 2000) str. 1736; Lienhard Wegmann, Historical perspective and future trends for ion implantation systems, Nucl.Instrum.Methods 189 (1981) str. 1
- 2 Shockley, ZDA patent št. 2666814, 19.1.1954 in št. 2672528, 16.3.1954; P.K. Bondyopadhyay, W. Shockley, The Transistor Pioneer-Portrait of an Inventive Genius, Proc.IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 199
- 3 Russell S. Ohi, Properties of ionic bombarded crystals, Bell.Syst.Techn.J. 31 (1952) str. 104 in Semiconductor translating devices, ZDA patent št. 2750545, potrjen 12.6.1956; Fair, n.d., 1998, str. 112
- 4 Charles B. Yarling, History of industrial and commercial ion implantation 1906-1978, J.Vac.Sci.Technol. A 18 (4) (Jul/Avg. 2000) str. 1746
- 5 Shockley, ZDA patent št. 2787564, 2.4.1957, potrjen 12.4.1958; Sah, n.d., 1988, str. 1285, 1288 in 1321; Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 199
- 6 Wegmann, n.d., 1981, str. 1; Fair, n.d., 1998, str. 112-114 W.D. Cussins, Proc.Phys.Soc. 368 81955) str. 213
- 7 Shockley, ZDA patent št. 2967952, 10.1.1961; Bondyopadhyay, n.d., 1998, str. 204
- 8 Kilby, ZDA patenta št. 3138743 in 3138744, 23.6.1964; Kilby, Invention of the integrated circuit, IEEE Trans.Electron Devices, vol. ED-23 (Julij 1976) str. 653; C. Mark Melliar-Smith (r.1945), Michael G. Borrus, Douglas E. Haggan, Tyler Lowrey, Alberto San Giovanni Vincentelli in William W. Troutman, The Transistor: An Invention becomes a Big Business, Proc.IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 89 in 93; Irwin Goodwin, Kilby and Noyce win Draper prize for developing mikrochips, Phys.Today (november 1989) str. 52
- 9 Prabhakar B. Ghate, Interconnections in VLSI, Phys.Today 39/10 (oktober 1986) str. 59; Goodwin, n.d., 1989, str. 52
- 10 Jean A. Hoerni (1925-1997), ZDA patenta št. 3025589 in 3202589, 20.3.1962; Hoerni, Planar Silicon diodes and transistors, IRE Trans.Electron Devices, vol. ED-8 (Marec 1961) str. 178 (tudi knjiga, Bristol 1961); Gordon E. Moore (r. 1929), The Role of Faichild in Silicon Technology in the Early Days of «Silicon Valley», Proc.IEEE, 86/1 (Januar 1998) str. 53 in 58-59; Goodwin, n.d., 1989, str. 52
- 11 Noyce, ZDA patent št. 2981877, potrjen 25.4.1961; Yarling, n.d., 2000, str. 1747; Jay T. Last, Two Communications Revolutions,

## UPORABA VAKUUMSKE TEHNIKE V SODOBNI INDUSTRIJI

Peter Panjan, Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

### Applications of vacuum technique in modern industry

#### ABSTRACT

The most important examples of application of vacuum technique in the modern industry are described.

#### POVZETEK

V prispevku opisujemo najpomembnejše primere uporabe vakuum-ske tehnike v sodobni industriji.

### 1 Uvod

Vakuumska tehnika je osnova sodobnih tehnoloških postopkov /1/. Večino novih materialov, ki se uporabljajo v elektroniki, elektrotehniki, optiki, letalstvu in vesoljski tehnologiji, lahko pripravimo le z vakuumskimi tehnologijami. Tudi plazemski postopki obdelave površin tehnološko pomembnih materialov (inženirstvo površin) so v osnovi vakuumski. Tudi laserske tehnologije in druga področja sodobne optike si ne moremo zamisliti brez vakuum-ske tehnike. Vakuum je nepogrešljiv tudi v medicini, farmaciji, prehrabni industriji, energetiki. Vakuum je osnova sodobnih znanstvenih eksperimentov na področju fizike delcev, trdne snovi, plazemske fizike in fizike površin.

Prednosti vakuumskih postopkov v sodobnih tehnoloških postopkih so naslednje:

- pri nizkih tlakih je temperatura, pri kateri potekajo nekateri procesi, bistveno nižja od tiste pri atmosferskem tlaku, zato lahko na tak način preprečimo termični razpad snovi
- vakuum je »čista atmosfera« brez plinov in prašnih delcev, zato se pri obdelavi v njem izognemo nezaželenim kemijskim reakcijam reaktivnih plinov iz atmosfere z materialom obdelovanca
- pri vakuumski obdelavi odstranimo iz materiala obdelovanca vse nečistoče, zato dobimo materiale z visoko kvaliteto in čistoto
- vakuum ima pomembno vlogo pri predelavi in konzerviranju hrane in drugih bioloških preparatov, ker z odstranitvijo kisika in vodne pare preprečimo uničevanje in razpad osnovnega materiala.

Medtem ko so grobi, srednji in visoki vakuum osnova številnih tehnoloških postopkov v sodobni industriji, je ultra visoki vakuum pomemben predvsem za znanstvene poizkuse, hkrati pa je osnova najmodernejših tehnik za analizo površin in tankih plasti.

Shematski pregled področij uporabe vakuumskih tehnologij smo v Vakuumistu že objavili /2/. V tem prispevku opisujemo posamezna področja uporabe nekoliko obširneje. Podrobnemu opisu vakuumskih tehnologij, ki smo jih pred kratkim v Vakuumistu podrobneje predstavili (plazemske tehnologije površin, vakuumski postopki nanašanja tankih plasti itd.), pa se bomo izognili.

### 2 Vakuumska metalurgija

#### a) Uporaba vakuuma v proizvodnji jekla /3/

Nečistoče v talini jekla spremenijo njegovo strukturo in tako njegove mehanske lastnosti. Zato moramo iz taline jekla v čim večji meri odstraniti vodik, kisik, ogljik, fosfor in njihove spojine. To lahko naredimo v vakuum-skih pečeh tako, da talino jekla mešamo in pretakamo iz ene posode v drugo. Bistvo drugega postopka pa je zaporedno pretakanje taline jekla v atmosferi inertnega plina (argona). Pri tem pride do intezivnega razplinjenja (degazacije). Pline, ki se pri tem sprostijo, odčrpamo s črpalkami, ki imajo zelo velike hitrosti črpanja.

#### b) Vakuumsko ulivanje kovin /4/

Da dobimo želeno obliko nekega kovinskega izdelka, kovino stalimo v vakuumski posodi, kjer jo nato ulivamo v kalupe. Tako se izognemo nezaželenim kemijskim reakcijam taline z reaktivnimi plini iz atmosfere. Vakuumski postopek ulivanja ima še dodatno prednost, saj omogoča odstranitev nekaterih kovinskih nečistoč iz taline. Znano je, da že majhne količine, npr. 0,005% svinca v jeklu, bistveno poslabšajo njegove mehanske lastnosti. V vakuumski peči pri tlaku  $10^{-3}$  mbar in temperaturi  $1500^{\circ}\text{C}$  pride do frakcijske destilacije, zato vse kovine, ki imajo parni tlak večji od tlaka preostalih plinov v posodi in nasičenega parnega tlaka železa, zapustijo posodo in se nalagajo na posebne lovilnike pred črpalko.

#### c) Vakuumsko spajkanje /5/

Visokotemperaturno vakuumsko spajkanje je spajkanje kovinskih delov z dodajnim materialom brez uporabe talil, in sicer v vakuumu, ki je boljši od  $10^{-4}$  mbar, in pri temperaturah nad  $900^{\circ}\text{C}$ , vendar pod tališčem kovin, ki jih želimo spojiti. Temperatura spajkanja mora biti zadosti visoka, da dodajni material steče in omoči površino ter se nanjo veže. Ne sme pa biti previsoka, da ne pride do izparevanja legirnih elementov v dodanem materialu in nezaželenih sprememb osnovne kovine. Med toplotno obdelavo potekajo difuzijski procesi med tekočo spajko in trdno fazo. Med ohlajanjem se dodajni material strdi. V vezni plasti navadno nastanejo intermetalne in eutektične faze. Vezna plast spajke mora biti čim tanjša, čim bolj homogena in brez poroznih mest ter razpok. Za vsako kombinacijo dodatne in osnovne kovine moramo posebej optimirati temperaturo spajkanja, čas pregrevanja, širino špranje in difuzijsko toplotno obdelavo.

Postopku visokotemperaturnega vakuumskega spajkanja, ki poteka v vakuumski peči s plinskim hlajenjem, lahko sledi toplotna obdelava. Ker se material v raztopljenem stanju odplinjuje, dobimo s spajkanjem spoje, ki so za 30 % trdnjši od tistih, ki so pripravljeni na atmosferskem tlaku. Po spajkanju ostanejo izdelki kovinsko svetli.

Spoj dveh kovin naredimo tako, da ju segrejemo na temperaturo, ki je nekoliko višja od temperature kovine, ki jo uporabljamo za spajkanje. Če obdelovanca segre-

vamo na atmosferi, pride do kemijskih reakcij z reaktivnimi plini. V spoju se pojavi velika količina oksidov in nitridov, zato je le-ta krhek in porozen. Temu pojavu se izognemo tako, da spajkanje opravimo v vakuumski posodi pri tlaku  $10^{-3}$  do  $10^{-2}$  mbar.

### č) Vakuumsko sintranje /6/

Bistvo vakuumskega sintranja je odplinjevanje, zato imajo izdelki večjo gostoto in veliko natezno trdnost. Uporabljamo ga pri sintranju trdih kovin, kovin z visokim tališčem, keramičnih materialov (nitridov, karbidov, oksidov, boridov prehodnih kovin), nerjavečega jekla, permanentnih magnetov in tantalovih kondenzatorjev.

### d) Razplinjevanje kovin v vakuumu

Z razplinjevanjem kovin v vakuumu odstranimo velike količine plinov, ki so raztopljeni v kovini. Na tak način iz kovin najpogosteje odstranjujemo tudi vodik, kisik, dušik in ogljikov monoksid. Količine plinov, ki se pri tem sprostito, so zelo velike, zato moramo uporabiti zelo zmogljive črpalke (npr. ejektorske črpalke v kombinaciji z rotacijskimi črpalkami). Razplinjevanje navadno poteka pri tlaku 1mbar.

### e) Indukcijsko taljenje in čiščenje materialov v vakuumskih pečeh /7/

Indukcijsko taljenje v vakuumskih pečeh se uporablja za pridobivanje zelo čistih kovin, polprevodnikov in zlitin s točno določeno sestavo. Značilen zgled je npr. taljenje, čiščenje in vlečenje monokristalov silicija za potrebe elektronske industrije. Naprave, ki jih uporabljamo v ta namen, so sestavljene iz vakuumske posode, indukcijske peči in posode iz kremenovega stekla ali porcelana, v katero damo material, ki ga želimo staliti in očistiti. Ta posoda je znotraj indukcijske tuljave. Potem ko material stalimo, pride do razplinjevanja. Hkrati pa se nečistoče, ki imajo manjšo gostoto, izločijo na površini taline. Vakuumski postopek uporabljamo predvsem takrat, kadar čistimo snovi, ki pri visoki temperaturi s kisikom ali dušikom tvorijo eksplozivne zmesi. Vakuumsko čiščenje poteka pri tlaku med  $10^{-3}$  in 1 mbar. Vakuumski sistemi za ta namen zato vključujejo samo rotacijsko črpalko, ali pa kombinacijo rotacijske in ejektorske.

### f) Varjenje materialov v visokem vakuumu z elektronskim curkom /8/

Varjenje kovi z elektronskim curkom v visokem vakuumu je omogočilo razširitev tehnologije varjenja na reaktivne kovine in njihove zlitine, ki imajo visoko temperaturo tališča (npr. W, Mo, Ta, Nb, Hf, Zr). Varjenje z elektronskim curkom zagotavlja visoko neprepustne in strukturno stabilne zveze, kakršne potrebujemo zlasti v letalski, avtomobilski in vojaški industriji.

Pri obstreljevanju površine kovin z elektroni se praktično vsa njihova energija pretvori v toplotno. Zato so temperature na mestu, kamor zadane elektronski curek, do  $6000^{\circ}\text{C}$ . Bistvo naprave za elektronsko varjenje je elektronski top. V praksi se uporabljajo naprave, ki pospešujejo elektrone do 10-35 keV ali 200 keV. Z elektrostatičnimi in magnetnimi lečami fokusiramo elektrone v zelo ozek curek. Če je presek curka

$10^{-7}$  cm<sup>2</sup>, potem je energija, ki se absorbira na enoto površine  $10^9$  W/cm<sup>2</sup>. Količina toplotne energije je seveda odvisna od gostote toka elektronov in od njihove energije. S spreminjanjem teh dveh parametrov spreminjamo temperaturo na mestu, kjer želimo zavariti dva kovinska predmeta. S spreminjanjem energije in intenzitete elektronskega curka kontroliramo tudi širino in globino zvara.

Pri elektronskem varjenju mora biti tlak v vakuumski posodi boljši od  $10^{-5}$  mbar. Pri višjih tlakih pride do defokusacije elektronskega curka in do plinskih razelektritev med elektrodami.

Varjenje z elektronskim curkom se uporablja v letalski in vesoljski industriji, v elektronski industriji in za izdelavo preciznih delov v strojearniški industriji.

### g) Obdelava materialov v vakuumu z elektronskim curkom /9/

Elektronski curek lahko uporabimo tudi za rezanje kovin in zlitin (npr. izrezovanje različnih kovinskih delov, zelo majhnih luknjic in rež). Operacija rezanja z elektronskim curkom je zelo precizna, poškodbe reznega robu pa so zelo majhne. Z elektronskim curkom lahko naredimo luknjice s premerom 10 do 200  $\mu\text{m}$ , reže (50-100  $\mu\text{m}$ ) x (1000-2000  $\mu\text{m}$ ), največja globina reza 500-1000  $\mu\text{m}$ , njegova natančnost pa  $\pm 5$   $\mu\text{m}$ . Za rezanje odprt in rež se uporablja curek elektronov z energijo 200 keV, jakost toka pa je od nekaj mA do 1 A.

