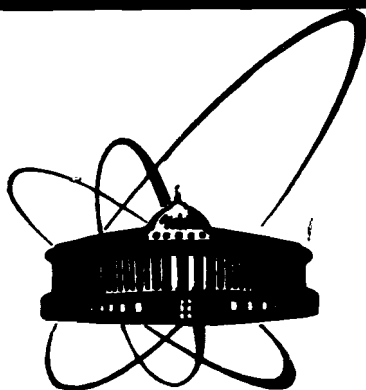


89-710



**СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

B 358

P9-89-710

М. Н. Вертеш

**ВИДЫ ЗАГРЯЗНЕНИЙ,
ИХ РАСПОЛОЖЕНИЕ НА ПОВЕРХНОСТИ
И ТЕХНОЛОГИЯ ОЧИСТКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
И СТЕКЛЯННЫХ ДЕТАЛЕЙ
ДЛЯ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА**

1989

Виды загрязнений и их размещение на поверхности вакуумных деталей

Поверхность вакуумных деталей считается чистой, когда на ней находится минимальное количество загрязнений.

Для разработки оптимального процесса очистки нужно знать типы существующих загрязнений. Всякая классификация их является в определённой степени условной.

Пожалуй, самым целесообразным является классификация на основании химических свойств загрязнений, что и определяет выбор способов их обнаружения и удаления [1,2]. Рассмотрим виды загрязнений поверхностей вакуумных деталей.

1. Физические или механические загрязнения: волокна, ворсинки, абразивные частицы, металлическая пыль и мелкая стружка, керамическая, стеклянная и прочая пыль, копоть и другие посторонние частицы, физически либо химически не связанные с поверхностью вакуумной детали. Источники их - окружающая среда и люди.

2. Органические загрязнения, нерастворимые в воде. Это - углеводороды: смазки, масла, эмульсии для охлаждения режущих инструментов, смолы, жирные кислоты и стеролы.

Попадают они на поверхность при обработке деталей на станках, из загрязнённого воздуха.

Смолы - из табачного и печного дымов; жирные кислоты - олеиновая, стеариновая, пальмитиновая - из масел и смазок.

Стеролы - с рук, из мыла и мыльных эмульсий.

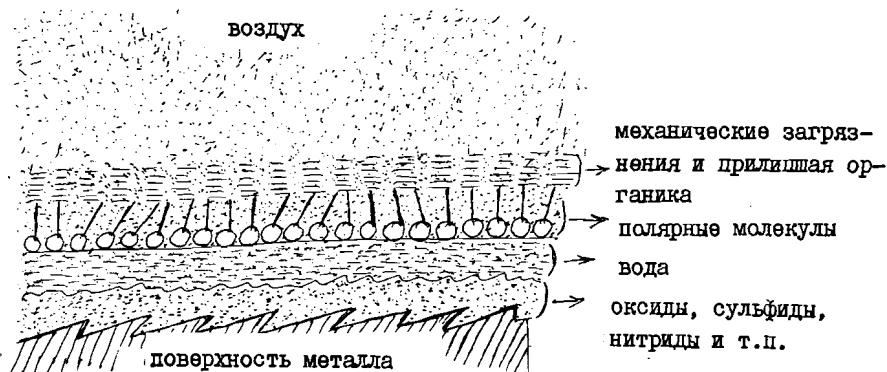
Они образуют либо грубые загрязнения в виде сравнительно толстого слоя загрязнений, либо тонкие плёнки-монослои.

3. Растворимые в воде (ионные) загрязнения - это электролиты - минеральные соли ($NaCl$ и др.), остатки кислот и щелочей. Неэлектролиты - различные органические соединения.

4. Нерастворимые химические вещества, химически связанные с поверхностью деталей. Это окисные, сульфидные, силикатные, нитридные, боридные и др. фазовые плёнки, образовавшиеся на поверхности деталей при механической, химической и термической обработке. Как правило, они прочно соединены с поверхностью деталей. Являются одним из основных источников газовыделения в вакууме.

5. Газообразные загрязнения. Это газы - адсорбированные, абсорбированные поверхностью и выделяющиеся в вакуумной системе во время её работы. Прогрев в вакууме способствует их удалению. На вакуумных деталях обычно вместе присутствуют различные виды загрязнений [1,2].

