

VAKUUMIST

GLASILO DRUŠTVA ZA VAKUUMSKO TEHNIKO SLOVENIJE

13

junij
1987

VSEBINA

- Visokovakuumski sistem VVS 500
- Zaščitno naparevanje na napravi BAH-2000 v Saturnusu
- In memoriam: prof.dr. Evgen Kansky
- Razvoj IR senzorja za termovizijo s HgCdTe kristali na IEVT
- Poročilo s 55. seje I.O. IUVSTA
- Leybold Heraeus - danes
- Nadomestilo za črpalko z rotirajočimi loputami
- Kratke novice in obvestila

VISOKOVAKUUMSKI SISTEM VVS 500

Na lastnosti napnjene tanke plasti vplivata v veliki meri področje vakuuma in sestava residualne atmosfere med procesom. Za izredno čiste nanose je potrebno izčrpati sistem na področje 10^{-7} mbar, s čim manjšim deležem ogljikovodikov in oljnih par. Zahtevam po čistem vakuumu in čim krajšem času črpanja ugodimo s primerno izbiro črpalk, ventilov in vmesnih povezav. Na domačem tržišču

vakuumskega sistema, ki bi ustrezal zahtevam naše tehnologije, ni moč kupiti, zato smo se odločili za lasten razvoj. Skrbno smo pretehtali, katere komponente moramo uvoziti in katere smo sposobni narediti sami. Nastal je visokovakuumski črpalni sistem z enoto za krmiljenje črpalk, ventilov, merilnikov in izvorov za naparevanje, ki smo ga imenovali VVS 500. Sistem je zaradi svoje prilago-

dljivosti namenjen laboratorijskim raziskavam in pilotni proizvodnji na področju nanašanja tankih plasti z naparevanjem in katodnim napraševanjem.

OPIS NAPRAVE

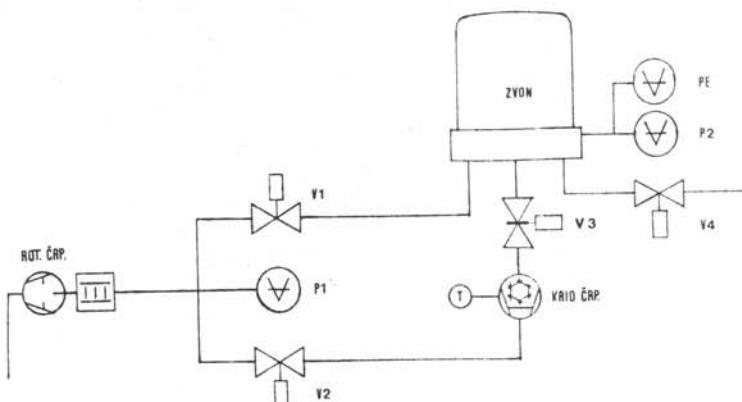
Celoten sistem (slika 1) je sestavljen iz:

- komore
- visokovakuumskih prevodov
- rotacijske črpalke
- sorpcijske pasti z grelcem za regeneracijo
- krio črpalke
- dvižnega mehanizma
- krmilnika naparevanja
- krmilnega dela čpalnega sistema

- štirikontaktni tokovni prevodi (5A)
- elektromagnetna zaslonka izvora
- kvarčni kristal mikrotehnicice, ki leži direktno na vrtljivem nosilcu vzorcev
- kvarčna grelca za ogrevanje vzorcev na izbrano temperaturo

