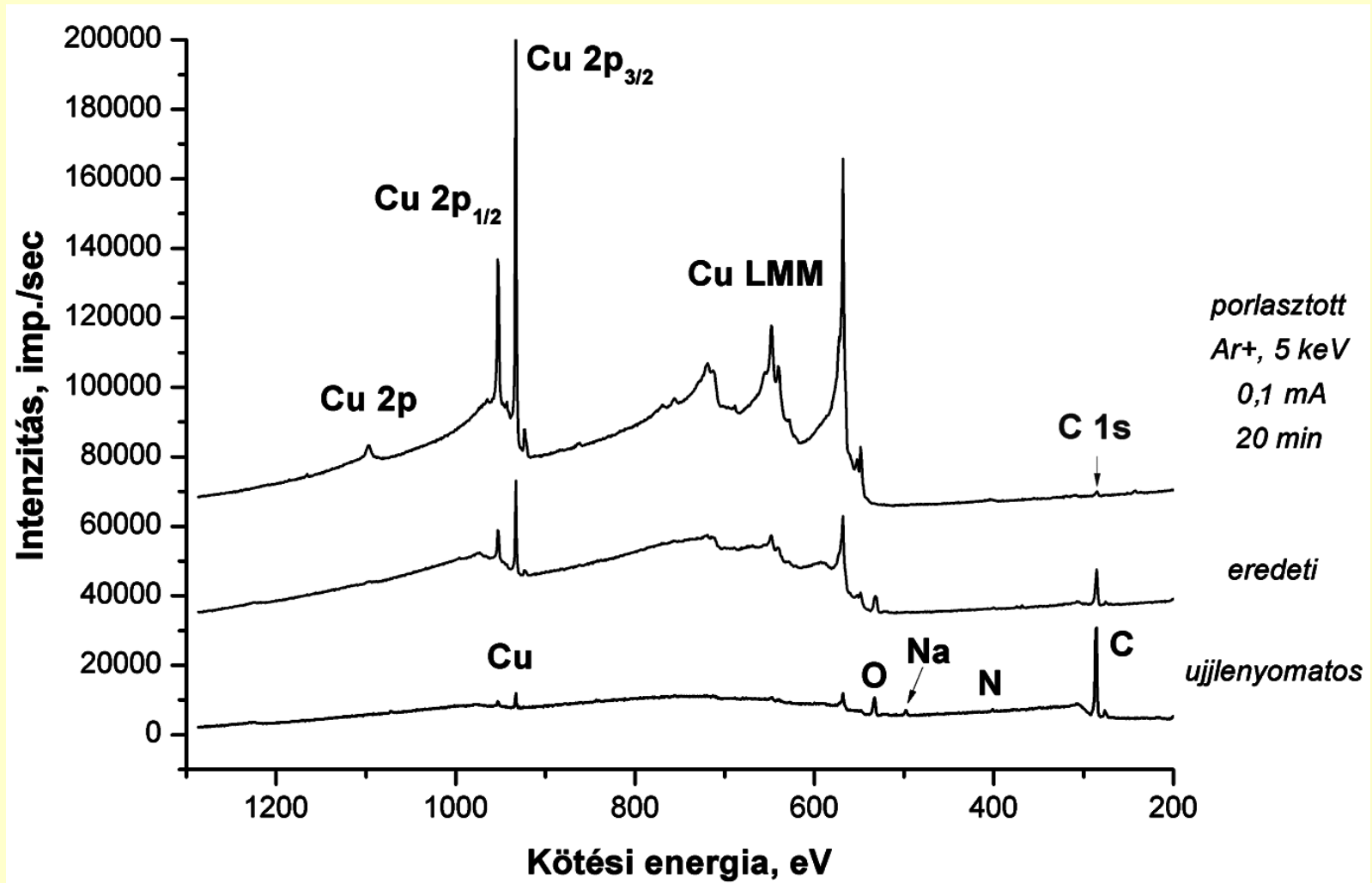


*Bohátka Sándor és Langer Gábor*

## 12. VÁKUUMELEMEK, VÁKUUMRENDSZEREK TISZTÍTÁSA ÉS FELÜLETÉNEK MÓDOSÍTÁSA

## 12. VÁKUUMELEMEK, VÁKUUMRENDSZEREK TISZTÍTÁSA ÉS FELÜLETÉNEK MÓDOSÍTÁSA

Alapelv: azt a gázt/gőzt, amelyet szennyezésként nem viszünk be a rendszerbe, nem is kell elszívunk a későbbiekben.



