

Vysoká škola strojní a textilní v Liberci
nositelka Řádu práce

Obor 23 - 21 - 8

Stroje a zařízení pro chemický, potravinářský a spotřební
průmysl

Katedra sklářských a keramických strojů

Název: Návrh laboratoře pro kontrolu ochranných vrstev na
obalovém skle

P a v e l S L A T I N S K Ý

KSK - 033

Vedoucí práce : ing. Eva Hašková CSc, VŠST Liberec
Konzultant : s. Krasl, ing. Dubček, Obas Teplice

Rozsah práce a příloh:

počet stran	58
počet příloh a tabulek	-
počet obrázků	20
počet výkresů	1
počet modelů nebo	
jiných příloh	-

Vysoká škola:strojní a textilní.....
Fakulta:strojní.....

Katedra:sklář. a keram. strojů
Školní rok:1981/82.....

DIPLOMOVÝ ÚKOL

pro Pavla S l a t i n s k é h o
obor 23-21-8

Protože jste splnil..... požadavky učebního plánu, zadává Vám vedoucí katedry ve smyslu směrnic ministerstva školství a kultury o státních závěrečných zkouškách tento diplomový úkol:

Název tématu: Návrh laboratoře pro kontrolu ochranných
..... vrstev na obalovém skle
.....

Pokyny pro vypracování:

Navrhněte metody měření tloušťky tenké vrstvy a jejich vlastností, především mechanických a principiálně příslušná zařízení pro měření.

Konstrukčně zpracujte přístroj na měření otěru pokovených lahví.

Proveďte technicko-ekonomické zhodnocení návrhu.

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ
VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ
ÚSTŘEDNÍ KANCELÁŘ
LIBEREC 1, STUDENTSKÁ 8
PSČ 461 17

Autorské právo se řídí směrnicemi
MŠK pro státní záv. zkoušky č.j. 31
727/02-81/2 ze dne 13. července
1962. Všechny listy XVII, sešit 24 ze
dne 31.3.1962 č.j. 113/53 Sb.

✓ 126 / 125

Rozsah grafických prací: cca 40 stran textu doložených příslušnými výpočty a výkresovou dokumentací

Rozsah průvodní zprávy:

Seznam odborné literatury: Eckertová, L.: Fyzika tenkých vrstev,
SNTL 1973
Firemní literatura

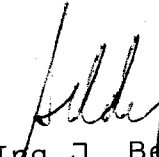
Vedoucí diplomové práce: Ing. Eva Hašková, CSc

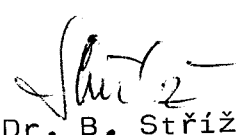
Konsultanti: s. Krasl, Ing. Dubček, Obas Teplice

Datum zadání diplomového úkolu: konečné zadání 23.9.1981

Termín odevzdání diplomové práce: 4.6.1982




Doc. Ing. J. Belda, CSc
Vedoucí katedry


Doc. RNDr. B. Stříž, CSc
Děkan

v Liberci dne 23. 9. 19 81

„ Místopřísežně prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval
samostatně s použitím uvedené literatury. ”

V Liberci dne 4. 6. 1982

Pavel Štěrba
.....

O B S A H

Úvod	6
1. Rozdělení tenkých a tlustých vrstev	7
2. Použití tenkých vrstev	8
2.1. Optické aplikace	9
2.2. Elektrické aplikace	10
2.3. Jiné aplikace	11
2.4. Použití tenkých vrstev SnO_2 na obalovém skle	12
3. Příprava tenkých vrstev	13
3.1. Chemické a elektrochemické metody	14
3.2. Fyzikální metody	15
3.2.1. Katodové rozprašování	16
3.2.2. Vypařování ve vakuu	16
3.3. Příprava tenkých vrstev SnO_2 na obalovém skle	19
4. Vlastnosti tenkých vrstev	19
4.1. Optické vlastnosti	
4.1.1. Odraz a lom světla tenkou vrstvou	
4.1.2. Odrazivost a propustnost monochromatického světla na skle s tenkou vrstvou	21
4.1.3. Odrazivost bílého světla na skle s tenkou vrstvou	24
4.2. Mechanické vlastnosti	26
4.2.1. Vnitřní pnutí v tenké vrstvě	26
4.2.2. Adheze a koheze tenkých vrstev	28
4.2.3. Klouzavost	31
4.3. Elektrické vlastnosti	32
4.3.1. Vodivost souvislých kovových vrstev	32
4.3.2. Vodivost kovových vrstev s ostrůvkovitou strukturou	34
4.3.3. Elektrické vlastnosti polovodičových vrstev	35

5. Měření vlastností tenkých vrstev	37
5.1. Měření tloušťky	39
5.1.1. Metody váhové	39
5.1.2. Metody elektrické	40
5.1.3. Metody optické	40
5.2. Měření adheze	43
5.3. Měření klouzavosti	44
6. Návrh vybavení laboratoře	45
6.1. Principiální návrh přístroje na měření tloušťky	45
6.2. Principiální návrh přístrojů na měření mechanických vlastností	47
6.2.1. Návrh přístroje na měření klouzavosti	48
6.2.2. Doplnující zařízení laboratoře	49
7. Konstrukční návrh přístroje na komplexní zkoušku adheze a otěruvzdornosti	50
8. Technicko-ekonomické zhodnocení	55
Závěr	57
Literatura	58

Ú V O D

V současné době představuje výroba skleněných obalů jeden z nejrozšířenějších způsobů využití skla i přesto, že po 2. světové válce se předpovídalo, že s nástupem plastických hmot skleněné obaly postupně zmizí z běžného užívání. Plastické hmoty opravdu prodělaly bouřlivý vývoj, avšak přestože je dnes jejich sortiment velmi široký, jejich vlastnosti a především ceny jim nedovolují neomezené rozšíření. A tak výroba skleněných obalů v celém světě stále roste. Tento růst se však týká spíše absolutního množství, protože procentuelní zastoupení skla pozvolna klesá, díky ještě rychlejšímu rozvoji plastických hmot.

Neklesající zájem o skleněný obalový materiál je dán hlavně jeho velice výhodnými vlastnostmi, díky kterým je dodnes v řadě případů nenahraditelný. Jedná se především o chemickou odolnost, průhlednost, zdravotní nezávadnost, o nízké výrobní náklady a v neposlední řadě i o množství nejrozličnějších tvarů, které můžeme ze skla vytvořit. Tyto výhody ve většině případů vyvažují dva největší nedostatky skla, a to jeho vysokou hmotnost a křehkost. Výrobci obalů hledají cesty jak tyto nedostatky omezit, např. vhodným zvolením tvaru se slabší stěnou lahve, úpravou suroviny (především složením sklářského kmene) nebo speciálním tepelným zpracováním už vytvarované lahve.

Jednou z úprav vedoucích k zvýšení pevnosti a ke zlepšení dalších vlastností obalového skla, je vytváření tenkých vrstev na vnějším povrchu obalů. Je to úprava, která se dnes běžně používá u nás i ve světě. Proto je nutné znát vlastnosti těchto vrstev a umět je měřit. Některým způsobem měření tloušťky, adheze, otěru a klouzavosti tenkých vrstev na obalovém skle je věnována má diplomová práce, jejíž 7. kapitola se zabývá konstrukcí přístroje na komplexní zkoušku adheze a otěruvzdornosti.

1. Rozdělení tenkých a tlustých vrstev

Nejdříve je nutno objasnit, co rozumíme pod pojmy „tenká“ a „tlustá“ vrstva, to znamená, do jaké tloušťky lze ještě považovat vrstvu za tenkou, a kdy ji nutno brát jako tlustou. Odpověď záleží na tom, zda ji pozorujeme ve světle monochromatickém či bílém.

U monochromatického světla můžeme považovat vrstvu za tenkou, aniž bychom se zabývali její absolutní tloušťkou. Ta se může pohybovat od několika nanometrů až po několik milimetrů. Jediným předpokladem je, aby tato vrstva byla homogenní. U bílého světla je odpověď mnohem snazší. Z tohoto hlediska můžeme říci, že tenké vrstvy jsou takové, na nichž lze v bílém světle pozorovat interferenční barvy, popřípadě tenčí, které tyto barvy ještě nejeví. Tlusté vrstvy jsou potom ty, u nichž interferenci už nelze pozorovat. V běžné praxi při denním světle můžeme interferenční barvy pozorovat pouze asi do dráhových rozdílů 5λ , kde λ je vlnová délka záření. Tato hodnota tedy určuje hranici pro tloušťku tenké vrstvy. Její absolutní vyjádření je možné ze vztahu pro dráhový rozdíl při kolmém dopadu a odrazu světla:

$$2nd = 5\lambda \quad (1)$$

kde n = index lomu vrstvy, λ = vlnová délka záření, d = tloušťka tenké vrstvy. Po $n = 1,5$ a $\lambda = 0,6 \mu\text{m}$ vypočteme mezní tloušťku

$$d = \frac{5\lambda}{2n} = 1 \mu\text{m}$$

Tenké vrstvy jsou tedy takové, jejichž tloušťka $d = 1 \mu\text{m}$. Vrstvy s tloušťkou větší, považujeme za tlusté.

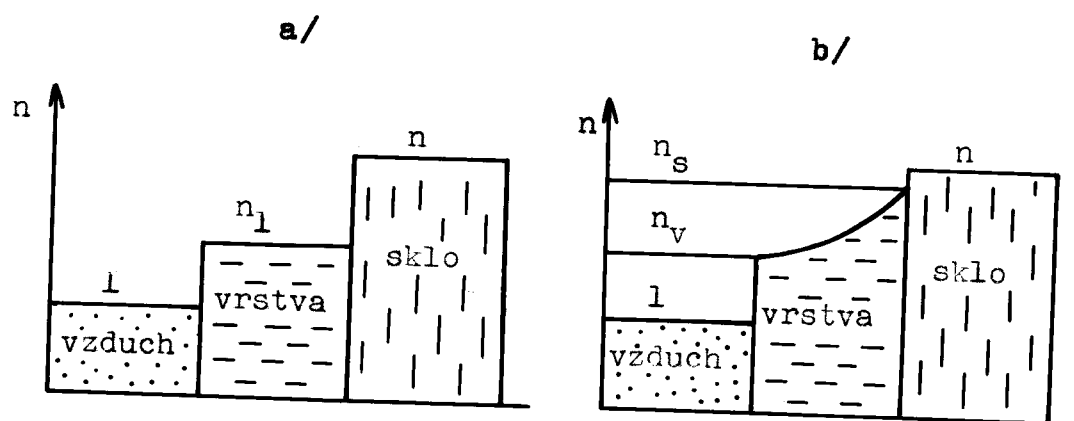
Při optických výpočtech se tenká a tlustá vrstva liší v tom, že u odrazu na tlusté vrstvě se počítá pouze s amplitudami,

kdežto u tenké vrstvy přistupují navíc ještě fázové rozdíly světelných paprsků ve vrstvě.

Z hlediska homogenity dělíme tenké a tlusté vrstvy na:

- a/ homogenní (index lomu je v celé vrstvě stálý)
- b/ nehomogenní (index lomu se s tloušťkou mění)

Jejich schematické znázornění je na obr. I.



obr. I.

2. Použití tenkých vrstev

Tenké vrstvy mají dnes velmi široké použití, které je závislé na jejich vlastnostech. Používají se především v optice a elektronice, ale též v elektronové mikroskopii, při různých laboratorních pracích atd. Na použití závisí výběr materiálu podložky a tenké vrstvy. Nejčastějším podkladem je sklo, keramika a kov, jako materiál tenké vrstvy jsou to různé kovy, popř. jejich slitiny nebo kysličníky, ale též látky nekovové.

2.1. Optická aplikace

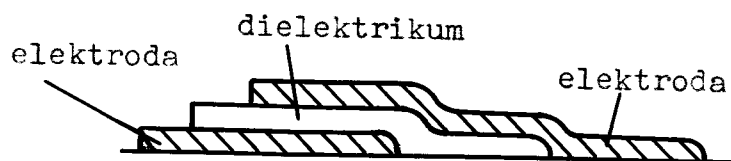
V této oblasti jsou to především různé vrstvy, které zvyšují nebo zmenšují odrazivost skla, jako zrcadla, interferenční filtry, polarizátory a podobně. U zrcadel jsou to hlavně

Rh, Al a Ag, které zvyšují odrazivost až do hodnot blížících se 100 %. Opačně např. u objektivů fotoaparátů potřebujeme dosáhnout co největší propustnosti světla. Jiným příkladem mohou být interferenční filtry, ať už jde o úzkopásmové, které vydělují ze spektra pouze úzkou část světla, nebo o širokopásmové, které propouštějí pásem několik. Mezi širokopásmové patří i filtry, které vydělují ze spektra určitou barvu a které se používají při vytváření barevných reprodukcí ve filmu či televizi. Další aplikací jsou vrstvy na okenních sklech, pohlcující sluneční záření (u nás licenční výroba skla Elektrofloat). V neposlední řadě mají tenké vrstvy svůj velký význam též v bižuterii. Zde se používají hlavně kovové a kysličnickové vrstvy a jejich účelem je vytvořit různé barevné efekty na skleněných výrobcích.

Všechny příklady využívají různých vztahů mezi indexy lomu vrstvy a podložky, tloušťkou tenké vrstvy a také možnosti několikanásobného nanášení různých vrstev na sebe.

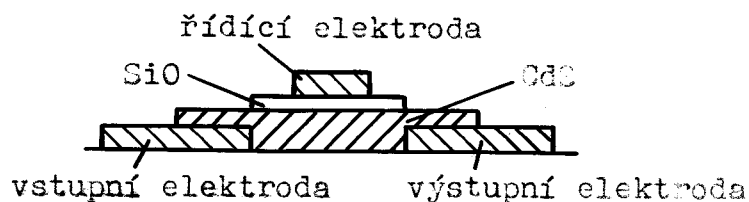
2.2. Elektrické aplikace

V elektronice se tenké vrstvy rozšířily především s požadavkem miniaturizace součástí. Proto byly vyvinuty miniaturní prvky, ze kterých se vytvářejí celé samostatné jednotky. Pro spojení prvků byly vyvinuty speciální tenkovrstvé kontakty a spoje, připravené vakuovým napařováním. Ag, Pt, Ti a slitina Ni-Cr se používají hlavně pro tenkovrstvé odpory. Pro kondenzátory (obr. 2) se dříve používal Al nebo Cd, dnes jsou to především Al_2O_3 , Ta_2O_5 a jako dielektrikum se používá TiO_2 .



obr. 2.