[3] Рассмотрим схему расположения вышеуказанных типов загрязнений на поверхности деталей:



Вредное действие органических загрязнений и некоторых видов механических загрязнений состоит в том, что они, особенно жирные кислоты и стеролы, под действием высокоинтенсивного корпускулярного и электромагнитного излучений, экстремальных радиационных и температурных условий, под действием ускоренных частиц и электронов, выпадающих из цикла ускорения и бомбардирующих стенки вакуумных систем физических установок, разлагаются с выделением молекул CO_2 , CO , H_2O , O_2 , CH_4 , C , H_2 , C_2H_2 , C_2H_4 и др., с образованием лаковых плёнок, твёрдого графита. Эти молекулы ухудшают вакуум, а между углеродом и водородом при определённых условиях могут образовываться за счёт химических реакций углерод-водород летучие углеводороды C_mH_n . Лаковые же плёнки и углерод, в виде графита, осаждаясь, изменяют состояние электрических контактов и межэлектродных сопротивлений и служат дальнейшими источниками загрязняющих газов [4,1].

Механические загрязнения — частицы пыли, ворсинки и др. под действием вышеуказанных факторов, действующих в физических установках, в резко восстановительной среде вакуума распадаются на газообразные и твёрдые составляющие. Первые загрязняют вакуум, а твёрдые, осаждаясь, способствуют возникновению неконтролируемого электрического пробоя.

Неорганические загрязнения и связанные с поверхностью оксиды, сульфиды, сульфаты и др., разлагаясь в вакууме, выделяют, соответственно, O_2 , S' и т.д., солевые загрязнения — NaCl (из пота рук) — Cl' , которые пагубно влияют на оксидный катод, отравляя его, что очень ощущалось в начале работы ускорителя ЛИУ-30, когда там в пушке работал оксидный катод.

Что касается вопроса о допустимом количестве загрязнений на поверхности вакуумных деталей, то известно, что для целей производства изделий электроники количество органических загрязнений не должно превышать $1 \cdot 10^{-8}$ г/см², что соответствует покрытию 10% поверхности деталей мономолекулярным слоем стеариновой кислоты (принятое стандартное загрязнение); количество поверхностных слоёв загрязнений не должно превышать $1 \cdot 10^{-9}$ г/см² [1], т.е. требования к солевым загрязнениям на порядок жёстче.

Данные по допустимым количествам загрязнений для физических установок автором не были найдены в литературе, но нужно сказать, что они должны быть строго дифференцированными, и наиболее жёсткие требования должны предъявляться к чистоте "первой" стенки термоядерных реакторов (ТЯР), — тороидальной оболочке, где формируется плазменный шнур, и $P_{\text{раб.}} < 1 \cdot 10^{-9}$ torr ($\sim 1,33 \cdot 10^{-7}$ Pa), и к вакуумным каналам для встречных пучков ускорительно-накопительных комплексов, где исходя из критерия рассеяния частиц $P_{\text{раб.}} < 1 \cdot 10^{-9}$ torr ($\sim 1,33 \cdot 10^{-7}$ Pa).

Наименее жёсткие — к новой тенденции современного ускорителестроения, к сильноточным линейным ускорителям протонов (дейтронов) или электронов с необходимым рабочим давлением в ускорительном тракте $\sim 1 \cdot 10^{-4}$ Pa ($5 \sim 7,5 \cdot 10^{-7}$ torr) [4].

Очень серьёзные требования нужно предъявлять к конструкционным материалам деталей вакуумного тракта, чтобы они были максимально свободны от нежелательных примесей [4].

Так, в очень ответственных экспериментах нужно иметь в виду (см. материалы семинара в Будапеште, 1981 года) [3], что в системах, сделанных из нержавеющей стали, при очистке стенок тлеющим разрядом и долгим прогреванием испаряется Cr и осаждается на поверхностях, не охваченных разрядом или непрогрываемых. Также и латунь можно применять только в системах низкого вакуума и непрогрываемых, из-за лёгкой летучести и испаряемости содержащегося в ней Zn .

