

KAKO SMO OPREMLJALI NA IJS ODSEK ZA TANKE PLASTI IN POVRŠINE Z RAZISKOVALNO OPREMO

Boris Navinšek, Odsek za tanke plasti in površine, Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

How the Department of Thin Films and Surfaces was equipped with research apparatus

ABSTRACT

In a short review I describe our ideas, actions and efforts, which were in the last 40 years connected with the design, elaboration and application of the research equipments at our Department of thin films and surfaces. The successive development and purchase of the apparatus and measuring techniques show also how our research programme was developed from the initial characterization of reactor materials to the today's plasma surface engineering.

POVZETEK

V kratkem pregledu opisujem naše ideje, akcije in napore, ki so bili v zadnjih 40 letih povezani s konstruiranjem, izdelavo in uporabi raziskovalne opreme v našem Odseku za tanke plasti in površine. Zaporedje razvoja in nabave aparatov ter merilne tehnike kaže tudi, kako se je razvijal naš raziskovalni program od začetne karakterizacije reaktorjskih materialov do današnjega plazemskega površinskega inženirstva.

1 UVOD

Odličnost raziskovalno-razvojnega dela na področju tankih plasti in površin direktno zavisi od kvalitete raziskovalne opreme. Zato lahko za določeno raziskovalno skupino, vzemimo za primer kar naš Odsek na Institutu J. Stefan, predstavlja način oziroma zaporedje razvoja in nabave opreme, kar sliko razvoja aktivnosti in uspehov v takšni skupini. Kot glavni pobudnik in udeleženec zgodovinskega razvoja v zadnjih 40 letih (1957-1997) lahko v pouk mlajšim in razmislek starejšim raziskovalcem v Sloveniji v nekaj odstavkih podam način in okoliščine, v katerih smo bili prisiljeni v prvih 20 letih razviti in izdelati nekaj večjih naprav doma, šele nato pa smo uspeli nabaviti prvo večjo napravo za nanos tankih plasti iz inozemstva. Naših uspehov ne bi bilo brez tesnega sodelovanja s prijatelji in partnerji iz inozemstva.

2 Učna doba doma in v tujini

Že kot diplomant sem sodeloval s prof. A. Strojnikom pri gradnji prvega slovenskega elektronskega mikroskopa. Svoje znanje iz elektronske optike sem uporabil na Institutu J. Stefan v Skupini za preiskavo materialov pri konstrukciji in izdelavi elektronskega difraktografa, ki je imel kot izvir telefokusno elektronsko puško in elektromagnetne leče za fokusiranje elektronskega snopa (prvi elektronski mikroskop v Sloveniji je bil nabavljen leta 1954 na Institutu J. Stefan in to pri firmi Zeiss ter je imel še elektrostatične leče). Elektronski difraktograf stoji danes v Tehničnem muzeju in je lep dokaz za to, da »doma« ni mogoče izdelovati takšnih naprav profesionalne kvalitete.

V okviru kratkih specializacij na oddelkih za fiziko Univerze v Varšavi, Hamburgu in Utrechtu sem se že leta 1961 srečal s prvimi raziskavami na svetu na področju

naprševanja tankih plasti in ionskega bombardiranja. Doma seveda za takšne raziskave nismo imeli nobene opreme. Izdelali smo enostavno napravo za ionsko bombardiranje in ionsko jedkanje. Kot izvir smo uporabili kar visokofrekvenčni ionski izvir, kot so ga uporabljali v nevtronskem generatorju v jedrski fiziki. To, da sem uspel v takšni »namizni« napravi izmeriti razpršitvene koeficiente za kristale alkalnih halogenidov in rezultate objaviti že leta 1965 v reviji J. Appl. Physics (ZDA), je bil za mene dokaz, da smo bili na pravi poti. Področje naprševanja tankih plasti je res postalo zelo aktualna problematika v svetu, in to tako s stališča temeljnih, in še posebno aplikativnih raziskav (optika, elektronske komponente in mikroelektronika).

3 Prvi dve veliki raziskovalni opremi

Po enoletnem bivanju na Univerzi v Liverpoolu, ter magisteriju in doktoratu v letu 1968, sem že imel načrt za realizacijo dveh raziskovalnih naprav, naprave za ionsko bombardiranje in naprševalnika tankih plasti, ki naj bi bile osnova našega raziskovalnega in bodočega razvojnega dela.

Medtem ko je bilo v začetku 80-ih let možno naprave za ionsko bombardiranje v ultravakuumski izvedbi (UHV) sestaviti oz. izdelati v lastni režiji, pa je bilo jasno, da je za resno delo pri pripravi tankih plasti potrebno kupiti v tujini profesionalno izdelan naprševalnik. Tako smo storili tudi mi.

