

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

96-20

P9-96-20 +

М.Н.Вергеш-Туняк

ОЧИСТКА ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЕТАЛЕЙ
ВАКУУМНОГО ТРАКТА ДЛЯ СВЕРХВЫСОКОГО
ВАКУУМА ФИЗИЧЕСКИХ УСТАНОВОК

1996

ВВЕДЕНИЕ

В различных областях современной науки и техники, особенно в разнообразных физических установках и ускорителях заряженных частиц, широко используется сверхвысокий вакуум (СВВ = UHV) и намечается тенденция в использовании экстремально высокого вакуума (ХНВ).

Одним из важных условий получения и поддержания сверхвысокого и тем более экстремально высокого вакуума в вакуумных системах является тщательная и по возможности полная очистка поверхностей вакуумных деталей от различных загрязнений перед ее монтажом по принципу: чем чище детали, используемые при монтаже вакуумных систем, тем меньше величина их газоотделения в вакуум, тем короче процесс откачки и тем более высокий вакуум может быть достигнут [1—3].

На величину газоотделения очень сильное влияние оказывает состояние внутренней поверхности вакуумного тракта — ее кондиционирование [4]. Степень очистки определяется требуемым предельным вакуумом, который зависит

- от конфигурации и скорости откачки данной вакуумной системы,
- от используемых конструкционных материалов и исходного их состояния,
- от физических процессов, происходящих в нем, и от природы откачиваемых газов [5].

Возникшие в последние годы в России, в странах СНГ и в странах Восточной Европы экономические трудности и сопровождающий их значительный рост цен на электроэнергию, на жидкий азот и др., делают требования к очистке поверхностей элементов вакуумных систем перед их монтажом еще более жесткими.

Автор на основании анализа опыта экс-советских ведущих вакуумных организаций, мировых вакуумных фирм и физических институтов, своего опыта, а также тщательного анализа материалов специального отчета* подкомитета Американской вакуумной ассоциации [11] дает конкретные рекомендации по оптимальным технологиям очистки деталей создаваемых вакуумных систем ускорителей в следующей последовательности.

В данной работе:

- классификация видов загрязнений, схема их расположения на поверхности деталей, их отрицательное влияние на вакуум, выбор оптимальных кон-

струкционных материалов, общие правила технологии очистки и рекомендуемая технология очистки деталей вакуумного тракта из *нержавеющей стали*.

В следующих работах будут рассмотрены:

- технология очистки внутренних поверхностей деталей вакуумного тракта из *алюминия и его сплавов, меди и ее сплавов*;
- технология очистки деталей вакуумного тракта из *керамики и стекла*.

1. 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 определенной степени условной.

Существуют следующие виды классификаций: *грубая классификация* и более подробная, *тонкая*, основанная на *физико-химических свойствах загрязнений*.

Грубая классификация подразделяет все загрязнения на *тонкие загрязнения* — это масляные пленки, подгоревшие смазочно-охлаждающие жидкости, адсорбированная H_2O , молекулы некоторых химических веществ и растворенный во всех металлах H_2 ; и на собственно *грубые загрязнения* — окалина, чешуйки, мелкие кусочки, стружки, металлическая пыль, крупные трещины и другие [4].

Более целесообразной является *классификация на основании физико-химических свойств загрязнений*, что и определяет выбор способов их обнаружения и удаления [1,2]. Рассмотрим эти виды загрязнений поверхностей вакуумных деталей.

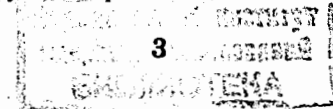
Физические и механические загрязнения — волокна, ворсинки, абразивные частицы, металлическая пыль и мелкая стружка, керамическая, стеклянная и прочая пыль, копоть и другие посторонние частицы, физически либо химически не связанные с поверхностью вакуумной детали. Источники их — окружающая среда и люди.

Органические загрязнения, нерастворимые в воде. Это углеводороды: смазки, масла, эмульсии для охлаждения режущих инструментов, жирные кислоты и стеролы. Попадают они на поверхность при обработке деталей на станках, из загрязненного воздуха.

Смоли — из табачного и печного дымов; жирные кислоты — олеиновая, стеариновая, пальмитиновая — из масел и смазок.

Стеролы — с рук, из мыла и мыльных охлаждающих эмульсий.

Они образуют либо грубые загрязнения, либо тонкие пленки-монослои.



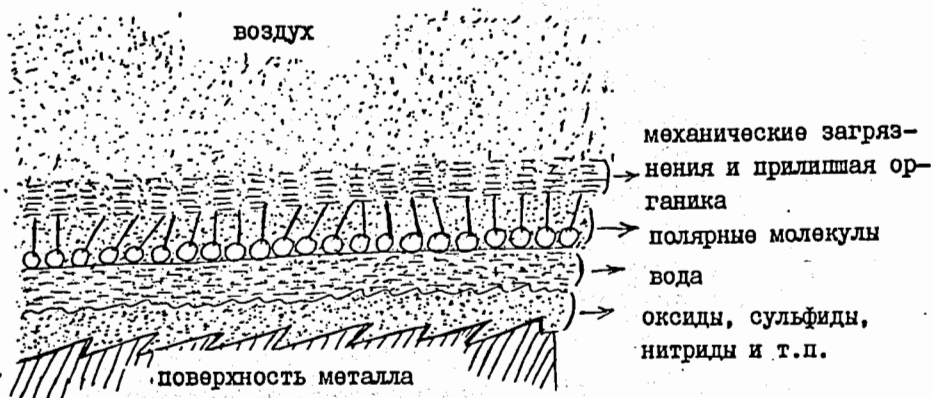


Рис.1

Растворимые в воде (ионные) загрязнения. Это электролиты — минеральные соли (NaCl и другие), остатки кислот и щелочей. Неэлектролиты — различные органические соединения.

Нерастворимые химические вещества, химически связанные с поверхностью деталей. Это оксидные, сульфидные, силикатные, нитридные, боридные и другие фазовые пленки, образующиеся на поверхности деталей при механической, химической и термической обработках. Как правило, они прочно соединены с поверхностью деталей. Являются одним из основных источников газовой выделению в вакууме.

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

Схема расположения вышеуказанных типов загрязнений [6] на поверхности деталей приводится на рис.1.

2. ОТРИЦАТЕЛЬНОЕ ДЕЙСТВИЕ ЗАГРЯЗНЕНИЙ НА ВАКУУМ

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 газов CO_2 , CO , H_2O , O_2 , CH_4 , C , H_2 , C_2H_2 , C_2H_4

и других, с образованием лаковых пленок и твердого графита. Эти молекулы ухудшают вакуум, а между углеродом и водородом при определенных условиях могут образовываться за счет химических реакций углерод — водород летучие углеводороды — C_mH_n . Лаковые же пленки и углерод, в виде графита, осаждаются на поверхностях, изменяют состояние электрических контактов и межэлектродных сопротивлений, а еще они служат в дальнейшем источниками загрязняющих газов [1,7].

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

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

Относительно вопроса о допустимом количестве загрязнений на поверхности вакуумных деталей известно, что для изделий промышленной 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 солевых загрязнений не должно превышать $1 \cdot 10^{-9}$ г/см² [1], т.е. требования к солевым загрязнениям на порядок жестче.

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 жесткие требования должны предъявляться к чистоте «первой» стенки термоядерных реакторов (ТЯР) — тороидальной оболочке, где формируется плазменный шнур, $P_{\text{раб.}} \leq 1 \cdot 10^{-9}$ торр ($\approx 1,33 \cdot 10^{-7}$ Па), и к вакуумным каналам для встречных пучков ускорительно-накопительных комплексов, где исходя из критерия рассеяния частиц $P_{\text{раб.}} \leq 1 \cdot 10^{-9}$ торр ($\approx 1,33 \cdot 10^{-7}$ Па). Газовые нагрузки в них порядка $1 \cdot 10^2$ м³ · Па/(м² · с) ($7,5 \cdot 10^{-2}$ торр · л/(с · см²)) при плотности бомбардирующей стенку потока частиц 10^{16} см⁻² · с⁻¹ [8]. Наименее жесткие — к сильноточным линейным ускорителям протонов (дейтонов) или электронов с необходимым рабочим давлением в ускорительном тракте $\approx 1 \cdot 10^{-4}$ Па ($5 \cdot 10^{-7} + 7 \cdot 10^{-7}$ торр) [7].

