



Pedagogická
fakulta
Faculty
of Education

Jihočeská univerzita
v Českých Budějovicích
University of South Bohemia
in České Budějovice

Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích
Pedagogická fakulta
Katedra aplikované fyziky a techniky

Bakalářská práce

Speciální technická řešení ve vakuové technice

Vypracoval: Robin Szabó
Vedoucí práce: Mgr. Pavel Černý

České Budějovice 2016

Abstrakt

Bakalářská práce je zaměřena na realizaci různých technických řešení pro mikrovlnnou plazmovou aparaturu.

Teoretická část je zaměřena na vakuum a všeobecné pojmy, které s ním souvisí. Pozornost byla věnována například definici tlaku, tlaku a střední volné dráze, jednotkám tlaku a jejich převodu. V této části je uvedena také klasifikace vakua dle tlaku. Další části práce se zabývají získáváním vakua, včetně popisu rotační olejové a turbomolekulární vývěvy.

Součástí práce je také popis plazmové mikrovlnné aparatury CX 22, která byla během realizace této práce využívána. Popsána je vakuová komora, systém čerpání plynů, systém zavádění plynů, dále mikrovlnný zdroj, výparník kapalných prekurzorů a míchací zařízení.

V praktické části je uvedeno měření fyzikálních a technologických veličin. Tato část zahrnuje měření natékavosti aparatury a teploty substrátu během plazmového procesu. V další části jsou popsána speciální technická řešení, které navrhl autor práce. Mezi navržená technická řešení prezentována v této práci patří vakuová průchodka, systém vyhřívání potrubí výparníku, box výparníku kapalných prekurzorů, „gas ring“ a tabletovací zařízení.

Vakuová průchodka byla navržena pomocí 3D modelování a slouží pro připojení detekční techniky. Vyhřívání potrubí výparníku bylo zkonstruováno za účelem zvýšení kvality plazmového procesu. Box výparníku byl navržen pro udržení čistoty ovzduší v laboratoři. „Gas ring“ byl rovněž navržen pomocí 3D modelování a slouží jako speciálně uzpůsobené potrubí pro přivedení par prekurzoru do blízkosti substrátu. Tabletovací zařízení bylo zkonstruováno pro unifikovanou přípravu tablet slisované práškové celulózy. Dále bylo rovněž zkonstruováno z dostupných vývěv vícestupňové čerpání, které napomáhalo k dosahování nižšího mezního tlaku.

Klíčová slova:

Vakuum, plazma, celulóza, mikrovlnný výboj, vývěva

Abstract

This thesis is focussed on the realisation of various technical solutions for microwave plasma apparatus.

The theoretical part focuses on vacuum and general terms that are related. Attention was paid for example to definition of pressure, to pressure and central free track, units of measurement of pressure and their conversions. This part includes the classification of vacuum according to pressure. The next section of the dissertation is concerned with achieving vacuum including a description of rotary oil and turbo molecular pump.

Part of the thesis includes a description of plasma microwave apparatus CX22 which was used during realisation of this dissertation. There is also a description of vacuum chamber, gas pump system, system of gas lead, microwave source, evaporator of liquid precursor and mixing apparatus.

In the practical section a measurement of physical and technological quantity included. This part covers the inflow of apparatus measurement and temperatures of substrate during plasma process. In the next part there is a description of specific technical solutions suggested by the dissertation author. Amongst suggested technical solutions in this paper there is vacuum isolator, heating system of evaporator pipe, box of an evaporator of liquid precursor, ‘gas ring’ and tablet equipment.

Vacuum isolator was designed by 3D simulation and serves as a connection to detection technology. Heating of pipes of an evaporator were constructed to improve quality of the plasma process. The box of an evaporator was suggested for maintaining fresh air in a lab. A Gas ring was also designed by 3D simulation and serves as a specially adjusted pipe for bringing vapour of precursor near the substrate. The tablet equipment was constructed for unified preparation of compressed powder cellulosic tablets. Also from the available vacuum pumps, multilevel pumping was constructed that helped achievement of reduced lowest pressure.

Key words:

Vacuum, plasma, cellulosic, microwave discharge, vacuum pump

Prohlášení

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně pouze s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citované literatury. Prohlašuji, že v souladu § 47b zákona č. 111/1998 Sb. v platném znění souhlasím se zveřejněním své bakalářské práce, a to v nezkrácené podobě pedagogickou fakultou elektronickou cestou ve veřejně přístupné části databáze STAG provozované Jihočeskou univerzitou v Českých Budějovicích na jejích internetových stránkách, a to se zachováním mého autorského práva k odevzdanému textu této kvalifikační práce. Souhlasím dále s tím, aby toutéž elektronickou cestou byly v souladu s uvedeným ustanovením zákona č. 111/1998 Sb. Zveřejněny posudky školitele a oponentů práce i záznam o průběhu a výsledku obhajoby kvalifikační práce. Rovněž souhlasím s porovnáním textu mé kvalifikační práce s databází kvalifikačních prací Theses.cz provozovanou Národním registrem vysokoškolských kvalifikačních prací a systémem na odhalování plagiátů.

V Českých Budějovicích dne 28. 4. 2016 (Szabó Robin)

Poděkování

Touto formou děkuji svému vedoucímu Mgr. Pavlu Černému za jeho neochvějnou a dechberoucí trpělivost a odborné rady při tvorbě mé bakalářské práce.

OBSAH

ÚVOD.....	7
1. TEORETICKÁ ČÁST.....	8
1.1 Vakuum - všeobecné pojmy.....	8
1.1.1 Definice tlaku.....	8
1.1.2 Tlak a střední volná dráha.....	10
1.1.3 Jednotky tlaku a jejich převody	11
1.1.4 Klasifikace vakua podle tlaku.....	11
1.2 Získávání vakua	12
1.2.1 Rotační olejová vývěva.....	13
1.2.2 Turbomolekulární vývěva.....	15
1.2.3 Ostatní typy vývěv	16
1.2.4 Vícetupňové čerpání.....	18
1.3 Mikrovlnná plazmová aparatura CX 22.....	20
1.3.1 Vakuová komora.....	21
1.3.2 Systém čerpání plynů.....	22
1.3.3 Systém zavádění plynů	23
1.3.4 Mikrovlnný zdroj	23
1.3.5 Výparník kapalných prekurzorů	24
1.3.6 Míchací zařízení.....	24
2 PRAKTICKÁ ČÁST.....	26
2.1 Měření fyzikálních a technologických veličin	26
2.1.1 Natékavost aparatury	26
2.1.2 Měření teploty substrátu	26
2.2 Speciální technická řešení	30
2.2.1 Vakuová průchodka pro detekční techniku	30
2.2.2 Vyhřívání výparníku	33
2.2.3 Box výparníku kapalných prekurzorů.....	35
2.2.4 „Gas ring“ pro přívod prekurzorů	37
2.2.5 Tabletovací zařízení	40
2.2.6 Vícetupňové čerpání.....	44
Závěr	48
Literatura.....	49

ÚVOD

Využití a získávání vakua má význam pro vědu, techniku a v různých odvětvích průmyslu. Odvětví, která pracují s vakuem, jsou například fyzika pevných látek, jaderná fyzika, elektrotechnika, kosmický výzkum a různé další. Dále je ho využíváno v chemicko-technologickém průmyslu. Je základem mnoha technologických procesů, mezi které patří například napařování tenkých vrstev nebo získávání velmi čistých látek. Používá se například také v procesu impregnace, při němž dochází k povrchovému nasycování různými sloučeninami po odčerpání vzduchu. Ofilizace se zase využívala v potravinářském průmyslu, podobně jako vakuové vymrazování k sušení potravin [1].

Velmi významné je rovněž využití vakuové techniky v materiálovém inženýrství, kde se uplatňuje například v PVD, PECVD a v aparaturách pro plazmovou modifikaci, leptání či polymerizaci. Vývoj a rozvoj daných oblastí a oborů by bez vakua nebyl možný [2].

Získávání vakua je v nízkotlakých aparaturách pro výše zmíněné procesy stěžejním předpokladem a podmiňuje úspěšnost každého experimentu. Tlak plynu, ve kterém dojde ke vzniku plazmového výboje je jedním ze základních parametrů každého procesu. S tlakem souvisí i střední volná dráha molekul přítomného plynu, která rovněž ovlivňuje fyzikálně-chemické procesy probíhající v reaktoru [3].

Právě procesy plazmové modifikace se zabývají pracovníci KAFT PF JU a týká se jich i zaměření této práce.

1. TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Vakuum - všeobecné pojmy

Definice pojmu vakuum není zcela jednoznačná a v různých odvětvích lidské činnosti může nabývat různého významu.

V teoretické fyzice je možné setkat se s pojmem „dokonalé vakuum“. V idealizovaném případě se jedná o prostor, který neobsahuje žádné částice, a to ani částice jakožto nositele záření (např. fotony). Ačkoli vakuum definované v předchozí větě neobsahuje žádnou hmotu, mohou do něho zasahovat různá fyzikální pole. Za tzv. prázdňý prostor se pak považuje prostor neobsahující ani hmotu, ani žádná fyzikální pole [4].

Jak je patrné z některých současných poznatků moderní fyziky, dokonalá vakua jsou spíše teoretickými pojmy a ve skutečnosti se s nimi nelze setkat. V každém prostoru se dle závěrů kvantové teorie vždy nachází nějaké částice. Mohou za to tzv. kvantově-mechanické fluktuace, při nichž dochází k tvorbě párů částic a antičástic, které zpravidla doprovází jejich opětovný zánik (anihilace) [5].

V technice je vakuum obecně považováno za tlak plynu, který je nižší než běžný atmosférický tlak v okolí. Za vakuum se považují zejména tlaky plynu výrazně nižší, než je tlak atmosférický. Tzv. technické vakuum je i ústředním tématem této práce, a proto bude-li v následujícím textu používán pojem vakuum, bude ho užito výhradně ve smyslu vakua technického [6].

1.1.1 Definice tlaku

Tlak je využívanou fyzikální veličinou již od pradávna. Tlak je definován pomocí složky síly F , která působí na plochu vyjádřenou S . Tlak se označuje písmenem p .

Vztah vyjadřující velikost tlaku:

$$p = \frac{F}{S} \text{ [Pa]} \quad [7].$$

Tlak plynu z hlediska molekulové fyziky

Molekuly, které plyn obsahuje, jsou v neustálém pohybu a neřízeně naráží na stěnu o nějakém obsahu S . Nárazy těchto molekul jsou projevem ve formě tlakové síly F , která na danou stěnu o obsahu S působí. Rychlost a počet těchto nárazů je rovněž nestálý

a tak se tedy nedá říci, že tlak je konstantní, ale pohybuje se okolo střední hodnoty tlaku p_s – v tomto případě hovoříme o fluktuaci. Po většinou jsou odchylky tlaku p a p_s malé, jelikož plyn obsahuje velké množství molekul, tedy $p = p_s$.

Hustotu molekul lze vyjádřit podílem počtu těchto molekul v nádobě o nějakém objemu V .

Vztah vyjadřující hustotu molekul N_V :

$$N_V = \frac{N}{V}, [N] = m^{-3}$$

[8].

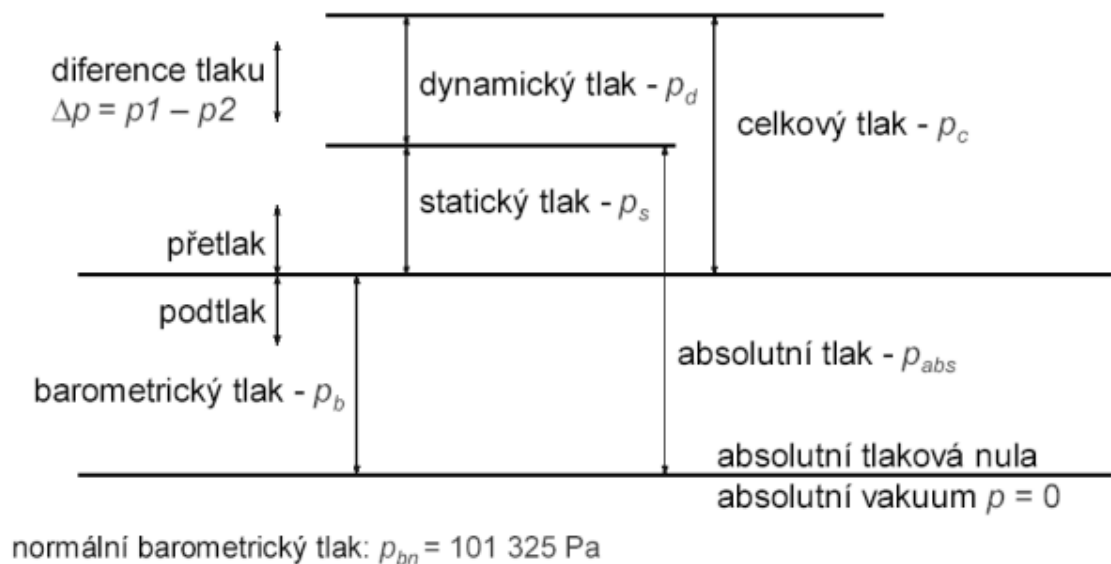
Na základě vztahu hustoty molekul v plynu je vyvozena tato rovnice určující jeho velikost:

$$p = \frac{1}{3} N_V \cdot m_0 \cdot v_k^2$$

Kde m_0 vyjadřuje hmotnost molekuly a v_k jejich rychlost.