Napravo za ionsko bombardiranje v UHV izvedbi z energijami ionov do 15 keV smo sestavili na Institutu J. Stefan. Najpomembnejši del naprave je bil vsekakor visokostabilni magnet z dvojnimi fokusiranjem, ki sem ga izbral pri Danfysik na Danskem. Z nasveti so nam pomagali še prof. Kaminsky iz ANL Chicago, prof. Carter iz Liverpoola in prof. Tanovič iz Sarajeva, ki je tudi doktoriral iz ionske optike na Danskem. Kot komora za eksperimentalno delo nam je služil Balzersov UHV sistem, ki so ga izdelali za AES/SIMS analize.

S to napravo sem kasneje sodeloval pri projektih IAEA iz Dunaja (radiacijske poškodbe v materialih) in NSF iz Washingtona (površinske spremembe pri možni ionski eroziji in pojavu zajetja lahkih ionov v materialih – »blistering«).

Nabavi naprševalnika tankih plasti SPUTRON DC/RF pri firmi Balzers AG iz Liechtensteina so botrovale srečne okoliščine. V letu 1978 je bilo namreč zelo težko dobiti sredstva za opremo v vrednosti preko 100.000 CHF. V tej napravi še danes, po 18 letih, uspešno pripravljamo različne vrste tankih plasti. V sodelovanju z razvojnim sektorjem Balzersa smo v njej izdelali tudi prve trde in zaščitne prevleke, v sodelovanju z NBS iz Washingtona pa mi je uspelo razviti in izdelati večjo serijo prvih standardov za površinske analize (NBS SRM No. 2135).

4 Naprševanje zaščitnih plasti

Da bodo zaščitne prevleke tehnološko pomembne za industrijo sem zaslutil že pred več kot 30 leti, ko sem s svojimi kolegi, doktoranti iz Univerze v Liverpoolu, obiskal več angleških tovarn, v katerih so razvijali elektronske komponente in mikroelektronska vezja (npr. Plessey in ITT). V improviziranem diodnem naprševalniku smo že takrat naprševali plasti niklja, kroma, Ni-Cr zlitine, nerjavnega jekla in medenine. Leta 1972 sem bil s priporočilom prof. Carterja povabljen na specializirano konferenco NATO Advanced Study Instituta v Londonu, kjer sem kot prvi pokazal naše rezultate in prednosti naprševanja zlitin pred standardnim vakuumskim naprevaljem.

Naj omenim še idejo o naprševanju zaščitnih prevlek iz cilindrične katode na žice. O tem smo prijaviли tudi patent, vendar na IJS ni bilo zanimanja za to, da bi lahko sodelovali v velikem belgijskem projektu za industrijo. Kot nadaljevanje teh idej smo kasneje izdelali majhen cilindrični naprševalnik, ki je bil podlaga za večjo napravo s titanovimi katodami. Tehnično izvedbo te naprave je ob naši asistenci in pomoči dr. B. Zege iz Batelle Inštituta iz Ženeve realiziral H. Kralj iz Odseka za profesionalno elektroniko na IJS. Izdelali pa so jo v celoti v delavnicah IJS. To napravo še danes uporabljamo za nanos TiN prevlek na orodja, ki so prevelika za napravo BAI 730 (do 250 mm).

Po načrtih dr. Zege smo izdelali tudi majhen planarni magnetron, ki pa ni bil uporaben za kakršnokoli tehnološke raziskave.

Raziskave in razvoj zaščitnih prevlek začnemo ponovno v zadnjih dveh letih, ko smo kupili naprevalnik Balzers BAK 600 v stečajnem postopku ISKRE-Upori iz Šentjerneja. Direktorja Balzersa mi je uspelo prepričati o smiselnosti skupnega razvoja na tem področju, ki ga imenujem »nadomeščanje galvanskih prevlek s PVD trdimi in zaščitnimi prevlekami«. Podpisal sem dolgoročno pogodbo o znanstveno-tehničnem sodelovanju. V okviru te pogodbe smo že dobili od Balzersa 10kW planarni magnetron, ki smo ga vgradili v napravo BAK 600 in nam bo v bodoče služil za nanos različnih vrst zaščitnih in tudi trdih prevlek.