3. ТРЕБОВАНИЯ К КОНСТРУКЦИОННЫМ МАТЕРИАЛАМ ДЕТАЛЕЙ ВАКУУМНОГО ТРАКТА ФИЗИЧЕСКИХ УСТАНОВОК

Требования к материалам очень жестки по следующим параметрам:

— обладание необходимой вакуумной плотностью при малой толщине стенок;

— обеспечение получения необходимого рабочего давления и состава остаточных газов;

— минимальная проницаемость различных газов через стенку и минимальная распыляемость под действием различных факторов (технологического прогрева стенок вакуумного объема или обработки их разрядом и других);

— обладание необходимыми механическими свойствами: пластичностью, текучестью, хрупкостью;

— достаточные жаропрочность и коррозионная стойкость [4,8,9].

Конструкционные материалы поступают либо через поставки от заводов-изготовителей в «сыром» виде, либо с предварительно механически обработанной и электрохимически отполированной поверхностью, защищаемой полиэтиленовой пленкой (бумагой), либо в виде вакуумных деталей, ранее эксплуатировавшихся в других вакуумных системах. Конечно, наибольшее количество загрязнений на поверхности и большое количество газов в их объеме, попадающих туда при плавке, прессовании, термическом отжиге и т.д., имеют конструкционные материалы в состоянии поставки [8].

Для уменьшения газоотделения в вакуум лучше всего применять конструкционные металлы и сплавы вакуумного, двойного вакуумного переплава либо полученные методом электрошлакового переплава [4,8,9].

Особенно большое значение большинство американских вакуумных фирм (VARIAN, Nor-Cal и др.) придают вопросу вакуумной плотности конструкционных материалов фланцев для вакуумных деталей высоковакуумных (ВВ) и сверхвысоковакуумных (СВВ) установок. Так, все фланцы с внешним диаметром до ~ 4 дюймов и меньше изготавливаются из нержавеющей стали специально обработанного пруткового проката, а фланцы большего диаметра изготавливаются из стали, специальная прокатка которой осуществляется в горячем состоянии в 2-х взаимно перпендикулярных направлениях, чтобы разрушить и переориентировать внутренние микроканалы газонатекания и снизить до минимума величину газовыделения из них в вакуум [4,9,10].

Основные конструкционные материалы деталей СВВ-трактов физических установок — это аустенитовые нержавеющие стали, алюминий и его сплавы, медь и ее сплавы, титан, молибден, вольфрам, разнообразная вакуумноплотная керамика и стекла [5,8,9,11].

Теперь перейдем к вопросу о выборе оптимальной технологии очистки и обработки металлических деталей вакуумных трактов высоко- и сверхвысоковакуумных физических установок, априорно полагая, что конструкционные

материалы их были выбраны грамотно, исходя из конечного назначения физической установки и режимов ее работы.

Основным требованием, предъявляемым техникой ВВ и СВВ к обработке внутренних поверхностей вакуумных систем, является высокая степень чистоты поверхности. Кроме этого требования детали вакуумного тракта должны иметь:

а) «гладкую» поверхность, обеспечивающую значительное уменьшение коэффициента трения, т.е. значительное увеличение проводимости вакуумной системы и скорости ее откачки, а также затрудняющую адсорбцию на ней различных газов и паров [4,7];

б) конструкцию, допускающую эффективную очистку поверхности от загрязнений.

4. ОБЩИЕ ПРАВИЛА ТЕХНОЛОГИИ ОЧИСТКИ

1. На конечной операции очистки должно быть произведено практически полное удаление всех видов загрязнений с внутренних поверхностей деталей вакуумного тракта.

2. Операции очистки должны являть собой ряд последовательных операций, каждая из которых должна удалять один или несколько видов загрязнений.

3. Для химической очистки нужно применять вещества, продукты взаимодействия которых с поверхностью деталей могут быть легко удалены последующей обработкой.

4. Адсорбированные монослои солевых и остатков кислотных загрязнений в процессе очистки целесообразно проводить вымыванием водой. Последние промывки после операции очистки производить деионизированной (дистиллированной) водой с контролем ее сопротивления, которое для последней промывки должно быть $\approx 1 \cdot 10^{-6}$ Ом/см [1,3,11].

5. Необходимую операцию обезжиривания, как показывает американский опыт, рекомендуется производить либо с использованием экологически чистых органических растворителей нового поколения — 1-1-1 трихлорэтана, например (вместо трихлорэтилена, тетрачлорэтилена и др.), либо в растворах специальных детергентов-растворителей масляных и жировых загрязнений [8,11]. Основное отличие трихлорэтана от трихлорэтилена состоит в том, что он и другие растворители этого ряда (дихлор-, тетрачлорэтан) являются хлорпроизводными предельного углеводорода этана ($H_3C - CH_3$), в молекуле которого оба атома —С— соединены простой одинарной связью —С—С— с достаточно большой энергией связи, обеспечивающей молекуле прочность, т.е. при использовании трихлорэтана он не разлагается, выделяя ядовитые составляющие, и потому экологически чист.

В противоположность ему трихлорэтилен и тетрахлорэтилен являются хлорпроизводными непредельного углеводорода этилена ($H_2C = CH_2$) с двойной связью между атомами углерода, на разрыв которой нужно затратить значительно меньше энергии, т.е. их молекулы недостаточно устойчивы и при работе с ними разлагаются, особенно при нагревании в присутствии паров воды, выделяя ядовитый газ — фостген [1,11,12].

6. Рекомендованное ранее ополаскивание деталей вакуумного тракта в ацетоне [1,2] по данным [11] должно быть полностью исключено, т.к. остатки ацетона и его составляющих практически невозможно удалить со стенок вакуумной системы, и поэтому допустимо только ополаскивание внутренних поверхностей химически чистыми спиртами: этиловым, метиловым и изопропиловым.

7. В американских и западноевропейских технологиях очистки [11] совершенно отсутствует операция протирки деталей тканью, даже безворсной, что допускает автор [8], и обязательно соблюдается принцип проведения предварительной механической очистки перед очисткой в жидкости.

При выполнении операций очистки деталей, а также после нее, при последующих сборке, транспортировке и хранении должны соблюдаться правила вакуумной гигиены, исключающие загрязнение очищенных деталей. Эти же правила предъявляют свои повышенные требования и к чистоте рабочих и сборочных мест, и помещений [1,8]. А несоблюдение хотя бы одного из них может свести на нет всю произведенную работу по достижению требуемого рабочего вакуума [8].

Несоблюдение рекомендуемых операций очистки сделает время достижения требуемого вакуума в ВВ-системах ускорителей очень большим, а для СВВ-систем требуемый вакуум вообще может быть не достигнут в обозримом времени [8].

5. ОЧИСТКА ДЕТАЛЕЙ ВАКУУМНОГО ТРАКТА ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ ДЛЯ СВЕРХВЫСОКОГО ВАКУУМА (СВВ = UHV)

Как уже говорилось выше, цель очистки — это достижение предельно низкого газоотделения, зависящего, кроме наличия остатков загрязнений, от физико-химического состояния поверхности, т.е. ее кондиционирования.

Хорошо продуманная и построенная технология очистки удаляет источники газоотделения и производит кондиционирование поверхности [11].