### h) Taljenje kovin z elektronskim curkom /10/

Nekatere vitalne dele strojev (letalskih in avtomobilskih motorjev, zobniki), ki so izpostavljeni velikim obremenitvam, pripravimo tako, da jih ulivamo v visokem vakuumu v kalupe. Talino pripravimo bodisi z elektronskim curkom neposredno v kalupu ali pa v primerni posodi iz materiala z visokim tališčem, nakar talino ulijemo v kalup. Z ulivanjem v visokem vakuumu talino razplinimo in preprečimo nastanek por. Pore pa so tista mesta v materialu, kjer najpogosteje nastanejo razpoke.

### i) Čiščenje kovin in zlitin s conskim taljenjem v vakuumu /11/

Pri conskem taljenju segrejemo do tališča samo en del vzorca. Cono staljenega materiala nato premikamo v izbrani smeri. Za staljeno cono se medtem dogajata dva procesa. S počasnim premikanjem staljene cone lahko dosežemo orientirano rast kristalov v coni, ki se hladi. Hkrati je kristalizirani del vzorca čistejši od prvotnega, ker je praviloma topnost nečistoč v tekoči fazi večja kot v trdni. Zato se koncentracija nečistoč poveča v stolpljeni fazi in se premika v smeri premikanja staljene cone. Stopnja čistosti materiala je odvisna od hitrosti premikanja cone in je večja, kadar je ta hitrost manjša. Odvisna je tudi od števila ponovitev procesa conskega taljenja.

Vakuumske posode za indukcijsko taljenje so najpogosteje narejene iz kremenovega stekla. Vakuum v njih pa mora biti boljši od  $10^{-5}$  mbar, da preprečimo reakcije med talino in preostalimi reaktivnimi plini v posodi. Na tak način se čistijo številne kovine od berilija do volframa. Z enakim postopkom lahko pripravimo tudi zelo čiste zlitine. V tem primeru pripravimo vzorec v obliki zmesi prahov dveh kovin ali navitja žic dveh kovin, iz katerih želimo pripraviti zlitino.

Tako prečistimo tudi monokristale polprevodnikov. Stopnja čistosti le-teh mora biti izjemno velika (koncentracija nečistoč mora biti  $< 10^{-9}$ , kar pomeni, da sme biti na  $10^9$  atomov silicija le 1 atom nečistoč).

#### j) Vakuumska toplotna obdelava orodnih jekel /12/

Vakuumska toplotna obdelava jekel ima pred konvencionalno toplotno obdelavo v solni kopeli vrsto prednosti: a) površina ostane čista, neoksidirana in nerazogljivena, b) dimenzijske spremembe so minimalne, c) ponovljivost obdelave je bistveno boljše, d) postopek je ekološko neoporečen. Vakuumsko posodo evakuiramo do tlaka pod  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar. Črpalni sistem je sestavljen iz rotacijske, Rootsve in difuzijske črpalke.

### 3 Vakuumska tehnika v inženirstvu površin /13,14/

Izboljšanje lastnosti površin z modifikacijo le-te imenujemo površinsko inženirstvo. Primeri kemijske modifikacije površine so npr. obdelava površine polimerov v plazmi, plazemska polimerizacija, plazemsko nitriranje, plazemska ionska implantacija, vakuumski postopki nanašanja trdih zaščitnih prevlek, plazemsko čiščenje. Tehnike inženirstva površin smo v zadnjih dveh letih v Vakuumistu že večkrat opisali, zato se ne tem mestu ne bomo spuščali v njihov podroben opis.

#### a) Plazemska aktivacija polimerov

Ceneno plastiko, kot je npr. polipropilen, uporabljamo za izdelavo številnih izdelkov iz vsakdanjega življenja, ker se odlikuje z odličnimi mehanskimi lastnostmi. Njihova slaba stran pa je, da jih je težko barvati ali lepiti, ker slabo oprijemajo barvo oz. lepilo. Vzrok zato je nepolarnost površine takšnih polimerov. Problem lahko rešimo s klasičnimi metodami modifikacije površine (obdelava s plamenom, kemijska obdelava, obdelava z UV-svetlobo). Medtem ko so kemijski postopki ekološko nesprejemljivi, pa druga dva ne omogočata obdelave kompleksnih površin.

Veliko primernejši in učinkovitejši postopek modifikacije polimernih površin je plazemska obdelava. Uporabimo bodisi plazmo, ki jo ustvarimo pri atmosferskem tlaku (npr. koronska plazma), ali nizkotlačno plazmo. Pri tem aktivni delci plazme sodelujejo v treh procesih: a) Vpadli ioni odstranijo s površine adsorbirane molekule, hkrati pa razbijejo verige polimerov, pri čemer nastanejo radikali, ki bistveno spremenijo lastnosti površine polimerov. S plazemsko obdelavo nastanejo na površini večine polimerov karbonilni (kisikova plazma) ali aaminski radikali (dušikova plazma), na katere se potem vežejo atomi depozita. Tako se poveča gostota nukleacijskih jeder in izboljša adhezija. b) Elektroni iz plazme povzročijo disociacijo in zamreženje polimernih verig. c) Radikali monomerov, ki jih dodajamo plazmi, se vežejo na površino polimerov in s tem povečajo njeno reaktivnost.

S plazemskimi procesi lahko spremenimo ne le kemijsko sestavo površine, ampak tudi nekatere druge lastnosti, kot so npr. omočljivost, adhezivnost, trdoto, kemijsko inertnost, koeficient trenja, lepljivost, biokompatibilnost itd. S plazemsko obdelavo lahko aktiviramo

površino večine polimerov, razen tistih na osnovi fluorovodikov.

#### b) Plazemska polimerizacija

Pri plazemski polimerizaciji se del ogljikovodikov, flouroogljikov in organskih molekul (npr. acetilena, etilena, stirena ali benzena) ob navzočnosti kisika, dušika ali silicija izloči na površini podlag in oblikuje polimerno plast. Tlak delovnega plina je navadno  $10^{-4}$  do 0,1 mbar, električna moč razelektritve 10 do 300 W, napajanje pa enosmerno, radiofrekvenčno ali mikrovalovno (GHz). Hitrosti nanašanja so navadno 100 nm/min in več. S plazemsko polimerizacijo lahko pripravimo polimerne plasti iz praktično vseh materialov, ki jih lahko uplinimo, tudi iz tistih, iz katerih s klasičnimi postopki ne moremo dobiti polimerov (npr. metan, benzol, heksametil disiloksan). Polimeri, pripravljani s plazemsko polimerizacijo, so visoko zamreženi, zato so netopni, temperaturno stabilni in so odlična difuzijska zapora za pline in tekočine. Tako pripravimo zaščitne prevleke in najrazličnejše tanke plasti za tehnično uporabo.

#### c) Plazemska difuzija /15/

Plazemsko nitriranje je postopek utrjevanja površin feritnih in titanovih zlitin, ki temelji na segrevanju orodij in strojnih delov z ioni iz tlivne plazme ter implantaciji in difuziji dušikovih ionov v notranjost podlag. Plazemsko nitriranje poteka v vakuumski posodi, v katero uvajamo delovni plin (mešanica dušika in vodika) do tlaka nekaj mbar. Z napetostjo 100-1500 V med katodo (podlage) in anodo (stene vakuumske posode) »prižgemo« plazmo. Z ioni iz plazme površino podlag najprej očistimo in segrejemo. Dušikovi ali ogljikovi ioni pri povišani temperaturi in električni napetosti na podlagah difundirajo pod površino. Pri tem nastajajo nitridi legirnih elementov (Al, Cr, Ti, V), ki utrdijo površino.

#### č) Plazemska ionska implantacija

Sodoben postopek utrjevanja površin je plazemska ionska implantacija. Bistvo postopka je, da priključimo na obdelovanec negativno visoko napetost (od nekaj kV do 100 kV) v obliki pulzov, ki trajajo od nekaj mikrosekund do 150  $\mu$ s. Ioni iz plazme, ki obdaja obdelovanec, se pospešijo do energije, ki ustreza priključni napetosti in se vgradijo (implantirajo) v podlago. Pri plazemski ionski implantaciji je temperatura podlage bistveno nižja kot pri difuzijskih procesih.

#### d) Plazemsko čiščenje /16/

Potem ko je v zadnjih letih prišlo do omejitev pri uporabi halogenidnih ogljikovodikov, so v ospredje zanimanja prišli postopki plazemskega čiščenja. Ioni, ki jih pospeši plazemski potencial proti podlagam, odstranijo adsorbirane delce na površini - govorimo o plazemskem čiščenju. Če je nosilni plin v plazmi reaktiven, potem segrevanje površine in obstreljevanje z energijskimi ioni pospeši kemijske reakcije na njej. Če so reakcijski plini hlapni, potem se površina očisti in proces imenujemo reaktivno plazemsko čiščenje. Zrak (20% O<sub>2</sub>) in kisik sta reaktivna plina, ki se najpogosteje uporabljata za odstranjevanje nečistoč, kot so ogljikovodiki. Vodikova plazma pa se uporablja za čiščenje oksidiranih površin.

## 4 Uporaba vakuuma v kemijski, farmacevtski in prehrabni industriji

### a) Molekularna destilacija v vakuumu /17,18/

Destilacija je proces izparitve neke tekočine in nato kondenzacije nazaj v tekoče stanje. Tako lahko tekočino očistimo skoraj vseh raztopljenih nečistoč. Destilacija lahko poteka pri atmosferskem tlaku, če je tekočina kemijsko stabilna, oz. v vakuumu, če ni.

Molekularna destilacija v vakuumu se uporablja za pripravo zelo čistih nestabilnih spojin. To so v večini primerov naravne biološke snovi, ki pri višjih temperaturah zelo hitro razpadejo, in tiste, ki pri višjih pritiskih in temperaturah reagirajo s kisikom iz zraka.

Pri nižjih tlakih se vrelišče tekočin bistveno zniža, zato lahko destilacija poteka pri temperaturi, ki je celo nižja od sobne.

Tabela 1: Temperatura vrelišča nekaterih organskih tekočin v odvisnosti od tlaka

Snov / tlak (mbar)	Temperatura vrelišča (°C)			
	10 <sup>3</sup>	10 <sup>2</sup>	10 <sup>1</sup>	10
Etanol	78,3	34,9	-2,3	-31,3
Aceton	56,2	27,7	-31,1	-59,4
Benzol	80,1	26,1	-11,5	-36,7

### b) Frakcijska destilacija v vakuumu

Frakcijska destilacija je proces ločevanja dveh snovi v tekočem stanju. Proces je uspešen, če imata tekočini različni temperaturi vrelišča oz. različne vrednosti nasičenega parnega tlaka pri isti temperaturi. Pri tem je pomembno, kakšno je razmerje ( $\alpha$ ) med številom obeh vrst molekul, ki zapustijo tekočino. To razmerje lahko tudi izračunamo, če predpostavimo, da sta v bližini površine tekočina in para le-te v dinamičnem ravnotežju. Tlak v tem področju je enak nasičenemu parnemu tlaku. Število molekul, ki z enote površine tekočine izparijo, je tedaj enako številu molekul, ki se vrnejo v tekočino. Iz kinetične teorije plinov vemo, da je to število enako  $\frac{1}{4}n_1 < c_1 >$ . Tekočino s površino A tako v enoti časa zapusti  $N_1$  molekul vrste 1, kjer je  $N_1$  enak:

$$N_1 = \frac{1}{4}n_1 = \frac{P_{1zp}}{4kT} \sqrt{\frac{8RT}{\pi M_1}}$$

kjer je  $n_1$  število takšnih molekul na prostorninsko enoto,  $c_1$  njihova povprečna hitrost,  $p_{1zp}$  nasičen parni tlak in  $M_1$  njihova molekulska masa. Razmerje števila obeh vrst molekul, ki med destilacijo zapustijo tekočino, je torej enako:

$$\alpha = \frac{P_{1zp} M_2}{P_{2zp} M_1}$$

Postopek frakcijske destilacije lahko ponovimo, dokler ne dosežemo želene ločitve obeh komponent. Tako lahko pripravimo številne zelo čiste biološke preparate.

Vakuumska destilacija omogoča delo pri nižjih temperaturah, s čimer se izognemo kemijskim reakcijam oz. razpadu preparatov pri višjih temperaturah. Tako pridobivamo zelo čiste vitamine, fermente, sintetične in naravne spojine komplicirane sestave in najrazličnejše farmacevtske proizvode. Destilacija poteka pri tlaku 0,1 do 10<sup>2</sup> mbar.

Večina postopkov vakuumske destilacije poteka v srednjem vakuumu, včasih pa tudi v visokem. Pri destilaciji v visokem vakuumu v celoti izločimo raztopljene pline, zlasti kisik. Na tak način obdelamo številna zdravila in podobne snovi.

### c) Vakuusko sušenje

Sušenje v vakuumu je odstranjevanje (odparevanje) nezaželenih vlage oz. hlapnih substanc in odstranjevanje adsorbiranih plinov. Sušimo lahko nad zmrziščem vode (tj. nad 0°C) ali pod njim (pod 0°C). V prvem primeru voda izpareva iz tekočega agregatnega stanja v plinasto, v drugem pa sublimira iz ledu (govorimo o liofilizaciji). V primerjavi s sušenjem na atmosferskem tlaku poteka sušenje v vakuumu pri nižjih temperaturah, kar je zelo pomembno pri sušenju temperaturno občutljivih snovi. Pri nižjem tlaku se pospeši tudi izločanje vode in drugih hlapnih substanc iz kapilar.

### č) Liofilizacija /19/

Večina produktov biološkega izvora, še posebej tistih, ki so namenjeni za medicinske in farmacevtske aplikacije, je zelo pokvarljiva, če jim ne odtegnemo ali imobiliziramo vode. Liofilizacija je postopek odstranitve vode iz temperaturno občutljivih bioloških in anorganskih snovi z vakuuskim sušenjem iz zamrznjenega stanja. V prvi fazi sušenja (primarno sušenje) odstranjujemo vodo s sublimacijo, v drugi (sekundarno sušenje) z desorpcijo. Tako odstranimo vodo, ne da bi pri tem pokvarili osnovne strukture in sestave produkta. Liofilizirani preparati so stabilni pri sobni temperaturi v daljšem časovnem obdobju. Z dodajanjem vode pa jih ponovno vrnemo v normalno stanje. Liofilizacija je počasen postopek sušenja, pri katerem porabimo trikrat več energije kot pri konvencionalnem sušenju, zato se uporablja le za konzerviranje občutljivih in posebej dragocenih vzorcev, kot so:

- farmacevtski izdelki: vaccine, antibiotiki (npr. streptomycin, penicilin, ampicilin), vitamini, hormoni, encimi, rastlinski ekstrakti in beljakovinski preparati
- biološki vzorci: tako konzervirajo krvno plazmo in serum, laboratorijske kulture mikroorganizmov, skladiščijo določene seve bakterij, virusov, bakteriofagov, praživali; glive, sestavine gojišč za mikroorganizme, celice toplokrvnih živali, eritrocite, spermatozoide, celične kulture, človeške ledvične celice
- občutljivi anorganski materiali: kovinski in keramični prahovi.

