

Pro gradu -tutkielma

**Höyrystysuunien kehittäminen
metalli-ionisuihkujen tuottamista varten**

Tarmo Koponen

Kesäkuu 2008



Jyväskylän yliopisto
Fysiikan laitos

Lla mayyitan ma qadirun yatabaqa
sarmadi fa itha yaji ash-shuthath
al-mautu qad yantahi.

Þh'nglui mglw'nafh Cthulhu R'lyeh
wgah'nagl fhtagn.

Se kuollut ei oo,
mi voi iäti maata,
aikojen myötä voi kuolokin laata.

Talossaan R'lyehissä
kuollut Cthulhu odottaa uneksien.

Tiivistelmä

Tutkielmassa käsiteltiin metalli-ionisuihkujen tuottamiseen ECR-ionilähteillä (Electron Cyclotron Resonance) käytettäviä menetelmiä ja perehdyttiin erityisesti korkean lämpötilan uunien toimintaan ja kehittämiseen. Korkean lämpötilan uuneja tarvitaan huonosti sulavien materiaalien höyrystämiseen niin, että kyseisestä materiaalista voidaan tuottaa tarpeellinen määrä varauksellisia ioneja esimerkiksi ydinfysiikan tutkimuksia varten. Tämä on tarpeellista, sillä tulevaisuuden kokeet vaativat uusien ionien käyttöä uusien mittausten toteuttamiseksi. Työssä kehitettiin uusi resistiivinen uuni, joka on ominaisuuksiltaan merkittävästi parempi, kuin laboratoriossamme aiemmin käytetty uuni. Uuden uunin maksimikäyttölämpötila on noin 2300 K vanhan uunin kyetessä noin 1700 K lämpötilaan. Tämä mahdollistaa esimerkiksi titaani-ionisuihkun käyttämisen ydinfysiikan kokeissa.

Abstract

This Thesis discusses the methods for production of metal ion beams with ECR (Electron Cyclotron Resonance) ion sources and the usage and development of high temperature ovens was studied. High temperature ovens in nuclear physics are needed for producing new high yield ion beams to create new elements. This is inevitable because in the future new ions are needed to do so and some materials require very high temperature to be vaporized sufficiently. The Thesis also covers the development and testing of a new resistive high temperature oven, which is significantly more versatile than our pre-existing oven. The operating temperature of the new oven is 2300 K while the old oven can only handle 1700 K. This makes it possible for example to produce ion beams from pure titanium.

Sisältö

1	Johdanto	1
2	Lämmönsiirtoprosessit	2
2.1	<i>Säteily</i>	2
2.1.1	<i>Emissio, absorptio ja heijastuminen</i>	3
2.1.2	<i>Lämmönvaihto</i>	7
2.1.3	<i>Säteilysuojaus</i>	10
2.2	<i>Johtuminen</i>	12
2.3	<i>Konvektio</i>	16
2.4	<i>Lämmön siirtyminen</i>	16
2.4.1	<i>Terminen resistanssi</i>	16
2.4.2	<i>Transientti lämmönsiirto</i>	17
3	Sähkömagnetismi	20
3.1	<i>Resistanssin lämpötilariippuvuus</i>	20
3.2	<i>Resonanssipiirit</i>	22
3.3	<i>Sähkömagneettinen induktio</i>	24
4	Metalli-ionisuihkujen tuottaminen	29
4.1	<i>Ionilähde</i>	30
4.2	<i>Resistiivinen uuni</i>	32
4.3	<i>Induktiivinen uuni</i>	33
4.4	<i>MIVOC</i>	34
4.5	<i>Sputterointi</i>	36
4.6	<i>Laserablaatio</i>	36
5	Materiaalien termisistä ominaisuuksista	38
5.1	<i>Lämpötilojen simulaatiot</i>	39
6	Mittaukset	46
6.1	<i>Haasteet</i>	46
6.1.1	<i>Uunin rakenne</i>	47
6.1.2	<i>Kontaktiresistanssi</i>	51
6.2	<i>Suoritettut kokeet</i>	53
7	Johtopäätökset	59

1 Johdanto

Metalli-ionisuihkuja tarvitaan muun muassa ydin- ja materiaalfysiikan tutkimuksessa. Ydinfysiikka tarvitsee yhä raskaampia kiihdytettyjä ioneja esimerkiksi uusien superraskaiden alkuaineiden valmistamiseen ja tutkimukseen. Näiden uusien ytimien tuottamista varten tarvitaan uusia reaktioita, joita ei välttämättä ole mahdollista saada aikaan nykyisillä ionisuihkuilla. Metallionien tuottamisen hankaluutena suoraan optimaalisesta olomuodosta, puhtaasta metallinäytteestä, on yleensä metallien korkea sulamislämpötila. Jotta metallista saataisiin tuotettua kiihdytettäviä ioneja, on metallihöyryn paineen oltava tarpeeksi suuri, mihin vaaditaan yleensä korkea lämpötila.

Metalli-ionien tuotantoon on kehitetty useita menetelmiä. Näihin kuuluvat sisäiset ja ulkoiset uunit, kaasumaiset yhdisteet, sputterointi, MIVOC-menetelmä (Metal Ions from Volatile Compounds) ja laserhöyrystäminen. Tämän tutkimuksen kohteena oli kehittää ja testata uusi resistiivisesti lämmitettävä uuni Jyväskylän yliopiston fysiikan laitoksella käytössä olleen uunin tilalle. Vanhan uunin suurin mahdollinen lämpötila on noin 1700 K, ja tavoitteena oli saavuttaa vähintään titaanin sulattamiseen tarvittava lämpötila 2000 K ainakin viikon ajaksi, jonka tyypillinen ydinfysiikan koe kestää. Metallien keskinäiset reaktiot korkeissa lämpötiloissa aiheuttavat ongelmia kuten haurastumista ja kiinnijuuttumista. Tästä syystä materiaaleihin ja niiden välisiin reaktioihin pitää perehtyä hyvin jo suunnitteluvaiheessa.

2 Lämmönsiirtoprosessit

Lämmönsiirtymisellä on merkittävä rooli kehitettäessä korkean lämpötilan höyrystysuuneja, koska siihen liittyvät säteily- ja johtumishäviöt on syytä minimoida sekä samalla säilyttää operoinnin kannalta käytännöllinen koko. Koska ydinfysiikan kokeet kestävät tavallisesti viikon, on uuniin mahdollista tarpeeksi höyrystettävää ainetta, ettei koetta tarvitse keskeyttää täydennyksen vuoksi. Tyypillinen kulutus on $0,1 - 5 \text{ mg/h}$ riippuen intensiteettivaatimuksesta.

Lämpöenergia siirtyy kolmella tavalla: säteilemällä, johtumalla ja konvektiolla. Tämän työn yhteydessä näistä kahdella ensimmäisellä on suurempi merkitys ja niitä käsitellään tarkemmin konvektion ollessa tyhjiön vuoksi olematonta. Konvektioprosessi tarkoittaa lämmön siirtymistä liikkuvan väliaineen mukana ja se käsitellään, vaikkei sitä pääse väliaineen puuttumisen takia tapahtumaan. Lisäksi säteilysuojausta käsitellään, sillä sen avulla uunin suorituskykyä voidaan parantaa heijastamalla suuri osa lämpösäteilystä takaisin resistiiviseen kalvoon.

2.1 Säteily

Lämpösäteily on energiaa, jota nollasta poikkeavassa lämpötilassa oleva aine emittoi. Tämä emissio välittää energiaa sähkömagneettisen säteilyn muodossa. Päinvastoin kuin johtuminen tai konvektio, säteily ei vaadi väliainetta vaan se toimii tehokkaimmin väliaineen puuttuessa. Kun lämpösäteily osuu väliaineeseen, se joko heijastuu, absorboituu tai menee läpi. Tätä säteilyn vuorovaiikutusta kappaleen pinnan kanssa voidaan kuvata säteilyn tasapainoyhtälöllä [7]

$$G_{\lambda} = G_{\lambda,\text{ref}} + G_{\lambda,\text{abs}} + G_{\lambda,\text{tr}}. \quad (1)$$

Yhtälössä esiintyvä G_{λ} ($[G] = \text{W/m}^2$) on aallonpituudesta riippuva kokonais-säteilytys, johon ei sisälly kulmariippuvuutta. Yhtälön oikealla puolella esiintyvät $G_{\lambda,\text{ref}}$, $G_{\lambda,\text{abs}}$ ja $G_{\lambda,\text{tr}}$ ovat väliaineesta heijastuvan säteilyn, siihen absorboituvan säteilyn ja läpinäkyvän aineen osuudet säteilytyksestä.

Jotta säteilyä voitaisiin tarkastella edellä kuvatulla tavalla, on ensin määriteltävä säteilevän kappaleen emissio E ($[E] = \text{W/m}^2$) ja sitten säteilyä vastaanottavan kappaleen säteilytys G . Ilman alaindeksejä ilmoitettuihin suureisiin sisältyvät kaikki suuntakulmat ja aallonpituudet λ . Lämpösäteily tapahtuu

infrapuna-alueella, mutta korkean lämpötilan kohteet säteilevät merkittävästi myös näkyvän valon ja ultraviolettialueen aallonpituuksilla, kuten mustan kappaleen säteilyä esittävässä kuvassa 1 on esitetty. Säteilemällä siirtyvä lämpö aiheuttaa esimerkiksi kuumissa metallikappaleissa merkittäviä häviöitä lähtien 700 °C:sta, jolloin kappale alkaa yleensä hohtaa näkyvää valoa. Emittoituvan energian määrä riippuu pinnan ominaisuuksista ja niihin perehdytään seuraavassa kappaleessa. Mitä Mustan kappaleen säteilyllä voidaan approksimoida lämpösäteilyn intensiteettiä $I_{\lambda,b}(\lambda, T)$ aallonpituuden λ ja lämpötilan funktiona. Mustan kappaleen spektrille (kuva 1) voidaan käyttää seuraavaa muotoa: [7]

$$I_{\lambda,b}(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5 \cdot \left(\exp\left(\frac{hc}{\lambda k_B T}\right) - 1\right)}. \quad (2)$$

Yhtälöstä (2) on huomioitava, ettei se esitä säteilyn energi-ajakaumaa vaan energiatiheyttä: $[I_{\lambda,b}(\lambda, T)] = \frac{W}{m^3}$. Sijoittamalla vakiot ja haluttu aallonpituusalue yhtälöön saadaan kuvassa 1 nähtävät käyrät eri lämpötiloille.

Näkyvän valon alue on merkitty kuvassa 1 aallonpituuksien $\lambda = 0,4 - 0,7 \mu\text{m}$ kohdalle. Pyrometrin avulla voidaan arvioida kappaleen lämpötila. Sen käyttö perustuu mitattavan kappaleen värin vertaamiseen tunnetussa lämpötilassa olevan toisen kappaleen värin kanssa. Menetelmä on kuitenkin hyvin virhealtis ja epätarkka, joten sitä ei juuri käytetä.

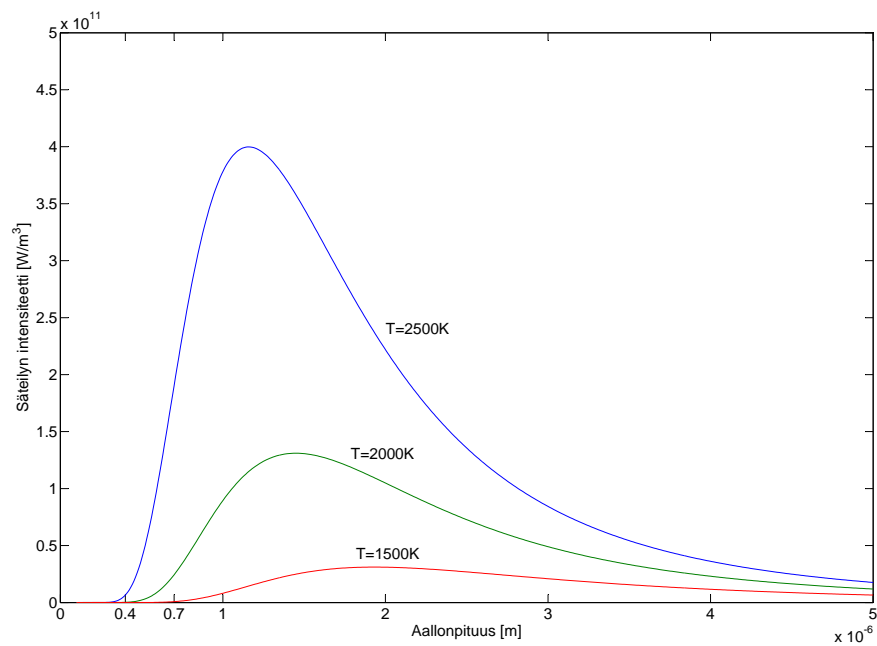
2.1.1 Emissio, absorptio ja heijastuminen

Lämpösäteilyn maksimikokonaisemission E_b ($[E_b]=W/m^2$) määrittelee Stefanin-Boltzmannin laki mustan kappaleen säteilystä [20],

$$E_b = \sigma T_s^4, \quad (3)$$

missä $\sigma = 5,6704 \cdot 10^{-8} \frac{W}{m^2K^4}$ on Stefan-Boltzmannin vakio ja T_s on kappaleen pintalämpötila.

Fysikaalisesta pinnasta tulevaan säteilyemissioon liittyvät aina tietyt aallonpituus- ja suuntajakaumat, jotka yhdistetään kokonaisemissiivisyydeksi $\epsilon_{\lambda,\theta}$, joka on avaruuskulman, lämpötilan ja aallonpituuden funktio. Tämä yhdistäminen tehdään siksi, ettei tasaisesta pinnasta lähtevä säteily ole kulman suhteen vakio eli isotrooppista. Tästä seuraa, että kokonaisemissiivisyys on mää-



Kuva 1: Mustan kappaleen säteilyn intensiteettijakauma kolmella eri lämpötilalla. Lämpötilat on valittu kokeissa esiintyneiden lämpötilojen kanssa samaan mittakaavaan.

Taulukko 1: Joidenkin kokeisiin liittyvien alkuaineiden emissiivisyyksiä kokeissa esiintyvillä lämpötiloilla ja pinnan koostumuksilla.[7]

Alkuaine	ϵ	Lämpötila [K]	Pinta
Al	0,05	300	kiillotettu
	0,82	300	hapettunut
Cu	0,04	600	kiillotettu
	0,50	600	hapettunut
Mo	0,06	600	kiillotettu
	0,25	600	työstetty, karhea
Ta	0,11	1200	kiillotettu

riteltävissä reaalisen intensiteetin $I_{\lambda,e}$ ja vastaavan mustan kappaleen säteilyn intensiteetin $I_{\lambda,b}$ avulla seuraavasti: [7]

$$\epsilon_{\lambda,\theta}(\lambda, \theta, \phi, T) \equiv \frac{I_{\lambda,e}(\lambda, \theta, \phi, T)}{I_{\lambda,b}(\lambda, T)}. \quad (4)$$

Samoin voidaan määritellä aallonpituudesta riippumaton emissiivisyys eli suuntaisemissiivisyys $\epsilon_{\theta}(\theta, \phi, T)$, joka on yhtälön (4) keskiarvo aallonpituuden suhteen:

$$\epsilon_{\theta}(\theta, \phi, T) \equiv \frac{I_e(\theta, \phi, T)}{I_b(T)}. \quad (5)$$

Edellisten päättelyiden ja Stefan-Boltzmannin lain (3) kautta voidaan todeta, että emissiivisyys todelliselle pinnalle on siitä lähtevän emission ja vastaavassa lämpötilassa olevan mustan kappaleen emissioiden suhde:

$$\epsilon \equiv \frac{E(T)}{E_b(T)}. \quad (6)$$

Tämän avulla voidaan kirjoittaa mustan kappaleen säteilylaista tarkempi muoto, jossa otetaan huomioon pinnan materiaalin ominaisuudet:

$$E_{rad} = A\epsilon\sigma T^4, \quad (7)$$

missä A on pinta-ala ja ϵ pinnan emissiivisyys. Joidenkin alkuaineiden emissiivisyyksiä löytyy taulukosta 1.

Lämpösäteilyn vuo tarkoittaa sitä energiaa, joka siirtyy säteilevän kappaleen pinnalta ympäristöön aikayksikössä. Lämpösäteilyn vuon yhtälö muistuttaa-kin läheisesti mustan kappaleen säteilylakia pienin muutoksin:

$$q'' = \epsilon\sigma(T_S^4 - T_{\text{ymp}}^4). \quad (8)$$

Lämpösäteilyn vuo q'' [W/m²] riippuu emissiivisyyden lisäksi ympäristön lämpötilasta T_{ymp} , joka on yleensä paljon säteilevän kappaleen lämpötilaa pienempi kun säteily on merkittävä lämpövuon lähde. Yhtälöstä (8) saadaan lämpövirta q kertomalla pinta-alalla, jolloin saadaan yhtälön (7) eksakti muoto

$$q = A \cdot q'' = A\epsilon\sigma(T_S^4 - T_{\text{ymp}}^4). \quad (9)$$

Edellinen yhtälö voidaan kirjoittaa yksinkertaisemmassa muodossa määrittelemällä lämpösäteilyn lämmönsiirtokerroin h_r :

$$h_r \equiv \epsilon\sigma(T_S + T_{\text{ymp}})(T_S^2 + T_{\text{ymp}}^2) \quad (10)$$

$$q_r = h_r A(T_S - T_{\text{ymp}}), \quad (11)$$

jossa säteilemällä siirtyvä lämpö on lämpötilaeron suhteen linearisoitu, mutta kerroin h_r on voimakkaasti lämpötilariippuvainen.

Säteilyenergian absorboitumisnopeus eli aallonpituudesta riippumaton säteilytys saadaan integroimalla ensin aallonpituudesta riippuvaa termiä G_λ kaikkien aallonpituuksien yli,

$$G = \int_0^\infty G_\lambda(\lambda) d\lambda. \quad (12)$$

Kun tunnetaan aineelle ominainen säteilyn absorptiokerroin eli absorptiviteetti α ($0 \leq \alpha \leq 1$), saadaan

$$G_{\text{abs}} = \alpha G. \quad (13)$$

Jos $\alpha < 1$ ja pinta on läpinäkymätön, osa säteilytyksestä voi heijastua siitä, ja jos se on puoliksi läpinäkyvä, osa säteilystä voi mennä kappaleen läpi.

Jokaisella aineella on oma aallonpituudesta, pinnasta ja pinnan rakenteesta riippuva heijastuvuus. Lämpösäteilyn heijastuvuus eli reflektiviteetti ρ määritellään pallosymmetrisesti:

$$\rho \equiv \frac{G_{\text{ref}}}{G}, \quad (14)$$

missä G_{ref} on yhtälössä (1) esiintyvä heijastuneen säteilytyksen osuus. Yleensä riittää oletus siitä, että pinta on tasainen. Myös pinnan kiiltävyys ja mahdollinen päällystyminen sekä epäpuhtaudet vaikuttavat heijastumiseen. Yleisimmille materiaaleille ainakin emissiivisyyden arvot löytyvät taulukoista [7]. Läpinäkyvälle aineelle on vastaavasti määritelty läpäisykerroin transmissiivisuus τ .

Koska kaikelle pintaan osuneelle säteilylle on tapahduttava jokin mainituista pintailmiöistä, voidaan tasapainoyhtälön (1) perusteella todeta, että yleisesti puoliläpäisevälle aineelle pätee seuraava tasapainorelaatio, jonka avulla voidaan laskea mahdollisesti puuttuvat kertoimet:

$$\rho_{\lambda} + \alpha_{\lambda} + \tau_{\lambda} = 1. \quad (15)$$

Vastaavasti aallonpituudesta riippumattomille ominaisuuksille pätee

$$\rho + \alpha + \tau = 1. \quad (16)$$

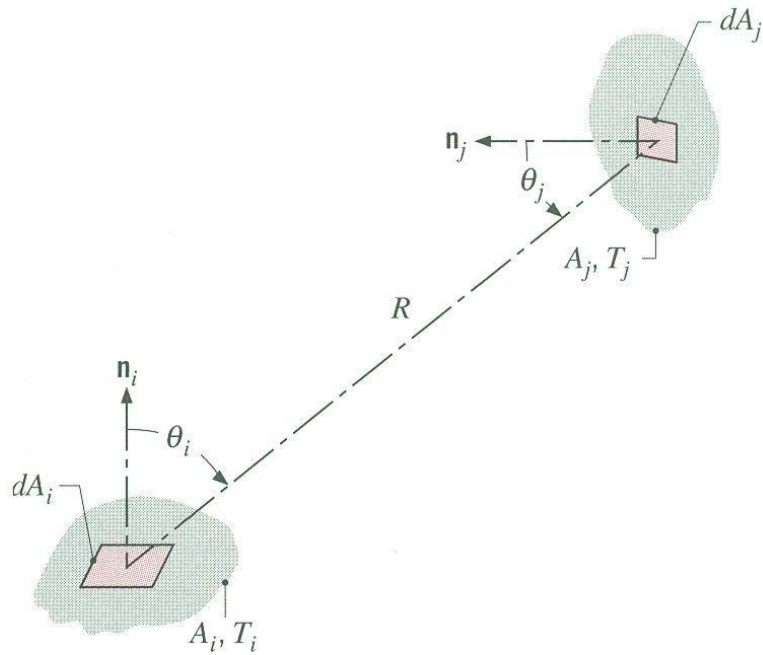
Jos väliaine on läpinäkyvätöntä, $\tau = 0$ eikä transmissiota tapahdu.