[7], [8].

V technické praxi se rozlišuje několik různých tlaků, které jsou přehledně uvedeny na následujícím obrázku 1 [9]:



Obrázek 1: Grafický přehled různých tlaků v technické praxi [10].

Podtlak- Je to tlak menší nežli barometrický.

Přetlak- Je tlak zase opakem podtlaku. Přetlakem je vztah kladného rozdílu tlaku naměřeného a tlaku běžného barometrického.

Atmosférický nebo-li barometrický tlak– Planeta Země je zahalena v atmosféře, což je vzduchový obal, který patří do gravitačního pole. Toto pole obsahuje jednotlivé molekuly plynů, ze kterých je vzduch složen a tím vzniká právě tento atmosférický či barometrický tlak.

Měrný tlak– Většinou k němu dochází při styku dvou pevných těles. Z důvodu nedokonalosti styku daných styčných ploch není tlaková síla rozprostřena spojitě a měrný tlak tedy vyjádřen průměrem tlaku v této stykové ploše.

Absolutní tlak- Tento tlak má vztažený počátek k nulovému tlaku a nikdy jeho hodnota nemůže být záporná.

Další pojmy, jako např. kapilární nebo hydrostatický tlak jsou spojeny zejména s chováním kapalin a vzhledem k zaměření práce nejsou v textu podrobně rozebírány [11].

1.1.2 Tlak a střední volná dráha

Střední volná dráha je takový pojem, který popisuje, jakou vzdálenost molekula urazí mezi dvěma srážkami. Aby hodnota střední volné dráhy byla vypočítána pokud možno co nejpřesněji, je její hodnota vypočtena statisticky jako medián hodnot z jednotlivých měření.

Pohyb těchto molekul ovlivňuje mimo jiné jejich samotné množství v daném objemu. Čím je střední volná dráha větší, tím je menší počet molekul v jednotce objemu a tím i větší vzdálenost molekul. Molekula se pohybuje tak dlouho, než se srazí s molekulou jinou. Ze studií vyplývá skutečnost, že tento pohyb je obecně parabolický, avšak skutečná doba pohybu mezi dvěma srážkami je při běžných podmínkách tak krátká, že pohyb považován za přímkový [12].

Níže uvedený vztah platí pro výpočet střední volné dráhy. V uvedeném vztahu je d průměr molekuly, n je koncentrace molekul, k je Boltzmannova konstanta, T je termodynamická teplota a p je tlak.

$$l_{stř} = \frac{1}{\sqrt{2\pi d^2 \cdot n}} = \frac{kT}{\sqrt{2\pi d^2 \cdot p}}$$

Pro teplotu vzduchu 20°C platí, že: $l_{stř}(cm) = \frac{0,665}{p(Pa)}$ [13].

p [Pa]	$l_{stř}$ [cm]
101 315	0,0000065
200	0,0033
150	0,0044
100	0,0066
75	0,0088
50	0,013
25	0,026

Tabulka 1: Střední volná dráha molekul plynu pro vzduch při teplotě 25°C [13].

1.1.3 Jednotky tlaku a jejich převody

Jednotkou tlaku je Torr. Torr je historickou jednou tlaku a nepatří do evropské soustavy SI.

Jeden milimetr sloupce rtuti je roven hydrostatickému tlaku, který je roven jednomu Torru.

$$1 \text{ mm Hg} = 1 \text{ [Torr]}$$

Převod jednotek Torr na Pascal

$$1 \text{ Torr} = 133,322 \text{ [Pa]}$$

Převod jednotek barr na Pascal

$$1 \text{ barr} = 100\,000 \text{ [Pa]}$$

Převod jednotek milibarr na Pascal

$$1 \text{ milibarr} = 100 \text{ [Pa]}$$

[14], [15].

1.1.4 Klasifikace vakua podle tlaku

Stav systému, který obsahuje páry nebo plyny a jejich tlak je menší než běžný atmosférický tlak, potom se hovoří o vakuu. Velmi vysoké nebo jen vysoké vakuum, je takový stav, kdy je tlak značně nižší než běžný atmosférický tlak [16].

Vakuu můžeme z praktického hlediska rozdělit do těchto kategorií:

Rozdělení	p [Pa]
vakuu dokonalé	0
vakuu extrémně vysoké	$<0,0000000001$
vakuu ultravysoké	$0,0000000001-0,0000001$
vakuu vysoké	$0,0000001-0,01$
vakuu jemné	0,1-100
vakuu hrubé	100-10000
tlak atmosférický (pouze tlak okolního vzduchu)	101 315

Tabulka 2: Rozdělení vakua [17].

Pro představu lze uvést pár zajímavých faktů. Nejvyšší dosažené vakuu se blížilo hodnotě 10^{-11} Pa v pozemské laboratoři. Ve vesmírném prostoru vakuu dosahuje hodnoty 10^{-15} Pa a v určitých případech i méně. Vesmírný prostor je dále znám spíše z pohledu obsahu počtu částic, které se nacházejí v jeho určitém objemu. Tlak na povrchu měsíce je vystaven $4 \cdot 10^5$ částic v 1 cm^3 objemu, při tlaku cca 10^{-9} Pa. Meziplanetární prostor obsahuje přibližně 10 částic v 1 cm^3 objemu a v mezihvězdném prostoru je to již pouze jedna částice. V mezigalaktickém prostoru je to dokonce 10^{-6} částic na krychlový centimetr. Tlak se tam tedy blíží dokonalému vakuu.

Naopak nejvyšších dosahovaných tlaků statickou dlouhodobou silou, bylo umělou metodou, kdy se na vzorek působilo tlakem o hodnotě $5 \cdot 10^9$ Pa [18].

1.2 Získávání vakua

Získávání vakua je dnes řešeno za pomoci různých druhů vývěv. Žádná z vývěv není schopna z běžného atmosférického tlaku dosáhnout již získaných hodnot řádově 10^{-12} Pa. Pro získávání těchto nízkých, mezních tlaků je potřeba použít kombinaci několika zařízení, které pracují v rozdílných intervalech tlaku. Tato kombinace několika zařízení začíná čerpáním par a plynů za běžného atmosférického tlaku z aparatury. Další část zařízení, které pracuje na odlišném způsobu čerpání molekul par nebo plynu je schopno dále značně snížit tlak v čerpaném prostoru [19].

Přes všechnu snahu a vhodnou volbu materiálu a těsnění, bude neustále určité množství plynu vnikat do aparatury. Není tedy možné zastavit proces čerpání a je potřeba neustále odčerpávat plyn z čerpaného prostoru aparatury [20].

1.2.1 Rotační olejová vývěva

Rotační olejová vývěva spadá do sekce rotačních vývěv, kde je pohyb pístu nahrazen rotačním pohybem konstrukčních prvků, které mohou mít různý tvar. Podobně jako u pístové vývěvy spočívá princip činnosti v expanzi plynu z čerpaného prostoru na bázi zvětšování objemu.

Rotační vývěvy se rozdělují do čtyř kategorií a to dle druhu těsnících látek:

- Rotační olejové vývěvy
- Rotační rtuťové vývěvy
- Suché rotační vývěvy
- Vodokružné vývěvy

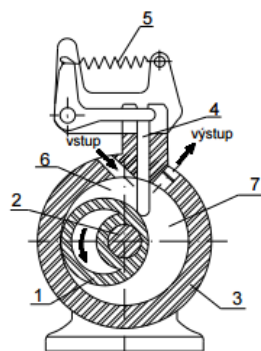
U rotační olejové vývěvy plní olej roli těsnící látky, maziva a zároveň i chladiva. U vývěvy rotační je celá řada využívaných segmentů a tvarů lopatek, avšak nejčastěji se používají vývěvy se statorovým šoupátkem a excentrickými lopatkami v rotoru.

Funkce této vývěvy je velice podobná jako u rtuťových rotačních vývěv a to znamená, že klesá její čerpací rychlost s rostoucím vakuem. To značí nebezpečí možného vniku par olejů do čerpaného prostoru aparatury. Dosahovaný mezní tlak u těchto vývěv jsou řádově jednotky Pa a čerpací rychlost asi $260 \text{ l}\cdot\text{s}^{-1}$ [12].

Vývěva se statorovým šoupátkem

Vývěva se statorovým šoupátkem má velice podobný princip, jako je u vývěvy s excentrickými lopatkami. Tato vývěva využívá místo lopatek šoupátko.

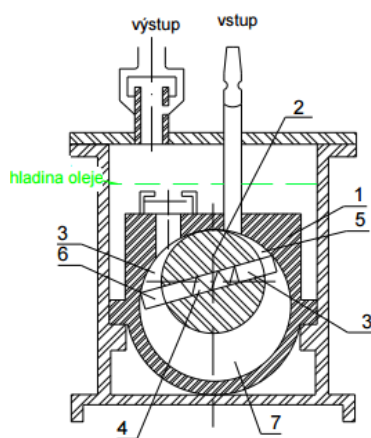
Sestava vývěvy je složena z válcového rotoru (1), který se excentricky otáčí kolem statorové dutiny (2). Statorová dutina je pozicována ve středu statorové komory a tím je rotor během chodu ve styku se stěnou statoru (3). Stator je obrobena částí, na kterou se kladou velké nároky na přesnost. Do tohoto otvoru s přesnými rozměry zapadá šoupátko (4), které klade odpor vůči stěně, protože je z druhé strany tlačeno pružinou (5). Díky tomu je prostor rozdělen na dvě části, a sice na výstupní (7) a vstupní (6). Za provozu, kdy rotor koná otáčivý pohyb, se vstupní prostor zvětšuje a plyn se vhání do vývěvy. Během toho se ve stejnou chvíli plyn vytlačuje z vývěvy ven, jelikož se výstupní prostor zmenšuje [21].



Obrázek 2: Vývěva se satorovým šoupátkem [12].

Vývěva s excentrickými lopatkami v rotoru

Tato vývěva pracuje za pomoci excentrického rotoru umístěného ve válcovém statoru, čímž se stává velice účinnou. Na excentrickém rotoru jsou umístěny lopatky, které jsou pružinou přitlačovány ke stěnám statoru. Statorová komora je rozdělena na tři části pomocí lopatek. Tyto komory se označují jako výstupní, vstupní a mezilopatková část. Za chodu vývěvy ve směru hodinových ručiček se výstupní část zmenšuje a vstupní zvětšuje [12], [18].



Obrázek 3: Rotační olejová vývěva s excentrickými lopatkami [12].

Princip činnosti je založen na excentricky umístěném rotoru (2). Ten je uložen ve válcovém statoru (1), jenž je osazen lopatkami (3). Tyto lopatky dělí komoru na tři části a jsou přitlačovány ke stěně statoru pružinou (4). Tato komora je osazena výstupní a vstupní částí (5), mezi těmito částmi se nachází poslední část zvaná mezilopatková (7). Tyto části lze vidět na obrázku 3, kde je znázorněno odčerpání plynu z čerpaného prostoru.

Nevýhoda, která je nejdůležitější u těchto vývěv, je nežádoucí prostor, který vzniká mezi rotorem a statorem. Další nevýhodou je u těchto vývěv hlučnost. Možnost řešení hlučnosti je dále řešeno různými boxy nebo speciálními přípravky pro odvedení vibrací [12].

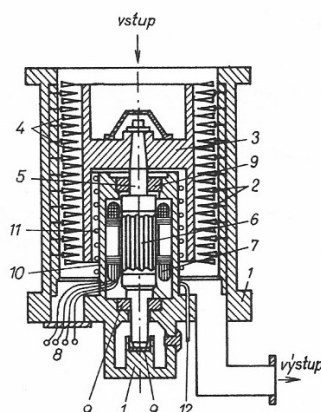
1.2.2 Turbomolekulární vývěva

Turbomolekulární vývěva má složitější tvar, než je u běžných vývěv. Lopatky jsou zakomponovány obdobně jako u parních turbín, kde jsou na jedné hřídeli v několika stupních. Parametr mezer, který je poměrně velký, místy až 1 mm mezi lopatkami dovoluje vyvinutí až $1 \cdot 10^5 \text{ ot} \cdot \text{min}^{-1}$. Dnes již u nových konstrukcí mají tyto vývěvy motor uložený ve vakuu [22].