5.1. Механическая очистка деталей из нержавеющей стали

В зависимости от состояния исходного материала, из которого будут изготовлены детали вакуумного тракта, — будет ли эта сталь в состоянии поставки

или же это будет заранее очищенная и полированная нержавеющая сталь, вакуумные детали из которой изготавливают фирма VARIAN, Брукхевенская национальная лаборатория и лаборатории некоторых российских физических институтов — и рекомендуются определенные операции предварительной очистки. Металл в состоянии поставки лучше брать со значениями шероховатости поверхности $R_z = 1,25 \dots 20$ мкм или доводить ее различными методами зачистки до этого значения (ГОСТ 2789-73 «Шероховатость поверхности») [8].

Сталь в состоянии поставки содержит на своей поверхности все те очень грубые загрязнения, о которых говорилось ранее. И поэтому I операция состоит в удалении их (по американским данным [4,11]) либо пескоструением, либо обдиркой специальной щеткой из нержавеющей стали, либо обдиркой на специальном полировочном кругу без применения всякой полировальной пасты (фирмы Nor-Cal, Westinghouse Savanna River Company, Quantum Mechanics Corp.), что априори исключает внесение дополнительных, трудноудаляемых загрязнений.

Приводимые Цейтлиным и др. [8] способы удаления очень грубых загрязнений поверхности обдиркой с применением полировальных и шлифовальных паст с последующим их удалением либо промывкой в трихлорэтилене, либо промывкой в растворах моющих средств не соответствует требованиям современных высоких технологий, поскольку сама операция вносит недопустимые этой технологией загрязнения.

После удаления самых грубых загрязнений рекомендуется снять оставшийся поверхностный слой на глубину 25 мил (0,635 мм) твердым резцом либо резцом с воздушным охлаждением (фирма QMC), либо резцом, охлаждаемым специальной смазочно-охлаждающей жидкостью без ионов $-S-$ и других вредных для вакуума веществ (фирма Nor-Cal) [4,11].

Замечание. Инструмент, используемый для этой механической обработки, должен быть значительно тверже обрабатываемого металла, чтобы не размазывать материал реза по поверхности металла, и быть острым, чтобы исключить образование на поверхности складок с карманами, где могут оставаться твердые загрязнения [28].

При этой операции удаляются толстые оксидные, сульфидные, нитридные и другие слои химических соединений со всеми находящимися над ними адсорбированными и механически захваченными слоями, т.е. основной массой загрязнений (см. рис.1).

Просто механически обработанная поверхность содержит на себе значительно больше загрязнений, чем механически полированная поверхность или поверхность, обработанная алмазным резцом [13], очевидно, из-за разницы их геометрических размеров.

Используемая большинством западных фирм обработка поверхности после удаления грубых загрязнений струей стеклянных шариков, хорошо рихтующая, хонирующая и полирующая поверхность удаляет верхний загрязненный слой, уменьшая газоотделение, но под действием удара струи шариков поверхность течет и закрывает загрязнения в мелких трещинах и по границам зерен [14]. Следовательно, перед проведением этой операции нужно производить тщательную очистку поверхности от жировых и неорганических загрязнений.

5.2. ХИМИЧЕСКАЯ ОЧИСТКА ДЕТАЛЕЙ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

После вышеуказанных механических обработок деталей на их поверхностях находятся пленки органических и других загрязнений, вновь образовавшихся, но значительно более тонкие, чем ранее удаленные, из-за различных местных прогревов и газы, адсорбированные из окружающей атмосферы в момент работы с деталями. Каждая фирма, выпускающая вакуумное оборудование, имеет свою систему очисток. Выберем оптимальные и приемлемые для нас процедуры с учетом уменьшенного отрицательного экологического воздействия.

Операция II

Химическая очистка обычно начинается с обезжиривания (удаления органических соединений) либо последовательным окунаем детали в систему ванн с горячим трихлорэтаном (трихлорэтилен не желателен), либо в парах трихлорэтана в течение 5 мин с последующей промывкой в горячей деионизированной воде и сушкой (BNL) [15].

Альтернативное обезжиривание — мытье в горячем ($t = \sim 70^\circ\text{C}$) растворе щелочного детергента (типа американского Alcopox), удаляющего масла и органические загрязнения в ультразвуковой ванне, с последующими промывками в холодной водопроводной воде, горячей деионизированной воде и сушкой.

Сушка поверхности производится либо под инфракрасными лампами в специальном беспылевом шкафу, либо в потоке чистого горячего воздуха (промышленным феном). По данным [1,3,8,11] обработка деталей из нержавеющей стали по этим двум операциям приводит к снижению газоотделения с поверхности на целый порядок, и оно будет иметь значение $\sim 2 \cdot 10^{-6} + 10^{-6} \text{ м}^3 \cdot \text{Па} / (\text{м}^2 \cdot \text{с})$.

Эти две операции составляют так называемый *генеральный процесс предварительной очистки* и для изготавливаемых деталей, которые будут использоваться в системах для достижения вакуума 10^{-1} Па ($7,5 \cdot 10^{-4}$ торр), составляют достаточный цикл очистки [11].

Замечание. Как показали исследования [13], проведенные Brookhaven National Laboratory (BNL), обезжиривание деталей из нержавеющей стали в

ультразвуковой ванне в органических растворителях сохраняет на них повышенное содержание углеводородных загрязнений, что объясняют тем, что кавитация, имеющая место при ультразвуковом воздействии, способствует возникновению связи углеводородов из органических растворителей с поверхностью нержавеющей стали.

Операция III

Вакуумные детали, обработанные на операциях I и II, дальше проходят очистку в ультразвуковой ванне, в щелочном растворе НПАВ (детергента — *неионогенного, синтетического поверхностно-активного моющего вещества*) с целью полного обезжиривания и одновременного частичного удаления неорганических загрязнений.

По русской рецептуре состав моющего раствора $10 \text{ г/л Na}_2\text{CO}_3 + 3 \text{ г/л ОП-7}$ (или -10) в дистиллированной воде при $t = 60 + 70^\circ\text{C}$ и $\tau = 10$ мин. Это соотношение компонентов моющего раствора справедливо только для случая использования НПАВ типа ОП-7(-10).

Оптимальная температура раствора, его перемешивание и особенно воздействие ультразвуковых колебаний интенсифицируют процессы, имеющие место при очистке в щелочных растворах НПАВ:

— увеличивают скорость диффузии очищающего раствора к поверхности металла;

— хорошо смачивают ее;

— диспергируя и эмульгируя загрязнения, удаляют их с поверхности деталей;

— НПАВ легко смывается водой, не вызывая коррозии очищающего металла и материала ванны [1].

Эту операцию чаще при $t = 60^\circ\text{C}$ или при $t = 66 + 77^\circ\text{C}$ в течение $10 + 20$ мин проводят все ведущие западные вакуумные фирмы и крупные физические центры с контролем $-\text{pH}-$, который должен лежать в пределах значений $\text{pH} = 9,7 + 11$ [11].

Затем производится тщательное смывание остатков НПАВ и щелочного раствора: сначала проточной водой, затем дистиллированной либо деионизированной водой. Последнее смывание рекомендуется производить горячей дистиллированной водой либо кипячением в свежей дистиллированной воде в течение 30 мин [11,16].

После промывки сушка производится, как и в операции II. Обработка деталей вакуумного тракта по этой операции приводит к снижению газоотделения, по крайней мере, на полпорядка [1,6].

В работе [17] с помощью оже-спектроскопии показано, что именно щелочной раствор детергента типа НПАВ лучше других удаляет $-\text{C}-$ и углеводороды с поверхности нержавеющей стали.

Проводимое некоторыми американскими фирмами (VARIAN, Stanford Linear Accelerator Center — SLAC) и рекомендуемое авторами [8] химическое травление поверхности нержавеющей стали в растворе сильных кислот (HNO_3 , HF) хорошо удаляет остатки материалов полировочных кругов и жирных связующих полировальных паст, если они использовались, и другую органику в микропорах, снимает с поверхности оксидные, сульфидные, нитридные и другие пленки, но при этом обнаруживается не гладкая, а грубокристаллическая, зернистая структура поверхности, приводящая к абсорбции достаточно большого количества H_2O , CO_2 и других газов [1,18]. И поэтому эта процедура не рекомендуется в данной разрабатываемой технологии.