12.1. ábra. Rézlemez felületének fotoelektron-spektruma eredeti gyári, kézzel összefogdosott és Ar<sup>+</sup> ionokkal leporlasztott tiszta felületen [VT1].

**Az „5. Felületi jelenségek, kigázosodás” fejezet tárgyalásánál már láttuk, hogy a vákuumteret határoló felületek tulajdonságai nemcsak a vákuumra történő szívás idejét, de az elérhető vákuum nagyságát is döntően meghatározzák. Ezzel magyarázható, hogy mielőtt egy vákuumrendszert különböző elemekből összeraknánk, vagy elszennyezett vákuumrendszerben újra megfelelő vákuumot szeretnénk előállítani, a felhasználandó alkatrészek, eszközök felületét gondosan elő kell készítenünk. Az előkészítés folyamata magában foglalja a tisztítást és felületmódosítást.**

***A tisztítás során a felületek szennyezettségét, az elérni kívánt végvákuum nagyságához képest, elfogadható mértékre kell csökkenteni.***

***A felületmódosítással a vákuumelemek felületét, a felületi durvaság befolyásolásával redukálhatjuk (durva felület növeli a szennyezések adszorpciójára rendelkezésre álló területet ), megváltoztathatjuk a kigázosodási, valamint a mechanikai tulajdonságokat.***

**A leggyakrabban alkalmazott eljárások: mechanikai csiszolás és polírozás, oldószeres mosás, kémiai maratás, elektropolírozás, üveggyöngy szórás, ionbombázás, passziválás.**

Sokféle gyakorlati recept, tisztítási eljárás van forgalomban, amelyeket a tapasztalatok igazoltak. Receptek átvételekor győződjünk meg arról, hogy az a mi körülményeinkre, feltételeinkre alkalmas-e. A következőkben elsősorban a labor körülmények között kivitelezhetőket ismertetjük részletesebben.

### Általános megjegyzések:

- Az eszközöket tisztítás és minden közbenső művelet előtt szemrevételezéssel meg kell vizsgálni, hogy a tömítő élek, felületek karcolás- és sérülésmentesek legyenek. A sérülések a majdan összeépített rendszerben szivárgást okozhatnak.
- Az alkatrészeken különös figyelemmel kell kezelni minden művelet során azokat a részeket, amelyek szennyezések rejtett hordozói lehetnek (zsákfuratok, rések, belső terek stb.)
- Az első tisztítási folyamat után már mindvégig csak kesztyűben (polietilén, vinil, cérna) fogjuk meg az alkatrészeket
- A megtisztított eszközöket azonnal csomagoljuk be tiszta alumínium fóliába, majd tegyük polietilén tasakba, és lehetőleg száraz nitrogén atmoszférában zárjuk le a tasakot.
- ***A tisztítás során használt oldószerek, savak, lúgok kezelésekor a vonatkozó egészségügyi és biztonsági előírásokat szigorúan be kell tartani!***

## **12.1. MECHANIKUS TISZTÍTÁS**

A mechanikus tisztítás első lépéseként a forgácsok, morzsalékok, por stb. sűrített levegővel történő eltávolítása szükséges. A következőkben a felület olaj, zsír és kenőanyag szennyezettségét kell megszüntetni. Erre a célra szerves oldószert lehetőleg csak a minimális mennyiségben használjunk. Ha szükség van rá, akkor detergenst (lúgos mosószert), illetve csak erősen illékony, kis móltömegű oldószert (pl. etil-, vagy izopropil-alkohol) alkalmazzunk. Benzinszármazékok (petroléter is) kerülendők!