Od plochy lopatek získávají molekuly nárazem složku rychlosti, kterou získaly od otáčejících se lopatek a kosinovým zákonem odrazu molekul od místa nárazu na lopatce. Pro využití správné funkce turbomolekulární vývěvy je zapotřebí prvotní vývěvy, která předčerpá odčerpávaný prostor. Toto předčerpání je pro užití turbomolekulární vývěvy velice důležité, bez něhož by správná funkce nebyla možná.

Tato vývěva má své kvality a to třeba, že stator vývěvy i celý motor lze dobře ochlazovat. I přesto, že rotor může být tepelně namáhán třením lopatek o indukované proudy v motoru, udrží si při vhodném chlazení pracovní teplotu [18].

Turbomolekulární vývěva se na první pohled jeví, jako parní turbína nebo turbokompresor, který svým konstrukčním provedením připomíná. Lopatky osazené na rotoru a statoru jsou nakloněné tak, aby měly maximální účinnost. Procházející molekuly par a plynů jsou vháněny za účinku podtlaku lopatek do vstupního otvoru vývěvy a dopadají na lopatky rotoru, které se otáčejí vysokou rychlostí. Molekuly plynu se dále při tečných srážkách s lopatkami rotoru obohacují o další složku rychlosti a jsou nesený ven ve směru výstupu z turbomolekulární vývěvy [12], [22].



Obrázek 4: Svislá turbomolekulární vývěva [23]

Na obrázku 4 je možné vidět tělo statoru (1), lopatky které jsou na statoru umístěny (2), pohybující se rotor (3), lopatky které jsou na rotoru umístěny (4), hřídel s vinutím kotvy nakrátko (5), elektromotor (6), vinutí statoru (8), ložiska hřídele rotoru (9), elektromotor pracující v primárním vakuu namontovaný na části statoru (10), chladič trubice (11), přívod chladičí vody (12) [23].

1.2.3 Ostatní typy vývěv

Vzhledem k různorodé možnosti využití se liší jejich konstrukce a výkon. Ostatní typy vývěv je možno rozdělit na dvě hlavní skupiny.

První skupinou jsou tvořeny vývěvy z řad transportních, které odvádí molekuly plynu z čerpaného prostoru aparatury. Do druhé skupiny spadají sorpční vývěvy, které molekuly plynu z čerpaných prostor neodvádí, nýbrž je na sebe vážou různými prostředky uvnitř vývěvy.

Transportní vývěvy z první skupiny jsou vždy mechanické a postup čerpání molekul plynu spočívá v tom, že obsahují pohyblivé části uvnitř, na rozdíl od vývěv sorpčních, které jsou statické. Vstup a výstup je u transportních vývěv nedílnou součástí, zatím co u sorpčních vývěv je pouze vstup a výstup nikoli. Plyn u sorpční vývěvy zůstává vázán uvnitř, tedy nikam neodchází [12].

vývěvy	adsorpční	kryokondenzační, kryosorpční, getrová		
	transportní	mechanické	pístové	membránová, Sprenglerova, Toeplerova
			rotační	rotační olejová, rotační rtuťová, Rootsova
	hybnostní	vodní, difúzní, molekulární, iontová		

Tabulka 3: Rozdělení vývěv [24]

Stručný přehled dalších typů vývěv:

Pístové vývěvy

Touto vývěvou lze dosáhnout tlaku okolo 100Pa. Výhodou je poměrně vysoká čerpací rychlost a kontinuita procesu. Vyniká dlouhou životností, spolehlivostí a nenáročností. Uplatnění bývá v provozech potravinářského a chemického průmyslu.

Ejektorové vývěvy

Ejektorová vývěva pracuje na principu strhávání molekul plynu či par ve směru toku jiné hmoty, zejména kapaliny nebo páry a tím jsou unášeny z čerpaného prostoru. Další částí, která je pro ejektorovou vývěvu nedílnou, je takzvaná Lavalova Dýza, která by se dala představit, jako trubice, která je z obou stran kuželovitá se zmenšujícím se poloměrem doprostřed.

Rootsovy vývěvy

Rootsova vývěva vznikla zejména vzhledem k požadavku na zvýšení čerpacích rychlostí u mechanických vývěv. Z čerpaného prostoru se páry a plyny unáší pomocí dvou rychle rotujících, do sebe zapadajících částí. Šířka štěrbiny mezi statorem a rotorem je velice malá. Pro využití svých vlastností pracují ve vysokých otáčkách.

Difúzní vývěvy

Difúzní vývěvy pracují na principu interakce mezi čerpaným plynem a plynem ve vývěvě. Molekuly čerpaného plynu vniknou hluboko do proudu par a pravděpodobnost jejich návratu do aparatury je tím pádem poměrně nízká.

Sublimační vývěvy

Sublimační vývěvy pracují na principu chemisorpce na povrchu kovu. Aparatura je opatřena vrstvičkou kovu, který má velkou afinitu k plynům nebo parám, které chceme čerpat. Princip obdobný jako u kryogenních vývěv, vazba však vzniká chemicky, nikoliv fyzikálně.

Rozprašovací vývěvy

Rozprašovací vývěvy pracují na principu nanášení vrstev materiálu katody. Pro tyto potřeby se využívá aktivní titanová vrstva. V důsledku ohřívání katody vzniká v místě dopadu iontů rozprašování. Ionty a elektrony vznikají v elektrickém výboji, který je vytvořen v silném elektrickém poli, který bývá podporován i polem magnetickým.

Kryosorpční vývěvy

Jejich hlavním znakem je odlišnost v tom, že čerpaný materiál neopouští vývěvu, ale váže se uvnitř vyčerpávaného prostoru. V jejich struktuře jsou dutiny, které jsou po odčerpávání zaplněny čerpaným plynem nebo parami. V případě těchto vývěv je nutné zabezpečit výměnu tepla mezi sorpčním prostředím obsahujícím zeolity a chladícím prostředím. Z těchto důvodů je zřejmé, že čerpací kapacita je omezená.

Kryogenní vývěvy

Tyto vývěvy pracují na principu využití kondenzace plynů a par na površích o teplotě kapalného vodíku nebo helia, tedy teplotám blízkým se absolutní nule. Na takto vysoce podchlazeném povrchu kondenzuje prakticky každý plyn nebo pára, neboť mají teplotu vyšší než je teplota kondenzační stěny. Je to nejperspektivnější metoda získávání nízkých tlaků [19].

1.2.4 Vícestupňové čerpání

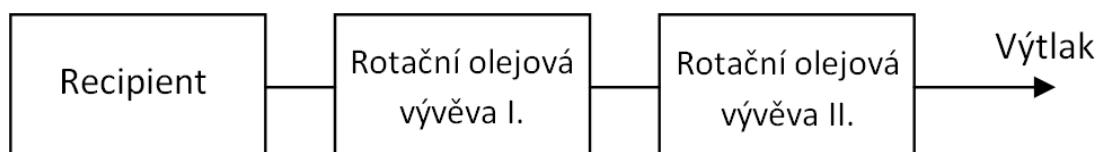
Ve vakuové technice mají zvláštní význam dvě veličiny. Jedná se o čerpací rychlost a dosažitelný mezní tlak. Čerpací rychlost je důležitým parametrem pro dosažení požadovaného tlaku za určitý čas. Mezní tlak je nejnižší tlak, který je čerpací soustava schopna vyvinout, pokud na tento úkon dostane dostatečné množství času.

Pro dosahování vyšší čerpací rychlosti a nižšího mezního tlaku se v některých případech využívá takzvané vícestupňové čerpání. Vícestupňové čerpání je založeno na připojení více vývěv k vakuové komoře (recipientu). Vzhledem ke skutečnosti, že mikrovlákná plazmová aparatura CX 22 operuje při tlacích v řádech desítek Pa, je tento text zaměřen zejména na rotační olejové vývěvy, které se k tomuto účelu na pracovišti využívají.

Vícestupňové čerpání za použití rotačních olejových vývěv může být realizováno ve dvou základních konfiguracích. První taková konfigurace zahrnuje sériové zapojení vývěv. Druhou konfigurací je paralelní zapojení vývěv.

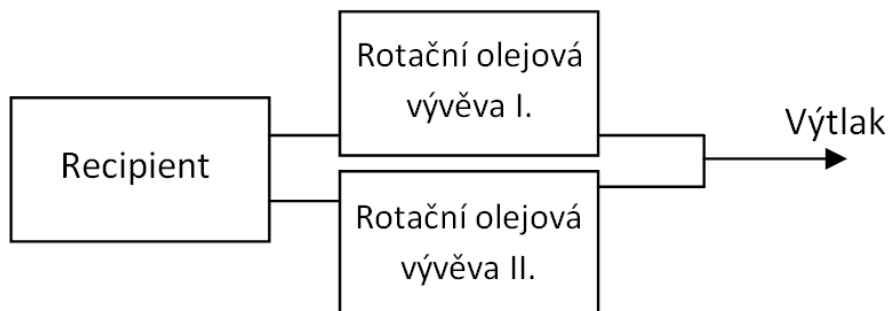
Při sériovém zapojení čerpá plyn z recipientu nejprve vývěva č.1, na jejíž výtlak je připojena vývěva č.2, která plyn vystupující z první vývěvy nasává a tlačí ho ku předu. Na obrázku 5 je naznačeno zapojení dvou rotačních olejových vývěv do série. Toto zapojení je v době psaní této práce využíváno u aparatury CX 22. Sériové zapojení je

výhodné zejména z hlediska dosažení nižšího mezního tlaku. Z hlediska dosažení vyšší čerpací rychlosti, není toto zapojení přínosem.



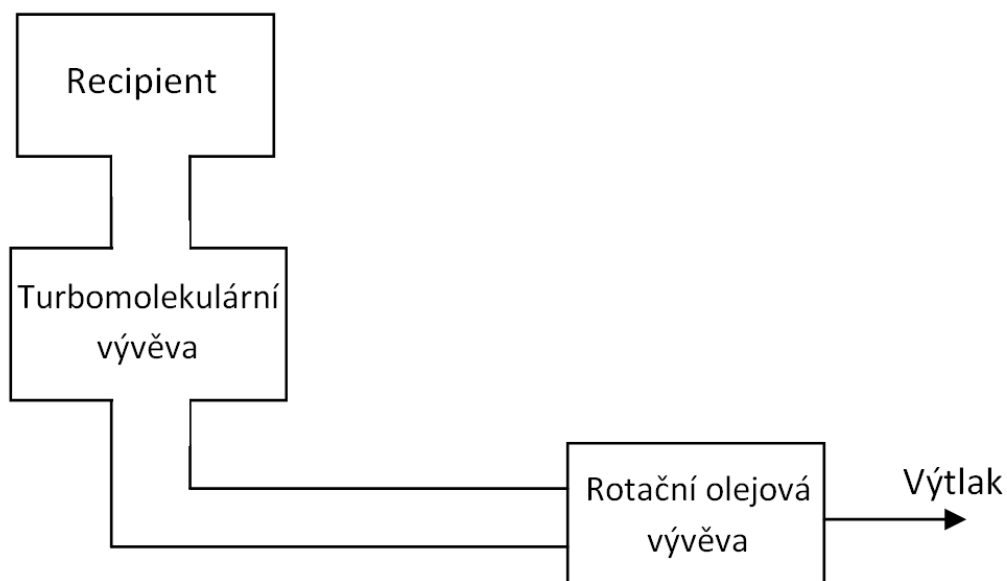
Obrázek 5: Sériové zapojení vývěv

Při paralelním zapojení vývěv, čerpají všechny vývěvy čerpaný prostor souběžně a obvykle se dosahuje celkové vyšší čerpací rychlosti. Mezní tlak je dán mezním tlakem vývěvy s nejnižším mezním tlakem v soustavě.



Obrázek 6: Paralelní zapojení vývěv

Vícestupňové čerpání má veliký význam zejména v aparaturách a zařízeních pracujících s velmi nízkými tlaky (10^{-3} Pa). Sem patří například PVD aparatury pro napařování tenkých vrstev nebo elektronové mikroskopy. Pro dosahování takových tlaků se často využívá sériové zapojení dvou odlišných typů vývěv. Vývěva připojená k čerpanému prostoru se nazývá turbomolekulární. K této vývěvě je sériově připojena rotační olejová vývěva. Nejprve je nutno dosáhnout tlaku vhodného pro provoz turbomolekulární vývěvy. Jedná se o tlaky na nejvýše v řádech desítek Pa. K tomuto účelu slouží rotační olejová vývěva. Průchodu plynu skrze turbomolekulární vývěvu do vývěvy rotační nic nebrání, ani v případě že turbomolekulární vývěva není uvedena do chodu. Po zapnutí turbomolekulární vývěvy dojde k rapidnímu poklesu tlaku v čerpaném prostoru (o několik řádů). Toto zapojení je znázorněno na obrázku 7.