V prehrabni industriji z liofilizacijo osušijo tekoče produkte (napitki), pastaste (makaroni, sir ipd.) ali v kosih (zrezki, sadje, povrtnina). S postopkom liofilizacije izdelujejo mleko v prahu, instant kavo in čaj, sušijo začimbe, gobe ter koncentrirajo sadne sokove itd. V

poštev pridejo tudi suhe juhe, otroška in dietna prehrana. Sušijo še meso, ribe in drugo hrano iz morja, sadje, listnato zelenjavo, perutnino, mlečne izdelke in druge rastlinske in živalske surovine.

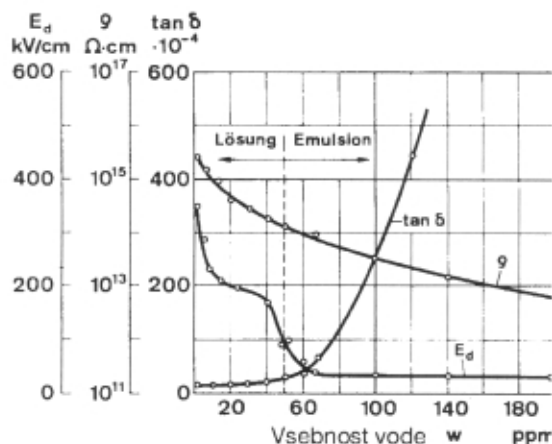
## 5 Uporaba vakuuma v elektro industriji, elektroniki in mikroelektroniki

### a) Proizvodnja svetobnih izvirov

Trajnost žarnic je predvsem odvisna od količine reaktivnih plinov (kisik, vodna para, organske nečistoče) v preostali atmosferi. Zato steklene balone za žarnice najprej izčrpamo do tlaka 1 do 10 mbar, nato v vakuumu »izpiramo« z inertnim plinom (npr. argonom) ter razplinimo s pregrevanjem. Tako očiščene in razplinjene žarnice napolnimo z ustrežno zmesjo inertnih plinov do atmosferskega tlaka. Količina preostalih plinov v žarnici je pod 0,01%. V vakuumske sisteme za izdelavo žarnic so vgrajene rotacijske črpalke.

### b) Sušenje in predelava olja za transformatorje

Pri transformatorjih, ki delajo pri velikih močeh, so zelo pomembne izolacijske lastnosti olja za polnjenje transformatorskih posod, pa tudi drugih materialov za vgradnjo. Električne lastnosti (izolacijska upornost, prebojna trdnost, dielektrične izgube) izolacijskih olj za polnjenje transformatorjev pa so zelo odvisne od vsebnosti vlage (slika 1a,b) in raztopljenih plinov (npr. kisika). S slike 1 je razvidno, da dosežemo optimalne izolacijske lastnosti olja, kadar je vsebnost vode pod 1 ppm. Da obdržimo čim nižji odstotek vlage v olju, ga občasno sušimo in prečistimo v vakuumu. Odvisno od najnižjega odstotka vlage, ki ga želimo doseči, poteka sušenje pri tlakih med 50 in  $10^{-3}$  mbar in temperaturi med 30 in 130 °C. Čas, potreben za sušenje, je krajši pri višji temperaturi in pri nižjem tlaku. Ker imajo transformatorji lahko velike dimenzije, se za izčrpavanje uporabljajo črpalke z velikimi hitrostmi črpanja. Pred črpalke obvezno namestimo kondenzor za vlago. Medtem ko so za sušenje manjših transformatorjev dovolj rotacijske črpalke, za velike transformatorje uporabimo ejektorsko ali dvorotorsko črpalke v kombinaciji z rotacijsko.



Slika 1: Dielektrične izgube ( $\tan \delta$ ), specifična električna upornost in prebojna trdnost ( $E_d$ ) nizkoviskoznega (a) in viskoviskoznega (b) izolacijskega olja za transformatorje v odvisnosti od vsebnosti vode pri temperaturi okrog 20°C.

### c) Vakuumska tehnika pri izdelavi katodnih in rentgenskih elektronk /20/

Pri proizvodnji katodnih elektronk za televizorje in monitorje se uporabljajo vakuumske tehnike v več fazah njihove izdelave. V steklenih bučah (elektronkah) moramo ves čas njihovega delovanja vzdrževati visoki vakuum. Razlogov za to je več. Reaktivni plini v elektronki škodljivo vplivajo na delovanje katode (izvira elektronov). Površina katode je zelo reaktivna, zato mora biti delni tlak reaktivnih plinov manj kot  $10^{-4}$  mbar. Drug problem je ionizacija atomov preostalega plina z elektroni. Nastali ioni obstreljujejo katodo in jo razpršujejo. Koncentracija ionov je še sprejemljiva, če je tlak preostalih plinov v elektronki pod  $10^{-2}$  mbar. Visoki vakuum tudi zagotavlja dovolj dolgo prosto pot elektronov, ki je pri tlaku  $10^{-4}$  mbar 40 cm in je torej približno enaka razdalji med izvirov elektronov (katodo) in zaslonom.

Iz steklene buče, ki predstavlja katodno elektronko, izčrpajo zrak z rotacijsko in difuzijsko črpalke skozi vtaljeno cevčico do tlaka približno  $10^{-3}$  mbar. Elektronko medtem nekaj ur pregrevajo pri povišani temperaturi (380 do 400 °C), da se sprosti plini, ki so vezani na njeni notranji površini in na vgrajenih elektrodah (elektronska puška, senčna maska). Kovinske dele elektronske puške, ki se med delovanjem zaradi trkov z elektroni najbolj segrejejo, dodatno prežarijo (pri temperaturi okrog 600°C) z visokofrekvenčnim indukcijskim generatorjem. Stekleno cevko (črpalni pecelj) nato zatalijo. Med delovanjem katodne elektronke se visoki vakuum ohranja tako, da v elektronko vgradijo geter (mešanica  $BaAl_4Ni$  in  $Fe_4N$ ), ki ga z visokofrekvenčnim poljem segrejejo in naperijo na stene elektronke. Barij iz getra absorbira preostale ionizirane pline v elektronki in kasneje tudi tiste, ki desorbirajo s segretyh površin elektrod.

Med izdelavo katodnih elektronk se vakuumski postopki uporabljajo še pri naparevanju tanke Al-plasti na notranjo stran zaslona (po njej odteka primarni in sekundarni elektroni) in pri naparevanju antirefleksijskih in antistatičnih plasti z zunanje strani zaslona.

Sodobne rentgenske elektronke so narejene iz stekla, ki ima visoko prepustnost za rentgensko svetlobo. Električni dovodi za žarilno nitko katode so iz molibdenskih žic, vtaljenih v steklo. Vrtljiva anoda je spojena z rotorjem večfaznega motorja, katerega stator se nahaja zunaj vakuumske elektronke. Z vrtenjem anode preprečimo, da bi se pod vplivom obstreljevanja z elektroni stalila. Vse sestavne dele rentgenske elektronke pred montažo temeljito očistijo in razplinijo v vakuumu. Med evakuiranjem do tlakov  $10^{-4}$  mbar elektronko več ur pregrevajo na temperaturi 400°C. Po zatalitvi črpalnega peclja pa aktivirajo geter.

### č) Vakuumska močnostna stikala /21/

Vakuumska močnostna stikala so naprave za vklapljanje in izklapljanje močnih tokovnih izvirov (tj. okrog 10 000 A). Sestavljene so iz hermetično zaprte in evakuirane izolacijske cevi, v kateri se nahajata dve kontaktni elektrodi. Poseben problem so spoji kovina-keramika, ki morajo biti izjemno kvalitetni, saj tlak v stikalu tudi po več letih ne sme narasti nad  $10^{-6}$  mbar. To dosežejo s primerno izbiro kontaktnih materialov (npr. zlitina CuCr z različnimi dodatki). Pri vsakem odklapanju nastanejo kovinske pare, ki »getrajo« preostale pline v cevi stikala. Zaradi visoke napetostne

prebojne trdnosti vakuumu lahko bistveno zmanjšamo kontaktne reže, ne da bi se pri tem pojavil oblok.

#### d) Vakuumske tanke plasti /22/

Postopek nanašanja tankih plasti poteka v treh korakih: a) izparevanje, sublimacija ali razprševanje materiala, ki ga želimo nanašati, b) transport atomov (molekul, grušč atomov ali molekul) do podlag, c) kondenzacija par na podlagah. Vakuumski postopki nanašanja so: naparevanje, naprševanje, ionsko prekrivanje. Pri naparevanju material v izviru uparimo z izparevanjem ali sublimacijo. Segrevamo ga lahko direktno (uporovno, z elektronskim curkom, laserjem ali katodnim lokom) ali indirektno (segrevamo npr. lonček, napolnjen z zelenim materialom). Pri naprševanju material »uparimo« tako, da površino le-tega obstreljujemo z inertnimi ioni iz plazme ali ionskega izvira.

#### e) Plazemsko jedkanje in jedkanje z ionskim curkom

Plazemsko jedkanje in jedkanje z ionskim curkom se v mikroelektroniki uporablja za čiščenje silicijevih rezin in za odstranjevanje fotorezista. Suho plazemsko in ionsko jedkanje omogoča nasprotno od kemijskega anizotropno jedkanje, pri čemer se plast jedka v izbrani smeri veliko hitreje kot v drugih. Mehanizem jedkanja je kombinacija več procesov: a) razprševanja površine z ioni nevtralnega plina, b) kemijskega jedkanja (tj. tvorbe lahko hlapljivih produktov), c) ionsko pospešenega jedkanja (ionsko obstreljevanje pospeši kemijske reakcije nevtralnih radikalov z atomi reaktivnega plina) in d) pasivacije površin, ki niso izpostavljene ionom (majhen dodatek reaktivnega plina povzroči nastanek pasivacijske plasti na površinah, ki niso izpostavljene ionskemu obstreljevanju).

#### f) Vakuumska mikroelektronika /23/

Osnova vakuumske mikroelektronike je kvantni pojav hladne emisije elektronov. Z mikroelektronskimi tehnologijami na silicijevi rezini izdelamo gosto mrežo elektronskih mikroizvirov v obliki konice (katoda), skupaj s kontrolno elektrodo in anodo. Emisijski tok iz katode je odvisen od anodne in modulacijske napetosti ter izstopnega dela materiala, iz katerega je narejena. Zaradi velike termične obremenitve konice, ki je posledica velike gostote toka elektronov, so primerni materiali za katodo kovine z visokim tališčem, keramični materiali in diamant. Tok iz posamezne konice je lahko nekaj destink  $\mu\text{A}$ . Razdalja med emitorji je okrog  $10\ \mu\text{m}$ , gostota toka pa več kot  $1000\ \text{A}/\text{cm}^2$  (značilne vrednosti gostote toka za oksidno katodo so  $1\ \text{A}/\text{cm}^2$ , za impregnirano pa  $10\ \text{A}/\text{cm}^2$ ). S takšno strukturo, ki lahko deluje le v visokem in ultra visokem vakuumu, pa lahko naredimo elektronski curek. Vakuumska mikroelektronika bo omogočila izdelati hitrejša vezja, delovanje klistronov v THz-območju, miniaturnih elektronskih mikroskopov, različnih optoelektronskih naprav in izdelavo ploščatega TV-zaslona.

#### g) Vakuumska impregnacija /24,25/

Vakuumska impregnacija je prepojitev neke snovi ali predmeta z impregnantom z namenom, da ga utrdimo ali zaščitimo pred kvarnim vplivom atmosfere, predvsem pred vlago. Za zgled vzemimo npr. navitja elektromotorjev in transformatorjev, kjer lahko vlaga povzroči električne preboje med navitji in s tem njihovo poškodovanje oz. uničenje. Podobno velja tudi za

druge elektrotehnične elemente, kot so npr. dušilke ali kondenzatorji. Les in druge organske snovi impregniramo zato, da preprečimo njihov razpad zaradi razkrojnega delovanja mikroorganizmov. V poroznih kovinah pa z vakuumsko impregnacijo zapolnimo pore in tako preprečimo rjavenje.

Z vakuumsko impregnacijo veliko bolj temeljito prepojimo snov kot z impregnacijo pri atmosferskem tlaku. Še pred impregnacijo pa moramo z vakuumskim sušenjem iz por, luknjic, razpok in kapilar odstraniti zrak in vlago.

Osnova vakuumske sušilno-impregnacijske naprave je rotacijska vakuumska črpalka, pogosto kombinirana z Rootsovimi in difuzijskimi črpalkami. Vakuumsko sušenje poteka v področju grobega vakuumu, le za zahtevnejše primere, kjer naj bi v snovi ostalo manj kot nekaj ppm vlage, pa je potreben visoki vakuum ( $10^{-3}$  do  $10^{-7}$  mbar). Celoten postopek vakuumske impregnacije je naslednji: najprej izčrpamo vakuumsko posodo, v kateri je snov oz. predmet, ki ga želimo impregnirati; pri tem snov dobro razplinimo in izsušimo. Nato črpanje preusmerimo na posodo, v kateri je impregnirani. Ko je oboje razplinjeno in izsušeno, odpremo pretočni ventil, da impregnant steče v posodo, kjer je snov. Ko impregnant zalije snov, spustimo v posodo zrak do atmosferskega tlaka. Ta pritiska impregnant v vse proste pore, luknje, razpoke in kapilare v predmetu.