Следующей рекомендуемой **IV операцией** является проведение химического либо электрохимического полирования.

При проведении процесса полирования происходит

— удаление вновь образовавшихся оксидных, нитридных, сульфидных и т.п. пленок, пока еще тонких;

— выравнивание поверхности — удаление неровностей размером 1—1,5 мкм. При этом прежде всего стравливаются микроскопические «пики», только затем трещины (провалы) и наконец, удаляются мелкие заусенцы;

— происходит гляцевание поверхности, т.е. устранение мелких шероховатостей менее 1 мкм [1,4,7].

При этом

— остается неизменной кристаллическая структура поверхности металла;

— улучшается ее коррозионная стойкость;

— увеличивается магнитная проницаемость;

— происходят процессы снятия стресса в металле и пассивирование поверхности.

За счет создающейся гладкой поверхности на 90% уменьшается поверхностное трение, что значительно увеличивает скорость откатки и проводимость системы. На полированной поверхности адсорбция [1,4,7,11,19] различных газов, паров и загрязнений затруднена, а их удаление облегчено [1,7].

Сочетание вышеуказанных способов механической обработки и способов химической (электрохимической) полировки дает особо гладкие поверхности, и чистота обработки деталей вакуумного тракта увеличивается на 2+3 класса [1,7] до значения $R_z = 0,05—0,63$ мкм [8].

Величина же газовыделения уменьшается на целых 2 порядка. По данным автора [15] после электрохимического полирования она снижается у нержавеющей стали до значения $1,3 \cdot 10^{-11}$ Па·м³/(м²·с). Авторы [8] приводят данные газовыделения необработанной нержавеющей хромоникелевой стали аустенитного типа после 10-часовой откатки $\sim 2,3 \cdot 10^{-5}$ м³·Па/(м²·с), а после элек-

трохимической полировки через 10 час откатки — $5,7 \cdot 10^{-7}$ м³·Па/(м²·с) (первичная механическая обработка неизвестна).

Из двух способов полирования (химического и электрохимического) в последнее время широкое применение находит химическое полирование, которое в отличие от электрохимического

— не требует источника постоянного тока и контактных устройств;

— позволяет полировать детали сложной формы и любых размеров (были бы только соответствующие ванны);

— имеет высокую производительность процесса [19].

Механизмы химической и электрохимической полировок мало отличаются друг от друга. Рецепт электрохимического полирования приведен в работах [1,8].

К недостаткам химического полирования относятся

— относительно небольшой срок службы электролитов;

— трудность их корректировки;

— значительное выделение агрессивных газов (SO_2 , NO_2 , NO и других).

Правда, эти же газы выделяются и при простом травлении, и при электрохимическом полировании.

Рецепты химического полирования [1,8]

	Нержавеющая сталь (марки 12X18H9T, 12X17)	Медь (марки МБ, МВ)
I.	удаляется 1—3 мкм $T = 80—90^\circ\text{C}$; $t = 1—2$ мин H_3PO_4 ($d = 1,7$) — 50 мл H_2SO_4 ($d = 1,84$) — 20 мл HNO_3 ($d = 1,4$) — 20 мл HCl ($d = 1,19$) — 50 мл H_2O — 720 мл фурфурол — 10 мл	удаляется 7—10 мкм $T = 18—25^\circ\text{C}$; $t = 3—5$ 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 (тимочевина)
II.	H_2SO_4 — 350 — 430 г/л HNO_3 — 35 — 50 г/л HCl — 20 — 40 г/л краситель оранжевый 2Ж $T = 65—75^\circ\text{C}$ $t = 2—10$ мин	Титан HNO_3 ($d = 1,4$) — 400 мл H_2SO_4 ($d = 1,84$) — 400 мл HF ($d = 1,15$) — 200 мл $T = 60—63^\circ\text{C}$ $t = 1—2$ мин

Затем, после проведения процедуры химического (электрохимического) полирования, производится *тщательное смывание* остатков полирующей смеси: первое интенсивное смывание — обычной проточной горячей, потом хо-

лодной водой по 2+3 мин, последующие промывки — дистиллированной либо деионизированной водой, лучше горячей, до установления в последней промывочной воде сопротивления в 1.000.000 Ом/см. Princeton Plasma Physics Labог. проводит в конце ультразвуковую промывку в горячей (-90°C) деионизированной воде. В очень ответственных экспериментах удаление воды после промывок с поверхности осуществляется либо погружением в ванну с изопропиловым спиртом, либо омовением поверхности струей изопропанола (для удаления воды из трещин) [11,20]. Сушка деталей после промывки производится либо инфралампам в беспылевом шкафу, либо промышленным феном в чистом помещении, либо обдувкой чистыми сухими N₂, Ar [11,19].

Некоторые фирмы, например Quantum Mechanics Corp., после электрохимического полирования и простой промывки в горячей воде проводят еще нейтрализацию кислотных остатков ультразвуковой промывкой в щелочном (pH = 10) растворе детергента (60°C и τ = 20 мин) [11].

Возможно и использование импульсно-плазменного полирования, но оно очень энергоемко и позволяет пока полировать детали только маленького размера, т.к. рабочие объемы существующих установок малы. По данным авторов [8] электрохимполировка снижает величину газоотделения на 1+2 порядка в зависимости от исходного состояния нержавеющей стали. Так, необработанная сталь имеет скорость удельного газоотделения после одночасовой откачки $2,4 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3 \cdot \text{Па} / (\text{м}^2 \cdot \text{с})$, а эта же сталь после электрохимполировки и одночасовой откачки — $5,6 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3 \cdot \text{Па} / (\text{м}^2 \cdot \text{с})$. После проведения химической или электрохимической полировки изменяется и состав остаточных газов в вакуумной системе [8].

Для вакуумных систем с предельным рабочим вакуумом в $1 \cdot 10^{-5}$ Па и выше детали ускорительного тракта после операции обезжиривания (II), ультразвуковой обработки в щелочном растворе детергента (III) и химического (электрохимического) полирования с промывкой и сушкой (IV) совершенно пригодны для создания требуемого вакуума.

Длинные трубопроводы небольшого диаметра, для которых невозможны описанные выше механическая и химическая обработки внутренних поверхностей, рекомендуется обрабатывать по самой подходящей схеме процедур от фирмы VARIAN: после обезжиривания в горячем трихлорэтаноле (трихлорэтилене) и промывок водой необходима промывка в растворе НПВА (при $t \sim 90^\circ\text{C}$ и $\tau = 5$ мин) с последующей промывкой, затем травление в смеси кислот 33% HNO₃ + 33% HF + 33% H₂O (по объему) в течение нескольких минут до удаления слоя поверхностных загрязнений. После травления — тщательная промывка водой: горячей, холодной проточной, горячей деионизированной, холодной деионизированной с последующей сушкой горячим воздухом [11].

Специально поставленные опыты [13] с применением оже-спектроскопии показали, что химическое (электрохимическое) полирование создает самую гладкую и чистую поверхность из всех других существующих методов очистки и что именно величина поверхности и ее состояние являются определяющими для величины газоотделения.

По существующему до настоящего времени мнению, при химическом (электрохимическом) полировании и обработке кислотами (HF, 10+30% HNO₃) поверхность нержавеющей стали обедняется железом [4,5,22] и обогащается хромом (-Cr-), а приповерхностный слой обогащается никелем (-Ni-) [21].

Воздействие на поверхность сухим чистым O₂, кислотой HNO₃ пассивирует ее, ведет к образованию на ней слоя оксида Cr, обладающего низкой упругостью пара. Этот пассивированный слой, созданный сухим O₂, содержит меньше всего влаги; на порядок больше влаги в слое, созданном химполированием, а в слое, созданном обработкой HNO₃, ее в 20 раз больше [11].