Obrázek 7: Spojení turbomolekulární a rotační olejové vývěvy v PVD aparatuře

1.3 Mikrovlnná plazmová aparatura CX 22

Technická řešení prezentovaná v této práci, byla realizována pro nízkotlakou plazmovou aparaturu CX 22. Aparatura je navržena s ohledem na možnosti potřebných úprav, které výzkum obnáší. Prostřednictvím systému vakuově těsných přírub, kterými je recipient opatřen, je možné instalovat různá technická, měřicí a podpůrná zařízení. Celý tento systém je možné dle potřeby upravovat a programovat.

Nízkotlaká aparatura pracuje s mikrovlnným plazmovým výbojem, jehož vznik a vlastnosti jsou popsány v kapitole 1.3.4. Použití tohoto výboje je vzhledem k upravení aparatury široké a umožňuje tak ošetřit různé druhy substrátů. Na obrázku 8 je pohled na aparaturu CX 22



Obrázek 8: Přístroje a součásti nízkotlaké plazmové aparatury CX 22

Na obrázku 8 je možné vidět recipient (1), rotační olejovou vývěvu Lavat (2), rotační olejovou vývěvu Adoxen (3), dotykový terminál (4), manuální zařízení (5), mikrovlňný zdroj (6), budící hlavu mikrovlňného zdroje (7), výparník kapalných prekurzorů (8), elektronicky řízený průtokoměr (9), regulátor míchacího zařízení (10), zdroj pro napájení topných pásů (11), tlakové lahve s procesními plyny (12), obslužná jednotka přídatného zařízení (13).

1.3.1 Vakuová komora

Vakuová komora je prostor, ze kterého je cíleným způsobem odváděn plyn. Tento plyn je odváděn systémem čerpání pro dosahování nízkých tlaků. Komora je v tomto případě ve tvaru kvádra o objemu 56,5 litrů, která je z jedné strany osazena dveřmi s těsněním. Na obrázku 9 je pohled do vakuové komory, která je v dané chvíli vybavena zařízením „Gas ring“ a míchacím zařízením.



Obrázek 9: Pohled do vakuové komory

Recipient je vybaven systémem vakuově těsných přírub a průchodek, k nimž je možné instalovat potřebná technická zařízení. Recipient je dále vybaven vakuometrem pro měření tlaku uvnitř vakuové komory.

1.3.2 Systém čerpání plynů

K dosahování nízkých tlaků ve vakuové komoře se využívá dvojice sériově zapojených rotačních olejových vývěv a k nim připojený deskový ventil. Tento deskový ventil je od výrobce VAT a umožňuje regulaci průtoku plynu z recipientu do čerpacího systému. Tento ventil je schopný velice citlivě měnit polohu, a to v rozmezí 0 – 1000 kroků. Sériové zapojení vývěv bylo zhotoveno za účelem získání nižšího mezního tlaku, než u původního paralelního zapojení. Toto řešení nyní umožňuje dosažení potřebného pracovního tlaku ve vakuové komoře, který je pro výboj mikrovlnného zdroje nezbytný.



Obrázek 10: Systém čerpání sériově pracujících vývěv

Na obrázku 10 lze vidět rotační olejovou vývěvu Lavat (1), rotační olejová vývěva Adixen (2), regulační deskový ventil VAT (3).

1.3.3 Systém zavádění plynů

Procesní plyny, které jsou přiváděny do vakuové komory, jsou vedeny přes systém ventilů a hmotnostních průtokoměrů. Tyto průtokoměry umožňují měření a regulaci průtoků procesních plynů vpouštěných do aparatury.

Mezi nejčastěji využívané procesní plyny patří vzduch, kyslík, dusík a argon, u něhož se využívá jeho inertnosti. Tyto plyny jsou uchovávány v tlakových lahvích, které jsou připojeny k aparatuře.

Pro napuštění vakuové komory na hodnotu běžného atmosférického tlaku se užívá rychlého napuštění vzduchu přes umístěný elektrický ventil. Napuštění výše popísané vakuové komory trvá tímto způsobem do 35tisekund. Při práci se vzorky nebo přípravky náchylnými na „rozfoukání“ se volí pomalého napuštění za pomoci jehlového ventilu. Toto napuštění trvá déle, a sice přibližně 4 minuty.

1.3.4 Mikrovlnný zdroj

Zdroj mikrovlnného záření vyrobila firma Radan, s.r.o. a nabízí nastavení mikrovlnného výkonu od 100 do 850 W. Tato regulace je řešena změnou tzv. šířky pulzu od 10 do 100 μ s. Toto elektromagnetické vlnění je generováno o konvenční frekvenci 2,45 GHz.

1.3.5 Výparník kapalných prekurzorů

Výparník kapalných prekurzorů byl zkonstruován pro možnost vpouštění par prekurzoru do recipientu. Toto vpouštění par prekurzoru je zapotřebí regulovat.

Konstrukce výparníku byla navržena z nerezové oceli, která plní funkci rozebíratelné nádoby opatřené těsněním. Rozebíratelnost umožňuje dolévání a kontrolu obsahu výparníku. Nádobka uchovává prekurzor a je opatřena vstupem a výstupem šestimilimetrové nerezové trubičky. Vstupní trubička slouží k tzv. probublávání kapalného prekurzoru. Samotná nádobka je vybavena topnými pásy, které umožňují ohřev. Topnými pásy je vybaveno i potrubí vedoucí od nádobky, aby nedocházelo ke kondenzaci par v tomto potrubí. Na obrázku 11 lze vidět aktuální konfiguraci výparníku.



Obrázek 11: Výparník připojený ke stabilizovanému zdroji

1.3.6 Míchací zařízení

Zařízení pro míchání, které je ve vakuové komoře, lze použít pro míchání sypkých nebo práškových materiálů. Její funkcí je, aby se míchaný materiál v co největší míře rovnoměrně ošetřil v plazmovém výboji.

Lopatky jsou nastaveny tak, aby svírali nad dnem nádoby úhel 45°. Stavitelné šrouby na okraji nádoby umožňují vyrovnání do vodorovné polohy a nastavení svislé vzdálenosti dna míchacího zařízení ode dna recipientu.



Obrázek 12: Míchací zařízení

2 PRAKTICKÁ ČÁST

2.1 Měření fyzikálních a technologických veličin

2.1.1 Natékavost aparatury

Pro každý plazmový proces je nezbytné nastavit a dlouhodobě udržet žádoucí tlak ve vakuové komoře. Vakuová komora je složena z řady k sobě vázaných segmentů. Tyto segmenty jsou utěsněny pomocí těsnění a rychlospojek, které přitlačují těsněné plochy a těsnění k sobě. Na řadě míst tak vznikají drobné netěsnosti, kterými může vnikat do vakuové komory okolní vzduch v důsledku rozdílných tlaků. Určité množství drobných netěsností je přítomno na každé vakuové aparatuře. Aby bylo možné testovat, zda počet a velikost netěsností nenarost, byla zavedena veličina, která se nazývá natékavost. Pro natékavost platí vztah:

$$y = \frac{79,5(p-p_0)V}{133,3t},$$

kde p_0 je nejnižší dosažený tlak ve vakuové komoře, p je hodnota tlaku naměřená po uplynutí zvoleného časového intervalu, V je objem vakuové komory a t je doba, která uplynula od vypnutí čerpacího systému. Za časový interval se volí obvykle 100 s [20].

Měření natékavosti bylo provedeno na aparatuře CX 22. Naměřené hodnoty jsou v tabulce 3.

Objem vakuové komory V	56 dm ³
Nejnižší dosažený tlak p_0	20 Pa
Tlak naměřený po uplynutí časového intervalu p	45,3 Pa
Zvolený časový interval	100 s
Natékavost	$8,4 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

Tabulka 3: Naměřené hodnoty natékavosti

2.1.2 Měření teploty substrátu

Mikrovlnná plazmová aparatura může být použita pro ošetření nejrůznějších substrátů. Tyto substráty se liší chemickým složením, svou formou (pevné předměty, práškové materiály, sypké materiály) potažmo i svými fyzikálními vlastnostmi.

Pro úspěšnost plazmového procesu je rozhodující získání žádoucích vlastností ošetřených materiálů. Předně je však nutné zamezit degradaci ošetřovaného materiálů během plazmového procesu. Tato degradace je způsobena hned několika faktory. Mezi tyto faktory patří UV záření vznikající ve výboji, proud aktivních částic, které dopadají na substrát a mohou a s ním reagovat a v neposlední řadě zvýšená teplota substrátu. Aby mohl ve vakuové komoře vzniknout plazmový výboj, je nutné do vakua předat určité množství energie. Tato energie mimo jiné zapříčiňuje ionizaci molekul přítomného plynu a také ohřev substrátu.

Degradace substrátu se projevuje strukturálními povrchovými a v některých případech i objemovými změnami. Tyto změny jsou dobře pozorovatelné elektronovým mikroskopem. Jelikož je tato degradace u většiny plazmových procesů nežádoucí, je zcela nezbytné se jí vyhnout.

Vzhledem k tomu, že na degradaci substrátu má značný vliv jeho nadměrné zahřívání, je velmi užitečné mít představu o teplotách uvnitř plazmového reaktoru během procesu. Pro tyto účely byl navržen jednoduchý experiment.

Tento experiment byl založen na umístění čidla teploty digitálního teploměru do prostoru vakuové komory, v němž se obvykle nachází ošetřovaný substrát. Přívodní kabel k teplotnímu čidlu byl veden skrze jednoduchou vakuovou průchodku, která byla jednorázově vyhotovena pro tento účel. Teplotní čidlo bylo dále opatřeno hliníkovým akumulátorem tepla pro zvýšení přesnosti měření. Do hliníkového akumulátoru byl vytvořen patřičný otvor pro zasunutí teplotního čidla. Pro zajištění co nejlepšího přestupu tepla mezi akumulátorem a čidlem byl meziprostor vyplněn elektricky nevodivou teplovodivou pastou používanou v osobních počítačích.

Jelikož každý substrát má jiné teplotní vlastnosti, byly pro tento experiment použity tři různě upravené akumulátory tepla. Jeden akumulátor tepla byl pokryt odraznou fólií, druhý pórovitým černým materiálem a třetí zůstal nepokryt.

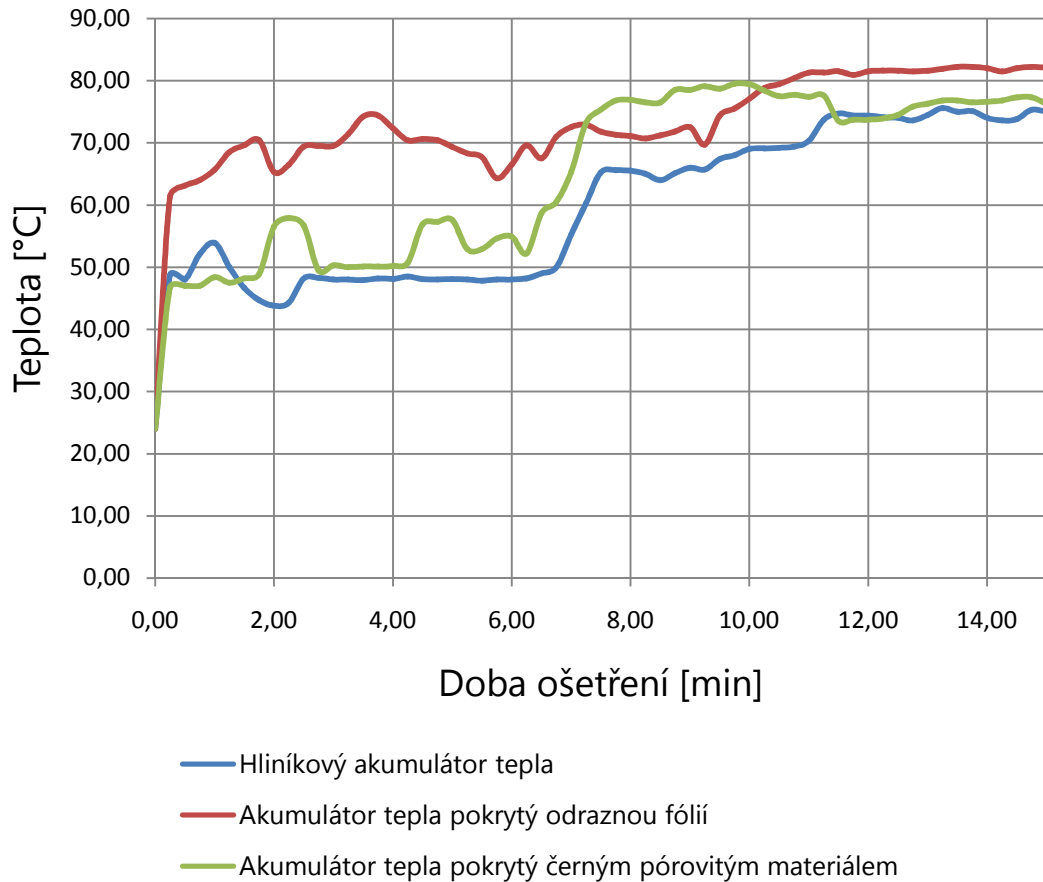
Teplota byla odečítána periodicky každých 15 sekund po dobu 15ti minut. Naměřené hodnoty byly zaznamenávány a pro celé minuty jsou uvedeny v tabulce 4.