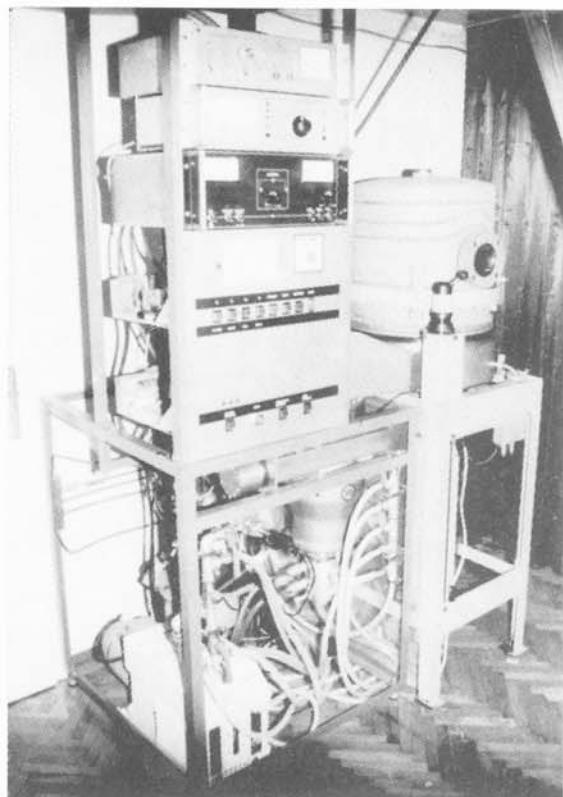
Dvižni mehanizem za dvigovanje in spuščanje zvona poganja elektromotor. Samozapornost navojnega vretena obdrži ob izpadu električne napetosti zvon v trenutnem položaju. Za lažje čiščenje se dvignjeni zvon lahko zavrti za 90 stopinj.

Predvakuum zagotavlja dvostopenjska rotacijska črpalka s krožecimi loputami LEYBOLD-HERAEUS TRIVAC D 40 B.



Slika 1.: a) Shema vakuumskega sistema VVS 500

b) Izgled sistema v laboratoriju



Komora je sestavljena iz zvona in krožnika. Zvon je ovit z bakreno spiralno, kar omogoča njegovo hlajenje ali ogrevanje. Okno na prednji strani zvona je znotraj zaščiteno s steklom, ki ga po nekajkratnem naparevanju zamenjamo. Na vrhu zvona je standardna priključna odprtina s premerom 34,5mm.

Krožnik je spodnji del komore. Priključek na črpalni sistem je nameščen na strani, da celotno dno lahko izkoristimo za prevode. Devetnajst priključnih odprtin je razmeščenih tako, da omogočajo priključitev vseh prevodov s standardnimi priključnimi merami. Debelina dna krožnika je 20 mm. Na steni krožnika so nameščene štiri KF prirobnice, za priključitev Pirani in Penning glav, masnega spektrometra in ventila za vpust dušika.

V komori so trenutno nameščeni:

- visokotokovni vodno hlajeni prevodi za priključitev izvorov za naparevanje (200 A)
- vrtljivi prevod z motorjem za vrtenje nosilca vzorcev

Njena črpalna hitrost za zrak je $40 \text{ m}^3/\text{uro}$. Za zmanjšanje pretoka oljnih par med rotacijsko črpalko in komoro smo skonstruirali sorcijsko past z zeolitom. V past smo vgradili grelec za občasno regeneracijo zeolita.