A oldószeres mosás után mindig bőven öblítsük le a felületet vízzel, majd desztillált vízzel, hogy beszáradó nyomok ne maradhassanak rajta.

*Mechanikus csiszolást, polírozást csak tiszta felületen végezhetünk!*

### **Csiszolás, polírozás**

A kívánt felületi durvaságot az alkalmazott csiszoló, polírozó porok szemcseméretének fokozatos csökkentésével érhetjük el. A munkafolyamatokban kerüljük a drótkefék, reszelők, durva csiszolók, polírozó paszták és hasonlók használatát. Megfelelő eljárás, ha a csiszoló, polírozó porokból valamint desztillált vízből, etil-alkoholból vagy izopropil-alkoholból szuszpenziót készítünk, és ezt kenjük fel alkalmas polírozó korong felületére. A kereskedelemben kapható, elsősorban alumínium-oxidos finom csiszolóvásznak is használhatók.

Leggyakrabban alkalmazott csiszoló anyagok a SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>4</sub>C, gyémántpor és a ritkaföldfém oxidok.

A karbidos csiszolóanyagokat lehetőleg csak a durva csiszolási fázisban használjuk. A felületen visszamaradó karbid szemcsék ultra-nagyvákuum körülmények között a szén háttérrel növelik.

A magas széntartalmú acélok csiszolását kerüljük. A munkafolyamat közben a lokálisan magas hőmérsékletre felmelegedő felületen szén kiválások keletkezhetnek, amely szintén zavaró háttérrel adhat.

A mechanikai tisztítást minden esetben mosószeres mosás, majd vizes, azután desztillált vizes öblítés, meleg légárammal történő szárítás (kályházás vákuumban) kell hogy kövessen.

## ***12.2. SZÉN-DIOXID HAVAS FÚVÁS***

Rendkívül finom „csiszolási” folyamatnak tekinthető. Elsősorban érzékeny optikák és tükrök tisztítására alkalmazzák. A szén-dioxid hó kiválóan oldja (valószínűleg a CO<sub>2</sub> hó és a felület között kialakuló folyadék fázis miatt) a zsírokat (ujjlenyomatok), olajokat és szénhidrogéneket. Elpárolog, nem hagy nyomot a tisztított felületen.

## **12.3. KÉMIAI TISZTÍTÁS**

A kémiai tisztítási módszereket két csoportra oszthatjuk: az oldószeres mosásra és a kémiai maratásra. Az ultrahangos rázás mindkét esetben növeli a módszerek hatékonyságát.

### **12.3.1. Oldószeres mosás**

A folyamat során az alkalmazott vegyszerek (triklóretilén, etilalkohol, metilalkohol, izopropil-alkohol, különböző detergensek) egy része egyszerűen feloldja és lemossa a szennyezést, mások kémiai reakcióval hatnak, megint mások (pl. a detergensek) csökkentik a szennyezés és a felület közötti tapadást biztosító vonzóerőt. Fontos szempont, hogy maga az alkalmazott vegyszer ne tartalmazzon szennyező anyagokat. *Sok kémiai tisztítószerre országonként esetlegesen változó tiltások és megszorítások érvényesek. Ezeket szigorúan be kell tartanunk. Használat előtt meg kell ismernünk a konkrét tulajdonságait, és szakember tanácsát célszerű kikérnünk.*

### **12.3.2. Kémiai maratás**

A kémiai maratáskor a marószer és a szilárd fázis közötti határfelületen olyan kémiai reakció zajlik le, amelynek terméke a marószerben oldódik. Leggyakrabban használt savak, lúgok a NaOH, HF, HNO<sub>3</sub>. A módszer sikeresen alkalmazható felületi oxid-rétegek, a felülethez erősen kötött szennyezések eltávolítására. A kémiai maratás jelentősen növelheti a fémek hidrogén tartalmát, amely ultranagyvákuum előállítás esetén hátrányos.