Doba ošetření [min]	Teplota substrátu [°C]		
	Hliníkový akumulátor tepla	Akumulátor tepla pokrytý odraznou folií	Akumulátor tepla pokrytý černým pórovitým materiá- lem
0	24	24	24
1	53,9	65,7	48,4
2	43,8	65,3	56,5
3	48	69,5	50,3
4	48,1	72,3	50,2
5	48,1	69,35	57,6
6	48	66,5	54,9
7	55,3	72,5	65,3
8	65,5	71,1	76,9
9	66	72,5	78,5
10	69	77,1	79,4
11	70,3	81,3	77,4
12	74,4	81,5	73,7
13	74,5	81,6	76,3
14	74	82	76,6
15	75	82,1	76,3

Tabulka 4: Naměřené teploty různých akumulátorů tepla v závislosti na době ošetření

Z hodnot uvedených v tabulce 4 byl sestrojen graf 1 v závislosti teploty tepelného akumulátoru na době ošetření. Z hodnot v tabulce a potažmo i v grafu je patrný určitý trend. Teplota prudce vzrůstá již v průběhu první minuty ošetření. Po prudkém nárůstu se teplota zvyšuje spíše pozvolně a s určitými výkyvy se ustaluje okolo hodnoty 80 °C. To platí s drobnými odchylkami pro všechny tři typy tepelných akumulátorů. Tyto výkyvy jsou pravděpodobně dány nedokonalostí měření a elektromagnetickým rušením od budícího zdroje. V této souvislosti bylo nutné použít teplovodivou pastu z elektricky nevodivého materiálu pro spojení mezi teplotním čidlem a elektricky vodivým akumu-

látorem tepla. Použití teplovodivé pasty s přidavkem částic kovu vedlo k výraznému rušení signálu a značně komplikovalo a zneřehňovalo měření.



Graf 1: Závislost teploty substrátu na době ošetření během plazmového procesu

Z grafu 1 je patrné, že barva ani struktura povrchu tepelného akumulátoru nemá větší vliv na výslednou teplotu. Naproti očekávání dosáhl tepelný akumulátor pokrytý odraznou fólií nejvyšší teploty po 15 minutách ošetření. To může být způsobeno komplikovanými fyzikálními ději uvnitř mikrovlnného plazmového reaktoru. Na základě naměřených hodnot je možné předpokládat, že teplota libovolného substrátu se bude pohybovat ne vysoko nad hranicí 80 °C i pro delší doby ošetření. Jedná se však pouze o předpoklad, poněvadž pro delší doby ošetření nebyly hodnoty teplot měřeny.

Z výše uvedeného je možné si udělat základní představu o tom, které substráty budou odolné vůči tepelné degradaci v mikrovlnném plazmovém reaktoru, a které nikoli. Pro základní přehled jsou v tabulce 5 uvedeny teploty tání některých substrátů, které jsou častým předmětem výzkumu v oblasti plazmových úprav.

Substrát	Teplota tání [°C]
Polyethylen	130
Celulóza	260-270
PCL	60
PVA	220-267
Chitosan	59-64
Uhlíkové nanotrubičky	3642

Tabulka 5: Tabulka teplot tání u vybraných substrátů

Z předchozí tabulky je zjevné, že některé druhy substrátů mohou být v mikrovlnném plazmovém reaktoru tepelně degradovány. Z uvedených to platí v případě Polymeru PCL, ze kterého se vyrábí nanovlákná a chitosanu, který se hojně využívá v biomedicínských aplikacích.

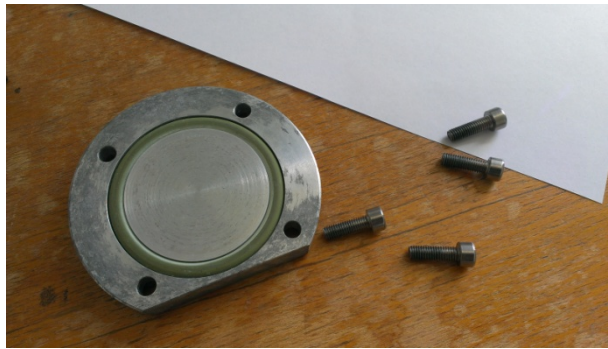
2.2 Speciální technická řešení

2.2.1 Vakuová průchodka pro detekční techniku

Vývoj vakuové aparatury CX22 a směřování prováděného výzkumu vedl k potřebě instalovat do aparatury různá zařízení z oblasti detekční techniky. Tento požadavek vyvstal zejména v souvislosti s plánovaným výzkumem NH funkcionalizace. Původní myšlenkou bylo pomocí dostupné detekční techniky měřit koncentraci amoniaku ve vakuové komoře během plazmového procesu. Od tohoto výzkumu se později upustilo, avšak i v rámci výzkumu funkcionalizace celulózy silanovými skupinami, přetrvávala potřeba instalovat do aparatury výše zmíněná zařízení.

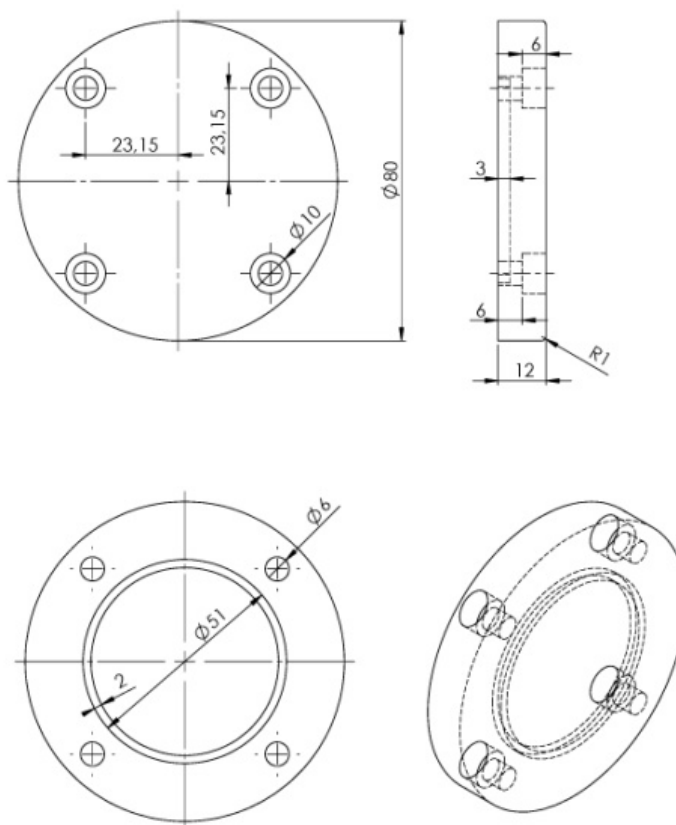
Ze zmíněných důvodů bylo nezbytné vakuovou komoru aparatury CX22, která je vyrobena z nerezové oceli, opatřit vakuově těsnou průchodkou pro elektrické vodiče. Tato průchodka kromě vakuové těsnosti musí být rovněž elektrickým izolantem. Jako vhodný materiál pro výrobu takové průchodky se jevil některý z termoplastů, jako například polyamid nebo ABS (akrylobutadienstyren), který se mimo jiné používá v 3D tiskárnách.

Pro vlastní výrobu této průchodky bylo možné využít různých technologických postupů. Vedle konvenčního obrábění bylo možné průchodku vyrobit rovněž na zmíněné 3D tiskárně. Tento postup se avšak neosvědčil z důvodu nízké rozměrové přesnosti a struktury výtisků. Proto pro výrobu průchodky bylo zvoleno obrábění a jako materiál polyamid, který vyniká z hlediska elektroizolačních vlastností i vlastností mechanických.



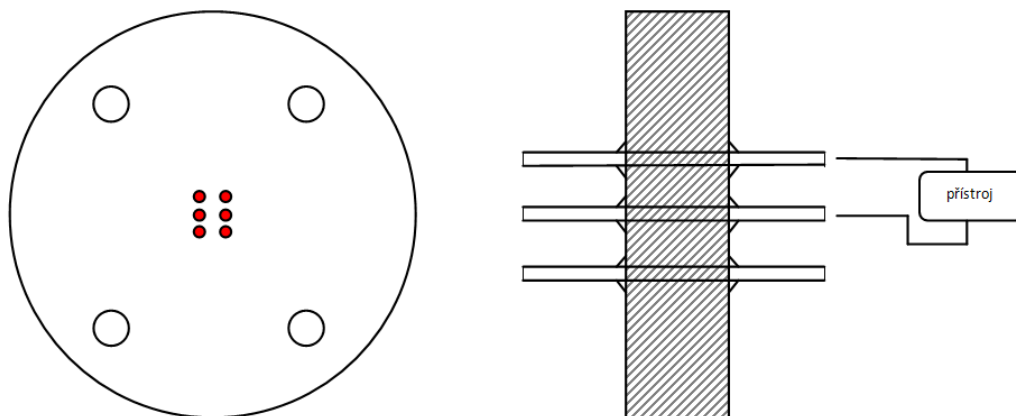
Obrázek 13: Původní ocelová vakuová záslepka

Před vlastní výrobou bylo však nutné, aby autor práce vyhotovil technický výkres průchodky. Tento výkres byl vytvořen v programu SolidWorks 2015 a autor vyšel z již existující ocelové vakuové záslepky. Část technického výkresu je vyobrazena na obrázku 14.



Obrázek 14: Technický výkres vakuové záslepky

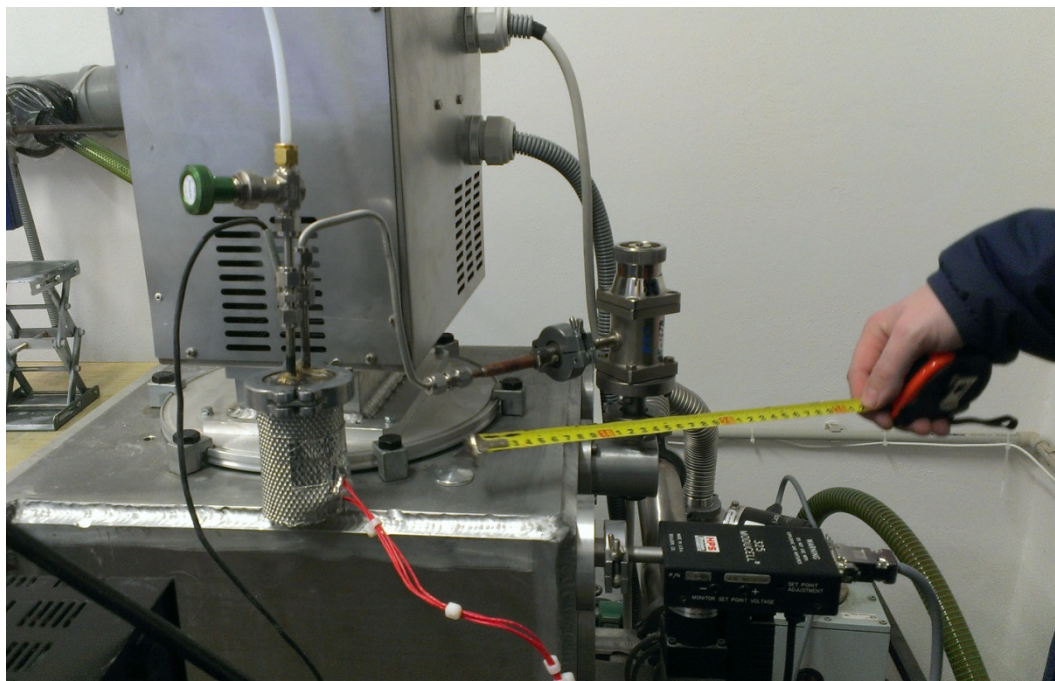
Vyhotovená vakuová průchodka byla opatřena otvory pro elektrické vodiče, tyto otvory byly vyvrtány pomocí nástroje s vhodným průměrem. Otvory byly osazeny měděnými elektrickými vodiči pro připojení libovolného elektrického zařízení (včetně elektrické detekční techniky). Do průchodky bylo vytvořeno šest otvorů pro stejný počet vodičů. Tento počet vodičů by měl postačovat pro připojení minimálně dvou různých senzorů či libovolného jiného elektrického zařízení. Elektrické vodiče z mědi byly v otvorech utěsněny pomocí epoxidového lepidla. Toto spojení je pro účely aparatury CX22 a tlaky používané ve vakuové komoře vyhovující. Schematický náčrt průchodky opatřené vodiči je na obrázku 15.