Однако в 1993 г. Tsukui [18] со своими коллегами, изучая состав поверхности нержавеющей стали после хим(электро)полировки и отжига в вакууме до $t = 1000^\circ\text{C}$, с помощью микроанализа в электронной пробе (EPMA) и с помощью электронной оже-спектроскопии (AES) показали наличие на полированной поверхности тонкого слоя оксида -Fe- толщиной в 1,4 мкм, а для отожженного образца он был тоньше и составлял 0,8 мкм. Они утверждают, что ранее идентифицированный слой оксида -Cr- есть на самом слое FeC₃, т.к. Fe хороший окислитель и прекрасно реагирует с большим количеством атомов углерода из кластеров -C-, расположенных по границам зерен кристаллов [18].

Следующей рекомендуемой операцией, **V операцией**, является монтаж очищаемых вакуумных деталей на технологическую, высоковакуумную, безмасляную систему, где помимо откачки должен быть произведен контроль качества сварных швов с обязательным использованием масс-спектрометра. Это так называемое тестирование деталей перед их монтажом в вакуумную систему ускорителя.

После проведенных вышеперечисленных очисток поверхности деталей из нержавеющей стали и проведения их тестирования на технологической установке эти детали практически готовы для высоковакуумного применения и некоторых сверхвысоковакуумных применений. Однако в спектре остаточных газов содержание H₂ будет составлять $\geq 95\%$ и иметь значение 10^{-11} торр-л/(см²·с), т.е. может быть достигнут предельный вакуум

$\sim 1 \cdot 10^{-9}$ торр [23]. Такой предельный вакуум без прогрева вакуумной системы после откачки в течение нескольких недель и был получен при введении в действие синхротрона COSY (Юлих, Германия), все составляющие детали вакуумной системы которого были обработаны по технологии, аналогичной вышеописанной, а для создания нужного вакуума использовались безмасляные средства откачки: диафрагменный насос + молекулярный насос — это вакуумный агрегат DRYTEL, магнитные электроразрядные насосы, ионно-геттерные насосы и высоковакуумные турбомолекулярные насосы с магнитной подвеской ротора [24]. Основным конструкционным материалом синхротрона являлась нержавеющая сталь, резонаторные полости которого сделаны из инконеля-952.

Операция VI — вакуумный отжиг деталей вакуумных систем. После получения более низких давлений $P_{\text{раб.}} < 1 \cdot 10^{-9}$ торр необходимо провести прогрев в вакууме, являющийся самым распространенным методом обезгаживания для создания СВВ. Такой прогрев лучше производить в специальных вакуумных печах из нержавеющей стали на промежуточной технологической вакуумной системе и затем дополнительно, непосредственно в собранном вакуумном тракте. Сложность состоит в выборе оптимальной температуры прогрева, а ее определяют следующие составляющие:

— водяные пары (с энергией активации в ~ 20 ккал/моль) с поверхности нержавеющей стали удаляются при $t = 150+250^\circ\text{C}$ ($423+523$ K);

— органические загрязнения различного происхождения (энергия активации ~ 30 ккал/моль) — при $t = 200+400^\circ\text{C}$ ($473+673$ K);

— хемосорбированные газы CO , CO_2 , H_2 и другие (средняя энергия активации 37 ккал/моль) удаляются при $t = 250+600^\circ\text{C}$ ($523+873$ K), а для удаления H_2 , растворенного в объеме металла, нужна $t = 350+750^\circ\text{C}$ ($623+1023$ K) по данным авторов [8,11];

— возможность выделения на поверхность нержавеющей стали кристаллического углерода —C— из массы металла;

— изменение магнитных свойств нержавеющей стали из-за фазового перехода аустенита в феррит или аустенита в мартенсит, создаваемое уменьшенным содержанием —Cr— [25].

Изменяющееся магнитное поле повреждающе действует на спин дейтерия и трития и на их реакционную способность. Для уменьшения выделения —C— американцы используют сорта нержавеющей стали вакуумной плавки с естественно пониженным содержанием —C— (316L и 316LN) [11].

Источником водорода является сама масса металла, т.к. в процессе его изготовления поглощается очень много H_2 , который растворяется в междоузельном пространстве. В вакууме атомы водорода диффундируют по границам кристаллов из толщи конструкционных материалов на поверхность,

а с нее — в вакуумный объем, составляя иногда до 99% спектра остаточных газов [18]. Резко снижает газовыделение H_2 изготовление нержавеющей стали методом вакуумной плавки, но этот процесс дорог, значительно увеличивает стоимость, проводится только на крупных металлургических заводах и для очень ответственных проектов. А для невакуумно-плавленной нержавеющей стали основным методом подавления этого газоотделения — отжиг в вакууме при оптимально выбранной температуре. Из вышеперечисленных составляющих ее выбора следует, что она должна находиться по американским данным в интервале $150+750^\circ\text{C}$ ($423+1023$ K). Величина газовой выделенности зависит от равновесного давления, устанавливаемого вокруг данной вакуумной детали за время τ и при данной температуре t [11]. Эта температура приближается к 500°C . Ее можно определить нижеследующими экспериментальными данными.

Автор работы [26] определил после 24-часового прогрева при $t = 400+500^\circ\text{C}$ и $P_{\text{раб.}}$ в печи обезгаживания $1 \cdot 10^{-8}$ торр ($1,3 \cdot 10^{-6}$ Па) для пластинок из нержавеющей стали величину газоотделения, равную $1 \cdot 10^{-14}$ торр-л/(см²-с). Авторы [23] похожую величину газоотделения определили при более длительном прогреве при $t = 300^\circ\text{C}$. Moore [26] утверждает, что прогрев при 300°C в течение 100 час эквивалентен прогреву при $t = 420^\circ\text{C}$ в течение 20 час, причем желателен более длительный прогрев при более низкой t для установления состояния равновесия.

Ноут [15] в своих экспериментах на трубках из нержавеющей стали 5SS304 с толщиной стенок в 2,8 мм и прогревом их при $t = 400^\circ\text{C}$ в течение 16 час измерил газоотделение при $t_{\text{комнат.}}$ равное $1,5 \cdot 10^{-13} + 2,3 \cdot 10^{-11}$ торр-л/(см²-с). Эта разность в величинах газоотделения определяется вопросом кондиционирования поверхности, и самые наименьшие значения газоотделения были у поверхностей после предварительных очисток их электрохимической полировкой и очисткой струей стеклянных шариков [11].

Из приведенных экспериментов получается

$T_{\text{прогрева}}^{\text{оптим.}} \approx 400+500^\circ\text{C}$ ($673+773$ K) и соответственно $\tau_{\text{прогрева}} \approx 30+20$ час.

Цейтлин и др. [8] предлагают 2-ступенчатый вакуумный отжиг: предварительный высокотемпературный отжиг детали в вакууме (на технологической установке) до $t_{\text{сред.}} \approx 670^\circ\text{C}$ (948 K), затем в вакуумной установке до $t_{\text{сред.}} \approx 130^\circ\text{C}$ (400 K). Существует мнение, что повышение $t_{\text{обезгаж.}} > 420^\circ\text{C}$ (600 K) ведет к повышенной диффузии на поверхности вредных для вакуума примесей —S—, —P—, —Si— из толщи нержавеющей стали, но ни в одном из проведенных исследований [18,22,23,27] при $t_{\text{отж.}} = 400^\circ\text{C}$ и $t_{\text{отж.}} = 1000^\circ\text{C}$ эти примеси не были обнаружены, а отмечено, что измерение газоотделения при $P_{\text{раб.}} = 10^{-9}$ торр показало, что величины газоотделения для обеих t почти рав-

ные, т.е. атомарный $-H-$ также выделяется из материала стенки в вакуум и после предварительного прогрева до $t = 1000^\circ\text{C}$ (1273 K).