Obr. 3. ukazuje příklad tenkovrstvého tranzistoru, kde dielektrikum tvoří SiO_2 a polovodič CdS . Obdobně byly z tenkých vrstev i další elektronické prvky /3/.



obr. 3.

Jinou oblastí využití elektrických vlastností tenkých vrstev jsou povrchově vodivé, ale průhledné výrobky, jako různé laboratorní stolky nebo sterilizátory. Mohou se využívat také v letectví či v automobilech, prostě všude tam, kde je nutný nerušený výhled za nepříznivého počasí. Elektricky vodivé vrstvy se využívají i pro odvádění elektrostatických výbojů nebo jako termočlánky pro přesné měření povrchové teploty /5/.

2.3. Jiné aplikace

Z dalších vlastností se využívají též vlastnosti magnetické. Tenké vrstvy pro tyto účely se vytvářejí ze slitin Ni-Fe

nebo Fe-Co a používají se pro stavbu paměťových prvků /3/. V elektronové mikroskopii se napařením tenké vrstvy na zkoumaný předmět zviditelňuje reliéf jeho povrchu, popř. slouží tenká vrstva jako podložka (uhlíkové vrstvy).

Ve strojírenství se vrstvy kovů nebo kysličníků používají jako dekorativní, reflexní či antikorozní povlaky. Tyto vrstvy však většinou přesahují tloušťku 1 μm a uvádím je proto, že se připravují stejným způsobem jako vrstvy tenké /5/.

2.4. Použití tenké vrstvy SnO_2 na obalovém skle

Jak jsem uvedl již v úvodu, v posledních letech se značně zvýšily nároky na obalové sklo. V podstatě se požaduje zvýšení pevnosti při současném snížení hmotnosti obalů a zachování jejich kladných vlastností (průhlednost, zdravotní nezávadnost, chemická odolnost).

Jedním z velmi rozšířených způsobů zlepšování vlastností obalového skla, je vytváření tenkých vrstev na vnějších povrchu obalů, tzv. „horký postřik“. Příprava těchto vrstev a popis zařízení používaných v našich sklárnách, jsou uvedeny v kapitole 3.3. Výsledkem úpravy je podstatné zvýšení odolnosti povrchu proti mechanickému poškození a snížení koeficientu tření, a protože pevnost závisí na neporušenosti povrchu, i zvýšení pevnosti. Statický koeficient klesá až na 0,08 (obvyčejné sklo 0,18), několikanásobně se zvýšila otěruvzdornost, povrch získal vysoký lesk, protože SnO_2 má index lomu 1,82 a zvyšuje odrazivost až na 14 % (obvyčejné sklo pouze 4,2 %). Pevnost proti vnitřnímu přetlaku se zvýšila až o 85 % (dle druhu lahví, běžně o 35 %). Přitom je tato vrstva stálá a nevadí při potisku /6/. Optimální požadavky na tloušťku vrstvy jsou 3 - 20 nm (dle hodnocení v NSR), přičemž v oblasti korun-

ky má být zušlechťení co nejmenší, protože zde při silné vrstvě SnO_2 dochází ke korozi korunky, což je vzhledem k hygienickým požadavkům nepřípustné. Silnější vrstvy také způsobují potíže při depaletizaci a při automatické kontrole čistoty, kdy dochází díky interferenčním barvám k vyřazování jinak dobrých obalů /9/.

Zajímavé je, že otěruvzdornost se vyvinuje postupně, jak lahve chladnou. To způsobuje potíže při balení, a proto se tento nedostatek odstraňuje postřikem organickou sloučeninou (tzv. „studený postřik“), která nejen že způsobí okamžitý vývin otěruvzdornosti, ale dále zvyšuje klouzavost a pevnost v nárazu. Tento postřik se provádí při teplotách okolo 100°C a používá se k němu jak stříkacího, tak i odpařovacího způsobu nanášení. Při stříkání se používá emulze a stříkací zařízení podélně nebo příčně pojíždí chladicí pecí. Při odpařování se ochranný prostředek prohání krytem s lahvemi pomocí ventilátoru. Výhodou tohoto způsobu je, že nevyžaduje přesné srovnání výrobků na pase /9/.

Závěrem nutno říci, že nejlepších výsledků se dosahuje právě při kombinaci obou postřiků, protože jejich účinky se doplňují.

3. Příprava tenkých vrstev

Tenké vrstvy se dají připravit dvěma základními způsoby. Jde o metody chemické a elektrochemické a metody fyzikální. Podrobně se jimi zabývá /3,2/. V této kapitole uvedu pouze jejich přehled a podrobně se zmíním o zařazení pro nanášení tenkých vrstev SnO_2 , při výrobě skleněných obalů.

3.1. Chemické a elektrochemické metody

a/ Elektrolytické nanášení :

Při této metodě je kov, který chceme nanášet, v roztoku jako kationt. Vnořením elektrod do roztoku se kladné ionty přitahují ke katodě a kov se na ní vylučuje. Množství vyloučeného kovu záleží pochopitelně na velikosti procházejícího proudu a čase. Takto se vytvářejí vrstvy na kovových podkladech a jejich vlastnosti závisí také na složení elektrolytu.

b/ Elektrolytické nanášení bezproudové :

Princip této metody je obdobný jako v případě a/, ale kov se zde vylučuje bez působení vnějšího napětí. Rychlost růstu vrstvy závisí na teplotě elektrolytu, někdy se proces urychluje katalyzátorem.

c/ Anodická oxidace :

Zatímco první dva způsoby slouží pro nanášení vrstev čistých kovů, tato metoda se používá pro nanášení vrstev kysličníků. Zoxidovaný kov tvoří anodu a z elektrolytu pohlcuje kyslíkové ionty. Ty vlivem elektrického pole difundují skrz již vytvořenou vrstvu kysličníků a slučují se s dalšími atomy na nové molekuly kysličníku. Tloušťka vrstvy závisí na intenzitě elektrického pole a době oxidace. Tak je tomu u elektrolytů, které nově vznikající kysličníky rozpouštějí, takže jejich vrstva je porézní a oxidace pokračuje těmito póry. U elektrolytů, které vrstvu kysličníků nerozpouštějí, oxidace po dosažení určité tloušťky dále nepokračuje a tloušťka je tedy závislá pouze na napětí. To je výhodné pro její snadnou regulaci.

K této metodě patří i oxidace tepelná, při níž vzniká tenká vrstva kysličníku na některých kovech již při pokojové teplotě a zvýšením této teploty se tloušťka vzniklé vrstvy zvětšuje. V praxi se tato oxidace používá pro oxidaci Si, která vede k vytvoření vrstvy s velmi dobrými izolačními vlastnostmi.

d/ Nanášení z plynné fáze :

Tato metoda je velmi rozšířená v polovodičové technice, při přípravě tenkých monokrystalických, extrémně čistých vrstev. Využívá se v ní více typů chemických reakcí, jako např. pyrolýza (rozklad za vysoké teploty) nebo fotolýza (rozklad při dopadu infračerveného či ultrafialového záření) plyných sloučenin.

e/ Absorpce :

Touto metodou se připravují velmi tenké vrstvy difuzí látky zevnitř podložky. Jde např. o toriovaný wolfram, který obsahuje určité procento ThO_2 . Při vyžhavení se tento kysličník částečně rozloží a torium difunduje k povrchu, kde vytvoří tenkou vrstvu.

Závěrem lze říci, že chemické a elektrochemické metody přípravy tenkých vrstev se hodí pouze pro některé látky, třebaže se jedná o metody dnes již dokonalé.

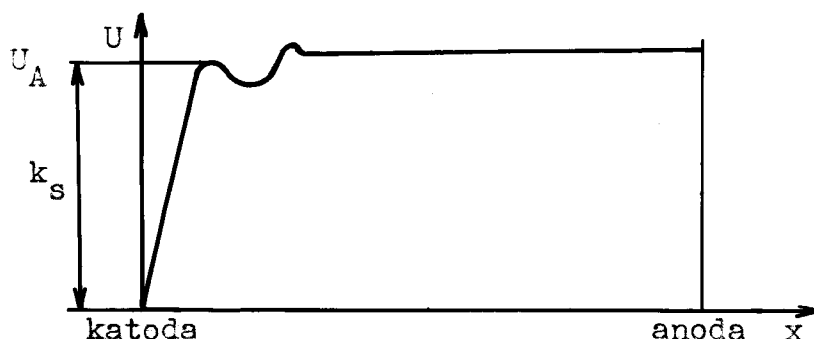
3.2. Fyzikální metody

Fyzikální metody jsou nejuniverzálnějšími metodami přípravy tenkých vrstev. Nejdůležitějšími z nich jsou vypařování ve vakuu a katodové rozprašování.

3.2.1. Katodové rozprašování

Princip této metody spočívá v tom, že materiál, který nanášíme, tvoří v systému katodu. Zařízení pracuje s doutnavým výbojem v inertním plynu, při tlaku kolem 10 Pa a napětí několika kilovoltů. Tenká vrstva vzniká na anodě. U doutnavého výboje není potenciál mezi elektrodami rozložen rovnoměrně, ale u katody se vytváří tzv. katodový spád (obr. 4.). Kladné ionty jsou unášeny směrem ke katodě a dopadají na ní rychlostí, kterou získaly v prostoru katodového spádu k_s , jehož velikost závisí na materiálu katody a druhu inertního plynu. Tím se z katody uvolňují částičky materiálu, které se usazují v okolí, tedy i na anodě. Poměrně vysoký tlak má však za následek, že na povrch dopadá i značné množství molekul plynu, které tak mohou znečišťovat vrstvu. Proto byly vytvořeny speciální systémy katodového rozprašování [3/].

Mezi ně patří nízkotlakové metody. Byly zavedeny proto, že rychlost rozprašování je přímo úměrná proudu výboje. Velké výbojové proudy však potřebují dostatečně vysoké tlaky, což vede k znečištění vrstvy. Proto byly vyvinuty systémy, které různými



obr. 4.

způsoby zvyšují ionizační účinek, při současném snížení tlaku v systému. Je to např. zavedení pomocné termokatody, která emituje elektrony nezávisle na tlaku, popř. vložení magnetického

pole, které zakřivuje dráhy elektronů, nebo uspořádání, při němž se plyn vpouští do prostoru pomocného výboje, odděleného od hlavního recipientu, takže mezi nimi je tlakový rozdíl.

Kladem metody katodového rozprašování je to, že jeho rychlost lze dobře řídit, a že takto můžeme připravovat i vrstvy z kovů, které mají vysoký bod tání a vypařují se obtížně. Je však náročné na předběžnou přípravu.

3.2.2. Vypařování ve vakuu

Jde o v současné době nejrozšířenější metodu vytváření tenkých vrstev, která poskytuje i vrstvy extrémně čisté. Její princip je jednoduchý. Při zahřívání se z látky uvolňují atomy. Máme-li uzavřený systém, při dané teplotě se vytvoří ustálený stav. Není-li systém v rovnováze (v určité části je nižší teplota), potom v této části páry kondenzují. Tím se vytvoří podmínky pro přenos látky z vypařovacího prvku na podložku.

Atomy se pohybují přímočaře. Aby se na dráze mezi vypařovadlem a podložkou s ničím nesrazily, musí se proto vytvořit vysoké vakuum. To je důležité i z toho důvodu, že částice zbytkových plynů dopadají též na podložku a znečišťují vrstvu. Při vytváření extrémně čistých vrstev musíme tedy pracovat v oblasti ultravysokého vakua (až 0,001 Pa). Při vypařování slitin existuje nebezpečí, že vypařovaná látka disociuje, její složky se budou vypařovat s různou rychlostí a tedy, že složení vrstvy bude jiné než složení výchozí slitiny. V praxi se ukázalo, že čím vyšší je vypařovací teplota, tím méně je složení ovlivněno.

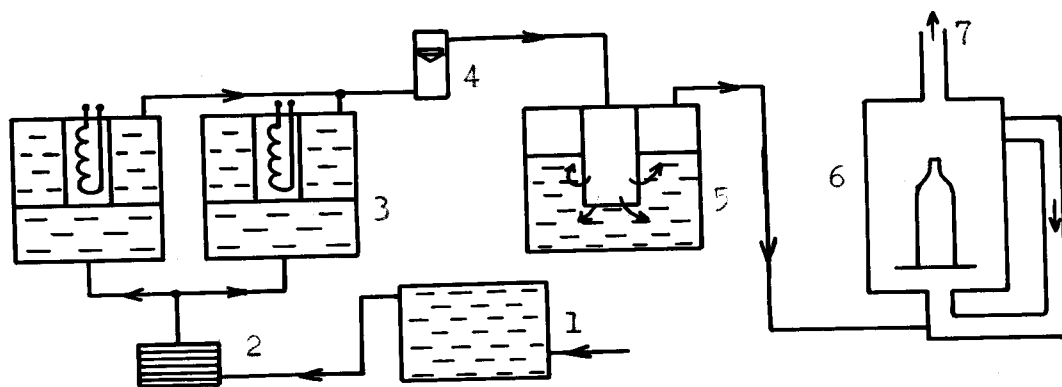
3.3. Příprava tenkých vrstev SnO₂ na obalovém skle

Pro tyto účely se používá metoda napařování pyrolýzou par. Vhodné sloučeniny jsou SnO₂ a TiO₂. Vzhledem k cenovým relacím

a srovnáním dosahovaných výsledků je SnO_2 rozšířenější a u nás jediné používaný. Výchozí sloučeniny pro nanášení jsou dvě, přičemž každá má své specifické vlastnosti, které ovlivňují celou technologii pokovování.