Obrázek 15: Schematický nákres průchodky s vodiči v řezu

2.2.2 Vyhřívání výparníku

Původní konstrukce výparníku zahrnovala pouze vyhřívání vlastní nádoby za účelem odpaření kapalného prekursoru. Páry prekursoru, které odejdou z prostoru nádoby, pokračují vlivem podtlaku ve vakuové komoře potrubím. Toto potrubí je tvořeno šesti-milimetrovou trubičkou, regulovatelným jehlovým ventilem a sadou rychlospojek.



Obrázek 16: Výparník před instalací topných pásů

Páry prekursoru postupující potrubím o nižší teplotě, než je teplota v nádobce mají z fyzikálních důvodů tendenci kondenzovat na stěnách potrubí. Tento jev je silně nežádoucí, jelikož značně snižuje kvalitu plazmového procesu. Zkapalněný prekursor v potrubí má vliv na kontinuitu prostupu par prekursoru do vakuové komory, což značně ovlivňuje procesní parametry.

Problém kondenzace par prekursoru v potrubí je dobře řešitelný vyhříváním tohoto potrubí na teplotu stejnou nebo vyšší než je teplota v nádobce. Toto vyhřívání bylo realizováno pomocí elektrických topných pásů. Potrubí vedoucí od výparníku k vakuové komoře je rozebíratelné a proto i vyhřívání potrubí muselo být rozděleno na dvě části (pomocí dvou topných pásů).

Použité topné pásy pracují na principu ohmického ohřevu. Tepelné ztráty způsobené průchodem elektrického proudu slouží jako žádoucí zdroj tepla. Topné pásy byly připojeny k regulovatelnému zdroji elektrického napětí. Tato regulace slouží zároveň i k regulaci teploty potrubí.



Obrázek 17: Testování rozsahu vyhřívacích teplot na zkušební trubičce

Aby bylo možné sledovat teplotu potrubí, bylo nutné mezi potrubí a topné pásy umístit čidla digitálních teploměrů, které byly k tomuto účelu pořízeny. Na obrázku 18 je možné vidět konečnou výparník s instalovanými topnými pásy.



Obrázek 18: Konečná úprava výparníku s instalovanými topnými pásy

2.2.3 Box výparníku kapalných prekurzorů

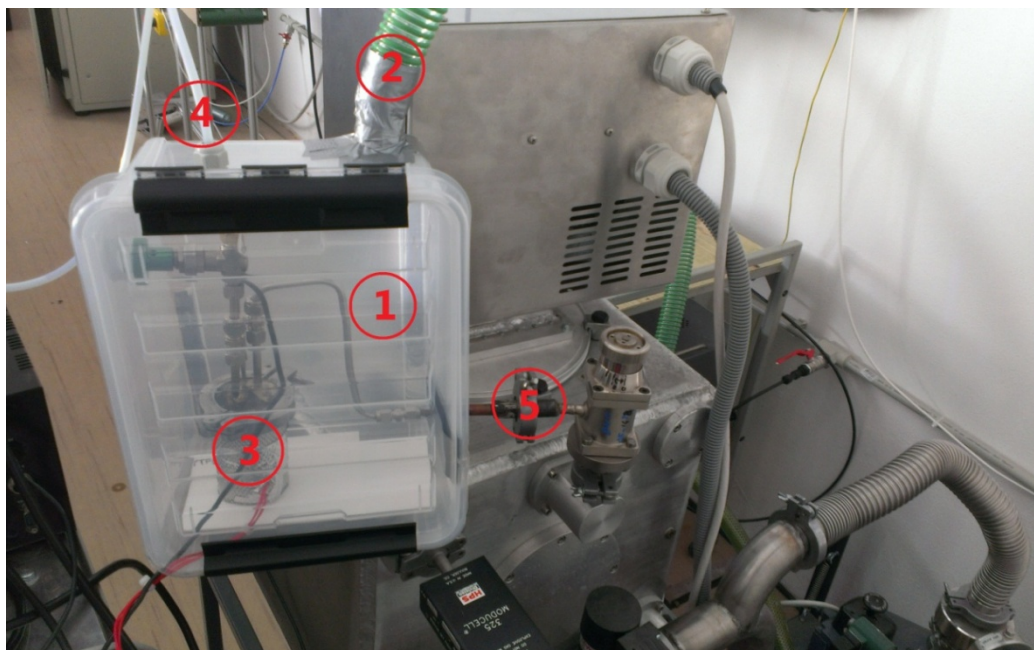
Funkce výparníku kapalných prekurzorů je založena na vyhřívání nádoby výparníku pomocí topných těles regulovaných vlastní řídicí jednotkou s termostatem. Při vyhřívání výparníku na vyšší teploty dochází k uvolňování nepříjemného zápachu, který je pravděpodobně i zdravotně závadný. Z tohoto důvodu bylo pro dlouhodobou práci s výparníkem nezbytné izolovat zařízení od atmosféry, kterou během provozu aparatury dýchá obsluha.

K tomuto účelu bylo zapotřebí zhotovit neprodyšný box, ve kterém by byl výparník umístěn. Dalším požadavkem na takové zařízení bylo, aby byl box pro výparník napojen na centrální odsávání. V neposlední řadě bylo vhodné, aby byl box průhledný a obsluha měla vizuální přehled o stavu zařízení během jeho provozu.

Konstrukce boxu musela také zohledňovat konstrukci vlastního výparníku, která je na několika místech rozebíratelná. Box musí být také dobře přístupný během výměny a doplňování prekurzoru do výparníku. Vlastní těleso boxu bylo zhotoveno ze zakoupeného plastové nádoby.

Výparník dále obsahuje přívod inertního plynu prostřednictvím šestimilimetrové hadičky, pro kterou byl box opatřen těsnou průchodkou. Vzhledem ke skutečnosti, že těleso výparníku může být vyhříváno na relativně vysoké teploty a fyzicky dosedá na

dno boxu, muselo být dno opatřeno vhodnou podložkou. Tato podložka byla zhotovena z teflonu (teplota tání cca 327 °C). Na obrázku 19 je vidět výparník uložený ve svém boxu a připojený k vakuové komoře.



Obrázek 19: Na obrázku lze vidět box s výparníkem připojený k vakuové komoře

Na obrázku 19 je možné vidět vlastní box (1), dále hadice propojující box a centrální odsávání (2), těleso výparníku sedící na teflonové podložce (3), přívodní hadička inertního plynu pro probublávání prekursoru (4) a rozebíratelný spoj pro připojení výparníku k vakuové komoře (5).



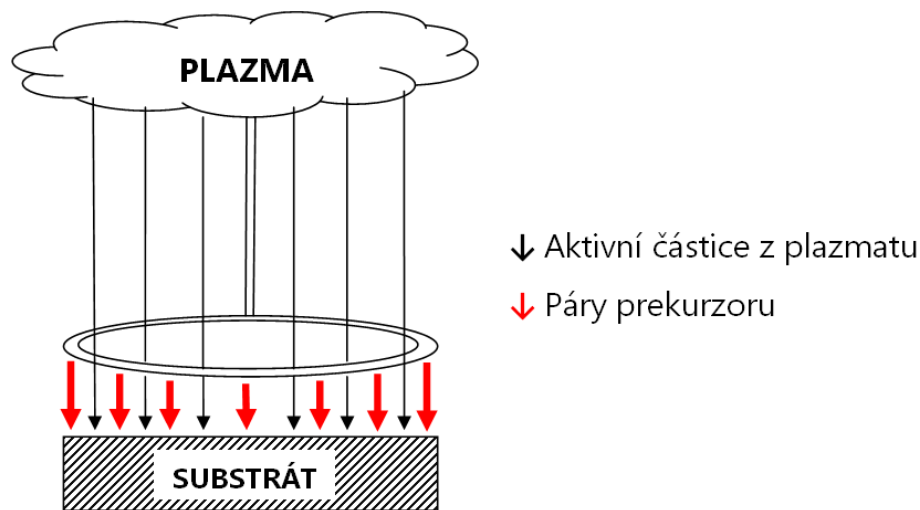
Obrázek 20: Uzpůsobení boxu pro snadné vyjímání výparníku

Box pro výparník byl otestován v ostrém provozu, přičemž byla ověřena jeho funkčnost. Obsluha není nadále díky přítomnosti boxu vystavena nepříjemnému zápachu vznikajícího při vyhřívání výparníku.

2.2.4 „Gas ring“ pro přívod prekurzor

V rámci experimentů s hydrofobizací práškové celulózy vyvstal požadavek na přivedení par kapalného prekurzoru HMDSO (hexametyldisiloxanu) do blízkosti substrátu. Tento požadavek souvisí s nízkou difundovatelností par HMDSO v prostředí plazmového výboje. Z tohoto důvodu není možné přivést páry prekurzoru přímo přírubou na stěně vakuové komory.

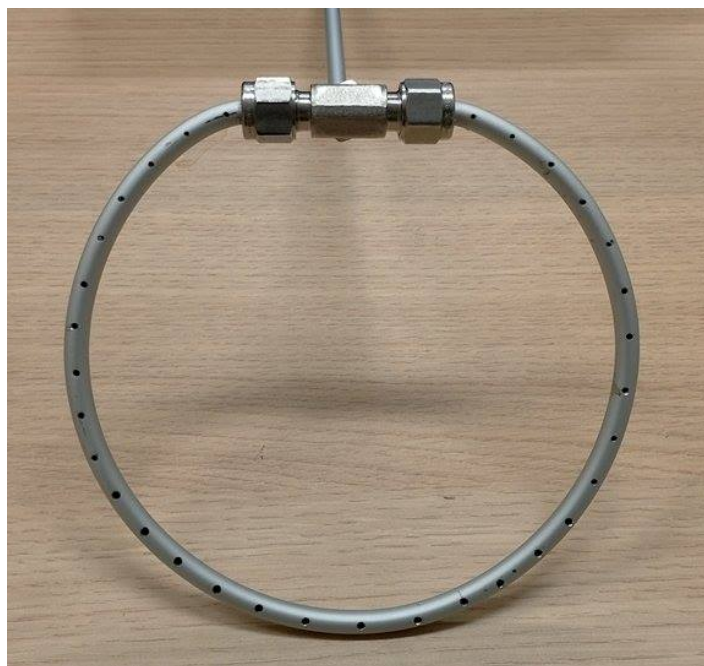
Z výše uvedených důvodů bylo nutné navrhnout zařízení, které umožní přivést páry prekurzoru požadovaným způsobem do blízkosti substrátu. Takové zařízení musí splňovat v prostředí mikrovlnného plazmového výboje hned několik požadavků. Prvním z těchto požadavků je zachování propustnosti aktivních částic z výboje skrze toto zařízení k substrátu. Proto nemůže být použita konstrukce tohoto zařízení používaná v jiných typech plazmových výbojů (zejména v radiofrekvenčním výboji). Toto zařízení se nazývá „sprcha“ a svou plochou zakrývá substrát.



Obrázek 21: Schematické znázornění pohybu částic během plazmového procesu

Pro použití v mikrovlnném výboji, při zachování požadavku na propustnost aktivních částic k substrátu bylo navrženo zařízení, které se v technické praxi nazývá „gas ring“ (obrázek 21).

Jedná se vlastně o trubičku z vhodného materiálu, která je na konci stočena do tvaru prstence. Vhodným materiálem je zejména nerezová ocel, případně hliník, který byl použit i pro výrobu prvního prototypu. Prstenec je opatřen několika otvory se zvětšujícím se průměrem ve směru od přívodu prekurzoru. Zvětšování průměru otvorů bylo zvoleno s ohledem na rovnoměrný průtok par prekurzoru po celém obvodu prstence.



