



# **Technische Spezifikation**

**Nr.: Vakuum 005/2008  
Version 1.6 / 22.09.2010**

**Richtlinien für UHV-Komponenten bei DESY**

U. Hahn (FS-BT), K. Zapfe (MVS)

## Inhaltsverzeichnis

1	Allgemeine Informationen.....	3
1.1	Einleitung .....	3
1.2	Materialien.....	3
1.3	UHV-gerechte Konstruktion.....	4
2	Richtlinien für UHV-Bauteile .....	4
2.1	Fertigung und Montage .....	4
2.2	UHV-gerechte Reinigung .....	5
2.3	Vakuumprüfungen.....	5
2.3.1	Leckprüfung .....	5
2.3.2	Kohlenwasserstofffreiheit und Desorptionsrate .....	5
2.4	Verpackung.....	5
3	Partikelfreie UHV-Komponenten .....	7
3.1	Konstruktion .....	7
3.2	Reinigung und Montage .....	7
3.3	Verpackung.....	7
4	Spezialbehandlungen von UHV-Komponenten .....	8
4.1	Entgasungsglühen .....	8
4.2	Verkupferung/Beschichtung von UHV-Komponenten .....	8
5	Anhang A .....	9

# 1 Allgemeine Informationen

## 1.1 Einleitung

Ein effektiver und fehlerfreier Betrieb von Strahlführungssystemen an Beschleunigern und deren Experimenten ist eng verbunden mit dem Einhalten der Bedingungen für Ultrahochvakuum (UHV). Das vorliegende Merkblatt enthält Richtlinien, Regeln und wichtige Hinweise für die Konstruktion, den Bau, die Reinigung, notwendige Abnahmetests und die Handhabung von UHV-Komponenten, die in die Vakuumsysteme der Strahlführungen für Teilchen und Photonen sowie die Schnittstellen zu den Experimenten bei DESY eingebaut werden sollen.

**Abweichungen von den hier aufgeführten Richtlinien sind vor Durchführung der entsprechenden Schritte mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT abzustimmen.**

## 1.2 Materialien

Für die Fertigung der Vakuumbauteile dürfen nur UHV-gerechte Ausgangsmaterialien verwendet werden. Eine Auswahl geeigneter und nicht geeigneter Werkstoffe für Anwendungen im UHV ist in der Tabelle 1 zusammengestellt. Bei Komponenten aus austenitischem Stahl, im Folgenden als Edelstahl bezeichnet, für Teilchen-Strahlführungen ist auf den Ni-Gehalt bzw. die Permeabilität zu achten. Eine abweichende Materialauswahl ist nur mit Zustimmung mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT vor Fertigungsbeginn zulässig.

	Geeignete UHV-Materialien	Ungeeignete UHV-Materialien
<b>reine Materialien</b>	Aluminium Indium Kupfer Molybdän Silizium Tantal Titan Wolfram	Zink Kadmium Blei
<b>Edelstahl</b>	<i>bevorzugte Typen sind:</i> 1.4429 1.4435 1.4404 (siehe auch DESY Material Spezifikationen Vakuum 002/2008, Vakuum 003/2008 und Vakuum 006/2009)	
<b>Legierungen</b>	Geeignete Aluminiumlegierungen AMPCO® 18 Kupfer-Beryllium DENSIMET® INCONEL® 600 oder 718 Mu-Metal Zinn-Bronze (z. B. CuSn 8) GLIDCOP®	Legierungen mit: Zink (z.B. Messing) Blei
<b>Isolatoren</b>	<i>bevorzugte Typen sind:</i> Aluminium Keramik Macor* Saphir	Organische Materialien (mit einigen Ausnahmen)

**Tabelle 1:** Auswahl von geeigneten und ungeeigneten UHV-Materialien.

\* für Anwendungen in Beschleunigern nur nach Rücksprache mit der DESY Fachgruppe MVS

### 1.3 UHV-gerechte Konstruktion

- Konstruktionen wählen die
  - virtuelle Lecks vermeiden (siehe auch Anhang A),
  - eine problemlose Reinigung ermöglichen (z.B. unzugängliche Volumina vermeiden). Dies ist besonders wichtig bei geforderter Partikelfreiheit (siehe Abschnitt 3).
- Löt- oder Schweißverbindungen dürfen nicht als Trennung zwischen UHV und Wasser benutzt werden.

