

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. Podrobneje opisujemo 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 intenzivnega 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°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°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 pripravljene 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°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} cm², potem je energija, ki se absorbira na enoto površine 10^9 W/cm². 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 strojogradnji.

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 μm , reže (50-100 μm) x (1000-2000 μm), največja globina reza 500-1000 μm , njegova natančnost pa ± 5 μm . 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 aminski 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 μ 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% O₂) 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 ³	10 ²	10 ¹	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 (α) 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 $\frac{1}{4}n_1 \langle c_1 \rangle$. Tekočino s površino A tako v enoti časa zapusti N_1 molekul vrste 1, kjer je N_1 enak:

$$N_1 = \frac{1}{4}n_1 \langle c_1 \rangle = \frac{p_{1zp}}{4kT} \sqrt{\frac{8RT}{\pi M_1}}$$

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 10² 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) odstranjemo 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.

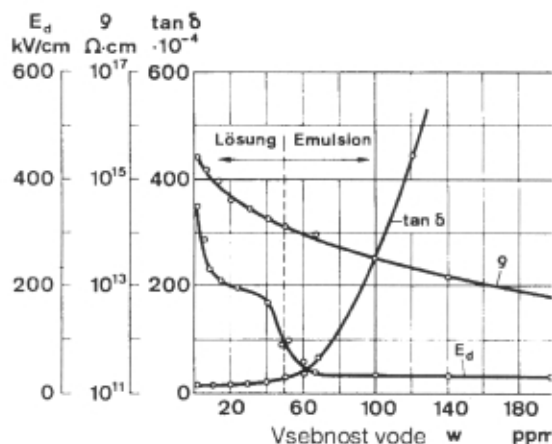
5 Uporaba vakuuma v elektro industriji, elektroniki in mikroelektroniki

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 napanijo na stene elektronke. Barij iz getra absorbira preostale ionizirane pline v elektronki in kasneje tudi tiste, ki desorbirajo s segrelih 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. Vakuumske 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 μA . 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 α , 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 γ razmerje specifičnih toplot plina, R splošna plinska konstanta, α 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 cm²) in delovnim tlakom 1 mbar lahko dvignemo jekleno ploščo z debelino 10-12 mm in površino 1m². 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 ultraviolečne 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. Prešern, 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