Yleensä käytännön laskuissa ei ole tarpeen käyttää reflektiviteettiä, kuten yhtälössä (1) tehdään, vaan se voidaan ilmoittaa pelkästään emission ja absorptio-avulla. Näin voidaan yksinkertaistaa laskuja tapauksissa, joissa pinta tai kappale ei päästä säteilyä lävitseen.

2.1.2 Lämmönvaihto

Lämmönvaihto suljettujen pintojen muodostamassa ontelossa eli sulkeumassa pintojen välillä riippuu voimakkaasti pintojen geometrioista ja säteilyominaisuuksista. Geometrioiden mielivaltaisuuden vuoksi on määriteltävä pintojen välinen suuntatekijä F_{ij} . Suuntatekijä kertoo pinnalta i pinnalle j saapuvan säteilyn osuudesta verrattuna kaikkeen pinnalta i lähtevään säteilyyn kuten kuvassa 2 on esitetty. Suljetulle ontelolle voidaan kuitenkin todeta, että suuntatekijät summautuvat ykköseksi. Tämä on perusteltua, sillä kaikki pinnasta i lähtevä säteily saapuu samalle pinnalle:

$$\sum_{j=1}^N F_{ij} = 1. \quad (17)$$



Kuva 2: Suuntatekijäintegraalin lähtökohdat. [7]

Yleisessä N-pintaaisessa tapauksessa on voimassa suuntatekijän määritelmä [7] pintojen normaalien ja pintojen keskipisteet yhdistävän säteen R sekä pintojen ja säteen välisten kulmien θ_i ja θ_j funktiona suuntatekijäintegraalin lauseke, jolla lasketaan kappaleiden välisen säteilynvaihdon suuntatekijä F_{ij} avaruuskulman suhteen (kuva 2)

$$F_{ij} = \frac{q_{i \rightarrow j}}{A_i J_i} = \frac{1}{A_i} \int_i \int_j \frac{\cos(\theta_i) \cos(\theta_j)}{\pi R^2} dA_i dA_j, \quad (18)$$

jossa $\cos(\theta_j) dA_j / R^2 = d\omega_{ji}$ on differentiaalinen avaruuskulma-alkio. Tämä avaruuskulma on se kulma, jossa pinta-ala-alkiot näkevät pinnan j . Kulman θ_j kosini kertoo, kuinka paljon pinnan j kääntäminen vaikuttaa sen vastaanottamaan säteilyannokseen ja efektiiviseen pinta-alaan. Kun integraali sijoitukseen lasketaan auki, saadaan relaatio pintojen suuntatekijöiden välille:

$$A_i F_{ij} = A_j F_{ji}. \quad (19)$$

Toisin sanoen pinta-alojen suhde on sama kuin pintojen suuntatekijöiden suhde, kuten voisi päätellä myös tilanteen fysiikasta.

On huomattava, että suoralle tai kuperalle pinnalle i suuntatekijän molemmat indeksit ovat samat eli $j = i$. Kuperalle pinnalle suuntatekijä pinnan itsensä suhteen eli F_{ii} eroaa nolasta, sillä kaksi suoran tai kuperan pinnan pistettä eivät näe toisiaan eli niiden väliin piirretty suora kulkee joko pintaa pitkin tai sen sisäpuolelta. Koveran pinnan tapauksessa sen sijaan mitkä tahansa kaksi pistettä voidaan yhdistää suoralla viivalla ilman, että viiva menee kappaleen pintaa pitkin tai sen läpi, joten tällaisen pinnan suuntatekijä itsensä suhteen eroaa nolasta. Tästä esimerkkinä on pallokuoren sisäpuoli, jolle $F_{ii} = 1$, koska kaikki pinnasta lähtevä säteily myös saapuu samalle pinnalle. [7]

Kappaleen pintaan saapunut lämpösäteily voi poistua siitä heijastumalla ja emittoitumalla. Lämpö voi siirtyä johtumalla esimerkiksi kappaleen toiselle puolelle, josta se jälleen emittoituu, mutta yleensä jokainen pinta on syytä käsitellä erillisenä tapauksena. Asioita voidaan kuitenkin yksinkertaistaa oletamalla pinnat mustiksi kappaleiksi, jolloin heijastumista ei tapahdu ja kaikki energia poistuu kappaleesta emittoitumalla ja absorboituu saapuessaan kappaleen pinnalle. Tällöin saadaan säteilylaista (7) johdettua kahden pinnan välinen lämpövirta

$$q_{ij} = A_i F_{ij} \sigma (T_i^4 - T_j^4). \quad (20)$$

Musta kappale on vain idealisaatio ja vaikka se kuvaa systeemiä hyvin joissain tapauksissa, se ei kuitenkaan ole riittävä. Sen takia onkin käytettävä harmaan kappaleen oletusta, jolloin pintojen välillä sallitaan heijastumisia. Lisäksi harmaa kappale sisältää oletuksen kappaleiden säteilytyksen ja muiden ominaisuuksien riippumattomuudesta säteilyn aallonpituuden suhteen. Tällöin on myös vaadittava, ettei pintojen sisällä ole lämpötilagradienttia ja radiositeetti on ajan suhteen vakio. Tässä yhteydessä pinnalta i lähtevä lämpövuoto on

$$q_i = A_i (J_i - G_i), \quad (21)$$

ja koska radiositeetin J_i määritelmästä seuraa

$$J_i \equiv E_i + \rho_i G_i, \quad (22)$$

voidaan kokonaissiirtymä ilmaista emission ja absorboituneen säteilytyksen avulla:

$$q_i = A_i (E_i + G_i (\rho - 1)). \quad (23)$$

Edelleen on kuitenkin muistettava emission ja säteilytyksen erillisyyden yhtälön (23) suhteen, sillä se ei sisällä radiositeettia. Kun otetaan lisäksi huomioon, että sulkeumassa $\rho_i = 1 - \alpha_i = 1 - \epsilon_i$, läpinäkymättömälle harmaalle pinnalle saadaan yhtälöön (6) sijoittamalla emissiivisyyden ja säteilytyksen avulla radiositeetiksi

$$J_i = \epsilon_i E_{bi} + (1 - \epsilon_i) G_i. \quad (24)$$

Ratkaisemalla G_i ja sijoittamalla se yhtälöön (21) tulee kokonaislämpövuoksi q_i pinnalla i

$$q_i = A_i \left(J_i - \frac{J_i - \epsilon_i E_{bi}}{1 - \epsilon_i} \right). \quad (25)$$

Tästä päästään pintojen väliseen lämpövirtaan käyttämällä yhtälöä (18), josta seuraa yhtälö (19). Näistä seuraa, että pinnoilta j pinnalle i saapuva kokonais-säteilytys on

$$A_j G_j = \sum_{j=1}^N F_{ij} A_i J_i = \sum_{j=1}^N F_{ji} A_j J_j, \quad (26)$$

josta supistamalla pinta-ala ja ottamalla huomioon yhtälö (21) saadaan

$$q_j = \sum_{i=1}^N A_j F_{ji} (J_j - J_i) = \sum_{i=1}^N q_{ji}. \quad (27)$$

Tämä tulos saattaa yhteen pinnan i lämmönvaihdon komponenttien q_{ij} kanssa, missä q_{ij} on pintojen välinen lämpövirta. Yhdistämällä (25) ja (27) saadaan

$$q_i = \sum_{j=1}^N \frac{J_i - J_j}{(A_i F_{ij})^{-1}}. \quad (28)$$

Termi $(A_i F_{ij})^{-1}$ voidaan tulkita säteilyn avaruus- tai geometriaresistanssina.[7]

2.1.3 Säteilysuojaus

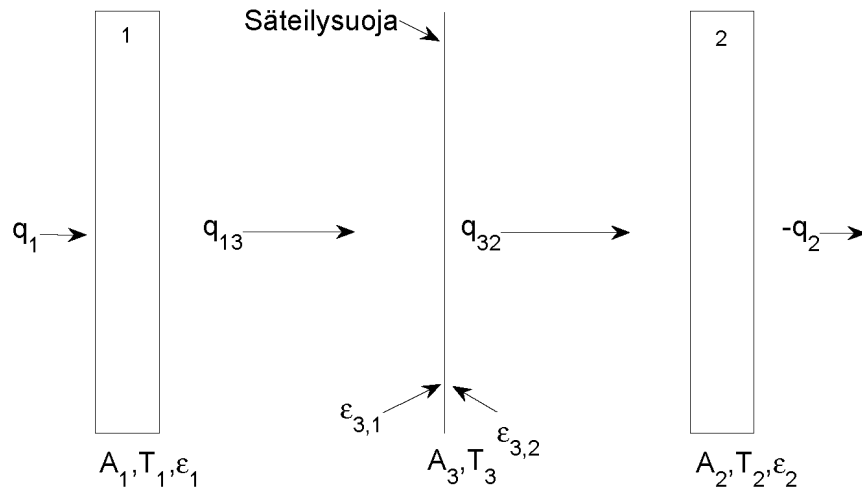
Kahden pinnan muodostama sulkeuma on oleellisesti onkalo, jossa lämpöenergiaa siirtyy vain pinnalta toiselle, eikä sitä häviä mihinkään. Tällaisessa tapauksessa $q_1 = -q_2 = q_{12}$ ja se voidaan kirjoittaa yleisessä tapauksessa seuraavasti:

$$q_{12} = q_1 = -q_2 = \frac{\sigma(T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1-\epsilon_1}{\epsilon_1 A_1} + \frac{1}{A_1 F_{12}} + \frac{1-\epsilon_2}{\epsilon_2 A_2}}. \quad (29)$$

Säteilysuojauksesta puhuttaessa käsitellään tässä yhteydessä kahden pitkän sisäkkäisen samankeskisen sylinterin tapausta, jossa yhtälön (29) lämpövuoto q_{12} muuttuu muotoon

$$q_{12} = \frac{\sigma A_1 (T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1-\epsilon_{3,1}}{\epsilon_{3,1}} \frac{r_1}{r_3} + \frac{1}{\epsilon_{3,2}} + \frac{1-\epsilon_2}{\epsilon_2} \frac{r_3}{r_2}}, \quad (30)$$

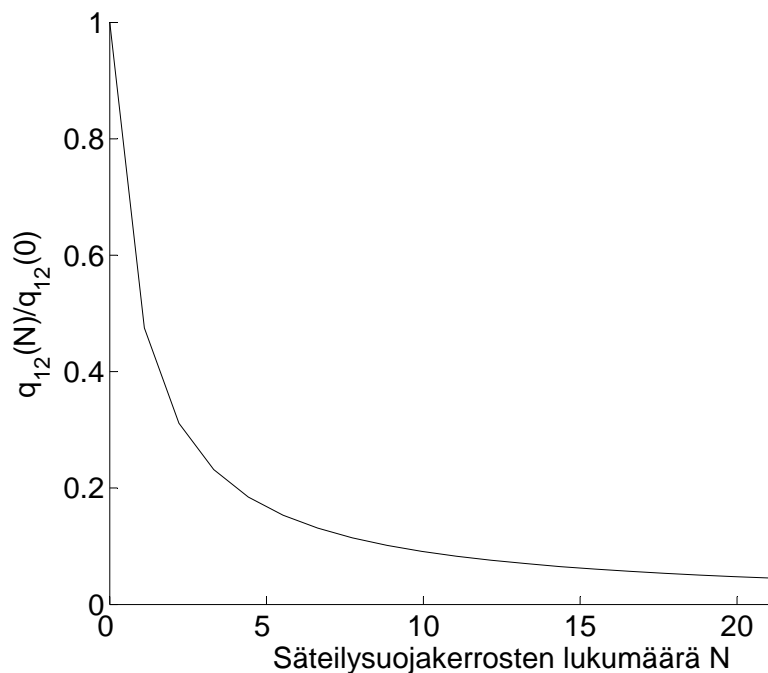
jossa r_1 on sisemmän sylinterin säde ja r_2 ulomman sylinterin säde ja r_3 säteilysuojan säde kun $[r]=m$. Lisäksi $\epsilon_{3,1}$ on säteilysuojan pinnan 1 puoleisen osan emissiivisyys ja $\epsilon_{3,2}$ pinnan 2 puoleinen emissiivisyys kuten kuvassa 3 on merkitty. Kuvassa on valittu lämpövirtojen merkit siten, että positiivinen virta kohdistuu systeemiin ja negatiivinen siitä ympäristöön.



Kuva 3: Kaavakuva kahden äärettömän säteilysuojalla erotetun pinnan lämpönvaihdosta.

Jos säteilysuojauksia lisätään, on lämpövuoto kääntäen verrannollinen suojakerrosten määrään, jos sekä ulkokuori että suojaus ovat samaa materiaalia, ja niiden emissiivisyydet toistensa suhteen ovat samat eli kaikki pinnat ovat samanlaisia eli $\epsilon_{3,1} = \epsilon_{3,2}$. Kirkas ja tasainen pinta on ideaalisin, koska sillä on pienin emissiivisyys. Pinnan heijastavuus on otettu huomioon yhtälöiden (23) ja (24) avulla. Seuraava yhtälö ja kuva 4 kuvaavat pintojen välisen lämpövuonon käyttäytymisen suojakerrosten määrän N funktiona:

$$(q_{12})_N = \frac{1}{1+N} (q_{12})_0, \quad (31)$$



Kuva 4: Säteilysuojakerrosten määrän vaikutus niiden läpi siirtyvään lämpöön.

missä $(q_{12})_0$ on suojaamaton tilanne ja q_{12} on kokonaislämpövirta pinnalta 1 pinnalle 2 kun säteilysuojat otetaan huomioon. Edellinen yhtälö ei kuitenkaan ole realistinen, sillä lämpövuoto vähenee säteilysuojusten lämmetessä kun systeemi hakeutuu tasapainotilaan. Matalissa lämpötiloissa säteilyn kautta siirtyvä energia on hyvin pieni. Todellinen säteilysuoja ei myöskään ole ideaalinen, sillä siinä tapahtuu johtumista fyysisen kontaktin takia. Esimerkiksi tämän tutkimuksen testeissä käytetyssä resistiivisessä uunissa oleva säteilysuoja on valmistettu molybdeenikalvosta, joka on kääritty rullalle useaksi kerrokseksi. Kalvot koskettavat toisiaan ja mahdollistavat lämmön johtumisen. Tätä johtumista pyritään pienentämään iskemällä kalvoon paljon pieniä kuoppia, jolloin pinta ei ole aivan tasainen ja kontaktipinta-ala pienenee huomattavasti.

2.2 Johtuminen

Lämpöenergian siirtyminen johtumalla voidaan kiinteiden aineiden tapauksessa yhdistää atomien ja molekyylien kidehilan värähtelyihin, joiden kautta energia siirtyy energettisemmiltä alueilta vähemmän energettisille alueille.

Alhaisilla lämpötiloilla eli energioilla tämä liike on pääasiassa translaatiota, mutta korkeammilla energioilla tulevat kysymykseen rotaatio- ja vibraatiotilat. Kiinteissä aineissa tämä liike on kidevärähtelyä, sillä atomit eivät pääse liikkumaan vapaasti hilassa. Lisäksi johteilla elektroninen lämmönsiirto voi olla merkittävää. Lämmönjohtumista kuvaa Fourier'n laki [7] yksiulotteisessa tapauksessa ilman aikariippuvuutta:

$$q''_{kond,x} = \frac{q_{kond,x}}{A} = -k \frac{\partial T(x)}{\partial x}, \quad (32)$$

jolloin lämpövirta q ($[q]=W$) on

$$q = A \cdot q''_{kond,x} = kA \cdot \frac{T_h - T_c}{l} = kA \frac{\Delta T}{l}. \quad (33)$$

Yhtälössä esiintyvät muuttujat ovat johtumiskerroin k [W/m·K], kappaleen poikkipinta-ala A , pituus l ja mittauspisteiden välinen lämpötilaero $\Delta T = T_h - T_c$. Johtumiskertoimen arvo on aina lämpötilariippuva. Materiaalin huono lämmönjohtavuus on usein kytköksissä matalaan sähkönjohtavuuteen, joka aiheuttaa puolestaan lämpenemistä johtimissa, kun niissä kulkee sähkövirta. Ajasta riippuva lämmönjohtuminen eli lämmön diffuusio on prosessi, jota voidaan kuvata yhdistämällä jatkuvuusyhtälö ja yhtälö (32) ajasta riippuvaksi osittaisdifferentiaaliyhtälöksi eli diffuusioyhtälöksi:

$$\rho c_p \frac{\partial T(\bar{x}, t)}{\partial t} = \dot{q} + \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right), \quad (34)$$

missä \dot{q} on lämmöngeneroitumistermi ja k paikkariippuva yleinen lämmönjohtumiskerroin. Yleensä lämmönjohtumiskerroin voidaan siirtää laskuissa osittaisderivaattojen ulkopuolelle ja käyttää yksinkertaistettua muotoa

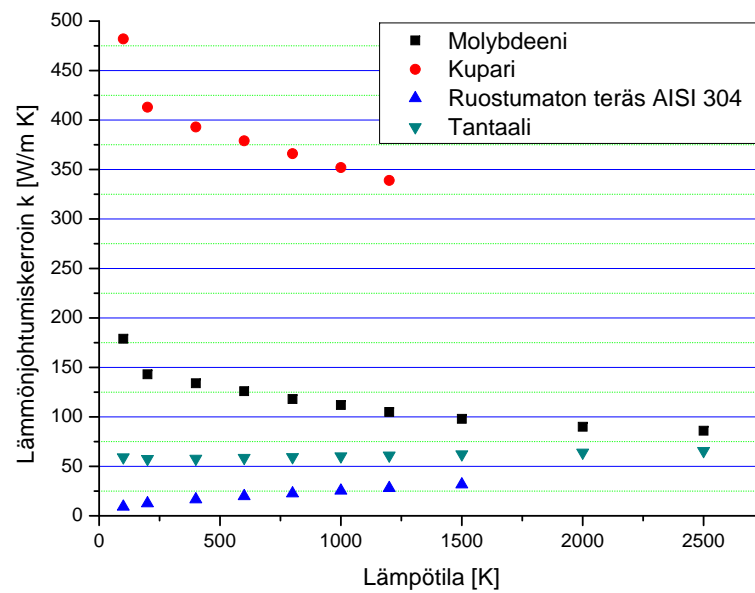
$$\nabla^2 T + \frac{\dot{q}}{k} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t}, \quad (35)$$

jolloin lämmönjohtumiskerroin k oletetaan vakioksi paikan suhteen. Yhtälössä esiintyvät myös terminen diffuusiokerroin $\alpha = \frac{k}{\rho c_p}$, jossa ρ on aineen tiheys ja c_p sen lämpökapasiteetti. Todellisuudessa lämmönjohtumiskerroin riippuu myös lämpötilasta. Kuvassa 5 on esitetty joillekin materiaaleille lämpötilariippuvat johtavuuskertoimet, joita käytetään myös lämpötilasimulaatioissa.

Lisäksi Wiedemannin-Frantzin laki [11] antaa metallien sähkönjohtavuuden σ_s ja elektronisen lämmönjohtavuuden k_e välille riippuvuuden

$$\frac{k_e}{\sigma_s} = \frac{\pi}{3} \left(\frac{k_B}{e} \right)^2 T, \quad (36)$$

jossa k_B on Boltzmannin vakio ja joka on voimassa, kun lämpötila on lähellä huoneen lämpötilaa tai sen yläpuolella. Yhtälön (36) avulla voidaan jollakin tarkkuudella arvioida materiaalin sähkönjohtavuuden käyttäytymistä, kun tiedetään sen lämmönjohtavuus kokeellisesti.