### 6 Drugi primeri uporabe vakuumu

#### a) Vakuumska toplotna izolacija /26,27/

Prevajanje toplote po plinu (konvekcija) med stenama z različno temperaturo poteka skoraj neodvisno od tlaka. Šele pri tlaku, ko je povprečna prosta pot molekul večja od razdalje med ploščama, se viskozni tok spremeni v molekularnega. V medprostoru ne obstaja temperaturni gradient, zato plinu ne moremo pripisati toplotne prevodnosti. Mehanizem toplotne prevodnosti je v tem primeru odvisen od akomodacijskega koeficienta  $\alpha$ , ki pove, kolikšen del energije molekula z dano hitrostjo preda steni. Število trkov molekul je sorazmerno s tlakom in korenem srednje temperature. Gostota toplotnega toka, ki ga prenese plin, je podana z enačbo:

$$\lambda_{\text{mol}} = \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \sqrt{\frac{R}{8\pi MT}} \frac{\alpha}{2 - \alpha} (T_2 - T_1) p$$

kjer je  $\gamma$  razmerje specifičnih toplot plina, R splošna plinska konstanta,  $\alpha$  akomodacijski koeficient,  $T_1$  in  $T_2$  pa sta temperaturi sten. Vidimo torej, da toplotna prevodnost linearno pada s tlakom plina. V Dewarjevi posodi s makroskopsko režo je prispevek konvekcije k toplotni prevodnosti zanemarljiv v primerjavi s sevanjem, če je tlak približno  $10^{-3}$  mbar. V velikih izolacijskih posodah (rezervoarji za tekoči dušik), kjer je med stenama nasut fin prah perlita, zadošča tlak 1 mbar. Čim bolj je struktura mikroporozna, tem nižje so zahteve za preostali tlak med stenama. Sodobni izolacijski materiali s silikatnim mikroporoznim prahom zagotavljajo toplotno izolativnost še pri tlaku 10 mbar. Razvoj gre v smeri priprave izolacijskih materialov s čim večjo mikroporoznostjo. Vakuumsko izolacijo uporabljamo v Dewarjevih posodah (termovke) in kriostatih.

### b) Vakuumska prijemala /28/

Pri transportu najrazličnejših izdelkov (npr. stekla, ravne pločevine) se v industriji uporabljajo naprave z vakuumskimi prijemali. Prednosti takšnega prijemala so, da je veliko manjši od predmeta, ki ga nosi, da ne poškoduje podlage in da se lepo prilega na površino predmeta. Z rotacijsko črpalko izčrpamo zrak pod prijemalko do tlaka med 100 in 1 mbar. Atmosferski tlak okolice pritiska gumijasto prijemalko na predmet. Sila, s katero se predmet drži prijemalke, je odvisna od razlike pritiskov v notranjosti in zunanosti prijemalke in od njene efektivne površine. Ta sila mora biti večja od sile teže predmeta. Z vakuumsko prijemalko s površino velikosti dlani (100 cm<sup>2</sup>) in delovnim tlakom 1 mbar lahko dvignemo jekleno ploščo z debelino 10-12 mm in površino 1m<sup>2</sup>. Vakuumske prijemalke omogočajo avtomatizacijo transporta izdelkov v industrijski proizvodnji.

### c) Vakuumsko pakiranje /29/

Pri vakuumskem pakiranju iz shranjevalne posode ali vrečke najprej odstranimo zrak, nato pa jo vakuumsko tesno zapremo. Z odstranitvijo kisika preprečimo razmnoževanje bakterij, nastajanje plesni in vretje, saj mikroorganizmi za svojo rast potrebujejo kisik. Vakuumsko pakiranje ni alternativa konzerviranju ali sušenju. Vakuumsko pakirana hrana namreč ni sterilizirana, zato v njej ostanejo naravni mikroorganizmi. Svežo hrano je potrebno zato po vakuumskem pakiranju zamrzniti.

Vakuumsko pakirana hrana ostane sveža 3- do 5-krat dlje. Ker ni zraka, ki bi absorbiral vlago, se vakuumsko pakirana hrana ne posuši. Hrana, ki vsebuje veliko maščob in olja, se ne pokvari (ni žaltava), ker ni v stiku z zrakom.

### č) Vakuumska sterilizacija

Grobi vakuum, ki ga dobimo z vodnimi, parnimi ali manjšimi rotacijskimi črpalkami, se v bolnišnicah uporablja za odčrpavanje prahu iz operacijskih dvoran, za vakuumske prijemalke za transport občutljivih bioloških preparatov in steriliziranih predmetov, kot črpalke za odstranitev tekočih snovi (aspiratorji) itd. V laboratorijih se uporabljajo za odstranitev škodljivih plinov in par. V bolnišnicah navadno obstajajo centralne vakuumske postaje, ki so po ceveh povezane z različnimi prostori.

### d) Uporaba v avtomobilski industriji

Pred polnjenjem zavornih sistemov vozil z oljem, le-te najprej evakuiramo, olje, s katerim ga napolnimo, pa razplinimo in posušimo v vakuumu.

### e) Znanstvene naprave

Vakuum je osnova za delovanje sodobnih analitskih naprav, kot so vrstični, presevalni in tunelski elektronski mikroskop, Augerjev spektrometer, fotoelektronski spektrometer, sekundarni ionski masni spektrometer, masni spektrometer itd. V nekaterih od naštetih naprav potrebujemo visoki vakuum (npr. vrstični in presevalni mikroskop), medtem ko v drugih potrebujemo ultra visoki vakuum (npr. tunelski elektronski mikroskop). Posebej pomembna vakuumska naprava je sinhrotron, ki je močan izvir rentgenske in ultravijolične svetlobe. Tudi veliko znanstvenih eksperimentov na področju fizike delcev, fizike trdne snovi, plazemske fizike in

fizike površin temelji na uporabi vakuuma. Takšni eksperimenti so npr. raziskave osnovnih delcev s pospeševalniki in zlivanje jeder v fuzijskih reaktorjih.

## 7 Sklep

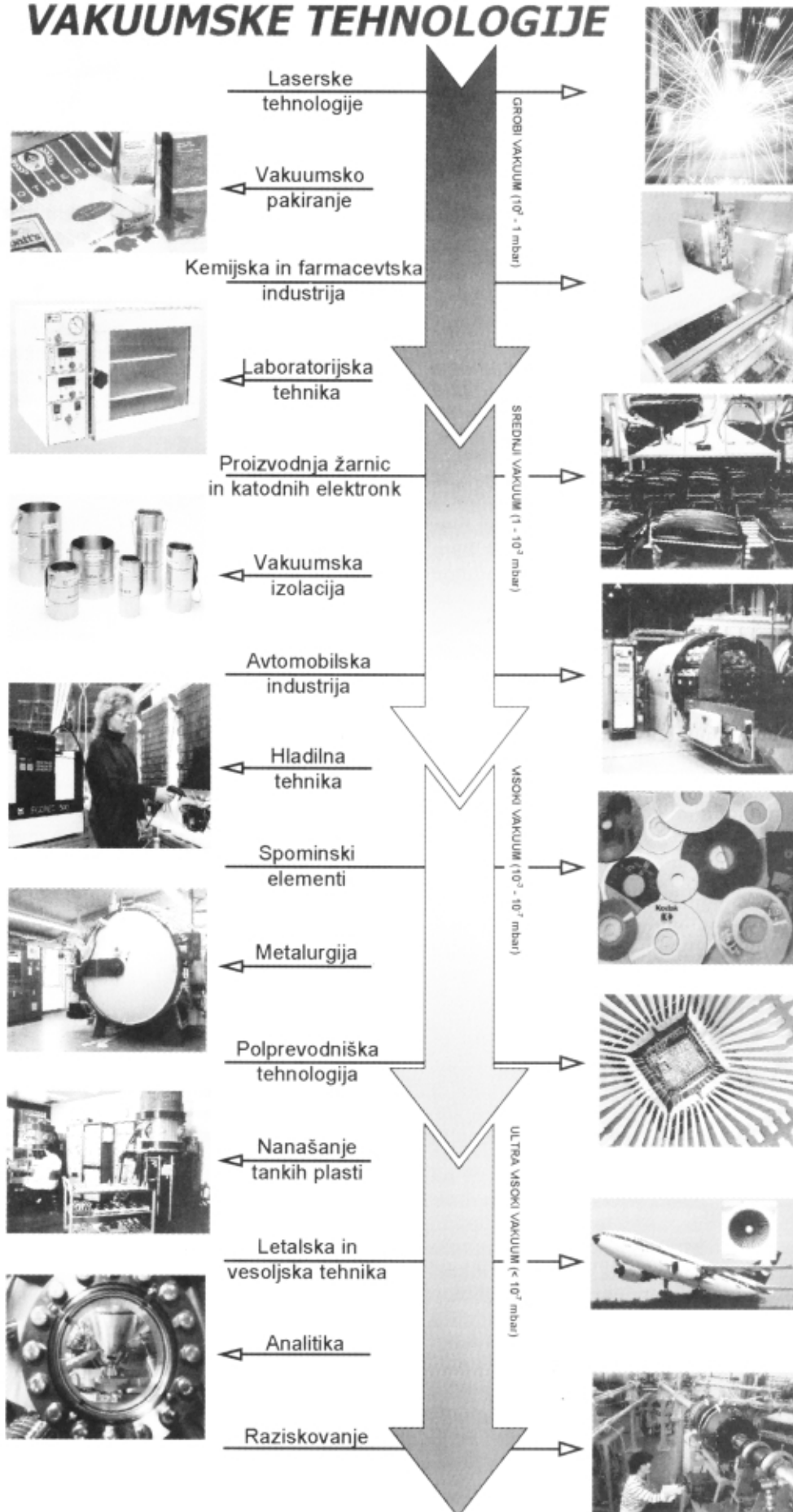
Razvoj sodobnih tehnoloških postopkov je v veliki meri odvisen od razvoja vakuumske tehnike. Zahteve glede vakuuma so namreč vse strožje, zahtevajo se vse večje črpalne hitrosti, iščejo se cenejše tehnične rešitve. Čeprav so vakuumske tehnologije načeloma zelo drage, pomenijo danes zelo pomemben delež v svetovnem gospodarstvu. Njihova uporaba pa strmo narašča, zato lahko pričakujemo, da bodo osnovna tehnoloških postopkov tudi na začetku naslednjega tisočletja.

## 8 Literatura

- /1/ Im Vakuum ist vieles möglich, prospekt podjetja Leybold
- /2/ J. Gasperič, Uporabe vakuumskih tehnologij, Vakuumist 26, 1 (1992) 24-26
- /3/ V. Prešem, Stanje in razvoj vakuumske izdelave jekla, Vakuumist 23-24, 2-3, (1991) 3-8
- /4/ Vacuum casting system, prospekt podjetja MCP Equipment
- /5/ V. Leskovšek, D. Kmetič, Visokotemperaturno vakuumsko spajkanje hitroreznih orodnih jekel, Vakuumist, 13, 1 (1993) 7-10
- /6/ Sintern im Vakuum, Balzers Fachbericht, 26, 1970
- /7/ Advantages in heat treating, prospekt podjetja Ipsen
- /8/ Welding-heat treatment-melting by electron beam, prospekt podjetja Techneta
- /9/ R. Zenker, Electron beam surface treatment: industrial application and prospects, Surface Engineering, 12, 4 (1996) 296-297
- /10/ Vakuum Verfahrens Technik für die Metallurgie, prospekt podjetja Leybold
- /11/ G.T. Murray, Purification of materials, zbornik MRC
- /12/ V. Leskovšek, B. Ule, A. Rodič, D. Lazar, M. Pogačnik, Optimiranje vakuumske toplotne obdelave rezilnih orodij iz hitroreznih jekel, Vakuumist 28, 3 (1992) 18-23
- /13/ P. Panjan, T. Kralj, M. Mozetič, M. Maček, Industrijska uporaba plazemskih površinskih tehnologij, Vakuumist 18, 3 (1998) 3-12
- /14/ P. Panjan, Plazemsko inženirstvo površin, Vakuumist 19, 2 (1999) 16-19
- /15/ V. Leskovšek, Pulzno plazemsko nitriranje, Vakuumist, 15, 2 (1995) 3-8
- /16/ M. Mozetič, P. Panjan, Uporaba kisikove plazme v sodobnih tehnologijah, Vakuumist, 20, 1 (2000) 9-11
- /17/ B. Povh, Vakuumska molekularna destilacija, Vakuumist, 19, 3 (1999) 23-27, Vakuumist, 19, 4 (1999) 16-19, Vakuumist, 20, 1 (2000) 12-15
- /18/ D. Bethge, Destillation im Fein- und Hochvakuum, Vakuum in Forschung und Praxis, 2 (1996) 84-86
- /19/ B. Povh, Osnove liofilizacije, Vakuumist 18, 4 (1998) 11-13, Vakuumist 19, 1 (1999) 4-11, Vakuumist 19, 2 (1999) 9-15
- /20/ A. Pregelj, S. Južnič, Rentgenska elektronika, Vakuumist 15, 3 (1995) 20-24
- /21/ A. Pregelj, Vakuumska močnostna stikala, Vakuumist 13, 1 (1993) 11-13
- /22/ P. Panjan, Prednosti in slabosti različnih vakuumskih postopkov nanašanja tankih plasti, Vakuumist 20, 2 (2000) 25-29, Vakuumist, 15, 2 (1995) 9-15
- /23/ V. Nemanič, Vakuumska mikroelektronika, Vakuumist, 14, 2 (1994) 4-7
- /24/ J. Gasperič, Vakuumska impregnacija, Vakuumist 15, 3 (1995) 25-26
- /25/ Trocken und Imprägnieren von Kondensatoren, prospekt podjetja Leybold
- /26/ V. Nemanič, Vakuumska ploskovna izolacija, Vakuumist 13, 2 (1993) 4-8
- /27/ S. Južnič, V. Nemanič, Termovka: odkritje in razvoj vakuumske izolacije, Vakuumist 16, 3 (1996) 20-27
- /28/ E. Grundler, S. Hesse, Vakuumtechnik in der Blechverarbeitung, Vakuum in Forschung und Praxis, 4, 1998, 295-297
- /29/ I. Schmidt, Zentrale Vakuumsysteme in der Lebensmittelverpackung, Vakuum in der Praxis, 3 (1990) 186-193



# VAKUUMSKE TEHNOLOGIJE



# NASVETI

## Kriočrpalke Polycold za črpanje vodnih par

### Opis delovanja kriočrpalke

Čeprav je bil osnovni princip delovanja kriočrpalke v Vakuumistu že dvakrat opisan /1,2/, ga bomo v tem prispevku zaradi boljšega razumevanja delovanja kriočrpalke Polycold za črpanje vodnih par na kratko ponovili.