Прогрев вакуумных систем осуществляется нагревателями сопротивления, инфракрасными лампами, а также индукционным и высокочастотным методами нагрева [8].

Проведенные авторами эксперименты с прогревом нержавеющей стали [26,28] до $t = 250+300^\circ\text{C}$ показали увеличение величины газоотделения более, чем в 3 раза, что они объяснили уменьшением защитного слоя оксида хрома и облегчением из-за этого выделения H_2 из массы металла. Значительное уменьшение слоя окиси Cr на поверхности и, соответственно, увеличение газовыделения H_2 автор [33] заметил и при прогреве нержавеющей стали в вакууме при $t > 1000^\circ\text{C}$ и на воздухе при $t = 600+800^\circ\text{C}$.

Предложение Цейтлина [8] проводить первый отжиг при $t \leq 1000^\circ\text{C}$ и последний отжиг при $t = 100+150^\circ\text{C}$ в свете этого кажется странным.

Другим эффективным методом уменьшения парциального давления H_2 в прогретой вакуумной системе является создание барьерных слоев на поверхности, которые препятствуют выходу водорода из объема металла в вакуумную систему [8].

Барьерные слои образуются при воздействии на очищенную прогретую поверхность нержавеющей стали кислородом, азотом и другими активными газами, а образующиеся на поверхности деталей пленки оксидов, нитридов и других соединений прочно «запирают» водород в объеме материала [8,11]. Это так называемый процесс чистого «пассивирования» поверхности. Так, хороший защитный слой окиси Cr образуется при прогреве очищенных деталей из нержавеющей стали в чистом сухом воздухе при $t = 250^\circ\text{C}$ и $\tau = 16$ часов. Величина газоотделения снижается на порядок по сравнению с ее значением после прогрева в вакууме [11]. Слой окиси Cr еще и изменяет каталитическое воздействие поверхности (из-за обеднения ее $-Fe-$) на реакцию синтеза на ней молекул H_2O . А авторы [29] в 1995 г. измеряли газоотделение нержавеющей стали марки 316L со стенок вакуумного объема, предварительно механически и электрохимически отполированного, после окисления поверхности чистым сухим воздухом в интервале $t = 25+330^\circ\text{C}$ при вакууме $\sim 2 \cdot 10^{-8}$ Па и за время ~ 14 час. При этом низкотемпературном окислении на поверхности нержавеющей стали, как показали проведенные анализы, образуется толстый слой окиси Fe, который задерживает диффузию H_2 из массы стали лучше, чем смесь окислов Cr (составляющих $\sim 1/5$ от общего объема окислов) и Fe, образующаяся при повторных прогревах и выпусках воздуха на полностью обезгаженную поверхность, и уменьшает диффузию H_2 \sim в 5 раз. Химический состав поверхностных слоев изучался электронной оже-спектроскопией и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопией.

Альтернативой барьерным слоям является покрытие очищенной поверхности нержавеющей стали стабильными химическими элементами или их соединениями. Так, $-Ti-$ в виде пленки на поверхности нержавеющей стали с последующим отжигом при $t = 400^\circ\text{C}$ (673 K) резко снижает уровень газоотделения [8]. Для снижения газоотделения в высокочастотных резонаторах ускорителей под действием высокоэнергетичных и высокочастотных полей авторы [30] разработали и применили методику осаждения слоя нитрида Ti из раскаленной Ti-проволоки в атмосфере аммиака, толщина слоя < 20 нм на всех металлических поверхностях резонатора. Авторы [31] сообщили о подавлении выделения H_2 из массы нержавеющей стали с помощью пленки TiN, которая наносилась либо реактивным испарением в разряде с полым катодом, либо магнетронным распылением.

В качестве покрытия, уменьшающего газовыделение стали, используется и нитрид бора, наносимый высокочастотным магнетронным распылением с толщиной слоя ~ 10 нм. Газовыделение с такой поверхности на 2 порядка меньше, чем с обработанной и электро(химически)полированной поверхности после прогрева ее до $t = 800^\circ\text{C}$ [32].

Как различные западные вакуумные фирмы на практике осуществляют процесс прогрева вакуумного отжига и создания на поверхности нержавеющей стали защитных, «запорных» для H_2 , слоев?

BNL и CERN работают с вакуумноплавленными сортами нержавеющей стали 316L и 316N, изготовленные из них детали вакуумных систем предварительно механически и химически обработаны. Элементы собираемой вакуумной системы помещаются в специальную вакуумную печь (сделанную из нержавеющей стали), откачиваются до одинакового вакуума $1 \cdot 10^{-5}$ торр ($1,3 \cdot 10^{-3}$ Па), затем происходит подъем t до максимальной и одинаковой для этих лабораторий $T_{\max} = 950^\circ\text{C}$ в BNL — за 4 часа, а в CERN — до 600°C со скоростью $50+150^\circ\text{C}/\text{ч}$, затем от 600 до 950°C чуть более, чем за 40 мин. Обе лаборатории производят выдержку при $T_{\max} = 950^\circ\text{C}$ 2 часа и при давлении $1 \cdot 10^{-5}$ торр и меньше, охлаждение до $500+600^\circ\text{C}$ за 1—0,5 ч. BNL на этом заканчивает цикл термообработки, а CERN напускает во внутрь сухие чистые 99,99% N_2 или Ar [11].

Quantum Mechanics Corp. (для обезгаживания сталей 300,304 ~ аналогов 12X18H9T стали) после механической и химической очисток вакуумные детали помещаются в вакуумную печь, отжиг производится в вакууме на 2 порядка больше, чем ранее обсуждаемое, $P_{\text{отжиг}} = 1 \cdot 10^{-7}$ торр ($1,3 \cdot 10^{-5}$ Па), и давление не должно подниматься выше $1 \cdot 10^{-6}$ торр во время вакуумного отжига. Максимальная температура отжига и время выдержки при ней не приво-

дятся, т.к. они определяются спецификой и назначением каждой создаваемой вакуумной установки [11].

Extrell Corp. — все предварительные операции такие же, вакуумный отжиг производится при давлении $1 \cdot 10^{-6}$ торр ($1,3 \cdot 10^{-4}$ Па). Температура отжига не указывается. Напуск сухого чистого N_2 производится в печь отжига при охлаждении до комнатной температуры [11].

Операция VII — очистка тлеющим разрядом (GDC). После вакуумного отжига предварительно механически обработанная и электрополированная поверхность приобретает некоторую зернистость из-за проявления границ отдельных кристаллов и наличия углеродных кластеров на них [18]. Выделяющиеся во время отжига H_2 и углеводороды из массы нержавеющей стали абсорбируются на поверхности и из-за резко восстановительной среды вакуума углеводороды теряют H_2 , оставляя на поверхности —C—. На этой же поверхности хорошо абсорбируются CO , CO_2 и H_2O [7,18]. Создание оптимального тлеющего разряда внутри вакуумного объема ускорителя или токамака, детали которых предварительно отожжены в вакууме, прекрасно очищает поверхность и дает возможность сделать ее почти атомночистой. Происходят одновременно кондиционирование и «закалка» поверхности, приводящие к уменьшению десорбции газов после каждого воздействия пучка в 1000 раз [11].

Сам тлеющий разряд являет собой смесь распыления с поверхности, десорбции, индуцированной ионами или нейтральными атомами, и эффектом возбуждения [11]. Возникающие при его горении ионы, электроны и нейтральные атомы бомбардируют поверхность, эффективно очищая ее.

BNL после очисток и отжига в вакууме производит очистку *тлеющим разрядом* в атмосфере $Ag + 10\%O_2$, анодом служит W-проволока с плюсовым напряжением ~ 400 В и $P_{\text{раб.}} = 2 \cdot 10^{-2}$ торр (3 Па). Тлеющий разряд проводят в чистых Ag , He , H_2 и в смесях $He + O_2$, $Ag + O_2$. Примесь O_2 увеличивает толщину пленки оксида Ag и окисляет углеводородные соединения до летучих окислов CO и CO_2 . Тлеющий разряд в $Ag + 10\%O_2$ эффективен, но может вызвать интенсивное распыление материала стенки [7,34].