Obrázek 22: Pohled na otvory v prstenci zařízení „gas ring“

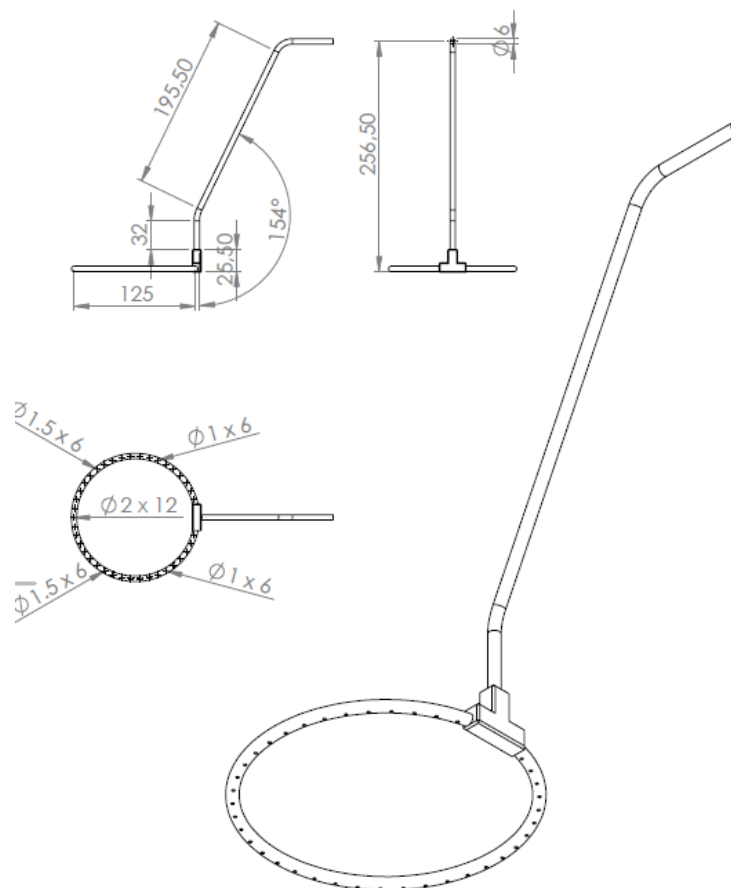
Na obrázku 22 je pohled na prstenec s otvory zařízení „gas ring“. Spojení mezi přívodem a vlastním prstencem bylo u prototypu realizováno pomocí šroubových spojek pro šestimilimetrové trubičky od firmy Swagelok. Toto řešení je rozebíratelné a při výrobě prototypu bylo zvoleno pro svou jednoduchost. Přívodní trubička může být jednoduše nahrazena jinou o jiné délce, což umožňuje jednoduše měnit svislou vzdálenost přívodu par prekurzoru a příruby na stěně reaktoru. To má svůj význam zejména při změně prováděného výzkumu.

Rovnoměrný výfuk skrze zvětšující se otvory prstence byl testován a ověřen pozorováním při připojení stlačeného vzduchu na přívod zařízení.



Obrázek 23: Zařízení „gas ring“ uvnitř recipientu

Pro následnou zakázkovou výrobu tohoto zařízení z požadované nerezové oceli nakreslil autor práce technický výkres, který je v příloze a vyobrazen na obrázku 24. Výkres byl vytvořen v programu SolidWorks 2015.



Obrázek 24: Technický výkres zařízení „gas ring“

2.2.5 Tabletovací zařízení

Pro rychlé a jednoduché vyhodnocení efektivity plazmové funkcionalizace byla zvolena metoda „sedící kapky“. Metoda „sedící kapky“, neboli kapková metoda je založena na usazení kapky testovací kapaliny na zkoumaný povrch substrátu. Kapka se zpravidla usazuje pipetou. Následně je v kolmém směru pozorován kontaktní úhel usazené kapky, který svírá s pevným povrchem substrátu. Jako testovací kapalina byla zvolena destilovaná voda obarvená organickým barvivem Acid Orange 7 a olej SAE 40. Vzhledem k tomu, že pro experimenty byla zvolena celulóza ve formě prášku, bylo nutné ji upravit tak, aby vznikl pevný celistvý povrch. To je možné realizovat například slisováním prášku do formy tablety. Tento požadavek vedl k prvním pokusům a myšlence vyrobit přípravek, který by zhotovil vzorek celulózy ve formě tablety.

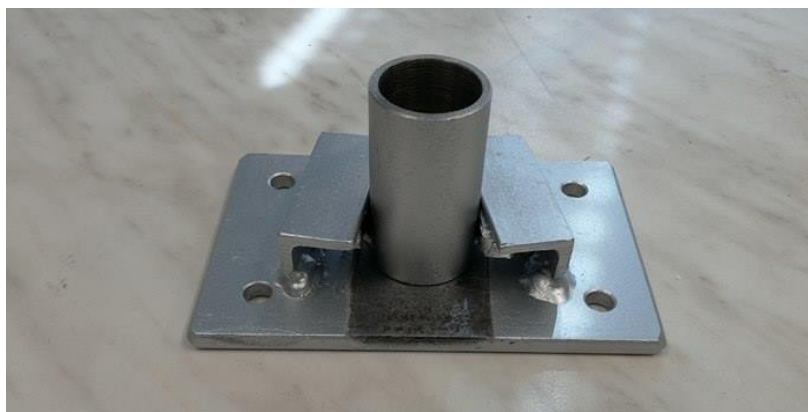
Prvním takovým jednoduchým přípravkem byla injekční stříkačka, která byla upravena tak, aby zhotovila tabletu. Úprava spočívala zejména v seříznutí tělesa injekční stříkačky tak, aby vzniklou hranu bylo možné postavit na podložku a stlačením pístku slisovat celulózu. Tento jednoduchý přípravek však neumožňoval nastavit sílu působící

na pístek u všech vzorků stejně. A sice z důvodu, že pístek byl stlačován manuálně a odhad stlačované síly byl pouze subjektivní. Míra stlačení celulózy byla odhadnuta na základě prvotního a konečného objemu celulózy, který byl odečten z rysek na injekční stříkačce. Míra stlačení u jednotlivých tablet byla tudíž rozdílná.



Obrázek 25: Metoda „sedící kapky“ usazená na tabletě celulózy

Pro konstruktivní výzkum bylo nezbytné navrhnout zařízení, které by tyto nedostatky neobsahovalo, a tudíž by všechny tablety byly slisovány za stejných podmínek. Na základě zmíněných požadavků autor práce navrhl a nechal na zakázku zrealizovat tabletovací zařízení. Návrh vycházel z požadavku na snadné vyjímání tablety z rozebíratelného trubkového přípravku (objímka), který zachoval ostrou hranu tablety. Dalším požadavkem bylo, aby objímka byla v průběhu lisování i po jeho dokončení pevně spjata s podložkou. Požadavkem bylo dále také, aby lisovací tlak byl pro všechny tablety vytvořené v zařízení, konstantní. Návrh objímky je nejlépe vidět na obrázku 26.



Obrázek 26: Objímka tabletovacího zařízení

Na dalším obrázku 27 je vidět vylisovaná tableta v objímce, která byla již vyjmuta z podložky.



Obrázek 27: Objímka s vylisovanou tabletou uvnitř

Vlastní mechanismus lisování je založen na skutečnosti, že píst tabletovacího zařízení je zatížen zaváží o konstantní hmotnosti 20 kg. Průměr objímky je 25 mm, tudíž lisovací tlak činí 400 kPa. Kromě lisovacího tlaku byla pro všechny vzorky rovněž uniformována hmotnost lisované celulózy, která pro každou tabletu činí přesně 1 g. Vzhledem k tomu, že hustota práškové celulózy je velmi nízká, bylo nutné do laboratoře pořídit velmi přesnou váhu. Pořízená váha váží s přesností $1 \cdot 10^{-4}$ g, což umožňuje celulózu dávkovat s požadovanou přesností. Doba lisování byla pro všechny vzorky stanovena na dobu 1 minuty. Po vylisování tablety se nechává tableta určitou dobu relaxovat, aby se tableta tvarově ustálila. Parametry zvolené pro lisování jsou shrnuty v následujícím výčtu:

1. obsah práškové celulózy v jedné tabletě je přesně 1 g,
2. lisovací tlak působící na tabletu je 400 kPa,
3. lisovací doba působící na tabletu je přesně 1 minuta,
4. po uvolnění tlaku se nechá tableta relaxovat minimálně 1 minutu.



Obrázek 28: Tabletovací zařízení

Na obrázku 28 je zobrazeno umístění objímky pro lisování práškové celulózy s pístkem, který v tuto chvíli není aktivní.



Obrázek 29: Tabletovací zařízení v pracovní poloze

Na obrázku 29 je již pístek v pracovní pozici a uvnitř objímky se listuje prášková celulóza do tvaru tablety. Popis mechanismu:

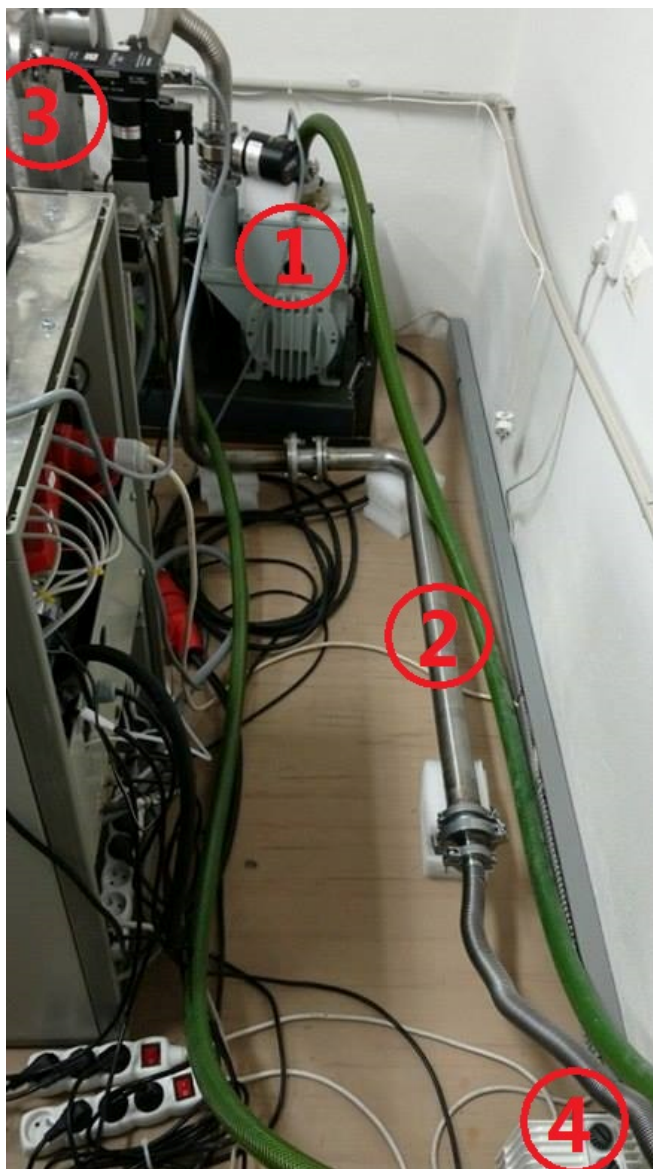
1. box – obsahující závaží pro lisování o konstantní hmotnosti,
2. ovládání pístu- tento díl uvede píst do činnosti,
3. tělo lisu – hlavní část, která soudržně pojí všechny segmenty,
4. podstavec – základní deska pro celý mechanismus,
5. objímka– rozebíratelný pracovní prostor pro lisování celulózy.

2.2.6 Vícestupňové čerpání

V rámci výzkumu s funkcionalizací práškové celulózy se výzkumný tým potýkal s celou řadou problémů. Jedním z těchto problémů je obtížné čerpání vakuové komory na požadovaný tlak, je-li v komoře přítomno určité množství práškové celulózy. To je způsobeno vlhkostí celulózy, která se během vakuování postupně vysušuje. Odpařená vlhkost ovšem navyšuje tlak v recipientu. Z tohoto důvodu bylo uvažováno nad způsoby, kterými by bylo možné čerpací charakteristiky čerpací soustavy zlepšit. K tomu byla využita nepotřebná rotační olejová vývěva Adixen z nepoužívané PVD aparatury.

2.2.6.1 Paralelní zapojení vývěv

V první fázi bylo uvažováno o paralelním zapojení stávající velké rotační olejové vývěvy od firmy Lavat a menší vývěvy Adixen. Paralelní zapojení bylo zvoleno zejména s ohledem na dostupnost komponentů na pracovišti. Toto zapojení bylo realizováno za pomoci nerezového potrubí z vyřazeného optického přístroje. Toto potrubí ovšem navyšovalo celkový objem čerpaného prostoru, což se jevílo, jako určitá nevýhoda takového řešení. Paralelní zapojení vývěv používané u aparatury CX 22 přechodnou dobu je na obrázku 30.