## **12.4. ELEKTROPOLÍROZÁS**

Az eljárás a galvanizálás fordított folyamata. A galvanizáláskor az elektrolitból fémionok kerülnek a bevonandó felületre. Az elektropolírozásnál a munkadarabról történik anyagleválasztás. Elektrolitként leggyakrabban foszfor- és kénsav elegyét használják (az alkalmazható elektrolit függ az anyagi minőségtől) és a munkadarab anódként van bekötve az áramkörbe. Az elektrolit hőmérsékletét állandó értéken tartják. A folyamat révén jelentősen csökkenthető a munkadarab felületi durvasága, ami nemcsak esztétikai szempontból előnyös, hanem az adszorpció megelőzése szempontjából is fontos. Az eljárás a kémiai maratáshoz hasonlóan növeli a fémek hidrogén tartalmát.

## **12.5. ÜVEGGYÖNGY SZÓRÁS**

Az üvegyöngy szórást csak előtisztított felületen, tiszta, más célra még nem használt üvegyönggyel végezhetjük. A folyamatban a nagy sebességgel mozgó üvegyöngyök eltávolítják az erősen kötött szennyezéseket és egyben tömörítik is a felületet, valamint csökkenthetik (az üvegyöngy méretétől függően) annak durvaságát. A felület tömörítése előnyös a kigázosodás szempontjából.



## **12.6. IONBOMBÁZÁS**

**Ionbombázás segítségével hatékonyan távolíthatók el a fémek felületén fizikailag vagy akár kemiszorpcióval kötött gázok. Az ionbombázásos tisztítást általában külön vákuumrendszerben végzik, amelyben nemesgázokból,  $O_2 - H_2$  keverékből, adott nyomáson ( $\sim 10^{-2}$  mbar) nagyfrekvenciás tér segítségével plazmát állítanak elő. A munkadarab és a plazma közötti potenciálkülönbség hatására a plazma ionjai bombázzák a tisztítandó felületet. Az oxigén vagy hidrogén ionok hatékonyan távolítják el a szénhidrogéneket. Általában a tisztítási folyamat utolsó lépéseként használják.**

**A parázskisülés segítségével lehetőség van vákuumrendszerek falának „in situ” tisztítására. Ebben az esetben a földelt falhoz képest a beépített pozitív elektródra nagyfeszültséget kapcsolnak, és nemesgázt (általában Ar-t) engednek a vákuumrendszerbe. Megfelelő nyomáson ( $10^{-2} - 10^{-3}$  mbar) kialakuló parázskisülés ionjai bombázzák, tisztítják a belső felületeket.**

## **12.6. PASSZIVÁLÁS**

A passziválás a tisztítás szempontjából olyan eljárás, amellyel nehezítjük a szennyezők megtapadását a felületen, vagy csökkentjük a vákuumrendszer alkotó anyagokból gázok bejutását (permeációját, diffúzióját ) a vákuumtérbe. A folyamat során a felületeken diffúziós gátat képező réteget alakítunk ki.

Néhány példa:

- levegőn való kályházással, parázskisüléssel vagy más módon előállított oxid filmek;
- bevonatok (pl. porlasztással előállított TiN vagy BN réteg).
- aktív rétegek, pl. getterek

## **12.7. LABORATÓRIUMI KÖRÜLMÉNYEK KÖZÖTT IS ALKALMAZHATÓ TISZTÍTÁSI ELJÁRÁSOK**

*A következőkben a vákuumtechnikában gyakran használt anyagok laboratóriumi körülmények között is elvégezhető tisztítási eljárását adjuk meg.*

## **Rozsdamentes alkatrészek egy tisztítási eljárása**

Egy házilag kipróbált eljárás, amely szemre is nagyon látványos hatással van a felület kinézetére. Az így tisztított alkatrészekkel  $10^{-8}$  mbar alatti nyomás hamar elérhető volt. A nedves műveleteket gyors egymásutánban végezzük el, hogy a munkadarab ne hűljön ki, ne száradjon meg. A mosás hatékonyságát ultrahangos mosókád alkalmazása fokozza - különösen zegzugos alkatrészek, menetes darabok esetén.