Давление газа в разряде $p = 7,5 \cdot 10^{-3}$ торр = 1 Па. Но очистка в тлеющем разряде Ag/O_2 10% имеет очень серьезные недостатки:

— — Ag — как тяжелый газ вызывает интенсивную ионную эрозию поверхности и внедряется в подвергнутый эрозии слой. Затем, медленно десорбируясь, вызывает скачки давления;

— рассеяние электронов пропорционально Z^2 (Z — порядковый номер элемента), поэтому присутствие в пучке элемента с большим Z , каким является — Ag —, нежелательно;

— — Ag — трудно откачивается НЭМ-ми и совсем не откачивается Ti-сублимационными насосами [7,34,35].

Тлеющий разряд в *чистом* O_2 , опробованный авторами [34,36], значительно уменьшил десорбцию, но вся медь в системе окислилась с образованием полупроводникового слоя. Использование разряда *в водороде* хорошо снижает величину десорбции и, по мнению H.F.Dilla [37], не дает значительного распыления конструкционных материалов. А авторы [34] после проведения очищающего разряда этого типа получили короткое замыкание, вызванное наличием пленки — Cu — на изоляции.

Mathewson с коллегами [38] установил, что преобладающие в водородном разряде ионы H_2^+ , соприкасаясь с поверхностью, дают 2 протона с энергией 200 эВ, при которой распыляется мало материалов. Но есть в разряде 20% ионов H^+ , дающих при этом соприкосновении 400 эВ, что обеспечивает распыление $\sim 10^{18}$ ионов/см². Этого достаточно для осаждения на изоляции слоя материала катода. Давление H_2 в разряде — $5 \cdot 10^{-2}$ Па.

Авторы работы [20] опубликовали данные проведенных экспериментов по очистке в *тлеющем разряде* He/O_2 10%. Подтвердилось, что смесь He/O_2 10% обладает лучшим очищающим эффектом, значительно уменьшает десорбцию проблематичных газов и обладает умеренным фактором распыления. Они подтвердили образование на изоляции проводящей металлической пленки при отсутствии O_2 .

Исходя из вышесказанного относительно очистки тлеющим разрядом, можно рекомендовать тлеющий разряд He/O_2 10% как *самое оптимальное средство очистки стенки* вакуумной системы. Режим разряда, его длительность подбираются опытным путем для каждой установки [7].

Рекомендуется его проводить после каждого вскрытия больших вакуумных систем на атмосферу. Тлеющий разряд чистит объемы любой конфигурации.

Его недостатки: а) приспособления для его проведения громоздки и сложны;

б) имеет место эффект экранизации, из-за которого в местах непрохождения разряда остаются загрязнения;

в) т.к. разряд трудноуправляем, возможны повреждения поверхности избыточным разрядом [11].

Операция VIII — очистка поверхности реактивными газами РГО (RGC). Это метод низкотемпературной вакуумной очистки поверхности нержавеющей стали с применением реактивных газов, напускаемых в вакуумную систему. Реактивные газы (O_2 , NO) производят очистку поверхности через процес-

сы окисления или (и) восстановления с помощью H_2 , NH_3 — напуском их либо в вакуумную печь, где находится обрабатываемая деталь, либо в вакуумную систему непосредственно.

BNL обрабатывает вакуумную систему из нержавеющей стали следующим образом.

После механической, химической обработок поверхности и вакуумного отжига деталь помещается в вакуумную печь, где прогревается до $T = 200^\circ C$ ($473 K$) в течение 24 ч и $P_{\text{раб.}} = 1 \cdot 10^{-7}$ торр ($1,3 \cdot 10^{-5}$ Па), затем производится напуск чистой $\sim 99\%$ NO через вентиль-натекатель и давление во время цикла поддерживается равным $1 \cdot 10^{-3} + 1 \cdot 10^{-4}$ Па. По масс-спектрометру контролируют парциальное давление углеводородов, CO и NO ($m/e = 28,41$ и 76). В ходе операции эти пики сначала увеличиваются на порядок, а затем снижаются, что объясняется разрушением и удалением поверхностных -C- и углеводородных соединений под действием NO; увеличение пика NO и уменьшение пика CO означает окисление слоев загрязнений. Операция заканчивается, когда пики углеводородов на масс-спектре исчезают, а пик NO становится в 3 раза больше пика CO.

Преимущества этого метода:

- удаляются остаточные загрязнения, сильно и слабо связанные с поверхностью;
- очистка происходит равномерная и полная, независимо от формы поверхности;
- низкая рабочая температура процесса;
- т.к. нет разряда, поверхность детали не повреждается, но образуется слой стабильных оксидов всех элементов поверхности, что для вакуума не очень хорошо [11].

Необходимо отметить и механизм *очистки поверхности воздействием интенсивного излучения*: ультрафиолетового, лазерного либо потоком электронов изнутри без оплавления стенки вакуумного объема. Лучше всего чистке излучением поддаются полированные поверхности. При правильно подобранной мощности излучения поверхность не будет корродировать и на ней не будут происходить структурные изменения [6,39,40].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для достижения ВВ и СВВ в вакуумных системах ускорителей нужно провести тщательную обработку внутренних поверхностей деталей вакуумного тракта с целью снятия шероховатости и придания им гладкости с одновременным удалением насыщенных поверхностных загрязнений.

В этой работе рассматриваются и виды загрязнений на поверхности вакуумных деталей, их классификация, характеристики видов загрязнений, их отрицательное влияние на вакуум.

Поскольку предложенная схема обработки построена на тщательном анализе современного российского, американского и западноевропейского опыта и опыта самого автора, она должна найти применение в практике обработки внутренних поверхностей элементов вакуумных систем ускорителей заряженных частиц.

Наибольшее количество загрязнений имеют конструкционные материалы (нержавеющая сталь) в состоянии поставки.

Предлагаемая механическая очистка на I-м этапе удаляет грубые загрязнения, на II-м этапе — снятие поверхностного слоя на глубину 0,63 мм — удаляет поверхностные загрязнения и придает поверхности определенную гладкость. Вместе с последующими обезжириванием, промывкой и сушкой детали обеспечивается вакуум с $P_{\text{min}} = 1 \cdot 10^{-1}$ Па ($7,5 \cdot 10^{-4}$ торр) и уменьшается газоотделение на $\sim 1,5$ порядка. Применение же электрохимполивки с последующими тщательными промывками — еще на 2 порядка, и уровень газоотделения становится величиной $\sim 10^{-7}$ м³·Па/(м²·с), а выбранный оптимальный прогрев вакуумной системы ускорителя из нержавеющей стали до температур $400+500^\circ C$ ($673+773 K$) в течение 24+30 ч снижает величину газоотделения до значения $\sim 10^{-9}$ м³·Па/(м²·с) и при получении $P_{\text{раб.}} \leq 1 \cdot 10^{-7}$ Па.

Создание же на поверхности нержавеющей стали «запирающих» водородбарьерных слоев в виде защитных пленок оксидов, нитридов, затем очистка поверхности в тлеющем разряде, лучше всего He + 10% O₂, и в случае необходимости очистка поверхности реактивными газами (O₂, NO) ведет к дальнейшему освобождению поверхности от сохранившихся на ней загрязнений, и ее дальнейшему кондиционированию.