Kuva 5: Taulukosta [7] sijoitetut lämpötilariippuvat lämmönjohtavuuskertoimet.

2.3 Konvektio

Konvektio aiheutuu atomien ja molekyylien satunnaisliikkeen lisäksi nesteen tai kaasun makroskooppisesta liikkeestä. Kuljetuksen kautta siirtymistä kutsutaan advektioksi ja satunnaisliikkeen osuutta diffuusioksi. Kun suuri määrä molekyyliä liikkuu makroskooppisena massana lämpötilakentässä, tapahtuu lämpöenergian siirtymistä aineeseen. Lähellä aineiden rajapintaa satunnaisliikkeen merkitys on suurin samalla kun nopeus- ja lämpötilaerot ovat pienimmät, päinvastoin kaukana rajapinnasta makroskooppinen siirtyminen on merkitsevintä kun nopeus- ja lämpötilaerot ovat suurimmat. Konvektio voidaan myös luokitella virtauksen luonteen mukaan vapaaseen ja pakotettuun virtaukseen sekä kiehumiseen ja kondensatioon, joihin liittyy aina faasimuutos. Konvektiivista lämpövuota kuvaa Newtonin jäähtymisyhtälö [7]

$$q'' = h(T_s - T_\infty), \quad (37)$$

missä h on lämpimän väliaineen konvektiivinen lämmönsiirtokerroin ja sen yksikkö on $\frac{W}{m^2 \cdot K}$. Metallionien tuotannossa vallitsevien tyhjiöolosuhteiden vuoksi konvektiota ei tarvitse ottaa huomioon häviöitä aiheuttavana tekijänä.

2.4 Lämmön siirtyminen

Kun käsitellään monimutkaisempia fysikaalisia systeemejä, lämmön siirtyminen ei ole koskaan rajoitettu vain yhteen prosessiin. Lisäksi fysikaaliset systeemit ovat yleensä epästabiileja, jolloin on tarkasteltava ajasta riippuvia eli transientteja lämmönsiirtoyhtälöitä. Ajasta riippumattomassa tapauksessa on helpointa käyttää termisen resistanssin käsitettä, josta saadaan helposti halutut lämpötilat eri pinnoilla.

2.4.1 Terminen resistanssi

Teromisella resistanssilla kuvataan väliaineen vaikutusta energian siirtymiseen. Terminen resistanssi on analoginen sähköisen resistanssin kanssa, sillä siitä voidaan samaan tapaan muodostaa piirejä ja kytkentöjä kappaleen geometrian mukaan. Väliaineen vaikutuksen lisäksi on otettava huomioon kontaktiresistanssi, joka aiheutuu kahden eri aineen välisen rajapinnan muodostamasta esteestä lämmön siirtymiselle. Kontaktiresistanssi riippuu kontaktipintojen

tasaisuudesta ja se on erityisen tärkeä elektroniikan komponenttien jäähdytyksen kannalta. Terminen resistanssi määritellään prosesseittain yhtälöryhmässä

$$\begin{aligned} \text{Johtuminen} \quad R_{\text{kond}} &= \frac{L}{kA} \\ \text{Konvektio} \quad R_{\text{konv}} &= \frac{1}{h_c A} \\ \text{Säteily} \quad R_{\text{rad}} &= \frac{1}{h_r A}, \end{aligned} \quad (38)$$

missä resistanssien laskemisessa käytetään konvektiivisesta lämmönsiirtoker-toimesta h alaindeksillistä merkintää h_c , jolla se erotetaan säteilyyn liittyvästä siirtokertoimesta h_r , joka määritellään yhtälössä (10).

Termisten resistanssien avulla voidaan määritellä esimerkiksi transientin läm-mönsiirtymisen tunnuslukuja, joiden perusteella lämmönsiirto-ongelman rat-kaisemiseen käytettävä menetelmä määräytyy.

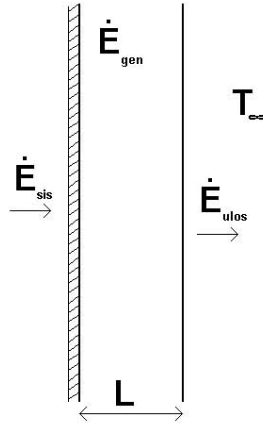
2.4.2 Transientti lämmönsiirto

Ajasta riippuvaa lämmönsiirtoa tarkasteltaessa voidaan käyttää kapasitiivista metodia, jossa oletetaan, että kiinteässä kappaleessa lämpötila on paikan suh-teen lähes vakio eli lämpötilan gradientti on lähellä nollaa. Koska lämpöä kui-tenkin siirtyy ei-triviaalissa tapauksessa, Fourier'n lain (32) perusteella läm-mönjohtavuuskertoimen olisi lähestyttävä ääretöntä mikä ei pidä paikkaan-sa. Vaikka kyseinen ehto ei koskaan pidä tarkasti paikkaansa, sen voimassao-loa voidaan kuitenkin approksimoida, jos kappaleessa johtavuuden terminen resistanssi on pieni verrattuna konvektiiviseen tai radiatiiviseen resistanssiin kappaleen pinnalla. Näiden oletusten myötä ei voida käsitellä transienttia läm-mönsiirtymistä lämpöyhtälöiden kautta, vaan niitä on käsiteltävä energian säi-lymisen avulla. Varastoituneen energian aikaderivaatta \dot{E}_{var} voidaan kuvan 6 mukaisessa tilanteessa ilmaista energiatasapainoyhtälönä

$$\dot{E}_{\text{sis}} + \dot{E}_{\text{gen}} - \dot{E}_{\text{ulos}} \equiv \dot{E}_{\text{var}}, \quad (39)$$

jossa \dot{E}_{sis} on kappaleeseen menevän lämpöenergian aikaderivaatta, \dot{E}_{gen} kap-paleessa generoituvan lämpöenergian aikaderivaatta ja \dot{E}_{ulos} kappaleesta pois-tuvan lämpöenergian aikaderivaatta. Kuvan tapauksessa vain kappaleen toi-sella puolella on vapaa ympäristö ja toisella reunalla on joko eristetty tai eristä-mätön kiinteä rajapinta. Systemiin menevä energiavirta \dot{E}_{sis} on siis näin ollen

johtumalla siirtyvän lämpöenergian aikaderivaatta, joka eristetyssä tapauksessa on 0.



Kuva 6: Toisesta reunastaan eristetyssä kappaleessa tapahtuvat energian muutokset.

Näin siis seinämälle, jonka toinen pinta on eristetty ja toiseen pintaan vaikuttaa konvektiivinen lämmönsiirto konvektiokertoimella h ja ympäristön lämpötilalla T_∞ , energian tasapainoyhtälö (39) supistuu muotoon

$$\dot{E}_{var} = -\dot{E}_{ulos} \quad (40)$$

tai

$$\rho V c_p \frac{\partial T}{\partial t} = -h A_S (T_s - T_\infty), \quad (41)$$

sillä kappaleessa ei generoidu lämpöenergiaa eli $\dot{E}_{gen} = 0$ ja eristyksen takia energiaa ei siirry muuten, kuin ympäristön vuorovaikutuksen kautta ja eristetyistä pinnasta saadaan reunaehto, jossa $\frac{\partial T(x)}{\partial x} = 0$.

Kapasitanssimetodin käyttö vaatii systeemiltä hyvin määriteltyä lämpötilaa ainakin yhdellä reunalla, sekä tunnetun ympäristön lämpötilan. Sen käytettävyyden kannalta tärkeä systeemin tunnusluku on Biot'n luku Bi , joka laskeaan reunaehdoissa määritellyistä lämpötiloista tai tunnetuista termisistä resistansseista (yhtälö (38)). Biot'n luvun määritelmä [7]

$$\frac{T_1 - T_2}{T_2 - T_\infty} = \frac{R_{kond}}{R_{konv}} = \frac{h L_C}{k} \equiv Bi \quad (42)$$

kertoo siitä, mikä prosessi on hallitsevassa asemassa kyseisellä pinnalla. Yhtälössä esiintyvä L_C on systeemin karakteristinen pituus

$$L_C = V/A_S, \quad (43)$$

joka tarkoittaa kappaleen ulkopinta-alan A_S suhdetta sen tilavuuteen V ja sallii mutkikkaidenkin kappaleiden ominaisuuksien laskemisen pienemmällä vaivalla. Kapasitanssimetodin käyttöä ajatellen Biot'n luku on tärkeä kriteeri: sen suuruudesta voidaan päätellä, voidaanko menetelmää käyttää vai aiheuttaako se suuren virheen. Se kertoo lämpötilajakauman käyttäytymisestä ajan funktiona siten, että pienillä ($Bi \ll 1$) arvoilla kappaleen sisäinen lämpötilagradientti on pieni ja jakauma on siis tasainen, jolloin kapasitanssimetodi on käytökelpoinen. Esimerksi epäsäännöllisen muotoisen kappaleen lämpötilan käyttäytymistä on helppo ennustaa, jos sen pinta-alaa ja tilavuutta voidaan kohtuullisesti arvioida sen fysikaalisten ja geometrinen ominaisuuksien avulla. Kun konvektiota ei tyhjiöolosuhteissa ilmene, voidaan lämpötilan aikakäyttäytymiselle kirjoittaa seuraavat differentiaaliyhtälöt, joiden ratkaisemisessa käytettiin simulaatio-ohjelmaa ja joiden tuloksia käytettiin uunin kehittämisessä:

$$q'' A + \dot{E}_g - (q''_{konv} + q''_{rad})A = \rho c V \frac{dT}{dt} \quad (44)$$

$$q'' A + \dot{E}_g - [h(T - T_\infty) + \epsilon\sigma(T^4 - T_s^4)]A = \rho c V \frac{dT}{dt}, \quad (45)$$

joka on epälineaarinen ja epähomogeeninen differentiaaliyhtälö ja jota ei voi ratkaista eksaktisti integroimalla. Likimääräisen ratkaisun voi kuitenkin saada ratkaisemalla yhtälö diskreetisti aika-askelittain. Eksaktin ratkaisun voi saada lämpösäteilyä sisältävässä tapauksessa, kun systeemiin tuleva lämpövuoto, lämmön generoituminen sekä konvektio ovat olemattomia. Tällöin saadaan tyhjiössä säteilevään kappaleeseen liittyvä differentiaaliyhtälö, jolle on olemassa ratkaisu. [7] On huomattavaa, että yhtälön (44) tapauksessa on kyse pintailmiöstä ja siinä on käytetty kapasitanssimenetelmän oletuksia.

3 Sähkömagnetismi

Sähkömagnetismia on tässä työssä käsiteltävä, sillä samanaikaisesti resistiivisen uunin kehittämisen kanssa kehitettiin myös induktiivista mikrouunia samaan tarkoitukseen. Induktiouunissa energia siirtyy kuumennettavaan upokkaaseen täysin induktiivisesti ja aiheuttaa upokkaan kuumenemisen. Johtimen resistanssi ja sen riippuvuus lämpötilasta ovat oleellisia sekä resistiivisen että induktiivisen uunin tapauksessa.

3.1 Resistanssin lämpötilariippuvuus

Johtimen resistanssi määritellään sen ominaisresistiivisyyden ρ avulla seuraavasti:

$$R = \frac{\rho \cdot l}{A}, \quad (46)$$

missä ρ ($[\rho] = [\Omega \text{ m}]$) on materiaalin ominaisresistiivisyys, l johtimen pituus metreinä ja A sen pinta-ala. Eräiden alkuaineiden resistiivisyyksiä ja resistanssin lämpötilariippuvuuden kertoimia löytyy taulukosta 2. Esitettävät alkuaineet on valittu siksi, että niitä on käytetty uunien tärkeiden osien valmistuksessa.

Taulukko 2: Joidenkin alkuaineiden sähkönjohtavuusominaisuuksia.

Alkuaine	ρ [$\Omega \text{ m}$]	α [1/K]
Cu	$1,68e - 8$	0,0068
Ta	$13,5e - 8$	0,0038
Mo	$71,8e - 8$	0,0046

Ominaisvastuksen eli resistiivisyyden lisäksi sähkön liikkuvuutta voidaan käsitellä sen käänteisluvun eli konduktanssin $\sigma = \frac{1}{\rho}$ avulla. Esitystavaksi on aina syytä valita informatiivisempi muoto.

Sähköisen resistanssin eli vastuksen lämpötilariippuvuus on aineen ominaisuus ja riippuu sen rakenteesta. Koska kaikilla materiaaleilla suprajohteita lukuun ottamatta on sähköinen resistanssi, on määritelty erikseen johteille ja eristeille tyypilliset piirteet eli johteilla on matala ominaisresistanssi ja eristeillä korkea. Suuret lämpötilat saattavat tuoda yllättäviä ongelmia, sillä aineiden kiderakenne muuttuu lämpötilan kasvaessa. Tämä johtaa siihen, että esimerkiksi monet keraamit, kuten alumiinioksidi (Al_2O_3), menettävät resistiiviset

Taulukko 3: Joidenkin keraamien sulamispisteitä T_m ja resistiivisyyksiä eri lämpötiloissa sekä lämpötilat T_k , joissa kappaleista poistuvan kaasun höyrynpaine on 10^5 Pa. [17]

Materiaali	T_m [K]	Resistiivisyys [Ωm]		T_k [K]
Al_2O_3	2323	1103 K	10^8	2036
		2148 K	22	
ZrO_2	2993	613 K	$2,1 \cdot 10^6$	2021
		973 K	$2,3 \cdot 10^3$	
		2273 K	0,59	
MgO	3073	1073 K	$3 \cdot 10^8$	1500
		1873 K	10^4	

ominaisuutensa lähes kokonaan. Alumiinioksidin ja joidenkin muiden keraamien resistiivisyyden lämpötilariippuvuutta on esitelty taulukossa 3. [17] Metallien resistiiviset ominaisuudet eivät häviä korkeissa lämpötiloissa.

Resistanssin lämpötilariippuvuutta voidaan arvioida lyhyillä lämpötilaväleillä sen potenssisarjakehitelmän kahdella ensimmäisellä termillä:

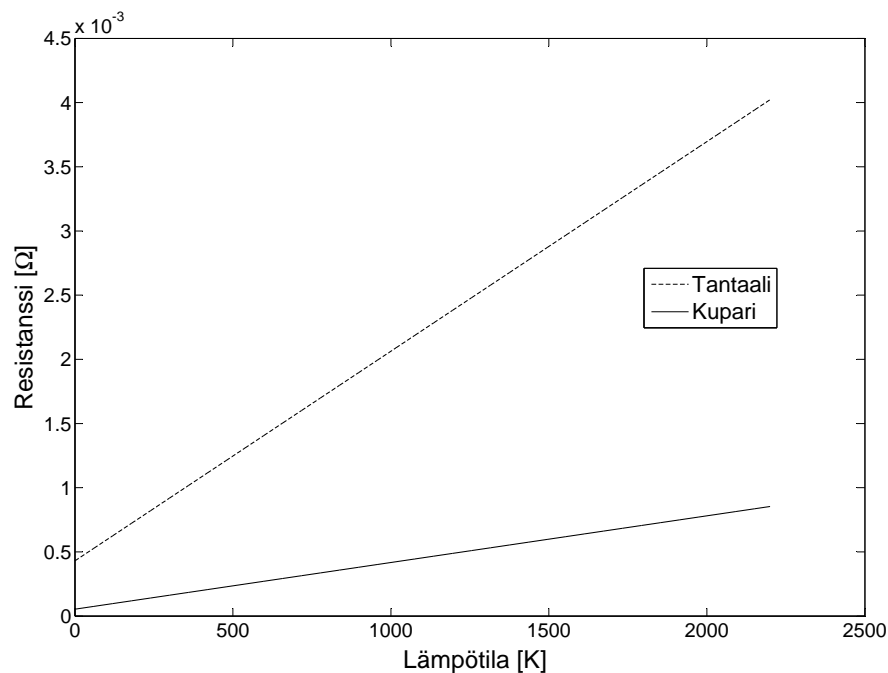
$$R = R_0 [1 + \alpha(\delta T)], \quad (47)$$

vaikka todellisuudessa pidempien lämpötilavälien ollessa kyseessä olisi syytä käyttää n . kertaluvun potenssisarjaa [1]

$$R(T) = R_0(1 + \alpha T + \beta T^2 + \dots). \quad (48)$$

Kuvassa 7 on laskettu yhtälön (47) avulla kahdelle eri metallitangolle resistanssin käyttäytyminen lämpötilan funktiona lämpötila-alueella 0 – 2200 K. Kuvasta voidaan nähdä resistiivisyyksien vaihtelun tantaalin ja kuparin välillä. Tehtyjen kokeiden yhteydessä laskettiin myös uunin kokonaisresistanssia lämpötilan funktiona ja niistä muodostettiin sirontakuvio.

Lämpötilariippuvuuden lineaarisuus pätee vain matalilla, alle 1100 K lämpötiloilla eikä taulukoissa yleensä ole annettu korkeampien kertalukujen kertoimia. [1] Taulukossa 2 on annettu joitakin esimerkkejä resistanssin lämpötilariippuvuuskertoimista.

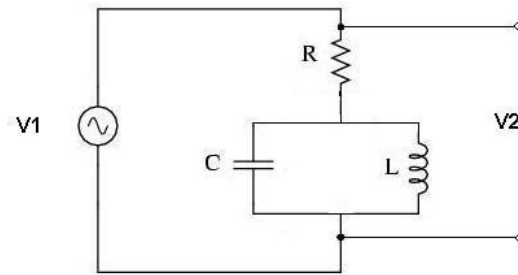


Kuva 7: Halkaisijaltaan 10 mm metallitangon resistanssin lämpötilariippuvuus lämpötilan funktiona pituusyksikköä kohden.

3.2 Resonanssipiirit

Resonanssipiiriä käsitellään tässä tutkielmassa, sillä kehitettävän resistiivisen mikrouunin kanssa kehitettiin rinnan myös induktiivista uunia. Induktiivisen uunin toiminta perustuu sähkömagneettiseen keskinäisinduktioon ja resonanssiin. Induktiivista uunia voidaan pelkistetysti kuvata resonanssipiirinä, jossa on resistorin kanssa sarjaan kytketty kelan ja kondensaattorin rinnankytkentä. Tällöin tietyllä resonanssitaajuudella, joka on riippuvainen kaikkien kolmen komponentin ominaisuuksista, voidaan keskinäisinduktanssin avulla siirtää sähkövirran energia kelasta kelan sisällä olevaan metalliin.

Resonanssipiiri on tyypillisesti sellainen virtapiiri, jossa vaihtojännite on kytketty kondensaattorin ja kelan yli. Tällaiselle kuvan 8 mukaiselle piirille voidaan tasavirtapiirin resistanssin sijaan määritellä impedanssi Z ($[Z] = \Omega$), jolla on ohmisen impedanssin $Z_R = R$ lisäksi kapasitiivinen komponentti $Z_C = -i(\omega C)^{-1}$ ja induktiivinen komponentti $Z_L = i\omega L$, missä L on induktanssi ja C kapasitanssi.[9]



Kuva 8: Yksinkertaisen LC-resonanssipiirin piirikaavio.

Rinnan kytketyt impedanssit voidaan yhdistää siten, että

$$Z_{LC} = \left(\frac{1}{Z_C} + \frac{1}{Z_L} \right)^{-1} = \frac{i\omega L}{1 - \omega^2 LC} \quad (49)$$

ja edelleen kytkettynä sarjaan vastuksen kanssa

$$Z_{total} = Z_{LC} + Z_R = \frac{R(1 + \omega^2 LC) + i\omega L}{1 + \omega^2 LC}, \quad (50)$$

missä i on imaginääriyksikkö. LC-rinnakkaisresonanssipiirin impedanssi laskee resonanssitaajuuden $\omega_0 = 1/\sqrt{LC}$ lähellä nollaa kohti [1]. Yleisesti tällainen piiri on kaistanpäästösuodin, jossa piirin LC-osan yli mitatun jännitteen maksimi on resonanssitaajuuden ω_0 kohdalla. Kaistanpäästösuotimen tehtävä on vaimentaa suotimen yli mitattavasta signaalista kaikki muut paitsi halutut taajuudet. Ideaalisen suotimen vaimennuskäyrän (kuva 9) muodosta voidaan laskea päästökaista $\delta\omega$. Huipun leveydestä voidaan laskea laatutekijä Q , joka kertoo piirin energianvarastointikyvyn ja ohmisten häviöiden suhteesta:

$$Q = \frac{\omega_0}{\delta\omega} = \frac{\omega_0 L}{R} = \frac{1}{\omega_0 CR}. \quad (51)$$

Laatutekijä ilmaisee suotimen valikoivuutta ja suuri arvo kertoo hyvin kapeasta päästökaistasta. Tätä voidaan käyttää hyväksi esimerkiksi radiovastaanottimissa, joissa on välttämätöntä vastaanottaa jokin taajuuskaista ja suodattaa ylimääräiset taajuudet pois. Resonanssitaajuutta voidaan nostaa kapasitanssia pienentämällä ja laskea sitä nostamalla.