První je SnCl_4 . Je to bezbarvá dýmající kapalina, obsahující 45,5 % Sn. Při styku s kovem je silně korozivní, při styku s vodou nebo vzdušnou vlhkostí se rozkládá za vzniku HCl . Toto je velmi nepříjemné, a proto je nutno ve vyvíječi par SnCl_4 použít jako nosného média vzduchu velmi čistého a dobře vysušeného. Potom dochází na povrchu horkého skla k rozkladu a na povrchu obalu se vytváří povrchová vrstva SnO_2 . V našich sklárnách se pro aplikaci SnCl_4 používá zařízení DZ - 2A, které vyrábí k. p. Sklostroj Turnov (obr. 5). Vzduch se v něm vysuší a zbaví nečistot, a dále se v požadovaném množství vede do vybíječe, kde se nasycuje parami SnCl_4 . Směs se pak přivádí přes ventilátor do nanášecí komory, kde se vytváří ochranná vrstva. Zplodiny chemické reakce se odvádějí ven a přebytečná směs se nasává zpět ventilátorem, obohacuje se o novou a vede znovu do komory. Tloušťka vrstvy se reguluje množstvím přiváděného vzduchu.

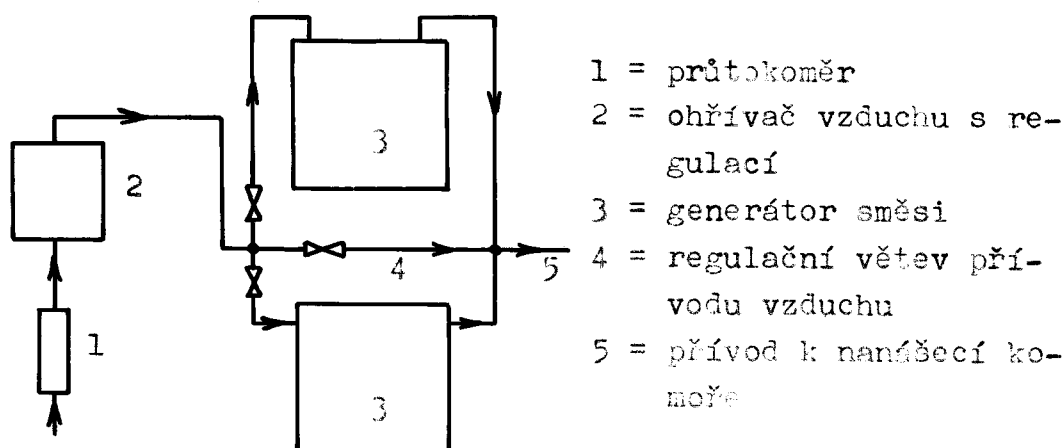
Nejdůležitější data: rosný bod vzduchu -40°C
teplota výrobků $450 - 600^\circ \text{C}$
spotřeba SnCl_4 3 - 5 kg/den



1 = hrubý odlučovač vody, 2 = jemná filtrace, 3 = sušení vzduchu,
4 = regulace, 5 = průtokoměr, 6 = vyvíječ par SnCl_4 , 7 = napařovací
tunel, 7 = odťah škodlivin komínem

obr. 5.

Druhou sloučeninou je dichlordimetylcín $(\text{CH}_3)_2\text{SnCl}_2$, což je bezbarvý krystalický prášek s obsahem Sn 54 %. Je slabě koro-
zivní a za normální teploty sublimuje. Jeho směs se vzduchem se
tvoří při teplotách 60 - 100° C přiváděním vzduchu do nádoby
s činidlem. Výhoda je, že můžeme použít atmosférický vzduch,
spotřeba činidla je nižší a zařízení je jednodušší. Jeho proto-
typ vyrobili v roce 1980 v k. p. Sklostroj pod označením P 010-150.
Schema tohoto zařízení je na obr. 6.

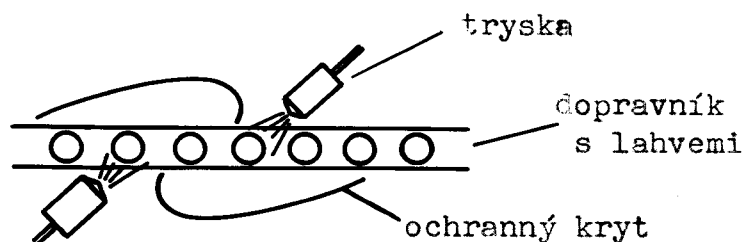


obr. 6.

Zařízení používá vzduch z centrálního rozvodu, který je veden
přes elektrický ohříváč do nádoby s dichlordimetylcínem. Tam
způsobuje svojí teplotou intenzivní odpařování a vytváření směsi.
Ta se vede do nanášecí komory, kde se páry na horkém povrchu skla
rozkládají na metylchlorid a kovový Sn, který okamžitě zoxидуje
na SnO_2 a vytváří homogenní tenkou vrstvu. Zařízení má opět
cirkulační a odťahový systém.

Nejdůležitější data: teplota vzduchu 80 - 110°C
teplota výrobku okolo 500°C
spotřeba $(\text{CH}_3)_2\text{SnCl}_2$ 1,5 - 1,7 kg/den

Ze zahraničních zařízení n. p. Sklářny Moravia Kyjov používá zařízení Pentahood firmy AGR (USA). Jde o zařízení, které k nanášení vrstvy používá stříkání roztoku SnCl_4 na horký povrch lahví, obdobně jako při stříkání barev vzduchovou pistolí. Jde o zařízení velmi jednoduché, ale nevýhodou je nutnost použít při jeho konstrukci vysoce kvalitní materiály (trysky z titanové slitiny, hadice ze speciálního teflonu), protože roztok je velmi agresivní. To zatím brání jeho výrobě v našich podmínkách. Schema uspořádání je na obr. 7.



obr. 7.

Protože přípravky, které se pro napařování používají, se dovážejí z kapitalistických států, a jsou velmi drahé, zabývá se v poslední době Výzkumný ústav sklářský v Trenčíně zkoumáním jejich náhrady organickými sloučeninami Al a Zn. O výsledcích mi však zatím není nic známo.

4. Vlastnosti tenkých vrstev

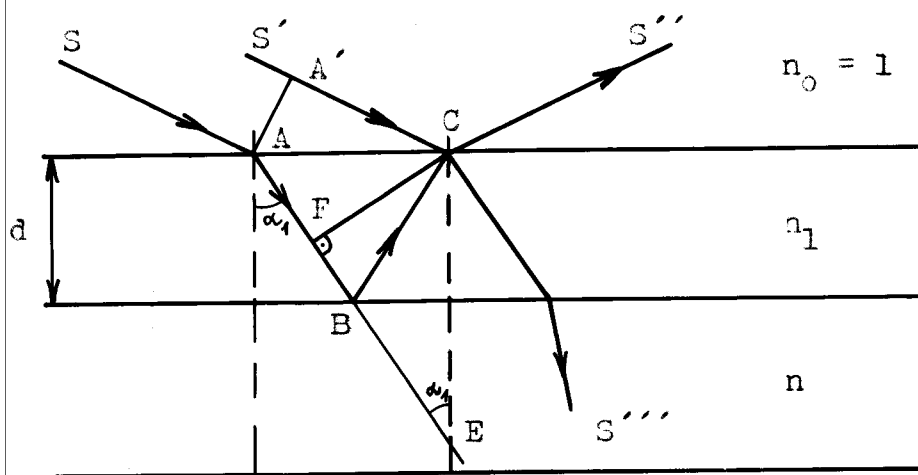
4.1. Optické vlastnosti

Optické vlastnosti tenkých vrstev jsou velmi důležité, protože podstatně ovlivňují vlastnosti podkladového transparentního

materiálu, čehož se využívá v nejrůznějších oblastech optiky. Podrobně se jimi zabývá /1/.

4.1.1. Odraz a lom světla tenkou vrstvou

Sledujeme dva rovnoběžné paprsky S a S' (obr. 8.), které dopadají na tenkou vrstvu o indexu lomu n_1 a tloušťce d . Paprsek S se na prvním rozhraní láme, na druhém rozhraní odráží a na prvním láme zpět do původního prostředí. Paprsek S' se na prvním rozhraní odráží a oba postupují stejným směrem jako paprsek S''



obr. 8.

a interferují. Paprsky S a S' , které se lámou a postupují týmž směrem jako paprsky S'' , interferují stejně. Podmínky interference určuje jejich dráhový rozdíl. Paprsek S' dorazí z bodu A' do bodu C a paprsek S dorazí z bodu A do F , přičemž obě dráhy jsou opticky rovnocenné. Jejich dráhový rozdíl se dá vyjádřit jako $\overline{FB} + \overline{BC}$. Protože $\overline{BC} = \overline{BE}$, dá se tento rozdíl vyjádřit též $\overline{FE}$. Z trojúhelníka CFE pak dostaneme:

$$\overline{FE} = 2d \cdot \cos \alpha_1$$

kde α_1 = úhel lomu ve vrstvě. Paprsek S prochází vrstvou o indexu lomu n_1 , opticky rovnocenný dráhový rozdíl je tedy:

$$x = 2n_1d \cdot \cos \alpha_1 \quad (2)$$

a příslušný fázový rozdíl je potom

$$\delta = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot 2n_1d \cdot \cos \alpha_1 \quad (3)$$

kde λ = vlnová délka záření. Interferencí obou paprsků se mění odrazitelnost a prostup záření systémem. Je-li dráhový rozdíl sudým násobkem půlvln, nastává zesílení světla, je-li lichým násobkem půlvln, nastává zeslabení. Odraz tedy závisí na indexech lomu skla n a vrstvy n_1 a na dráhovém rozdílu světelných paprsků ve vrstvě, tzn. na tloušťce d .

Poměr intenzity světla odraženého a dopadajícího kolmo na rozhraní, nazýváme odrazivost a značíme jej ρ . Prakticky se intenzita dopadajícího světla bere rovna 1 a odrazivost tedy přímo udává intenzita odraženého světla. Doplňkem k odrazivosti je propustnost, označovaná τ , což je, podobně jako u odrazivosti, intenzita světla prošlého vrstvou. Pro průhledné vrstvy vždy platí:

$$\rho + \tau = 1 \quad (4)$$

Při podrobnějším zkoumání odrazivosti a propustnosti musíme opět rozlišovat, zda se jedná o světlo monochromatické či bílé.

4.1.2. Odrazivost a propustnost monochromatického světla na skle s tenkou vrstvou

V tomto případě dostaneme pro mezní případy odrazu světla tyto vztahy:

a/ maximum

$$\rho_{\max} = \left(\frac{n - n_0}{n + n_0} \right)^2 \quad (5)$$

Ze vzorce (5) vyplývá, že pokud nanese na sklo tenkou vrstvu o stejném indexu lomu jako sklo, pak se odrazivost nemění.

b/ minimum

$$\rho_{\min} = \left(\frac{n_1^2 - nn_0}{n_1^2 + nn_0} \right)^2 \quad (6)$$

U maxima musí pochopitelně platit, že dráhový rozdíl je roven sudému počtu násobku půlvln a u minima lichému, jak už bylo uvedeno výše. Pak o tom, kdy nastane maximum nebo minimum odrazu světla, rozhodují pouze indexy lomu jednotlivých prostředí. V [1] autor udává celkem 6 případů různých kombinací indexů lomu podložky n , vrstvy n_1 a původního prostředí n_0 , které se v optické praxi zužují na dva, protože index lomu původního prostředí, tj. vzduchu $n_0 = 1$:

1/ $n_1 < n$:

Jde o dva odrazy na opticky hustším prostředí ($n_0 < n_1$), a tedy jde o 2 změny fáze v opačnou. V počátku, kdy dráhový rozdíl $x = 0$ je odrazivost maximální, pak klesá, až pro $x = 0,5\lambda$ je odrazivost minimální, poté opět roste a maximum je pro $x = \lambda$. Další minimum je pro $x = 1,5\lambda$. Z průběhu plné křivky (obr. 9) vidíme, že tyto vrstvy odrazivost snižují. Pro praxi je důležité, že v tomto případě nezáleží na tom, zda použijeme pro snížení odrazivosti 1. minimum nebo některé další, což však nelze říci pro světlo bílé.

Odrzivost skla lze dokonce úplně odstranit, tzn., že pomocí vhodné tenké vrstvy můžeme dosáhnout tzv. „neviditelné sklo“,

které žádné světlo neodráží a tedy všechno světlo prochází do dalšího optického prostředí. Podmínka pro index lomu takovéto vrstvy plyne ze vztahu (6), kde $\varphi = 0$:

$$n_1^2 - nn_0 = 0, \text{ a z toho plyne } n_1 = \sqrt{nn_0} \quad (7)$$

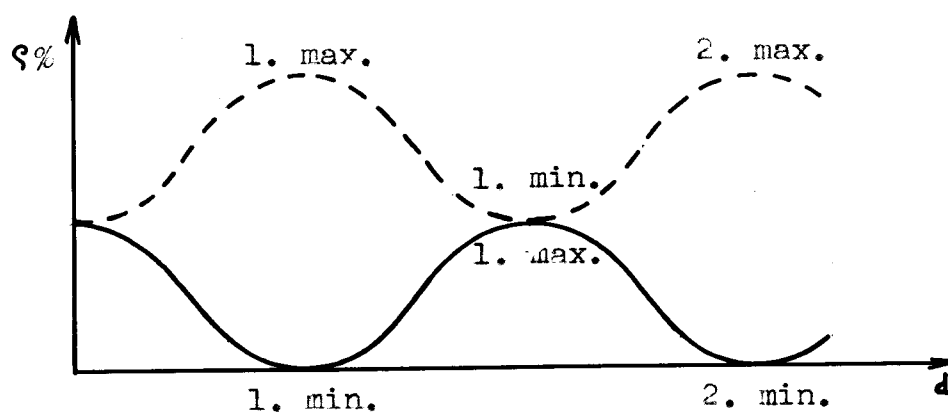
Vztah (7) se nazývá Strongova amplitudová podmínka a tuto doplňuje druhá, pro fázový rozdíl paprsků ve vrstvě, který se musí rovnat

$$x = \frac{2\pi}{\lambda} 2 n_1 d = \pi, 3\pi, 5\pi \dots \quad (8)$$

Ze vztahu (8) dostaneme potřebnou tloušťku vrstvy d , která závisí na vlnové délce světla λ . Z toho je vidět, že tuto podmínku můžeme splnit pouze pro monochromatické světlo.

