

NASVETI

Priprava površine podlag pred nanosom tankih plasti - čiščenje

Priprava podlag pred nanosom tankih plasti vključuje čiščenje in modifikacijo njihove površine. Medtem ko s čiščenjem zmanjšamo koncentracijo nečistoč na sprejemljivo raven, pa z modifikacijo spremenimo nekatere lastnosti površin z namenom, da naredimo površino bolj kemijsko reaktivno, da spremenimo njeno morfologijo ali mehanske lastnosti.

Čiste površine kovinskih podlag so osnova za ponovljivo pripravo tankih plasti. Meja med podlago in plastjo je tisto kritično mesto, kjer najpogosteje prihaja do poškodb. Ker absolutno čistih površin ne moremo pripraviti, se zadovoljimo s tehnološko čistimi. To so površine, na katerih je koncentracija nečistoč največ nekaj odstotkov enojne plasti. O čiščenju kovinskih površin smo v Vakuumistu že pisali /1-2/. V tem prispevku se bomo omejili na opis čiščenja podlag, na katere nameravamo nanesti tanke plasti.

Funkcionalne površine kovin so prekrite z več plastmi nečistoč, ki so rezultat proizvodnega postopka in reaktivnosti kovin oz. zlitin. Tako najdemo na površini poleg kovinskih oksidov (npr. rje) še različne organske nečistoče (olja, maščobe). Vezavna energija nečistoč se v splošnem zmanjšuje z oddaljenostjo od površine. Prekrivajo lahko vso površino (npr. oksidi ali adsorbirani ogljikovodiki) ali pa del le-te (npr. prstni odtisi). Čiščenje je postopek, s katerim zmanjšamo količino nečistoč na sprejemljivo vrednost. Pri tem ne sme priti do nezaželenih sprememb površine, kot je npr. preferenčno jedkanje ali mikrorazpoke. Prekomerno čiščenje pa je po drugi strani nepotrebno zapravljanje časa in denarja.

Maziva, ki se uporabljajo v industrijski proizvodnji so netopna v vodi, dobro pa se topijo v organskih topilih, kot so ogljikovodiki, halogenidni ogljikovodiki, alkoholi, estri itd. Še zlasti dobro se topijo maziva na osnovi mineralnih olj, ki vsebujejo parafinske, izoparafinske in podobne ogljikovodike. Večina teh topil je netopnih v vodi, nekatera pa se v vodi delno ali v celoti topijo (npr. estri in alkoholni derivati). Ena skupina v vodi netopnih topil so halogenidni ogljikovodiki, ki vključujejo klorirane ogljikovodike in freone. Uporaba slednjih je zakonsko prepovedana, medtem ko smemo klorirane ogljikovodike iz zdravstvenih in ekoloških razlogov uporabljati le v posebej prirejenih prostorih in v zaprtih sistemih. Prednosti kloriranih ogljikovodikov so nizka temperatura vrelišča in viskoznost. Ker imajo majhno površinsko napetost, brez težav prodrejo tudi v majhne luknjice, kapilare in ozke reže. Nizka temperatura vrelišča kloriranih ogljikovodikov omogoča čiščenje v njihovih parah, kar pogosto zelo poenostavi ta postopek. Negorljiva sta le tetrakloreten in trikloreten. Temperatura, pri kateri se slednji vžge, je 410°C. Kovinski deli, ki jih čistimo s kloriranimi ogljikovodiki, morajo biti suhi, ker le-ti v kontaktu z vodo, kisikom ali svetlobo, tvorijo solno kislino, ki povzroča korozijo kovinskih podlag. Če čistimo material, ki je posebno občutljiv na

kislino, kot npr. aluminij, potem moramo dodati posebne inhibitorje. Čeprav je delo s kloriranimi ogljikovodiki drago in zahteva posebne varnostne ukrepe, se v praksi še vedno pogosto uporabljajo, ker je čiščenje z njimi zelo učinkovito.

Podlage najprej očistimo zunaj vakuumske posode (poliranje, peskanje, kemijsko čiščenje), medtem ko zadnja faza čiščenja poteka v vakuumskem sistemu za nanos plasti (pregrevanje podlag, plazemsko oz. ionsko čiščenje). Kemijsko vezane reakcijske plasti (npr. okside) odstranimo z abrazijskimi postopki (fino brušenje, poliranje, fino peskanje) ali z reaktivnim ionskim jedkanjem. Polarna topila, kot so voda ter mešanice alkoholov in vode, se uporabljajo za odstranjevanje polarnih kontaminantov, kot so npr. ionske soli. Napolarna topila, kot so klorirana topila, pa se uporabljajo za odstranjevanje nečistoč na osnovi ogljikovodikov (masti, olja). Topila na osnovi klor-fluor-ogljikovodikov so manj učinkovita kot klorirana topila, zato pa so manj toksična. Njihova slaba stran je tudi, da uničujejo plast ozona, zato jih poskušamo nadomestiti z drugimi. V svetu poteka v zadnjih letih intenziven razvoj novih postopkov čiščenja površin. Alternativa obojim so vodne raztopine ogljikovodikov brez klora in površinsko aktivna čistila.