Črpanje plinov ali par iz vakuumske posode z njihovo kondenzacijo in sorpcijo na hladnih površinah imenujemo kriočrpanje ("kryos" v grščini pomeni zamrznjen). Površine hladimo bodisi s tekočim freonom, dušikom ali helijem. Bistvo hladilnih procesov so termodinamske krožne spremembe. Hladilni cikel je sestavljen iz komprimiranja plina in odvajanja toplote, ki pri tem nastane. Toploto odvajamo s hladilno vodo ter hitro ekspanzijo ohlajenega helija, ki povzroči še dodatno ohlajitev le-tega. Sodobne kriočrpalke uporabljajo za ohlajanje zaprt helijev eno- ali večstopenjski hladilni kompresorski sistem.

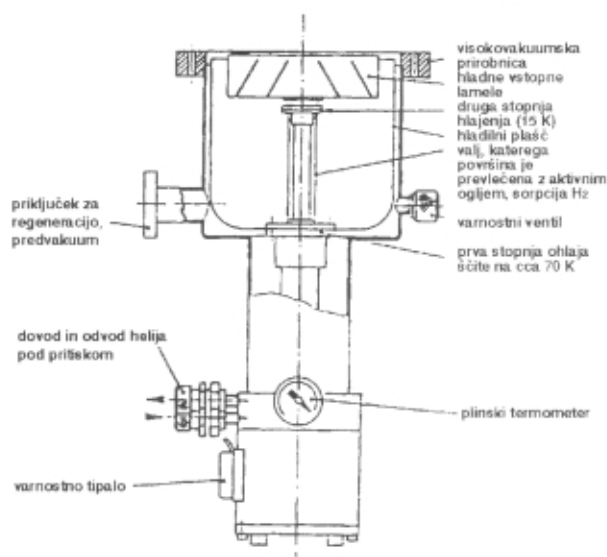
Pri večini kriočrpalke ima hladilna glava najmanj dve hladilni stopnji. Prva je ohlajena na temperaturo med 50 in 75 K in porablja 5 do 7 W hladilne moči. Druga stopnja je ohlajena na približno 10 K in porablja 1 do 2 W hladilne moči. Na prvi stopnji se črpajo vodne pare, dušik, kisik in argon, na drugi pa poteka kriosorpcija vodika in helija (hladilna površina je prevlečena z aktivnim ogljem).

V kompresorju kriočrpalke hladilni medij (npr. helij) najprej stisnemo na tlak približno 20 bar. Zaradi stiskanja se plin segreje, zato ga je treba ohladiti (npr. s tekočo vodo). Stisnjen in ohlajen helij vodimo po cevi do hladilne glave, kjer se helij hipoma razširi (ekspanzija) na tlak 5 bar, zato se glava močno ohladi. Sistem za izmenjavo toplote doseže na hladnem koncu druge stopnje hladilne glave temperaturo 10 K, medtem ko je helij na vstopni strani na sobni temperaturi. Po ekspanziji teče helij po drugi cevi nazaj v kompresor. Hladilni cikel se na tak način ponavlja. Posebej moramo poskrbeti za zaščito najhladnejšega dela črpalke pred sevanjem iz okolice.

Preden vklopimo kriočrpalke moramo vakuumsko posodo in kriočrpalke izčrpati z rotacijsko črpalke. Kriočrpalke v zelo kratkem času (v nekaj minutah) izčrpa relativno velike volumne do tlaka  $10^{-7}$  mbar. Najprimernejše vakuumske območje kriočrpalke je  $10^{-3}$  do  $10^{-8}$  mbar. Črpalna hitrost kriočrpalke je sorazmerna hlajeni površini črpalke in količini plinov, ki so predhodno kondenzirali na njeni površini (kondenzirani plini predstavljajo izolacijsko oblogo). Črpalna hitrost je za različne pline različna. Pri izbrani velikosti črpalke je hitrost črpanja za vodno paro 4000 l/s, za argon 1400 l/s, za vodik 2300 l/s in 1500 l/s za dušik.

Po črpanju s kriočrpalke ostanejo izčrpani plini ujeti na njenih hladnih površinah. Kriočrpalke ima pri določenem tlaku specifično črpalno kapaciteto za določen

plin. Primer: za kriočrpalke s premerom 100 cm je pri tlaku  $10^{-6}$  mbar črpalna kapaciteta za argon 10 000 standardnih litrov (standardni liter je količina plina pri atomosferskem tlaku in temperaturi  $0^{\circ}\text{C}$ ), 27500 st. litrov za vodne pare in 300 st. litrov za vodik. Črpalna kapaciteta kriočrpalke je veliko večja za pline, ki kondenzirajo, kot za tiste, ki kriosorbirajo (npr. vodik). Črpalno kapaciteto kriočrpalke zato določa prav črpanje lahkih plinov. Ko je črpalna kapaciteta za enega od plinov dosežena, je treba kriočrpalke regenerirati tj. ustaviti in ogreti na sobno temperaturo ter regenerirati z rotacijsko črpalke.



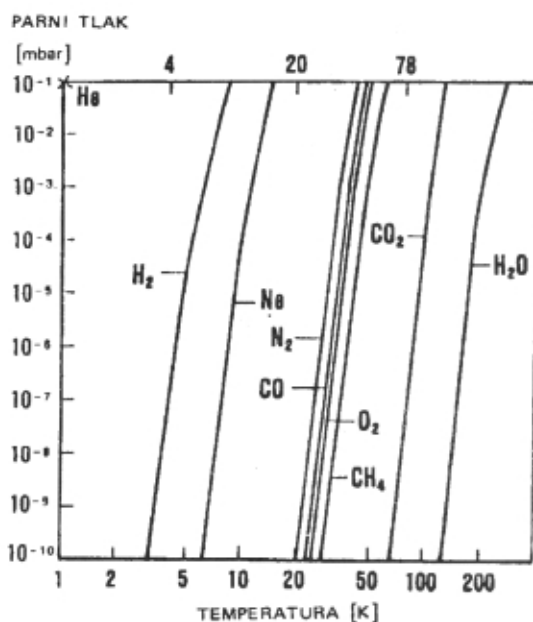
Slika 1: Shema kriočrpalke

Kriočrpalke ne smemo nikoli uporabiti za črpanje eksplozivnih, korozivnih ali toksičnih plinov, ker se akumulirajo v črpalke. V kriočrpalke je predvakuum potreben le za zagon in regeneracijo, ne pa tudi med črpanjem, saj črpalke vse pline veže na svoje stene. Pri segrevanju pa moramo biti pazljivi, ker plini ekspandirajo. V ta namen je vgrajen varnostni ventil. Posebej moramo biti previdni, kadar med plini prevladuje vodik, ki je v zmesi s kisikom eksploziven.

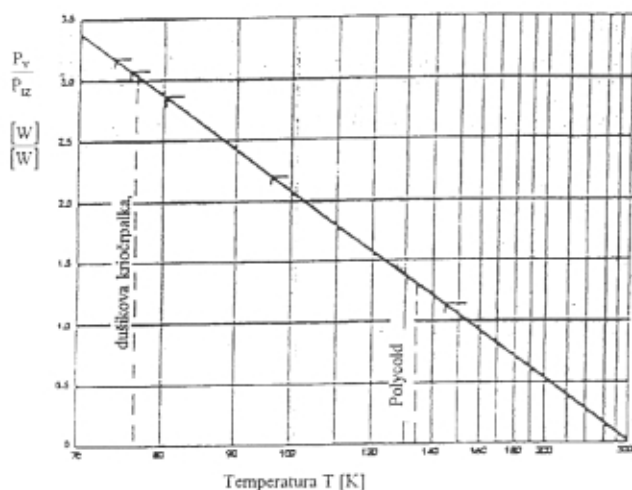
Pri črpanju s kriočrpalke imamo težave tudi z oljnimi parami, ki kondenzirajo na hladilnih rebrih, ker jih je med regeneracijo težko odstraniti.

Kriočrpalke uporabljamo predvsem za pridobivanje čistih vakuumskih razmer (npr. za proizvodnjo vakuumskih tankih plasti, ionsko implantacijo).

Površine kriočrpalke ni treba hladiti na temperaturo, ki ni neobhodno potrebna, ker pri hlajenju na zelo nizke temperature dramatično naraste poraba električne



Slika 2: Parni tlak nekaterih plinov in vodne pare v odvisnosti od temperature [1]



Slika 3: Temperaturna odvisnost Carnotove (teoretične) moči

energije (slika 3). Tako npr. pri temperaturi hladilnih površin 130 K odstranimo 98% vodnih par, kar ustreza delnemu tlaku  $10^{-8}$  mbar. Pri tej temperaturi je teoretično izračunano Carnotovo razmerje moči 1,38 (1,38 W vhodne moči na 1W hlajenja). Pri temperaturi tekočega dušika (77 K) je to razmerje 3,03 oz. 2,2-krat večje.

Za dosego tlakov v območju od  $10^{-5}$  do  $10^{-8}$  mbar je optimalna temperatura med  $-113$  in  $-143^{\circ}\text{C}$  (160-130 K). Kriočrpanje vodnih par je pri tem optimalno.

Med delovnim procesom, ki poteka v vakuumski posodi, se moramo izogniti segrevanju hladilnih spiral oz. panelov. Za normalno delovanje večine kriočrpalk je lahko najvišja temperatura toplotnega izvira v vakuumskem sistemu med 50 in  $100^{\circ}\text{C}$ . V napravah za nanos vakuumskih tankih plasti ta pogoj pogosto ni

izpolnjen. Glavni vir toplotne obremenitve kriočrpalk je sevanje, ki narašča s četrto potenco temperature toplotnega izvira. Hladilni paneli kriočrpalk morajo biti elektropolirani, da v čim večji meri odbijejo vpadlo sevanje. Vendar takoj, ko se na njihovi površini kondenzirajo vodne pare, dobi le-ta karakteristike površine črnega telesa, ki intenzivno absorbira sevanje. Pomagamo si lahko tako, da pred vhod kriočrpalk namestimo vodno hlajen ščit, ki pa znatno zmanjša črpalno hitrost.

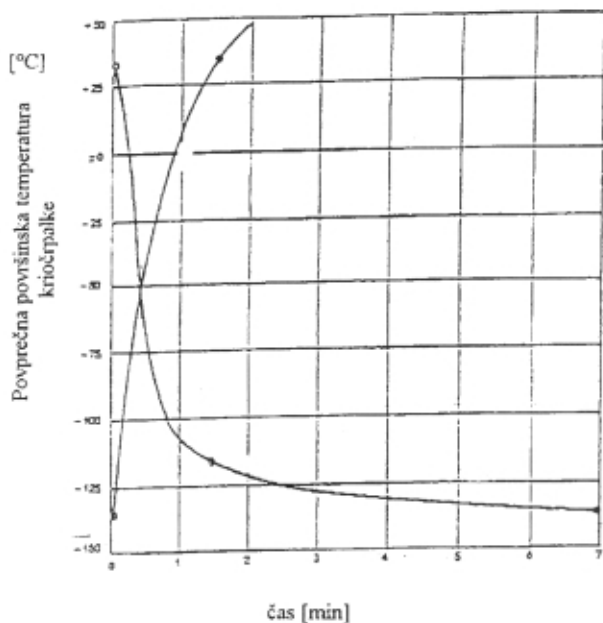
Helijeve kriočrpalk delujejo pri visokem vakuumu relativno dolgo časa. Hitra regeneracija helijevih kriočrpalk pa ni možna. Značilen čas, potreben za segrevanje oz. ohlajanje, je nekaj ur. Zato so kriočrpalk ločene od vakuumске posode z ventilom, ki ga med odpiranjem vakuumске posode zapremo. Ventili in hladilni ščit bistveno zmanjšajo črpalno hitrost, delovanje kriočrpalk pa je nemoteno. Regeneracijo črpalk opravimo samo občasno.

### Opis delovanja kriočrpalk Polycold /3/

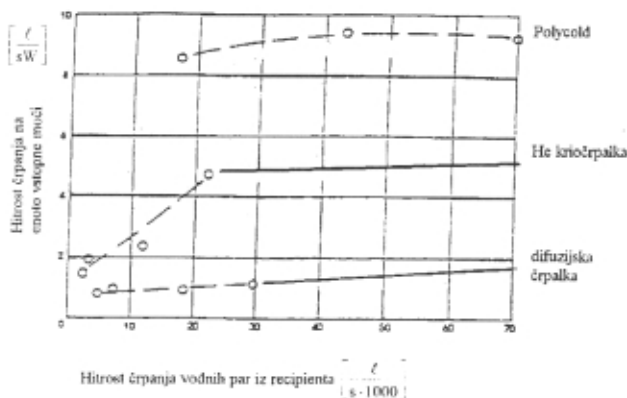
Omejtvam konvencionalnih kriočrpalk se v veliki meri izognemo s kriočrpalko Polycold (Polycold fast cycle - PFC), ki so jih razvili v podjetju Polycold. Površino spiral ali panelov (le-te se lahko poljubno oblikuje in prilagodi zahtevam uporabnika), ki jih namestimo v vakuumsko posodo, ohladimo na temperaturo, ki je nekoliko višja od temperature prve stopnje helijeve kriočrpalk, vendar dovolj nizka, da učinkovito črpa vodne pare. Pri nekoliko višji temperaturi hladilnih spiral je vpliv termičnega segrevanja iz vakuumске posode (npr. izviri za naprevanje) manjši, ker je hladilna kapaciteta črpalk veliko večja. Vendar pa z njimi ni mogoče črpati ogljikovega dioksida, argona in freonov z nizkim vreliščem.