## 2 Richtlinien für UHV-Bauteile

### 2.1 Fertigung und Montage

- Alle Teile vor dem Fügen gründlich reinigen und entfetten – z.B. durch
  - Vorreinigung z.B. mit einem Hochdruckreiniger zur Beseitigung grober Verschmutzungen und anschließende Reinigung mit geeignetem Reinigungsmittel;
  - Beizen – das verwendete Beizbad muß für das Material und das Beizen von UHV-Komponenten geeignet sein. Die anschließende Spülung mit deionisiertem Wasser muss unmittelbar nach dem Beizen erfolgen. Flansche nicht beizen. Mögliche Beizverfahren sind:
    - Aluminium: Verdünnte NaOH, Wasserspülung, Dekapierung<sup>1</sup> mit verdünnter Salpetersäure, Wasserspülung, Trocknung
    - Edelstahl: Wässrige Lösungen auf der Basis von HF + HNO<sub>3</sub> oder HF + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Wasserspülung, Trocknung
- Schweißnähte grundsätzlich auf der Vakuumseite von Behältern ausführen. Wenn ausnahmsweise von außen geschweißt wird, muss mit Schutzgas von innen formiert werden. Es ist darauf zu achten, dass hierbei keine Spratzer im Vakuumraum und keine Lunker in der Schweißnaht oder ein Durchhang entstehen. Gegebenenfalls ist eine Abdeckung von innen notwendig. Die Nähte müssen voll durchgeschweißt werden.
- Zulässige Schweißverfahren: Wolfram-Inert Gas (WIG), MIG, Plasma, Elektronenstrahl, Laser.
- Zum Bürsten von Schweißnähten nur geeignete Bürsten verwenden, die nicht durch andere Materialien kontaminiert sind.
- Lötverbindungen nur im Vakuum oder unter Schutzgas flussmittelfrei ausführen; zu verwendende Lote sind vorab mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT abzustimmen.
- Vakuumbauteile, die zu einer größeren Einheit weiter verarbeitet werden, nach der mechanischen Fertigung UHV-gerecht reinigen (siehe Abschnitt 2.2).
- Bei kleineren Baugruppen und Schweißnähten, die nach der Montage nicht mehr zugänglich sind, ist vor der Endmontage eine Lecksuche durchzuführen.
- Während der Montage oder eines Schweißvorganges dürfen die Teile nicht verschmutzt werden:
  - Montage und Schweißung in einem Sauberraum durchführen, der von der mechanischen Bearbeitung getrennt ist;
  - saubere, fusselfreie Handschuhe tragen.
- Oberflächenbehandlungen wie Glasperlenstrahlen oder Elektropolieren sind vorab mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT abzustimmen.
- Brünieren und Eloxieren von Oberflächen, die im Vakuum betrieben werden, ist nicht gestattet.
- Notwendige Nacharbeiten sind vorab mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT abzustimmen. Zur Schmierung darf hierbei nur mit Isopropanol gearbeitet werden. Ebenso müssen neue Zerspanungswerkzeuge verwendet werden. Kühlschmierstoffe und Schneidöle sind nicht zugelassen.

<sup>1</sup> Wenn Teile aus einem Bad entnommen werden, muss anhaftende alkalische Badlösung abgespült werden, damit nachfolgende Prozesse nicht geschädigt werden. Laugen sind jedoch wesentlich schwieriger zu entfernen als Säuren. Um Lauge einer Entfettung von der Oberfläche zu entfernen taucht man in eine verdünnte Säurelösung (5-10% Salzsäure oder Schwefelsäure). Damit erreicht man eine Neutralisation der Oberfläche. Die schwache Säure kann einfach abgespült werden.