Površine lahko očistimo tudi tako, da ogljikovodike na površini oksidiramo. Postopek čiščenja z oksidacijo je sprejemljiv le, če pri tem ne poškodujemo podlag. Tako je npr. žarjenje na zraku najboljši način čiščenja oksidne keramike. S 30% vodikovim peroksidom pa lahko učinkovito čistimo stekla in keramiko. Proces oksidacije je tudi osnova čiščenja oksidnih podlag s t.i. raztopino »piranha« (to je mešanica vroče, koncentrirane žveplene kisline in amonijevega persulfata). Učinkovito je tudi čiščenje površin z ozonom in ultravijolično svetlobo. Z UV svetlobo razbijemo vezi organskih spojin v nečistočah. Te pa potem z ozonom tvorijo hlapljive spojine. Prostor UV/O₃ lahko tudi uporabimo za shranjevanje očiščenih podlag.

Učinkovito čiščenje podlag je plazemsko čiščenje. V prostoru med elektrodama prižgemo kisikovo plazmo. Atomarni kisik, kisikovi ioni in ozon, ki pri tem nastanejo, oksidirajo površino, pri čemer nastanejo hlapni produkti, ki jih odčrpamo. Površine podlag, ki so občutljive na oksidacijo, pa čistimo v vodikovi plazmi.

Mokro jedkanje je sestavni del čiščenja podlag. Podlage bodisi omakamo v topilo, mehansko krtačimo ali brišemo, pršimo topilo pod majhnim ali visokim pritiskom, čistimo s kavitacijo v ultrazvočnih kopelih. Pri čiščenju podlag iz krhkih materialov v ultrazvočnih kopelih moramo biti pazljivi, da ne poškodujemo površine podlag. Zaradi efekta kavitacije lahko na površini nastanejo mikrorazpoke, ki poslabšajo oprijemljivost plasti. Temu se lahko izognemo, če zmanjšamo moč ultrazvočnih generatorjev in skrajšamo čas

čiščenja. Pri čiščenju v ultrazvočnih kopelih je zelo pomembna geometrija, zato moramo podlage pravilno in ponovljivo pritrditi.

Po kemijskem čiščenju moramo podlage najprej izprati v destilirani vodi (12 do 18 M Ω), nato pa takoj posušiti. Posušimo jih lahko tako, da jih omočimo v tekočini z visokim parnim tlakom (npr. izopropilalkohol), z vročim dušikom, ali kako drugače. Po čiščenju, izpiranju in sušenju podlage iz nekaterih materialov »pečemo« v vakuumu z namenom, da odstranimo adsorbirano vodo in topila. Izplinjanje podlag med nanosom plasti povzroči poslabšanje oprijemljivosti le-te na podlago. Čas in temperaturo, ki je potrebna za izplinjanje, lahko določimo iz meritev zmanjšanja teže vzorca med pregrevanjem (ASTM E-595 standard).

Očiščene podlage moramo shraniti v čistem prostoru. Očiščene podlage naj ne pridejo v stik z drugimi površinami, še zlasti ne, če so le-te polimeri. Za pasivno shranjevanje so najpriročnejše steklene posode, ki jih po polnitvi izčrpamo (eksikatorji). Za aktivno shranjevanje očiščenih podlag pa so najprimernejši prostori UV/O₃.

Potem ko podlage vgradimo v vakuumsko napravo za nanos plasti, je na njih še vedno adsorbirana plast ogljikovodikov ali pa plast naravnega oksida. Odstranimo jih z ionskim jedkanjem tik pred nanosom plasti, s čimer zagotovimo dobro oprijemljivost le-te na podlago.

Postopki čiščenja so že dolgo časa integralni del tankoplastnih tehnologij. Pri tem ni pomembno samo, katere nečistoče moramo odstraniti, ampak tudi v kolikšni meri jih odstranimo. Neizodostno čiščenje odločilno vpliva na oprijemljivost plasti in njene lastnosti. Pri izbiri postopka čiščenja podlag pa so pomembne še tri zahteve: a) postopek čiščenja ne sme biti predrag, b) biti mora zdravju neškodljiv in c) sprejemljiv z ekološkega vidika. Zlasti slednji dve zahtevi sta postali v zadnjih letih zelo pomembni.