Potem ko na plošči (ali hladilnih spiralah) nastane led, se toplotna prevodnost na hladilno površino zelo zmanjša. Zato moramo led občasno (npr. po končanem nanosu tankih plasti) odtaliti s segrevanjem. Hladilne spirale je treba segreti na sobno temperaturo, preden odpremo vakuumsko posodo, da preprečimo kondenzacijo zračne vlage na njih. Cikel ohlajanja in segrevanja mora biti čim krajši. Značilni časi segrevanja in ohlajanja so prikazani na sliki 2. Za ohlajanje spiral s  $30^{\circ}\text{C}$  na  $-110^{\circ}\text{C}$  potrebujemo manj kot 90 s in sedem minut za ohladitev na optimalno temperaturo  $-140^{\circ}\text{C}$ . Za segrevanje spiral na  $+35^{\circ}\text{C}$  pred odpiranjem vakuumске posode potrebujemo 90 s. Tako velike hitrosti dosežemo le, če imajo hladilne površine majhno maso oz. majhno toplotno kapaciteto. S kriočrpalkami Polycold lahko začnemo črpati pri atmosferskem tlaku, vendar to zaradi omejene črpalne kapacitete črpalk ni primerno. Primernejši tlak za vklop črpalk Polycold je med 1 in 5 mbar. Na tak način lahko bistveno skrajšamo čas črpanja, ki je potreben za dosego grobega in visokega vakuuma. Črpalke te vrste lahko uporabimo kot dopolnilo k drugim vakuumskim črpalkam (rotacijski, Rootsovi, difuzijski, turbomolekularni). Omenjene črpalke si sledijo v naslednjem zaporedju:

- rotacijska črpalka z zaporno loputo
- Rootsova osmičasta črpalka
- difuzijska oljna črpalka in
- PFC-črpalka



Slika 4: Značilne hitrosti ohlajanja in segrevanja črpalke Polycold



Slika 5: Razmerje med hitrostjo črpanja vodnih par in električno močjo, potrebno za črpanje s kriočrpalke Polycold, helijevo kriočrpalke in difuzijsko črpalke

Značilna črpalna hitrost kriopanela je približno 10 l/scm<sup>2</sup>. Polycold izdeluje kriočrpalke z črpalnimi hitrostmi od 7500 do 70 000 l/s. Za zamrznitev 1 kg vodnih par na uro potrebujemo 780 W električne moči oz. 11 kg tekočega dušika za zamrznitev 1 kg vodnih par. Na sliki 3 je prikazano razmerje med hitrostjo črpanja vodnih par in električno močjo, potrebno za črpanje kriočrpalke Polycold, helijevo kriočrpalke in difuzijske črpalke. Vidimo, da ima kriočrpalke Polycold več kot dvakrat večjo hitrost črpanja kot dvostopenjska helijevo kriočrpalke. V splošnem velja, da z uporabo PFC-črpalke črpalni čas skrajšamo za približno 75%.

Bistvo krioplošč (kriopanelov) oz. kriospiral so velike hladilne površine, na katerih kondenzira vodna para. Hladimo jih s tekočim dušikom (-196°C) ali drugim hladilnim sredstvom na temperaturo približno -150°C. Pri tako nizkih temperaturah je ravnotežni tlak vodnih

par zelo majhen (tabela 1). Ravnotežni tlak par nekega plina je delni tlak le-tega. Pri ravnotežnem tlaku je število molekul oz. atomov, ki izparijo s površine, enako številu atomov oz. molekul, ki se absorbirajo na njej. Ta tlak imenujemo tudi nasičeni parni tlak. Če je namreč ta tlak višji od nasičenega, potem del pare kondenzira. V zraku je vedno (razen če zrak pripravljamo posebej) neka množina vode v obliki pare, ki jo podajamo z delnim (parcialnim) tlakom ali z množino vodne pare v 1 m<sup>3</sup>. Vodne pare je toliko, da lahko koncentracijo drugih plinov (npr. dušik, kisik) zanemarimo. Privzamemo lahko, da je skupni tlak kar enak delnemu tlaku vodne pare.

Pri določeni temperaturi je lahko v zraku samo točno določena maksimalna množina vodne pare (nasičen parni tlak p<sub>max</sub>). Delni tlak vodne pare je v splošnem manjši od nasičenega. Razmerje obeh tlakov je podano z relativno vlažnostjo:

$$v_r = \text{relativna vlažnost} = (p/p_{\text{max}}) \cdot 100(\%)$$

$$p = \text{parcialni tlak vodne pare pri določeni temperaturi, ko nasičenje ni doseženo}$$

Nasičeni parni tlak je torej odvisen od temperature. Pri izbrani temperaturi izpari z enote površine vode ali ledu v časovni enoti enaka količina vodne pare, kot se je na isti površini kondenzira. Če želimo množino vodne pare v mešanici plinov zmanjšati, moramo mešanico ohladiti, da se para kondenzira.

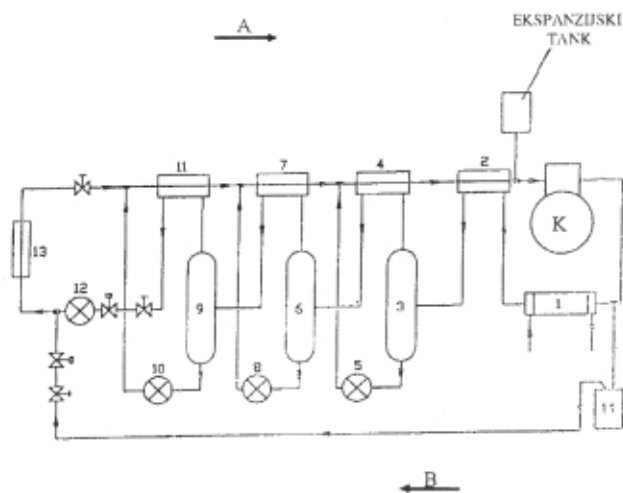
Tabela 1: Ravnotežni parni tlak vodne pare pri različnih temperaturah

Temperatura (°C)	Parni tlak [mbar]
-183	1,86 · 10 <sup>-22</sup>
-100	1,46 · 10 <sup>-5</sup>
0	6,09
20	23,38
50	123,35
100	1013,33
250	39,76 · 10 <sup>3</sup>

### Opis naprave Polycold, ki jo uporabljajo v podjetju Saturnus Avtooprema, d.d. /4/

V tovarni SATURNUS uporabljajo v obratu ASTRA dve črpalke Polycold. Vgrajeni sta na izhodu dveh difuzijskih črpalke vakuumskega naporjevalnika "META". Črpalke kondenzirata pare iz vakuumske posode in preprečujeta povratni tok oljnih par iz difuzijske črpalke v vakuumsko posodo. Sistem ohlaja dve kapi v difuzijski črpalke.

Bistvo črpalke Polycold so hladilne spirale, ohlajene na temperaturo med -40 °C in -160 °C. Hladilni medij je mešanica halogeniranih ogljikovodikov, ki imajo široko območje vrelišč, in plina z nizkim vreliščem. Taka mešanica vre ali kondenzira v širokem temperaturnem območju. Takšna karakteristika hladilnega plina omogoča parcialno kondenzacijo in destilacijo, ki sta potrebni za učinkovito operacijo ohlajevanja.



Slika 6: Shema PFC naprave (1-kondenzator, 2-pomožni kondenzator, 3,6,9-fazni ločevalniki, 4,7,11-kaskadni kondenzatorji, 5,8,10,12-dušilne (ekspanzijske) naprave, 13-končna ohlajevalna površina v vakuumski posodi (Meissnerjev zvitek), 14-ločevalnik v toplem dovodu, K-kompresor)

Shema PFC-naprave je prikazana na sliki 4. Naprava ima vrsto zaporednih hladilnih enot (kaskad), ki vsaka s svojim medijem in svojim kompresorjem daje določen  $\Delta T$  k skupnemu padcu temperature. Hladilni mediji teh samostojnih enot vrejo pri skoraj konstantnih temperaturah pri odgovarjajočih pritiskih. V kompresor priteka stalno samo parna faza iz smeri A. Komprimirani fluid v kondenzatorju 1, ki ga hladimo z vodo iz omrežja, delno kondenzira. Delno kondenzirani fluid vodimo v pomožni kondenzator 2, kjer se še en del fluida dodatno kondenzira. Ta kondenzator oblivamo s povratnim tokom parnega hladnega fluida. Delno kondenzirani (dvofazni) fluid vodimo v fazni ločevalnik 3. V tej napravi se ločita parna in kapljevinska faza. Parna faza se usmeri skozi kondenzator 4, kapljevinska faza pa v ekspanzijsko napravo 5. Po ekspanziji kapljevina v parni fazi teče skozi kondenzator 4 in se ohlaja ter kondenzira parno fazo, ki je dospela v kondenzator 4 iz faznega ločevalnika. Na tem mestu se spomnimo, da je ekspanzija fluida povezana z ohlajevanjem (Joule-Thomsonov efekt). Pri omenjenem postopku fluid ponovno ohladimo za določeno  $\Delta T_3$  ( $\Delta T_1$  je ohladitev v kondenzatorju 1 z vodo iz vodovodnega omrežja,  $\Delta T_2$  je ohladitev fluida s pomožnim kondenzatorjem 2). Iz kondenzatorja 4 teče dvofazni fluid v fazni ločevalnik 6. Opisani postopek se ponovi. Prav tako se postopek ponovi s fluidom iz kondenzatorja 7. Iz kondenzatorja 11 teče fluid v zadnjo ekspanzijsko napravo 12, od koder ekspandira v Meissnerjev hladilni zvitek 13 v vakuumski posodi za napajevanje. Ekspanzija iz ekspanzijske naprave 12 v Meissnerjev hladilni zvitek 13 je ohlajevanje zadnje stopnje, kjer hladilni fluid doseže najnižjo temperaturo, to je tisto, pri kateri s to kriočrpalko kondenziramo vodne pare iz vakuumске posode za napajevanje.

Sistem, ki smo ga opisali, je sestavljen iz enot z naslednjimi temperaturnimi padci:

- $\Delta T_1$  – ohladitev z vodo v izmenjevalniku 1 (kondenzatorju 1)
- $\Delta T_2$  – ohladitev v pomožnem kondenzatorju 2
- $\Delta T_3$  – ohladitev v kondenzatorju 4
- $\Delta T_4$  – ohladitev v kondenzatorju 7
- $\Delta T_5$  – ohladitev v kondenzatorju 11
- $\Delta T_6$  – ohladitev v Meissnerjevi hladilni cevi v vakuumski posodi.

Celotna sprememba temperature ( $\Delta T$ ) je vsota parcialnih sprememb:

$$\Delta T = \Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3 + \Delta T_4 + \Delta T_5 + \Delta T_6$$

Na hladni površini Meissnerjeve cevi se kondenzirajo vodne pare v obliki ledu. Da bi lahko učinkovito kondenzirali vodno paro, v naslednjem ciklu (tj. po končanem napajevanju) led odtalimo. Tanka plast ledu ovira učinkovito ohlajevanje. Odtalimo ga tako, da fluida po kompresiji (ko je vroč) ne vodimo skozi kondenzator 1, ampak v Meissnerjev zvitek, iz katerega odtalimo led. Ogreti fluid vodimo v smeri B iz kompresorja skozi separator v toplem vodu v Meissnerjev zvitek. Topli fluid se vključi v celotni krog skozi kondenzatorje 11,7,4 in 2 ter dalje v kompresor.

V tabeli 2 so na desni strani (stolpec pod 0,0%) podane ravnotežne temperature za delne tlake vodnih par na levi strani. Zgledi:

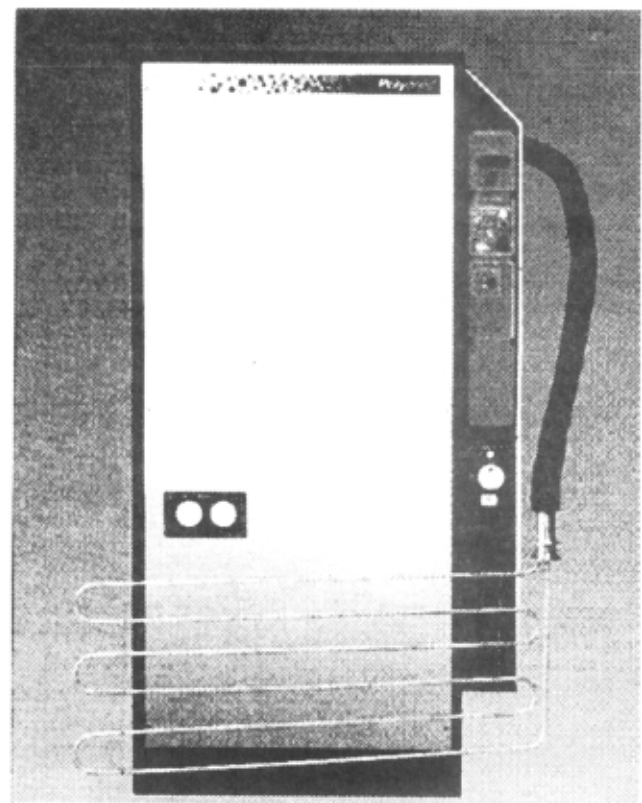
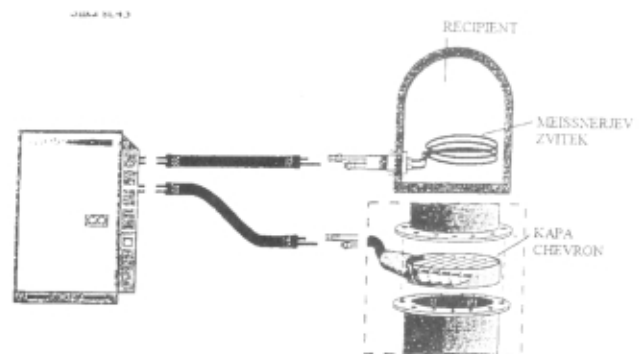
- Pri temperaturi plinske mešanice  $+1\text{ }^\circ\text{C}$  je ravnotežni tlak vodnih par 7 mbar. To pomeni, če ohranjamo led (vodo) pri  $1\text{ }^\circ\text{C}$ , ne bomo iz skupne plinske mešanice izločili nič vodnih par. Če vodne pare s tlakom 7 mbar ohladimo na  $-25,4\text{ }^\circ\text{C}$ , jih bomo izločili (kondenzirali) kar 90%. Če plinsko mešanico ohladimo na  $-32,3\text{ }^\circ\text{C}$  izločimo 95% vodnih par, pri  $-40,8\text{ }^\circ\text{C}$  pa kar 98%.
- Poglejmo še razmere pri delnem tlaku vodnih par  $10^{-4}$  mbar, pri katerem poteka napajevanje Al. Pri  $-88,2\text{ }^\circ\text{C}$  je tlak vodnih par  $10^{-4}$  mbar in pri tej temperaturi ne izločimo vodnih par. Če mešanico ohladimo na  $-101,2\text{ }^\circ\text{C}$ , izločimo 90% par, pri  $-104,9\text{ }^\circ\text{C}$  95% in pri  $-109,1\text{ }^\circ\text{C}$  kar 98% par.
- Poglejmo še zadnjo vrsto. Če pri vakuumu  $10^{-9}$  mbar plinsko mešanico v vakuumski posodi ohladimo na  $-148,4\text{ }^\circ\text{C}$ , kar s PFC ne pomeni nobene težave, lahko torej izčrpamo 98% vodnih par.