## 2.2 UHV-gerechte Reinigung

- Vorreinigung z.B. mit einem Hochdruckreiniger zur Beseitigung grober Verschmutzungen.
- Reinigung im Ultraschall (US) Bad: Durchfließendes Heißwasserbad mit deionisiertem Wasser unter Zusatz eines Reinigungsmittels für rückstandsfreie Entfettung. Das verwendete Reinigungsmittel muss dem zu reinigenden Werkstoff angepasst werden.
- Schallzeit z.B. 3 bis 6 Mal 5 min unterbrochen durch kurze Spülungen (min. 1 Minute)
- Beispiele für Reinigungsmittel:
  - Edelstahl / Kupfer: 1% Tickopur R33 bei 50°C und 1.5% Elma Clean 115c bei 65°C;
  - Aluminium: 2-5% P3 Almeco 18 bei 65°C (Oxidentfernung).
- Gründliches Spülen mit heißem (50°C) deionisiertem Wasser.
- Zügige Trocknung in staubarmer und kohlenwasserstofffreier Atmosphäre (z.B. trockene Luft).
- Alternativ kann für kleinere Teile eine Laborwaschmaschine verwendet werden.
- Nach der Reinigung:
  - ist vakuumseitig jegliche Kontamination z.B. durch Schmierer, Einölen und/oder Einfetten, auch zum Lecksuchen, verboten.
  - Ist zum Abwischen z.B. der Flansche nur Isopropanol zu verwenden.
- Gereinigte Teile vakuumseitig nur noch mit sauberen, fusselreifen Handschuhen anfassen.

## 2.3 Vakuumprüfungen

Alle Vakuumprüfungen sind UHV-seitig nur kohlenwasserstofffrei auszuführen.

### 2.3.1 Leckprüfung

- Die integrale Leckrate (Summe aller Lecks) muss  $\leq 1 \cdot 10^{-10}$  mbar-l-sec<sup>-1</sup> sein.
- Nach der Montage nicht mehr zugängliche Baugruppen und Schweißnähte sind vor der Montage auf Lecks zu prüfen.
- Die Lecksuche kann mit einem Lecksucher oder Massenspektrometer erfolgen. Die geforderte Empfindlichkeit und die ordnungsgemäße Funktion des Lecksuchers sind mit einem Testleck vor der Lecksuche sicherzustellen.
- Bei Baugruppen, die entgasungsgeglüht (siehe Abschnitt 4) und/oder ausgeheizt werden, müssen vor dem Heizzyklus und nach dem Erkalten Lecktests durchgeführt werden.
- Die Endprüfung von Behältern muss mit Metaldichtungen durchgeführt werden.

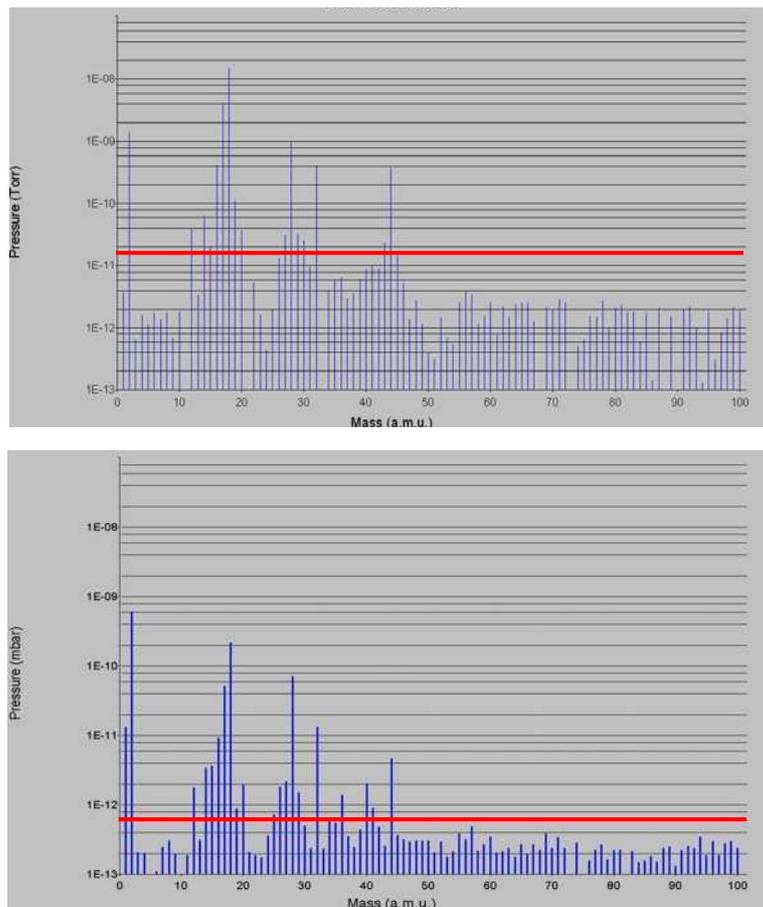
### 2.3.2 Kohlenwasserstofffreiheit und Desorptionsrate