2/ $n_1 > n$:

Zde jde o jeden odraz na opticky hustším prostředí, což odpovídá jedné změně fáze v opačnou. Proto jsou minima a maxima odrazivosti opačná než v případě 1/. V počátku je odrazivost minimální, pro $x = 0,5\lambda$ je maximální atd. Z průběhu čárkované křivky (obr. 9) vidíme, že tato vrstva odrazivost zvyšuje, přičemž opět nezávisí na tom, zda použijeme v praxi 1. maxima či některého dalšího.



obr. 9.

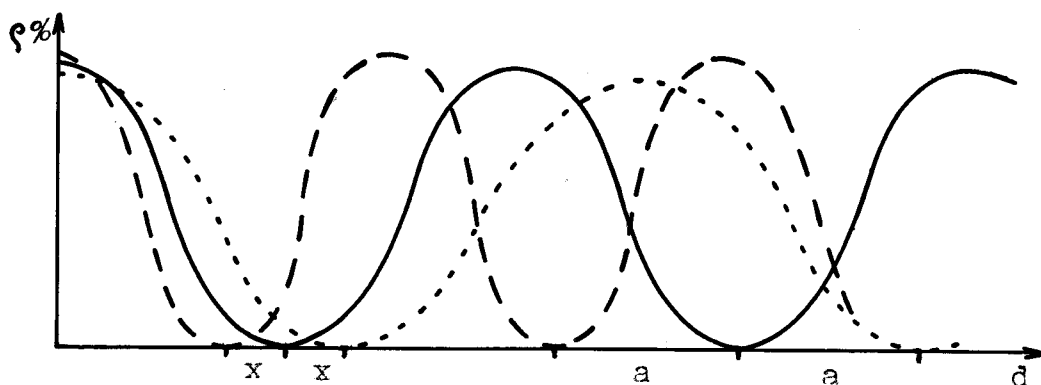
Až dosud jsem se zabýval pouze odrazivostí skla s tenkou vrstvou. Dle vztahu (4) však můžeme předchozí závěry snadno převést na propustnost, která tvoří doplněk odrazivosti na 1. Z toho plyne, že všude kde jsou minima odrazivosti, jsou maxima propustnosti a opačně. Rozbor vzorců pro propustnost tyto závěry potvrzuje.

4.1.3. Odrazivost bílého světla na skle s tenkou vrstvou

Závěry předchozí kapitoly platí plně pouze pro monochromatické světlo. V praxi však jde v drtivé většině případů o světlo bílé, které je složené. Proto se musí tyto výsledky doplnit.

Obr. 10. ukazuje závislost odrazivosti ρ na tloušťce tenké vrstvy d pro tři různé vlnové délky λ z viditelného spektra:

- | | |
|--|--------------------|
| $\lambda_1 = 434 \text{ nm}$ fialové světlo | (čárkovaná křivka) |
| $\lambda_2 = 546,1 \text{ nm}$.. žlutozelené světlo | (plná křivka) |
| $\lambda_3 = 656,3 \text{ nm}$.. červené světlo | (tečkovaná křivka) |

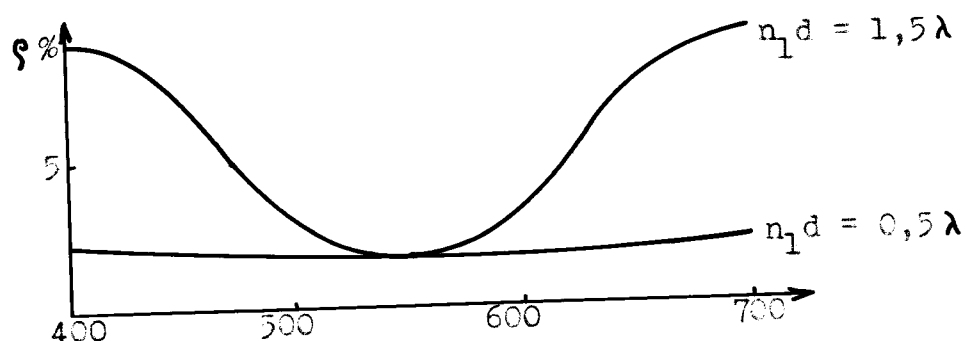


obr. 10.

Z něj plyne, že pro minimum odrazu vyhovuje taková tloušťka vrstvy, která odpovídá prvnímu minimu odrazu pro žlutozelené světlo. Přitom červený a fialový okraj spektra trochu odráží - proto, při kolmém pohledu na sklo s takovouto vrstvou v denním světle, vidíme purpurovou barvu. Při druhém minimu jsou

poměry už mnohem složitější, protože fialová barva má už 2. maximum, zatímco červená barva je teprve kousek za 1. maximem. S rostoucí tloušťkou se stále více uplatňují maxima jiných oblastí a vrstva se stává tlustou.

Pro hodnocení odrazivosti tenké vrstvy v bílém světle však musíme přihlížet k odrazivosti jednotlivých složek spektra v celém rozsahu. Tento průběh udává obr. 11., na kterém jsou uvedeny závislosti skla s vrstvou o optické dráze $n_1 d = 0,5\lambda$ (první minimum) a $n_1 d = 1,5\lambda$ (druhé minimum) na vlnové délce λ .



obr. 11.

Také z něj plyne, že pro praxi má význam pouze 1. minimum, protože pro 2. minimum $n_1 d = 1,5\lambda$, odrazivost silně závisí na vlnové délce, kdežto v případě prvního minima je křivka poměrně rovnoměrná. Chceme-li tedy jednou tenkou vrstvou snížit co nejvíce odrazivost, musíme volit tloušťku vrstvy tak, aby byla splněna podmínka prvního minima pro žlutozelenou barvu. Obecně lze tuto tloušťku vyjádřit vztahem:

$$d = \frac{\lambda}{4 \cdot n_1} \quad (9)$$

Závěrem je třeba připomenout, že uvedené vztahy (5) - (9) platí pouze pro kolmý dopad světla na tenkou vrstvu a do 30°

platí přibližně. Intenzita odraženého světla je však u skla s tenkou vrstvou snížena proti sklu čistému i pro větší úhly. To je však ku prospěchu propustnosti, neboť o co se sníží odrazivost, o to se zvýší propustnost. S pomocí tenké vrstvy lze tedy odraz zvýšit, snížit nebo úplně odstranit. Z tohoto hlediska jsou tenké vrstvy důležitým pomocníkem v optice, při výrobě přístrojů.

4.2. Mechanické vlastnosti

Mechanické vlastnosti tenkých vrstev jsou velmi důležité pro všechny oblasti jejich použití. Vnitřní pnutí ve vrstvě, popřípadě nedostatečná adheze k podložce, vedou k poškození tenké vrstvy, což má za následek zničení systému podložka-tenká vrstva.

Mezi nejsledovanější mechanické vlastnosti patří vnitřní pnutí, adheze a koheze /3/. Stejně jako ostatní vlastnosti systému, jsou podstatně ovlivněny jejich strukturou, ta zase způsobem přípravy, a protože faktorů ovlivňujících strukturu je velmi mnoho, je obtížné interpretovat jednoznačné závislosti mezi mechanickými vlastnostmi a parametry přípravy vrstev. Také jejich experimentální sledování je obtížné, vzhledem k tomu, že samotný objekt /=tenká vrstva/ je velmi jemný.

4.2.1. Vnitřní pnutí v tenké vrstvě

Pnutí v tenkých vrstvách je v podstatě dvojího druhu:

- a/ pnutí tepelná (vlivem rozdílných koeficientů roztažnosti podložky a vrstvy)

b/ pnutí vlastní

K tepelnému pnutí dochází vlivem změn teploty při napařování a při následujícím chladnutí. Dojde k rozdílnému smrštění podložky a vrstvy a dojde k pnutí o velikosti

$$S = (\alpha_v - \alpha_p) \cdot \Delta T \cdot E_v \quad (10)$$

kde α_v a α_p = střední koeficienty roztažnosti vrstvy a podložky, ΔT = rozdíl teplot při nanášení a při měření, E_v = Youngův modul pružnosti.

Protože α skla (podložky) je nižší než α nanášených vrstev, vzniká při kladném rozdílu teplot pnutí tahové, při záporném tlakové. Tepelné pnutí je důležité zejména tam, kde jsou vlastní pnutí malá. Určitým problémem při posuzování velikosti tohoto pnutí je přesné stanovení teploty, při které vrstva vzniká, protože ta se obvykle liší od teploty podložky, kterou měříme. Skutečná teplota závisí také na tepelném záření vypařovacího zdroje a na teple, které se uvolňuje při vzniku vrstvy.

Pnutí vlastní závisí na mnoha různých faktorech a dosahují poměrně velkých hodnot. U kovů a dielektrik nanášených při nižších teplotách jsou to pnutí většinou tahová, ale uvnitř vrstvy nemusí být jejich charakter stálý. Střední pnutí je však na tloušťce vrstvy nezávislé, nezávisí ani na materiálu podložky, avšak závisí na rychlosti nanášení vrstvy a teplotě podložky.

Jednou z příčin vlastního vnitřního pnutí je například skutečnost, že teplota vrstvy a teplota podložky při napařování je různá a navíc se tyto teploty mohou během vytváření měnit, takže vrstva vzniká za nestálých podmínek. Dalšími příčinami mohou být fázové přeměny a s nimi související objemové změny, u velmi tenkých vrstev i rozdílné povrchové napětí na rozhraních

vrstva-podložka a vrstva-vzduch, nebo též elektrostatické efekty.

Celková pnutí ve vrstvách, vzniklá součtem pnutí tepelných a vlastních, mohou někdy překročit pevnost samotné vrstvy a tím může dojít k jejich roztržení nebo k zborcení, podle toho, zda výsledné pnutí bude tahové nebo tlakové.

4.2.2. Adheze a koheze tenkých vrstev

Adheze a koheze jsou vlastnosti důležité především v běžném provozu. Jejich vysoká hodnota umožňuje manipulaci s vrstvami bez nebezpečí poškození nebo odloupnutí.

Adhezí rozumíme sílu, potřebnou na odtržení vrstvy od podložky, na které vrstva ulpívá. Koheze je dána velikostí vazebních sil uvnitř vrstvy a její mechanickou odolností proti otěru. Principy adheze a koheze byly sledovány řadou autorů a jejich teorie, které podstatu adheze a koheze vysvětlují, vycházejí ze tří druhů vzájemných vazeb mezi podložkou a vrstvou:

- a/ vazba molekulárně-fyzikální (Van der Walsovými silami), která vyplývá ze struktury podložky a vrstvy
- b/ vazba chemická, působící vedle molekulárně-fyzikální a obě tyto vazby se sčítají
- c/ vazba elektronová, daná velikostí elektrického pole mezi nanesenou vrstvou a podložkou

Adheze mezi kovem a sklem je dána hlavně čistotou podložky, přičemž za nejlepší se považuje stav, kdy ještě nedošlo na povrchu podložky k vytvoření monomolekulární vrstvy absorbovaných plynů, vznikající samovolně při vysokém stupni vakua. Dalším důležitým činitelem je charakter a kvalita rozhraní mezi podložkou a vrstvou, tzn. členitost povrchu podložky. Zde je

nejvýhodnější, když se vytvoří oxidační přechodová vrstva, která adhezi podstatně zvýší. Jde tedy o dva zdánlivě protichůdné požadavky, ale ve skutečnosti monomolekulární vrstva tvoří znečištění, kdežto mezivrstva vzniká reakcí kyslíku s částicemi vypařovaného kovu v plynné fázi a kondenzuje na podložce již jako kysličník, podporující adhezi. Zoxidované atomy kovu potom tvoří spojovací článek mezi povrchem skla a vlastní kovovou vrstvou. Z této hypotézy vyplývá, že kovy, které snáze oxidují, vykazují i vyšší stupeň adheze ke sklu, což potvrzují i výsledky prací provedených v zahraničí. Dále bylo zjištěno, že adheze je závislá též na vzdálenosti podložky od vypařovacího zdroje, a že hodnoty adheze se s časem mění (většinou se zvyšují). Protože po vytvoření už vrstva není vystavena fyzikálnímu působení, vysvětluje se toto chemickou vazbou. Ta vysvětluje i vysoké rozdíly naměřených hodnot adheze. Podrobněji se adhezí různých kovů ke sklu zabývá /4/.

Teorií, která dosud nepronikla do obecného podvědomí, je případ c/, to je elektronová teorie adheze vrstev. Jejím autorem je B. Derjagin, který ji zveřejnil v roce 1954. Pomocí jednoduchého experimentu, při kterém měřil práci potřebnou k odtržení vrstvy od podložky, zjistil, že spotřebovaná práce je řádově několikrát větší, než by podle teorií a/ a b/ měla být. Průvodní jev, který byl při experimentu pozorován (jiskření, doprovázené zvukovými efekty) se stal základem pro vypracování této teorie.

Při kontaktu dvou těles vzniká na jejich rozhraní elektrická dvojvrstva (obr. 12.). Je to tím, že na jedné straně vzniká přebytek jednoho druhu náboje a na druhé straně stejně velký přebytek náboje opačného.

$$\begin{array}{cccccccc} + & + & + & + & + & + & + & + \\ \hline - & - & - & - & - & - & - & - \end{array}$$

Obr. 12.

Současně dochází i ke vzniku rozdílů potenciálů, kdy přenos náboje z jedné látky do druhé (jiskřením) je spojen s vynaložením práce na překonání elektrických sil, které působí na rozhraní. Při odtrhávání vrstvy od podložky dochází i k oddělování obou částí dvojvrstvy a ke zvyšování rozdílu potenciálů, který je závislý na vzdálenosti odstupu vrstvy od podložky. Při určité hodnotě této vzdálenosti dochází k elektrickému výboji. Pokud známe hustotu výbojů dvojvrstvy δ , vnější tlak plynů p a odstup vrstvy od podložky h , můžeme podle jednoduchého vztahu vypočítat práci potřebnou na překonání elektrického pole A :

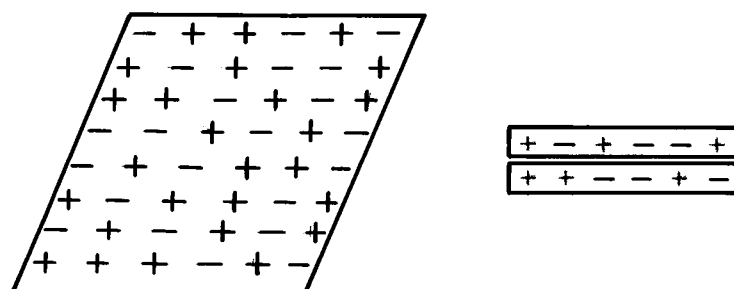
$$A = 2\pi h \delta^2 \quad (11)$$

Ke vzniku výboje dochází tak, že při odtrhávání vrstvy dochází k uvolňování elektronů z jednoho povrchu a ty narážejí na protilehlý povrch, z něhož vyražejí kladné ionty. Ty se pohybují opačným směrem, narážejí na výchozí povrch, vyražejí z něj sekundární elektrony a dochází k řetězovému procesu.

