

Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích
Přírodovědecká fakulta



**Implementace vypařovacího systému pro depozice
tenkých vrstev**

Bakalářská práce

David Cifreund

školitel: doc. RNDr. Vítězslav Straňák, Ph.D.

Cifreund D.(2017): Implementace vypařovacího systému pro depozice tenkých vrstev. (Implementation of evaporating system for deposition of thin films. Bc. Thesis, in Czech) - 47p., Faculty of Science, The University of South Bohemia, České Budějovice, the Czech Republic.

Abstrakt

Bakalářská práce je zaměřena na dávkovací systém pro PECVD procesy v prostředí nízkoteplotního plazmatu. Klíčem úspěšných depozic je přesný a stabilní průtok prekurzoru do reaktoru, kde probíhají výboje různého druhu, využívané pro depozici tenkých vrstev.

V případě, že je příměsí prekurzoru kapalina, je potřeba ji smíchat s nosným plynem a výslednou směs převést kompletně do plynné fáze. Pro tyto účely byl vybrán vypařovací systém CEM značky Bronkhorst High-Tech B.V., složený z regulátoru průtoku pro plyn, regulátoru průtoku pro kapalinu, vypařovací jednotky a řídicího modulu pro jejich ovládání. Cílem práce je implementovat uvedený vypařovací systém do plazma chemického reaktoru, provést jeho kalibraci a testovací měření.

Klíčová slova

Fyzika plazmatu, PECVD, tekutina, průtok, vypařování, CEM, vakuum

Abstract

This thesis focuses on gas dispensing for PECVD processes in low temperature plasma. Key to successful depositions is an accurate and stable flow rate of precursor to reactor, where discharges are used for depositions of thin films.

Liquid can be also an admixture of the precursor, but it has to be mixed with the carrier gas and finally evaporated. For this purpose was chosen CEM evaporating system from Bronkhorst High-Tech B.V., which is composed of gas mass flow controller, liquid mass flow controller, evaporating device and control unit. Main goal of this thesis is to implement evaporating system to plasma chemical reactor, calibrate it and do measuring tests.

Keywords

Plasma physics, PECVD, fluid, flowrate, evaporating, CEM, vacuum

Prohlášení

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně pouze s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citované literatury.

Prohlašuji, že v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb. v platném znění souhlasím se zveřejněním své bakalářské práce, a to v nezkrácené podobě – v úpravě vzniklé vypuštěním vyznačených částí archivovaných Přírodovědeckou 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 18.4.2017

David Cifreund

Poděkování

Rád bych poděkoval Mgr. Jiřímu Kratochvílovi za odbornou pomoc a věnovaný čas na realizaci této práce a doc. RNDR. Vítězslavu Straňákovi, Ph.D. za možnost realizovat bakalářskou práci pod jeho vedením a praktickou zkušenost s provozem laboratoře fyziky plazmatu.

Obsah

1	ÚVOD	1
1.1	DEPOZICE TENKÝCH VRSTEV	2
1.1.1	Nízkoteplotní plazma	3
1.1.2	Fyzikální metoda PVD (Physical Vapour Deposition).....	3
1.1.3	Chemická metoda CVD (Chemical Vapour Deposition).....	4
1.1.4	Plazma chemická metoda PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition).....	4
1.1.5	Dávkovací systém PECVD procesu.....	6
1.2	HYDRODYNAMIKA.....	7
1.2.1	Laminární a turbulentní proudění	7
1.2.2	Průtok.....	8
1.3	MĚŘENÍ A REGULACE PRŮTOKU	9
1.3.1	Průtokoměr	9
1.3.2	Regulátor průtoku	10
1.4	CÍLE PRÁCE	11
2	KOMPONENTY VYPAŘOVACÍHO SYSTÉMU	12
2.1	REGULÁTOR PRŮTOKU EL-FLOW SELECT F-201CV	12
2.2	REGULÁTOR PRŮTOKU MINI CORI-FLOW M13	16
2.3	CEM VYPAŘOVACÍ JEDNOTKA	19
2.4	KOMUNIKAČNÍ A OVLÁDACÍ JEDNOTKA E-7110-AA	20
3	NÁVRH A SESTAVENÍ VYPAŘOVACÍHO SYSTÉMU	22
3.1	IMPLEMENTACE VYPAŘOVACÍHO SYSTÉMU DO VAKUOVÉ KOMORY S ČERPACÍ APARATUROU	24
4	OVLÁDÁNÍ VYPAŘOVACÍHO SYSTÉMU	26
4.1.1	Evakuace potrubí	26
4.1.2	Naplnění systému.....	26
4.1.3	Vypařování	28
4.1.4	Pohotovostní režim	28
4.1.5	Vyprázdnění systému	29
5	TEPLOTNÍ STABILIZACE DÁVKOVACÍHO POTRUBÍ	30
6	TESTOVÁNÍ A KALIBRACE CEM SYSTÉMU	32

6.1	KALIBRAČNÍ KŘIVKY REGULÁTORU EL-FLOW	32
6.2	KALIBRAČNÍ KŘIVKY REGULÁTORU MINI CORI - FLOW	34
7	SOFTWAREVÉ ŘÍZENÍ	36
7.1	FLOWDDE	38
7.2	FLOWVIEW	40
7.3	FLOWPLOT.....	40
8	ZÁVĚR.....	44
9	LITERATURA	45

1 Úvod

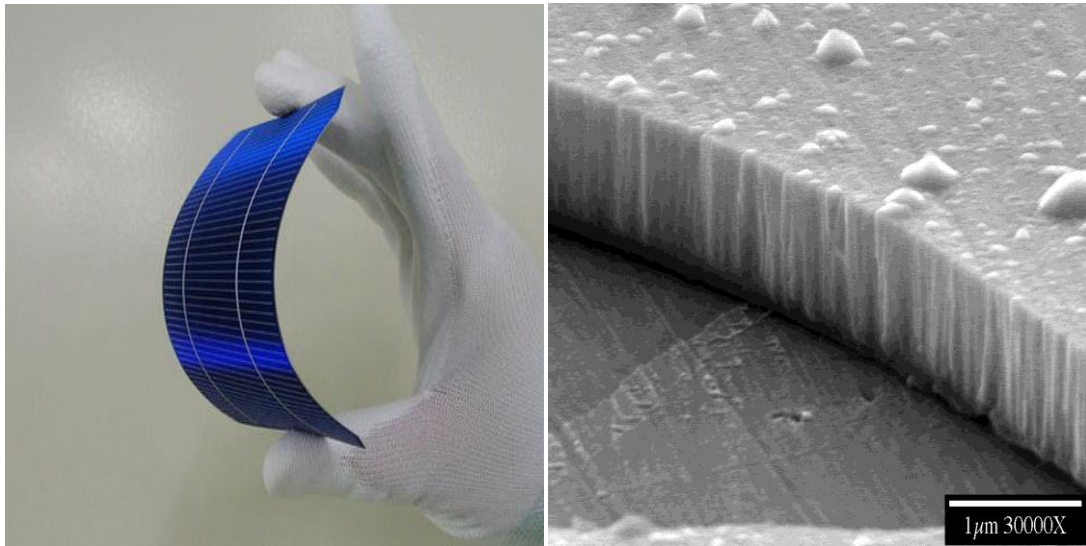
Tenká vrstva je obecný pojem užívaný pro určitý druh povlaků, které upravují a zvyšují funkčnost mnoha povrchů nebo substrátů, například jsou používány na ochranu povrchů před opotřebením, zlepšují skluz, zlepšují odolnost proti korozi a chemikáliím, tvoří ochranu před průnikem plynů a přinášejí mnoho dalších výhod [1].

Jedním ze způsobů nanášení tenkých vrstev jsou chemické depozice CVD (Chemical Vapour Deposition), založené na principu heterogenní reakce prekurzoru (směsi reaktivních plynů) s povrchem substrátu, na kterém vzniká nová tenká vrstva. Modifikací chemických depozic je metoda PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition), která využívá plazmatu k obohacení chemických reakcí. Tímto rozšířením je docíleno mnohých výhod, např. nižší teploty prostředí nově vznikající vrstvy. Bližší popis PECVD metody je k dispozici v kapitole 1.1.4. [1].

U dávkování prekurzoru je důležitá stabilita a přesnost jeho průtoku. V případě, že je příměsí prekurzoru kapalina, je nutné smíchat ji s nosným plynem a převést do plynné fáze. Předložená práce se zabývá problematikou dávkování prekurzoru a vedle k sestavení funkčního vypařovacího systému s následným uvedením do provozu.

Depozice tenkých vrstev, mě přivedly k realizaci této práce, proto na úvod práce vysvětluji pojem *tenké vrstvy* a uvádím základní informace k hlavním metodám jejich nanášení. V laboratoři fyziky plazmatu využíváme metody rozšířené o plazma, proto před hlavní metody nanášení zařazuji kapitolu věnovanou nízkoteplotnímu plazmatu, v níž je blíže definován pojem plazma a jeho výhody v procesech deponování. Jednou z hlavních metod je metoda PECVD. V kapitole jí věnované, představuji i dávkovací blok pro PECVD procesy, který je jádrem této práce. Do teorie zařazuji potřebné informace z hydrodynamiky a měření průtoku [2].

1.1 Depozice tenkých vrstev



Obrázek 1.1: Tenké vrstvy v praxi.

Tenká vrstva je obecný pojem užívaný pro určitý druh povlaků, které upravují a zvyšují funkčnost mnoha povrchů nebo substrátů. Jsou používány na ochranu před opotřebením, zlepšují skluz, zlepšují odolnost proti korozi a chemikáliím a tvoří ochranu před průnikem plynů. Existuje mnoho vlastností materiálů, které nezměníme depozicemi tenkých vrstev, ale naproti tomu díky depozicím lze zcela změnit optické, elektrické a tepelné vlastnosti povrchu. Od počátku depozic urazil jejich vývoj dlouhou cestu. Této technologii se naplno otevřel trh zahrnující fotovoltaiku, biomedicínu a optické komponenty. Následně se přidala poptávka po větší odolnosti vůči tření, opotřebením a korozi. K nejrozšířenějším typům patří vrstvy křemíku, a to zejména organokřemičitanové vrstvy [1].

Podle skupenství použitých látek, rozdělujeme metody nanášení tenkých vrstev na:

- fyzikální metodu (PVD) - pro nanášení používá látky v pevném skupenství
- chemickou metodu (CVD) - pro nanášení používá látky v plynném nebo kapalném skupenství.

1.1.1 Nízkoteplotní plazma

Plazma je částečně ionizovaný plyn, který obsahuje přibližně stejný počet kladně a záporně nabitých částic, přičemž ionizace je proces, při kterém se z elektricky neutrální částice stává částice elektricky nabitá (iont). Plazma je udržováno díky nepřetržitému přivádění energie, která dostatečně urychluje elektrony, aby se srážely s atomy/molekulami a ionizovaly je. Nepružné srážky mezi elektrony a atomy/molekulami vytváří excitované druhy, radikály a ionty, bez potřeby vysokých teplot, jako je tomu u jiných způsobů ionizace. Elektrony jsou získávány jednak srážkami s atomy plynu, kdy atom následkem kolize ztratí elektron, nebo srážkami elektronu s pevným materiálem (studenou emisí) a nebo termoemisí z elektrody.

Jedním ze způsobů jak generovat a udržovat plazma je pomocí výbojů různého druhu, například u stejnosměrných výbojů se jedná o magnetron či pulzní výboj. U střídavých výbojů je známý radiofrekvenční výboj [2,3].

1.1.2 Fyzikální metoda PVD (Physical Vapour Deposition)

Jedná se o technologii založenou na principu odpařování nebo odprašování požadovaného materiálu, který je následně nanesen na substrát, kde nová vrstva vzniká. S výjimkou reaktivního napařování je zdroj materiálu ve formě pevného terče. Depoziční teploty se pohybují od 150-500 °C v prostředí vysokého vakua. Jednou z metod PVD je magnetronové napařování, využívané v naší laboratoři [1].

Výhodami této metody jsou:

- ekologická šetrnost,
- vysoká odolnost vrstev,
- velká rozmanitost kombinací různých vrstev,
- vysoká čistota materiálu,
- relativně nízká teplota procesu.

1.1.3 Chemická metoda CVD (Chemical Vapour Deposition)

Je technologie založena na principu heterogenní reakce prekursoru (směs reaktivních plynů) s povrchem substrátu na kterém nová vrstva vzniká. Existuje celá řada chemických metod, které se od sebe liší typem chemických reakcí, tlakem pracovního plynu nebo fyzikální povahou prekursoru [2].

Výhodami této metody jsou:

- vysoká odolnost vůči opotřebení,
- nízké náklady na zařízení a řízení procesu,
- využití všude kde je nutné potahovat nepřístupné dutiny a drážky,
- vysoká teplotní stabilita vytvořených vrstev.

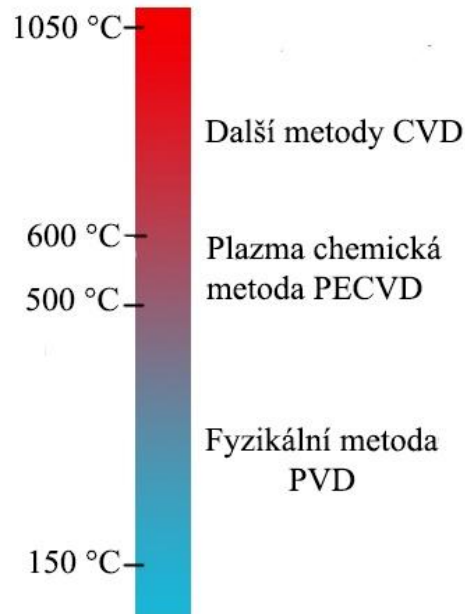
Nevýhodami této metody jsou:

- vysoká depoziční teplota (v mnoha případech by bylo zapotřebí mnohem nižších teplot s ohledem na materiál substrátu),
- dlouhý pracovní cyklus [2].

1.1.4 Plazma chemická metoda PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition)

Vyjdeme-li z procesu CVD a dostatečně snížíme tlak (na úroveň desítek až stovek Pascalů), je možné v tomto prostředí zapálit výboj (například vysokofrekvenční). Působením elektronů v plazmatu nastává disociace molekul přiváděného plynu, čímž vznikají chemický aktivní radikály v dostatečně vysoké koncentraci. Energie potřebná pro reakci je více získávána z plazmatu než z teploty. Díky tomu je možno snížit teplotu prostředí depozice, což umožňuje deponovat vrstvy i na podložkách s menší teplotní odolností. To má veliké využití v mikroelektronice, neboť v závěrečných fázích této

metody jsou na křemíkové desce již vytvořeny složité struktury budoucích elektronických obvodů a vysoká teplota by je poškodila [3].



Obrázek 1.2: Rozdělení metod podle teploty depozičního procesu.

