

## MERJENJE POROZNOSTI TANKIH PLASTI S HELIJEM

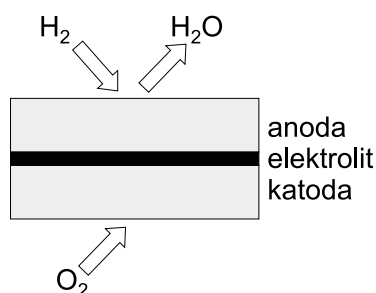
Miha Čekada, Peter Panjan

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

Trdna snov je porozna, kadar njen volumen ni v celoti zapolnjen z materialom, temveč so vmes tudi prazni prostori. V tankih plasteh lahko poroznost razdelimo na tri skupine: (1) zaprta poroznost: praznine so izolirane in niso povezane med sabo; (2) odprta poroznost: praznine so povezane med sabo; (3) t. i. "pinholes": praznine se raztezajo čez celo plast. Najbolj preprosto se poroznost izraža v manjši gostoti glede na neporozen material <sup>(1)</sup>.

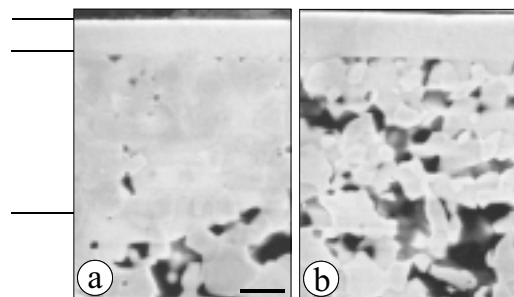
V tankih plasteh ima poroznost večinoma nezaželene učinke. Zaradi večje efektivne površine je korozija hitrejša, še posebej pa jo pospeši olajšan transport reaktantov in produktov skozi pore. Porozen material se lažje kontaminira z nečistočami, ki jih je nato težje odstraniti kot iz neporoznega materiala. Še posebej nezaželena je poroznost na fazni meji podlaga/plast, ki večinoma močno poslabša adhezijo, poveča kontaktno upornost in zmanjša toplotno prevodnost. V določenih primerih uporabe pa je poroznost nujna, npr. pri senzorjih plinov, kjer potrebujemo veliko površino, na kateri poteka reakcija, in kanale, po katerih potujejo molekule plinov.

Poroznost lahko direktno opazujemo pod presevnim elektronskim mikroskopom. Navadno pa nas bolj kot pore same zanima poroznost materiala kot celote. Procentualno jo lahko določimo iz gostote, vendar nam ta podatek ne pove, ali je poroznost odprta ali zaprta. Velika poroznost zaprtega tipa v splošnem povzroči boljšo odpornost proti koroziji kot majhna poroznost odprtega tipa. Več metod merjenja poroznosti zato temelji na primerjalnih preskusih odpornosti proti kemijskim vplivom: merjenje korozijskega potenciala, selektivno raztapljanje, kolorimetrija itd.

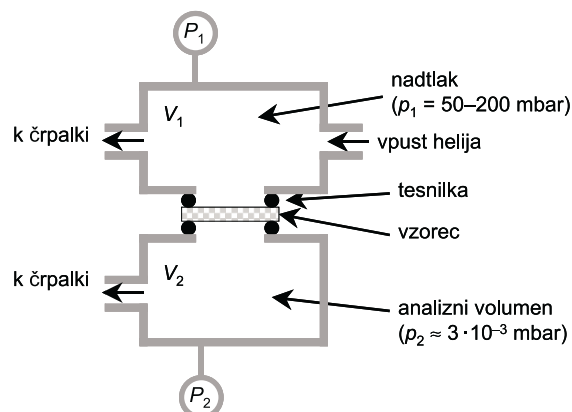


Slika 1: Shema tankoplastne gorivne celice s trdnim elektrolitom. Katoda in anoda sta porozni.

Enostaven in zanesljiv način merjenja poroznosti pa je, da merimo prepustnost tanke plasti za pline. Meritev je omejena na take sisteme, kjer je tudi podlaga porozna. Kot zgled si oglejmo merjenje poroznosti tankoplastnega elektrolita za trdne gorivne celice. Sestavljene so iz porozne katode in anode, ki morata biti električno prevodni in prepustni za pline, ter iz vmesnega elektrolita (slika 1). Le-ta mora biti ionski prevodnik, električni izolator in neprepusten za pline. Za elektrolit se največkrat uporablja  $ZrO_2$ , stabiliziran z  $Y_2O_3$  (t. i. YSZ – yttria stabilized zirconia). Izkaže se, da je ena največjih težav zagotovitev primerne tesnosti elektrolita, katerega značilna debelina je le nekaj mikrometrov. Slika 2 prikazuje SEM-posnetek prereza sistema tanka neporozna plast elektrolita na porozni anodi. Vmesna, t. i. funkcionalna plast je pripravljena iz neporoznega anodnega materiala in je namenjena temu, da zagoto-



Slika 2: SEM-posnetek tankoplastne gorivne celice s trdnim elektrolitom, pred (a) in po redukciji z vodikom (b). Porozni material je anoda, neporozna plast je elektrolit. Katoda še ni nanesena.