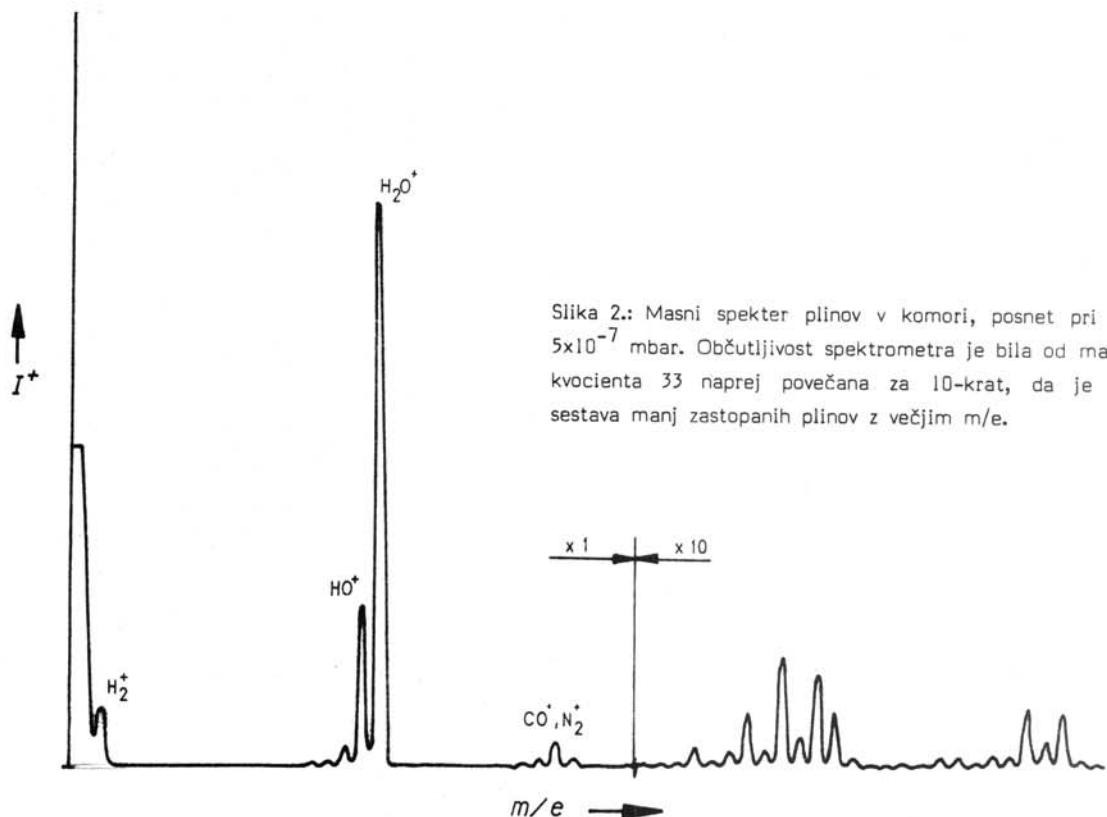
Visokovakuumski krio črpalki VARIAN VK-12 A z elektropnevmatiskim ploščatim ventilom ima črpalno hitrost za zrak 920 l/s , za vodne pare pa 3800 l/s . Deluje na principu kondenzacije plinov pri zelo nizkih temperaturah (15 K), kar jo uvršča med zelo čiste vakuumske črpalke.

V enoti za naparevanje sta napajalnik, ki ga je možno prilagoditi za naparevanje iz ladijc (5 V, 200 A) ali iz žice (20 V, 50 A) in krmilni del za pomik zaslonke, ogrevanje in vrtenje vzorcev.

Krmiljenje sistema je električno, ker so vsi vgrajeni ventili elektropnevmatiski. Ob izpadu vode ali električne energije se sistem ustavi, ventili pa zaprejo.

Vsi spoji na komori so tesnjeni z vitonskimi tesnilkami. To nam omogoča hitro zamenjavo prevodov. Dno komore in

črpajo prav vodne pare. Hitrost črpanja vodnih par za črpalko VARIAN VK-12 A je 3800 l/s.



Slika 2.: Masni spekter plinov v komori, posnet pri tlaku 5×10^{-7} mbar. Občutljivost spektrometra je bila od masnega kvocienta 33 naprej povečana za 10-krat, da je vidna sestava manj zastopanih plinov z večjim m/e.

prostor pod njim sta namenjena izključno namestitvi prevodov, kar omogoča njihovo enostavno in hitro montažo.

Časi črpanja so kratki:

- 10^{-2} mbar 2-5 minut
- 10^{-5} mbar 5-8 minut
- 10^{-7} mbar 20-30 minut

Ob začetku črpanja komore so v njej prisotni različni plini. Že po nekaj minutah prevladuje vodna para, kar je razvidno iz masnega spektra plinov v komori (slika 2).

Velika prednost krio črpalk je v tem, da najbolj intenzivno

SKLEP

S sistemom VVS 500 dosežemo v razmeroma kratkem času vakuum v poročju 10^{-7} mbar. Sistem omogoča nanjanje tankih plasti v čistih pogojih, kar je primerno za študij in raziskave lastnosti tankih plasti in za zahtevnejšo pilotno proizvodnjo.