Proces PECVD využívá průtokového režimu, při němž směs plynů proudí reaktorem (vakuovou komorou) za neustálého odčerpávání vývěvou. Chemicky aktivní radikály při dopadu na substrát reagují a vytvářejí vrstvu. Tento fakt lze ovlivnit poměrem různých plynů, tlakem v komoře, teplotou i frekvencí generátoru (na níž závisí energie kladných iontů dopadajících na deponovanou vrstvu) [1,2].

Funkčními bloky PECVD procesů, se kterými se setkáme v této práci, jsou:

- reaktor (v našem případě vakuová komora),
- odčerpávací systém, vybaven celkovou kontrolou tlaku, vakuovou pumpou (vývěvou),
- systém dávkování prekurzoru.

1.1.5 Dávkovací systém PECVD procesu

Reaktanty ve formě plynu jsou uchovávány v tlakových nádobách. Jejich přísun a tlak lze jednoduše regulovat ventilem umístěným přímo na tlakových láhvích. Průtok do reaktoru je možno měřit průtokoměry a regulovat regulátory průtoku. Kapalné nebo pevné reaktanty musí být do systému dodávány odlišným způsobem [2].

Zaměříme se nyní na kapaliny. Jednoduchý způsob jak převést kapalinu na plyn je zahřát ji nad její bod varu, aby ve formě páry samovolně přešla do reaktoru. Jiným způsobem lze využít nosného plynu k vytlačení kapaliny z nádoby, následně ji zahřát nad bod varu, pomocí odpařovače vypařit a ve formě páry vést do reaktoru. Úroveň vypařování je závislá na velikosti průtoku vytlačené kapaliny, na výšce hladiny a na její teplotě.

U látek v pevném skupenství lze využít jejich přechodu na plynnou formu pomocí sublimace, kdy se pevná látka přemění na plyn, aniž by docházelo k jejímu tání.

Procesy závislé na vypařených látkách jsou velmi často silně znečištěny nečistotami v párách. Nečistoty pocházejí už ze samotných reaktantů a chemických reakcí, ke kterým dochází při průchodu potrubím, odpařovačem nebo sublimátorem [3].

Míru znečištění lze zmírnit pomocí:

- Čištění reaktantů. Vodík a argon mohou být čištěny až na úroveň $1 \cdot 10^{-4}$ %.
- Eliminace netěsností.
- Použití inertních nosných plynů, které nereagují s vypařovanými materiály.
- Použití materiálů jednotlivých komponentů, které jsou slučitelné s používaným plynem [1].

Procesy CVD a PECVD někdy využívají hořlavé, výbušné a toxické látky (bór halogeny, hydridy, arzén). Důležitá je správná manipulace a opatrnost při používání. V místnostech, kde se tyto metody využívají, by neměly chybět účinné ventilace a čidla na detekci plynů, nebo alespoň kouře.

1.2 Hydrodynamika

Kapaliny a plyny mají mnoho společných vlastností. Jednou z nich je reakce na *smykové napětí*. Zatímco pevná látka se v důsledku smykového napětí do jisté míry zdeformuje, kapalina a plyn se začne pohybovat a kontinuálně deformovat (proudit). Proto tyto dvě skupenství hmoty označujeme hromadně jako *tekutiny*. Jejich chování je do velké míry podobné, proto se vyplatí je popisovat společně a pouze při diskuzi dílčích výsledků rozlišovat zvláštnosti jednotlivých druhů samostatně.

Tekutiny jsou látky, jejichž mikroskopické částice se i za účinku malých sil vůči sobě vzájemně pohybují. Pokud jim poskytneme prostor na šíření (například potrubí), dochází k jejich proudění [5,6].

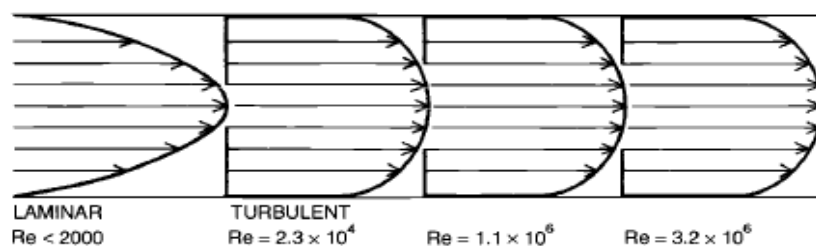
1.2.1 Laminární a turbulentní proudění

V roce 1883 vpouštěl Osborne Reynolds do proudící kapaliny ve skleněné trubici barvy a pozoroval změnu při zvyšování rychlosti proudění. Zatímco při malých rychlostech si pramen barvy zachovává svou přímoučarost, při větších rychlostech se barva rozpouští a vytváří vzor charakteristický pro víření. Typ proudění v malých rychlostech nazval Reynolds laminární a druhý typ turbulentní [4]. Bezrozměrná veličina, která definuje profil proudění, se nazývá Reynoldsovo číslo Re , jehož základní vzorec je:

$$Re = \frac{\rho v d}{\mu}, \quad 1.1$$

kde ρ je hustota, μ je dynamická viskozita, v je rychlost proudění a d průměr potrubí. Pro hodnoty Reynoldsova čísla přibližně do 2000 mluvíme o laminárním proudění. Dráhy jednotlivých částic jsou přímoučaré, rychlostní profil vykazuje tvar paraboly s nejvyšší rychlostí uprostřed potrubí, směrem ke stěně rychlost klesá vlivem tření. Nad hodnotou cca 2000 se v proudění začínají vyskytovat víry, které míchají rychle proudící místa s těmi

pomalejšími a rychlostní profil se vyrovnává. Přesná hranice mezi laminárním a turbulentním prouděním neexistuje. V přechodu mezi nimi se proud mění náhodně [4,7].



Obrázek 1.3: Laminární a turbulentní proudění v potrubí - převzato z [7].

1.2.2 Průtok

Objemový průtok Q_V je veličina, která vyjadřuje množství tekutiny prošlé zkoumaným úsekem (celým průřezem), za jednotku času.

$$Q_V = \frac{dV}{dt} = S \cdot v \quad [m^3 \cdot s^{-1}], \quad 1.2$$

kde $\frac{dV}{dt}$ je změna objemu v čase, v je okamžitá rychlost proudění a S je průřez.

Hmotnostní průtok \dot{m} je veličina vycházející z objemového průtoku. Vyjadřuje hmotnost m která proteče zkoumaným úsekem určitého průřezu S za jednotku času t :

$$\dot{m} = \frac{dm}{dt} = \rho \cdot v \cdot S. \quad 1.3$$

Hmotnostní průtok vychází ze zákona zachování hmotnosti, kdy rozdíl hmotnosti na vstupu a na výstupu je roven její časové změně:

$$m_2 - m_1 = -m_{ak}. \quad 1.4$$

Z uvedených poznatků vychází známá rovnice kontinuity. V tomto případě zjednodušená díky stacionárnímu proudění:

$$\rho_1 v_1 S_1 = \rho_2 v_2 S_2 \quad t.j. \quad m_1 = m_2. \quad 1.5$$

Řečeno slovy: hmotnostní průtok je na začátku i konci zkoumané plochy stejný. Pro objemový průtok lze rovnici kontinuity přepsat do tvaru:

$$v_1 S_1 = v_2 S_2 \quad t.j. \quad Q_{V1} = Q_{V2} = Q_V, \quad 1.6$$

což znamená rovnost objemového průtoku na začátku i na konci zkoumané plochy [3].

1.3 Měření a regulace průtoku

Měření průtoku u látek v pevném skupenství lze provádět buď jednoduchým sčítáním počtu kusů, nebo měřením hmotnosti látky, která projde monitorovací částí za jednotku času. Počítání kusů je rozšířené zejména ve velkovýrobě u výrobních linek. Pro měření množství pevných látek o různé velikosti (například uhelných briket) se vyplatí použít druhou metodu.

Pro měření průtoku tekutin existuje velké množství způsobů řešení, a to od sčítání objemu pomocí měrných nádob až k sofistikovaným elektrickým přístrojům, které například dokážou měřit průtok jak v jednotkách hmotnostního, tak objemového průtoku. Takovým sofistikovaným přístrojem je například průtokoměr [8].

1.3.1 Průtokoměr

Průtokoměr je zařízení, které přináší informaci o množství hmoty, které jím prochází. Měření průtoku se nejčastěji realizuje v jednotkách hmotnosti (hmotnostní průtok) nebo

objemu (objemový průtok). Přístroje rozdělujeme podle typu senzoru a fyzikálních zákonů, které se využívají při měření a výpočtu průtoku. Rozdělení je následující:

1. Přístroje, u kterých je výstupní hodnota senzoru lineární funkcí rychlosti proudění:
Magnetické, turbínové, ultrazvukové, vírové a termoelektrické průtokoměry.
2. Přístroje nebo nástroje využívající zákon zachování hmoty a energie:
Venturiho trubice a Pitotova trubice.
3. Přístroje, které různými způsoby měří hmotnostní průtok:
Termoelektrické a Coriolisovy průtokoměry.
4. Objemové přístroje, které používají k měření mechanické části:
Turbínkové, lopatkové a bubnové
5. Ostatní přístroje, využívající mnohonásobné měřící techniky a různé fyzikální principy [8].

1.3.2 Regulátor průtoku

Regulátor průtoku, je kompaktní zařízení složené ze snímače průtoku (obecně řečeno průtokoměr), řídicí části (PID regulátor) a koncového činitele (nejčastěji ventil). K možnostem průtokoměru přidává možnost regulace. Ve vypařovacím systému jsou použity dva hmotnostní průtokoměry. Jedním z nich je termoelektrický hmotnostní regulátor průtoku, který využívá k měření průtoku závislost šíření tepla na proudění tekutiny. Druhý hmotnostní regulátor využívá k měření průtoku Coriolisův jev [7].

1.4 Cíle práce

Cílem této práce je sestavit kompletní vypařovací systém, uvést ho do provozu a implementovat do stávající soustavy vakuové komory (reaktoru) a čerpacího systému. Sestavený systém pak bude schopen dávkovat uchovávanou kapalinu a nosný plyn, následně obě tekutiny smíchá, jejich směs vypaří a ve formě páry přivede do vakuové komory. Pomocí regulátorů průtoku bude mít uživatel možnost řídit množství kapaliny i plynu v dané směsi.

Pro vedení plynu, kapaliny i vypařené směsi je zapotřebí použít potrubí z nerezové oceli. V části vedení, kde proudí vypařená směs, očekáváme kondenzaci par, protože jejich teplota bude znatelně nižší než teplota potrubí. Do jaké míry tento děj ovlivní samotné vypařování, bude známo po prvních pokusech. Vytápění zmiňované části potrubí bude zajištěno bez ohledu na výsledky prvních pokusů.

Jednořádková řídicí jednotka působí na první dojem nepřívětivě při ovládání a nastavování parametrů. Podle manuálu je její menu kaskádovité a rozsáhlé. Proto bude s ohledem na tento fakt vhodné najít softwarové řešení pro řízení.

Plánovaný harmonogram dílčích úkolů je následující:

1. Seznámit se po teoretické stránce s jednotlivými komponenty vypařovacího systému včetně řídicí jednotky.
2. Navrhnout sestavení systému s ohledem na průchody do vakuové komory a možnost přístupu. K dispozici je schéma zapojení v manuálu od výrobce.
3. Realizovat návrh uvedený v bodě 2.
4. Zprovoznit napájení a komunikaci s řídicí jednotkou.
5. Vytvořit schémata pro řízení všech úkonů vypařovacího systému.
6. Spustit vypařovací cyklus, prozatím bez vytápěného potrubí.
7. Zajistit vytápění potrubí.
8. Provést kalibraci systému se zahrnutím teplotní stabilizace.
9. Najít nejvhodnější řešení pro softwarové řízení vypařovacího systému.

2 Komponenty vypařovacího systému

2.1 Regulátor průtoku EL-Flow Select F-201CV



Obrázek 2.1: EL-FLOW Select F-201CV - převzato z [9].

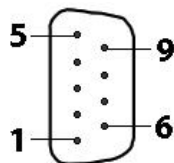
Tento přístroj se řadí do skupiny termoelektrických hmotnostních průtokoměrů. Jeho způsob měření průtoku využívá závislosti teploty povrchu potrubí na průtoku uvnitř.

Parametry

Nominální rozsah:	200 mln/min
Kalibrační plyn:	N ₂
Napájecí napětí:	+15...24V _{DC}
Analogový vstup a výstup:	0...5 V _{DC}
Tlaková zatížitelnost:	64 bar
Těsnost:	< 2·10 ⁻⁹ mbar l/s He
Stupeň krytí:	IP 40

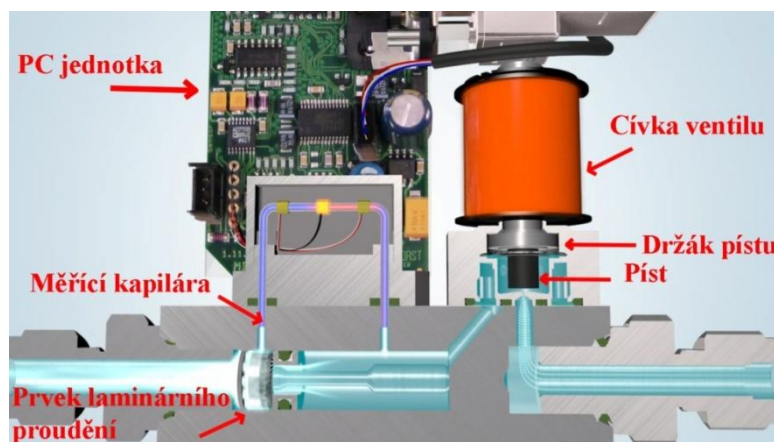
Napájení stejně jako komunikace jsou realizovány přes sériové rozhraní RS232. Konfigurace signálů je následující: Napájení zajišťují signály č. 4 a 7. Analogová komunikace je zprostředkována signálem č. 2 pro výstup a č. 3 pro vstup. Signál č. 8 slouží

pro detekci nuly a č. 9 jako zemnění. Pro digitální komunikaci fungují signály č.1 a 6 (Tx a Rx).