При этом имеет место значительное уменьшение газоотделения и, соответственно, предельного вакуума на 2+3 порядка, т.е. значений величины газоотделения 10^{-12} м³·Па/(м²·с) и $P_{\text{min}} \sim 10^{-10}$ Па при условии, что для от качки монтируемой вакуумной системы ускорителя используются современные безмасляные средства создания вакуума.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРЕДЛАГАЕМАЯ ОПТИМАЛЬНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ОЧИСТКИ МЕДИ [8,11,41]

1. Экструзия вакуумной детали нужной формы;
2. Механическая обработка детали:
 - а) с целью удаления грубых загрязнений с поверхности;
 - б) обработка поверхности твердым резцом с целью удаления поверхностных загрязнений с нее и придания ей гладкости;

3. Обезжиривание в горячих, последовательно расположенных ваннах дихлорэтана (трихлорэтилена), промывки (как для нержавеющей стали).

4. Промывка в ультразвуковой ванне в щелочном растворе НПАВ, промывки (см. обработка нержавеющей стали).

5. а). Химическое полирование с последующими тщательными промывками (см. обработка нержавеющей стали).

Состав для химического полирования:

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

Тимочевина

б). Травление в 50% р-ре HCl (поверхность грубая).

6. Пассивирование поверхности в растворе 80 г/л Cr_2O_3 и 3 см³/л H_2SO_4 .

7. Тщательные промывки в холодной/горячей проточных водах, 2 последние — в деионизированной воде с контролем сопротивления смывных вод (оно должно быть ~ 10^6 Ом/см).

8. Сушка опусканием в ванну с чистым спиртом (этанолом, метанолом, изопропаном).

9. Сушка в чистом помещении горячим воздухом (промышленным феном) либо сухим N_2 .

10. Отжиг в вакууме при $P < 2 \cdot 10^{-6}$ Па и $t = 250+350^\circ\text{C}$. При $T_{\text{отжига}} = 250^\circ\text{C}$, $\tau \approx 45$ ч.

ЛИТЕРАТУРА

1. Луфт Б.Д., Шустина А.Л. — «Очистка деталей электронных приборов», М.: Энергия, 1968.
2. Розбери Ф. — «Справочник по вакуумной технике и технологии», М.: Энергия, 1972.
3. Уэстон Дж. — «Техника сверхвысокого вакуума», Мир, 1988.
4. Проспект фирмы «Nor-Cak Products», USA, 1992.
5. Саксаганский Г.Л. — «Основы расчета и проектирования вакуумной аппаратуры», Машиностроение, 1978.
6. Материалы семинара «Вопросы очистки в вакуумной технологии», Будапешт, издание Венгерского физического общества, 1981.
7. Глазков А.А., Саксаганский Г.Л. — «Вакуум электрофизических установок и комплексов», М.: Энергоиздат, 1985.

8. Аммосова Л.М., Цейтлин А.Б. — Методы обработки внутренних поверхностей вакуумных систем, обеспечивающих получение высокого и сверхвысокого вакуума», ж-л «Вакуумная техника и технология», 1994, т.4, №1, с.3.

9. Hablanian M. — VARIAN Associates, Inc., Частное сообщение.

10. Varian Vacuum Products Catalog, 1995/96.

11. Tito Sasaki Y. — J. Vac. Sci. Technol. — A, 1991, vol.9, No.3, p.2025.

12. Марч Джерри — «Органическая химия», Мир, 1987.

13. Wu D., Outlaw R. et al. — «An Auger Electron Spectroscopy Study of Surface Preparation Contaminants», Nasa-Langley, 1989.

14. Mathewson A.G. — In: Proc. of the Intern. Symp. on Plasma Wall Interactions, Juelich, 1976.

15. Hoyt E.W. — SLAC Internal Memorandum, № 5-21-90, 1990.

16. Brand J.F., Kaan A.P. — Vacuum, vol.30, No.7, p.249.

17. Boschi A., Ferro C. et al. — J. Vac. Sci. & Technology, 1979, No.16, p.1037.

18. Tsukui K., et al. — J. Vac. Sci. & Technol. — A, 1993, vol.11, No.2, p.417.

19. Вертеш М.Н. — Сообщение ОИЯИ, Дубна, 1990.

20. Малышев О.Б. — Частное сообщение, ИЯФ, Сибирское отделение Академии наук.

21. Seo M., Sato N. — Trans. Jpn. Instrum. Met., 1980, No.21, p.805.

22. Kato S., Aono M. et al. — J. Vacuum Sci. & Technol. — A, 1990, vol.8, p.2860.

23. Calder R., Lewin G. — Brit. J. Appl. Phys., 1987, No.18, p.1459.

24. Vau V., Stechemesser H. — «Layout and Design of the Vacuum System for the Cooler Synchrotron Cosy at Julich», Proc. of the IV-th European Vacuum Conference, 1994.

25. Conville G.T.Mc., et al. — Fusion Technol., 1985, No.8, p.2245.

26. Moore B.C. — Report NMSF-25103, NASA. Marshall Space Flight Center, 1979.

27. Lindbland Th. et al. — Vacuum, 1987, vol.37, p.293.

28. Succi M. et al. — Proc. of the 9-th Intern. Symp. on Contamination Control, 1988.

29. Ishikawa YU., Yoshimura T. — J. Vac. Scien. & Technol.— A, 1995, vol.13, No.4, p.1847.

30. Grieffe R.J., Cornelius W.D. — J. Vac. Scien. & Technol.— A, 1989, vol.7, No.3, p.2515.

31. Saiton K. et al. — Proc. of the Intern. Vacuum Congress, Hague, 1992, p.129.

32. Fujita D., Homma T. — J. Vac. Scien. & Technol.— A, 1988, vol.6, p.2306.

33. Adams R.O. — J. Vac. Scien. & Technol.— A, 1983, vol.1, No.12.

34. Crank P.A., — J. Reid. Vacuum, 1992, vo.43, No.1/2, p.41.

35. Vertes M. — Vuoto, 1990, vol.XX, No.2, p.315.

36. Trickett B.A. — Vacuum, 1978, vol.29, p.471.
 37. Dylla H.F. — J. Vac. Scien. & Technol.— A, 1988, vol.6, p.1276.
 38. Mathewson A.G. et al. — Vacuum, 1981, vol.32, p.337.
 39. Тагиров Р.Б. и др. — «Изменение поверхностных свойств материалов после их облучения в вакууме мощными импульсными лампами», ЦИНТИ Химнефтемаш, 1980, вып.1, с.31.
 40. Danielson P. — Microelectr. Manufact. & Testing, 1990, vol.3, No.8, p.24.
 41. Rosenberg R.A. et al. — J. Vac. Scien. & Technol.— A, 1994, vol.12, No.4, p.1755.

Рукопись поступила в издательский отдел
 23 апреля 1996 года.

Вертеш-Туняк М.Н.

P9-96-20

Очистка поверхностей деталей вакуумного тракта
 для сверхвысокого вакуума физических установок

Предлагаемая в этой работе схема очистки деталей из нержавеющей стали построена на тщательном анализе опыта советских ведущих вакуумных организаций, опыта мировых вакуумных фирм и физических институтов, своего опыта, а также анализа материалов специального отчета подкомитета Американской вакуумной ассоциации. В ней рассматриваются виды загрязнений на поверхности вакуумных деталей, их классификация, характеристики видов загрязнений, их отрицательное влияние на вакуум. Описываются принципы выбора конструкционных материалов, общие правила технологии очистки и рекомендуемая очистка деталей вакуумного тракта из нержавеющей стали для создания СВВ в физических установках.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им.И.М.Франка ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1996

Vértes-Tunjak M.N.

P9-96-20

Cleaning Parts for UHU of Physical Equipment

On the base of experiences of prominent soviet organizations and other world-wide known vacuum firms and Institutes Physics, as well as on the base of analysis of the report of the subcommittee of the American Vacuum Society (AVS) and our own experience a scheme of cleaning parts for UHU of stainless steel has been reported. In the first part of this paper the following is reviewed: form and classification of contaminations, their source and their negative effect to vacuum. The position of contaminations on the surface of vacuum parts is also mentioned. Principles of choice of vacuum materials, main rules of technological cleaning and recommended technology of cleaning parts of stainless steel of the vacuum system for creating UHU of physical equipments are described.

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

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1996