Grundsätzlich müssen alle UHV-Komponenten kohlenwasserstofffrei sein. Ein entsprechender Nachweis ist mit einem ausreichend empfindlichen Massenspektrometer, in der Regel mit SEV (Sekundär-Elektronen-Vervielfacher) zu führen. Komponenten werden als kohlenwasserstofffrei betrachtet, wenn in einem leckfreien System bei einem Totaldruck  $\leq 10^{-7}$  mbar die Summe der Partialdrücke von Massen ab der Masse 45 bis mindestens Masse 100 kleiner als  $10^{-3}$  des Totaldrucks ist. Beispiele für typische Massenspektren bis Masse 100, die diese Anforderung erfüllen bzw. nicht erfüllen zeigen Abb. 1 und 2. Zur Dokumentation sind sowohl ein Massenspektrum (mindestens Masse 0-100 amu) jeder Komponente als auch ein Referenzspektrum des Pumpsystems alleine notwendig.

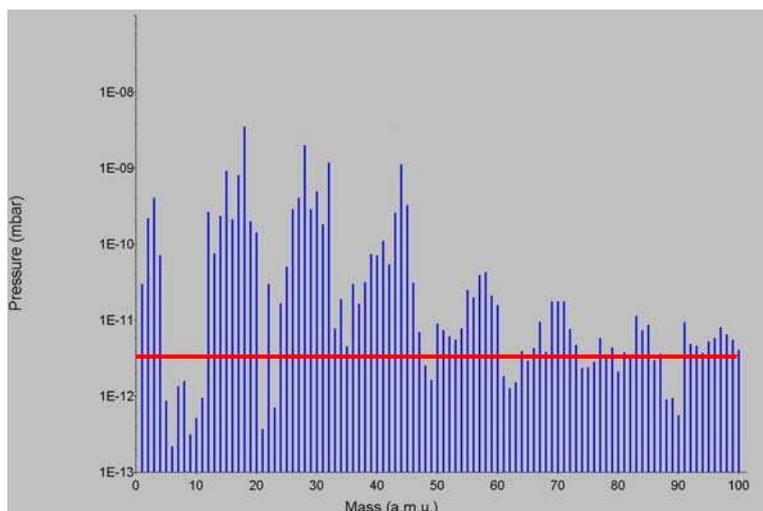
Für ausgeheizte Vakuumkomponenten soll die integrale spezifische Abgasrate kleiner gleich  $5 \cdot 10^{-12}$  mbar-l-sec<sup>-1</sup>·cm<sup>-2</sup> sein. Die Durchführung des gegebenenfalls erforderlichen Nachweises ist mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT abzusprechen.

## 2.4 Verpackung

- Vakuumbehälter mit trockenem Stickstoff füllen und blind flanschen oder Behälterflansche mit PE-Kunststoffolie verschließen und mit Abdeckkappen die Dichtschneiden und Dichtflächen schützen.
- Alternativ: evakuierten Vakuumbehälter in PE-Kunststoffolie einpacken.
- Sonstige UHV-Bauteile in PE-Kunststoffolie einschweißen.
- Bewegliche Teile wie z.B. Bälge, Drehflansche, etc. sind für den Transport zu fixieren.



**Abbildung 1:** Beispiele für Massenspektren zum Nachweis der Kohlenwasserstofffreiheit. Die rote Linie markiert  $10^{-3}$  des Totaldrucks. Im unteren Beispiel liegt dieser Wert bereits nahe am Rauschpegel des Massenspektrometers.



**Abbildung 2:** Beispiel für ein Massenspektrum, in dem deutlich Kohlenwasserstoffe zu erkennen sind. Die rote Linie markiert wieder  $10^{-3}$  des Totaldrucks. Viele Massen  $\geq 45$  liegen oberhalb der roten Linie.

## 3 Partikelfreie UHV-Komponenten

Um partikelfreie UHV-Komponenten zu erhalten, müssen folgende Regeln eingehalten werden:

### 3.1 Konstruktion

Es sind Konstruktionen zu wählen, die eine Reinigung in Bädern wie unter 3.2. beschrieben ermöglichen. So sind z.B. unzugängliche Bereiche zu vermeiden, aus denen Reinigungsflüssigkeiten nicht vollständig herausgespült werden können.