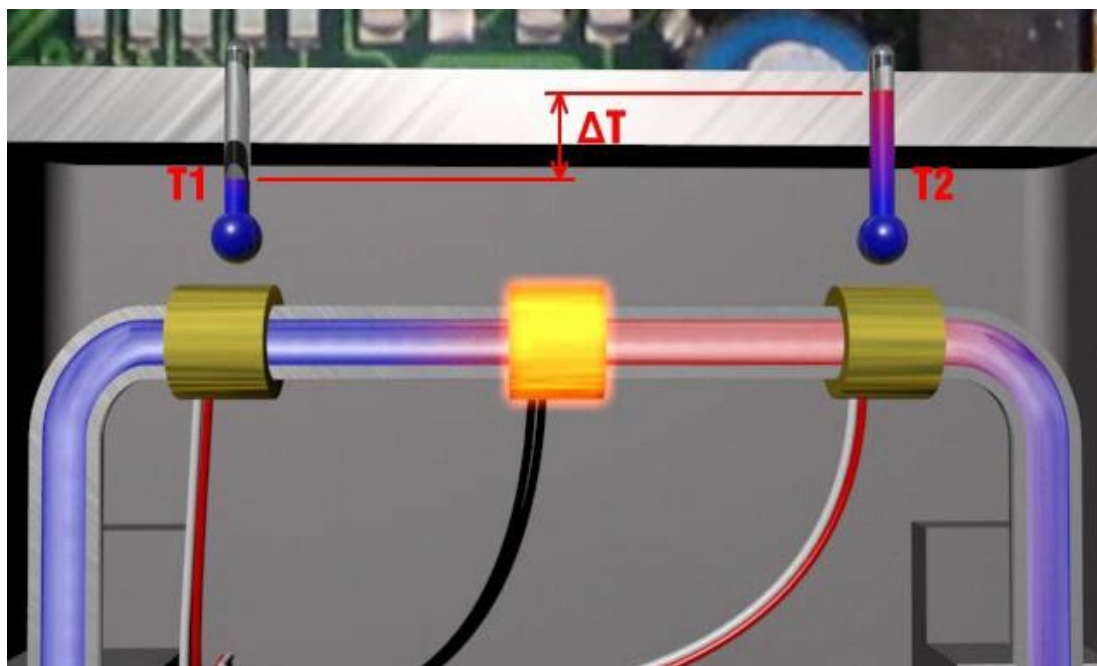
Obrázek 2.2: Konfigurace signálů portu RS232 pro analogový vstup a výstup.

Výrobce nabízí u této řady několik druhů I/O komunikace. Kromě standardní analogové komunikace jako v našem případě, nabízí výrobce také rozhraní DeviceNet, Modbus, PROFIBUS a FLOW-BUS. Všechny jmenované mají stejný základ RS232 sériové komunikace a za příplatek lze pořídit modul s připojením dle daného rozhraní. Poslední zmíněné rozhraní FLOW-BUS je navrženo samotným výrobcem. V našem případě je možno využívat základních možností tohoto rozhraní, ke kterým se dostaneme v kapitole softwarového řízení [10].



Obrázek 2.3: Vnitřní struktura regulátoru EL-FLOW - převzato z [10].

Konstrukčně se zařízení skládá z PC jednotky, měřící části a řídicího ventilu. PC jednotka, která mimo jiné obsahuje PID regulátor, slouží pro komunikaci, vyhodnocování a zaslání pokynu řídicímu ventilu. Měřící část je složena z tenké kapiláry z nerezové oceli a topného tělesa situovaného mezi dvěma teploměry snímajícími teplotu povrchu kapiláry.



Obrázek 2.4: Detail na měřící část - převzato z [10].

Princip činnosti

Prvním krokem je připojení přístroje na napájení. Výrobce doporučuje vyčkat minimálně 30 minut pro úplné zahřátí na vhodnou provozní teplotu. Pouhým dotekem ruky lze poznat že zařízení hřeje. Po přivedení zdroje plynu projde plyn vedením a měřící kapilárou uvnitř přístroje a zastaví se u řídicího ventilu. Ventil je normálně zavřený, to znamená že při vypnutém napájení nebo ihned po zapojení přístroje je uzavřen. Na obrázku 2.4 je znázorněno rozložení topného tělesa uprostřed dvou snímačů teploty.

Při uzavřeném ventilu (nulovém průtoku) je plyn v kapiláře zahříván a jeho teplota se zvýší. Oba snímače teploty zaznamenávají nyní ekvivalentní hodnotu teploty a posílají informaci do mikroprocesoru, který vyhodnotí průtok jako nulový [11].

Pokud přístroj přijme požadovanou hodnotu z řídicí jednotky (PC, PLC, nebo analogový signál), je tato hodnota porovnána s hodnotou naměřenou. Pokud je požadovaná hodnota větší, PID regulátor aktivuje ventil následovně: Cívka ventilu vyvine sílu na držák pístu. Držák je v rovnováze s pružinou, která tlačí píst k otvoru. Vlivem síly na držák se

píst uvolní z otvoru. Výsledkem je tok plynu skrz vodivou část zařízení, včetně měřicí kapiláry. Plyn, který nyní prochází kapilárou není zahřátý. Důsledkem průchodu zatím nezahřátého plynu měřicí kapilárou, dochází ke snížení teploty jejího povrchu. První teploměr proto naměří v tomto místě snížení původní teploty. Plyn dále postupuje skrz zahřívanou část, k druhému teploměru, který sejme teplotu vyšší. Rozdíl mezi hodnotou teploty snímanou na prvním a druhém teploměru, je podle zákona zachování energie přímo úměrný hmotnostnímu průtoku. Informace o aktuálním průtoku je porovnána v mikroprocesoru s hodnotou požadovanou uživatelem. Proud vedený do cívky je nastaven tak, aby vzdálenost mezi pístem a otvorem byla odpovídající pro žádané množství procházejícího plynu. Kontrolní okruh provádí tuto operaci během několika milisekund. To zajišťuje stabilní průtok plynu [9].

V ústí přístroje se nachází tzv. *prvek laminárního proudění*, který slouží jako dobře předvídatelný průtokový odpor. Zajišťuje laminární průtok pro co nejpřesnější měření a díky jeho odporu je část plynu odvedena do měřicí kapiláry [10].

Aby přístroj uváděl správnou hodnotu průtoku, musí být v určitém rozsahu kalibrován na konkrétní plyn, který jím prochází. Pokud je přístroj využíván na více plynů je potřeba změřenou hodnotu přenásobit korekčním faktorem. V korekčním faktoru jsou zohledněny měrná tepelná kapacita a hustota, které jsou pro každý plyn různé.

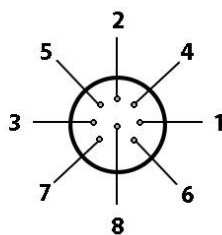
2.2 Regulátor průtoku mini CORI-FLOW M13



Obrázek 2.5: Mini CORI-FLOW série M13 - převzato z [12].

Přístroj patří mezi regulátory průtoku založené na principu Coriolisových sil. Jak udává výrobce, jedná se o nejmenší Coriolisův průtokoměr na světě. V technologických procesech, vyžadujících nízké průtoky a co nejmenší rozměry měřících zařízení, je tento přístroj výjimečný počín. Z teorie je známo, že Coriolisovy průtokoměry využívají potrubí ve tvaru smyčky, s rozměry většími, než je toto zařízení. Měřící smyčka mini CORI-FLOW má netradiční tvar a společně se senzorem a PC jednotkou jsou zkompletovány do rozměrů 92x144x32 mm. Jeho další výjimečnost spočívá v univerzálnosti použití. Může být uplatněn pro měření plynů i kapalin. To se ukáže jako klíčové i u konfigurace v naší laboratoři.

Na rozdíl od teplotních regulátorů a průtokoměrů nemá přístroj žádnou vedlejší měřící kapiláru. Všechna tekutina proudí měřící tenkou kapilárou a průtok je tak měřen přímou metodou. Odpadá nutnost kalibrace přístroje vlivem specifických teplot pro každou látku a přístrojem tak můžeme přesně měřit většinu tekutin. Další výhodou je možnost oboustranného měření, která opět najde uplatnění v této práci. Přístroj je samozřejmě vybaven vedením s vyznačeným směrem průtoku, ale uživatel nemusí mít obavy z poškození přístroje vlivem případného průtoku z druhé strany [12].



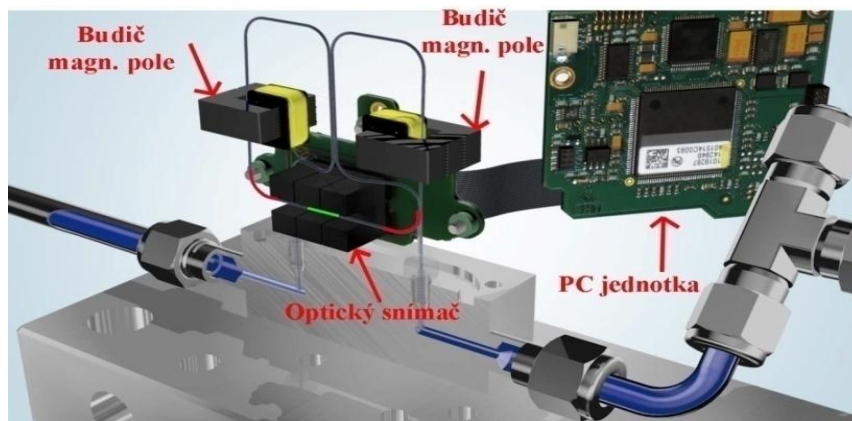
Obrázek 2.6: Konfigurace signálů u DIN konektoru pro analogový vstup a výstu.

Napájení a komunikace je realizována 8 pinovým DIN konektorem. Na opačném konci napájecího kabelu je klasický RS232 konektor pro připojení k PC, PLC nebo analogovému výstupu. Konfigurace pinů je realizována podobně jako u zařízení EL-FLOW. Jediným rozdílem je zemnění, které tentokrát nemá vyhrazeno svůj signál. Možnosti rozhraní jsou stejné jako u EL-FLOW regulátoru. Náš přístroj využívá základní RS232 komunikaci. Dokoupit ale lze i moduly pro další rozhraní [12].

Parametry

Nominální rozsah:	100 g/h kapalina
Kalibrační kapalina:	H ₂ O
Napájecí napětí:	+15...24V _{DC}
Analogový výstup a výstup:	0...5 V _{DC}
Tlaková zatížitelnost:	100 bar
Těsnost:	$< 2 \cdot 10^{-9}$ mbar l/s He
Stupeň krytí:	IP 65

Zařízení se skládá z tenké měřicí kapiláry, dvou budičů magnetického pole, optického senzoru, PC jednotky a řídicího ventilu.



Obrázek 2.7: Vnitřní struktura mini CORI-FLOW - převzato z [15].

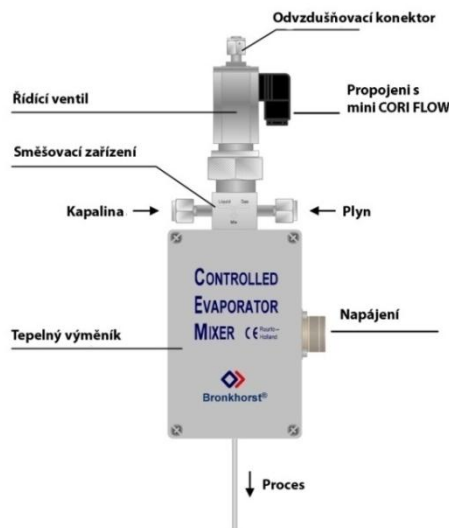
Princip činnosti

Po připojení přístroje na napájení je doporučeno vyčkat 30 minut kvůli zahřátí na pracovní teplotu a ustálení kmitání, na kterém je měření založeno.

Jak vidíme na obrázku 2.7, na dvou okrajích měřící smyčky se nachází rovnoměrně položené budiče magnetického pole umístěné dostatečně blízko, které střídavě generují magnetické pole. Důsledkem toho začne měřící smyčka kmitat zejména ve spodních rozích. Frekvence těchto kmitů je zhruba 370 Hz [11].

Optický snímač snímá střední úsek nejnižší horizontální části trubice. Pokud neproudí kapalina, střed tohoto úseku se na rozdíl od červeně zvýrazněných částí nepohybuje, nekmitá. Jakmile začne tekutina proudit, vlivem Coriolisových sil se snímaná střední část rozkmitá (pohyb celé spodní části kapiláry připomíná vlnění). Optický snímač tento pohyb zaznamenává. Kmitání je přímo úměrné hmotnostnímu průtoku přístrojem a informace o něm jsou poslána do PC jednotky, která porovná tuto hodnotu s požadovanou hodnotou. PID regulátor dá následně pokyn ventilu, podobně jako bylo vysvětleno u teplotního regulátoru průtoku, a během několika milisekund upraví průtok na požadovanou hodnotu. Optický snímač je schopen nejen zachytit velikost výchylky, ale také frekvenci, se kterou se tak děje. Z této frekvence lze získat hustotu právě proudící kapaliny, která je dalším ziskem přímé metody měření hmotnostního průtoku. U naší konfigurace je ventil oddělen od konstrukce přístroje, avšak stále řízen díky elektrickému propojení a je použit jako řídicí pro celý systém CEM [13].

2.3 CEM Vypařovací jednotka



Obrázek 2.8: CEM vypařovací jednotka a popis částí - převzato z [14].

Parametry

Nominální rozsah: 200 mln/min N₂ - plyny

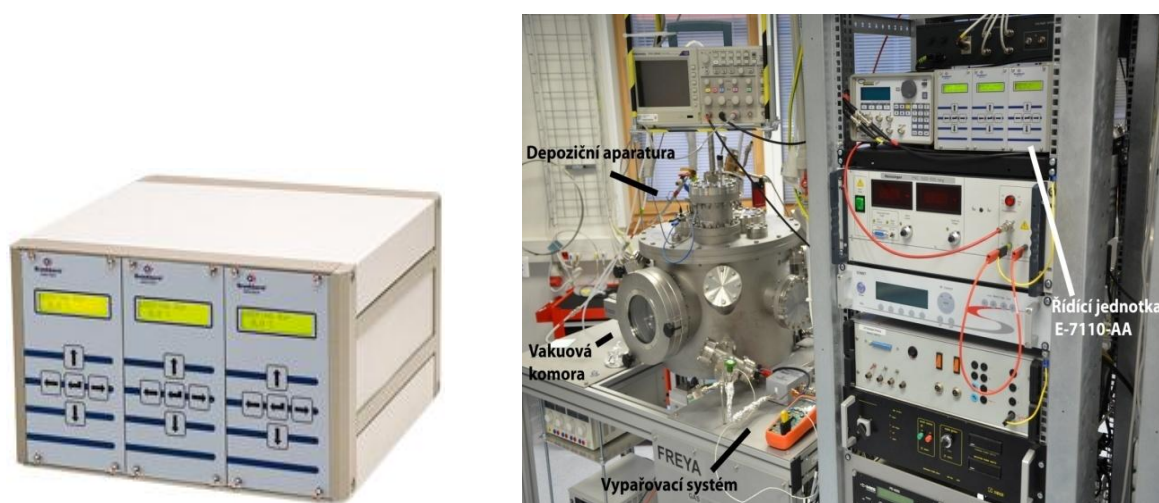
100 g/h - kapaliny

Napájecí napětí: 42 V_{ACmax}

Výkon: 150 W_{max}

CEM (Controlled Evaporator Mixer) je vypařovací jednotka složená z řídicího ventilu, směšovacího zařízení a odpařovače. Pojem *Controlled* (řízený) zde reprezentuje řídicí ventil, který je obvykle součástí zařízení mini CORI-FLOW. Výrobce využil univerzálnost a ventil tohoto regulátoru učinil jako řídicí pro celý vypařovací systém. Ventil je mimo jiné vybaven odvzdušňovacím konektorem, který má využití i v našem vypařovacím systému. *Evaporator* (odpařovač) ztělesňuje tepelný výměník, převádějící směs kapaliny a plynu na páru. *Mixer* (směšovač) je prostředníkem mezi řízením a vypařováním. Míchá kapalinu a plyn v poměru nastavitelnému díky dvěma průtokoměrům [14].