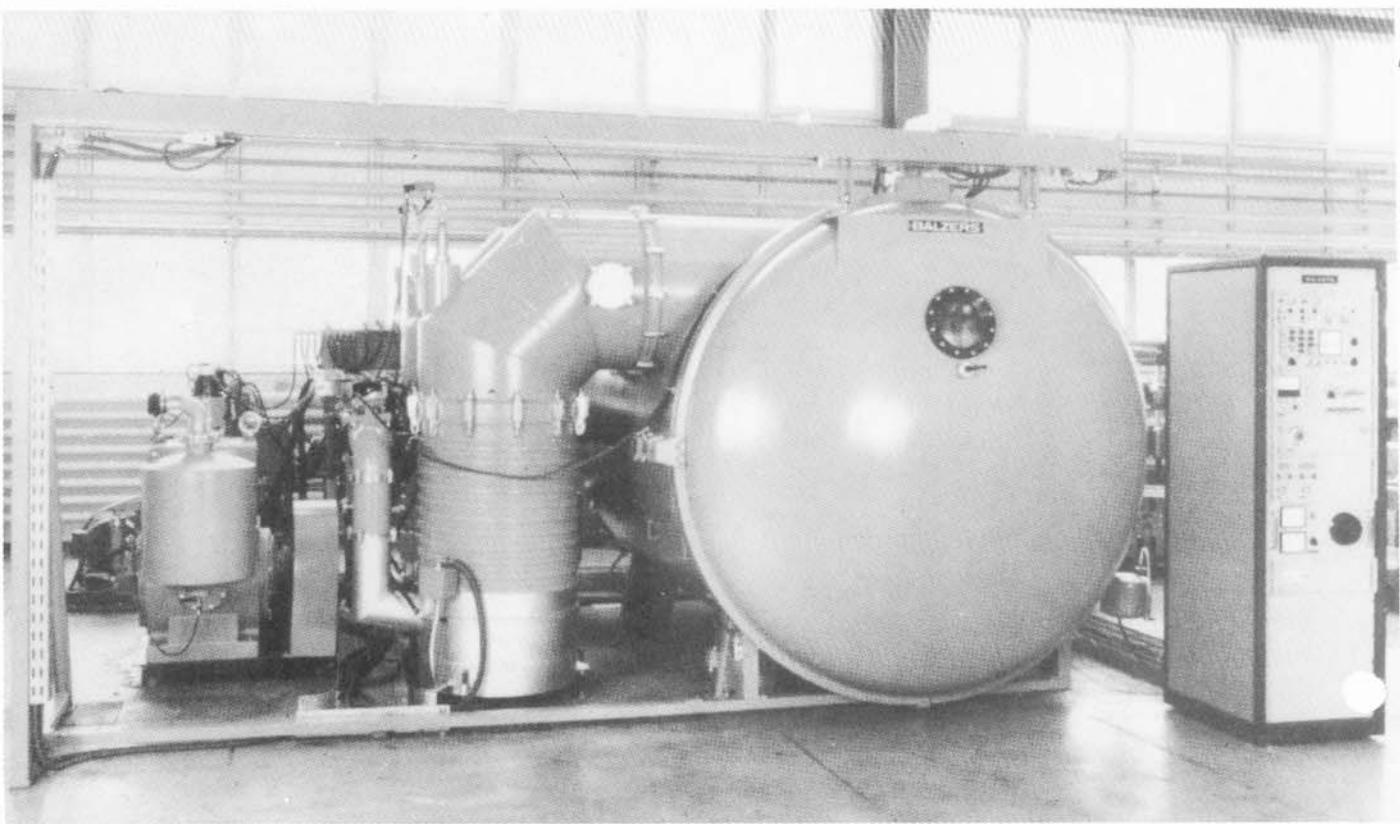
Marjan Drab, dipl.ing.
IEVT, Ljubljana

ZAŠČITNO NAPAREVANJE V NAPRAVI BAH-2000-BALZERS

A Uvod

V zadnjih letih so se v avtomobilski industriji zelo povečale zahteve za korozjsko obstojnost celotnega vozila. Temu primerno ostrejši so postali tudi normativi za odpornost žarometra in posredno za naparjeno plast. V Saturnusu

smo se morali odločiti med dvema tehnologijama in sicer med zaščitnim lakiranjem naparjene plasti in pa zaščitnim naparevanjem. Po mnogih poizkusih smo ugotovili, da zaščitno naparevanje najbolje pokriva zahteve naših kupcev in odločili smo se za nakup naprave za zaščitno naparevanje Balzers-BAH-2000. Po Balzersovem postopku na napar-