### 3.2 Reinigung und Montage

- Im Anschluss an die UHV-Reinigung (siehe Abschnitt 2.2) müssen folgende **zusätzliche** Reinigungsschritte erfolgen:
  - US Bad mit Reinstwasser und geeignetem Reiniger (z.B. Tickopur s. Abschnitt 2.2) im Reinraum Klasse ISO 6 oder besser.
  - Schallzeit: z.B. 3 bis 6 Mal 5 min unterbrochen durch kurze Spülungen (min. 1 Minute)
  - Beispiele für Reinigungsmittel:
    - Edelstahl / Kupfer: 1% Tickopur R33 bei 50°C und 1.5% Elma Clean 115c bei 65°C;
    - Aluminium: 2-5% P3 Almeco 18 bei 65°C (Oxidentfernung).
  - Leitwertspülung mit Reinstwasser bis zu einem Restwiderstand > 12 MΩ/m.
  - Trocknen mit partikelfreier Luft (besser als Reinraumklasse ISO 5).
  - Alternativ für die drei vorangehenden Arbeitsgänge: Laborwaschmaschine mit Reinstwasser und entsprechenden Reinigungsmitteln; Entnahme im Reinraum Klasse ISO 5 oder besser.
- Bauteile, die nicht gewaschen werden können (z.B. Spiegel, Detektoren usw.) müssen mehrere Stunden vor der Montage im Reinraum im partikelfreien Luftstrom (besser als Reinraumklasse ISO 5) liegen.
- Die Partikelfreiheit wird im Reinraum besser Klasse 5 kontrolliert. Dazu werden die Bauteile mit ionisiertem Stickstoff abgeblasen. Bei einem Gasdurchsatz von 28 l/min dürfen nach 5 Minuten mit einem Partikelzähler maximal 10 Partikel/Minute  $\geq 0,3 \mu\text{m}$  nachgewiesen werden. Aufgrund der großen Vielzahl von zu untersuchenden Komponenten und deren verschiedener Geometrien gibt es keine genormte Prüfanordnung und Vorschrift. Daher ist für die zu untersuchenden Komponenten eine geeignete Anordnung des Partikelzählers sowie der Abblasprozedur zu wählen und mit den DESY Fachgruppen MVS bzw. FS-BT abzustimmen.
- Die Montage der Bauteile und die Verbindung von Vakuumbaugruppen erfolgt immer in einer Reinraumumgebung entsprechend der spezifizierten Reinraumklasse.
- Es dürfen nur ungeschmierte und unbeschichtete nicht kalt verschweißende Schrauben (wie z. B. Ti Schrauben in Edelstahlbauteilen) bei der Reinraummontage verwendet werden.
- Vakuumbauteile müssen nach der Dichtigkeitsprüfung immer mit partikelgefiltertem Gas (Stickstoff) geflutet werden und zur Lagerung staubdicht verpackt werden (siehe Abschnitt 3.3.).
- Flanschverbindungsflächen außen mit reinraumtauglichem Klebeband abkleben.