2.4 Komunikační a ovládací jednotka E-7110-AA



Obrázek 2.9: Vlevo samostatný modul řady E-7000, vpravo řídicí jednotka E-7110-AA složená ze tří modulů - převzato z [15].

Tato jednotka vychází z komunikačních a ovládacích modulů řady E-7000. Je složena ze tří dílčích modulů, každý z nich je určen pro jeden přístroj CEM systému. Každý modul disponuje jednořádkovým displejem a čtyřsměrným systémem klávesnice s potvrzovacím tlačítkem uprostřed. Požadovaná hodnota připojeného zařízení (dále jen *setpoint*) se zde reguluje v rozmezí 0 - 100 procent jeho plného rozsahu. Úkolem uživatele je nejdříve nastavit všechny známé parametry přístroje podle údajů na výrobním štítku, to znamená nastavit rozsah daného přístroje, měřenou veličinu (hmotnostní průtok, objemový průtok nebo tlak) a s tím související jednotky, mód (měření nebo regulace), kontrolní mód (defaultně nastaven na tuto řídicí jednotku), konkrétní tekutinu (pokud přístroj umožňuje). Všechny tři moduly mají společný přívod napětí 220-240 V_{AC}. V zadní části má každý panel umístěn port RS232 pro připojení zařízení. Konfigurace signálů portu RS232 je zobrazena v tabulce 2.1. Princip řízení je následující: Na signál č. 2 přichází hodnota napětí ze zařízení v rozmezí 0 až 5 V. Pokud je v modulu správně nastaven rozsah měření, potom hodnota 0 V na vstupu znamená 0 % výchylky plného rozsahu a například u přístroje mini CORI-FLOW průtok 0 g/h. 5 V na vstupu vyjadřuje 100 % rozsahu plné výchylky a tudíž průtok 100 g/h (pro jednoduchost). To samé platí pro analogový výstup [15].

Tabulka 2.1: Konfigurace signálů u RS232 portu pro analogový vstup a výstup

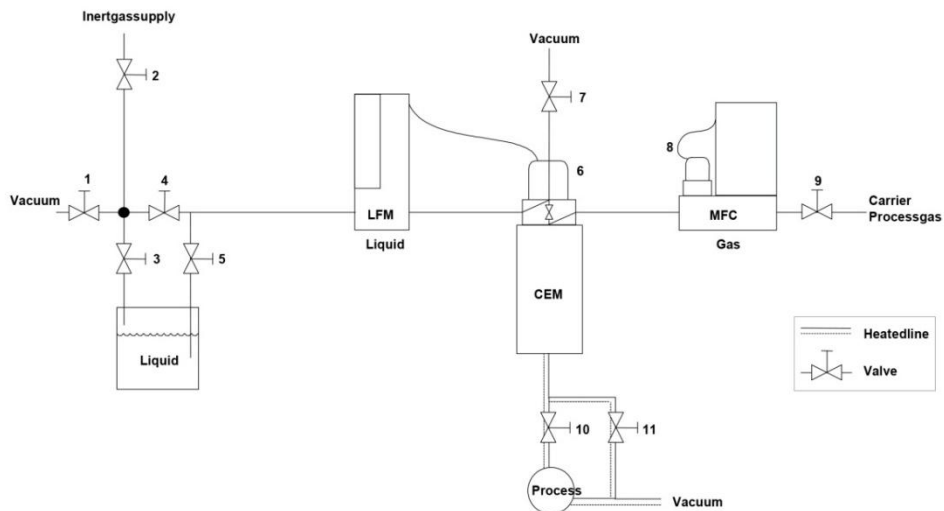
Číslo signálu	Popis
1	Nepřipojen
2	Analog. vstup (Výstup ze zařízení)
3	Analog. výstup (Vstup do zařízení)
4	0 V ventil
5	+ ventil
6	Napájení - 15 V _{DC}
7	Napájení + 15 V _{DC}
8	0 V společné
9	Zemnění (stínění)

Pro externí zařízení má každý panel na zadní straně další port RS232. Takové zařízení je schopno jednak měřit výstupní signál 0 až 5 V_{DC} z průtokoměru a naopak vysílat stejnosměrný signál 0 až 5 V_{DC} odpovídající požadované hodnotě průtoku (*setpoint*). Takovými zařízeními mohou být měřicí karty či externí voltmetr kombinovaný se stabilizovaným stejnosměrným zdrojem. Konfigurace signálů se liší. Pro výstup do regulátoru je použit signál č. 1, pro vstup signál č. 2. Signály č. 5, 6, a 7 slouží jako kontakty relé.

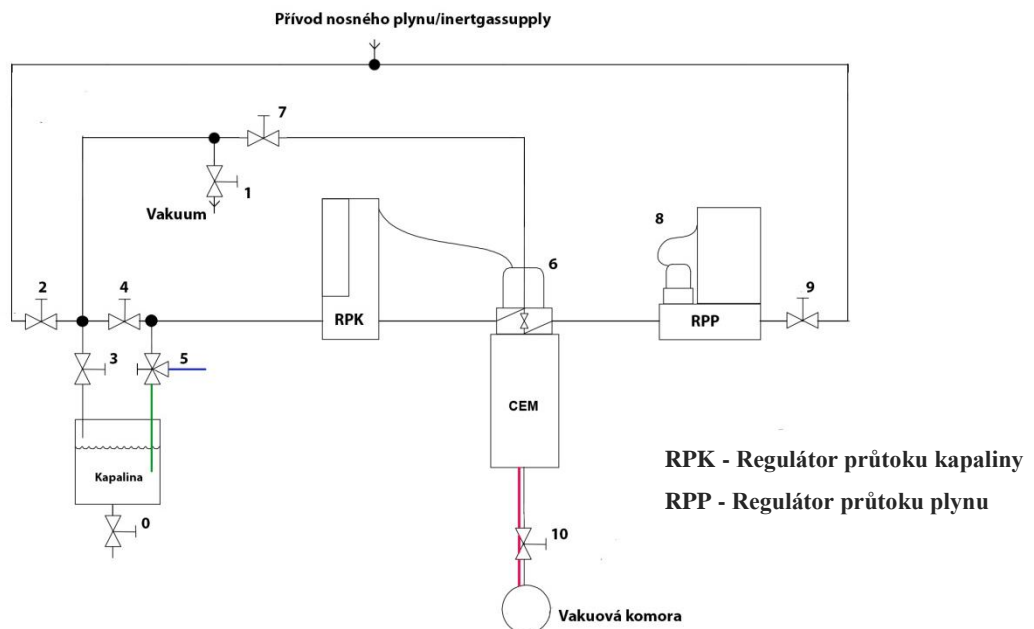
Nevýhodou je pětimístné heslo pro blokování přístupu ke změně parametrů. Uživatel je nucen zadat heslo ve tvaru ABABC, které nelze změnit. Po 3 minutách nečinnosti se řídicí jednotka automaticky uzamkne a je nutno znovu zadat heslo. Samotné nastavení *setpointu* však není zablokováno heslem. Po konfiguraci na konkrétní proces obvykle není důvod v procesu měnit parametry zařízení. Avšak při práci na seznámení s funkcemi jednotlivých zařízení bylo potřeba trávit hodiny vypařováním a zkoumáním, a bylo velmi nepraktické neustále vkládat heslo. Jednořádkový displej nijak neurychluje orientaci v nastavení. Menu je kaskádové a dostat se k potřebnému nastavení za pomoci šipek bylo zdoluhavé.

3 Návrh a sestavení vypařovacího systému

Výrobce poskytuje schéma zapojení vypařovacího systému implementovaného do vakuové komory. Pro naši vakuovou komoru bylo zapotřebí upravit původní schéma.

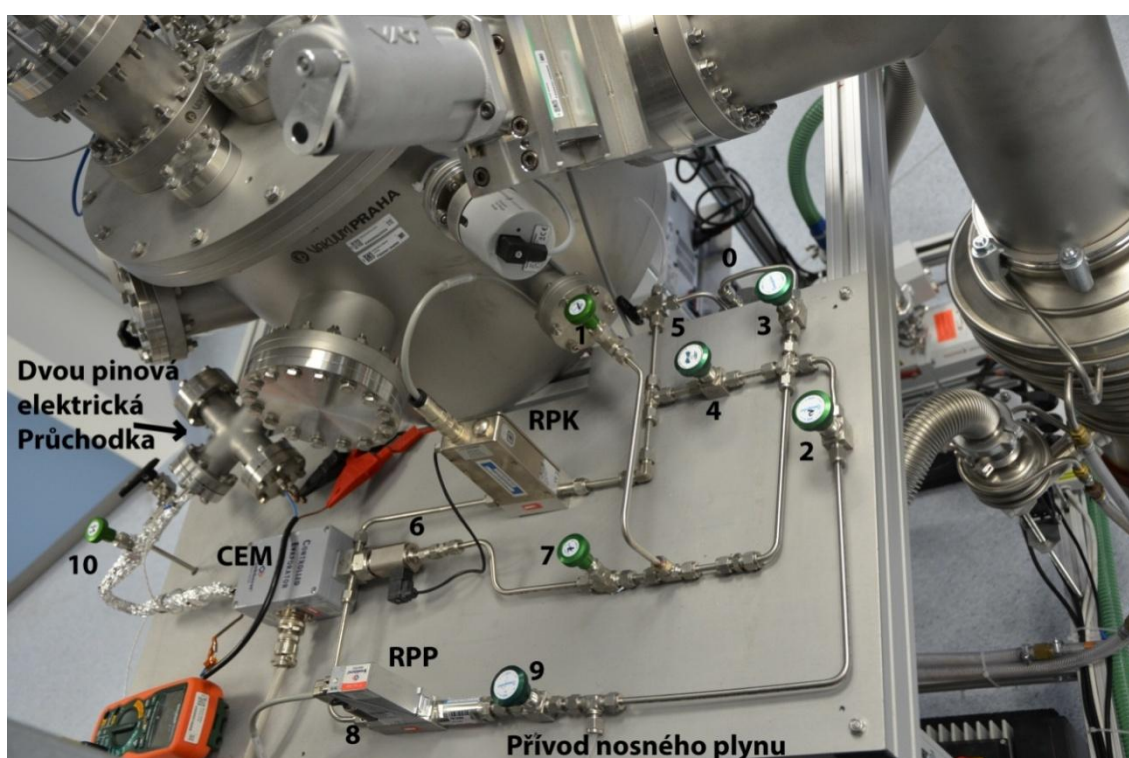


Obrázek 3.1: Původní schéma zapojení vypařovacího systému využitím vakua - převzato z [14].



Obrázek 3.2: Upravené schéma zapojení vypařovacího systému - upraveno z [14].

Podstava vypařovacího systému je vytvořena z ocelové desky. Tato deska byla připevněna ke konstrukci z hliníkového profilu, který slouží jako konstrukční základ pro uchycení vakuové komory, části čerpacího systému a prakticky všeho depozičního vybavení v laboratoři. Tři hlavní komponenty vypařovacího systému (dva regulátory průtoku a CEM jednotka) jsou pevně přichyceny k základové desce. Na vedení tekutin bylo použito potrubí z nerezové oceli o průměru 6 mm a tloušťce 1 mm. Veškeré ohyby potrubí jsou realizovány pomocí ohýbacího zařízení, aby bylo dosaženo minimálních deformací uvnitř dutin. Jednotlivé úseky vedení jsou odděleny jehlovými ventily.



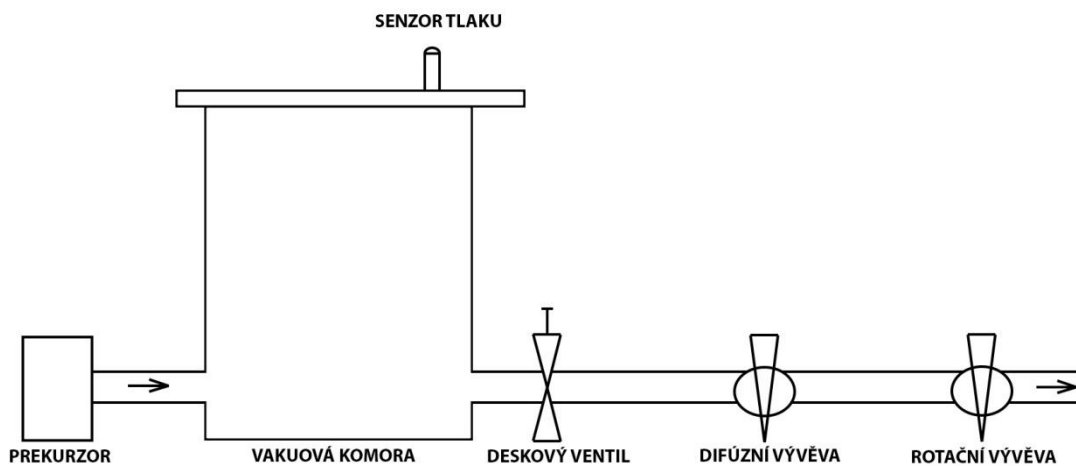
Obrázek 3.3: Sestavený vypařovací systém.

Na obrázku 3.3 je znázorněno reálné sestavení vypařovacího systému, podle upraveného schématu na obrázku 3.2. Původní schéma prošlo několika změnami. Naším procesem je samotné vakuum, takže ventil č. 11 je již bezúčelný. Z důvodu omezeného počtu průchodů do vakuové komory, mají ventily č. 1 a 7 jeden společný průchod. Přívod nosného plynu je

pouze v jednom místě. Jednocestný ventil č. 5 byl nahrazen dvojcestným ventilem. Důvod bude uveden při popisu činnosti vypařovacího systému.