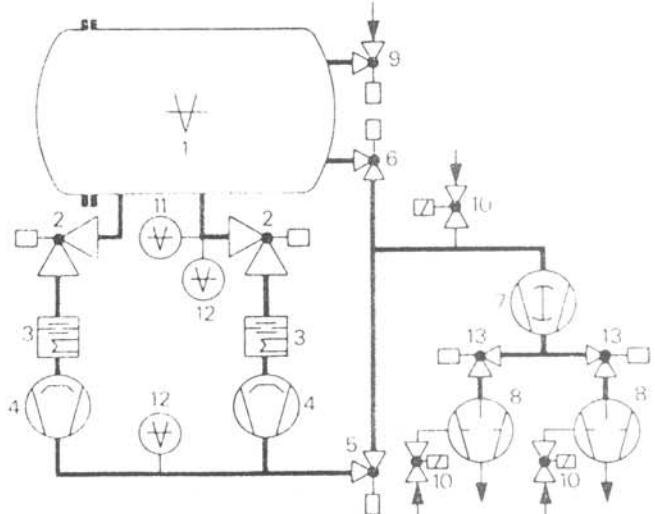


jeni Al nanašamo posebno organsko spojino imenovano Plasil, ki jo kot prozorno tekočino dobavlja ista tovarna. Vrstni red nanašanja plasti na parabole žarometov in namen plasti je naslednji:

- lakiranje s potapljanjem in sušenjem za izglajenje površine
- naparevanje Al-odbojne zrcalne plasti
- nanos Plasila za obstojnost Al proti atmosferskim vplivom
- naparevanje SiO plasti, ki ščiti obo predhodna nanosa proti mehanskim vplivom.

Ker je zaščita s Plasilom verjetno za vse nas nekaj novega, naj postopek tvorbe te zaščitne plasti malo podrobnejše opišemo. Ko želimo pričeti nanašati Plasil na predmete v vakuumu, odpremo dostop njegovim param v recipient in "prižgemo" plazmo. Iz fizike vemo, da je plazma vzbujeno stanje razredčenega plina. V našem primeru je to zrak, ki ga močno električno polje ionizira. Za vzpostavitev plazme je naprava BAH opremljena z izvorom napetosti 4000 V, vgrajeno ima - proti obdelovancem in masi izolirano - katodo in pa krmiljeni dozirni ventil za vpuščanje zraka ter avtomatsko vzdrževanje primerenega tlaka plazme. Od žarilne katode potujejo elektroni proti substratu (t.j.: obdelovancem, ki so na potencialu anode). Na svoji poti trčijo v neutralne molekule Plasila in z natrganjem kemičnih vezi sprožijo polimerizacijo le-teh. Obenem nastanejo tudi delčki, ki polimerizirajo sami ali povzročajo polimerizacijo. Polimerizati se usedajo na površino izdelkov. Tako naneseni Plasil je amorfna, organska zaščitna plast, ki je zelo obstojna proti kemičnim vplivom in izkazuje temperaturno obstojnost še pri več kot 200°C. Zaradi majhne površinske trdote ni odporen na mehanske obremenitve.

B Vakuumska shema naprave BAH-2000



- | | |
|-------------------------|-------------------------------|
| 1. Recipient | 8. Rotacijska črpalka |
| 2. Ploščati ventil | 9. Vpustni ventil |
| 3. Vodna past | 10. Odzračevalni ventil |
| 4. Difuzijska črpalka | 11. Merilnik visokega vakuma |
| 5. Ventil za predvakuum | 12. Merilnik srednjega vakuma |
| 6. By-pass ventil | 13. Zaporni ventil |
| 7. Roots črpalka | |

C Opis nekaterih sestavnih delov naprave

1. Osnovni del naprave je recipient v obliki valja (konstrukcijsko jeklo) s premerom 2000 mm in dolžino 2500 mm. Ima dva priključka Φ 630 za obe difuzijski črpalki, 5 izoliranih električnih provodov, pogonski mehanizem za vrtenje kietke s substrati, priključek za by-pass in še

več manjših priključkov (merilniki, Plasil, vpuščanje plina itd.).

2. Vrata kotla se odpirajo s pomočjo pogonskega motorja z verižnim pogonom na posebni konstrukciji pred recipientom, tesnenje vrat proti kotlu pa je izvedeno z O-tesnilom iz neoprenske gume in z dvema pnevmatskima cilindroma. Gibanje vrat je omejeno s končnimi stikali.