Slika 3: Shema helijevega merilnika poroznosti tankih plasti

vimo primerno gladko podlago pred nanosom tanke plasti<sup>(2,3)</sup>. Po redukciji v vodiku postane tudi funkcionalna plast porozna.

Merilni sistem je prikazan na sliki 3. Vzorec postavimo med dve evakuirani posodi. V eno spustimo helij in vzdržujemo stalen tlak velikostnega reda 100 mbar. Helij je izbran zaradi inertnosti in majhnega atomskega radija. Drugo posodo izčrpamo na začetni tlak ( $p_{2,0}$ ) velikostnega reda  $10^{-3}$  mbar. Meritev začnemo tako, da najprej prenehamo črpati spodnjo posodo oz. zapremo ventil pred črpalko. Tlak začne linerano naraščati s časom in je sorazmeren ploščini vzorca  $A$  in analiznega volumna  $V_2$ . Prepustnost izračunamo po enačbi:

$$L = \frac{(p_2(t) - p_{2,0})V_2}{At}$$

Rezultat je kvantitativna vrednost, ki nam pove intenzivnost prehajanja plina skozi merjeno tanko

plast. Za uporabnost dane tanke plasti, v tem primeru elektrolita, je treba le preveriti, ali vrednost  $L$  leži pod zahtevano mejo. Za tankoplastne elektrolite trdnih gorivnih celic je zgornja meja  $L = 10^{-4}$  mbar L/(cm<sup>2</sup> s).

Metoda je podobna helijevi detekciji netesnosti, ki se v vakuumistiki pogosto uporablja. Čeprav so takšni merilni sistemi v prodaji v izdelani obliki, pa jo lahko brez večjih težav tudi sami sestavimo.

## LITERATURA

<sup>1</sup>D. M. Mattox, Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processes, Noyes Publications, Westwood, 1998, 558–560

<sup>2</sup>B. Hobein, Herstellung von dünnen Elektrolytschichten mittels Laserablation und Kathodenzerstäubung für Hochtemperatur-Brennstoffzellen, doktorska disertacija, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule, Aachen

<sup>3</sup>B. Hobein, F. Tietz, D. Stöver, M. Čekada, P. Panjan, Journal of the European Ceramic Society 21 (2001) 1843–1846

**Vacutech**

**MEDICINSKA OPREMA**

Smo relativno mlado podjetje, vendar imajo naši strokovnjaki dolgoletne izkušnje v razvoju in izdelavi vakuumskih sistemov in komponent za uporabo v medicini. Naše znanje nam omogoča stalno izboljševanje zasnove in tehnologije izdelave naših proizvodov. Vacutech, d.o.o. je član Tehnološkega parka Ljubljana, kar nam omogoča večjo prilagodljivost zahtevam tržišča in še povečuje razvojno-raziskovalne možnosti podjetja. Naš proizvodni program obsega izdelavo:

- vakuumskih aspiratorjev,
- inhalatorjev,
- odzemnikov materinega mleka.

Naše naprave so namenjene uporabi v bolnišnicah in zdravstvenih domovih, kot tudi pri domači negi. Njihova zasnova zagotavlja preprosto uporabo in upošteva mednarodne standarde ter zahteve medicinske in vakuumske tehnike.

**VAKUUMSKA TEHNIKA**

Vacutech je eno izmed redkih, če ne celo edino slovensko podjetje, ki se ukvarja z razvojem in serijsko proizvodnjo visokovakuumskih sistemov in komponent. Zaradi malega števila podjetij v Sloveniji, ki uporabljajo vakuumsko tehniko, je naša orientacija predvsem tuje tržišče. Ker smo relativno mlado podjetje, naš program trenutno obsega razvoj in proizvodnjo:

- oljnodifuzijskih črpalk,
- vakuumskih veznih elementov,
- vakuumskih komor,
- kotnih ventilov in stikal.

Pripravljamo pa že proizvodnjo vakuumskih ploščnih ventilov. Naši proizvodi so narejeni v skladu z ultra- in visokovakuumskimi zahtevami ter mednarodnimi vakuumskimi standardi in predpisi. Konstantno izboljševanje zasnove in tehnologije izdelave naše izdelke uvršča ob bok izdelkom ostalih svetovnih proizvajalcev vakuumskih komponent.

**KJE SMO**

Vacutech d.o.o.,  
Teslova 30,  
1000 Ljubljana

tel.: 01/477 66 55  
fax: 01/477 66 70  
url: [www.vacutech.si](http://www.vacutech.si)  
e-pošta: [info@vacutech.si](mailto:info@vacutech.si)

**SMO ČLANI**

Vacutech je član Tehnološkega parka Ljubljana