S kriočrpalkami, kot sta "helijeva" in "dušikova", pa se lahko približamo tudi 100% kondenzaciji vodnih hlapov, vendar na zelo neekonomičen način.

Od preostalih plinov v vakuumski posodi pri  $10^{-4}$  mbar, kjer poteka napajevanje, so vodne pare poleg kisika glavni kontaminator. V prisotnosti znatnejših količin vodnih par se zato te vgrajujejo v Al-plast (ko nastaja) in povzročajo specifične kristalne pretvorbe, ki povzročajo izdatne notranje napetosti Al-plasti.

Tabela 2: Ohlajevalne temperature PFC-črpalk

Tlak [mbar]	Temperature, pri katerih zamrzne 0, 90, 95 in 98% vodne pare [°C]			
	0,0 [%]	90 [%]	95 [%]	98 [%]
7	+1,0	-25,4	-32,3	-40,8
3	-9,7	-34,4	-40,8	-48,7
1	-17,3	-40,8	-46,8	-54,3
$7 \times 10^{-1}$	-24,5	-46,8	-52,6	-59,7
$3 \times 10^{-1}$	-33,4	-54,3	-59,7	-66,4
$1 \times 10^{-1}$	-39,7	-59,7	-64,8	-71,2
$7 \times 10^{-2}$	-45,6	-64,8	-69,7	-75,8
$3 \times 10^{-2}$	-53,1	-71,2	-75,8	-81,5
$1 \times 10^{-2}$	-58,4	-75,8	-80,1	-85,6
$7 \times 10^{-3}$	-63,5	-80,1	-84,3	-89,6
$2 \times 10^{-3}$	-69,9	-85,6	-89,6	-94,6
$1 \times 10^{-3}$	-74,4	-89,6	-93,4	-98,2
$7 \times 10^{-4}$	-78,8	-93,4	-97,0	-101,6
$3 \times 10^{-4}$	-84,3	-98,2	-101,6	-106,0
$1 \times 10^{-4}$	-88,2	-101,2	-104,9	-109,1
$7 \times 10^{-5}$	-92,0	-104,9	-108,1	-112,2
$3 \times 10^{-5}$	-96,8	-109,1	-112,2	-116,0
$1 \times 10^{-5}$	-100,3	-112,2	-115,1	-118,8
$7 \times 10^{-6}$	-103,6	-115,1	-117,9	-121,5
$3 \times 10^{-6}$	-107,8	-118,1	-121,5	-125,0
$1 \times 10^{-6}$	-110,8	-121,5	-124,1	-127,5
$7 \times 10^{-7}$	-113,8	-124,1	-126,7	-129,9
$3 \times 10^{-7}$	-117,5	-127,5	-129,9	-132,2
$1 \times 10^{-7}$	-120,2	-129,9	-132,2	-135,2
$7 \times 10^{-8}$	-122,8	-132,2	-134,5	-137,3
$3 \times 10^{-8}$	-126,2	-135,2	-137,3	-140,1
$1 \times 10^{-8}$	-128,6	-137,2	-139,5	-142,1
$7 \times 10^{-9}$	-131,0	-139,5	-141,5	-144,1
$3 \times 10^{-9}$	-133,9	-142,1	-144,1	-146,6
$1 \times 10^{-9}$	-136,1	-144,1	-146,0	-148,4



Slika 7: Črpalka Polycold, ki je vgrajena v naparjevalnik "META"

- zunanji premer zvitka 16 mm
- pretok hladilne vode pri 30 °C 54 l/min
- instalirana moč 12,5 kW
- temperatura ohlajevanja -100 do -150 °C

### Osnovne karakteristike črpalke Polycold 1100 ST

- maksimalna obremenitev 2 500 W (ohlajevanje)
- teoretična maksimalna hitrost črpanja 149 000 l/s
- končni delovni tlak  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar
- količina ledu 3,4 kg
- maksimalni pritisk za začetek delovanja 1 atm
- čas odtaljevanja 4 min
- čas za začetek kondenzacije 2,5 min
- površina hladilnega zvitka  $1 \text{ m}^2$
- dolžina zvitka 20 m

### Literatura

- /1/ A. Banovec, Vakuumist 17, 1989, 4
- /2/ J. Gasperič, Vakuumist 15/2, 1995, 23-24
- /3/ D.J. Missimer, Photonics Spectra, Feb. 1984
- /4/ T. Kralj, Tehnična dokumentacija, Saturnus Avtooprema, 1999
- /5/ Osnove vakuumske tehnike, pog. 6, DVTS, 1984
- /6/ D.M. Matox, Handbook of physical vapour deposition (PVD) Processing, Noyes Publicat., Westwood, 1998

Dr. Teodor Kralj  
Saturnus Avtooprema, d.d.  
Letališka 11, 1000 Ljubljana

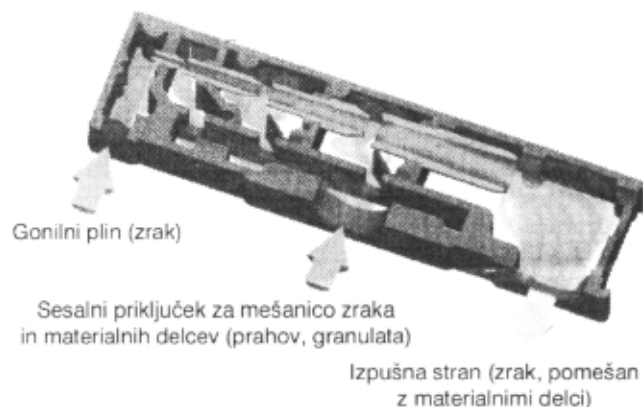
Dr. Peter Panjan  
Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

## Večstopenjska plinska ejektorska črpalka

Vakuumske večstopenjske plinske ejektorske črpalke so zelo primerne za uporabo v kemijski industriji pa tudi v farmacevtski in prehrabni, kjer je treba prenesti (transportirati) razne prahove in granulate – kot so npr. titanov dioksid, natrijev azid, silicijev dioksid, prah aktivnega oglja in drugi prahovi, ki so lahko toksični, eksplozivni ali higroskopični – iz sodov, vreč, silosov itd. v polnilne naprave pri strojih za (končne) izdelke. Ta transport naj bi bil popolnoma »čist«, tj., da se prah ne bi raztresal naokoli in onesnaževal delovnih prostorov ali celo zastrupljal zraka, ki bi ga morali delavci pri strojih vdihavati.

Take črpalke morajo odgovarjati posebnim zahtevam, kot so: delovanje brez posebnega vzdrževanja, majhna velikost in masa, lahko upravljanje in uravnavanje delovanja. Morajo biti brez vrtečih se delov (zaradi česar mazanje ni potrebno), med delovanjem se ne smejo segreti (lahko pa se ohlajajo).

Predstavljamo črpalko, ki pravzaprav ni klasična ejektorska, ampak je večstopenjska Venturijeva »cev«\* (sl. 1). Za delovanje je potreben komprimiran plin (navadno zrak). Da bi zmanjšali nivo hrupa, ima črpalka na izpušni strani prigraden dušilnik. Take vrste črpalke so grajene za črpalne hitrosti (za zrak) od 250 do 20000 l/min (od 15 do 1200 m<sup>3</sup>/h). Ze razmeroma majhna črpalka te vrste je sposobna prenesti npr. 540 kg sladkorja na uro v mešalnik, ki je na višini 4 m. Končni vakuum teh črpalke je okoli 100 mbar. Če bi ta podatek bolj nazorno osvetlili, bi to pomenilo, da bi lahko dvignili vodo v cevi, priključeni na sesalno stran črpalke, 9 m visoko, prašne delce, pomešane z zrakom, pa celo 20 m in 40 m po dolžini cevi.



Slika 1: Večstopenjska plinska ejektorska črpalka (Volkman Vakuumtechnik)

V vseh vakuumskih transportnih sistemih moramo mešanico zraka in prahov (ali granul), ki jo sesamo s črpalko, ločiti. Hitrost materialnih delcev se zmanjša že, če se poveča premer cevi, po kateri potujejo v polnilnike, kjer se usedajo na dno. Ločitev lahko izvedemo tudi s t.i. cikloni, kjer vanje pride dotok mešanice zraka in delcev od strani (tangencialno), ki tam padejo na dno (sl. 2). Zelo malo finih prašnih delcev »uide« skozi izpuh, vendar jih zadrži izpušni filter, da ne pridejo na prosto. Filtre preprosto očistimo z izpihavanjem, tj. z zračnim tokom v nasprotni smeri, kadar črpalka ne deluje. Tako ostanejo »aktivni« več let (5 – 10) brez vzdrževanja ali zamenjave.

Ni znano, ali naša industrija že uporablja tako vrsto črpalke.



Slika 2: Prenos (transport) prahu iz soda v separator nato v mešalnik v farmacevtski industriji

## Literatura

Thomas Ramme, Easy conveying with vacuum, EUROPE 2/2000, Process, str. 38 – 39

\* Princip delovanja je tak, kot ga poznamo pri »pištolah« za brizganje (npr. barve) na komprimirani zrak.

## IN MEMORIAM

### Prof. dr. Velibor MARINKOVIĆ (1929-2000)



12. oktobra se je po težki bolezni za vedno poslovil prof. dr. Velibor Marinković.

Po končani klasični gimnaziji v Ljubljani l. 1948 je študiral kemijo na Prirodoslovno-matematični fakulteti Univerze v Ljubljani, kjer je aprila leta 1953 diplomiral in 1965 doktoriral. Takoj po diplomi se je kot asistent zaposlil na takratnem Nuklearnem inštitutu Jožef Stefan, ki mu je ostal vseskozi zvest. Njegovo delo je povezano s samimi začetki elektronske mikroskopije pri nas, kjer je opravil pionirsko delo. Po vrnitvi z enoletnega izpopolnjevanja (l. 1963) na oddelku za fiziko trdne snovi Centra za jedrsko energijo v belgijskem Molu, je leta 1966 postal prvi vodja laboratorija za elektronsko mikroskopijo na IJS. Razen z raziskovalnim delom se je dolga leta ukvarjal tudi s pedagoškim. Leta 1971 je bil izvoljen za docenta na oddelku za matematiko in fiziko Fakultete za naravoslovje in tehnologijo Univerze v Ljubljani, štiri leta kasneje pa tudi na Oddelku za montanistiko, kjer je na dodiplomskem in podiplomskem študiju predaval vrsto predmetov, med drugimi Nauk o kovinah, Defekte v trdnih snoveh, Elektronsko difrakcijo, Kemijo trdne snovi in Kristalografijo. Leta 1980 je bil izvoljen v izrednega in leta 1986 v rednega profesorja na istem oddelku.

Raziskovalno delo profesorja Marinkovića je vseskozi povezano s preseveno elektronsko in kasneje tudi s tunnelsko mikroskopijo. Ukvarjal se je z mikrostrukturnimi raziskavami anorganskih materialov, s študijem defektov v trdni snovi, s tankimi plastmi in epitaksialno rastjo ter končno z moduliranimi in nizko-dimenzionalnimi strukturami. Bil je od samega začetka gonilna sila vseh tovrstnih raziskav pri nas. Pod njegovim vodstvom je bil na IJS že leta 1954 postavljen prvi Zeissov 60 kV elektrostatični mikroskop, ki je za takratne čase pomenil vrhunsko raziskovalno opremo in ki je omogočil, da smo se tudi pri nas lahko od samega začetka vključili v raziskave, ki so bile v tistem času na

voljo le redkim srečnejšem. Šlo je dejansko za pionirske čase, ko je vsak uklonski posnetek predstavljal uspeh zase. Kljub neprimerno slabšim finančnim možnostim je laboratorij pod njegovim vodstvom ohranjal korak z vodilnimi centri v svetu. Bil je vedno odprt za nove ideje in pripravljen načeti nova raziskovalna področja. Leta 1989 smo tako prav zahvaljujoč njegovim naporom spet kot prvi pri nas postavili Omikronov tunnelski mikroskop, ki omogoča strukturne raziskave na atomskem nivoju v ultra visokem vakuumu.

Profesor Marinković je bil skromen in pokončen mož, pošten do sodelavcev in spoštovan med kolegi, odličen učitelj in predan znanstvenik. Bil je človek širokega znanja, vedno pripravljen to znanje posredovati mlajšim. Študentom je posvečal ogromno časa in zanje pogosto opravil delo, ki bi ga morali opraviti sami. Pod njegovim vodstvom je bilo uspešno opravljenih preko štirideset diplomskih, magistrskih in doktorskih del s področja elektronske mikroskopije, fizike trdne snovi in novih materialov.

Svojemu delu je ostal zvest do konca, dokler je zmož, tistih nekaj stopnic do laboratorija. Delo mu je pomenilo vse: dolžnost, veselje in način življenja.

Resnično, izgubili smo zvestega prijatelja, dobrega sodelavca in izrednega učitelja. Močno ga bomo pogrešali.

Albert Prodan

### SPOMINJANJA

Profesorja Marinkovića sem spoznal, ko je bil naš predavatelj za predmet »Interakcija elektronov z materijo« na tretji stopnji »Elektronska optika in elektronsko-optične naprave« na Fakulteti za elektrotehniko Univerze v Ljubljani l. 1960/61, bolj osebno pa leta 1969, ko sem bil sprejet na IJS (tedaj Nuklearni inštitut »J. Stefan«) kot štipendist doktorand. Doktorsko delo je bilo povezano z mojim dotedanjim delom na področju vakuumske znanosti in tehnike. V njegovem laboratoriju in pod njegovim vodstvom sem raziskoval kermetne tanke plasti. Skrbno je preučeval rezultate mojega dela, skupaj sva načrtovala nove in nove eksperimente. Ker nisem bil večč upravljanja presevnega elektronskega mikroskopa, je vse vzorce kermetnih plasti, ki sem jih pripravil, pregledal in analiziral sam, in to takoj. To je zelo pospešilo moje delo. Nekega dne pa je zbolel za gripo. Ker je vedel, da brez ugotovitev, ki se bile rezultat preiskave z el. mikroskopom, ne morem nadaljevati dela, je prišel še ves vročičen na inštitut, samo zato, da bi mi pomagal, potem pa odšel nazaj - domov v posteljo. Bil sem izredno presenečen nad njegovo požrtvovalnostjo in sem mu za to skrb iskreno hvaležen. Tak je bil tudi do vseh drugih »varovancev«, ki jim je bil mentor. Po končanem doktoratu l. 1972 sva sodelovala pravzaprav do zadnjih dni



njegovega življenja. Sam pri sebi sem bil zelo ponosen, ko sem ugotovil, kako neomajno mi zaupa v strokovnih zadevah na področju vakuumne tehnike in tudi drugače. Ko smo v okviru Društva za vakuumsko tehniko Slovenije pripravljali knjigo o Vakuumskih tankih plasteh, je zelo prizadevno deloval tudi v terminološki komisiji, njegovo mnenje je bilo globoko premišljeno in utemeljeno, zato je veliko strokovnih izrazov, ki jih danes uporabljamo v vakuumistiki in so postali že splošni, prav njegov »izum«. Ker je bil »klasik« (z odliko je maturiral na državni klasični gimnaziji v

Ljubljani), je imel izreden posluš in znanje za uporabo slovenskega knjižnega jezika. Poleg strokovnega znanja je tudi to prenašal na svoje številne študente na fakulteti ter diplomante, magistrante in doktorande. Kljub upokojitvi in svoji težki bolezni je vedno prihajal vever na institut, čeprav ob palici, na račun katere se je vedno rad pošalil. Takšno je bilo najino tridesetletno poznanstvo in sodelovanje. Lepo in prijetno je bilo, in to mi je drag spomin na profesorja Marinkoviča.