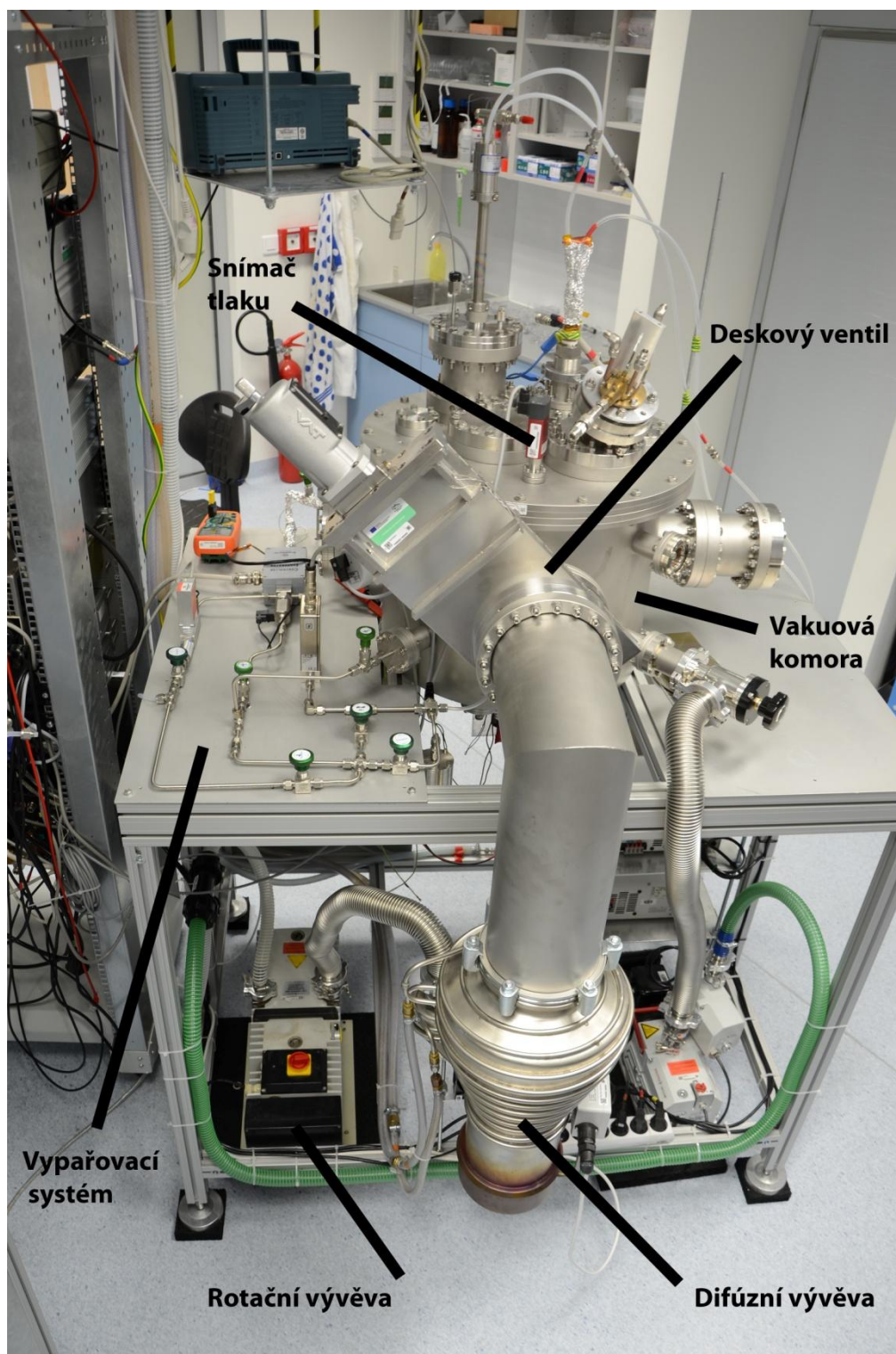
Tlaková nádoba na uchovávání kapaliny, která na obrázku 3.3 není zřetelně vidět, má víko s přichycením na šestihranný klíč (inbus) opatřené dvěma otvory. Jeden z otvorů končí těsně u hrany víka a je určen pro přívod nosného plynu do nádoby. Druhý otvor naopak musí být pod hladinou nádoby, téměř u dna, které je pro tento účel zkosené do kužele, aby bylo možné vytlačit většinu kapaliny z nádoby.

3.1 Implementace vypařovacího systému do vakuové komory s čerpací aparaturou



Obrázek 3.4: Schéma Dávkovacího systému a čerpané vakuové komory.

Vakuová komora je čerpána přes deskový ventil, difúzní vývěvou značky HSR s čerpací rychlostí 600 l/s a mezním tlakem 10^{-6} Pa, která je předčerpávána rotační olejovou vývěvou od firmy Pfeiffer vacuum s čerpací rychlostí 16 m³/h. Na obrázku 3.4 je zakresleno schéma zapojení čerpací aparatury pro vakuovou komoru. Přehled o tlaku uvnitř komory zajišťuje tlakový senzor připojen na zobrazovací jednotku.



Obrázek 3.5: Fotografie reálné podoby depoziční aparatury s vyznačenou komorou, vypařovacím systémem, deskovým ventilem, vývěvami a snímačem tlaku.

4 Ovládání vypařovacího systému

Manipulace s vypařovacím systémem není jen o samotném vypařování, ale skládá se z dílčích úkonů. Každý z nich je proto v této kapitole popsán a doplněn o doporučený postup, aby se s jednotlivými částmi systému manipulovalo správně a nedošlo k poškození přístrojů.

4.1.1 Evakuace potrubí

Základem přesného měření průtoku je čistota a vzduchotěsnost potrubí. Nečistoty a vzduchové bubliny v kapalině nebo plynu způsobují chyby v měření regulátorů průtoku. Evakuace potrubí spočívá v odčerpání veškerého objemu potrubí včetně měřících kapilár regulátorů průtoku [14].

Tabulka 4.1: Posloupnost úkonů pro evakuaci potrubí.

Postup:	Úkony:
1) Zapnutí čerpání.	Zapnout čerpání.
2) Odčerpání (Evakuace) potrubí.	Zavřít ventil: 2, 3, 5, 0 a 9.
	Otevřít ventil: 4, 7, 1, 10.
	Na regulátoru plynu a kapaliny nastavit <i>setpoint</i> na 100% (ventil 6 a 8 otevřen).
	Čerpat do tlaku cca $6,4 \cdot 10^{-4}$ mbar, při plně otevřeném deskovém ventilu.

4.1.2 Naplnění systému

Účelem tohoto kroku je vytlačit kapalinu pomocí nosného plynu z tlakové nádoby tak, aby byla připravena pro smíchání a vypaření. Dalším cílem je správně natlakovat všechna místa potrubí.

Tabulka 4.2: Posloupnost úkonů pro naplnění systému.

Postup:	Úkony:
1) Natlakování potrubí mezi přívodem plynu a ventilem č. 2.	Zavřít ventily: 1, 7, 4. Otevřít pomalu ventil 2 a po chvíli zavřít.
2) Natlakování potrubí mezi přívodem plynu a regulátorem pro plyn.	Na regulátoru plynu i kapaliny nastavit <i>setpoint</i> na 0% (6 a 8 zavřen). Otevřít pomalu ventil 9 a po chvíli zavřít.
3) Odčerpání vzduchu z nádoby na kapalinu ¹ .	Otevřít pomalu ventil 3 a po chvíli zavřít.
4) Natlakovat nádobu na kapalinu.	Otevřít: 2 a pomalu 3.
5) Odvzdušnění nádoby na kapalinu ² .	Otevřít krátce ventil 5 ve směru plastové hadičky, dokud v ní nezačne protékat kapalina a poté zavřít.
6) Naplnění potrubí kapalinou.	Nikdy nevypínat přívod plynu. Otevřít 5 ve směru potrubí a vyčkat pár minut až projde vytlačená kapalina potrubím kolem ventilu 6 až k ventilu 1.
7) Systém je připraven k vypařování.	

1) Po naplnění tlakové nádoby libovolnou kapalinou zůstává prostor mezi hladinou a víkem vyplněn vzduchem. Nežádoucí vzduch odčerpáme úkonem v bodě 3.

2) Při výměně kapaliny v tlakové nádobě, vždy zůstává úsek potrubí, který obsahuje vzduch. Na obrázku 3.2 je znázorněn zelenou barvou. Vytlačená kapalina před sebou hrne objem vzduchu, dokud se nezastaví u ventilu č. 7. Výrobce doporučuje odčerpat vzduch pomocí ventilu č. 7 do vakuové komory, a to za cenu odčerpání i nepatrného množství kapaliny, která je za objemem vzduchu. I nepatrné množství odčerpané kapaliny znamená enormní nárůst tlaku v komoře, čemuž se chceme vyhnout. Bylo navrženo alternativní řešení, kdy odvzdušnění probíhá v počátku vytlačení kapaliny z nádoby. Pomocí dvoucestného ventilu č. 5 je nejprve vytlačen vzduch průhlednou plastovou hadičkou, která je na obrázku 3.2 znázorněna modrou barvou. Jakmile se v ní objeví kapalina, otočíme polohu ventilu č. 5 do směru potrubí, kudy se kapalina dál šíří do systému.

4.1.3 Vypařování

Po naplnění systému, jsou kapalina i nosný plyn připraveny k dávkování a v samotném procesu vypařování uživatel nastavuje jejich požadované průtoky a teplotu vypaření dané směsi.

Tabulka 4.3: *Posloupnost úkonů pro zahájení vypařování.*

Postup:	Úkony:
1) Nastavení teploty vypařovací jednotky.	Nastavit <i>setpoint</i> vypařovací jednotky na požadovanou hodnotu.
2) Zapnutí průtoku plynu.	Zavřít ventil 10. Otevřít ventil 9, nastavením <i>setpointu</i> regulátoru plynu.
3) Zapnutí průtoku kapaliny.	Otevřít ventil 6, nastavením <i>setpointu</i> regulátoru kapaliny.
4) Připojení do procesu.	Otevřít pomalu ventil 10.

Tabulka 4.4: *Posloupnost úkonů pro ukončení vypařování*

Postup:	Úkony:
1) Vypnutí průtoku kapaliny.	Nastavit <i>setpoint</i> regulátor kapaliny na 0%.
2) Vypnutí průtoku plynu.	Nastavit <i>setpoint</i> regulátor plynu na 0%.
3) Odpojení od procesu.	Zavřít: 10.

4.1.4 Pohotovostní režim

Pokud je zapotřebí nechat systém delší dobu mimo provoz (den a více), uvedeme ho do pohotovostního režimu, ale za předpokladu, že v příštím vypařování bude využita stejná kapalina a plyn [14].

Tabulka 4.5: Posloupnost úkonů pro uvedení systému do pohotovostního režimu.

Postup:	Úkony:
1) Nečinný systém.	Zavřít ventily: 5 a 3.
2) Odpojení plynu.	Zavřít ventil 2 a vypnout přívod plynu do systému.
3) Před začátkem vypařování.	Otevřít ventily: 2, pomalu 3 a 5 ve směru potrubí.
4) Systém je připraven k použití.	Zahájení vypařování.

4.1.5 Vyprázdnění systému

Systém potrubí vyprazdňujeme v případě, že ho chceme naplnit jinou kapalinou nebo plynem. Jednoduše řečeno vytlačíme nosným plynem všechnu kapalinu, která je v potrubí pomocí uvedeného postupu.

Tabulka 4.6: Posloupnost úkonů pro vyprázdnění systému.

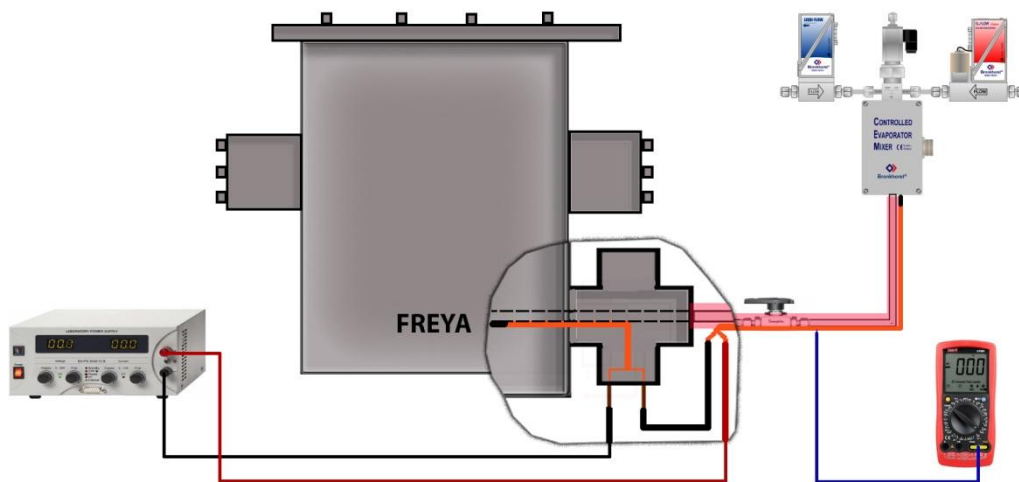
Postup:	Úkony:
1) Uzavření potrubí ve kterém je kapalina.	Zavřít ventily: 5 a 3.
2) Vytlačení kapaliny z potrubí.	Otevřít ventil 2. Řídicí ventil 6 nechat zavřený.
	Otevřít ventil 5 ve směru k tlakové nádobě.
	Otevřít ventil 0 a nechat všechnu kapalinu vytlačit do připravené prázdné nádoby.
	Zavřít ventil 0.
	Systém je připraven na naplnění.