Разобравшись с вопросом о видах загрязнений вакуумных деталей и их расположении на поверхности, перейдём к вопросу о выборе оптимальной технологии очистки и обработки металлических вакуумных деталей для сверхвысокого вакуума, априори полагая, что конструкционные материалы их были выбраны грамотно исходя из конечного назначения физической установки и режимов её работы.

Кроме вышеуказанного требования "свободы" от примесей, детали вакуумного тракта должны иметь "гладкую" поверхность; сохранять требуемую герметичность; допускать эффективную очистку поверхности от адсорбированных паров и газов [4].

Перечислим основные требования к разрабатываемой технологии:

1. Та технология считается хорошей, у которой на конечной операции очистки происходит практически полное удаление всех возможных загрязнений – это предел, к которому нужно стремиться.

2. Технологические операции должны состоять из ряда последовательных операций, из которых каждая должна быть предназначена для удаления одного или нескольких видов загрязнений.

3. Для химической очистки нужно применять вещества, продукты взаимодействия которых с поверхностью деталей легко удаляются следующей обработкой.

Удаление адсорбированных монослоев солевых загрязнений целесообразно производить вымыванием их водой. Последние промывки производить чистой деионизованной (дистиллированной) водой.

4. Производить регулярный контроль состояния поверхности и очищающих технологических сред.

5. После выполнения операций очистки разработать меры по предотвращению загрязнения очищенных деталей при последующих транспортировке и хранении (заранее заготовить и применять чистые крышки и др.) [1].

Итак, для сборки сверхвысоковакуумной системы нужно использовать тщательно очищенные по оптимально разработанной технологии детали, хорошо защищенные от возможных загрязнений во время последующих транспортировок, хранения и монтажа.

Одним из основных принципов сверхвысоковакуумной технологии является проведение механической очистки перед любой очисткой в жидкости [3].

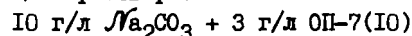
Рассмотрим разработанные на сегодняшний день технологические операции подготовки металлических деталей для сверхвысокого вакуума:

I операция:

Тщательная механическая обработка внутренних поверхностей вакуумных деталей с последующей подшлифовкой абразивной бумагой марок 280, 320, 360, 400, 500 [6]. При этом происходит удаление толстых оксидных, сульфидных и т.п. слоёв со всеми вышележащими над ними слоями.

II операция:

Очистка вакуумных деталей в щелочном растворе НПАВ (детергента – синтетического поверхностно-активного моющего вещества) в ультразвуковой ванне. Состав моющего раствора:



в дистиллированной воде с $t_{\text{раб.}} = 60+70^\circ\text{C}$. Оптимальная температура раствора, его перемешивание и особенно – воздействие ультразвуковых колебаний – интенсифицируют процесс, имеющие место при очистке в щелочных растворах:

- увеличивают скорость диффузии очищающего раствора к поверхности металла;
- хорошо смачивают её;
- диспергируя и эмульгируя загрязнения, удаляют их с поверхности деталей;
- легко смываются (удаляются) водой, не вызывая коррозии очищаемого металла и ванны [1].

Затем производится тщательное смывание остатков НПАВ и щелочного раствора (лучше в проточной дистиллированной воде).

Сушка под инфракрасной лампой либо в потоке горячего воздуха (феном).

Обработка деталей по этим двум операциям приводит к снижению газотделения с поверхности почти на целый порядок [3].

III операция:

Проведение химического либо электролитического полирования. При проведении процесса полирования происходит удаление вновь образовавшихся оксидных, нитридных и т.п. плёнок, выравнивание поверхности (удаление неровностей размером от 1-15 мкм) и гляцевание (устранение мелких шероховатостей менее 1 мкм). При этом остаётся неизменной кристаллическая структура поверхности металла, улучшается её коррозионная стойкость, увеличивается магнитная проницаемость. На полированной поверхности адсорбция различных газов и загрязнений затруднена, а их удаление облегчено.

Сочетание механического и химического способов полировки даёт особо гладкие поверхности, чистота обработки детали увеличивается на 2-3 класса. Величина же газотделения уменьшается на целых 2 порядка [1,3]. Из 2 способов полирования широкое применение в последнее время находит химическое полирование, которое, в отличие от электролитического:

- 1) не требует источника постоянного тока и контактирующих устройств;
 - 2) позволяет полировать детали сложной формы и любых размеров (были бы только соответствующие ванны);
 - 3) имеет высокую производительность процесса.
- Механизмы полирования обоих видов мало отличаются друг от друга.