Kaistanleveyden $\delta\omega$ määritelmänä käytetään myös niiden taajuuksien välistä aluetta, jossa ulostulojännitteen V_2 suhde sisäänmenojännitteeseen V_1 (yhtälö

(53)) on $\frac{1}{\sqrt{2}} \approx 0,707$ eli

$$\delta\omega = \frac{1}{\sqrt{2}} = \frac{\omega_0}{Q} \approx 0,707. \quad (52)$$

Suotimen päästökäyrä kulmataajuuden funktiona lasketaan sisäänmenojännitteen ja resonaattorin yli mitatun jännitteen suhteena, kun V_1 on jännitelähteestä tuleva signaali ja V_2 on resonaattorin yli mitattu ulostulojännite. Tasavirtapiirille tämä ulostulojännite ei olisi mielenkiintoinen, sillä resonaattori on vaihtovirtakomponentti. Seuraavan yhtälön avulla voidaan laskea RLC-kaistanpäästösuotimen taajuusvastekäyrä lähtö- ja tulojännitteiden suhteena:

$$\left| \frac{V_2}{V_1} \right| = \left| \frac{Z_{LC}}{Z_{total}} \right| = \frac{\omega L}{\sqrt{\omega^2 L^2 + R^2(1 + \omega^2 LC)^2}}. \quad (53)$$

Kuvassa 9 on sijoitettu yhtälöön (53) kulmataajuudet väliltä $\omega = \{0, 10^4\}$ ja asetettu $C = 1 \text{ mH}$, $L = 1 \mu\text{H}$ ja $R = 1 \Omega$. Näistä saadaan resonanssikulmataajuudeksi $\omega_0 = 1/\sqrt{LC} = 32 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ ja kaistanleveydeksi $\delta\omega = \omega_0^2 RC = 10^3 \text{ s}^{-1}$. Taajuuksina näitä vastaavat lukemat ovat $f_0 = 5 \text{ kHz}$ ja $\delta f = 160 \text{ Hz}$. Varsinainen tulos $|V_2/V_1|$ on selkeyden vuoksi normitettu päästöjännitteen maksimiarvolla.

3.3 Sähkömagneettinen induktio

Resistiivisen uunin kanssa rinnakkain kehitetty induktiivinen uuni toimii keskinäisinduktiolla. Siinä uuni muodostuu resonanssipiiristä, jossa on käämin kanssa rinnan kytketty kondensaattoreita, joilla säädellään resonanssitaajuutta. Lisäksi laitteistoon kuuluu ohjauselektronikkaa, jonka avulla säädetään resonaattoriin syötettävän signaalin taajuutta ja amplitudia. Metallin sulatus tapahtuu siten, että induktiokäämin sisällä on putkimainen ontto metallinen astia, jota sanotaan upokkaaksi. Upokas sijaitsee kuvan 10 mukaisesti kelan keskellä ja se on toisesta päästään kiinnitetty uunin muuhun runkoon niin, että sen keskiakseli on mahdollisimman lähellä käämin keskiakselia eikä pääse koskettamaan induktiokelaan.

Käämin avulla upokkaaseen indusoidaan voimakkaita pintavirtoja niin, että se kuumenee ja sen sisällä oleva materiaali sulaa. Magneettikenttä muuttaa käämissä suuntaansa virran muutoksen määräämällä tavalla. Yleensä uuneissa

käytettävät taajuudet ovat muutamasta kilohertsistä megahertseihin [17]. Tässä kappaleessa käsitellään lyhyesti induktiokuumennuksen fysikaaliset periaatteet

Kun johdin on muuttuvassa magneettikentässä, siihen muodostuu lähdejännite V [5]

$$V = \oint \bar{E} \cdot d\bar{l} = \int_S \nabla \times \bar{E} d\bar{S} = -\frac{d\phi}{dt}, \quad (54)$$

missä ϕ on magneettivuon tiheys. Magneettivuon tiheydelle ja magneettikentän voimakkuudelle \bar{B} on N-kierroksiselle käämille voimassa

$$\begin{aligned} \bar{B} &= \mu_0 N I \\ \phi &= \int_S \bar{B} \cdot d\bar{S}. \end{aligned} \quad (55)$$

Yhdistämällä yhtälöt (54) ja (55) voidaan lähdejännite laskea sylinterimäisessä metallikappaleessa, jonka pituus on l ja säde r ja joka on suoran solenoidin sisällä kuvan 10 osoittamalla tavalla, kun siinä kulkee virta $I(t)$, seuraavalla tavalla:

$$V = -\frac{d}{dt} \int_S \bar{B} \cdot d\bar{S} = -A\mu_0 N \frac{dI}{dt}. \quad (56)$$

On myös otettava huomioon, ettei lämpöenergiaksi muuttuvan sähkötehon Joule-lämpenemistä käsittelevän yhtälön

$$P = RI^2 = \frac{U^2}{R} \quad (57)$$

resistanssi ole sama kuin tasavirralla, vaan se määritellään pintaimpedanssina tunkeutumissyvyyden avulla yhtälöillä (58) ja (59). Resisttiivisten häviöiden lisäksi tehohukkaa aiheuttaa hysteresis-ilmiö, jota esiintyy kaikilla magneettisilla materiaaleilla, ja se muodostaa noin 10% kokonaishäviöistä.[5]

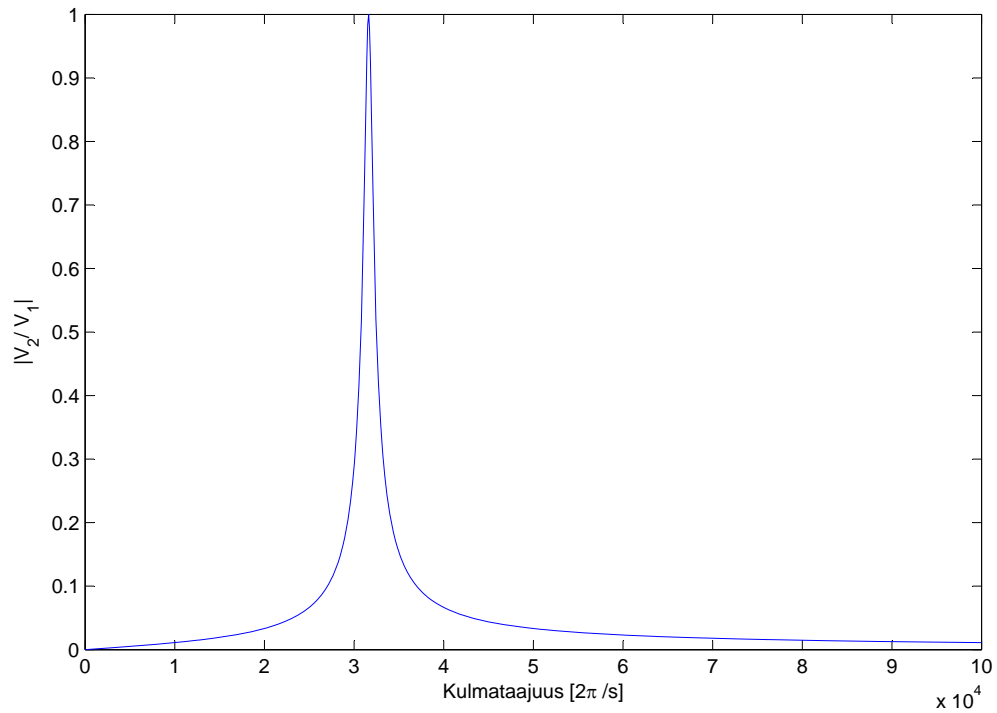
Magneettisesti lineaarisille materiaaleille voidaan määrittää pintaimpedanssi

$$Z = \frac{1+i}{\sigma\delta} [15], \quad (58)$$

missä σ on materiaalin johtavuus ja δ tunkeutumissyvyys, joka lineaariselle materiaalille on

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\sigma\omega\mu}}. [10] \quad (59)$$

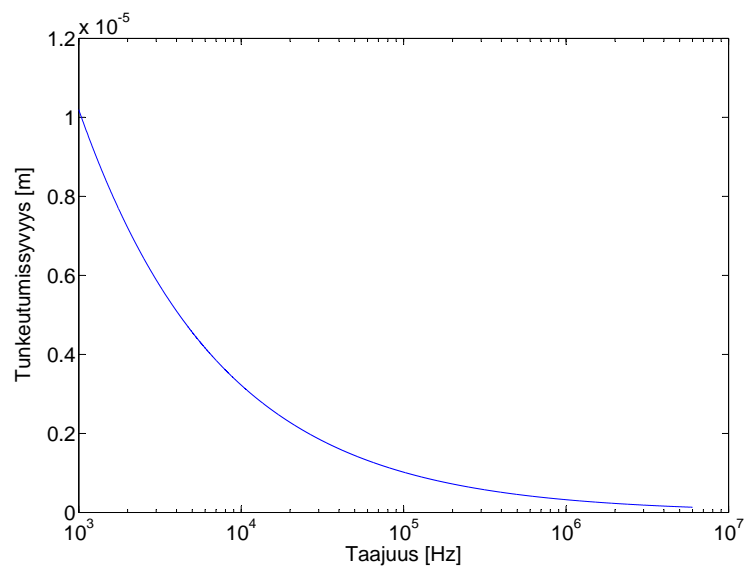
Pintavirrat kulkevat tässä kerroksessa, joka vastaa tunkeutumissyvyyttä. Näin voidaan laskea pintaimpedanssi ja lämmitysteho. Tunkeutumissyvyyteen vaikuttavat siis kuumennettavan materiaalin johtavuus, magneettinen permeabiliteetti sekä solenoidivirran taajuus. Tästä esimerkkinä kuvassa 11 molybdeenin tunkeutumissyvyys taajuuden funktiona. Pintaresistanssi on luonnollisesti pintaimpedanssin reaaliosa. Molybdeenin permittiivisyys μ on noin yksi ja sen johtavuus $\sigma = 19,2 \frac{1}{\Omega\text{m}}$. Kuvasta 11 voidaan myös todeta, että korkeilla taajuuksilla tunkeutumissyvyys jää hyvin pieneksi, jolloin pintaimpedanssi kasvaa. Matalilla taajuuksilla taas tunkeutumissyvyys kasvaa rajusti; tästä syystä kuvaaja alkaa vasta 1000 Hz kohdalta.



Kuva 9: Päästösuotimen ominaiskuvaaja, johon on piirretty syötetyn signaalin V_1 ja suodatetun signaalin V_2 amplituidien suhde.



Kuva 10: Kehitteillä olevan induktiivisen uunin kela, jonka sisällä upokas sijaitsee.



Kuva 11: Pyörrevirtojen tunkeutumissyvyys molybdeenissa välillä 1 kHz–5 MHz.

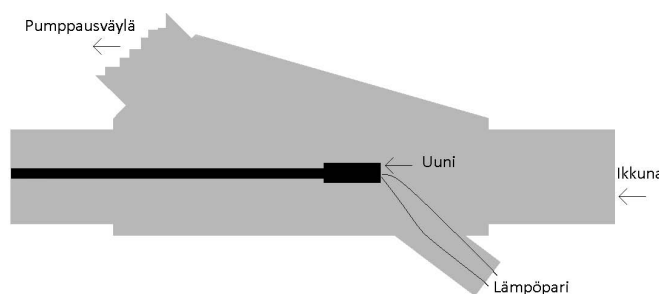
4 Metallionisuihkujen tuottaminen

ECR-ionilähteillä voidaan ionisoida ainoastaan kaasumaisessa olomuodossa olevia aineita. Tämä tarkoittaa sitä, että huoneenlämpötilassa kiinteä aine on höyrystettävä jollain menetelmällä ennen ionisaatiota. Monissa tapauksissa uuni on käyttökelpoinen menetelmä metallien höyrystämiseksi ja näin metallionien tuottamiseksi.

Tämän työn tarkoituksena oli kehittää kyseistä tekniikkaa korkeampien operaatiolämpötilojen aikaansaamiseksi, mikä mahdollistaa uusien huonosti höyrystyvien metallien käyttämisen ydinfysiikan kokeissa.

Työssä kehitettiin niinsanottu kalvouuni, joka mahdollistaa jopa 2000°C lämpötilan käytön höyrystämisessä. Uunin suunnittelussa käytettiin hyväksi sekä lämpötilajakauman että materiaalien ominaisuuksien simulointeja. Uunia testattiin testipenkissä ja joissakin tapauksissa ECR-ionilähteellä. Mittauksissa käytetty testipenkki koostui alumiinisesta testikammioista, tyhjiöpumpusta, paineantureista ja tehonlähteestä. Kammion kokoonpanon periaate voidaan nähdä kuvasta 12. Kammioon asennettiin myös läpinäkyvä laippa, jotta uunin käytöstä testien aikana voidaan tarkkailla visuaalisesti. Testikammion sähkökytkennät tehtiin niin, että positiivinen napa virtalähteessä kytkettiin uunin kupariseen keskitankoon ja negatiivinen yhdessä maadoituksen kanssa kammion runkoon. Lämpötilan mittaus suoritettiin laipan läpi viedyillä termoparin langoilla, joiden yhteenkiedotut päät asetettiin uunin upokkaan sisälle. Lankojen ilmanpaineen puoleisten päiden jännite mitattiin yleismittarilla ja se tulkittiin lämpötilaksi C-tyyppin termoparin taulukon avulla.

Muista menetelmistä kiinteiden aineiden höyrystämiseksi MIVOC ja sputte-



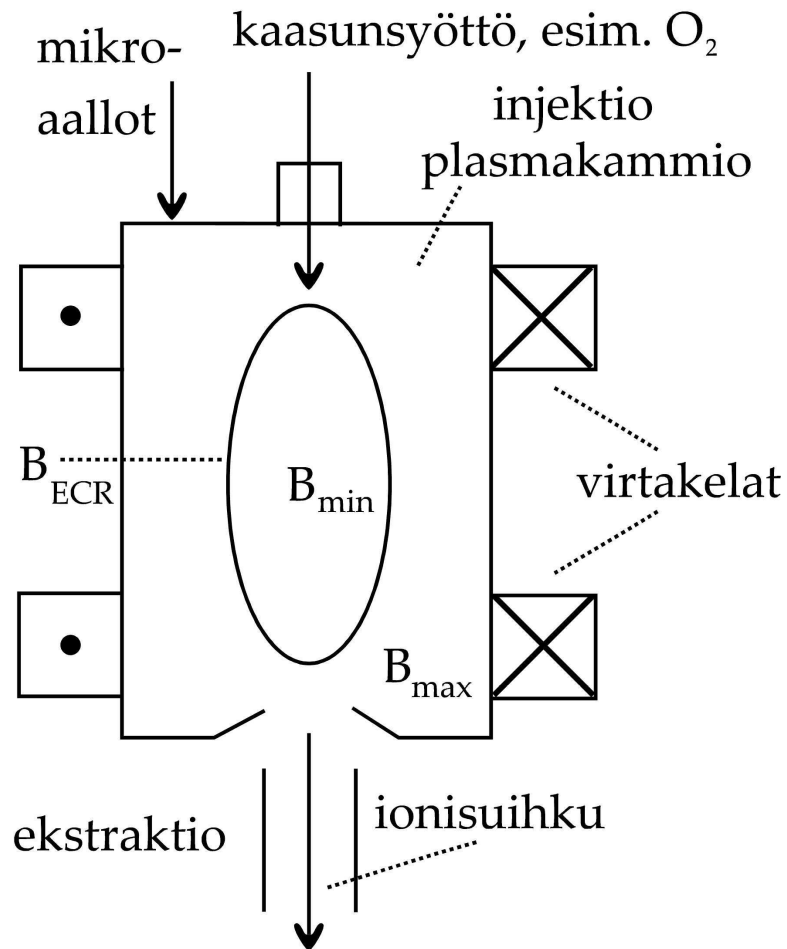
Kuva 12: Kaaviokuva testikammioista. Kuvaan on merkitty uunin lisäksi muiden laippojen funktio.

rointi ovat yleisimmin käytetyt. Laser-höyrytystä käytetään harvoin laitteiston korkean hinnan vuoksi. Uunien kehittämisen motivaatio on niiden avulla aikaansaatavien ionisuihkujen laatu ja yksinkertainen toiminta. Lisäksi uunien avulla voidaan päästä eroon monista myrkyllisistä tai hankalasti käsiteltävistä MIVOC-yhdisteistä.

4.1 Ionilähde

Ionilähteet ovat hiukkassuihkujen tuottamiseen tarkoitettuja laitteita. Eri tyyppisiä ionilähteitä on lukuisia ja tässä työssä käytettiin Jyväskylän yliopiston fysiikan laitoksen 14 GHz ECR-ionilähdettä, jolla voidaan tuottaa ionisuihkuja lähes kaikista alkuaineista. Lisäksi sen ominaisuuksiin kuuluu pieni materiaalinkulutus ja kyky tuottaa keskeytyksettä pitkiäkin ionisuihkuja vakaasti.

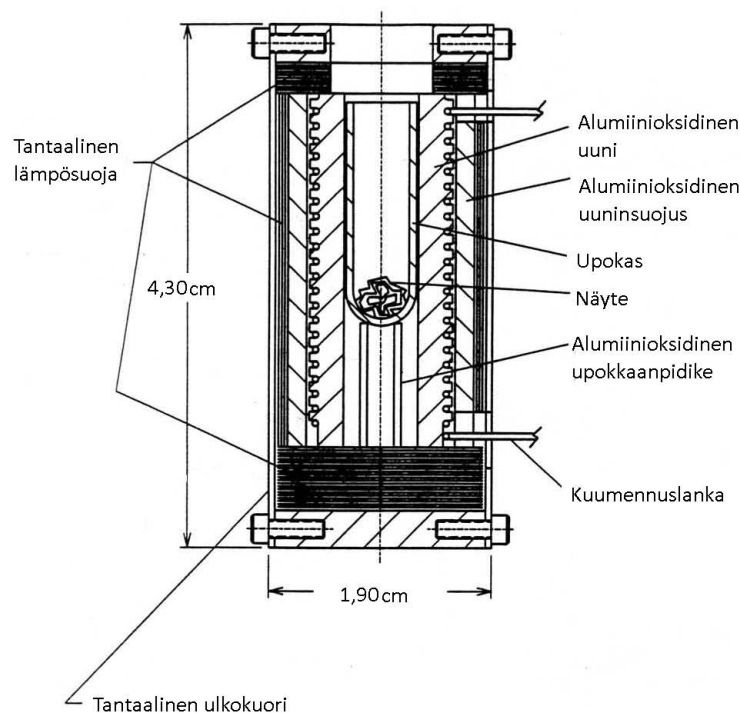
ECR-ionilähteessä ionit ovat vangittuina magneettiseen pulloon plasmakammiossa, jossa niitä kiihdytetään mikroaaltojen avulla. Elektronit kiertävät magneettipullossa syklotronitaajuudella, joka riippuu magneettikentän voimakkuudesta. Tällöin on oltava olemassa magneettisia ns. ECR-pintoja, jossa elektronit ja kammioon ohjatut mikroaallot ovat resonanssissa ja $B = B_{\text{ECR}}$. Tutkimuksessa käytetty ionilähde toimii 14 GHz taajuudella. Kuvassa 13 on esitetty kaavakuva ionilähteen plasmakammion toiminnallisesta rakenteesta. Yleensä magneettisen pullon muodostamiseen käytetään solenoideja aksiaalisen kentän muodostamiseen ja radiaalisen kentän muodostamiseen multipolirakennetta, jolloin plasmakammion keskelle jää magneettikentän minimi muodostaen niin sanotun B-min-rakenteen. Yksinkertaisimmillaan magneettinen pullo koostuu pelkästään solenoideista, mutta tämä ei ole tehokasta. Korkeiden varausasteiden tuottamiseksi ECR-ionilähde tarvitsee toimiakseen mahdollisimman hyvän tyhjiön, käytetyssä laitteistossa vähintään 10^{-7} mbar, joka myös on siirtolinjojen paine. Yleensä ionisoitavan materiaalin lisäksi ionilähteessä käytetään seoskaasuna jotain muuta kaasua kuten happea tai tyyppiä jäähdyttämään plasmaa, sillä tyhjiöolosuhteiden lisäksi tärkeä ECR:n toiminnan kannalta on plasman elektronitiheys sekä ionien "vanginta-aika"plasmassa. Lisäksi seoskaasuja voidaan käyttää ionilähteen spektrin kalibroimiseen, sillä yleisten alkuaineiden piikit ovat hyvin tunnistettavia harvinaisempien ionien joukosta. [18]



Kuva 13: ECR-ionilähteen periaatekuva.