Pro potvrzení této teorie byla provedena řada experimentů, které prokázaly, že při rychlém odtrhávání vrstvy od podložky odpovídá energie elektronů desítkám kilovoltů. Z toho vyplývá, že elektrické síly mají značný podíl na adhezi. Současně bylo zjištěno, že při odtrhávání dochází k určitým deformacím vrstvy, které spotřebují také část z vynaložené práce. Vzhledem k tomu, že zde vzniká i určité teplo, předpokládá autor, že práce, vynaložená na poslední dva průvodní jevy činí asi třetinu celkově

vynaložené práce.

Autor pomocí této teorie vysvětluje i kohezi vrstev. Obdobně jako u elektrické dvojvrstvy vzniká adheze mezi dvěma odlišnými látkami, mezi částicemi téže látky vznikají síly (koheze), které mají stejný základ jako v případě elektrické dvojvrstvy. Látka jako celek se sice jeví jako nenabitá, avšak vnitřek vrstvy tvoří jakousi mozaiku z kladných a záporných plošek, jak je naznačeno na obr. 13.



Obr. 13.

4.2.3. Klouzavost

Klouzavost není obvyklá vlastnost, kterou se zabýváme při studiu tenkých vrstev [13]. Do popředí se dostala až v posledních letech, a to hlavně ve sklářském průmyslu, při výrobě obalů. Vyjadřujeme ji pomocí součinitele smykového tření, který je bezrozměrný. Přitom rozlišujeme tření statické (f_0) a za pohybu (kinetické, f). Platí, že součinitel f_0 je větší než f .

Význam této vlastnosti je v tom, že tenké vrstvy zvyšují neporušenost povrchu a jeho klouzavost, což přímo souvisí s pevností obalů. Protože jsou však velmi tenké, nemůžeme říci, že by přímo zvyšovaly pevnost, ale že chrání povrch lahví proti poškození při styku horkého skla s dopravníkem, což má za následek zvýšení pevnosti. Hladkost povrchu též snižuje odpor při

pohybu lahví na dopravníkových pásích plnicích linek. To je nezbytné zejména při využívání nových, vysoce výkonných linek, kde se zvyšuje namáhání lahví nárazy o sebe i o pás.

4.3. Elektrické vlastnosti

Použití tenkých vrstev se značně rozvinulo také v elektrotechnice, a proto je třeba si všimnout i elektrických vlastností. Tyto závisí velmi na struktuře, a proto se výsledky prací různých autorů značně rozcházejí. Tyto rozpory jsou často způsobeny i nedostatečným vybavením některých laboratoří.

Technické aplikace tenkých vrstev vedly ke studiu jejich vodivosti, závislosti vodivosti na teplotě a tloušťce a k podrobnému zkoumání elektrických transportních jevů /3/.

4.3.1. Vodivost souvislých kovových vrstev

Odpor kovové vrstvy umístěné mezi dvěma kontakty můžeme vypočítat ze známého vztahu

$$R = \varrho \frac{l}{s} \quad (12)$$

kde ϱ = měrný odpor, l = vzdálenost mezi kontakty, s = průřez. Co se týče velikosti odporu, měření ukázala, že tenká vrstva má odpor většinou vyšší než kompaktní materiál.

Při studiu vodivosti se vycházelo z běžné představy, že kov se skládá z iontové mříže a z plynu volných elektronů. Přitom se došlo k závěru, že odpor souvisí se srážkami těchto elektronů a s poruchami krystalické mříže. Je-li větší střední vzdálenost, kterou elektron uběhne mezi dvěma srážkami, je i měrná vodivost materiálu větší. Zvětšení počtu srážek tedy vede k zvýšení odporu.

ru. Měrný odpor rozdělujeme na části odpovídající jednotlivým druhům rozptylu.

Pro kompaktní materiál můžeme psát:

$$\varrho_0 = \varrho_f + \varrho_g \quad (13)$$

kde ϱ_f se vztahuje ke kmitání krystalické mříže a ϱ_g odpovídá rozptylu na geometrických poruchách mřížky. Avšak zmenšujeme-li tloušťku, situace se může změnit. Zůstane-li tloušťka větší než je střední dráha elektronů v kompaktním materiálu, neprojeví se žádná změna. Avšak je-li tloušťka stejná nebo menší, objevuje se nový mechanismus rozptylu, a to rozptyl na povrchu vrstvy. Část elektronů dojde k povrchu dříve než proběhne celou svou volnou dráhu, tzn. že efektivní hodnota této dráhy se zmenší a měrný odpor se zvýší. Ke vztahu (13) přistupuje v tomto případě navíc hodnota ϱ_p , což je část odporu příslušející rozptylu na povrchu. Ten může být zrcadlový nebo difuzní (elektrony po doteku s povrchem nemají žádný preferovaný směr).

Důležitým parametrem, ovlivňujícím vodivost, je teplotní koeficient odporu α_v . Na teplotě je závislá část rozptylu ϱ_f a ϱ_p (protože střední volná dráha elektronů klesá s teplotou), ϱ_g na teplotě prakticky nezávisí. Pro tenké vrstvy se došlo explicitně ke vztahu

$$\alpha_v = \frac{\alpha_0}{\ln\left(\frac{\lambda_0}{d}\right) + 0,4228} \quad (14)$$

kde α_0 = teplotní koeficient odporu kompaktního materiálu,

λ_0 = střední volná dráha elektronů, d = tloušťka vrstvy. Odpor tenkých vrstev se dá ovlivňovat také pokrytím povrchu nějakou látkou, přičemž odpor může v závislosti na konkrétní kombinaci

klesnout nebo vzrůst. Samotný povrch může vodivost též ovlivnit. Může to být např. absorpce různých plynů na povrchu, popřípadě povrchový náboj vyvolaný ve vrstvě indukci, nebo to mohou být nečistoty, které se dostanou do vrstvy a do jejího povrchu při přípravě. Také technologie přípravy má přímý vliv na vodivost tenké vrstvy a její teplotní závislosti.

4.3.2. Vodivost kovových vrstev s ostrůvkovitou strukturou

Při experimentálním měření vodivosti tenkých vrstev v závislosti na tloušťce se zjistilo, že při určité tloušťce hodnota odporu prudce klesne (sledujeme-li tloušťku vrstvy od nižších hodnot k vyšším). Můžeme tedy říci, že při této určité tloušťce se vrstva stává souvislou a má normální kovovou vodivost.

Snímky z elektronových mikroskopů ukázaly, že nejtenčí vrstvy se skládají z jednotlivých, elektricky vzájemně nepropojených ostrůvků, které přesto, že nejsou propojeny, vykazují určitou vodivost. Ta je však mnohem nižší než u kovových materiálů a také její teplotní závislost je jiná (obvykle s teplotou rychle stoupá). Vodivost v těchto tenkých vrstvách se vysvětluje dvěma způsoby:

a/ vodivost je způsobena elektrony tepelně emitovanými z jednoho ostrůvku a zachycenými ostrůvkem druhým

b/ tunelový přechod elektronů mezi sousedními ostrůvky vzduchovou (nebo vakuovou) mezerou nebo přes podložku.

Výpočty prokázaly, že první případ se vyskytuje pouze u vrstev, u nichž jsou jednotlivé částice od sebe vzdáleny relativně více (nad 10 nm). Tento průchod proudu platí tehdy, když

je vzdálenost ostrůvků menší než střední volná dráha elektronů v podložce. Je-li vzdálenost ostrůvku větší, limitujícím faktorem se stává vodivost podložky.

Tunelový přechod převládá při menších vzdálenostech částic. Při ověřování teorie jednoduchého tunelování experimentem, však dochází k nesrovnalostem (pozorované vodivosti jsou větší než teoretické), což vede k domněnkám, že kromě uvedeného případu přechodu přes vakuovou bariéru či přes bariéru na rozhraní s podložkou, se zde projevují i další efekty. Je to tunelování prostřednictvím poruch, popřípadě, že se zde projevuje přenos nějak excitovaných částic, o čemž svědčí některé průvodní efekty, které byly pozorovány (luminiscence).

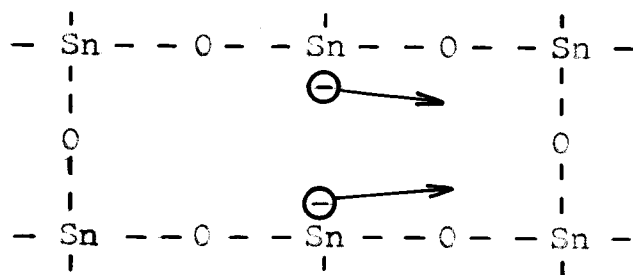
Teplotní závislost proudů, tekoucích těmito vrstvami, je ovlivněna mnoha faktory. Je to dáno tím, že s teplotou se mění vodivost ostrůvků i podložky, mění se rozměry součástí i energie dodávaná elektronům. Experimentálně bylo prokázáno, že většinou vodivost s teplotou roste, avšak tam, kde podložka má mnohem větší roztažnost než vrstva, ostrůvky se oddalují a vodivost naopak klesá. Vrstvy, které tvoří přechod mezi strukturou ostrůvkovitou a souvislou, se chovají velmi složitě, protože vodivost je kombinací vodivosti kovové přes místa spojená a tunelové (nebo termoemise) přes místa volná. Z těchto důvodů je složitá i jejich teplotní závislost vodivosti.

4.3.3. Elektrické vlastnosti polovodičových vrstev

Sledování tenkých vrstev polovodičů je ještě složitější, než u vrstev kovových. Je to dáno tím, že vlastnosti polovodičů jsou už v kompaktním stavu mnohem složitější než u kovů, a že

jejich vodivost je mnohem více závislá na nečistotách a poruchách krystalické mřížce. Obecně můžeme říci pouze to, že elektrické vlastnosti polovodičových tenkých vrstev ovlivňují zejména povrchové vlastnosti a jevy. Tento fakt je spojen s tím, že pole, vyvolaná povrchovými náboji, proniká do značné hloubky polovodiče a ovlivňuje tak přenos elektrického náboje, což se využívá např. u tenkovrstvých tranzistorů.

Obdobně jako polovodiče se chová i tenká vrstva SnO_2 . Samotný SnO_2 s dokonalou krystalovou mřížkou vodivý není, ale tenká vrstva tohoto kysličníku (připravená napařováním) ano. Její elektrická vodivost se vysvětluje kyslíkovými vakancemi v mřížce SnO_2 (obr. 14). Chybí-li v této krystalové mřížce ion O^{2-} ,



obr. 14.

uvolňují se z okolních iontů Sn^{4+} dva elektrony, které se mohou pohybovat krystalovou mřížkou a způsobit vodivost. Tu lze zvýšit přidavkem iontů s vyšší valencí než 4 (např. Sb^{5+}), nebo snížit přidavkem iontů s valencí nižší (In^{3+}).

Elektrický odpor tenké vrstvy SnO_2 závisí nejen na chemickém složení, ale také na tloušťce. Přesto, že se tyto vrstvy připravují jinak než kovové, problém vodivosti je zřejmě obdobný jako u kovů, protože pokles odporu nastává také až od určité tloušťky vrstvy. S teplotou se tento odpor mění: do teploty

zhruba 340° C klesá, pak stoupá /5/.

5. Měření vlastností tenkých vrstev

Požadavek zvýšení pevnosti obalového skla, k jehož splnění přispívají mimo jiné i tenké vrstvy SnO_2 , je v současné době vysoce aktuální a jeho splnění má, a v budoucnu bude mít, výrazně kladný význam pro celou oblast výroby a používání obalového skla.

Při výrobě umožňují tenké vrstvy na skle podstatné snížení hmotnosti při udržení dosavadní pevnosti lahve, která vyhovuje, což se dále projevuje ve snížení nákladů na suroviny a na spotřebu energie při tavení a úpravě skloviny. Protože však jsou naše skleněné obaly též výhodným vývozním artiklem (zejména proto, že hlavní suroviny jsou domácího původu), je třeba sledovat tuto problematiku i z tohoto hlediska. V současnosti je už většina zahraničních odběratelů zařízena na odlehčené, upravené lahve, a pokud si chceme udržet dobré postavení ve vývozu, je třeba jejich požadavky respektovat a vycházet jim vstříc. V tomto směru mají naše organizace, které se tímto zabývají, ještě řadu nedostatků, např. zastaralé technické přejímací podmínky, které dnes již neodpovídají požadavkům, nebo ekonomické stimuly (hlavním podkladem pro určení ceny obalu je hmotnost a podnik se tedy logicky snaží vyrábět obaly s vyšší hmotností).

Velkým nedostatkem, který se projevuje při pokovování, je značná roztržitost výrobních zařízení ve sklárnách. Některé podniky používají zařízení zahraniční, které však ne vždy přinášejí dokonalé výsledky (výrobní linky jim nejsou dokonale přizpůsobeny), některé používají zařízení naší výroby DZ-2A z k.p. Sklostroj Turnov. Avšak ani toto zařízení ve většině případů neplní stoprocentně svůj účel, protože podniky jej různě

upravují a zjednodušují, hlavně odstraněním přípravy suchého vzduchu, což má za následek znehodnocení nanášecího procesu, výsledné kvality vrstvy a také brzké zničení celého zařízení. Navíc v každém podniku je seřízení celého procesu jiné. Zlepšení tohoto stavu můžeme očekávat snad po rozšíření nového zařízení P 010-150, jehož výroba se má v nejbližší době rozběhnout.