- 1. Távolítsuk el a forgácsokat, reszelékeket a mechanikus tisztítás leírt szabályai szerint, illetve a szemmel látható szennyezéseket egyszerűen letörléssel.**
- 2. Mossuk le adalékmentes Ultra mosópor forróvizes oldatával, műanyag kefével dörzsölve.**
- 3. Alaposan öblítsük le forró vízzel. Szükség esetén ezt az előző művelettel együtt ismételjük meg. Rázzuk le a vízmaradékot.**
- 4. Alaposan öblítsük le ionmentes, lehetőleg forró vízzel, rázzuk le a vízmaradékot.**
- 5. Öblítsük le analitikai tisztaságú etil-alkohollal – ez a drágasága miatt opcionális művelet.**
- 6. Szárítsuk meg forró kemencében vagy levegősugárral.**
- 7. Csomagoljuk be Al fóliába, majd zárjuk le légmentesen műanyag tasakba, száraz  $N_2$  vagy Ar atmoszférában.**

## **Alumínium tisztítási eljárása**

- 1. Mártjuk NaOH 45g/ℓ-es oldatába 45 °C hőmérsékleten 1 – 2 percig.**
- 2. Öblítsük le forró ionmentes vízzel.**
- 3. Merítsük be savas fürdőbe, amely salétromsavat (50 térfogat %) és fluorsavat (3 térfogat %) tartalmaz.**
- 4. Alaposan öblítsük le forró ionmentes vízzel.**
- 5. Szárítsuk meg forró levegővel.**
- 6. Csomagoljuk be alumínium fóliába és polietilén tasakba száraz nitrogénben.**

## **Réz tisztítási eljárása**

**A legtöbb esetben a rezet ugyanúgy lehet tisztítani, mint a rozsdamentes acélt. A réz különösen érzékeny felületi foltosodásra, az ujjlenyomatok is erősen látszanak. Ha bizonyos körülmények között (feketés színezetű) oxidréteg képződik és az csak vékony, akkor nem okoz nagy gondot vákuumban, mert termikusan könnyen disszociál. A vastagabb oxidrétegeket el kell távolítani.**

**A vastag oxidréteg eltávolítására a következő savas fürdő ajánlott:**

**a 60 ml foszforsav, 10 ml salétromsav, 10 ml ecetsav és 8 ml víz alkotta fürdőbe 4 percig áztatjuk a munkadarabot ( a mennyiség arányosan növelhető ). A forró, ionmentes vízzel történő alapos öblítés és száraz levegős szárítás elengedhetetlen. Csomagoljuk be alumínium fóliába és polietilén tasakba száraz nitrogénben.**

## **Egyéb fémek**

A titánt, tantált, wolframot és berilliumot úgy tisztíthatjuk, mint a rozsdamentes acélt, de a mérgező berilliumra vonatkozó szigorú rendszabályok külön betartandók.

## **Üveg**

Egyszerű detergensek és forró vizes mosás hatásos az üvegre. Megismételjük, amit a higanyos vákuummérőknél említettünk, hogy ott savazás is szükséges.

## **Kerámiák**

Nagy finomságú alumínium-oxid porral ionmentes víz vagy etil-alkohol, izopropil-alkohol hordozón, tehát nem száraz, hanem nedves eljárással le tudjuk dörzsölni a szennyezéseket az alumínium-oxid és berillium-oxid kerámiákról. Másik megoldás: ~1000 °C-on (illetve amilyen hőmérsékletet még elvisel az adott anyag) ki kell égetni levegőn, és a szennyezések eltávoznak a felületi pórusokból is.

## **Gumik**

Oldószerek oldódnak a gumiban, ezért kerüljük oldószerek használatát. Száraz, szőszmentes törlőkendővel töröljük meg. A maradék zsírszennyezést híg KOH oldattal moshatjuk le, majd desztillált vízzel öblítsük le, végül kb. 70°C-on szárítsuk.