Je vysoce doporučeno nevypínat/neuzavírat přísun plynu, pokud manipulujeme v systému s kapalinou. Při samotném vypařování je důležité nejprve spustit průtok plynu a až poté průtok kapaliny, protože nosný plyn napomáhá k šíření par kapaliny a činí vypařování stabilnějším. Při vedení agresivních, reaktivních, toxických a hořlavých kapalin a plynů je potřeba zvýšené opatrnosti, aby v potrubí nezůstala místa obsahující vzduch. **Hrozí nebezpečí výbuchu.**

5 Teplotní stabilizace dávkovacího potrubí

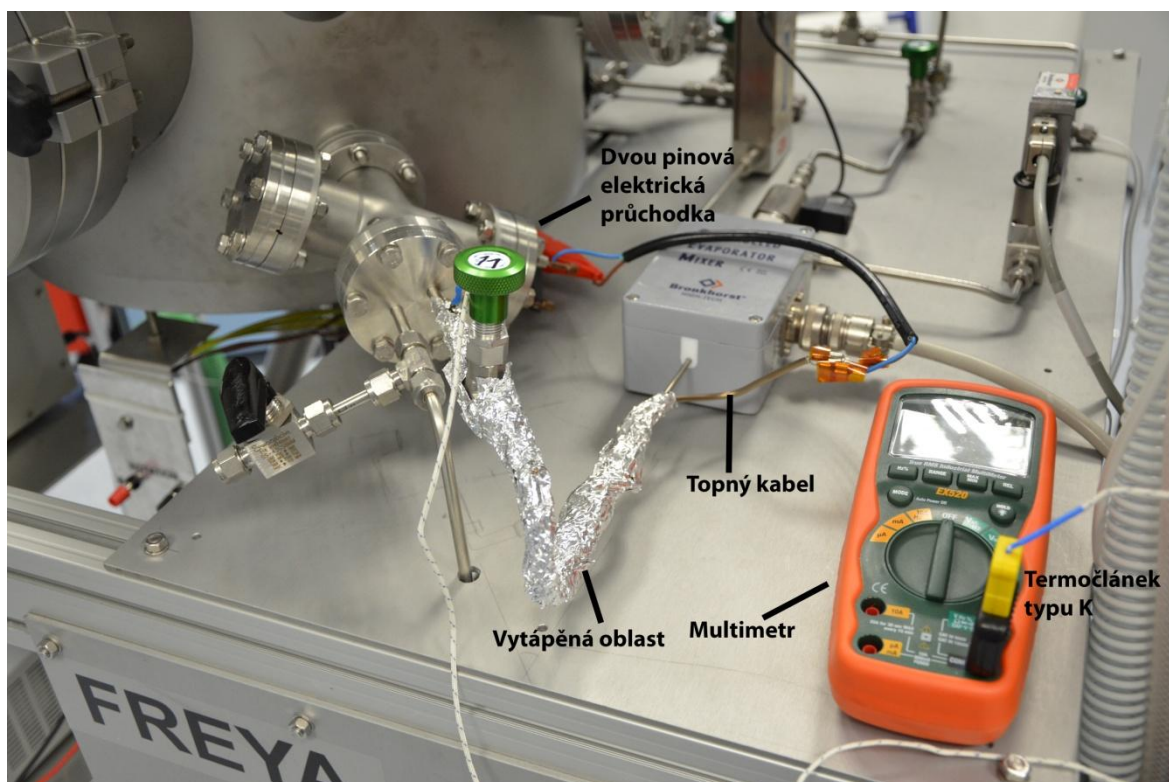
Očekávaná kondenzace par v chladném potrubí, neumožnila uvést vypařovací systém do provozu. Po několika minutách proudění vypařené směsi argonu a etanolu, rapidně narůstal tlak ve vakuové komoře na hraniční hodnoty až stovek Pascalů. Důvodem bylo odčerpání nejen par, ale také množství kapaliny, která byla přítomna v potrubí vlivem kondenzace.

Dalším krokem proto byla realizace vytápění potrubí, k němuž byl vybrán dvoužilový topný kabel Pyrotenax HAX, od firmy Pentair, s jmenovitým odporem $9 \Omega/m$ při teplotě $20 \text{ }^\circ\text{C}$, který je výjimečný díky jeho minerální izolaci a dobré odolnosti proti vysokým teplotám. Do procesů, které využívají výbojů ve vakuových komorách, nelze umístit topný kabel s polymerní izolací, protože v takovém prostředí degraduje a tvoří nežádoucí vrstvy na povrchu substrátu.



Obrázek 5.1: Schéma zapojení topného kabelu uvnitř i vně vakuové komory.

Izolace topného kabelu je velmi nepoddajná, proto je veden přímo podél potrubí, přichycen vázacím drátem a v případě venkovní části obalen hliníkovou fólií. Vytápění je rozděleno na dva bloky, a to kvůli potrubí, které pokračuje uvnitř vakuové komory a je s venkovní částí neprodyšně odděleno. Na obrázku 5.1 je schéma sériového zapojení topného kabelu (oranžová barva), který má na jednom konci spojené žíly pomocí pájení a na druhém konci je připojeno stejnosměrné napětí. Elektrické připojení dovnitř vakuové komory zajišťuje dvou pinová elektrická průchodka. Informaci o aktuální teplotě potrubí přináší multimetr pomocí termočlánku typu K, který je připevněn pod hliníkovou fólií přímo k potrubí.



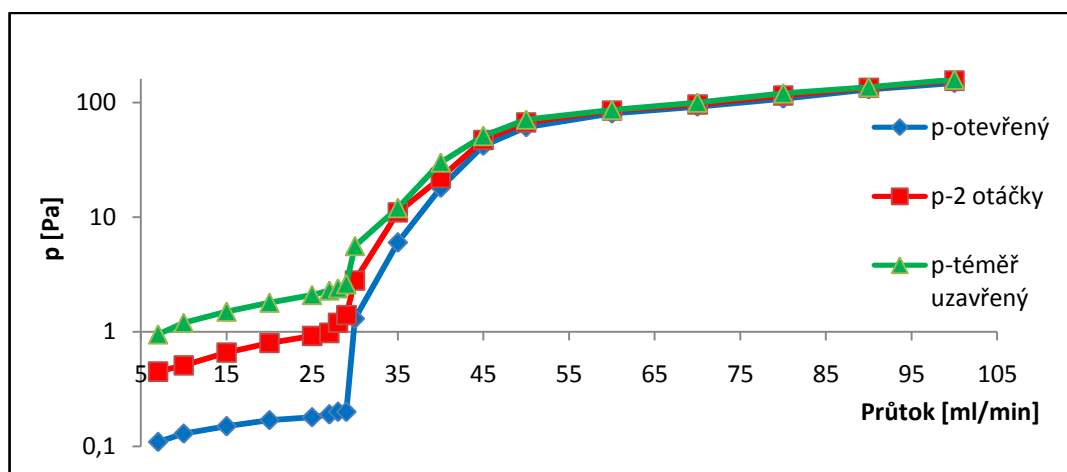
Obrázek 5.2: Fotografie topné soustavy.

6 Testování a kalibrace CEM systému

Klíčovým parametrem, který sledujeme při dávkování vypařené směsi, je nárůst tlaku uvnitř vakuové komory. Abychom zjistili rozsahy průtoků, ve kterých se budou přístroje při vypařování pohybovat, bylo zapotřebí změřit závislosti tlaku ve vakuové komoře na průtocích přístrojů. Změnou polohy deskového ventilu, který je umístěn před vývěvami, můžeme částečně regulovat tlak uvnitř komory. V měření bude tento fakt zohledněn.

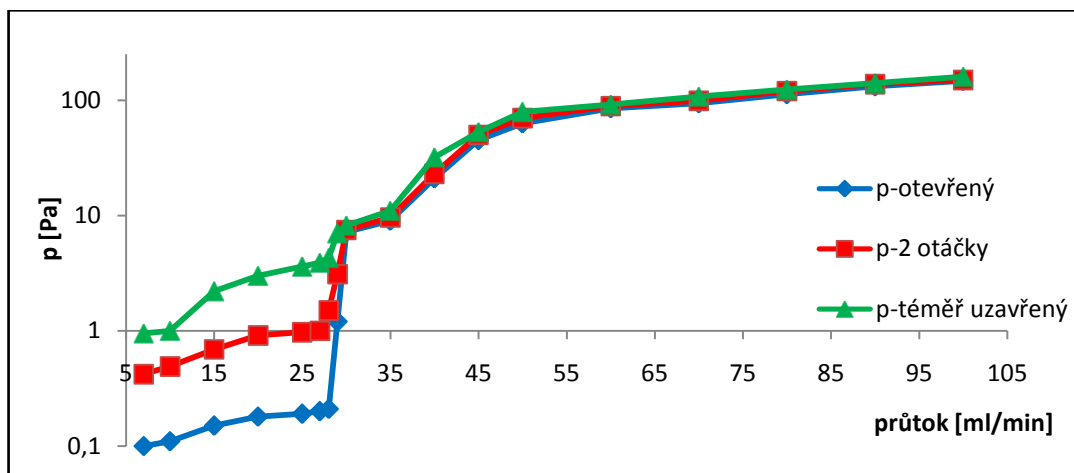
6.1 Kalibrační křivky regulátoru EL-FLOW

Tento přístroj je továrně kalibrován na N_2 v rozsahu 0 - 200 ml/min. Pro správnou informaci o průtoku je potřeba naměřenou hodnotu vynásobit korekčním faktorem pro argon (dostupný v tabulkách). Byly naměřeny tři kalibrační křivky v závislosti na poloze deskového ventilu (otevřený, téměř uzavřený a 2 otáčky od uzavřené polohy). Pro ověření správné kalibrace přístroje Bronkhorst byly pro porovnání naměřeny kalibrační křivky termoelektrického regulátoru průtoku od výrobce MKS, který je továrně kalibrován také na N_2 stejně jako náš regulátor a měří průtok stejným způsobem.



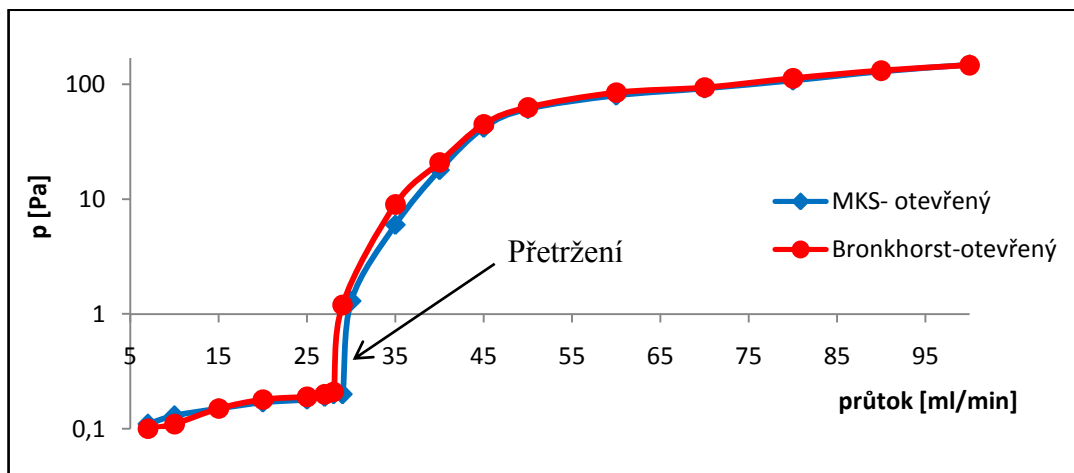
Graf 6.1: Závislost tlaku v komoře na průtoku argonu pro tři polohy deskového ventilu průtokoměr MKS.

Stejné závislosti byly naměřeny i pro náš přístroj:



Graf 6.2: Závislost tlaku v komoře na průtoku argonu pro tři polohy deskového ventilu průtokoměr Bronkhorst.

Pro porovnání:



Graf 6.3: Porovnání kalibračních křivek přístrojů Bronkhorst a MKS pro otevřený deskový ventil.

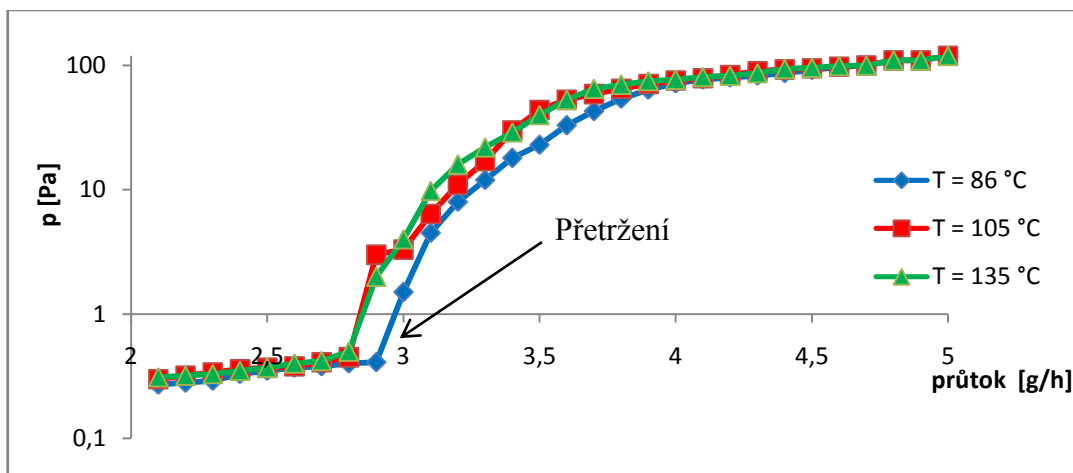
Z grafů 6.1 a 6.2 je patrný velký význam deskového ventilu. Například pro hodnotu průtoku 25 ml/min umožňuje ventil regulovat tlak v komoře mezi 0,9 a 3,6 Pascaly. Ze všech grafů je zřejmé, že v hodnotách průtoku okolo 27 ml/min dochází k přetržení čerpání a následné další zvýšení průtoku znamená rapidní nárůst tlaku uvnitř komory. Dalším

nežádoucím důsledkem přetržení je dlouhá doba ustálení tlaku. V grafu 6.3 jsou porovnány kalibrační křivky obou přístrojů. Je patrné že jsou téměř totožné a náš přístroj vykazuje podobné hodnoty jako jeden z přístrojů používaných v laboratoři.

6.2 Kalibrační křivky regulátoru mini CORI - FLOW

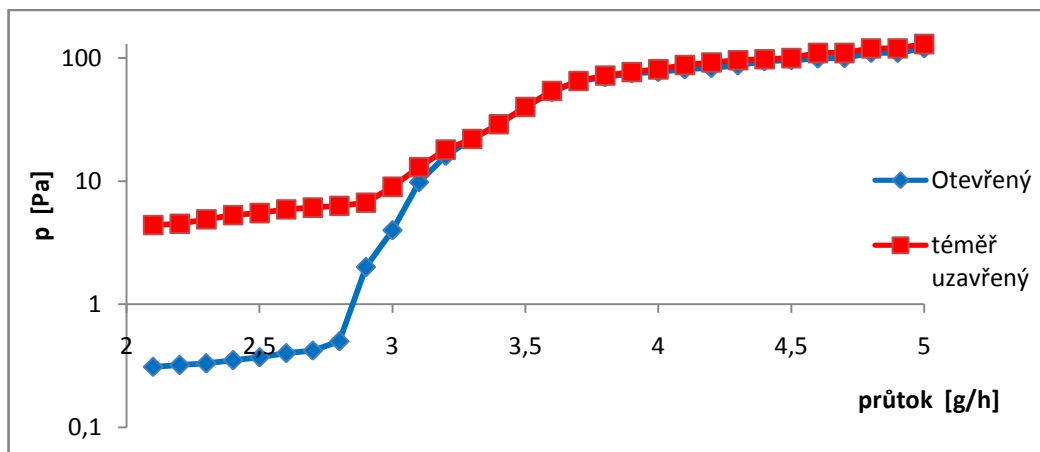
Regulátor pro kapalinu mini CORI - FLOW je kalibrován na H₂O v rozsahu 0 - 100 g/h. Jak bylo zmíněno v kapitole 2.2 tento přístroj měří přesně průtok všech kapalin. S ohledem na stabilitu probíhala měření kalibračních křivek tohoto přístroje jako běžný proces vypařovacího systému, tzn. s určitou kapalinou, teplotou vypařování, teplotou potrubí a s konstantním průtokem argonu.