Dalším faktorem, který má vliv na výsledný efekt je to, že pokovení tenkou vrstvou SnO_2 by mělo doplňovat současně nanášení organického povlaku (studený postřík), který v první chvíli chrání vrstvu kysličníkovou. Účinky těchto dvou postříků se navzájem doplňují, a proto samostatné používání jednoho či druhého způsobu úpravy nemůže přinést výsledky, které bychom mohli srovnávat se zahraničními výrobci. V současné době se studený postřík nepoužívá všude i přesto, že jsou pro něj známy sloučeniny domácí, plně nahrazující dovážené.

Nejvážnějším nedostatkem je ovšem ten fakt. že u nás doposud není měřicí zařízení, kterým bychom mohli tenké vrstvy na obalovém skle objektivně vyhodnocovat. Tak dochází k tomu, že vlastně nevíme, co které zařízení dělá, nemůžeme určit jeho přesné nastavení a tím zajistit optimální tloušťku vrstvy a současně i úsporu pokovovacích činidel. Nastavení nanášecího zařízení se dělá pouze přibližně, a to, při současném působení negativních faktorů uvedených výše, způsobuje nevhodné vlastnosti tenkých vrstev, reklamace zahraničních odběratelů a značné finanční ztráty pro naše podniky a, což myslím je nejzávažnější, ztrátu důvěry ze strany zákazníka a tím ztrátu dobrých pozic, které náš sklářský průmysl v zahraničí má.

Je tedy velmi důležité umět vlastnosti tenkých vrstev měřit. Pro skleněné obaly jsou nejdůležitější z nich tloušťka,

adheze, otěruvzdornost a klouzavost. Proto se v této kapitole omezím na způsoby měření těchto vlastností.

5.1. Měření tloušťky

Na tloušťce závisí prakticky všechny vlastnosti tenkých vrstev a lze ji tedy pomocí těchto vlastností měřit /3/. Protože však tenká vrstva není ideálně hladká, různé metody mohou při měření dávat různé výsledky. Metodou nejjednodušší, mající však pouze informativní charakter, je sledování interferenčních barev při pozorování v bílém světle. Tloušťku pak vypočteme ze vzorce

$$d = \frac{m \cdot \lambda}{2 \sqrt{n^2 - \sin^2 \varphi}} \quad (15)$$

kde m = řád, λ = vlnová délka světla, n = index lomu vrstvy, φ = úhel dopadu světla.

5.1.1. Metody váhové

a/ Měření podložky pomocí mikrovah spočívá v určení hmotnosti vrstvy napařené na podložku. Používají se k tomu dostatečně citlivé speciální váhy a výsledkem je zjištění hmotnosti tenké vrstvy m , připadající na určitou známou plochu S . Tloušťka vrstvy se pak vypočte ze vztahu

$$d = \frac{m}{S \cdot \rho} \quad (16)$$

kde ρ = měrná hmotnost napařované látky.

b/ Jednou z nejpoužívanějších metod je metoda využívající změnu frekvence křemenného krystalu, v závislosti na tloušťce

vrstvy. Přitom záleží též na teplotě krystalu. Změna jeho frekvence se obvykle měří jako rozdíl frekvence krystalu a frekvence porovnávací, přičemž časová derivace tohoto rozdílu udává rychlost napařování.

5.1.2. Metody elektrické

a/ Nejjednodušší elektrickou metodou měření tloušťky, je měření odporu. Dá se použít pro značný rozsah tlouštěk, avšak pro velmi tenké vrstvy je její použití problematické, což je dáno jejich ostrůvkovitou strukturou. Odpor přitom roste mnohem rychleji, než by se dalo předpokládat a odvození tloušťky je tedy obtížné.

b/ Tloušťku lze měřit též pomocí kapacity, např. vytvořením rovinného kondenzátoru tak, že se vrstva dielektrika na kovu pokryje další vrstvou kovu. Její nevýhodou je však nepřesnost, daná nepřesným stanovením dielektrické konstanty a plochy kondenzátoru. Je vhodná hlavně pro tenké vrstvy izolátorů.

c/ Umístíme-li v blízkosti tenké vrstvy cívku, kterou protéká střídavý proud, ve vrstvě se budí vířivé proudy, část energie se tedy ztrácí a mění se rezonanční frekvence cívky. Jejím zapojením do můstku nebo rezonančního obvodu lze opět odvodit tloušťku tenké vrstvy.

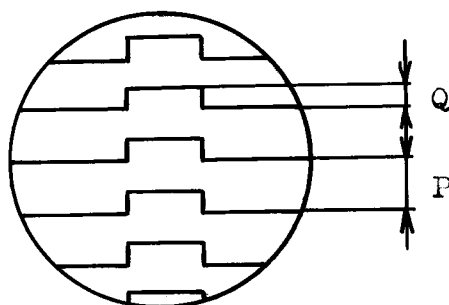
5.1.3. Metody optické

Tyto metody jsou v praxi velmi používané hlavně pro svou přesnost.

a/ Prochází-li světlo o známé intenzitě tenkou vrstvou, je touto vrstvou zeslabováno. Pokud fotočlánkem změříme tuto novou

intenzitu, můžeme vypočítat tloušťku. Výhodou této metody je, že můžeme měřit intenzitu jak odraženého, tak prošlého světla, a že ji lze použít jak pro vrstvy hotové, tak pro měření během nanášení. Pro velmi tenké vrstvy je však nutné provést pro každý materiál kalibraci, protože závislost intenzity se s klesající tloušťkou mění. Některé nové zkušenosti s použitím této metody na přístrojích firmy Balzers, s analýzou odchylek a možností jejich odstranění, jsou uvedeny v /10/.

b/ Další metodou je měření pomocí interferenčních jevů. Sem patří i metoda popsaná v kapitole 5.1. Velmi přesnou metodou, založenou na tomto jevu, je metoda Tolanského /11/. Spočívá v tom, že z měřené vrstvy odškrábneme úzký proužek, potom toto pokryjeme polopropustnou stříbrnou vrstvou a na celou soustavu položíme další polopropustné zrcadlo. Mezi kovovými povrchy vznikne vzduchová mezera. Podložky s vrstvami položíme tak, aby tato mezera tvořila klín a vše osvětlíme monochromatickým světlem, přičemž pod mikroskopem pozorujeme proužky stejné tloušťky. V místě odškrábnutého proužku vzniká jakýsi schod (obr. 15.).



obr. 15.

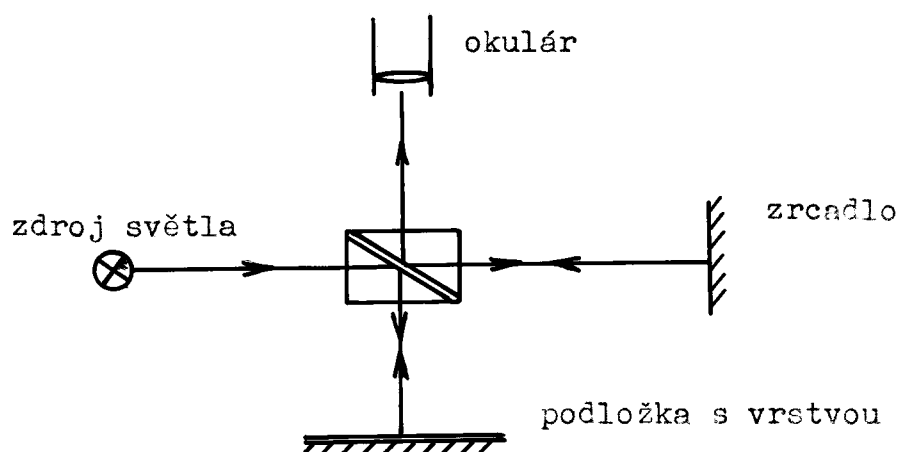
Tloušťku vrstvy pak vypočteme z poměru

$$Q : P = d : \frac{\lambda}{2} \quad (17)$$

kde d = tloušťka vrstvy, λ = vlnová délka světla.

Měření lze provádět též v bílém světle, kdy je výpočet nepatrně složitější. Výhodou této metody je její přesnost a schopnost měřit i velmi tenké vrstvy, nevýhodou je její pracnost a nutnost poškození vrstvy.

c/ Pro měření bez poškození můžeme využít interferenčního mikroskopu, který využívá interference dvou svazků světla, rozdělených hranolem (obr. 16.). Interferenční jev světla, odraženého od zrcadla, pozorujeme v mikroskopu, avšak proužky jsou širší a metoda je tedy méně přesná.



Obr. 16.

Pro měření tloušťky existuje ještě celá řada speciálních metod, využívajících záření radioaktivních zdrojů, ať už jeho absorpce či rozptylu, dále rentgenových paprsků atd. Jsou však velmi složité a pro použití v provozu nevhodné, zejména pro dlou-

hou vyhodnocovací dobu.

5.2. Měření adheze

Pro měření adheze existuje také celá řada způsobů /4/. Jejich použití se liší jde-li o vrstvy vytvářené elektrolyticky nebo vakuově, tedy převládají-li přitažlivé síly meziatomární (fyzikální), či převažují-li vazby chemické a elektronové. Pro tenké vrstvy SnO_2 na skle se v zásadě hodí způsoby pro vrstvy vytvářené vakuově.

a/ Nejjednodušší metodou je odtrhávání lepicí pásky, přitlačené daným tlakem k tenké vrstvě. Volný konec pásky se pak odtrhává různými způsoby: ručně (pouze informativní charakter), elektromotorkem (mírou adheze je příkon), pružinovým siloměrem (mírou je síla pružiny) apod.

b/ Další metodou je tažení hrotu, zatěžovaného silou, po vrstvě. Na hrot zde působí síly, překonávající odpor při vnořování hrotu do vrstvy, a síly, potřebné k posouvání hrotu po podložce při odstraňování vrstvy. Přitom výsledky nezávisí na druhu materiálu hrotu, a při jeho dostatečně velkém poloměru, ani na této hodnotě. Její nevýhodou je však vysoká časová náročnost.

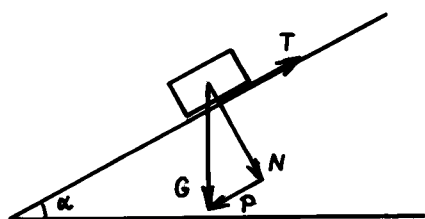
c/ Velikost adheze lze také určit odtrhováním tyčinky, přitmelené epoxidem k vrstvě. Alternativně lze tyčinku též připájet, zde však hrozí nebezpečí poškození vrstvy prohřátím v místě pájení, popřípadě může pájka chemicky ovlivnit tuto vrstvu. Nevýhodou této metody je, že ji nemůžeme použít pro velmi tenké vrstvy, protože pájka nebo tmel zpravidla proniknou vrstvou až k podložce a to podstatně ovlivní výsledky měření.

d/ Metoda otěru je vhodná jak pro určení adheze, tak i koheze a otěruvzdornosti. Její princip spočívá v odírání vrstvy určitým definovaným způsobem tak, aby výsledky byly reprodukovatelné. Vrstvu lze odírat brusným elementem (smírek, brusná pasta), vhodně upraveným kovovým kotoučem, nebo můžeme třít dvě vrstvy po sobě. Jestli tímto způsobem měříme adhezi či kohezi záleží na tom, zda brusné částice během zkoušky vrstvou proniknou či neproniknou.

Zkoušky adheze pro vrstvy vytvářené elektrolyticky (např. zkouška ohybem, tepelným rázem, pilováním) se hodí spíše pro tenké vrstvy nanesené na kovovou podložku, a proto se jimi nebudu podrobněji zabývat.

5.3. Měření klouzavosti

Pro měření klouzavosti byla u nás i v zahraničí popsána v podstatě jediná metoda, jejímž principem je měření úhlu, při kterém lahve, vhodně uspořádané, po sobě sklouznou /13/. Měřít-
kem klouzavosti je potom součinitel statického smykového tření f_0 , který se rovná $\operatorname{tg} \alpha$. Odvození vyplývá z obr. 17.



$$T = N \cdot f_0$$

$$N = G \cdot \cos \alpha$$

$$P = G \cdot \sin \alpha$$

podmínka rovnováhy: $P = T$

$$G \cdot \sin \alpha = G \cdot \cos \alpha \cdot f_0$$

$$f_0 = \frac{G \cdot \sin \alpha}{G \cdot \cos \alpha} = \operatorname{tg} \alpha$$

Obr. 17.

6. Návrh vybavení laboratoře

Jak už jsem uvedl v úvodu kap. 5., jsou nejdůležitějšími vlastnostmi tenkých vrstev na obalovém skle tloušťka a vlastnosti mechanické (adheze, otěruvzdornost a klouzavost). Z toho jsem vycházel při návrhu vybavení laboratoře pro jejich provozní zkoušení.

6.1. Principiální návrh přístroje na měření tloušťky

Jak vyplývá z kap. 5.1., můžeme tloušťku měřit mnoha způsoby, avšak ne každý se hodí pro daný případ.

Pro informaci může někdy postačovat vizuelní kontrola, pomocí interferenčních barev. Jejich zjištění je však pro nás spíše varováním, že nanesená vrstva je příliš silná, protože při požadovaných tloušťkách 3 - 20 nm tyto barvy ještě nejsou viditelné.

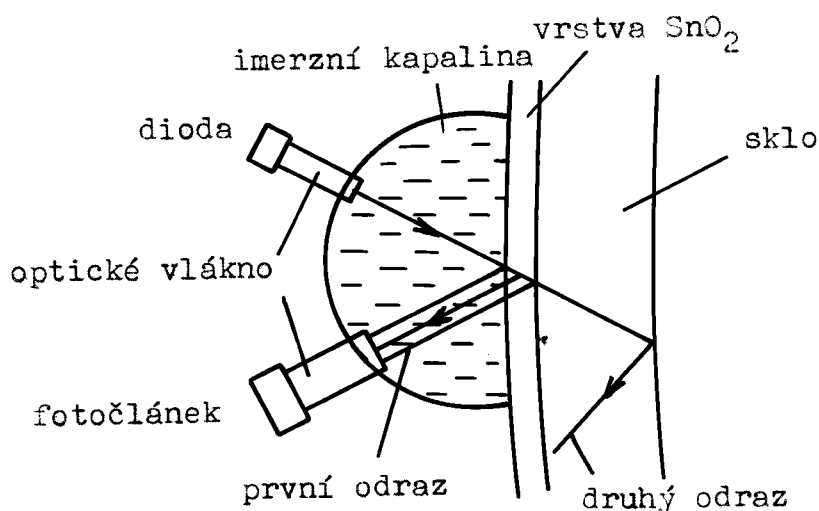
Metody váhové jsou prakticky nepoužitelné, protože bychom museli do napařovacího zařízení vložit skleněnou destičku, na ní určit tloušťku a z ní teprve usuzovat na tloušťku vrstvy, nanesené na obalech. Přitom ta se může značně lišit, protože destičku bychom těžko umístili stejně jako láhve.