Jože Gasperič

## Prof. dr. Milan KUREPA (1933-2000)



Iz Beograda je sredi oktobra prišla žalostna vest, da je umrl naš spoštovani kolega, vakuumist, prof. dr. Milan Kurepa, sicer redni profesor na Fakulteti za fiziko Univerze v Beogradu in dopisni član Srbske akademije znanosti in umetnosti.

Rojen je bil l. 1933 v Bački Palanki, študiral na Prirodoslovno-matematični fakulteti (PMF) v Beogradu in diplomiral l. 1957. Najprej se je zaposlil na Institutu za nuklearne nauke v Vinči, kjer je začel kot asistent v fizikalnem laboratoriju pod vodstvom prof. A. Milojevića. Konec 1961. leta je odšel za eno leto na Univerzo v Liverpool, Velika Britanija in se specializiral na področju interakcije atomskih delcev. Po vrnitvi je nadaljeval delo v Vinči pod vodstvom prof. dr. Branislave Perović, nam,

slovenskim vakuumistom, dobro znane strokovnjakinje na področju vakuumne znanosti in tehnike ter odlične organizatorke in promotorke, ki je prav gotovo zaslužna za to, da se je Milan Kurepa, potem ko je l. 1963 magistriral in doktoriral, posvetil tudi vakuumski fiziki.

Leta 1964 je postal docent na PMF, katedri za fiziko, l. 1971 izredni in deset let kasneje redni profesor. Od leta 1962 dalje je bil zunanji sodelavec tedaj ustanovljenega Instituta za fiziko v Beogradu (Zemun), kjer je ustanovil in nato dolga leta vodil Laboratorij za fiziko atomskih trkov.

Milana Kurepa slovenski vakuumisti dobro poznamo, saj je vedno aktivno sodeloval pri vseh vakuumskih kongresih, ki smo jih priredili pri nas v Sloveniji v okviru

Jugoslovskega komiteja za vakuumsko tehniko (JU-VAK) oz. Zveze društev za vakuumsko tehniko Jugoslavije, katerih sedež je bil vseskozi v Ljubljani.

S kolegico dr. Branko Čobić sta organizirala več tečajev iz vakuumne fizike in tehnike ter napisala vrsto učbenikov. Med temi je tudi obsežno delo -monografija »Fizika i tehnika vakuuma«, za kar sta prejela Oktobrsko nagrado mesta Beograda leta 1989 (na spominski dan osvoboditve mesta l. 1944). Za svoje delo je Milan prejel tudi visoko državno odlikovanje Red dela z rdečo zvezdo, l. 1994 pa je postal dopisni član Srbske akademije znanosti in umetnosti.

Milanova osnovna dejavnost je bila na področju fizike atomskih trkov, saj je na univerzi do svoje upokojitve, 1998, predaval Fiziko atomov in molekul ter za ta predmet tudi napisal učbenik. Bil je med pobudniki in aktivnimi organizatorji strokovnih srečanj, simpozijev, letnih šol itd. S konsultacijami in iniciativami je pomagal mnogim kolegom na področju varstva okolja. Ob 100-letnici odkritja elektrona je leta 1997 v Beogradu organiziral konferenco na to temo in ob tem izdal monografijo v petih zvezkih o elektronu, od njegovih osnovnih lastnosti do pomena v plazmi, trdni snovi, astronomiji.

Na Milana me veže veliko lepih spominov, ko mi je vedno priskočil na pomoč pri organizacijskih težavah in zadregah, ki so bile vedno spremljevalke naših strokovnih srečanj. Bil pa je vedno zelo kritičen. Predavatelji na vakuumskih kongresih so vedno trepetali pod »ognjem« njegovih strokovnih vprašanj in mnenj o njihovem delu.

Slovenski fiziki in vakuumisti pa imajo na Milana tudi nelep spomin, ko so prebiral njegovo »politično« pismo iz Beograda v času, ko se je pri nas zgodil »Cankarjev dom«. Tako pismo sem prejel tudi jaz. Nisem ga odprl, in ga še danes hranim, zaprtega. Ko me je mnogo kasneje po telefonu prosil, da bi za komisijo napisal recenzijo za knjigo, za katero sta z dr. Čobićevo nato prejela Oktobrsko nagrado mesta Beograd, mi je obljubil, da mi bo osebno povedal, zakaj je moral to storiti. Vem, da mu je bilo zelo žal. To sem napisal samo zato, da bi ga opravičil pred vsemi prejemniki tega pisma in zbrisal senco, ki nas je prizadela.

Ko bomo spet in spet »brskali« po njegovem priročniku - Fiziki i tehniki vakuuma, se bomo ob tem spominjali samo lepih doživetij z njim.

Jože Gasperič

# NOVICE - OBVESTILA

## IZOBRAŽEVALNI PROGRAM DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE - 2001

Vse uporabnike vakuumske tehnike in druge interesente obveščamo, da so v letu 2001 predvideni naslednji štirje strokovno-izobraževalni tečaji (predvidoma vsak enkrat v pomladanskem in enkrat v jesenskem obdobju):

### 1. OSNOVE VAKUUMSKE TEHNIKE (tridnevni)

Na tem tečaju je predstavljena celotna vakuumska tehnika ter vsa njena področja (merjenje in ustvarjanje vakuum, tanke plasti, pomen površin, plazma, vakuumska metalurgija, elektronski materiali in nanotehnologije). Najprej slušatelji spoznajo fizikalne osnove vakuumske tehnike, nato povezavne elemente (spojke, ventili, tesnila ...) ter črpalke in merilnike za grobi, srednji, visoki in ultravisoki vakuum. Podane so osnove konstruiranja, pomembnost materialov in čistoče. Poleg pomena in razvoja vakuumske tehnike so predstavljene še tankoplastne in druge vakuumske tehnologije, iskanje netesnih mest (leak detekcija), analize površin ter doziranje, čiščenje in preiskave plinov. Skupno z vajami ter z ogledom vakuumskih laboratorijev bližnjih inštitutov (IJS, ITPO in IMT) znese to 28 šolskih ur programa.

Cena tečaja je 45.000 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj o vakuumski tehniki in potrdilo o opravljenem tečaju. Pripada jim tudi topli obrok hrane ter kava in sok med glavnim odmorom.

### 2. VZDRŽEVANJE VAKUUMSKIH NAPRAV (dvodnevni)

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

Cena tečaja je 38.000 SIT. Vsak tečajnik prejme brošuro "Osnove vakuumske tehnike za vzdrževalce naprav" in potrdilo o opravljenem tečaju. Prejmejo tudi topli obrok hrane ter kavo in sok med odmorom.

### 3. NETESNOST SISTEMOV IN NAPRAV (enodnevni)

Vse več je izdelkov in tehnologij, kjer tesnost posod in cevnih sistemov igra pomembno vlogo. V tehniški praksi se pri vzdrževanju nadtlaka oz. podtlaka vedno pogosteje srečujemo z odpravljanjem puščanja in s predpisi o preverjanju tesnosti (zahteve po kakovosti proizvodov, ISO 9000 itd.). S tečajem želimo te postopke predstaviti in približati uporabniku. Vsebina predavitve, ki obsega 9 ur predavanj in demonstracij, je naslednja: teorija črpanja, osnove vakuumskih merilnikov in opredelitev velikosti puščanja; materiali, vrste spojev in tehnologije spajanja; metode iskanja netesnih mest; iskanje netesnosti s helijevim iskalnikom netesnosti; vrste netesnosti in odpravljanje le-teh oz. preventiva; kontrola tesnosti kot osnova za kvaliteto proizvodov, standardi s področja netesnosti ter primeri iz domače in tuje prakse.

Cena tečaja je 25.000 SIT. Udeleženci prejmejo zbornik predavanj "Netesnost sistemov in naprav" in potrdilo o opravljenem tečaju. Prejmejo tudi topli obrok hrane ter kavo in sok med odmorom.

### 4. Tečaji "Osnove vakuumske tehnike za srednješolske predavatelje"

(tridnevni, namenjeni za popestritev pouka fizike in tehničnih znanj na srednjih in višjih šolah) bodo ob četrtkih, petkih in sobotah, predvidoma v marcu, aprilu in septembru. Podroben razpis zanje bo verjetno objavljen v Katalogu izobraževalnih programov MŠŠ.

Vsi tečaji se pričnejo ob 8.00 uri in potekajo v prostorih inštitutov IMT, ITPO, IJS in Tehnološkega parka, ki so vsi v bližini Teslove 30, kjer je sedež društva. Podrobnosti o tečajih bodo objavljene tudi na internetu (<http://www2.arnes.si/~ljdvts/slo/dvts3a.htm>).

Prosimo vse, ki jih vsebina zanima, da se informativno javijo čim prej; za dokončno potrdilo udeležbe pa velja kopija položnice o plačilu, najkasneje tri dni pred pričetkom tečaja, na naslov: Društvo za vakuumsko tehniko Slovenije, Teslova 30, 1111 Ljubljana (št. žiro računa: 50101-678-52240). Prijave sprejema organizacijski odbor (Veseli, Pregelj), ki daje tudi vsa dodatna pojasnila (tel.: (01) 477-66-00, fax: (01) 426 45 78). Tečaj se organizira takoj, ko je zanj zbrano minimalno število (nad 10) prijav. V primeru prevelikega števila kandidatov (nad 30) sledi v najkrajšem času ponovitev.

Glede na poseben interes določenih inštitucij lahko društvo pripravi poseben tečaj z njim primerno vsebino in primeri.

## PRIJAVNICA

Podpisani ..... zaposlen v .....

na delovnem mestu .....

naslov ..... tel. .... fax. .... e-mail .....

se zanimam za izobraževalni tečaj: 1 2 3 4 (najraje v terminu .....

Pripombe.....

..... Datum ..... Podpis .....

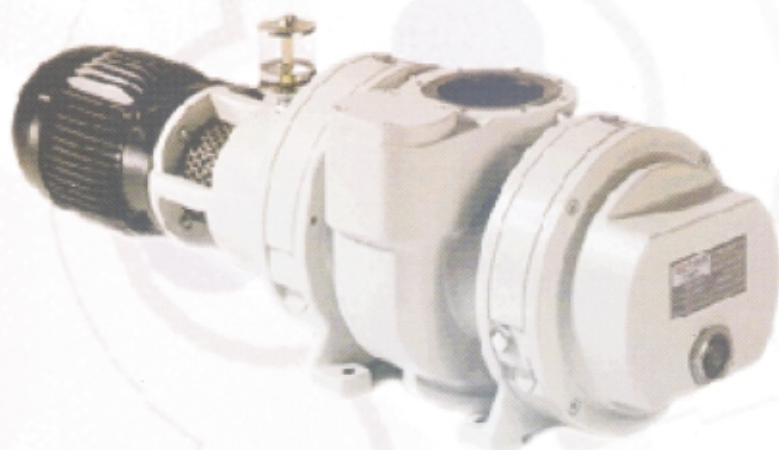


in

**PFEIFFER** VACUUM

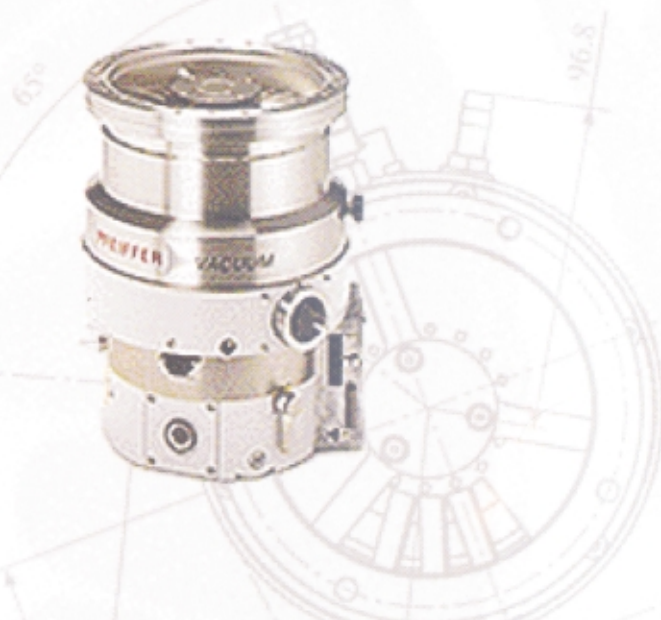


skupaj za  
vakuumsko  
tehnologijo  
tretjega  
tisočletja



Scan d.o.o., Preddvor  
Breg ob Kokri 7,  
4205 Preddvor, Slovenija  
tel.: 04 27 50 200  
fax.: 04 27 50 540  
scan@siol.net

[www.scan.si](http://www.scan.si)



# Podtlačni zgoščevalnik



Podrobnejše informacije dobite v podjetju

**DR. NEMO, d.o.o.**

proizvodnja, zastopstvo, tehnična podpora  
in svetovanje

Štrekljeva 3, 1000 Ljubljana

tel.: 01/241 03 00

fax: 01/241 03 10

elektronska pošta: [dr-nemo@dr-nemo.si](mailto:dr-nemo@dr-nemo.si)