4.2 Resistiivinen uuni

Vanhemmat resistiiviset uunit ovat yleensä ionilähteen ulkopuolella sijaitsevia kookkaita laitteita, joista höyrystynyt materiaali kulkeutuu plasmakammioon putkea pitkin. Nämä laitteet eivät myöskään kykene kovin korkeisiin lämpötiloihin, joten tehokkaammille korkean lämpötilan uuneille on tarvetta uusien metalli-ionisuihkujen tuottamiseksi.



Kuva 14: Poikkileikkauskuva käytössä olevasta uunista.

Nykyaikainen resistiivinen uuni sijaitsee ionilähteen sisällä ja sen rakenne on mahdollisimman yksinkertainen toimintavarmuuden lisäämiseksi. Esimerkkinä tällaisesta uunista käsitellään käytössä olevaa uunia, jonka toimintalämpötila on rajoittunut materiaalivalintojen takia. Yksityiskohtainen kuva hehku-langalla lämpenevästä uunista on kuvassa 14. Varsinainen höyrystettävä materiaali asetetaan upokkaaseen, joka on käytännössä metallitanko, johon on pitkittäissuunnassa porattu reikä tai keraamista valmistettu putki. Resistiivisen uunin kriittisiä osia ovat upokkaan lisäksi lämmityselementti ja sen materiaali, muoto ja tyyppi. Resistiivisen uunin lämpöelementti voi olla joko hyvin

ohut kalvo tai hehkulanka. Koska vaaditut lämpötilat ovat korkeita, on välttämätöntä valita lämpöelementin materiaali niin, että se kestää mahdollisimman korkeaa lämpötilaa eivätkä sen ominaisuudet muutu. Kuvassa 14 esitetyn uunin tapauksessa toimintalämpötilaa rajoittaa alumiinioksidin resistanssin häviäminen korkeissa lämpötiloissa taulukon 3 kuvaamalla tavalla. Vaikka materiaalin valinta perustuu fysikaalisesti lämpötilaan, siihen vaikuttavat yleensä myös taloudelliset seikat sekä reagoivuus höyrystettävien materiaalien kanssa. Muiden osien kuin lämmityselementin resistiivisen lämpenemisen yhteydessä on otettava huomioon etenkin sähkön kulkureitillä olevien liitosten kontaktipinta-ala ja kontaktin pysyvyys myös materiaalien laajetessa. Käyttökelpoisia liitántätapoja ovat esimerkiksi putkien sovitukset sisäkkäin ja erilaiset kierteet. Kokoonpanon kokonaisresistanssin lämpötilariippuvuutta on mahdoton ennustaa, jos osat pääsevät lämmitessään liikkumaan toistensa suhteen.

Koska hyvä sähkönjohde johtaa yleensä hyvin myös lämpöä, on simulaatioiden avulla tutkittava lämpötilat lämmölle herkkien tiivisteiden ja matalamman sulamispisteen omaavien aineiden rajapinnoissa.

Lisäksi on otettava huomioon lämmönjohtumisesta ja lämpösäteilystä aiheutuvat häviöt etenkin korkeissa lämpötiloissa, sillä tyhjiökammion ympäristön lämpötila, eli yhtälössä (8) esiintyvä T_{ymp} voidaan olettaa samaksi kuin huoneen lämpötila eli noin 300 K. Säteilyhäviöitä voidaan vähentää suunnittelemalla tarpeeksi tehokas säteilysuojaus esimerkiksi molybdeenikalvosta, jonka reflektiviteetti ρ_λ infrapuna-aallonpituuksilla on 0,93 [8] ja kokonaisemissiivisyys $\epsilon = 0,25$ [7]. Tällöin suurin osa säteilytehosta heijastuu takaisin lämmityskalvoon ja kokonaislämpövuoto ympäristöön pienenee.

4.3 Induktiivinen uuni

Induktiouunissa upokkaan pintaan indusoidaan korkeataajuuksisella vaihtojännitteellä pintavirtoja. Käytettävän kelan kokoa rajoittaa ionilähteen injektioipään koko, joten rakenne on pidettävä yksinkertaisena ja varsinainen elektroniikka on sijoitettava ionilähteen ulkopuolelle. Uunin LRC-piirin lisäksi laite vaatii tehonlähteen ja signaaligeneraattorin. Yleensä suurin ongelma on värähtelypiirin komponenttien ominaisuuksien optimointi halutulle resonanssitaajuudelle, joten helpoin, mutta samalla kallein tapa on käyttää kaupallista signaalilähdettä, jotka yleensä osaavat itse hakea resonanssitaajuuDET.

Jyväskylän yliopiston fysiikan laitoksella kehitettävän induktiouunin resonanssitaajuus on noin 160 – 200 kHz, ja koska kelan induktanssi muuttuu taajuuden ja lämpötilan funktiona, on kaistanleveyttä tai Q-arvoa vaikea määrittää. [19] Induktiivisen uunin rakenne eroaa elektroniikan lisäksi resistiivisestä oleellisesti lämpöeristyksen ja materiaalivalintojen suhteen. Oleellisesti upokas on ainoa lämpenevä osa, josta lämpö voi johtua uunin runkoon ja säteillä kelaan. Koska kela on tyypillisesti kuparia, joka kestää käytössä korkeintaan 800 K lämpötilan, on siihen järjestettävä jäähdytys. Parhaiten kelan jäähdyttäminen onnistuu valmistamalla se putkesta, jonka sisällä kiertää vettä. Upokkaasta johtuvan lämpövirran minimoiminen onnistuu helposti minimoimalla sen kosketuspinta-ala uunin runkoon. Toisin kuin resistiivisessä uunissa, kaikki virta kulkee erillisiä johtimia pitkin, eikä upokas itse ole jännitteessä. Tämä mahdollistaa myös lämpöparin asentamisen uunin rakenteisiin. Kelan ympärillä on fysiikan laitoksella kehitetyssä uunissa kuparinen suojuus, joka diamagneettisena aineena vähentää magneettikentän voimakkuutta. Näin suurempi osa energiasta menee upokkaaseen, kun induktiokuumennus ei kohdistu ympäröiviin ferromagneettisiin rakenteisiin. Kuvasta 10 nähdään induktiouunin kela ja sen sisällä oleva upokas. Signaali kulkee kelaan koaksiaalikaapelia pitkin varren toisessa päässä olevasta ohjauselektroniikkapiiristä, joka sisältää signaaligeneraattorin sekä käämin kanssa rinnankytketyt kondensaattorit.

On kuitenkin syytä ottaa huomioon, että yleensä todelliset olosuhteet eriyvät huomattavasti ideaalisista, jolloin sähkömagnetismia käsittelevässä kirjallisuudessa esitettyjen yhtälöiden kaltaiset laskut monimutkaistuvat huomattavasti. Tämän takia on syytä simuloida magneettikenttiä ja indusoituneita virtoja numeerisesti, sillä tietokoneen kyky ratkaista näitä yhtälöitä on suuri apu tuotekehityksessä.

4.4 MIVOC

MIVOC-menetelmällä voidaan tuottaa höyrystyvistä metalliyhdisteistä ionisuihkuja suhteellisen helposti. Esimerkkejä yhdisteistä löytyy taulukosta 4 ja mainituista lähteistä. Metallionien tuottaminen tapahtuu yksinkertaisesti laittamalla näyte erilliseen MIVOC-kammioon, joka on yhdistetty ionilähteeseen kuvan 15 mukaisesti ja antamalla höyrystyvän kaasun kulkeutua plasmaan, jossa molekyylit pilkkoutuvat ja ionisoituvat. On tärkeää, että ionisoitava alkuaine on raskain atomi yhdisteessä korkealaatuisen suihkun tuottamiseksi pienellä materiaalikulutuksella. Yhdisteen valinnassa on kiinnitettävä huomiota

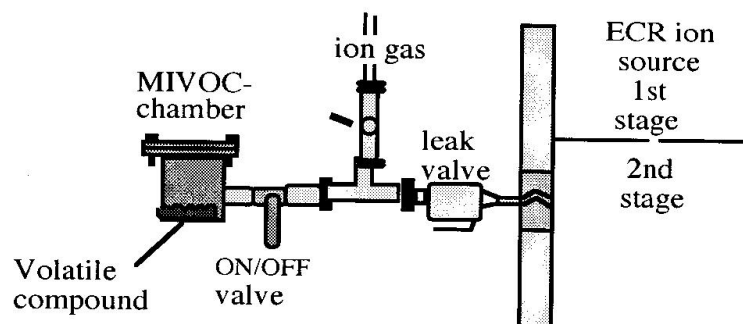
Taulukko 4: Joitakin esimerkkejä MIVOC-yhdisteistä. [2][3]

Ioni	MIVOC-yhdiste
^{58}Fe	$^{58}\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$
^{64}Ni	$^{64}\text{Ni}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$
Os	$\text{Os}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$
Si	SiH_4

miota sen rakenteeseen, jotta yhdisteessä olevien muiden aineiden aiheuttama kontaminaatio plasmassa olisi mahdollisimman pieni. Myös kaasun kulkeutuminen MIVOC-kammioista plasmaan on suunniteltava tarkasti, sillä paine-ero kammioiden välillä sekä putkiston geometria ovat tärkeitä tekijöitä siirtolinjan tehokkuuden takaamiseksi. Siirtolinjan tehokkuudesta kertoo sen konduktanssi

$$C = \frac{Q}{p_2 - p_1}, \quad (60)$$

missä Q on kaasunsyöttönopeus, p_1 on ionilähteen paine ja p_2 MIVOC-kammiossa olevalle kaasulle ominainen saturaatiopaine[14]. Jyväskylän yliopiston fysiikan laitoksen laitteiston yhteydessä saturaatiopaineen minimiarvona voidaan käyttää 10^{-3} mbar [12].



Kuva 15: Periaatekuva MIVOC-kammion liittämisestä ECR-ionilähteeseen.[12]

Taulukko 5: Joidenkin aineiden sputterointituottoja. [6]

Aine	Sputterointitulo	Aine	Sputterointitulo
Ag	3, 4	Ge	1, 2
Al	1, 2	Hf	0, 8
Au	2, 8	Ir	1, 2
Be	0, 8	Mg	1, 4
C	0, 2	Mn	1, 3
Co	1, 4	Mo	0, 9
Cr	1, 3	Nb	0, 6
Cu	2, 3	Ni	1, 5
Fe	1, 3	Os	0, 9

4.5 Sputterointi

Sputterointia käytetään ionilähteissä silloin, kun halutaan ionisoida korkean sulamispisteen materiaaleja. Ionisointi tapahtuu pommittamalla plasmakammioon kiinnitettyä kohtiota plasman ioneilla, joita attraktoidaan kytkemällä kohtio matalampaan potentiaaliin kuin kammio. Ionipommituksen kohtion hilalle antama ylimääräinen energia irrottaa siitä atomeja, jotka ajautuvat plasmaan ja ionisoituvat. Sputterointituottoon eli saatavien ionien määrään vaikuttavat esimerkiksi kohtion kiderakenne, kohtion jännite sekä sputteroivan ytimen massa. Sputterointituoton kannalta riittävää jännitettä ei voi käyttää, koska se aiheuttaisi liian suuren häiriön plasman olosuhteisiin heikentäen ionilähteestä saatavan ionivirran määrää [14]. ECR-ionilähteissä käytetään yleensä seoskaasutekniikkaa maksimaalisen sputterointituoton aikaansaamiseksi [13]. Joitakin sputterointituottoja on esitelty taulukossa 5. Sputteroinnin etuna voidaan pitää sen riippumattomuutta lämpötilasta, joka on uunien tapauksessa hyvinkin oleellinen tekijä.

4.6 Laserablaatio

Laserablaatio tarkoittaa ionilähteessä olevan materiaalin kuumentamisessa paikallisesti laserin avulla jopa $10^{11} \frac{W}{m^2}$ intensiteetillä [4]. Menetelmä on teknisesti toimiva ja mahdollistaa ionisuihkujen tuottamisen useimmista huoneenlämpötilassa kiinteinä esiintyvistä alkuaineista. Ionilähdeympäristössä menetelmään liittyvä kokemus on vähäistä ja menetelmän yleistymistä rajoittava tekijä on laitteiston korkea hinta. Metallionien tuottaminen ablaatiolla on hyvin

tarkasti säädeltävissä, sillä ainetta voidaan höyrystää haluttaessa lyhyinä pulseina. Lisäksi höyrystys voidaan tehdä hyvin tarkasti, jolloin saadaan haluttu määrä ioneja plasmaan juuri silloin, kun niitä tarvitaan eikä materiaalia mene hukkaan. Pieni kulutus on oleellista etenkin kalliiden isotooppien yhdeydessä.

5 Materiaalien termisistä ominaisuuksista

Jotta höyrystysuuneilla voitaisiin saada aikaan metallihöyryä, on saavutettava höyrystymiselle riittävä lämpötila. Tämä ei kuitenkaan yleensä ole sama lämpötila kuin sulamis- tai kiehumispiste, sillä kaikilla aineilla on äärellinen höyrönpaine. Siten tarvitaan ainoastaan riittävä lämpötila, että materiaalia haihtuu tarpeeksi ionisuihkun tekoa varten. Lisäksi materiaalit reagoivat toisten materiaalien kanssa helpommin korkeissa lämpötiloista. Esimerkkejä tällaisista reaktiosta ovat volframin ja alumiinin seostuminen ja tantaalin sekä gadoliniumin seostuminen korkeissa lämpötiloissa. [17]

Eri alkuaineet käyttäytyvät eri tavoin ja reaktioiden laatuun vaikuttavat esimerkiksi paine, molempien materiaalien kiderakenteet, lämpötila, sähkömagneettinen säteily ja ympäristön kaasut. Esimerkiksi yttriumin tapauksessa reaktio hapen ja valon kanssa on jopa huoneenlämpötilassa havaittava ja jo matalat lämpötilat aiheuttavat eksotermisen reaktion hapen kanssa eli metalli tuntuu selkeästi lämpimältä käsiteltäessä. Tästä syystä on kiinnitettävä erityistä huomiota näytteiden tekemiseen ja niiden käsittelyyn sekä ionilähteen olosuhteisiin. Ionilähteessä on perustilassa korkea tyhjiö, jossa on lähinnä ilmakehästä peräisin olevien kaasujen jäänteitä, joita kutsutaan jäännöskaasuksi. Näiden kaasujen lisäksi ionilähteen plasmakammioon lisätään hyvin pieni määrä niisanottua puskurikaasua, joka on tyypillisesti typpeä tai happea, sekä ionisoitavan alkuaineen atomeja sisältävää kaasua. Monet alkuaineet, kuten titaani, reagoivat tai liukenevat korkeissa lämpötiloissa. Suurin osa metalleista on yhteensopivia keraamien kanssa. Alumiinioksidi (Al_2O_3) on yleisesti käytössä eristeenä erilaisissa uuneissa, mutta sen haittapuolia ovat huono lämmön- ja sähkönjohtavuus sekä muuttuminen johtavaksi korkeissa lämpötiloissa. Eristävyytensä vuoksi alumiinioksidi ei sovellu induktiouunien upokasmateriaaliksi.

Joidenkin keraamisten materiaalien sulamispisteitä ja resistiivisyyksien lämpötilakäyttäytymistä on esitelty taulukossa 3. Näistä erityisesti resistiivisyyden muutoksiin ja kiehumispisteisiin on kiinnitettävä huomiota, sillä keraamisista materiaaleista sublimoituu herkästi materiaa tyhjiössä. Jos materiaalin, kuten alumiini- tai zirkoniumoksidien (ZrO_2) tapauksessa, ominaisresistiivisyys pienenee lämpötilan funktiona, on varmistettava ettei tämän takia muodostu oikosulkuja uunin rakenteen sisälle. Tässä yhdeydessä kuvien 17 ja 18 informaatio lämpötilan vaihteluista on oleellinen. Kuvan 17 tarkempi tarkastelu osoittaa, että keraamisen eristeen maksimilämpötila jää 1500 K alapuolelle,

joten eriste ei muutu johtavaksi. Tämä on todettu myös mittaamalla eristeiden johtavuutta, kun testauksen aikana etsittiin mahdollisia syitä toimintahäiriöihin ja eräs vaihtoehto oli keraamisten eristeiden muuttuminen johtavaksi.

Höyrystysuunin kehittämiseen on valittava oikeanlainen materiaali upokkaaseen ja mahdolliseen resistiiviseen elementtiin. Materiaalien valinta riippuu höyrystettävistä aineista ja sen reagointiominaisuuksista sekä halutusta lämpötilasta. Upokkaan materiaalin on oltava yhteensopiva sulatettavan metallin kanssa siten, etteivät ne muodosta yhdisteitä tai seoksia korkeissakaan lämpötiloissa. Esimerkiksi ruostumattomasta teräksestä valmistettu upokas ja tina muodostavat matalan sulamispisteen seoksen lämpötilassa 1270 K vaikka teräksen sulamispiste on noin 1670 K ja tinan 504 K [17]. Metallien seostumisen johdosta voi syntyä uusia kiderakenteita, joilla on mahdollisesti matalampi sulamispiste tai korkeampi reaktiivisuus muiden aineiden kanssa.

Molybdeenistä ja tantaalista valmistetut upokkaat ovat osoittautuneet toimiviksi, sillä niillä on korkea sulamispiste, ja ne eivät juuri reagoi muiden materiaalien kanssa korkeissakaan lämpötiloissa. Wolframilla on kaikista alkuaineista korkein sulamislämpötila, ja se sopii joidenkin aineiden kanssa mutta sitä on korkean hintansa ja huonon työstettävyytensä vuoksi syytä käyttää harkiten. Esimerkiksi yttriumin kanssa on suositeltavinta käyttää wolframi-upokasta [17]. Hauraiden ja kalliiden metallien käyttö on etenkin suurten upokkaiden ongelma, sillä niihin kuluu paljon materiaalia. Siksi on syytä suunnitella upokas mahdollisimman pieneksi, jotta se on käytännöllinen mutta kuitenkin tarpeeksi suureksi mahdollistaen pitkän yhtenäisen operaation. Hauraus on etenkin molybdeenin ongelma, sillä se kiteytyy jo noin 1300 K lämpötilassa ja muuttuu hauraaksi lopullisesti. Myös yleisimmät eristeet alumiinioksidi tai boorinitridi (BN) sopivat yleisesti upokasmateriaaleiksi, vaikka niiden käytössä on omat ongelmansa kuten resistanssin muutokset korkeissa lämpötiloissa (taulukko 3) tai boorinitridin tapauksessa havaittu typen höyrystyminen tyhjiökammioon. Alumiinioksidi ei välttämättä sovellu kaikkein korkeimpiin lämpötiloihin, sillä se muuttuu johteeksi. Lisäksi testauksen aikana huomattiin, että lämpöparin suojana ollut Al_2O_3 -eriste sulii upokkaaseen kiinni uunin korkean lämpötilan (> 2300 K) vuoksi.