Metody elektrické se jeví jako velmi lákavé, hlavně svou jednoduchostí. Avšak při sledování praktických hledisek narážíme na řadu problémů. Metodu měření pomocí kapacity použít nemůžeme, protože sklo, jako podložka, není vodivé a tedy nemůžeme vytvořit kondenzátor. Použití cívky je též velmi obtížné, protože každá láhev má nepatrně jiný poloměr křivosti a těžko bychom tedy umisťovali cívku nad povrchem lahve. Jinak je tomu u měření pomocí el. odporu. Jak je uvedeno v kap. 4.3.3., tenké

vrstvy SnO_2 na skle vodivé jsou a závislost jejich odporu na tloušťce je také známa /12/. Ze změřeného odporu tedy tloušťka odvodit jde, a jak mi potvrdil pracovník libereckého závodu n. p. Tesla ing. Laifr, v tomto závodě tak tloušťky tenkých vrstev měří. Jde však o tloušťky řádově několik mikrometrů. Hranice použitelnosti je okolo $1\text{ }\mu\text{m}$ a tedy ani tento způsob nemůžeme v našem případě použít.

Z předešlých řádků vyplývá, že nejvhodnější metodou bude některá z metod optických. Metoda Tolenského je velmi přesná a umožňuje měřit i velmi tenké vrstvy. Její hlavní nevýhodou je však velká pracnost, která ji odsuzuje do role metody laboratorní, v provozu nepoužitelnou.

Naproti tomu vhodná je metoda měření intenzity odraženého světla (světlo prošlé u láhví nepřipadá v úvahu). Princip je zřejmý z obr. 18. Světelná dioda vysílá záření, které je vedeno optickým vláknem k povrchu lahve, projde tenkou vrstvou a odrazí se od povrchu do druhého optického vlákna, které odraz vede do vyhodnocovacího zařízení. Odraz od vnitřního povrchu lahve už nemá na měření vliv.



Obr. 18.

Na tomto principu pracují např. přístroje firmy AGR (USA), vyvinuté právě pro měření tenkých vrstev SnO_2 nebo TiO_2 na obalovém skle. U nás však žádný z těchto přístrojů není, a proto jsme v přípravné fázi mé diplomové práce zkoumal možnosti sestavení přístroje, pracujícího na tomto principu, v našich podmínkách. Při konzultacích s pracovníky n. p. Tesla Liberec a Tesla VÚST Praha se však ukázalo, že daný problém rozhodně přesahuje rámec jedné diplomové práce, a že problematika konkrétního provedení, kalibrace (výroba etalonů různých, přesných tloušťek) a součástkové základny (např. optická vlákna se u nás vůbec nevyrábějí) je natolik složitá, že v daném případě, kdy jde o poměrně rychlé vybavení zkušební laboratoře, bude výhodnější jeden z přístrojů firmy AGR zakoupit, i přes poměrně vysokou cenu (cca 30 000 DM).

Alternativním způsobem by mohlo být též použití upraveného interferenčního mikroskopu (obr. 16.). Bylo by však nutno prozkoumat vliv zaoblení lahve na absolutní přesnost tloušťky tenké vrstvy (zrcadlo je rovinné).

6.2. Principiální návrh přístrojů na měření mechanických vlastností

Také pro tato měření existuje celá řada metod (viz kap. 5.2.). Z hlediska zkoušení skleněných obalů však myslím, že měření adheze vrstvy k podložce nemá v praxi velký význam, protože bylo již dříve zjištěno, že vrstvy SnO_2 drží na povrchu skla velmi pevně, a že je lze odstranit pouze použitím silných anorganických sloučenin nebo obroušením /12, 5/. Samostatná zkouška adheze se také nikde neprovádí.

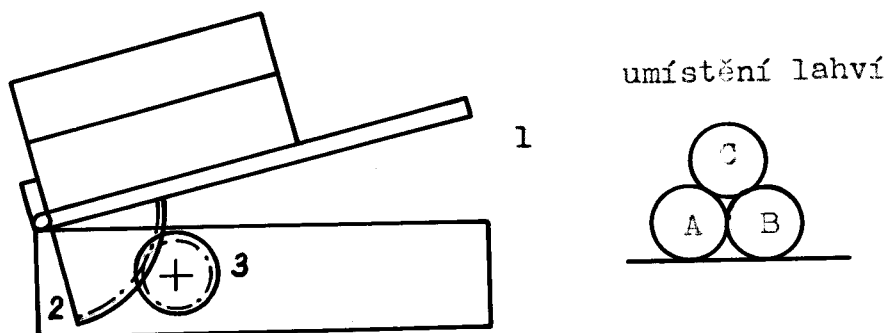
Při plnění lahví a jejich pohybu na dopravníku plnicí linky však dochází k velmi intenzivnímu tření lahví o sebe a tedy k odírání dvou vrstev. Jako komplexní zkouška adheze a otěruvzdornosti je tedy vhodná zkouška třením dvou pokovených lahví po sobě. Tato zkouška se může použít pro vrstvy připravené jak horkým, tak i studeným postřikem. Půjde-li o určení zatížení, při kterém se vrstva odtrhne na jedno zatažení, jedná se o adhezi (vhodné pro vrstvy připravené studeným postřikem), budeme-li zjišťovat dobu, kterou vrstva vydrží dané zatížení, půjde o komplexní charakteristiku.

Konstrukcí přístroje pro tuto zkoušku se zabývá kap. 7.

6.2.1. Návrh přístroje na měření klouzavosti

Klouzavost se od adheze a otěruvzdornosti poněkud liší a její měření lze prakticky realizovat jen jedním způsobem, a to sklouznutím lahve po nějaké podložce. A protože lahve třou ponejvíce o sebe, nejvhodnější podložkou jsou tedy lahve položené vedle sebe. Na nich leží zkušební lahev, u které sledujeme okamžik, kdy se při naklonění začne pohybovat. Principiální schema přístroje, kterým můžeme tuto zkoušku realizovat, je na obr. 19. Na podložce 1 jsou položeny vedle sebe dvě lahve A, B opřené o zarážku, na nichž leží zkušební lahev C. Otočná podložka je spojena s ozubeným věncem 2, který je poháněn pomaloběžným motorkem 3. Současně je s ní spojena i stupnice, na které můžeme sledovat naklonění podložky. V okamžiku sklouznutí lahve C se motorek vypne. Vypnutí se může realizovat několika způsoby. Nejjednodušší je ruční vypínání, avšak myslím, že je vhodné pouze jako nouzové řešení. Vhodnější je vypínání automatické,

které můžeme zajistit např. dotykovým mikrospínačem, kterým by vrchní lahev způsobila rozpojení poháněcího okruhu, popř. pomocí fotobuňky, sledující její pohyb. Porovnáním pokovených a nepokovených lahví můžeme posuzovat kvalitu prováděné úpravy.



Obr. 19.

6.2.2. Doplňující zařízení laboratoře

Pro přesnější posuzování kvality nanášených vrstev se domnívám, že kromě přístrojů na měření tloušťky, klouzavosti a přístroje pro komplexní zkoušku adheze a otěruvzdornosti, by měla být laboratoř vybavena také zařízením, které by vhodně simulovalo provozní namáhání lahví. Může jít o rotační desku, na které by byly, např. v mezikružích, uspořádány lahve. Otáčení desky by způsobilo odírání lahví o sebe i o stěny, které mohou být navíc zdrsňeny. Porovnáním lahví přímo z výroby a lahví, určitou dobu namáhaných v simulátoru, lze opět posuzovat kvalitu povrchové úpravy měřením např. tloušťky a otěruvzdornosti. Na tyto zkoušky mohou potom přímo navazovat např. zkoušky pevnosti vnitřním přetlakem.

Domnívám se tedy, že by bylo vhodné, aby každá sklárna, zabývající se výrobou obalového skla, byla vybavena alespoň

čtyřmi základními přístroji, jejichž principy jsou uvedeny v této kapitole. Až na přístroj na měření tloušťky by to neměl být problém, protože se jedná o přístroje jednoduché, snadno vyrobitelné z domácích materiálů. U přístroje na měření tloušťky je situace složitější, protože se jedná o značnou investici, navíc z devizové oblasti. Proto myslím, že by bylo nejvhodnější zakoupit jeden přístroj firmy AGR, pro nejbližší dobu jej umístit v jednom ze závodů na obalové sklo, proměřit jím láhve z jednotlivých skláren a na základě výsledků měření optimálně nastavit pokovovací zařízení v tom kterém závodě. Toto řešení ovšem předpokládá precizní chod zařízení a přísné dodržování technologické kázně. Současně se zakoupením přístroje by bylo vhodné ve spolupráci s některým z výzkumných ústavů prozkoumat podrobně, zda by bylo možno podobný přístroj vyrobit u nás (nebo ve spolupráci s některou ze zemí RVHP), nebo zda je výhodnější zakoupit těchto přístrojů více.

7. Konstrukční návrh přístroje na komplexní zkoušku adheze a otěruvzdornosti

Konstrukce přístroje vychází ze závěru kap. 6.2. a je tedy přizpůsobena k měření dvou pokovených lahví, pohybujících se vůči sobě pod úhlem 45° .

Přístroj se skládá ze základové desky, na které jsou uspořádány všechny ostatní skupiny. Předně je to stojan, do kterého zapadá šroub M 12 x 1, kterým se nastavuje výška ramena. Stabilitu stojanu zajišťují dvě trojúhelníkové vzpěry. Rameno je ze čtvercové trubky 20 x 20 mm, s tloušťkou stěny 2,5 mm a je výkvně uloženo ve dvou čepech vahadla. V něm jsou zároveň uchy-

ceny dvě vodící tyče $\varnothing$ 12 mm, kluzně uložené v bronzových pouzdrech, přiletovaných ke stojanu. K rameni je ve vzdálenosti 130 mm od osy čepu připevněno silonové prizma pro uložení horní lahve. Před ním je umístěna opěrka z hliníkového plechu tloušťky 4 mm. Na opačné straně je opěrka poněkud upravena. V podélné ose má drážku a v rameni jsou 4 otvory se závitem M 6, pomocí nichž je opěrka přišroubována k rameni. Toto řešení umožňuje široký posuv a tedy i možnost měřit tímto přístrojem různě dlouhé lahve. Po horní straně ramena se pohybuje závaží o hmotnosti 1 687 g, které ve své krajní poloze způsobuje zatížení lahví 70 N. Značky na rameni umožňují dělení této síly po 10 N. Na konci ramene je ve vzdálenosti 605 mm od osy čepu zavěšena tyčka $\varnothing$ 4 mm, která slouží pro zavěšování přídavných závaží $\varnothing$ 100 mm a hmotnosti 1 529 g, jejichž pomocí lze zatěžující sílu zvýšit až na celkových 350 N. Na druhé straně ramena je přivařen šroub se závitem M 10 x 1, po kterém se pohybuje závaží o hmotnosti 2 021 g. Slouží pro vyvažování ramena, při nastavování nulového zatížení lahví na počátku měření.

Spodní láhev je také umístěna v silonovém prizmatu a přidržována na obou koncích obdobnými opěrkami, jako láhev horní. Prizma je ovšem připevněno na pohyblivé podložce z oceli, která klouže po kluzné podložce, přišroubované k základové desce. K té jsou připevněna též dvě směrová vedení. Úhel, který spolu svírají rameno a posuvný pohyb činí 45° , lahve spolu svírají úhel 90° .

Největším problémem bylo vyřešení pohonu přístroje. Zatímco podobné přístroje zahraniční výroby zajišťují pohyb pouze

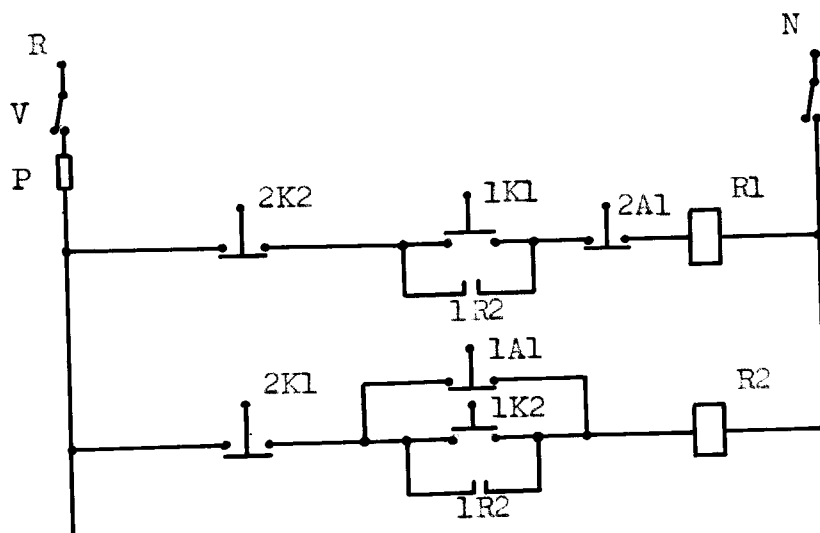
jedním směrem, v mém případě byl dán požadavek, aby byl zajištěn vratný pohyb. Přitom celý systém měl být co nejjednodušší, dále jsem musel brát v úvahu výrobní možnosti školních dílen a také možnost obstarání potřebných součástí. Uvažoval jsem 6 možností pohonu:

- a/ mechanicky, pomocí klikového mechanismu
- b/ mechanicky, pomocí šroubu a matice, s přepínáním smyslu otáčení motorku v krajních polohách
- c/ mechanicky, pomocí excentru a vratných pružin
- d/ elektromagneticky
- e/ pneumaticky
- f/ hydraulicky

Při výběru jsem postupoval vyřazovacím způsobem. Elektromagnetický pohon nevyhovuje svým příliš rychlým pohybem. Pneumatický pohon jsem odmítl především pro nutnost přídavných zařízení (kompresor, popřípadě rozvod vzduchu s redukčním ventilem) a obtížnou regulaci. Hydraulický pohon má sice lepší regulaci, ale její nevýhodou je opět nutnost přídavných zařízení, t. j. zdroj tlaku. Pohon excentrem a vratnými pružinami jsem nemohl použít hlavně pro nedostupnost vhodných pružin.