Postopki čiščenja, ki so se doslej uporabljali v industrijski proizvodnji, so imeli globalne posledice za okolje: ozonske luknje, efekt tople grede in onesnaževanje okolja. Montrealski protokol je na tem področju prinesel pomembne spremembe. Klor-fluorove ogljikovodike in ogljikove kloride so raziskovalci nadomestili s številnimi manj nevarnimi kemikalijami.

Literatura

- /1/ M. Mozetič, M. Kveder, Vakuumist 29, N°4 (1992) 7-9
- /2/ J. Gasperič, Vakuumist 13, N°3 (1993) 27
- /3/ D.M. Matox, Plating and Surface Finishing, Feb. 1993, 52-53
- /4/ B. Haase, J. Dong, Surface Engineering, Vol.14, N°1 (1998) 43-48
- /5/ S.S. Seelig, Metal Finishing, Mar. 1996, 2023

Dr. Peter Panjan,
Institut Jožef Stefan,
Jamova 39, 1001 Ljubljana

NOVICE

Strokovna ekskurzija članov Društva za vakuumsko tehniko Slovenije v sinhrotron ELETTRA v Bazovici pri Trstu

V torek 16. junija 1998 je sedemintrideset članov Društva za vakuumsko tehniko Slovenije obiskalo raziskovalni center ob sinhrotronskem pospeševalniku Elettra v Bazovici nad Trstom, ob slovensko-italijanski meji. Skupino je vodil Janez Kovač, dipl. ing. fizike z Inštituta za tehnologijo površin in optoelektroniko v Ljubljani, ki je že vabilo na ekskurzijo opremil z zanimivim zapisom o sinhrotronu Elettra. Tudi na potovanju je rad odgovarjal tako na laična kot tudi na strokovna vprašanja. To mu seveda ni bilo težko, saj je v svoji karieri preživel več kot tri leta v tem raziskovalnem okolju.

Organizatorji ekskurzije so za termin obiska namenoma izbrali čas, ko sinhrotron ni deloval. Nekako so upali, da si bomo zaradi tega lahko ogledali tudi prostore, kjer je linearni pospeševalnik in shranjevalni obroč. Videli smo del naprav linearnega pospeševalnika, medtem ko je bil prostor, kjer je shranjevalni obroč, iz nam neznanega razloga, nedostopen.

Na začetku obiska v Elettri so nam z video filmom v grobem predstavili sinhrotron in njegovo delovanje, sledil je obisk linearnega pospeševalnika, posameznih žarkovnih linij in nadzornega centra. Vodil nas je naš

rojak dr. Sandi Grulija, ki je v Elettri zadolžen za zaščito pred radioaktivnim sevanjem in varnostni nadzor.

Čeprav je bilo v Vakuumistu objavljenih že nekaj strokovnih člankov, ki so opisovali sinhrotron Elettra, ne bo odveč, če na kratko povzamem bistvene značilnosti te moderne raziskovalne naprave na pragu naše domovine.

Sinhrotron Elettra je zgradila Italija pretežno iz svojih sredstev pod vodstvom Nobelovega nagrajenca Carla Rubbia. Poizkusno je pričel obratovati leta 1993 z eno žarkovno linijo. Od leta 1994 normalno obratuje. Elettra je sinhrotron tretje generacije, ki ima glede na svetlost izsevane sinhrotronske svetlobe najboljše doslej poznane karakteristike. Podobna naprava v svetu je v tem času le ALS v Kaliforniji v ZDA. Je pa res, da gradijo Japonci in Američani novi naprave te vrste, kjer bodo uporabili tudi izkušnje, pridobljene pri gradnji in obratovanju Elettre. Elettra je pospeševalnik, ki pospešuje elektrone do energije 2 GeV. Elektroni s tolikšno energijo dosegajo skoraj svetlobno hitrost, kar pomeni, da za njih ne veljajo več Newtonovi fizikalni zakoni, ampak zakoni relativnostne teorije. Elektrone pospešijo v linearnem pospeševalniku dolžine 66 m, nakar jih z



Slika 1 Udeleženci ekskurzije pred sinhrotronom Elettra v Bazovici (Foto: A. Keber)

magneti utirijo v shranjevalni obroč s premerom 80 m, kjer elektroni krožijo v paketih. Z magneti, ter posebnimi napravami, imenovanimi vigleri in undolatorji, elektrone prisilijo, da sevajo elektromagnetno valovanje. To valovanje ima zelo veliko gostoto svetlobnega toka, je usmerjeno v majhen prostorski kot, hkrati pa je polarizirano in mu lahko poljubno spreminjamo energijo oz. valovno dolžino. Sinhrotron Elettra je specializiran za sinhrotronsko svetlobo v ultravijoličnem področju, mehko in srednje trdo rentgensko svetlobo z energijami od 10 eV do 20 eV, ki ji ustrezajo valovne dolžine svetlobe od nekaj desetink do nekaj nanometrov, kar omogoča vpogled v dimenzije atomske strukture materialov. V sinhrotronu Elettra, ki je doslej dokaj uporabniško naravnana raziskovalna naprava, potekajo raziskave na naslednjih področjih:

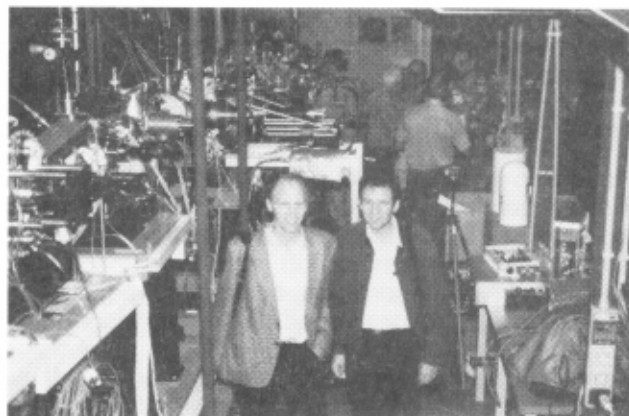
- fizika in kemija površin trdnih snovi in tankih plasti (ESCA)
- kristalografija makromolekul in amorfni materialov, kot je študij strukture proteinov, DNA, virusov, tekočih kristalov, gelov itd. (SAXS)
- atomska fizika molekul v plinih
- raziskave rakastih novotvorb.

V pripravi je žarkovna linija za proizvodnjo integriranih in mehanskih elementov submikronskih dimenzij z metodo rentgenske litografije.

Vodja ekskurzije, gospod Kovač, nam je nekoliko bolj podrobno predstavil žarkovno linijo ESCA-Microscopy, na kateri še vedno sodeluje pri opravljanju poizkusov z visoko prostorsko ločljivostjo na površini in pri raziskavah faznih mej kovina-polprevodnik. Pri raziskavah na posameznih žarkovnih linijah sodeluje tudi nekaj drugih raziskovalcev iz Slovenije.

Obiskovalci smo z zanimanjem sprejeli informacijo, da je IEVT, v povezavi z Inštitutom za tehnologijo površin in optoelektroniko, razvil za Elettra nekatere vakuumске komponente (ionsko črpalko, vakuumski merilnik in ploščni ventil), ki bodo porabljene na eni od bodočih žarkovnih linij.

Elettra ima možnost prigraditve tiriindvajsetih žarkovnih linij oz. z razširitvijo do maksimalno dvaintrideset linij. Trenutno dela le deset linij. Na njih raziskujejo raziskovalci z vsega sveta. Raziskovalni projekt mora najprej



Slika 2 Udeleženci ekskurzije si ogledujejo eno od žarkovnih linij (Foto: A. Keber)

odobriti posebna komisija. Za sprejem projekta veljajo stroga merila. Na en sprejet projekt sta več kot dva odklonjena. Raziskave, ki jih je treba plačati, lahko naroči tudi industrija. Na tem področju menda ni čutiti pretirane gneče.

Omenjena je bila tudi žarkovna linija BOSS (Beam Line of Slovenian Scientists), ki bi jo naj gradila Slovenija. Vprašanje je le, če bo zmogla zbrati sredstva v višini več kot milijon dolarjev, kolikor znaša postavitev takšne linije.

V sinhrotronu Elettra je stalno zaposlenih 170 strokovnjakov različnih poklicnih profilov. Letni stroški vzdrževanja raziskovalnega centra so ocenjeni na trideset milijard lir, za kar prispevata sredstva Italija in Evropska skupnost.

Po obisku sinhrotrona smo odpotovali mimo raziskovalno znanstvenega centra AREA DI RICERCA v kraju Padriče, kjer so med drugim načrtovali sinhrotron Elettra, danes pa je ta center tudi valilnica novih podjetij visokih tehnologij, v Sežano in naprej v Šepulje. Na domačiji Bezek smo pod okriljem kmečkega turizma združili koristno s prijetnim. V sproščenem pomenku ob dobrih domačih specialitetah in žlahtni kapljici smo dostojno zaključili strokovno ekskurzijo, ki bo ostala vsem v lepem spominu. Organizatorjem gre vsa pohvala. S tovrstno dejavnostjo bogatijo horizont znanja in utrjujejo medčloveške vezi svojih članov, kar je danes, ko navadno nimamo več časa, da bi prisluhnili drug drugemu, še kako pomembno.

Alojzij Keber



BENO TOURS
Avtobusni prevozi in
organiziranje izletov

Beno Jesenko

Jezero 87

SI-61352 Preserje

tel: 061 632-066

tel/fax: 061 632-513

Mobilni telefon:
Bus 1: 0609 623-663
Bus 2: 0609 625-737