Byly naměřeny kalibrační křivky pro tři různé teploty vypařování (86 °C, 105 °C a 135 °C) etanolu s bodem varu 78,3 °C (teplota vypařování a teplota potrubí jsou stejné) s cílem ověřit vliv teploty vypařování na tlak v komoře.



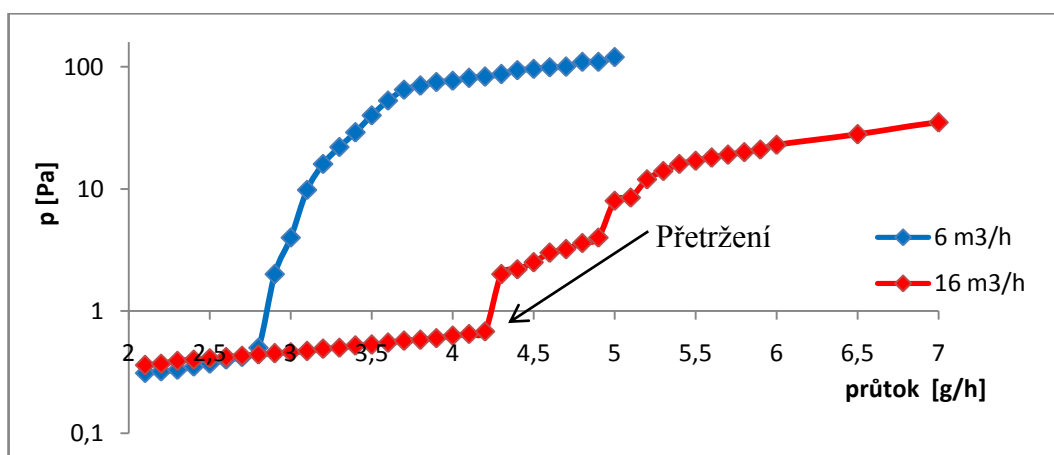
Graf 6.4: Porovnání kalibračních křivek pro 3 různé teploty vypařování a vytápění.

Ze zobrazených průběhů není patrná žádná zásadní závislost nebo rozdíl při změně teploty vypařování. U nejvyšší teploty lze pozorovat větší stabilitu, proto se vždy pro danou kapalinu budou preferovat vyšší teploty.



Graf 6.5: Závislost tlaku v komoře na průtoku etanolu. Teplota vypařování a vytápění 135°C. Průtok argonu konstantní 7 ml/min. Dvě polohy deskového ventilu.

Graf 6.5 zobrazuje vliv polohy deskového ventilu na tlak v komoře. Podobně jako u přístroje EL-FLOW je zde patrné místo v grafu, kde dochází k přetržení čerpání. Hodnoty průtoku za tímto místem nelze pokládat za využitelné. Pro oddálení tohoto jevu byla zvýšena čerpací rychlost rotační olejové vývěvy z původních 6 m³/h na 16 m³/h.



Graf 6.6: Porovnání kalibračních křivek dvou rozdílných čerpacích rychlostí. Teplota 135 °C. Průtok argonu 7 ml/min.

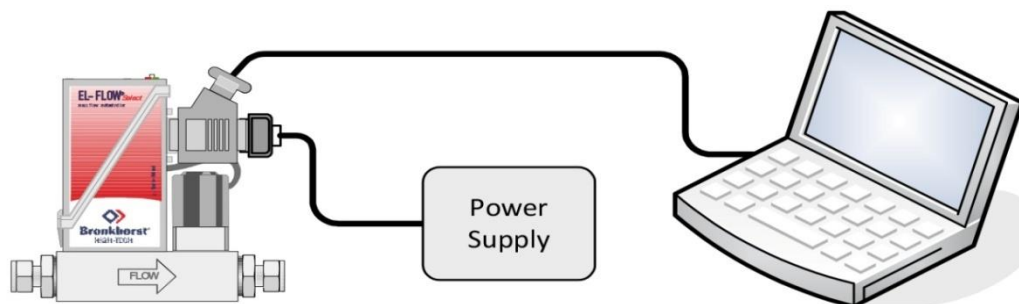
Vyšší čerpací rychlostí bylo docíleno požadovaného oddálení hranice přetržení o poměrně velkou část a to z původních 2,8 g/h na 4,2 g/h. Dalším přínosem je, že nedochází k nestabilitě tlaku v komoře za touto hranicí, proto i hodnoty průtoku nad ní jsou použitelné.

7 Softwarové řízení

Uvedení do provozu a testy vypařovacího systému probíhaly za použití řídicí jednotky E-7110-AA. Pro softwarové řízení vypařovacího systému byla nalezena řada způsobů. Všechny způsoby komunikace jsou založeny na protokolech FLOW-BUS rozhraní. Pro nejvyšší úroveň komunikace pomocí tohoto rozhraní jsou přístroje vybaveny modulem s konektorem RJ45. Podle propojovacího schématu je pak možné vytvořit síť složenou až ze 126 přístrojů s maximální délkou kabelu 600 m od prvního k poslednímu přístroji. Modul s konektorem RJ45 není standardní výbavou a je potřeba ho dokoupit, proto se vyhnu detailnímu popisu tohoto způsobu komunikace. Druhým způsobem je komunikovat pomocí RS232 portů s každým zařízením zvlášť přes knihovnu FLOWB32.DLL. Uživatel může volat funkce z této knihovny pro přímou komunikaci s přístrojem [16].

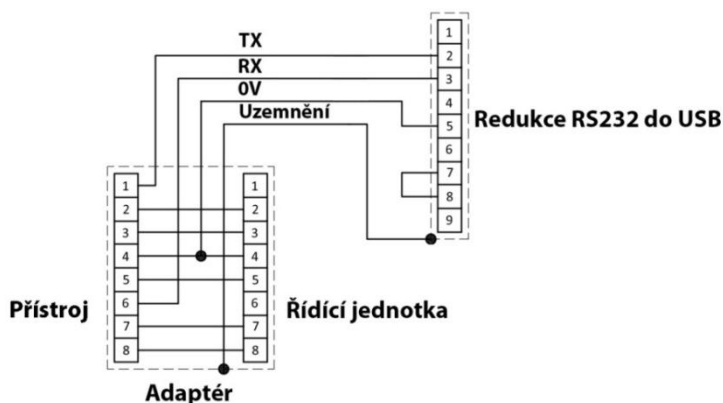
Než bude uveden třetí způsob komunikace, který byl použit pro přístroje vypařovacího systému, je nutné zmínit jednu okolnost. Vypařovací jednotka nedisponuje RS232 komunikačním portem. Podle komunikace s dodavatelskou firmou, slouží řídicí jednotka E-7110-AA (kterou používáme) jako sběrnice pro všechna tři zařízení k ní připojená. Sama jednotka disponuje FLOW-BUS konektorem, takže ji lze připojit do FLOW-BUS serveru. Toto je tedy jediná možnost, kterou jsem našel, jak zajistit softwarové řízení všech komponentů vypařovacího systému. Aby bylo možno realizovat tuto možnost, je potřeba zakoupit interface od stejného výrobce s cenou okolo 700 EUR, který umožní ovládat celou řídicí jednotku pomocí PC. Tato možnost však nebyla zatím realizována [16].

Vypařovací jednotka bude pro účely této práce ovládána klasicky analogově přes řídicí jednotku E-7110-AA a softwarová komunikace se bude týkat pouze regulátorů průtoku EL-FLOW a mini CORI-FLOW.



Obrázek 7.1: Schéma zapojení přístroje Bronkhorst a PC - převzato z [16].

Na obrázku 7.1 je znázorněn způsob propojení přístroje a PC. Do jednoho RS232 konektoru přístroje je připojen adaptér se dvěma vývody. Do jednoho vývodu je připojeno napájecí napětí. Druhým vývodem je k přístroji připojen počítač. Tento propojovací adaptér je zapotřebí jak pro přístroj EL-FLOW tak mini CORI-FLOW a je možné ho zakoupit. Díky dostupnému propojovacímu schématu byly zhotoveny oba adaptéry v laboratoři.

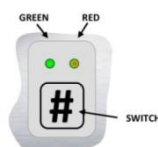


Obrázek 7.2: Propojovací schéma adaptéru pro přístroj mini CORI-FLOW.

Pro napájení byla použita řídicí jednotka E-7110-AA připojená používaným kabelem se standardní konfigurací portů jako při analogovém řízení. Druhý vývod využívá pouze signálů 0V, zemnění a digitálních signálů RX a TX. Je tím zamezen průchod napájecího napětí do počítače. Pro připojení k PC je nezbytná redukce RS232 do USB. Těchto redukcí je na trhu celá řada, ale velká část z nich nefunguje správně s laboratorními přístroji.

Několik zkušených spolupracovníků mi poradilo využívat ty redukce, které obsahují převodník firmy *Prolific*. Tím potíže nekončí, protože těchto převodníků se vyrábí 7 typů a nikde v obchodě nelze dohledat, který typ obsahuje prodávaná redukce. Nakonec byly vybrány redukce ověřené u kolegů, kteří rovněž využívají redukce RS232 do USB v laboratořích.

Všechna digitální zařízení, tedy i naše, mají na výběr z 22 kontrolních módů. Mód 0 [BUS/RS232], je výchozím při každém zapnutí přístroje. V něm přístroj přijímá příkazy z řídicí jednotky. Pro komunikaci s počítačem používáme mód 18 [RS232]. V daný moment může být aktivní právě jeden mód. Buď zasílá příkazy počítač (digitální) nebo řídicí jednotka (analogový). Je dokonce povoleno řízení několika digitálními rozhraními najednou. Ty pak budou pracovat shodně v módu 22. V tomto případě je platný poslední příchozí signál [16].

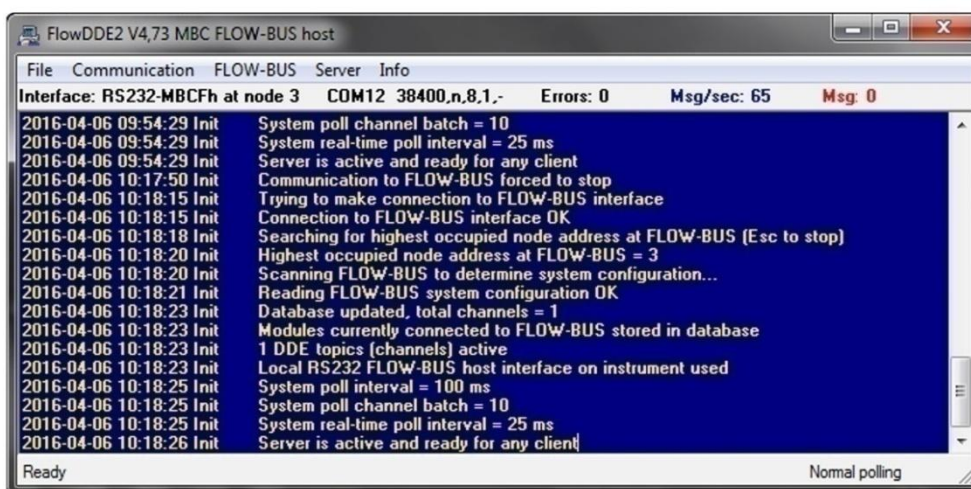


Obrázek 7.3: LED mikro přepínač - převzato z [13].

Pro kontrolu aktuálního režimu lze využít mikro přepínače s LED indikací, kterým jsou vybaveny oba regulátory průtoku. Stačí dvakrát krátce za sebou stisknout příslušné tlačítko a LED systém zobrazí aktuální stav, kdy levá kontrolka zobrazuje desítky, pravá jednotky. Tento přepínač lze využít k celé řadě úkonů včetně nulování, změně aktuálního módu, indikaci prvotního průchodu tekutiny atd.

7.1 FlowDDE

Dynamic Data Exchange server FLOW-BUS rozhraní, zajišťuje komunikaci mezi Windows aplikacemi a přístroji značky Bronkhorst. Slouží jako základ komunikace a váží se na něj všechny podpůrné programy, které jsou ke stažení na webových stránkách výrobce.

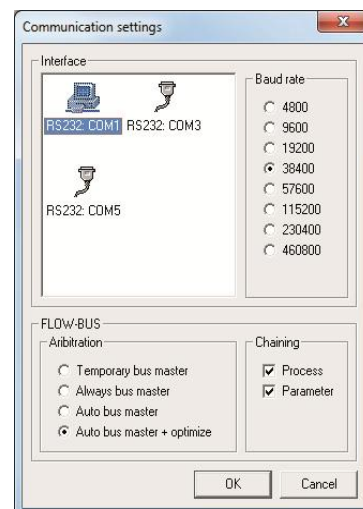


7.4: Aplikace FlowDDe - hlavní obrazovka

Postup pro navázání komunikace s přístrojem:

1. Připojit přístroj na COM port počítače.
2. Nastavit komunikační možnosti:

V panelu nabídek je potřeba otevřít nabídku Communication a po rozbalení otevřít Communication settings. Zobrazí se okno jako na obr. 7.5 (může trvat déle jak jednu minutu). Okno nabídne všechna RS232 připojení k tomuto počítači. Nyní stačí vybrat konkrétní port a potvrdit tlačítkem OK.

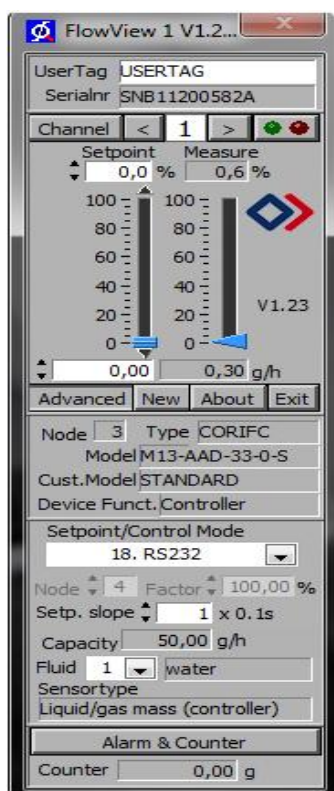


Obrázek 7.5: Nabídka Communication settings

3. V panelu Communication vybrat Open communication.
4. Na modrém pozadí se nahromadí několik časově seřazených informací. Poslední z nich bude „Server is active and ready for any client“. Nyní je server připraven a uživatel může začít používat některý z programů.
5. Pro ukončení komunikace je potřeba uzavřít všechny programy, závislé na DDE serveru a pak jen v panelu Communication vybrat Close communication.

K dispozici jsou dva servery. FlowDDE a FlowDDE2. V konfiguraci bez FLOW-BUS sítě pomocí RJ45 modulu může být k DDE potažmo DDE2 serveru připojen právě jeden přístroj. Pro naši potřebu dvou regulátorů je to dostačující počet.