### 3.3 Verpackung

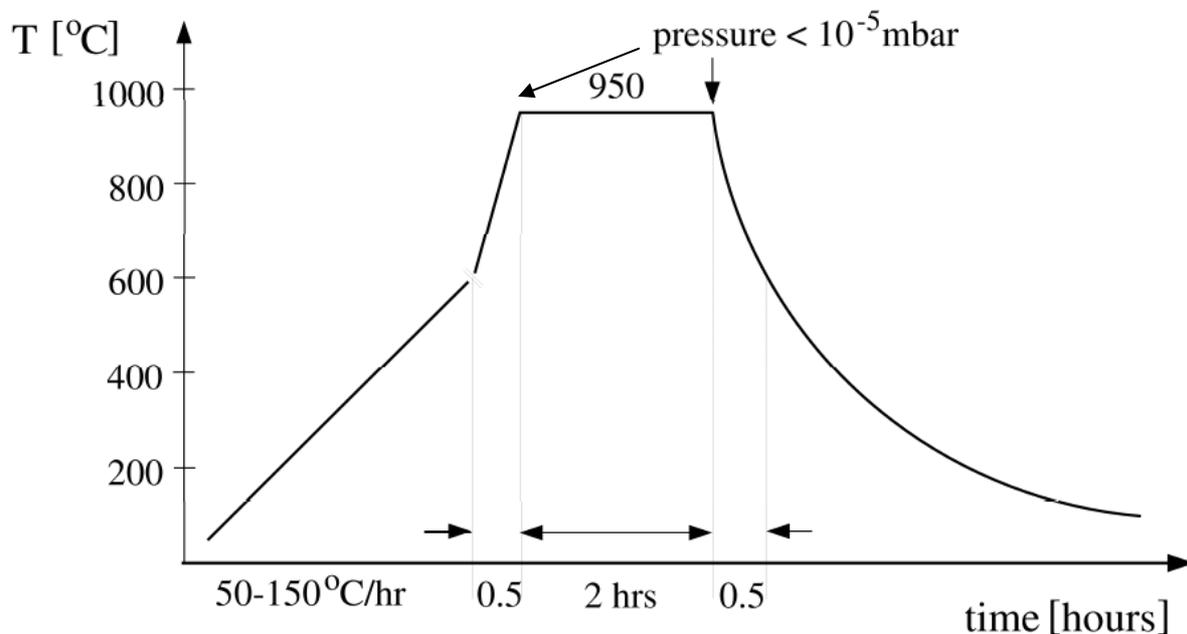
- Vakuumbehälter mit partikelgefiltertem Stickstoff füllen und blind flanschen oder Behälterflansche mit antistatischer PE-Kunststoffolie verschließen und mit partikelgereinigten Abdeckkappen die Dichtschneiden und Dichtflächen schützen.
- Alle UHV-Bauteile doppelt in antistatische PE-Kunststoffolie einschweißen.
- Die Verwendung von Aluminiumfolie ist nicht zugelassen.
- Bewegliche Teile wie z.B. Bälge, Drehflansche sind für den Transport zu fixieren.

## 4 Spezialbehandlungen von UHV-Komponenten

### 4.1 Entgasungsglühen

An UHV-Komponenten aus Edelstahl, bei denen zur Verringerung der Wasserstoffausgasung ein Entgasungsglühen bei 950°C durchgeführt werden soll, müssen die Flansche aus Edelstahl 1.4429 (ESU) gemäß DESY Spezifikation Vakuum/002/2008 gefertigt sein. Hierbei ist folgendes zu beachten:

- Gründlich gereinigte Vakuumkomponenten (Außen- und Innenflächen, siehe Abschnitt 2.2.) mit geeigneten Handschuhen in Vakuumofen einlegen und gegebenenfalls abstützen.
- Glühbehandlung gemäß Glühzyklus in Abb. 3.
- Für Vakuumkammern mit Längen, die nicht komplett in den Ofen passen: Fertigung von entsprechend kurzen Stücken, die nach dem Glühen verschweißt werden.
- Geglühte Komponenten mit gereinigten Blinddeckeln verschließen und gegebenenfalls in PE-Kunststoffolie verpacken.
- Abschließende Lecksuche von geglühten UHV-Komponenten nur mit Metaldichtung (siehe Abschnitt 2.3.1).



**Abbildung 3:** Standard Glühzyklus für Entgasungsglühen von Edelstahlkomponenten nach CERN-Prozedur. Hierbei soll der Druck während des gesamten Prozesses  $p < 10^{-5}$  mbar sein.

Am DESY steht ein Vakuumglühofen mit folgenden Abmessungen zur Verfügung:

- Durchmesser x Länge = 750 mm x 2000 mm

Am CERN gibt es Vakuumglühöfen mit folgenden Abmessungen

- Durchmesser x Länge = 550 mm x 1500 mm
- 1000 mm x 5500 mm

### 4.2 Verkupferung/Beschichtung von UHV-Komponenten

Jegliche vakuumseitige Beschichtung von UHV-Komponenten muss blasenfrei erfolgen und den hier beschriebenen Sauberkeitsbedingungen genügen.

Für die Verkupferung von Edelstahlkomponenten gilt insbesondere:

- Die Beschichtung muss weitere Reinigungsverfahren wie z. B. Ultraschallbehandlung und gegebenenfalls auch eine Hochdruckspülung ohne Blasenbildung und Ablösung überstehen.
- Die Beschichtung muss eine Wärmebehandlung im Vakuumofen für 1 h bei 300°C zur Qualitätssicherung der Verkupferung ohne Blasenbildung und Ablösung überstehen.