Nakonec jsem se rozhodl rozpracovat současně první dvě alternativy. Součástí alternativy b/ je trojfázový motorek, který pohání šroub s lichoběžníkových závitem (rovnoramenným), uložený ve dvou ložiskách. Na šroubu se pohybuje matice, spojená táhlem s podložkou, na které je uložena láhev. Změna smyslu otáčení trojfázového motorku se provádí prohazováním jedné fáze. To umožňuje elektrický obvod, jehož součástí jsou dva koncové spínače KS - 6 (K1, K2). Jeho schema je na obr. 20. Do obvodu patří dále dvě relé RP - 20 (R1, R2) a tlačítko typu

D6u (A1), které slouží pro sepnutí obvodu v případě, že by se přístroj zastavil v některé z krajních poloh. Obvod se zapíná pomocí vypínače (V) a je jištěn pojistkou (P).



Obr. 20. -

Vzhledem k tomu, že mým úkolem bylo dovést přístroj do stádia realizace, jsem však musel tuto variantu opustit. Způsobily to velké obtíže při zajišťování potřebných elektrosoučástí (relé) a potřebného pomaloběžného motorku. K dispozici byl pouze motorek s otáčkami $2\,740\text{ min}^{-1}$, a to by znamenalo použít velký převod pomala (pohybový šroub měl mít otáčky cca 400 min^{-1}). Výrobu takového převodu jsem však pro velmi dlouhý výrobní termín nemohl zajistit.

Proto jsem nakonec musel vratný pohyb realizovat podle varianty a/, pomocí klikového mechanismu. Pohon obstarává převodový motorek PK3K8E, jehož výrobcem je n. p. MEZ Náchod. Motorek má tyto parametry: napětí: 220 V

výstupní otáčky: 208 min^{-1}

výstupní kroutící moment: 1,66 Nm

Na výstupní hřídel tohoto motorku je nasazena malá řemenice $\varnothing$ 30 mm dodatečného převodu 1 : 3,33, kterým se upravují výsledné otáčky velké řemenice na $62,4 \text{ min}^{-1}$. Tato řemenice o $\varnothing$ 100 mm je uložena ve dvou kuličkových ložiskách 6002 a současně je k ní na poloměru 35 mm připevněno pomocí čepu $\varnothing$ 6 mm táhlo délky 148,5 mm. Délka vratného pohybu tedy činí 70 mm. Táhlo je na druhém konci připevněno opět pomocí čepu k pohyblivé podložce a oba jeho otvory jsou vypouzdřeny bronzovými pouzdry.

Protože v současné době není vypracován předpis, podle kterého by se provádělo měření, není zatím ani jednoznačně určeno, jak vyhodnocovat ukončení zkoušky. V zahraničí se to provádí pouze pomocí sluchu (lahve začnou po odření vrstvy „skřípat“), avšak toto řešení se mi nezdá příliš objektivní. Myslím, že ukončení zkoušky by se mohlo určovat jednoduše, pomocí malého ampérmetru, zapojeného do napájecího obvodu. Součinitel tření lahví pokovených a nepokovených se totiž značně liší. Odřením vrstvy se tento součinitel zvýší, zvýší se tedy výkon potřebný k pohonu a tím i proud, odebíraný ze sítě elektromotorkem. Zkouška se tedy může prohlásit za ukončenou při překročení určité hranice, kterou si předem stanovíme. Zda se přitom bude měřit čas, po který lahve vydržely po sobě klouzat při konstantním zatížení, nebo velikost zatížení, které lahve snesou po určitou dobu, bude záležet na vzájemné dohodě mezi podnikovými zkušebními.

Rozsah rozměrů lahví, které je možno přístrojem měřit:

délka : 200 - 325 mm

průměr: 56 - 100 mm

8. Technicko-ekonomické zhodnocení

Přístroj na měření adheze a otěruvzdornosti by měl být zařazen do výrobní linky obalového skla jako kontrolní přístroj. Měření by se provádělo v určitých intervalech a nevyhovující hodnoty jím naměřené, budou potom pokynem pro obsluhu, aby seřídila napářovací zařízení. Tímto způsobem by přístroj měl přispět ke zvýšení kvality lahve z hlediska pevnosti.

Při stanovení ceny přístroje jsem vycházel z údajů, které mi poskytli pracovníci vývojových dílen VŠST Liberec, kde se jednotlivé díly přístroje vyráběly: (zaokrouhleno)

spotřebovaný materiál	270,- Kčs
práce 237 hodin	3 360,- Kčs
režie 150 %	5 040,- Kčs
	8 670,- Kčs
elektromotorek PK3K8E + příslušenství	350,- Kčs
konečná montáž (včetně režie)	2 000,- Kčs
celkem	11 020,- Kčs

Cena prototypu přístroje činí tedy přibližně 11 000,- Kčs, je tedy vzhledem k dalším zařízením nízká, a proto by se měla tato investice provést, protože přínos ochrany obalového skla tenkou vrstvou SnO_2 je značný. Vedle zlepšení konstrukčního tvaru lahve a zlepšení výrobních způsobů, včetně dokonalé přípravy skloviny, je to třetí způsob, jak zajistit výrobu pevnějších obalů. Tento požadavek je v současné době vysoce aktuální a jeho splnění je jedním ze základních úkolů sklářského průmyslu.

Při hromadné výrobě je nutné vzít v úvahu i to, že samostatné použití pouze horkého nebo pouze studeného postřiku nemůže

přinést předpokládané výsledky, protože jak už jsem uvedl, oba postříky se svými vlastnostmi doplňují. Znamená to, že ve výrobní lince musí být dvě přídavná zařízení. V současné době se tenké vrstvy aplikují na běžně vyráběné obaly, jejichž pevnost je dostačující. Praxe ukázala, že technologie přípravy těchto vrstev vyhovuje a dosahované výsledky jsou také vyhovující. Proto je třeba využít kladných vlastností tenkých vrstev na obalovém skle ve smyslu zeslabení stěn obalů (a tím snížení jejich hmotnosti) a jejich povrchové úpravě, při udržení alespoň stávající pevnosti dnešních obalů bez úpravy. Znamená to tedy konstrukci nových tvarů lahve a současně i zavádění nových technologií výroby (např. úzkohrdlý lisofouk).

Vyřešení těchto úkolů by mělo velký ekonomický přínos pro celé naše národní hospodářství. Snížení hmotnosti obalů zhruba o jednu třetinu přináší, vedle úspor surovin a nákladů na jejich těžbu, dopravu a zpracování, i nemalé úspory v oblasti energetické, protože k utavení skloviny bude třeba úměrně méně energie, se kterou souvisí i otázka znečišťování ovzduší. Výrobky tedy budou levnější a navíc budou mít vyšší technickou úroveň. Také jejich vlastnosti budou na vyšší úrovni, což je důležité zejména při vývozu obalů do zahraničí.

Kladný přínos použití ochranných vrstev SnO_2 na obalovém skle tedy jasně hovoří pro jejich široké uplatnění ve výrobě.

ZÁVĚR

Podle zadání jsem provedl konstrukci přístroje na měření adheze a otěruvzdornosti tenkých vrstev SnO_2 na obalovém skle.

Princip přístroje spočívá v odírání dvou zatížených pokovených lahví, které se vůči sobě pohybují pod úhlem 45° . Jeho konstrukčním popisem se zabývá kap. 7. a možnosti jeho použití jsou uvedeny v kap. 8. Vzhledem k velmi dlouhým výrobním termínům jednotlivých součástí se mi však bohužel nepodařilo přístroj v dané době smontovat a provést alespoň ověřovací zkoušky.

Dále jsem, s ohledem na použití v provozu, provedl návrh vybavení laboratoře pro kontrolu tenkých vrstev na obalovém skle, které se skládá z přístrojů na měření tloušťky a klouzavosti tenké vrstvy, výše uvedeného přístroje a simulátoru provozního namáhání lahví /kap. 6./.

Závěrem bych chtěl poděkovat ing. Evě Haškové CSc. a ing. Jaroslavu Noskovi CSc. z katedry sklářských a keramických strojů za odbornou pomoc při vypracování diplomové práce a při realizaci přístroje.

Literatura

- /1/ A. VAŠÍČEK - Optika tenkých vrstev, Nakl. ČSAV Praha 1956
- /2/ A. VAŠÍČEK - Měření a vytváření tenkých vrstev v optice,
Nakl. ČSAV Praha 1957
- /3/ L. ECKERTO VÁ - Fyzika tenkých vrstev, SNTL Praha 1973
- /4/ Z. PISKÁČEK - Mechanické vlastnosti tenkých vrstev a jejich
vyhodnocování, JMO 21, 197 /1976/
- /5/ E. HAŠKOVÁ - Tenké vrstvy SnO_2 na skle, písemná práce
k odborné kandidátské zkoušce VŠST Liberec 1968
- /6/ M. KŘÍŽ - Zpevňování povrchu lahví, přednáška na konferen-
ci o povrchových úpravách skla, Nový Bor 1969
- /7/ E. HAŠKOVÁ - Tenké vrstvy na skle, přednáška tamtéž
- /8/ I. FANDERLIK, R. OBRŠÁLKOVÁ - Transparentní optické
vrstvy na sklech, SVÚS Hradec Králové 1978
- /9/ kolektiv - Snižování hmotnosti obalového skla, ČSVTS
Sklárny Moravia Kyjov 1980
- /10/ I. ŠOLC, J. PLEŠTIL - Některé zkušenosti s optickým měře-
ním tenkých vrstev, JMO 21, 122 /1976/
- /11/ M. MOLČÍK - Měření tenkých vrstev používaných v elektro-
nové mikroskopii, JMO 18, 18 /1973/
- /12/ E. HAŠKOVÁ - Studium tenkých vrstev SnO_2 na skle,
kandidátská práce VŠST Liberec 1972
- /13/ K. LUSTIG - Měření klouzavosti lahví, Sklář a keramik
23, 16 /1973/
- /14/ B. VRZAL a kol. - Strojnické tabulky, SNTL Praha 1972

1	Základový plech	ČSN 425310	11 500.1						1
2	Lišta 8x12-735	ČSN 425522	11 500.0						2
1	Stojan 20x60-140	ČSN 425522	11 500.0						3
2	Vzpěra 10x40-100	ČSN 425522	11 500.0						4
1	Rameno	ČSN 426720	11 453.1						5
1	Stavěcí šroub M 12xI-120	ČSN 425510	11 500.0						6
2	Vodící pouzdro ø 20-40	ČSN 428511	42 3046.0						7
2	Vodící čep ø 12-155	ČSN 425510	11 500.0						8
1	Vahadlo	ČSN 425522	11 373.1						9
1	Vyvažovací zá- važí ø 68-80	ČSN 425510	11 500.0						10
1	Závaží ø 63-88	ČSN 425510	11 500.0						11
4	Přídavné závaží ø 100-25	ČSN 425510	11 500.0						12
2	Posuvná opěrka 4	ČSN 427305	42 4201.1						13
2	Opěrka tl. 4	ČSN 427305	42 4201.1						14
1	Čelist horní		Silon						15
1	Čelist dolní		Silon						16
2	Vedení 10x15-105	ČSN 425522	11 500.0						17
1	Kluzná podl. 4	ČSN 425310	11 500.1						18
1	Saně tl. 8	ČSN 425310	11 500.1						19
1	Držák táhla 8x10-45	ČSN 425522	11 500.0						20
1	Podložka tl. 4	ČSN 427305	42 4201.1						21
1	Závěsná tyčka ø 5-160	ČSN 425510	11 500.0						22
1	Podložka tl. 2	ČSN 427305	42 4201.1						23

P. Slatinský

1:1

4.6.1982

VŠST
LIBEREC

MĚŘICÍ PŘÍSTROJ

0 - DP - 033/82 - 01

5

3

1	Ložiskový domek ø 48-35	ČSN 425510	11 500.0						24
1	Čep ložisek ø 20-65	ČSN 425510	11 500.0						25
1	Nástavec ø 20-60	ČSN 425510	11 500.0						26
1	Řemenice ø 35	ČSN 425510	11 500.0						27
1	Řemenice ø 100	ČSN 427510	42 4201.1						28
1	Táhlo 5x16-160	ČSN 425522	11 500.0						29
1	Čep 6HR 10-25	ČSN 426530	11 500.0						30
1	Čep 6HR 10-18	ČSN 426530	11 500.0						31
1	Rozpěrka ø 32x2,5-10	ČSN 425715	11 453.0						32
1	Rozpěrka ø 22x3,5-10	ČSN 425715	11 453.0						33
1	Vložka ø 10-7	ČSN 425510	11 500.0						34
2	Pouzdro ø 11-5	ČSN 428511	42 3046.0						35
1	Víčko ø 48-5	ČSN 425510	11 500.0						36
1	Podložka ø 18-4	ČSN 425510	11 500.0						37
2	Čep 6HR 14-20	ČSN 426530	11 500.0						38
2	Zarážka tl. 3	ČSN 425310	11 500.1						39
1	Kolečko ø 50-10		Silon						40
4	Matice M5	ČSN 021401							41
1	Ma tice M8	ČSN 021401							42
2	Matice M10	ČSN 021401							43
2	Matice M8	ČSN 021403							44
4	Šroub M5-20	ČSN 021101							45
4	Šroub M5-30	ČSN 021101							46

P. Slatinský

1:1

4.6.1982

VŠST
LIBEREC

MĚŘICÍ PŘÍSTROJ

0 - DP - 033/82 - 01

5

4