5.1 Lämpötilojen simulaatiot

Uunin suunnittelussa tärkeässä osassa olivat myös simuloinnit Mirage-ohjelmalla [16] sekä MatLabilla kirjoittamillani ohjelmilla. Simulointi helpotti so-

pivien materiaalien valintaa sekä jäähtymisen ja niiden uunin osien dimensioiden sovitusta, jotka oleellisesti vaikuttavat sähkön ja lämmön siirtymiseen. Etenkin rungon niiden dimensioiden optimointi, joista suurin osa lämmöstä ja sähköstä virtaa, on tärkeää. Kuva 16 kertoo kuparista ja teräksestä valmistettujen tankojen säteen vaikutuksesta lämpöhäviöihin. Käyrissä on laskettu yhteen resistanssista johtuva tehohäviö sekä lämmön johtuminen tankoa pitkin, jolloin voidaan löytää optimaalinen läpimitta häviöiden minimoimiseksi. Oletuksina on käytetty virtaa 70 A, ympäristön lämpötilaa 300 K, kuparitangon kuumen pään lämpötilaa 1023 K ja oletettu yksinkertaisuuden vuoksi resistiivinen lämpeneminen nollaksi muualla kuin lämmityskalvossa, sillä sen osuus lämmityksestä on mitätön. Matlab-simulaation tuloksista saatiin kuparitangon lämpenemisen ja lämmön johtumisen summan minimiksi tangon säteen suhteen noin 2 mm, joten uunin lopullista kokoonpanoa varten valittiin kyseisen paksuinen kuparitanko.

Uunin käyttäytymistä simuloitiin stabiilissa tilanteessa lämmönjohtumisen suhteen kaksiulotteisessa aksiaalisymmetrisessä tapauksessa. Simulaatiot suoritettiin Mirage-ohjelmalla, jonka toiminta perustuu simuloitavan kappaleen diskretisointiin ja jakamiseen kolmion muotoisiin alueisiin. Simulaatioiden avulla arvioitiin myös säteilemällä siirtyvän energian osuutta uuniin syötetyn tehon funktiona ja havaittiin neliöllinen käytös. Näin saatiin tietoa uunissa vallitsevista olosuhteista ja mahdollisista toimintaa rajoittavista tekijöistä, kuten eri materiaalien rajapinnoissa vallitsevista lämpötiloista ja näin soveliaista materiaaleista kuhunkin komponenttiin. Lisäksi saatiin tietoa upokkaan ja kalvon tasapainolämpötilojen eroista ja niiden käyttäytymisestä tehon funktiona. Simuloimalla eri tehoilla syntyvää lämpötilajakaumaa sekä laskemalla upokkaan ja ulkokuoren välinen säteilylämpövuoto voitiin päätellä, ettei korkeammilla lämpötiloilla tapahdu suurta virhettä, vaikka säteilemällä tapahtuvaa lämmönsiirtoa uunin eri osien välillä ei voitu stationaarisessa tilanteessa simuloida. Säteilähäviöt uunin ulkopinnoilla mallinnettiin ohjelman sisällä liisäämällä sopivat reunaehdot.

Lämmönjohtumisen lisäksi simulaatiomallin reunaehtoina käytettiin kuparisen johdintangon resistiivistä lämpenemistä arvioituna yhtälön 47 avulla. Seuraamalla virran ja jännitteen arvoja testien aikana voitiin havaita, että uunin kokonaisresistanssi on hyvin pieni, mutta sen vaihtelut suhteellisesti suuria (kuva 24), joten simulaatioilla tätä käytöstä ei voitaisi ennustaa. Lisäksi lopulliset, uunin uusinta versiota koskevat simulaatiot valmistuivat pääasiallisten

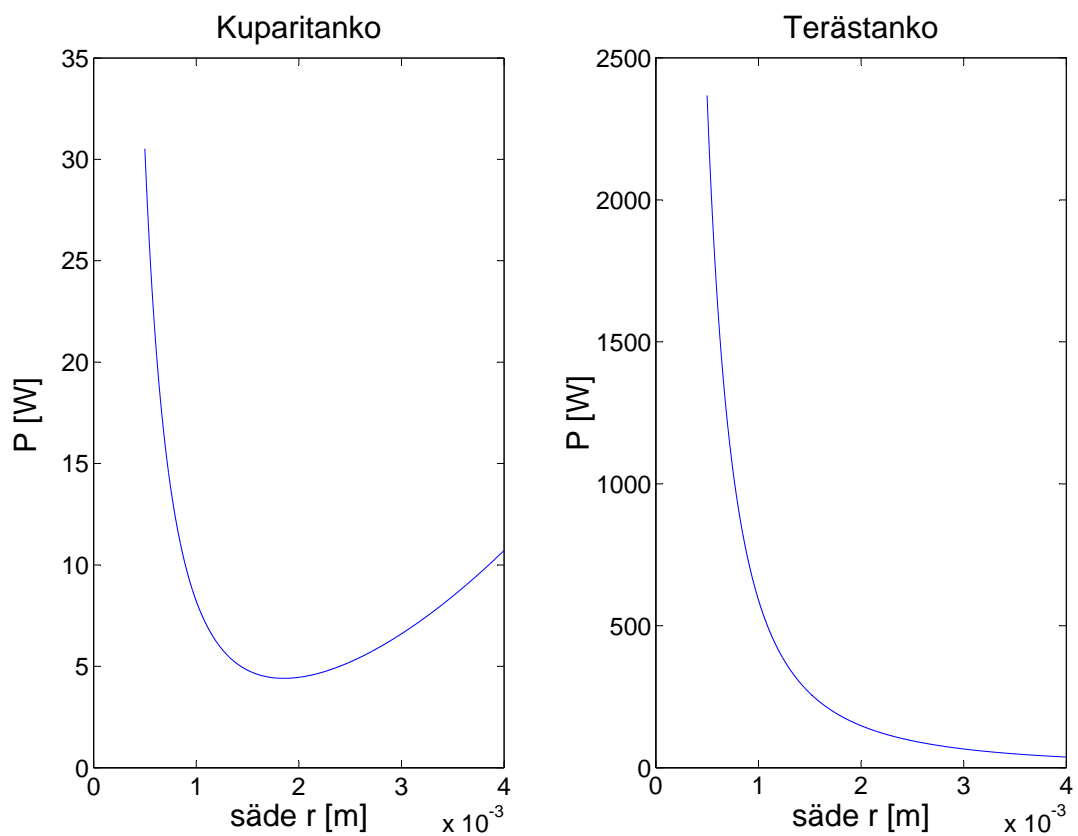
mittausten tekemisen jälkeen eikä näitä mittauksia voitu toimintahäiriöiden vuoksi toistaa uunin uusimmalla versiolla.

Simulaatioissa edettiin vaiheittain yksinkertaisimmasta mahdollisesta rakenteesta mahdollisimman täydelliseen malliin. Käytetyn ohjelman rajoituksista johtuen käytettiin kaksiulotteista aksiaalisymmetristä mallia, jossa osa epäsymmetrisistä kohdista rakenteessa piti korvata lämmönjohtumisen kannalta samankaltaisilla symmetrisillä rakenteilla. Pääosa rakenteista kuitenkin suunniteltiin symmetrisiksi, joten mallista tuli hyvin toimiva. Alussa simulaatio käsitti ainoastaan upokkaan lämpötilaprofiilin siihen kohdistetussa lämpövuosassa. Tällöin käsiteltiin kuparisen tangon kannalta huonointa mahdollista tilannetta, jossa kaikki lämpö johtuu pois sitä pitkin ja havaittiin, ettei sen lämpötila nouse liian korkeaksi.

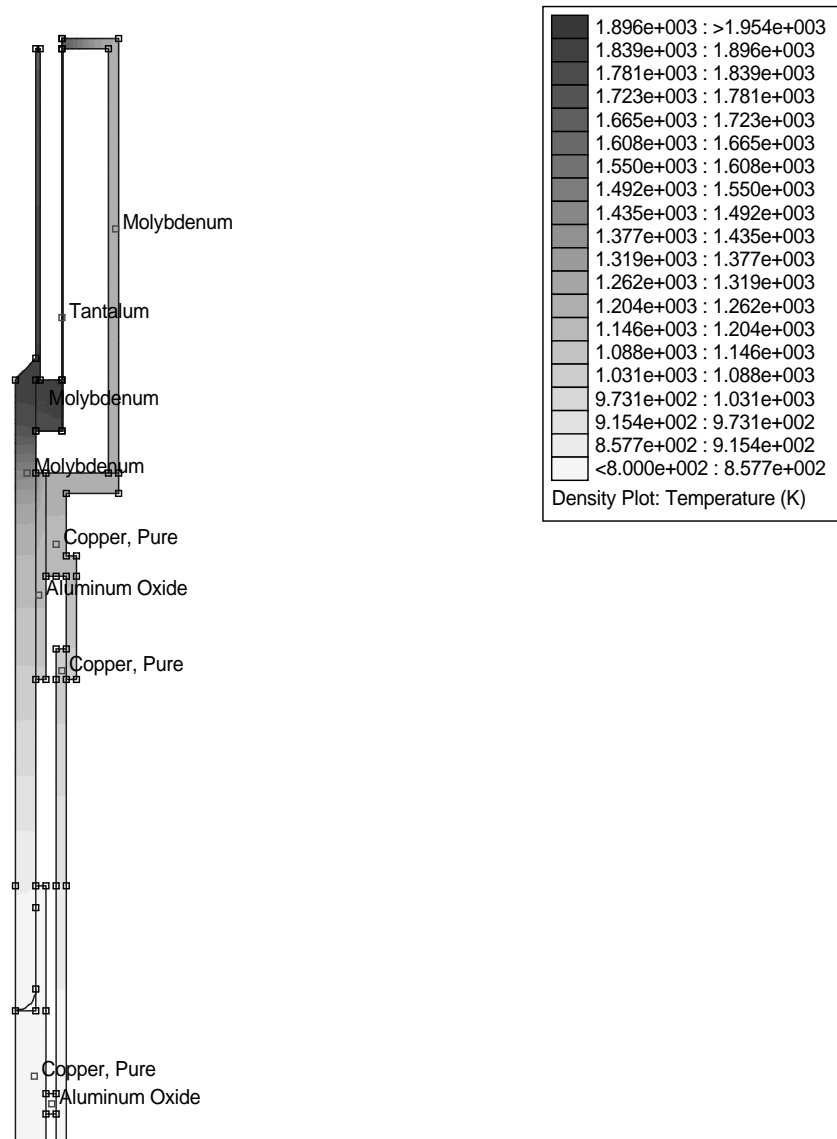
Myöhemmissä simulaatioissa käytettiin konepiirustuksen perusteella tehtyä tarkkaa mallia ja reunaehtoja, joissa otettiin huomioon säteily sekä käyttöolosuhteiden geometria soveltuvilta osin. Tarkat simulaatiot sisälsivät myös virransyöttötangon keskitinkappaleet sekä vesijähdytyksen. Vesijähdytys uunin päässä toteutettiin asettamalla mallissa oikeaan kohtaan reunaehto vakio-
lämpötilasta. Vesijähdytyksen tarkoitus on suojata tiivisteitä, jotka ovat kosketuksissa kuparitangon kanssa ja joiden sulaminen johtaisi vuotoon tyhjiökammiossa. Kuvista 17 ja 18 voidaan nähdä muutos lämpötilajakaumassa, kun ulomman kuoren rakennetta muutettiin sähkönjohtavuuden parantamiseksi. Koska sähkönjohtavuutta parannettiin suurentamalla kontaktipinta-aloja, uudemman uunin suorituskyky samalla teholla on huonompi. Simulaatioita varten on pyritty mallintamaan mahdollisimman tarkasti jokainen uunin osa reunailmiöiden ja materiaalien yhtymäkohtien tarkkuuden parantamiseksi. Lisäksi jokaisen osan materiaali on merkitty kuvaan havainnollisuuden vuoksi. Molempien kuvien alaosassa on nähtävissä keskitinpalat, joille on laskettu niiden epäsymmetrisyyden vuoksi ns. efektiivinen johtumispinta-ala, joka on analoginen aiemmin esitellylle karakteristiselle pituudelle (yhtälö (43)). Aiemmassa uunissa oli muutamia keskitinpaloja kuparitangossa estämässä taipumista, kun taas jälkimmäisessä versiossa keskitinpala mahdollistaa kokoamisen kun tanko pysyy paikallaan rungon keskellä. Sisämitoiltaan suurempi uusi runko varmistaa lisäksi sen, ettei kuparitanko voi taipua niin, että se aiheuttaisi oikosulun ulkokuoren kanssa.

Kaikkiaan simulaatioiden osuus uunin kaikkien kehitysvaiheiden suunnittelussa oli oleellinen, sillä muutoksia tehtäessä on tärkeää kiinnittää huomiota

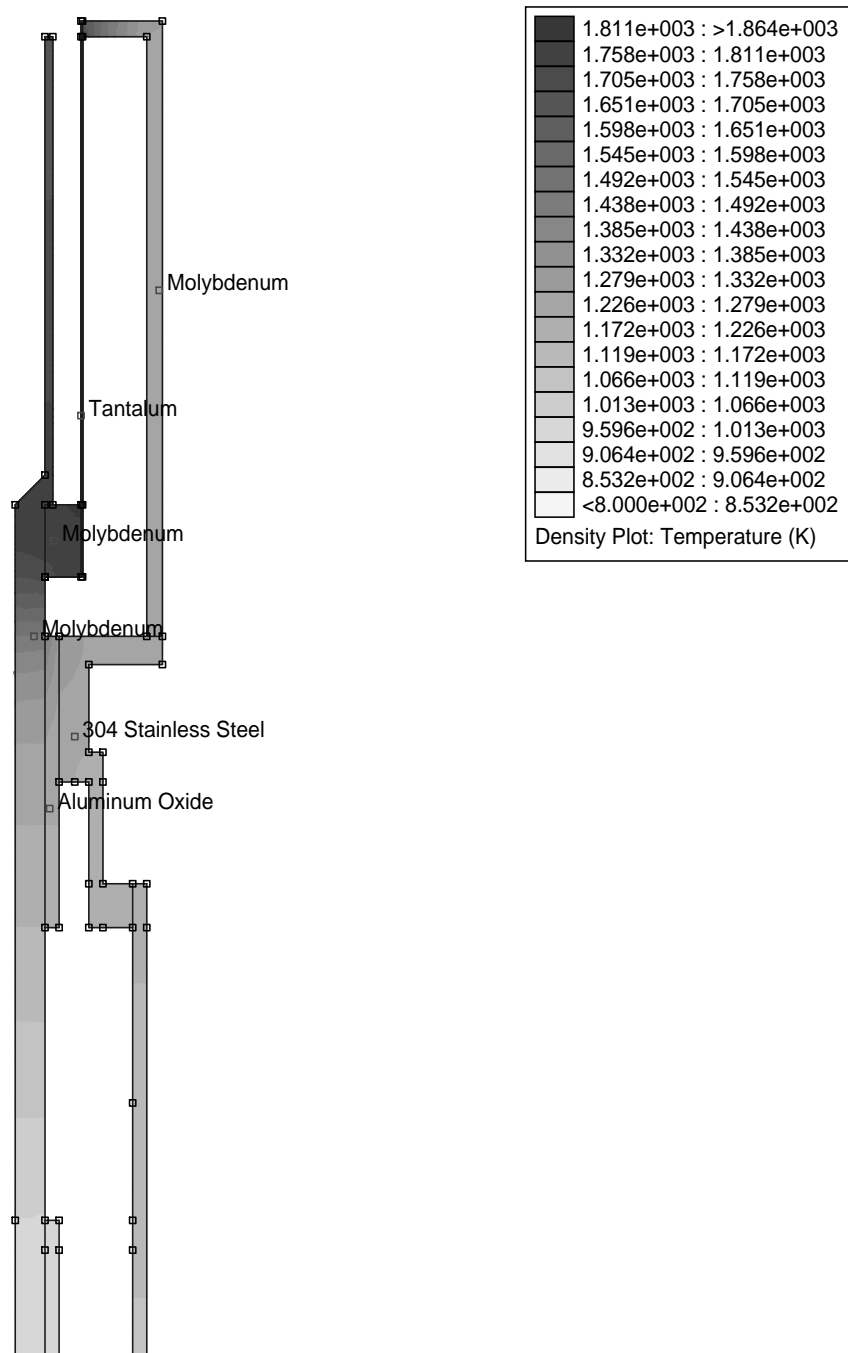
mahdollisiin lämpötiloihin, eri materiaalien kontaktipintoihin korkeissa lämpötiloissa, sekä sähkönjohtavuuden käyttäytymiseen materiaalien altistuessa suurille lämpötilavaihteluille.



Kuva 16: Kahdessa eri metallitangossa tapahtuvan resistiivisen lämpenemisen ja lämmönjohtumisen erotuksen käyttäytyminen vakiosähkövirralla tangon säteen funktiona.



Kuva 17: Kokeissa käytetyn uunin simuloitu lämpötilajakauma, kun tantaalikalvoon kohdistuu 500 W lämmitysteho.



Kuva 18: Uunin uusimman kehitysversion simuloitu lämpötilajakauma, kun tantaalikalvoon kohdistuu 500 W lämmitysteho. Erona edelliseen versioon on läpimitaltaan suurempi teräsrunko ja hieman heikompi suorituskyky.

6 Mittaukset

Tässä työssä kehitin uutta höyrystysuunia Jyväskylän yliopiston kiihdytinlaboratorion tarpeisiin. Testeissä uunilla höyrystettiin mm. titaania useiden päivien ajan ilman ongelmia. Uunia operoitiin myös yli 2300 K lämpötilassa useita tunteja ongelmitta, mihin kuvan 23 perusteella päästään varsin matalalla 350 W teholla. Uunin rakennetta paranneltiin testien välillä ongelmien ilmen-tyessä.

6.1 Haasteet

Uunin suunnittelu ja testaus oli pitkä ongelmien ja niiden ratkaisemisen sarja, jossa lähes jokaisessa uunin osassa jouduttiin tekemään muutoksia. Kehityksessä käytettiin apuna tietokonesimulaatioita lämmönjohtumisen ja säteilyhäviöiden määrittämiseen. Lisäksi kiinnitettiin huomiota kriittisten osien, kuten vakuumitiivisteiden, lämpötilaan ja upokkaan sisäiseen lämpötilaeroon. Tulevaisuudessa uunia on tarkoitus kehittää siten, että resistiiviset häviöt eri osien liitoksissa olisivat pienemmät. Tämä voidaan käytettävissä olevan laitteiston puitteissa saavuttaa luopumalla lämmönjohtumisen minimoinnista sekä laajentamalla kontaktipintoja, jolloin osat eivät pääse lämpölaajenemisen takia liikkumaan ja sähköön kulku on esteettömämpää. Samalla voidaan välttää osien hitsautuminen suurten virtojen kulkiessa pienen pinta-alan läpi.

Yleisenä haasteena riippumatta uunin kehitysversiona on mainittava kaikkien osien päällystyminen epäpuhtauksilla. Tämä vaikuttaa osien väljyyden lisäksi mahdollisesti niiden sähköjohtavuuteen sekä lämpösäteilyn heijastumiseen ja emittoitumiseen. Suurin päällystyminen havaittiin itse upokkaan ulkopuolella, joten on syytä olettaa metallihöyryn päätyvän upokkaan suuaukolta hyvin suureen avaruuskulmaan. Tämä osaltaan lisää uunin raaka-ainekulutusta, sillä kaikki metallihöyry ei tällöin päädy lainkaan ionilähteen plasmaan. Myös uunin säteilysuojan pinnoittuminen vaikuttaa sen emissiivisyyteen ja edelleen tehokkuuteen, kuten taulukosta 1 voidaan havaita.

Suurin ongelma kaikkien mittausten aikana oli lämpöparin toiminta, sillä se oli vapaasti kelluvaa mallia, jossa volframi- ja rheniumlankojen yhdet päät oli kierretty toistensa ympäri ja toiset päät liimattu testikammion laipan läpivienteihin. Tällöin päiden ja yhtymäkohdan välille syntyy sähkövirta, joka voidaan mitata jännitteenä ja tulkita lämpötilaksi. Ongelman lämpöparin asettelussa muodosti lankojen asettelu kammion sisällä siten, etteivät ne kosketa toisiaan

tai kammion seinämiä missään vaiheessa. Tällaisen kosketuksen tapahtuessa saataisiin virheellisiä lämpötilan arvoja, koska seinämän ja upokkaan välillä on potentiaaliero. Lankojen asennon muuttaminen on mahdotonta rikkomatta tyhjiötä, joten tämä seikka oli mittauslaitteiston kehityksen alkuvaiheessa suuressa osassa. Seinäkosketuksen estämiseksi termoparin lankoihin laitettiin alumiinioksidirenkaita, jotka eristyksen lisäksi painollaan pitivät lankoja paikallaan. Langat pujotettiin lisäksi kaksireikäiseen alumiinioksidiputkeen, joka eristi ne toisistaan aivan lankojen solmukohtaan saakka ja lisäksi helpotti sen asettelua upokkaaseen. Tämän menettelyn haittapuolena oli se, ettei lämpötila saa ylittää 2300 K:ä alumiinioksidin sulamisen estämiseksi. Eriste kuitenkin sulii joitakin kertoja, sillä tuntemattomasta syystä termopari näytti usein liian pieniä lämpötilan arvoja. Tästä vaarasta johtuen rajoitettiin lämpötila varsinaisissa kestopesteissä 2000 K lämpötilaan.