5 Napravi za ionsko prekrivanje

Naši rezultati in moje več kot 30-letno uspešno sodelovanje s firmo Balzers so bili podlaga tudi za organizacijo Centra za trde prevleke v Domžalah v letu 1985. Firma SMELT iz Ljubljane je financirala nabavo profesionalne naprave Balzers BAI 730 za nanos trdih prevlek, Institut J. Stefan pa je vložil naše znanje v obliki blagovne znamke JOSTIN (1984), patentne zaščite te tehnologije (1983) in izgradnje potrebnih prostorov. Pri nabavi te opreme nam je Balzers priznal naš know-how v vrednosti 760.000 CHF, ki bi jih sicer morali plačati tako kot vsi ostali kupci teh naprav.

Na podlagi skupne pogodbe o znanstveno-tehničnem sodelovanju med Institutom, MZT in firmo Balzers, Wear Protection, smo v letu 1994 dobili brezplačno še drugo profesionalno napravo BAI 730M, v kateri raziskujemo parametre plazme med gretjem, jedkanjem s plazmo in nanašanjem TiN in CrN prevlek. Za te meritve uporabljamo najmodernejši analizator za diagnostiko plazme (Balzers Plasma Process Monitor PPM 421). Nabavo je v letu 1996 omogočilo Ministrstvo za znanost in tehnologijo.

6 Merilne tehnike za karakterizacijo

Za uspešno delo na področju tankih plasti ter trdih in zaščitnih prevlek, smo seveda potrebovali tudi najmodernejše merilne tehnike. Vse aparature nam je uspelo nabaviti šele v zadnjih 4 letih.

Mikrotrdoto prevlek merimo z avtomatskim merilnikom MITUTOYO MVK-H2, medtem ko hrapavost površin in debelino prevlek merimo z najnovejšo napravo Taylor-Hobson TALYSURF 2. Uspešnost trdih in zaščitnih plasti je določena z njihovo oprijemljivostjo na podlago. To določamo z razenjem prevlek na izbranem orodnem jeklu z diamantno konico Rockwell-ovega tipa v napravi C.S.E.M. REVETEST, nabavljeni v Švici.

Precizno mikrotehniko Mettler-Toledo MV2 uporabljamo za določanje oksidacijskih produktov. Korozijske preskuse zaščitnih prevlek izvajamo v angleški komori za preskuse v slani megli ASCOTT.

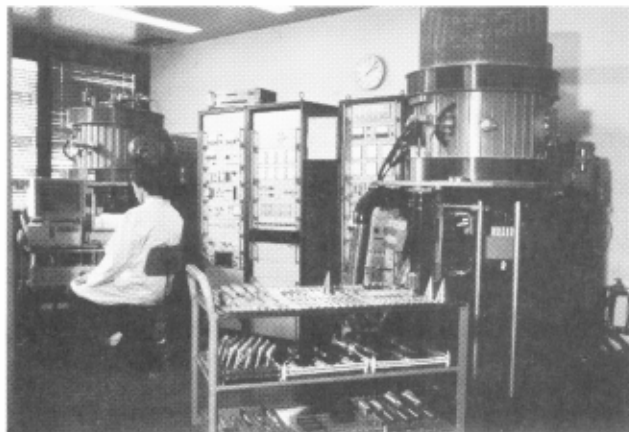
Sofinancirali smo tudi nabavo najmodernejših merilnih tehnik za meritve korozijskih lastnosti trdih prevlek v Odseku za fizikalno in organsko kemijo na IJS, s katerim že več let uspešno sodelujemo.

Seveda pa uporabljamo za karakterizacijo tankih plasti ter trdih in zaščitnih prevlek še rentgenske analize, elektronsko mikroskopijo in rastersko elektronsko mikroskopijo na IJS v Odseku za keramiko in Odseku za fiziko trdnih snovi, AES analize pa naredijo za nas na Inštitutu za tehnologijo površin in optoelektroniko v Ljubljani.

7 SKLEP

V dolgih štirih desetletjih se je pokazalo, da je tako za izgradnjo raziskovalne opreme, kakor tudi za nabavo najmodernejših opreme iz tujine potrebo vedno dvoje: veliko znanja in veliko finančnih sredstev. Vsega tega pa v našem Odseku ne bi mogli realizirati brez uspešnega in prijateljskega sodelovanja z inozemskimi strokovnjaki in še posebno z razvojnim sektorjem firme Balzers AG, Wear Protection iz Liechtensteina.

Naši uspehi pri temeljnih raziskavah, ter več kot uspešno sodelovanje s slovensko industrijo preko Centra za trde prevleke in tehnološkega svetovanja pa je dokaz, da sem naš razvoj pravilno usmerjal. Prepričan sem, da bo tudi v bodoče tako.



Napravi za nanašanje trdih prevlek TiN in CrN. Levo BAI730M-darilo Balzersa in Desno BAI730 - darilo SMELTA