7.2 FlowView



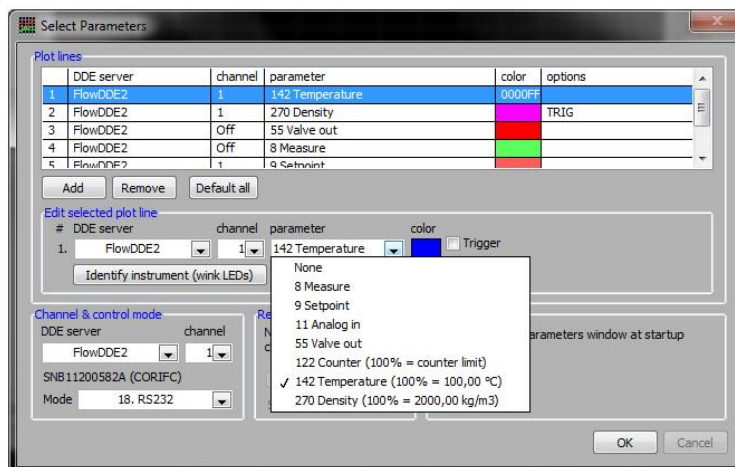
Obrázek 7.6: Ovládací panel FlowView

Tento program je nejjednodušším z řady podpůrných programů. Pro svou jednoduchost a přehlednost je ideální pro základní úkony s přístrojem. Pokud byla správně navázána komunikace, ihned po spuštění si program inicializuje všechny potřebné informace o zařízení (oproti řídicí jednotce E-7110-AA). Pro kontrolu funkčnosti komunikace slouží panel s červeným a zeleným světlem. Po kliknutí by měly zablikat LED diody na samotném zařízení. Výchozím módem při každém spuštění je komunikace s řídicí jednotkou. Prvním krokem je tedy změna na mód 18 [RS232]. V horní části se nachází řídicí a měřicí stupnice. Řídit průtok lze buďto v procentech (výběr nad stupnicí *Setpoint*, nebo jezdec na stupnici), nebo přímo v jednotkách průtoku (pod stupnicí). Měřicí stupnice vpravo zobrazuje aktuální průtok v procentech, pole pod ní v jednotkách průtoku.

7.3 FlowPlot

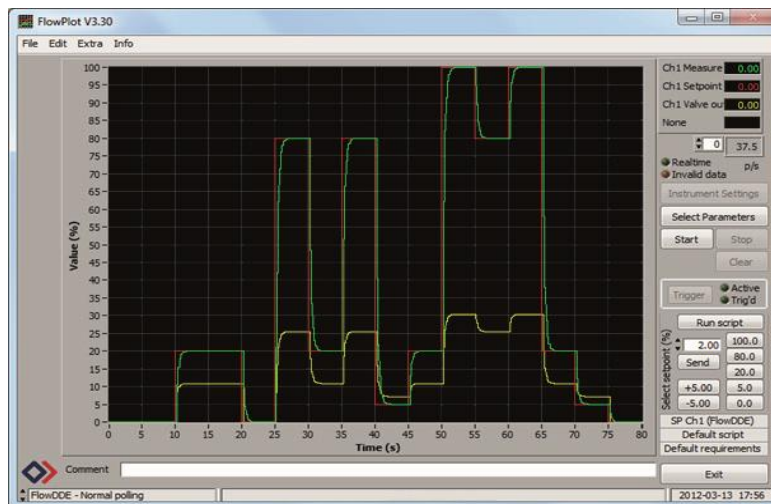
Stejně jako předchozí program i tento je klientem FlowDDE serveru. Umožňuje bližší pohled na dynamické vlastnosti přístrojů. Kromě řízení a měření nabízí pokročilé možnosti nastavení daného regulátoru. Je schopen monitorovat až 8 různých hodnot pro jedno

zařzení, vynést je na souřadnicovou osu a jejich průběh ukládat do souborů ve specifickém formátu.



Obrázek 7.7: Inicializace proměnných v programu FlowPlot.

Po spuštění programu je potřeba vybrat požadovaný DDE server, na který máme připojen konkrétní přístroj. Výchozím módem je opět 0. BUS/RS232. Je potřeba přepnout na mód č. 18 [RS232]. V horní části okna může uživatel přidávat parametry pro zaznamenávání na souřadnicovou osu. Na výběr jsou hodnoty: měřeného průtoku, *setpointu*, analogového vstupu, výstupu ventilu, časovače, teploty tekutiny a hustoty tekutiny. Potvrzením tlačítka OK se otevře monitorovací část programu (může trvat déle jak jednu minutu) [17].

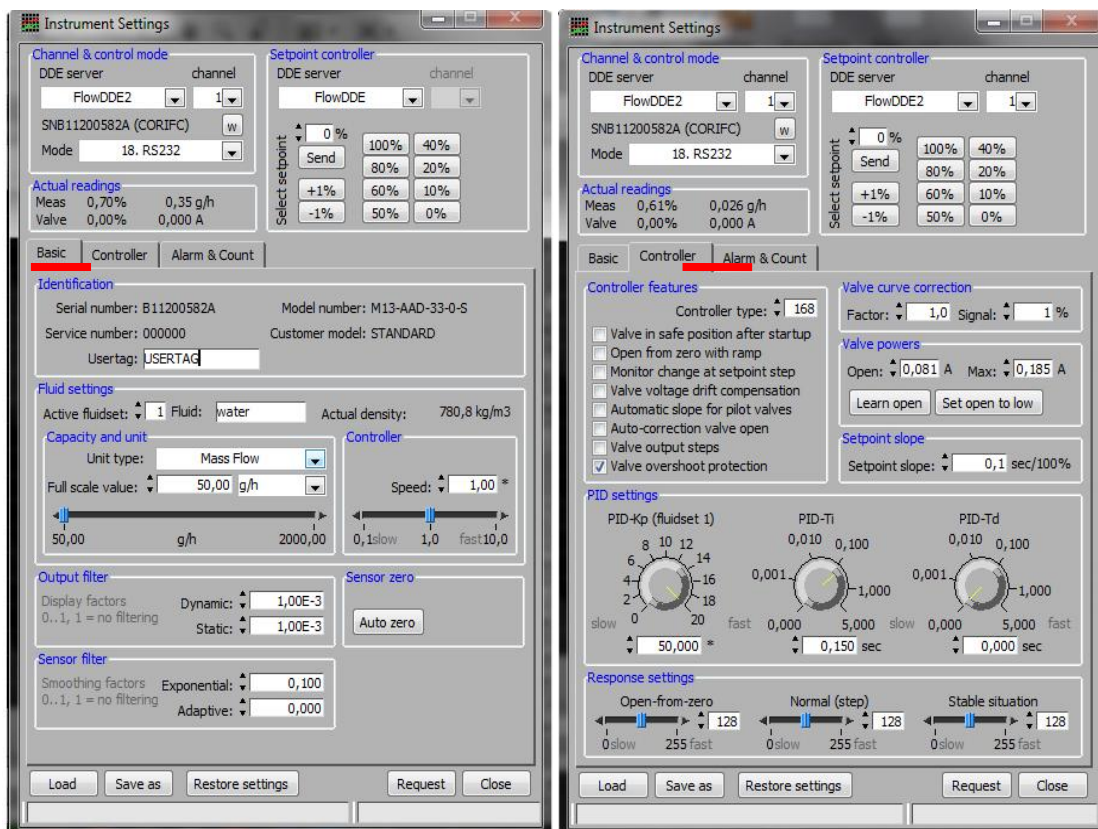


Obrázek 7.8: Monitorovací část programu FlowPlot.

V monitorovacím okně jsou v pravém horním rohu zobrazeny parametry, které byly zadány při inicializaci. V pravém dolním rohu je panel pro řízení přístroje, v němž jsou jednotlivá tlačítka pro změnu aktuálního průtoku. Kliknutím na tlačítko Start začne samotné monitorování jak je znázorněno na obrázku 7.8.

Při vypnutém monitorování lze přejít tlačítkem *Instrument settings* do pokročilého nastavení, v němž lze vybrat ze dvou DDE serverů, měnit *setpoint* a sledovat aktuální hodnotu průtoku. Spodní část nabízí tři pokročilé volby.

V *Basic* volbách je možno sledovat aktuální hustotu tekutiny. Oproti řídicí jednotce zde funguje interaktivita mezi programem respektive počítačem a přístrojem. Program si nahraje všechny informace z přístroje a dokáže měnit velké množství parametrů. Takovým příkladem jsou jednotky průtoku a rozsah přístroje [17].



Obrázek 7.9: Pokročilá nastavení. Vlevo panel *Basics*, vpravo panel *Controller*.

V jednotkách průtoku má uživatel volbu mezi objemovými, hmotnostními, standardizovanými a normovanými. Ihned po změně jednotky se aktualizuje škála měřícího rozsahu i jednotky průtoku v horní části okna.

V *Controller* volbách je k dispozici 8 předvoleb určených zejména pro ventil. Podokno *PID settings* lze využít pro úpravu rychlosti regulátoru. Doba odezvy je nastavitelná ze tří různých stavů regulátoru (Otevírání ventilu z úplného zavření, klasický krok při procesu a stabilní stav).

Alarm & Count volby nabízí upozornění v případě překročení nastavených hranic průtoku a umožňuje zvolit případné řešení. Jsou zde obsaženy indikace různých situací v přístroji. Counter část nalezne využití v systémech, kde se přístroj využívá jako regulátor tlaku. Pro potřebu pulzních dávek tekutiny lze použít čítač na co nejpřesnější měření a regulaci impulzů. Danou konfiguraci v *Instrument settings* lze pohodlně uložit do souboru ve formátu *fps* a v příštím spuštění přístroje jednoduše načíst [17].

8 Závěr

Za implementací vypařovacího systému se skrývalo poměrně velké množství práce. Okruh měření průtoku byl pro mě krokem do neznáma a v počátku mi dělal potíže.

Významnou část výzkumu zaujímal samotné pochopení vlastností a principů činností sledovaných zařízení, a to i s ohledem na jejich vysokou pořizovací cenu. V práci jim byl proto věnován náležitý prostor.

S pomocí schématu zapojení jsem vypracoval návrh systému potrubí, ventilů a začlenil jsem do něj dva regulátory průtoku a vypařovací jednotku. Samotné schéma zapojení, které poskytuje výrobce jsem musel přizpůsobit konkrétní vakuové komoře a místu, na které jsem systém plánoval umístit. Systém jsem sestavil na podstavě z ocelové desky připevněné ke konstrukci z hliníkového profilu.

Proces vypařování se skládá z dílčích úkonů, pro které jsem vytvořil doporučené plány řádné manipulace s jednotlivými částmi systému.

Dále bylo v plánu uvedení vypařovacího systému do provozu, ale vlivem kondenzace par v potrubí se dostávala do komory i kapalina a způsobovala enormní nárůst tlaku. Samotnému uvedení do provozu proto předcházela teplotní stabilizace. Na realizaci vytápění byla nejobtížnější manipulace s topným kabelem, který je vyroben z nepoddajného materiálu. Jeho instalace na potrubí uvnitř vakuové komory byla poměrně náročná.

Po teplotní stabilizaci jsem mohl přejít k uvedení systému do provozu. Pomocí kalibračních křivek jsem byl poprvé schopen zjistit, jaké hodnoty tlaku v komoře mohu očekávat při vypařování směsi. Právě díky vypařování jsem zjistil, že dochází k přetržení čerpání komory a tento problém jsme vyřešili zvýšením čerpací rychlosti.

Pro softwarové řízení jsem zvolil využití propojovacích adaptérů, které jsem zhotovil podle propojovacích schémat, které uvádí výrobce. Aktuální stav je takový, že softwarově mohu řídit dva regulátory průtoku. Vypařovací jednotka je ovládána pomocí řídicí jednotky E-7110-AA.

Díky této práci jsem měl možnost nahlédnout do specializované laboratoře a vyzkoušet si odbornou činnost. Získal jsem spoustu nových zkušeností a poznatků.

9 Literatura

- [1] Martin, Peter M.: *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings 2nd edition*. Oxford: Elsevier, 2005, iISBN 978-0-8155-2031-3.
- [2] Mattox, Donald M.: *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*. Albuquerque, New Mexico: Noyes Publications, 1998, iISBN 0-8155-1422-0.
- [3] Biederman, H., Osada, Y.: *Plasma polymerization processes*. Amsterdam, Netherland: Elsevier, 1992, iISBN 0-444-88724-5.
- [4] Nožička, J.: *Mechanika tekutin*. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2006, iISBN 80-01-02865-8.
- [5] White F. M.: *Fluid Mechanics*. New York: McGraw-Hill, 2002, iISBN978-0072402179.
- [6] Munson, Bruce R., Okiishi, Theodore H., Huebsch, Wade W., Rothmayer, Alric P.: *Fundamentals of fluid mechanics 7th edition*. USA: John Wiley&Sons, Inc., 2012, iISBN978-1-118-11613-5.
- [7] Parker, Robert C.: *Flow measurement handbook*. New York: Cambridge University Press, 2000, iISBN978-0-521-48010-9.
- [8] Saleh, J.: *Fluid flow handbook*. New York: McGraw-Hill, 2002, iISBN 0-07-136372-6
- [9] Obrázek *EL-FLOW series Mass Flow Controller*.
http://www.bronkhorst.com/en/products/theory/mass_flow_controller_theory/

- [10] Bronkhorst High-Tech B.V.:*Datasheet F-201CV Mass Flow Controller for Gases* [online]. 2014.
<http://www.bronkhorst.com/files/downloads/datasheets/el-flow/f-201cv.pdf>
- [11] Bronkhorst High-Tech B.V.:*Mass Flow / Pressure meters and controllers for gases and liquids*. [online] 2014.
http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917001manual_mass_flow_pressure_meters_controllers.pdf
- [12] Bronkhorst High-Tech B.V.:*Mini CORI-FLOW Compact Coriolis Mass Flow Meters/Controllers for Liquids and Gases*. [online] 2015.
http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917050manual_mini_coriflow.pdf
- [13] Bronkhorst High-Tech B.V.:*Operational instructions for digital Multibus MassFlow / Pressure instruments*. [online] 2016.
http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917023_operation_instructions_digital_instruments.pdf
- [14] BronkhorstHigh-Tech B.V.:*CEM controlled evaporator and mixer, instruction manual*. [online] 2015.
http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917010--manual_cem_controlled_evaporator_and_mixer.pdf
- [15] Bronkhorst High-Tech B.V.:*Digital readout and controlsystem E-7000 for analog and digital instruments*. [online] 2014.
http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917004manual_e7000_digital_readout_control_system.pdf

- [16] Bronkhorst High-Tech B.V.:*RS232 interface with FLOW-BUS protocol for digital multibus Mass Flow / Pressure instruments*. [online] 2015.
http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917027manual_rs232_interface.pdf
- [17] Bronkhorst High-Tech B.V.:*Flow Plot Software tool for monitoring FLOW-BUS parameter values and optimizing controller settings of digital instruments*. [online] 2016. http://www.bronkhorst.com/files/downloads/manuals_english/917030manual_flowplot.pdf