6.1.1 Uunin rakenne

Ennen kuin höyrystysuunilla päästiin tekemään varsinaisia kokeita, se kävi lävitse joitakin kehitysvaiheita, joissa korjattiin toimimattomiksi osoittautuneita ratkaisuja. Kuvassa 21 on kuvassa 12 esitettyyn testikammioon valmiiksi asennettu uuni sekä termopari. Kuvassa on lisäksi tulppa, jonka reunat oli pyöristettävä, koska se leikkasi myös kuvassa näkyviä siivekkeitä poikki. Koska kyseisiä siivekkeitä käytetään kiristämään kalvo suoraksi, sellaisen katkeaminen asennuksen aikana aiheuttaa kalvon ruttautumisen ja oikosulkuriskin testin aikana.

Höyrystysuunin alkuperäisessä muodossa (kuva 19) käytettiin uuniosan ulko-kuoren ja sovittimen kiinnitykseen ruuveja, jotka havaittiin ensimmäisissä onnistuneissa mittauksissa huonoksi valinnaksi hitsautumisen takia. Tämä kiinnityskohta muodostikin ongelmia koko uunin kehityskaaren ajan. Ruuvikiinnityksen tilalle suunniteltiin sovitepalaan tapit ja kuoreen vastaavat lovet, joiden avulla kuori pysyi paikallaan. Kuvasta 19 on huomattavissa, että osien ja liitosten määrä kokonaisuudessaan on hyvin suuri. Tämä nosti systeemin kokonaisresistanssia ja lisäsi mahdollisten heikkojen kohtien määrää. Erityisesti osien 3 ja 5 ollessa kiinni toisissaan ruuveilla voitiin havaita korkeiden lämpötilojen vaikutukset kiinnityspinnoissa: kierteet hitsautuivat toisiinsa ja osat 3 ja 5 sekä upokas (osa 6) päädyttiin korvaamaan kuvan 20 osan 5 mukaisella pitkällä upokkaalla. Osan 17 ruuvikiinnitystä ei voitu korvata millään muulla ratkaisulla, sillä uunin pää täytyi olla keskitetty ja suora. Myöhemmin tosin

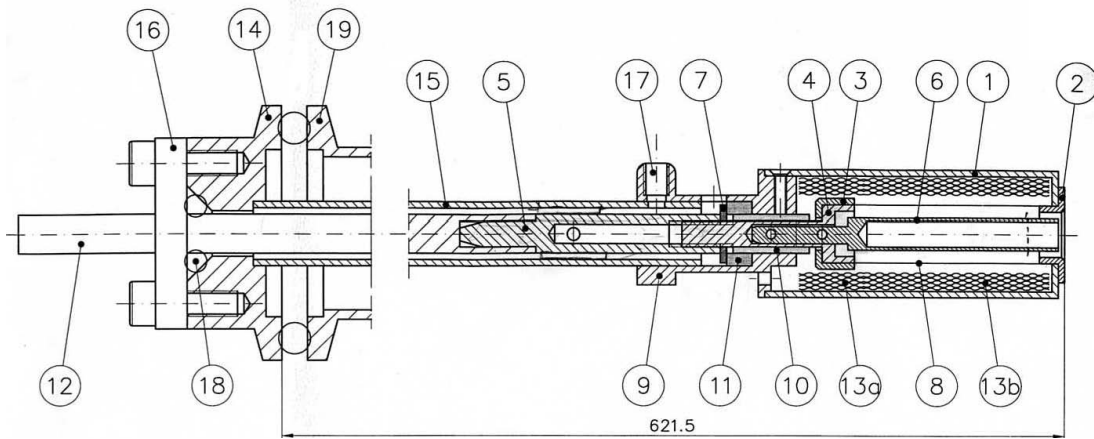
havaittiin, että kymmenien tuntien käyttö korkeissa lämpötiloissa oli saanut uunin varren (osa 16) taipumaan omasta painostaan. Taipuminen oli väistämätön seuraus siitä, että koko uuni oli kiinnitetty vain laipan 19 kohdalta muun rakenteen ollessa vapaasti testikammiossa ja ionilähteen sisällä.

Taulukko 6: *Kuvan 20 uunin osat.*

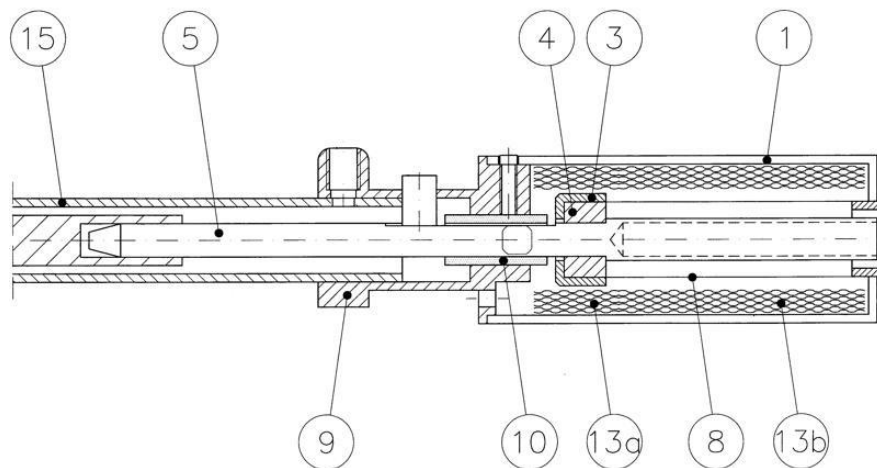
1	ulkokuori
3 ja 4	osat, joiden väliin resistiivinen kalvo (8) kiristetään
5	upokas
8	25 μ m paksuinen tantaalikalvo
9	sovitin, jolla ulkokuori (1) on kiinni rungossa (15)
10	eristeenä ja upokkaan (5) keskittäjänä toimiva alumiinioksidiputki
13ab	molybdeenikalvosta kierretty säteilysuoja
15	teräksinen ulkokuori

Mittauksissa käytettiin resistiivisen uunin toista versiota. Kuvassa 19 esillä olevaa uunia täytyi parannella ennen kuin mittauksista saatiin tuloksia. Kuvasta 20 on kokeissa käytetyn uunin ionilähteeseen menevä pää, josta on syytä eritellä upokas (osa 5) sekä resistiivinen kalvo (osa 8). Upokas on valmistettu 5 mm paksuisesta molybdeenitangosta sorvaamalla ja kalvo on 25 μ m paksuista tantaalia. Sähkövirta kulkee upokkaan kautta ohueen kalvoon ja uunin ulkokuoreen. Itse upokasta lämmittävään kalvoon kuluu noin puolet uunin käyttämästä tehosta, loppu teho menee hukkaan ulkokuoreessa (osa 15), joka on valmistettu ruostumattomasta teräksestä, jonka ominaisresistanssi on suuri (taulukko 2). Uunin kokonaisresistanssi riippuu lämpötilasta ja lämpölaajenemisen aiheuttamasta osien liikkumisesta toistensa suhteen. Kuvassa 24 voidaan nähdä alkutilanteessa identtisten kokoonpanojen selkeästi erilaisesta käyttäytymisestä mittauskohtaisesti. Mittausten tarkoituksena oli testata yksittäisen kalvon kestävyyttä, joten oli välttämätöntä, ettei tyhjiötä rikota mittauksen välillä. Tällöin uunin liikuttelu ei ollut mahdollista asennon parantamiseksi.

Upokas on kiinni kuparitangossa, jonka halkaisija on 6 mm, jolloin sen ja ulomman rungon väliin jää tyhjää sopivasti tangon ympärille laitettavia eristepaloja (eivät näy kuvassa) varten. Nämä eristepalat ovat alumiinioksidirenkään puolikkaita, jotka tukevat tankoa ja pitävät sen pois sähköisestä kontaktista teräsputken kanssa. Nämä tukipalaset lisättiin sen jälkeen, kun havaittiin kuparitangon taipuvan kuumuuden takia ja oikosulkevan uunin. Lisäsuunnittelua tarvitaan etenkin tässä kohdassa, sillä tankojen taipuminen vaikuttaa



Kuva 19: Alkuperäisen piirustuksen mukainen resistiivinen uuni.



Kuva 20: CAD-piirustus mittauksissa käytetystä uunista.



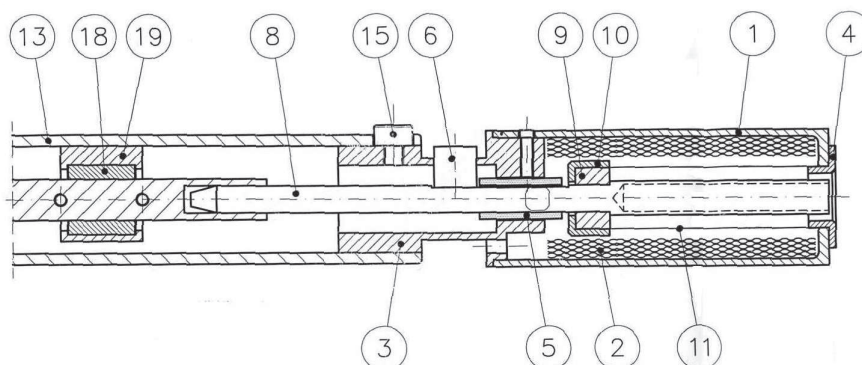
Kuva 21: Valokuva resistiivisestä uunista valmiina lämmitykseen kuvan 12 mukaisessa tilanteessa. Kuvasta voidaan nähdä oikealla termoparin langat, jotka menevät upokkaaseen sekä resistiivisen kalvon kiristyksessä käytettävät "siivekkeet".

upokkaan suuaukon sijaintiin ionilähteen sekä uunin piirustuksen keskiakselin suhteen.

Johtumalla siirtyvä lämpö vaikuttaa erityisesti uunin kupariosiin ja tiivisteisiin, sillä ne eivät kestä korkeita lämpötiloja. Tämän voi ratkaista kytkemällä vesijähdytys uunin lämpöherkkiin osiin tai lisäämällä uuniin kuristuksia tai lämpöeristeitä. Käytännössä lämpöeristeiden lisääminen tarkoittaa myös sähköeristeitä, joten ne ovat poissa laskuista. Vesijähdytys on yleensä käytännöllisempi ratkaisu, sillä se on yksinkertainen toteuttaa laboratoriossa valmiina olevien painevesiliitöntöjen ansiosta. Vesijähdytystä suunniteltiin myös kuparitangon koko pituudelle, mutta se havaittiin käytännössä soveltumattomaksi jäähdytysjärjestelmän koon takia sekä tarpeettomaksi simulaatioiden nojalla.

Mittausten pääasiallisena tavoitteena on ollut uunin suorituskyvyn tasaisuuden mittaaminen siten, että sitä voi operoida ionilähteessä ilman lämpötilamittausta. Käytännössä tämä tarkoittaa useita lämmityskertoja monilla eri kalvoilla testipenkissä lämpöparin kanssa. Lisäksi suoritettiin yksi testiajo ohennetulla $18 \mu\text{m}$ kalvolla, mutta testin tulokset olivat laihoja eikä sitä testattu enempää.

Resistiivisen uunin viimeisimmässä versiossa (kuva 22) sen teräksinen ulko-kuori on vaihdettu läpimitaltaan 19 mm teräsputkeen, joka oli kiinnitetty so-



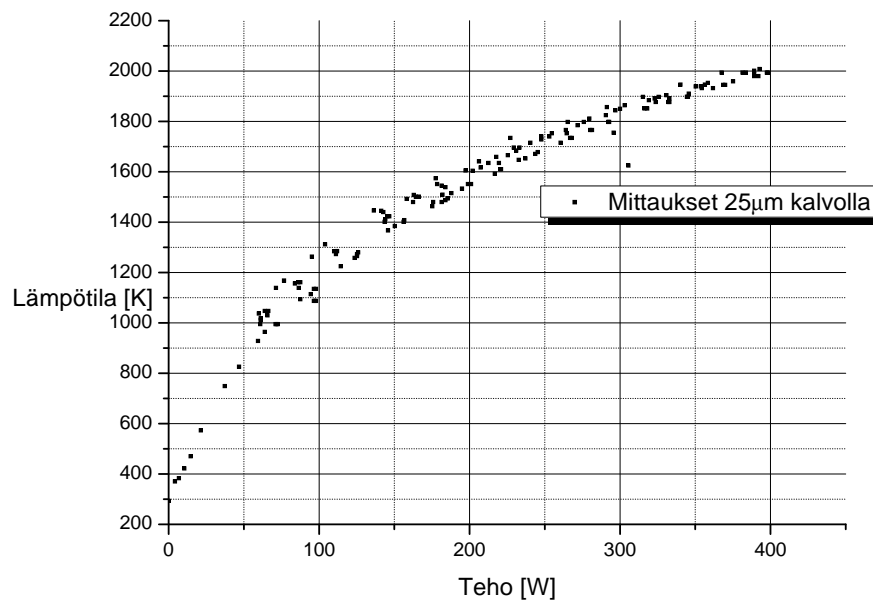
Kuva 22: Resisttiivisen uunin viimeisimmän kehitysversion piirustus.

vittimeen kolmella ruuvilla, jotka toimivat myös keskittiminä. Sähköinen kontakti oli kuitenkin tällöin liian huono ja sähkövirta sulatti kiinnitysruuvit uriinsa. Tämän johdosta kokeiltiin kiinnittää sovitin ja kuori toisiinsa kierteillä. Vastaavanlainen huono kontakti on luultavasti myös molybdeenikuoren ja sovitimen välillä mutta tätä kontaktia on vaikeampi korjata. Aiemmin myös kyseinen osa oli ruuveilla kiinni, mutta ne eivät kestäneet kuumuutta tarpeeksi hyvin. Tällä uunin viimeisimmällä versiolla ei saatu aikaan mittaustuloksia, sillä tarvittavissa lämpötiloissa uuni meni oikosulkuun. Samankaltaista käytöstä havaittiin myös uunin ensimmäisten versioiden yhteydessä, kun kuparitankoa ei vielä oltu keskitetty koko pituudeltaan. Viimeisimmässä versiossa tästä ei kuitenkaan ollut kyse, sillä tankoon oli suunnitteluvaiheessa asennettu keskitin (kuva 22, osat 18 ja 19).

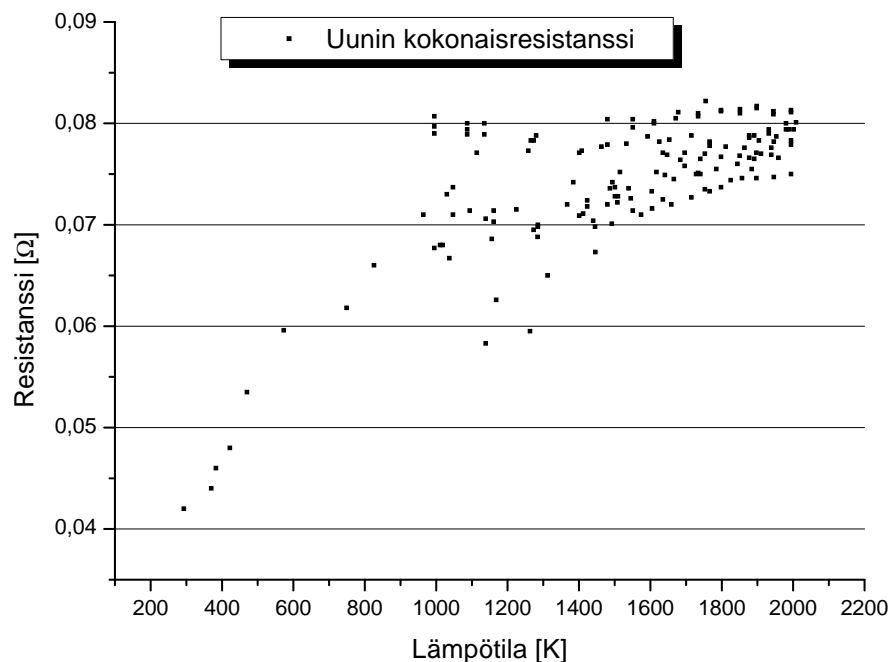
6.1.2 Kontaktiresistanssi

Uunin eri osien kiinnitysten toteutus vaikuttaa myös niiden kontaktiresistanssiin. Käytön kannalta oleellisinta on minimoida kontaktipintojen määrä, sillä kaikissa liitoksissa syntyy tehohäviöitä kontaktiresistanssin takia. Kuvasta 24 voidaan nähdä, kuinka korkeammissa lämpötiloissa lämpölaajenemisen aiheuttama osien liikehdintä toistensa suhteen voi aiheuttaa suuria muutoksia uunin kokonaisresistanssissa lämmityskertojen välillä. Tämä ilmenee mittauspisteiden suuresta vaihteluvälistä yli 1000 K lämpötiloissa. Kuvasta voidaan havaita yhtälön (47) mukainen käytös pienillä lämpötilaväleillä, mutta koko mittausvälille sitä ei voida soveltaa, sillä suorasovituksen soveliaisuus olisi kyseenalainen.

Kontaktiresistanssin vaihtelut aiheuttavat lievää epätarkkuutta uunin säädettävyydessä, mutta kuvan 23 pisteiden hajonnasta voidaan nähdä maksimaalisen hajonnan olevan ± 50 K. Tämän epätarkkuuden suuruus on noin 40 K ja se ei juurikaan vaikuta uunin käytettävyyteen, sillä ionilähdekäytön aikana lämpöparin vahingoittamista ei tarvitse varoa. Kontaktiresistanssin vaihtelut vaikuttavat eniten uunin käyttöikään, sillä osien keskinäinen liikehdintä voi vaurioittaa lämmityskalvoa.



Kuva 23: Uunin mitattu lämpötila tehon funktiona.



Kuva 24: Uunin lasketut kokonaisresistanssit lämpötilan funktiona. Pisteet on laskettu samoista mittauksista kuin kuvan 23 pisteet.

6.2 Suoritetut kokeet

Lämpötilan teho riippuvuutta resistiivisellä uunilla tutkittiin mittaamalla lämpötilaa, kun tehoa nostettiin tasaisesti noin 50 W minimiarvosta kohti 450 W. Tämä skaala vastaa lämpötila-alueetta 900-2000 K. Mittauksista syntyi lähes 300 mittauspisteen joukko, josta voidaan kohtuullisella tarkkuudella todeta uunin lämpötilan käyttäytyminen tehon funktiona silloin kun lämpötilaa ei voida suoraan mitata. Lämpötila-alueen rajoittuminen johtuu tehonlähteen kapasiteetista ja siitä, ettei uuni käyttäydy stabiilisti tämän lämpötilan yläpuolella.

Kuvassa 23 on tehon funktiona esitetty uunin lämpötila kesällä 2007 suoritettujen mittausten aikana. Testatulle uunille on ominaista lineaarinen käytös alle 50 W tehoilla, jolloin lämmönsiirto tapahtuu pääasiassa johtumalla. Tämän alueen yläpuolella uuni alkaa selvästi punertua ja käytös muuttuu epälineaariseksi.

Simulaatioiden avulla saatiin myös taulukossa 7 olevat arvot eri tehoilla saataville upokkaan keskilämpötiloille sekä lämpösäteilyn voiden¹ arvoja u-

1. Vuo¹⁹, mon. gen. voiden. Samaan sanaryhmään kuuluu esimerkiksi suo (mon. gen. soita).

Taulukko 7: Simulaatioiden tulosten perusteella lasketut ulkokuoren ja upokkaan keskilämpötilat eri tehoilla ja näistä saatavat lämpövirrat 300 K lämpötilassa olevaan ympäristöön.