3. Črpalni del

- Dve predvakuumski črpalki

To sta enostopenjski rotacijski črpalki z vodnim hlajenjem, tipalom temperature in krmilno napravo. Sesalna moč pri 1 mbar je $450 \text{ m}^3/\text{h}$.

- Roots črpalka s polno-preklopnim motorjem

Sesalna moč z dvema predvakuumskima črpalkama pri 0,1 mbar je $3700 \text{ m}^3/\text{h}$.

- Dve difuzijski črpalki za visoki vakuum

To sta večstopenjski vodno hlajeni oljni difuzijski črpalki. Vsaka ima črpalno hitrost za zrak pri 10^{-4} mbar brez dušične pasti 20.000 l/sec , z dušično pastjo pa 10.500 l/sec .

- Dve hladilni pasti

Sta vodno hlajeni, prepustnost zraka pri 10^{-4} mbar je 22.500 l/sec .

- Dva ploščata ventila za visoki vakuum (premer 630 mm)

Zapirata difuzijski črpalki proti recipientu.

- Ventil za predvakuum

Elektropnevmatko krmiljen kotni ventil vgrajen v predvakuumski del sistema se avtomatsko zapre, če zmanjka električne ali če pada pritisk zraka.

- By-pass ventil

Elektropnevmatko krmiljen kotni ventil vgrajen v By-pass napeljavjo; se avtomatsko zapre, če zmanjka električne ali če pada pritisk zraka.

- Vpustni ventil

Elektropnevmatko krmiljen kotni ventil za vpust plinov v recipient; se avtomatsko zapre, če zmanjka električne ali če pada pritisk zraka.

4. Vakuumski merilniki

Dve merilni cevi za merjenje vakuma med 100 in 1.10^{-3} mbar sta montirani v predvakuumskem sistemu.

Merilna cev za merjenje vakuma med 5.10^{-3} in 5.10^{-8} mbar je nameščena v recipientu med ploščatim ventilom.

5. Avtomatika je nameščena v samosteječi omari.

Posebej oddvojeno je krmiljenje vakuumskega procesa. Možno je nastaviti popolnoma avtomatski ciklus, nastaviti različne parametre in pa ob popravilih vključiti le posamezne elemente. Merilna elektronika je sposobna oddati signal ob določenem vnaprej nastavljenem tlaku v recipientu.

6. Sistem vodnega hlajenja difuzijskih črpalk, rotacijskih črpalk, električnih provodov in vodno hlajenih pasti vsebuje elektromagnetne ventile, ročne in protipovratne ventile in tipala za kontrolo pretoka.

7. Napeljava stisnjenega zraka je potrebna za gibe ventilov vrat itd. in vsebuje standardne pnevmatske elemente.

8. Sistem za ustvarjanje plazme sestavlja:

- visokonapetostni izvor (2000 W ali 3500 W)
- krmilna naprava za tok, napetost in tlak
- električni dozirni ventil za vpust zraka
- visokonapetostni provod
- membransko vakuumsko stikalo, ki vklopi napetost šele, ko je dosežen tlak 100 mbar
- elektroda iz čistega Al z izolatorji in nosilci

9. Sistem za uparjanje Al sestavlja:

- visokotokovni transformator za moči do 15 kVA
- tiristorsko krmiljeni usmernik za enake moči
- vodno hlajeni provodi
- dve bakreni elektrodi s skupno 34 držalci spiral
- 17 volframskih spiral
- aluminij za naparevanje je čistoče $99,99\%$ ($1,5 \text{ g}$ žice $\Phi 1,5 \text{ mm}$ na eno spiralo)

10. Sistem za uparjanje SiO je priključen na isti visokotokovni izvor, kot pri uparjanju Al. Ostali pomembnejši deli so regulacijski ventil za vpuščanje kisika v kotel, bakrena elektroda, 20 držal za ladjice in 10 ladnjic iz Mo.

11. Sistem za uparjanje Plasila sestavlja dva rezervoarčka, ročni dozirni ventil, elektromagnetni zaporni ventil, vstopna šoba za zrak, v by-pass vgrajene dušilke za zmanjšanje pretoka plina.

12. Sistem za globoko hlajenje s tekočim dušikom (liquid nitrogen = LN_2); sistem avtomatsko dozira LN_2 v pasti pri ploščatih ventilih, sestavlja pa ga dvigovalec dušika (s stisnjениm zrakom), tipala za nivo dušika, krmilne naprave, magnetni ventili za LN_2 in topotno izolirane cevi.