Obrázek 30: Paralelní zapojení vývěvy Lavat a Adixen

Popis: Rotační olejová vývěva Lavat (1), potrubí pro paralelní spojení vývěv (2), recipient (3), rotační olejová vývěva Adixen (4). Paralelní zapojení vývěv u aparatury CX 22 vykazovalo následující aspekty:

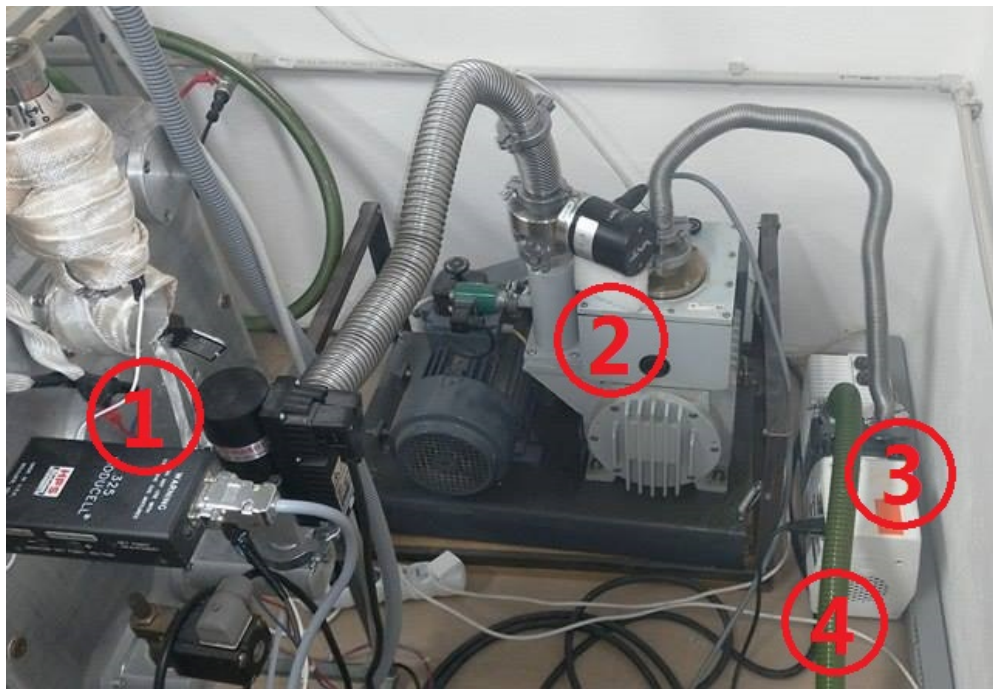
- Mezní tlak soustavy zůstal na stejné hodnotě, jako u stávajícího zapojení
- Čerpací rychlost soustavy se zvýšila jen nepatrně, jelikož původní vývěva Lavat má podstatně vyšší čerpací rychlost, než nově připojená vývěva Adixen. Navíc čerpací soustava musela čerpat objem potrubí potřebného pro paralelní zapojení vývěv.
- Spouštění čerpací soustavy bylo nenáročné. Obě vývěvy mohly být spuštěny kdykoliv a v libovolném pořadí.

- Regulační motýlkový ventil VAT předřazený vývěvě Lavat reguloval pouze tuto vývěvu a bylo ho nutné přesunout před celou čerpací soustavu.

Paralelní zapojení vývěv popisované výše se neosvědčilo. Mezní tlak se nezměnil a čerpací rychlost vzrostla jen nepatrně. Z těchto důvodů bylo přikročeno k sériovému zapojení obou vývěv.

2.2.6.2 Sériové zapojení vývěv

První stupeň v sériovém zapojení představuje výkonnější vývěva Lavat. K této vývěvě je jako druhý stupeň připojena méně výkonná vývěva Adixen s nižším mezním tlakem. Navíc odpadla potřeba nerezového potrubí, které v předchozím případě navyšovalo celkový objem čerpaného prostoru. Sériové zapojení rotačních olejových vývěv Lavat a Adixen je na obrázku 31.



Obrázek 31: Sériové zapojení vývěvy Lavat a Adixen

Sériové zapojení vývěv u aparatury CX 22 vykazovalo následující aspekty:

- Mezní tlak soustavy se oproti původnímu zapojení snížil na hodnotu mezního tlaku vývěvy Adixen.
- Čerpací rychlost soustavy se nezměnila a je dána čerpací rychlostí vývěvy Lavat.
- Spouštění čerpací soustavy je náročné a při nesprávném zacházení by mohlo vést k poškození některého ze segmentů čerpací soustavy.

- Při spouštění je nezbytné volit správné pořadí spouštěných vývěv. Jako první je nutné spustit vývěvu Adixen, která představuje druhý stupeň čerpací soustavy. Teprve poté je možné spustit vývěvu Lavat (první stupeň čerpací soustavy). V opačném případě by vývěva Lavat neměla kam dále předávat čerpaný plyn z čerpaného prostoru a mohlo by dojít k jejímu nevratnému poškození.
- Průtok čerpaného plynu soustavou vývěv musí být regulován tak, aby z počátku nedošlo k prudkému nárůstu objemu čerpaného plynu soustavou (druhý stupeň čerpací soustavy, tedy vývěva Adixen, musí být schopen odčerpávat objem plynu, který se na jeho vstup dostává z výstupu prvního stupně). Z tohoto důvodu je čerpání spouštěno s uzavřeným regulačním ventilem VAT. Další otevírání ventilu musí být pozvolné.
- Určitým nedostatkem tohoto zapojení může být nesladěnost obou vývěv v některých fázích čerpání, které se projevuje vibracemi a prokluzem řemenů Lavat.
- Regulační motýlkový ventil VAT předřazený vývěvě Lavat nebylo nutné reinstalovat, jelikož i v tomto zapojení reguluje celou čerpací soustavu.

I přes výše uvedené nedostatky představuje sériové zapojení vývěv u aparatury CX 22 značné vylepšení. Čerpání je efektivní, rychlé a s nižším mezním tlakem. Při sériovém zapojení může dále docházet k vyššímu odvodu olejových par do centrálního odsávání. Vzhledem k těmto obavám byl na výtlak druhého stupně čerpací soustavy zařazen odlučovač olejových par. Tento odlučovač umožňuje sledovat množství ztraceného oleje, který dále nepropouští do centrálního odsávání. Odlučovač oleje je na obrázku 32.



Obrázek 32: Odlučovač olejových par

Závěr

- Autor práce v rámci vypracování nastudoval odbornou literaturu týkající se vakua, vakuové techniky a souvisejících odborných pojmů.
- Dále se autor práce seznámil se základními laboratorními postupy a odborným pracovištěm na PF JU a osvojil si základní zásady práce v laboratoři.
- Autor práce se seznámil s mikrovláknovou plazmovou aparaturou CX 22 a součástí práce je i popis funkce a principu činnosti.
- V praktické části byly naměřeny potřebné parametry, z nichž byla vypočtena natékavost aparatury CX 22.
- Byla zkoumána teplota tří různých substrátů během plazmového procesu. Naměřené teploty jsou uvedeny v praktické části, přičemž nejvyšší dosahované teploty se po 15 minutách ustálily zhruba na hodnotě 80 °C.
- V 3D modelovacím programu SolidWorks 2015 byla navržena vakuová průchodka pro detekční techniku. Tato průchodka byla vyrobena a její těsnost byla ozkoušena při ostrém provozu aparatury.
- Potrubí vedoucí od výparníku kapalných prekurzorů bylo opatřeno topnými pásky, aby bylo zamezeno kondenzaci prekurzoru v tomto potrubí. K tomuto účelu byla aparatura vybavena dvěma stabilizovanými zdroji a dvěma digitálními teplotoměry pro regulaci a měření teploty potrubí.
- Výparník kapalných prekurzorů byl od okolí izolován průhledným boxem připojeným na centrální odsávání a uzpůsobený, aby bylo možné výparník snadno vyjmát a doplňovat do něho prekurzor.
- Přívod par prekurzoru k substrátu uvnitř vakuové komory je realizován pomocí zařízení „gas ring“. Toto zařízení bylo navrženo v 3D modelovacím programu SolidWorks 2015 a bylo následně zkonstruováno. Funkčnost zařízení byla ověřena při ostrém provozu.
- Pro unifikovanou tvorbu lisovaných tablet práškové celulózy bylo navrženo a zkonstruováno tabletovací zařízení. Návrh zařízení zohledňuje základní požadavky, a sice konstantní tlak při lisování, snadnou rozebíratelnost při měření „kapkovou metodou“ a v neposlední řadě vhodnost pro umístění do aparatury.
- Systém čerpání plynů aparatury CX 22 byl optimalizován pro dosažení nižšího mezního tlaku. Tato optimalizace spočívá v sériovém zapojení dvou rotačních olejových vývěv. Funkčnost tohoto řešení byla otestována při ostrém provozu aparatury, přičemž bylo ověřeno, že dochází k dosahování nižšího mezního tlaku.

Literatura

- [1] GROSZKOWSKI, Janusz. GROZSZKOWSKI, Janusz. Technika vysokého vakua. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1981
- [2] ŠPATENKA, Petr. Základy plazmových technologií. In: *Česká vakuová společnost* [online]. 2011 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: <http://vakspol.cz/lsvt05/Spatenka.pdf>
- [3] MATĚJÍČEK, Jan. *Plazmová modifikace materiálů pro medicínální účely*. České Budějovice, 2016.
- [4] HERAEUS, W.C. *60 Jahre Quarzglas: 25 Jahre Hochvakuumtechnik*. Hanau, 1961.
- [5] HAWKING, S. W. *Černé díry a budoucnost vesmíru*. Vyd. 1. Překlad Jiří Langer.
- [6] RUSŇÁK, Karel. Vakuová fyzika a technika. In: *Česká vakuová společnost* [online]. ZČU Plzeň, 2009 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: http://www.kfy.zcu.cz/Rusnak/sylabus.fyvtv.Rus_09.htm
- [7] HALLIDAY, David, Robert RESNICK a Jearl WALKER, DUB, Petr (ed.). *Fyzika. 2.*, přeprac. vyd. Překlad Miroslav Černý. Brno: VUTIUM, c2013. Překlady vysokoškolských učebnic. ISBN 978-80-214-4123-1.
- [8] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. *Encyklopedie fyziky: Tlak plynu z hlediska molekulové fyziky* [online]. Praha, 2006 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/596-tlak-plynu-z-hlediska-molekulove-fyziky>
- [9] SVOBODA, Emanuel. *Přehled středoškolské fyziky. 2.* přeprac. vyd. Praha: Prometheus, 1996. Učebnice pro střední školy. ISBN 80-7196-006-3.
- [10] KADLEC, Karel. *Snímače tlaku: Principy, vlastnosti a použití (část I.)* [online]. 2007, , <http://www.odbornecasopisy.cz/download/au020728.pdf> [cit. 2016-04-27]. ISSN 1210-9592.
- [11] KALČÍK, Josef a Karel SYKORA. *Technická termomechanika. 1.* vyd. Praha: ČAV, 1963.

- [12] PÁTÝ, Libor. *Vakuová technika*. 1. vyd. Praha: České vysoké učení technické, 1990. ISBN 80-01-00216-0.
- [13] CHAMBERS, Austin, R. K. FITCH a B. S. HALLIDAY. *Basic vacuum technology*. Bristol: Adam Hilger, 1991. ISBN 0-85274-128-6.
- [14] ČSN ISO 80000-1. *Veličiny a jednotky - Část 1: Obecně*.
- [15] ČSN ISO 80000-4. *Veličiny a jednotky - Část 4: Mechanika*.
- [16] WEISLER, G. L. a R. W. CARLSON. *Vacuum physics and technology*. New York: Academic Press, 1979. ISBN 0124759149.
- [17] EDITED BY KARL JOUSTEN a TRANSLATED BY C. BENJAMIN NAKHOSTEEN. *Handbook of vacuum technology*. 1st English ed. Weinheim: Wiley-Blackwell, 2008. ISBN 3527407235.
- [18] ERBEN, Milan. *Vakuová technika: Získávání a měření vakua, využití vakuových technologií*. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2008.
- [19] Získávání a měření nízkých tlaků. In: *Ústav fyziky a materiálového inženýrství* [online]. Zlín, 2009 [cit. 2016-04-26]. Dostupné z: http://ufmi.ft.utb.cz/texty/plazmochemie/PCH_05.pdf
- [20] ŠRAM, Vlastimil. *Funkční tenké vrstvy pro aplikace využívající pokročilé oxidační procesy*. České Budějovice, 2013.
- [21] KAI, L. *Vacuum Basic & Pumps: Lecture slideshow* [online]. In: . 2008 [cit. 2016-04-27].
- [22] DUBRAVCOVÁ, Viera. *Vákuová a ultravákuová technika*. 1. vyd. Bratislava: Alfa, 1992. ISBN 80-05-01090-7.
- [23] HABLĀNĀN, M.H. Engineering aspects of turbomolecular pump design. *Vacuum*. 2007, **82**(1), 61-65.
- [24] HULĀNSKÝ, V. *MSCHPL - Vakuové systémy: učební text* [online]. In: . 2008 [cit. 2016-04-27]. Dostupné z: <http://www.vscht.cz/sil/download/download.html>