Недостатки химического полирования:

1. Относительно небольшой срок службы электролитов.
2. Трудность их корректировки.

3. Значительное выделение газов (NO_2 , NO и др.), требующее применения вытяжки.

Рецепты химического полирования

Нержавеющая сталь

Удаляется I+3 мкм
 $T = 80^\circ + 90^\circ\text{C}$; $\tau = 1 + 2$ мин.
 H_3PO_4 ($d = 1,7$) - 50 мл.
 H_2SO_4 ($d = 1,84$) - 50 мл.
 HNO_3 ($d = 1,4$) - 20 мл.
 HCl ($d = 1,19$) - 50 мл.
 H_2O - 720 мл.
 Фурфурол - 10 мл.

Медь (МБ, МВ)

Удаляется 7+10 мкм
 $T = 18^\circ + 25^\circ\text{C}$; $\tau = 3 + 5$ мин.
 H_3PO_4 ($d = 1,7$) - 550 мл.
 HNO_3 ($d = 1,4$) - 200 мл.
 CH_3COOH ($d = 1,065$) - 250 мл.
 уксусная кислота
 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ - 0,2 + 0,3 г/л
 тиомочевина

Титан

HNO_3 ($d = 1,4$) - 400 мл.
 H_2SO_4 ($d = 1,84$) - 400 мл.
 HF ($d = 1,15$) - 200 мл.
 $T = 60^\circ + 63^\circ\text{C}$
 $\tau = 1 + 2$ мин.

Затем, после химического полирования, производится тщательное смывание остатков полирующей смеси, первое смывание возможно обычной водой, последующее - дистиллированной либо деионизованной. Затем - сушка под инфракрасной либо феном.

IV операция - желательная - монтаж очищаемой детали на технологическую вакуумную систему, проведение её термического обезгаживания в вакууме или в атмосфере инертного газа при T до 1000 К, с одновременным контролем состояния сварных швов имеющимися способами.

Затем из металлических деталей, обработанных по вышеуказанной схеме, собирается запланированная физическая установка, где и производится окончательное удаление паров воды, других парогазовых компонентов, сорбирующихся на стенках в процессе монтажа, а также удаление O_2 и C , присутствующих в виде различных соединений на стенках.

Эти виды обработки:

- термическое обезгаживание до $T = 400 + 800$ К и $\tau = 20 + 10$ час.;
- чистка стенки одним из типов разрядов в газах ^[4];
- бомбардировка стенок потоком электронов с большой энергией без её расплавления ^[3].

Типы применяемых разрядов - тейлоровский разряд в H_2 , с низ-

кой электронной температурой; тлеющий разряд в инертных газах; В.Ч. - разряд в водородной плазме.

Разряд в водороде имеет высокую активность плазмы и малое распыление стенки, давление H_2 в этом разряде $\sim 5 \cdot 10^{-2}$ Па.

Так как инертные газы, особенно тяжёлые из них, вызывают интенсивную ионную эрозию и при этом внедряются в подвергнутый эрозии поверхностный слой, то для их ремиссии нужен затем прогрев камеры. Давление газа в разряде $P_{\text{раз}} \text{ Па} = 7,5 \cdot 10^{-3}$ Тор.

Режим разряда, его длительность подбираются опытным путём для каждой установки ^[4].

Фирма *Varian* (США) по сравнению с предложенным выше вариантом обработки деталей для сверхвысокого вакуума использует после механической обработки поверхности её "пескоструение" стеклянными шариками с размерами от 10+100 мкм; так сбиваются все загрязнения и освобождаются капилляры. Эта операция повторяется затем после сварки и других процессов, создающих загрязнения ^[3].

Обработка стеклянных деталей для высокого вакуума

Как указывает многие авторы, в том числе и Черяпкин ^[7], пары воды, в основном, в составе выделяемых газов при обезгаживании, вместе с другими газами растворены в тонком приповерхностном слое стекла и, как показала практика, удалить их можно только вместе с этим слоем, что и достигается промывкой (но не травлением) очищаемых стеклянных деталей в 1% растворе плавиковой кислоты (HF). Такая промывка ^[7] уменьшает количество выделяющихся газов в ~ 8 раз. Промывка стекла другими жидкостями - хромовой смесью, растворами кислот (HCl , H_2SO_4) либо щелочей не уменьшает количества выделившихся газов.