Mnogo je še naprav in pripomočkov, ki omogočajo proizvodnjsko naparevanje na BAH-2000, vendar so z vakuumskega gledišča manj zanimive in jih ne bomo naštevali.

D Nekateri tehnični podatki o BAH-2000

- volumen recipienta 10.000 l
- tesnost naprave $5.10^{-3} \text{ mbar l/s}$
- dosegljiv končni tlak v čisti in prazni napravi 2.10^{-6} mbar
- črpalni časi za polno napravo kovinskih izdelkov pri polni čistoči:

od 1 bar do 1 mbar	$3^{\circ}15"$
" "	$0,1 "$
" "	$3^{\circ}40"$
" "	1.10^{-3}
" "	$4^{\circ}20"$
" "	1.10^{-4}
" "	$4^{\circ}40"$
" "	1.10^{-5}
" "	12"

Pri substratih, ki se močno razplinjujejo, se lahko časi povzročajo za 100 ali tudi več %.

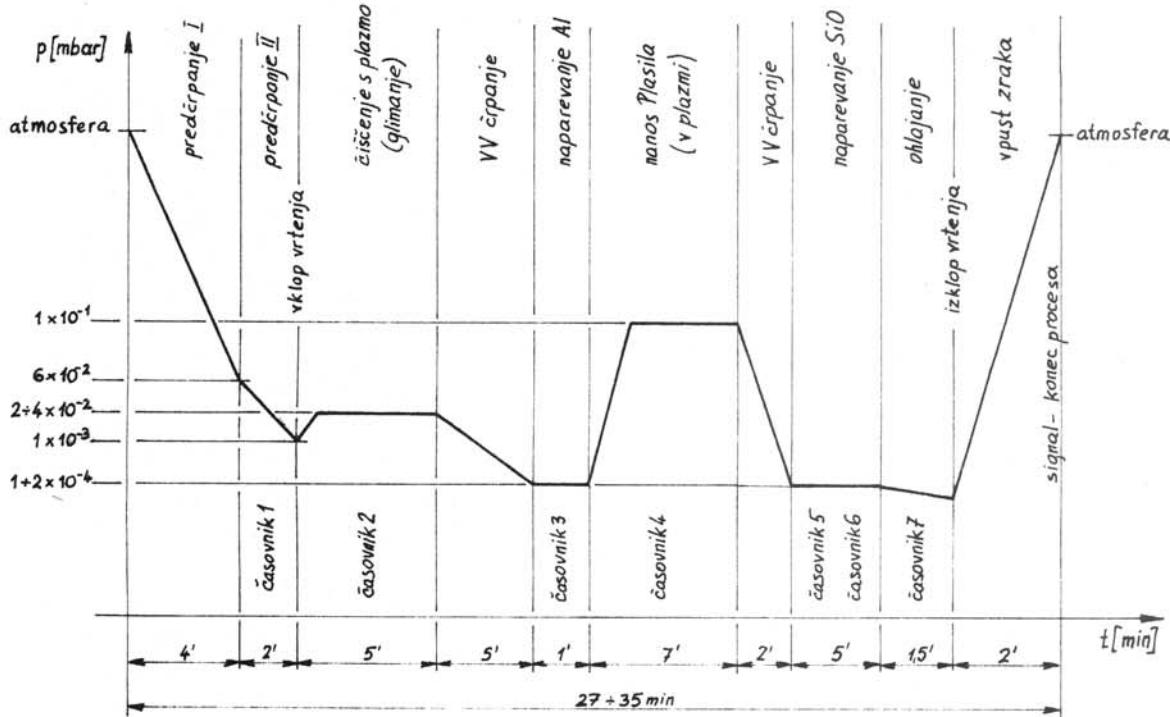
- poraba stisnjenega zraka (6 bar) na saržo: 13 l
- pretok hladilne vode, če je v pogonu celotna naprava z dvema hlajenima provodoma električnega toka: 35 l/min
- poraba tekočega dušika (pri treh saržah na uro) 6 kg/h
- poraba električne energije (če naparevamo Al, do 5 sarž na uro) $\sim 40 \text{ kWh}$

E Opis procesa naparevanja: Al/Plasil/SiO

Ta kombinacija je najbolj pogosta pri proizvajalcih avtomobilskih žarometov. K opisu spada tudi diagram tlak/čas, ki daje najboljšo predstavo o celotnem postopku.