P_{uuni} [W]	T_{upokas}	T_{kuori} [K]	q_{rad} [W]	q_{kond} [W]
600	1860	1325	113	12
300	1400	1120	58	8,6
200	1200	1010	38	7,3
100	940	850	19	4,8

pokkaasta 300 K ympäristöön. Vertailun vuoksi taulukkoon on laskettu myös lämmönjohtumisvuot 300 K lämpötilaan käyttäen lämpötilana upokkaan pituusakselin keskellä vallitsevaa lämpötilaa, jolloin siihen vaikuttaa myös kuoren kautta johtuva lämpö. Simulaatioiden perusteella kalvon lämmitykseen käytettävästä energiasta 25 – 20% menee ympäristöön ja hukkaenergian määrä kasvaa kun lämpötilaa nostetaan.

Säteilyn avulla siirtyvän lämpöenergian määrää arvioitiin lausekkeen (30) sekä upokkaan ja kalvon keskilämpötilan avulla. Keskilämpötiloja käytettiin, sillä kalvon lämpötilan ollessa lähes homogeeninen upokkaan suuaukon ja pohjan välillä lämpötilaeroa oli yli sata astetta, kuten kuvasta 25 voidaan havaita.

Käytetyn ohjelmiston asettamien rajoitusten vuoksi simuloinnissa käytettiin ajasta riippumatonta mallia, joten simulaation tulokset kertovat vain stabiilin tilanteen. Käytännössä systeemin lämpötilajakauman stabiloituminen riippuu lämpötilasta, jossa systeemi on lämmitystehoa lisättäessä. Testikammiolla suoritettujen mittausten aikana käytettiin varmuuden vuoksi 5 minuutin stabiloitumisaikaa, vaikka korkeissa lämpötiloissa systeemin reagointi tehon muutokseen on lähes välitön johtuen säteilemällä siirtyvän energian osuuden kasvamisesta lämpötilan myötä.

Uunia testattiin JYFL 14 GHz ECR-ionilähteellä ja K130-syklotronilla useampaan otteeseen. Tähän mennessä suihkuja on tehty kolmesta alkuaineesta: kulta, titaani ja yttrium. Taulukko 8 ja kuva 26 kertovat ionisuihkujen mittaustuloksista.

Ensimmäisen kerran uunia testattiin ionilähteessä titaanilla. Kokeen aikana lämmitettiin uuni noin 1700 K lämpötilaa vastaavalla virralla. Tämä lämpötila on huomattavasti pienempi kuin titaanin sulamispiste, sillä yleensä materiaalia alkaa höyrystyä jo ennen sulamista. Ensimmäinen titaanikoe ei tuot-

Taulukko 8: Ionilähteellä tehdyt ionisuihkut, tarvittut tehot ja materiaalinkulutus sekä suihkujen intensiteettejä. Yttriumin kulutus puuttuu upokkaan tuhoutumisen vuoksi.

Alkuaine	Varausaste	Lämpötila	Uunin teho	Kulutus	Intensiteetti
Au	22+	1173 K	90 W	3,7 mg/h	1 μ A
Ti	10+	2000 K	350 W	1,9 mg/h	4,2 μ A
Y	21+	1523 K	160 W		2,6 μ A

tanut tuloksia, sillä kokeen jälkeen havaittiin, ettei titaania ollut höyrystynyt lainkaan. Kehitystyön jälkeen titaani-ionisuihkua testattiin uudestaan ja päädyttiin kehittämään suihkua Ti^{10+} -ionista, sillä sen kohdalla ei ollut epäpuhtausioneja. Intensiteetiksi suihkulle saatiin 4,2 μ A. Tämä onnistunut titaani-ionisuihkutesti oli viimeinen ionilähteellä tehty koe, jossa käytettiin toisen kehitysversioin mukaista uunia.

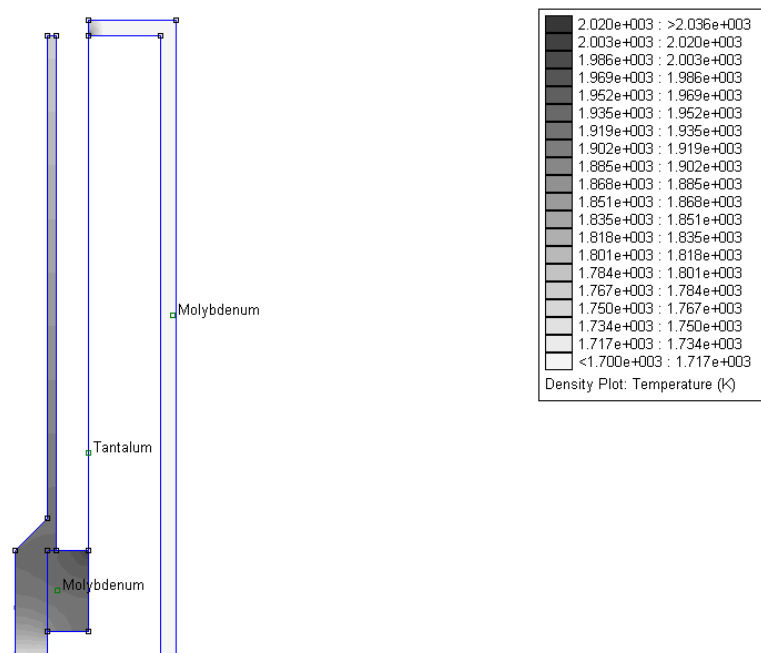
Ionilähteessä on aina pieniä määriä ilmakehään kuuluvia kaasuja sekä jäänteitä edellisen ajon kaasuista ja tämä häiritsee etenkin uusien suihkujen tutkimista. Nämä ongelmat kuitenkin ratkeavat yleensä helposti, jos suihkua voidaan testata syklotronilla, koska sillä voidaan erotella ja tunnistaa eri ionit hyvin tarkasti.

Yttrium-suihku syntyi helposti, sillä sen höyrynpaine riitti suihkun muodostamiseen jo 1523 K lämpötilassa, vaikka sen sulamispiste on noin 1800 K. Yttrium-suihkua tehtäessä on kiinnitettävä huomiota seoskaasuun, sillä yttrium reagoi jo muutamien satojen kelvinien lämpötilassa rajusti hapen kanssa. Reaktio aiheuttaa ongelmia myös huoneenlämmössä ja valolle altistettaessa voidaan huomata kappaleen hieman lämpenevän itsestään. Typen kanssa metalli ei reagoi, joten se on turvallinen puskurikaasu. Lisäksi mittauksen jälkeen todettiin ajon aikana tapahtunut palamisreaktio, jossa upokas oli sulanut lähes poikki. Kuvassa 28 on reaktiosta kärsinyt molybdeenistä valmistettu upokas. Uunin säteilysuojus (taulukko 6, osa 13) pinnoitettiin yttriumilla ja oli vaihdettava. Ensimmäisen yttrium-ajon varsinainen suihku oli Y^{21+} ja sen intensiteetiksi mitattiin 3,15 μ A. Yttriumin alhaisempi varausaste 20+ sijoittuu $^{40}\text{Ar}^{9+}$ -ionin kanssa lähekkäin ja 19+ N^{3+} :n kanssa. Ajon yhteydessä mitattu spektri on kuvassa 27 ja siihen on merkitty yttriumin varausasteiden piikkejä, sekä joitakin tunnistettavia yleisiä piikkejä. Kuvassa maksimi-intensiteetti on 15 μ A.

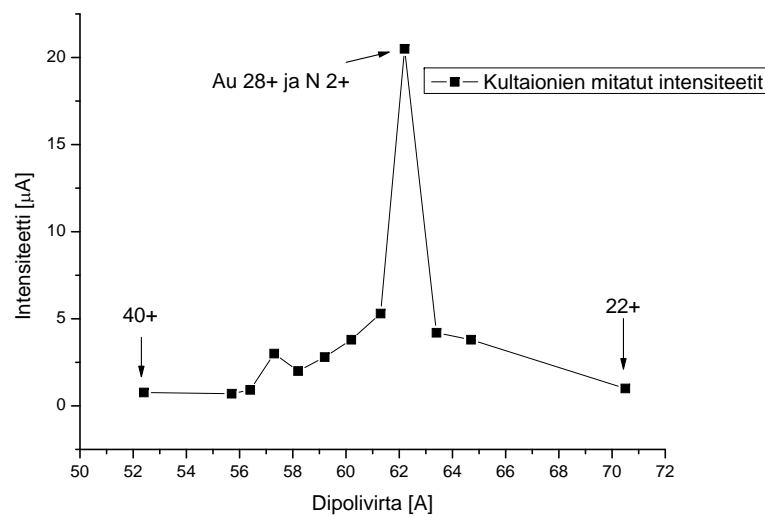
Kultaionisuihkun aikaansaaminen ja havaitseminen oli testatuista ionisuih-

kuista helpointa, sillä kullalla on vain yksi isotooppi ja sen sulamispiste on matala. Lisäksi suurin osa sen ionien varausasteista sijaitsee erillään epäpuh-
tauksista, kuten voidaan kuvasta 26 nähdä. Näiden tekijöiden vuoksi kullasta
saatiinkin tunnistettua taulukon 8 mukaisesti melkoinen joukko eri varausas-
teita. Ongelmalliseksi suihkun kannalta muodostui suuri materiaalinkulutus.
Kultaa kului lähes 4 mg/h, kun ajojen kannalta hyväksyttävä määrä olisi kor-
keintaan puolet siitä. Kulutusta on tärkeää rajoittaa kaikkien materiaalien koh-
dalla, sillä materiaalin lisäämisen ajaksi koe on keskeytettävä ja käytetyn uu-
nin tapauksessa riskinä on aina resistiivisen kalvon rikkoutuminen sen kulues-
sa kuumennuksen takia. Ajon jälkeen havaittiin laajamittaista päällystymistä
kullalla koko uunin sisäosissa, josta voidaan päätellä upokkaan suuaukon ole-
van liikaa uunin sisällä. Tämän vuoksi höyrystynyttä materiaalia kulkeutuu
uunin kylmempään sisäosiin ja ionilähteen seinille plasman sijaan.

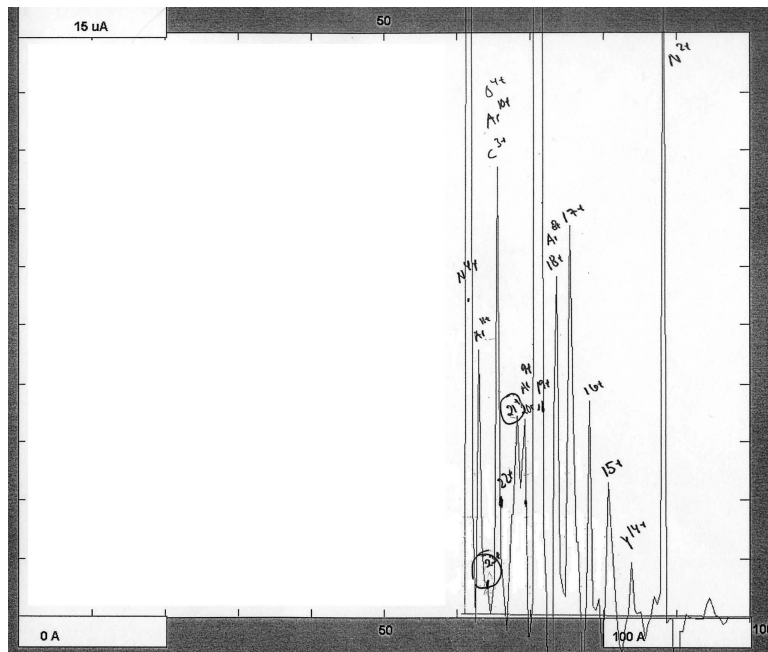
Ionisuihkutestien lisäksi uuni oli lähes jatkuvasti kiinni testikammiossa, jos-
sa lämpötilan käyttäytymistä tarkkailtiin sähkötehon ja ajan funktiona. Teho-
lämpötila-käyrien tarkoituksena on saada esille uunin tyypillinen käytös te-
hon funktiona, sillä lämpötilaa ei voi mitata uunin ollessa ionilähteen sisällä.



Kuva 25: Lämpötilajakauman simulaatiokuvan suurennos upokkaan kohdalta.



Kuva 26: Kultaionien paikat 14 GHz ECR-ionilähteen spektrissä kun kiihdytysjännitteenä käytettiin 5 kV. Kuvaan on merkitty korkein havaittu varausaste 40+, ilmakehän typen karakteristisen piikin kanssa samaan osuva piikki, sekä suihkuna käytetty varausaste 22+.



Kuva 27: Ionilähteellä yttrium-ajon yhteydessä mitattu spektri, johon on analysoitu tunnistettavien ionien piikkejä yttriumin varausasteiden lisäksi.



Kuva 28: Molybdeenistä valmistetut upokkaat tuhoutuivat yttrium-ajojen aikana.

7 Johtopäätökset

Metalli-ionien tuotantoa korkean lämpötilan uuneilla kehitettäessä on otettava erityisen tarkasti huomioon ionisoitavan aineen reaktiivisuus upokkaan ja mahdollisesti uunin muiden osien materiaalin kanssa. Useimmat metallit reagoivat yli 1700 K lämpötiloissa lähes kaiken kanssa. Keraamien käyttö on eräs ratkaisu, jos materiaalin eristyskyvyn ei tarvitse säilyä korkeissa lämpötiloissa. Myös seoskaasun valinnassa kannattaa kiinnittää huomiota aineen reaktiivisuuteen. Esimerkiksi yttriumin kanssa ei sovi käyttää happea seoskaasuna, sillä se reagoi voimakkaasti jo 900 K lämpötilassa ja hapettuu huoneenlämpötilassa valon vaikutuksesta.

Resistiivisen kalvon materiaalina tantaali on oivallinen, sillä se ei käytettävissä lämpötiloissa testiajanjaksojen aikana näkyvästi kulu tai haurastu. Nykyisen rakenteen huonona puolena voidaan pitää sitä, ettei samaa lämmityskalvoa voida käyttää kuin yhden ionisuihkun tuottamiseen, sillä se on kiinni upokkaassa ja menee helposti pilalle liikuteltaessa. Vaihdetavan upokkaan kehittäminen on keskeinen kehityssuunta laitteen rungon lisäksi. Myös itse kalvon kiinnitys saattaa aiheuttaa ongelmia, sillä sen löystymisestä voi seurata kalvon ruttautuminen, jolloin se saattaa päästä koskettamaan säteilysuojia ja oikosulkea systeemin, jonka seurauksena uuni ei lämpene.

Uunin kokoonpanosta on mainittava molybdeenistä tehtyjen osien haurastuminen kuumennettaessa. Tämä johtaa helposti erilaisiin murtumiin käytettäessä tiukkoja liitoksia tai ruuvi kiinnityksiä. Myös erilaiset saostumat uunin sisällä liitoskohdissa voivat jumiuttaa tai jopa hitsata osia kiinni toisiinsa, jolloin ne hajoavat irrotettaessa herkästi. Haurastuminen havaittiin jo ensimmäisessä mittauksessa, sillä upokas oli alunperin irrotettava, ja siinä oli noin 2 mm paksu jalka, joka ei kestänyt irrottamista vaan katkesi menetettyään kovuutensa molybdeenin kiderakenteen muuttuessa.

Uunin lämmityksessä havaittiin myös selkeä suhde käyttöpaineen ja lämpötilan välillä. Lämpötilan noustessa uunin pinnoilta luonnollisesti haihtuu helposti höyrystyvää materiaa, mikä nostaa painetta hetkellisesti. Tyypillinen käyttöpaine testikammiossa oli $> 10^{-6}$ mbar, josta paine nousi lämmitysnopeudesta riippuen jopa 10^{-4} mbar saakka. Käytännössä tyhjiöolosuhteet olivat kuitenkin koko ajan hyvät, sillä lämpötilan stabiloitumiseen kuluva aika oli matalilla lämpötiloilla noin 5 minuuttia, korkeilla lämpötiloilla paljon vähemmän. Tästä johtuen arvio kullakin teholla mitatuista lämpötiloista on kohtuullisen tark-

ka ja lisämittauksilla saadaan vieläkin tarkempi taulukko. Ionilähteessä uunin lämpötilaa ei pystytä mittaamaan, joten tarkan teho-lämpötilakäyrästäön tekeminen on ensiarvoista. Myös virta-lämpötilakäyrää saatetaan tarvita, sillä ionilähteen yhteydessä kokoonpanon resistanssi on vieläkin pienempi, koska sähkövirta kulkee koko ionilähteen läpi. Uunin jäähtymiseksi todettiin ionilähteessä ja testipenkissä riittävän pelkän kuparitangon jäähtyttämisen vedellä sen ulkopuolelta.

Uunin kehittämisen jatkuessa uusia testituloksia saadaan ja itse laitteen lopullista muotoakin pohditaan. Myös vaihtoehtoisia ratkaisuja etenkin kalvon kiinnityksen suhteen on kehitettävä luotettavuuden parantamiseksi. Myös sähköjohtavuutta kontakteissa olisi parannettava, sillä ne kuumenevat herkästi, jos virta joutuu kulkemaan vain pienen kontaktipinnan kautta. Lisäksi upokkaan kiinnitystä on syytä pohtia, sillä muissa laboratorioissa [17] on käytetty kiinniruuvattavia upokkaita, mutta nämä ratkaisut ovat kalliimpia, sillä ne vaativat enemmän työstettäviä osia kalliimmista raaka-aineista kuten molybdeenista. Lisäksi nämä ratkaisut ovat keskittyneet hehkulangan avulla kuume-neviin uuneihin, joten ne eivät sellaisenaan sovi kalvouuniin sovellettavaksi. Upokkaan sijaintia uunin pituusakselin suunnassa ja sen suuaukon kokoa on myös syytä pohtia, sillä nämä seikat vaikuttavat poistuvan höyryn kulkeutumiseen ionilähteen sisällä.

Viitteet

- [1] Konstantin Arutyunov. Private communications on measuring techniques, 2006.
- [2] I. Draganic, A. Dobrosavljevic, T. Nedeljkovic, and M. Šiljegovic. Production of multiply charged ion beams from solid substances with the mvinis ion source. *Rev. Sci. Instr.*, 77, 2006.
- [3] M. Kidera et al. Production of intense 58fe, 64ni beam using the mivoc method and new analyzing system of riken 18 ghz electron cyclotron resonance ion source. *Rev. Sci. Instr.*, 75(5):1473–1475, May 2004.
- [4] S. Gammino et al. Production of low energy, high intensity metal ion beams by means of a laser ion source. *Rev. Sci. Instr.*, 73(2):650–653, February 2002.
- [5] I.S. Grant and W.R. Phillips. *Electromagnetism*. John Wiley and sons, John Woley and sons, Battins lane, Chichester West sussex, P00191 UD, England, second edition, 2004.
- [6] <http://www.angstromsciences.com/reference-guides/sputtering-yields/index.html>, November 2006.
- [7] Frank P. Incropera and David P. Witt. *Fundamentals of heat and mass transfer*. John Wiley and sons, fifth edition, 2003.
- [8] Electronic Space Products International. Espi - high purity metals. <http://www.espimetals.com/technicaldata.htm>, May 2005.
- [9] Ralph j. Smith. *Electronics circuits and devices*. John Wiley and sons, third edition, 1987.
- [10] John David Jackson. *Classical electrodynamics*. John Wiley and sons, 3rd edition, 1998.
- [11] Charles Kittel. *Introduction to solid state physics*. John Wiley and sons Inc., 8 edition, 2005.
- [12] H. Koivisto, J. Arje, and M. Nurmia. Metal ions drom the volatile compound method for the production of metal ion beams. *Rev. Sci. Instr.*, 69(2):785–787, February 1998.
- [13] Hannu Koivisto. Private communications, 2006.
- [14] Eveliina Lammentausta. Metallionisuihkujen tuottaminen ecrionilähteellä sputterointimenetelmän avulla. Master's thesis, Jyväskylän yliopisto, 2004.
- [15] Lasse Laurila. *Modern power supplies for induction heating*. PhD thesis, Lappeenranta University of Technology, 2000.

- [16] David Meeker. Finite element magnetics method and related programs. <http://femm.foster-miller.net/>, September 2006.
- [17] K. J. Ross and B. Sonntag. High temperature metal atom beam sources. *Rev. Sci. Instr.*, 66(9):4409–4433, September 1995.
- [18] Pekka Suominen. *Modified multipole structure for electron cyclotron resonance ion sources*. PhD thesis, University of Jyväskylä, 2006.
- [19] Pekka Suominen. Private communications, 2006.
- [20] Hugh D. Young and Roger A. Freedman. *University physics with modern physics*. Addison-Wesley publishing company, tenth edition, 2000.