Отсюда и следует рекомендуемая технология обработки стеклянных деталей для высокого вакуума с целью максимально возможного уменьшения величины их газовыделения.

I операция:

С целью удаления поверхностных механических загрязнений - обработка стеклянной детали в ультразвуковой ванне, в 0,5% растворе НПВВ-ОП-7, ОП-10 (в растворе неионногенного поверхностно-активного вещества) в дистиллированной либо в деионизованной воде.

II операция:

С целью удаления остатков НПВВ - промывка в проточной воде с последующей промывкой в деионизованной воде.

III операция:

Тщательная промывка в 1% растворе плавиковой кислоты (HF) с последующей тщательной отмывкой её в деионизованной или в дистиллированной воде.

IV операция - сушка:

Сушка в потоке чистого сухого воздуха либо сухого азота.

V операция:

Прокалка в атмосфере (в чистом воздухе) при $T = 500^{\circ} + 550^{\circ}\text{C}$ или в вакууме, при этом удаляются газы H_2O , CO_2 при $T < 300^{\circ}\text{C}$, а при более высоких температурах - в основном пары воды.

Очищенные по вышеприведенной схеме стеклянные детали с целью исключения возможности их повторного загрязнения лучше хранить в эксикаторах, сушка воздуха в которых должна производиться гранулами активированной окиси алюминия.

Так как хранение очищенных деталей в открытой атмосфере приводит к проникновению влаги и газов в тонкий плотный приповерхностный слой, то последующее удаление этих газов и влаги становится возможным лишь прокалкой при $T = 300^{\circ} + 400^{\circ}\text{C}$ в течение 2 + 3 час. [7].

Литература

1. Б.Д.Луфт, А.Л.Шустина. Очистка деталей электронных приборов. "Энергия", 1968.
2. Ф.Розбери. Справочник по вакуумной технике и технологии. "Энергия", 1972.
3. Материалы семинара "Вопросы очистки в вакуумной технологии". Будапешт, 1981 г. Издание Венгерского физического общества.
4. А.А.Глазков, Г.Л.Саксаганский. Вакуум электрофизических установок и комплексов. Москва, "Энергоиздат", 1985.
5. Дж.Уэстон "Техника сверхвысокого вакуума". "Мир", 1988.
6. В.К.Антропов, А.В.Мажулин, У.Хардер, К.Эдельманн. Исследование вакуумных свойств Ti- сплава ВТ-20. ОИЯИ, 9-88-676, Дубна, 1988.
7. Н.В.Черяпкин. Вакуумные свойства материалов электронных приборов. "Советское радио", Москва, 1966.

Рукопись поступила в издательский отдел
10 октября 1989 года.

Вертеш М.Н.

P9-89-710

Виды загрязнений, их расположение на поверхности и технология очистки металлических и стеклянных деталей для сверхвысокого вакуума

На основе опыта передовых советских организаций и мировых вакуумных фирм рассматриваются существующие виды загрязнений вакуумных деталей, приводится их условная классификация, даются источники их возникновения, описывается отрицательный механизм воздействия на вакуум и приводится схема расположения на поверхности вакуумных деталей. Перечислены также требования к приемлемой технологии обработки вакуумных деталей. Приводятся оптимальные варианты технологии очистки металлических и стеклянных деталей для сверхвысокого вакуума.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1989

Перевод автора

Vertes M.N.

P9-89-710

Types of Contaminations, Their Dispositions on Surface and Technology of Cleaning Metal and Glass Parts for Ultrahigh Vacuum

On the base of experiences of prominent soviet organizations and other world-wide known vacuum firms a review of existing surface contaminations of vacuum parts is given. The surface contaminations are classified; their source and their negative effect to vacuum are discussed. The disposition of contaminations on the surface of vacuum parts is also mentioned. The requirements to a "good" technology of the cleaning process are listed. Optimal variants of cleaning technology of metal and glass surfaces for ultrahigh vacuum are given.

The investigation has been performed at the Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1989