7. Tedaj se oba ploščata ventila zapre, by-pass ventil se odpre, dušilna kapa za Plasil se zapre (reducirani prečni presek), sistem za glijanje se vklopi in vstopni plinski ventil za Plasil se odpre.

Pritisik naraste in se giblje pri nanašanju Plasila



1. Črpalni del je pripravljen za obratovanje.
2. Iz kotla se izčrpa zrak in sicer iz tlaka atmosfere na $6 \cdot 10^{-2}$ mbar. Ko se doseže tlak $6 \cdot 10^{-2}$ mbar, se odpreta oba ploščata ventila.
3. Med odpiranjem ploščatega ventila se istočasno vklopi časovnik 1, časovnik 2 se vključi takoj, ko je dosegel tlak $1 \cdot 10^{-3}$ mbar. Čas, ki je potreben za doseglo tlak $1 \cdot 10^{-3}$ mbar, je treba določiti empirično in ga nastaviti na časovniku 1.
4. Ko se vklopi časovnik 2, se začne vrteti kletka in v buben prične dotekati zrak, dokler tlak ne naraste na $2 \div 4 \cdot 10^{-2}$ mbar. Tedaj se vklopi visoka napetost za vzpostavitev plazme (glijanje, tlenje). Želeni čas čiščenja s plazmo se lahko izbere vnaprej na časovniku 2. Potrebni čas čiščenja je odvisen od več faktorjev (npr. material izdelka itd.). Ko časovnik 2 zapre dotok zraka, prične plazma ugašati in tlak padati.
5. Izčrpavanje poteka naprej do takrat, ko je dosegel točno določen tlak za naparevanje Al. To je $1 \div 2 \cdot 10^{-4}$ mbar (pri BAH-2000 nastavljivo).
6. Tedaj se vklopi časovnik 3 in spirale za izparevanje Al. Moč na spiralah postopoma narašča (Rise Time) do polne moči, katero doseže po 12+15 sek. Rise Time se mora določiti empirično.

Izparjevalni čas Al pri polni moči na spiralah je 30 sek. Na časovniku 3 se nastavi oba časa skupaj (Rise Time + izparjevalni čas). Po preteku tega časa se časovnik 3 izklopi in s tem izparevanje Al. Vklopi se časovnik 4 in začne se nanašanje Plasila.

okrog 0,1 mbar. Zaželeni čas nanašanja Plasila se nastavi na časovniku 4. Po izteku tega časa časovnik 4 izklopi nanašanje Plasila.

8. Ko se nanašanje Plasila konča, se odpreta ploščata ventila in spet se vzpostavi visoki vakuum. Ko je dosegel tlak $1 \div 2 \cdot 10^{-4}$ mbar, se vključi časovnik 5. V času delovanja časovnika 5 se tlak stabilizira in nato se vklopi časovnik 6, ki sproži nanašanje SiO. Kontrola tlaka, pri katerem se začne nanašanje SiO je podobna kot pri izparevanju v točki 3 (Set point 3) na krmilju črpalnega dela DPA 201. Nanašanje Al in SiO poteka pri enakih vrednostih tlaka. Časovnik 6 vklopi samo izvore za izparevanje SiO traja 4''. Med izparevanjem SiO se v kotel spusti prek ventila kisik. Po preteku tega časa izklopi proces časovnik 6.
9. Istočasno se vklopi časovnik 7, ki odreja interval (1 - 1,5 min) ohlajanja izvorov za nanašanje SiO. Na ta način se izognemu lokalnim pregretjem. Po preteku časa za hlajenje ladje se v kotel avtomatsko spusti zrak, tako da v njem vzpostavi atmosferski tlak.
10. Vstopanje zraka v kotel poteka cca 2 min. Po preteku tega časa se pokrov kotla rahlo odmakne in obenem sproži končno stikalo. To stikalo sproži optični in zvočni signal, ki pomenita konec procesa.

Matija Trček, dipl.ing.

Saturnus, Ljubljana