

# TERMI^NA OBDELAVA NERJAVNEGA JEKLA ZA GRADNJO UVV SISTEMOV

## THERMAL TREATMENT OF STAINLESS STEEL FOR UHV SYSTEMS

VINCENC NEMANI^, T. BOGATAJ

ITPO, In{titut za tehnologijo povr{in in optoelektroniko Teslova 30, 1111 Ljubljana, Slovenija

Prejem rokopisa - received: 1997-10-01; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-12-19

Nerjavno jeklo je najpogosteje uporabljen konstrukcijski material za izdelavo posod, v katerih 'elimo ustvariti ultra visoki vakuum, (UVV). @al pa intersticijsko raztopljen vodik, ki se spro{a iz kovine, ote'uje doseganje UVV. Sprejemljiva jakost spro{anja z enote povr{ine je v obmo-ju  $10^{-12}$  mbar.l/(s.cm<sup>2</sup>), kar dosegamo danes le s predhodno toplotno obdelavo v vakuumu. Teorija vakuumskega razplinjevanja je dolga desetletja slonela na teoriji difuzije. Zaradi popolnega neujemanja pri doseganju nizkih vrednosti razplinjevanja je bila v zadnjem -asu dopolnjena z upo{tevanjem rekombinacije atomov vodika na povr{ini, ki skupaj z difuzijo vodika iz materiala dolo-a dinamiko spro{anja in s tem kon-ni tlak. Izmerjene vrednosti rekombinacijskega koeficienta  $K_L$  na razli-ne na-ine obdelanih povr{in se razlikujejo za ve- velikostnih razredov. Velik pomen imajo sestava in struktura oksidov kot dele' segregiranih primesi. V -lanku je prikazan vpliv  $K_L$  na jakost razplinjevanja in dose'eno stopnjo razplinjenosti med procesiranjem, ki ga lahko predo-imo na brezdimenzijski -asovni skali, ki velja sicer za difuzijo. Napravljena je ra-unalni{ka simulacija razplinjevanja za razli-na razmerja difuzijske konstante  $D$  in  $K_L$ , kar omogo-a enoli-no dolo-itev prednosti posameznega postopka predobdelave, ki jih sre-ujemo zadnja leta v literaturi kot nadomestilo za dolgotrajno termi-no obdelavo v vakuumu.

Klju-ne besede: razplinjevanje vodika, rekombinacija, simulacija razplinjevanja

Stainless steel with its unique mechanical properties is the most frequently used material for manufacturing chambers and components for ultrahigh vacuum (UHV). Its disadvantage is hydrogen outgassing which makes obtaining of UHV troublesome. Vacuum annealing and prolonged in situ bake out are applied methods to reduce the outgassing rate to acceptable level of  $10^{-12}$  mbar.l/(s.cm<sup>2</sup>). Theory of hydrogen outgassing based for decades on diffusion as limiting mechanism which completely failed when very low outgassing rates were required. Recombination limited outgassing was introduced recently and explains the required duration and temperature of bake out better than just diffusion limited theory. Measured values of recombination rate  $K_L$  are scattered over orders of magnitude which shows the importance of surface composition and it's structure. The surface of stainless steel is covered with oxides and other deposits which persist normal cleaning procedure. In the paper, outgassing rates are given on the dimensionless scale of previous thermal treatment for reported range of recombination coefficient  $K_L$ . Numerical simulations of bake out with different values of  $D$  and  $K_L$  are made in order to predict required procedure to obtain very low outgassing rates. Our diagrams enable to evaluate also the advantage of modern surface treatment methods as a replacement of prolonged vacuum bake out.

Key words: hydrogen outgassing, recombination, outgassing simulation

### 1 UVOD

Za zmanj{anje razplinjevanja nerjavnega jekla na raven, ki jo zahtevamo pri UVV-komponentah, je prehodna termi-na obdelava neizbe'na. Kljub izredni skrbi za -isto-o in dolgem -rpanju pa je doseganje tlaka v obmo-ju, ni'jem od  $10^{-11}$  mbar, ko je prevladujo- plin vodik, izredno te'avno. Ve-ina u-benikov vakuumske tehnike priporo-a dogotrajno 'arjenje v visokem vakuumu, med katerim pospe{imo proces difuzije. Preostalo razplinjevanje po taki obdelavi pojasnjujejo z zamrznjenim gradientom, ki poganja upo-asnjeno difuzijo. Ujemanja med teorijo in meritvami pa se mo-no razhajajo v primerih, ko -as procesiranja t mo-no presega enoto brezdimenzijskega -asa, pogosto ozna-enege z  $F_0$ . Vpeljemo ga lahko z naslednjo splo{no definicijo:

$$F_0 = \frac{1}{d^2} \int_0^1 D_H(T,t) dt = \frac{D_0}{d^2} \int_0^1 \exp(-E_D/kT(t)) dt \quad (1)$$

kjer je  $d$  - polovica debeline plo{e, za temperaturno odvisnost difuzijske konstante  $D_H$  je v (1) privzeta zveza,

upo{tevaje {e aktivacijsko energijo  $E_D$  za preskok vodika na sosednje mesto v mre' i:

$$D_H(T) = D_0 \cdot \exp(-E_D/kT) \quad (2)$$

### 2 MATEMATI^NI MODELI OPISA KINETIKE RAZPLINJEVANJA

Trenutno koncentracijo in razplinjevanje lahko izrazimo analiti-no za dva mejna primera, ko je razplinjevanje omejeno:

1) z difuzijo, -as procesiranja je bil dovolj kratek, da velja  $F_0 \ll 1$ . Za potek koncentracije in hitrost razplinjevanja pri konstantni  $T$  je mo- uporabiti analiti-ne izra-une. Ujemanje z meritvami je zadovoljivo, -e predpostavimo, da je gradient zamrznjen, difuzijska konstanta pa zmanj{ana z Boltzmanovim faktorjem, ena-ba (2).

$$q_{out}(t) = D(T(t)) \cdot \left. \frac{\partial C(x,t)}{\partial x} \right|_{x=d} \quad (3)$$

Dele' preostalega plina v plo{i, oz. povpre-na koncentracija  $G$  se s -asom hitro zni'uje (v eksponentu je

$-\pi^2Fo/4$ ). Nekaj vrednosti za dele' izgnanega plina,  $P = (C_0 - G)/C_0$  je v tabeli 1. Za termi<sup>^</sup>no obdelavo pri izbrani povr{ani temperaturi  $T$ , ki ga opravimo s hitrim segrevanjem in ohlajanjem, je izraz (1) enak:  $Fo = D(T) \cdot t/d^2$ .

**Tabela 1:** Dele' plina v steni, ki se je sprostil z difuzijo, v odvisnosti od {tevila  $Fo$   
**Table 1:** Ratio of the gas, released from a plate by diffusion, after stated  $Fo$  number

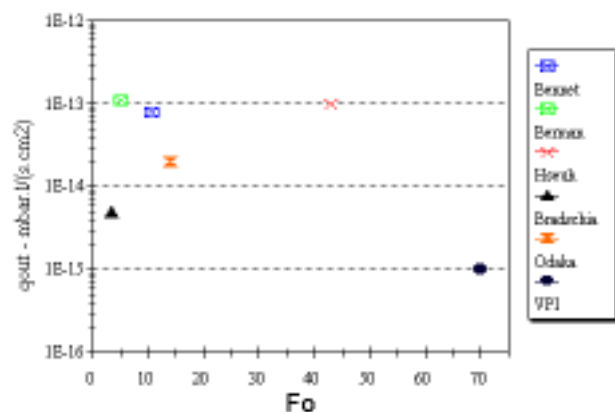
$Fo$	0,1	0,2	0,5	1	2	3
P	0,110	0,503	0,764	0,931	0,9942	0,9995

Opis z difuzijsko ena<sup>^</sup>bo pa je povsem nerealen, <sup>^</sup> ga uporabimo tudi za primere, ko je  $Fo \gg 1$ , kar potrjujejo mnogi eksperimentalni podatki za vakuumsko 'arjenje. Po procesiranju, ki ga predstavimo z  $Fo \geq 3$ , bi moralo biti za ve<sup>^</sup>ino primerov natan<sup>^</sup>nosti metode razplinjevanje kon<sup>^</sup>ano.

2) z rekombinacijo. Za <sup>^</sup>as procesiranja, ki je razmeroma dolg za  $Fo \gg 1$ , se gradient prakti<sup>^</sup>no izni<sup>^</sup>i, razplinjevanje bi se moralo po difuzijskem modelu povsem ustaviti. To se v praksi ne zgodi, ker poteka dvo<sup>^</sup>fazni proces rekombinacije v kovini atomarno raztopljenega vodika na povr{ini, prekriti z oksidom in drugimi ne<sup>^</sup>isto<sup>^</sup>ami: ogljik, 'veplo itd., bistveno po<sup>^</sup>asneje od difuzije. Kinetiko v tem primeru opi{emo z izrazom:

$$q_{out}(t) = K_L(T) \cdot C^2(x,t)|_{x=d} \quad (4)$$

kjer je  $K_L$  - rekombinacijski koeficient, ki ga izrazimo z dvema parametroma: predeksponentnim <sup>^</sup>lenom in aktivacijsko energijo za disociacijo  $E_c$  na posamezni vodikov atom: ( $K_L = K_{L0} \exp(-2E_c/kT) = K_{L0} \cdot \exp(-T^{**}/T$  in  $T^{**} = 2E_c/k$ ). Sprememba koncentracije s <sup>^</sup>asom je tako enaka:



**Slika 1:** Pregled literarnih podatkov dose' ene stopnje razplinjevanja  $q_{out}$  na sobni temperaturi v odvisnosti od brezdimenzijskega <sup>^</sup>asa, oz {tevila  $Fo$ . Za procesiranje so bili uporabljeni razli<sup>^</sup>ni termi<sup>^</sup>ni postopki  
**Figure 1:** Room temperature outgassing rates  $q_{out}$  after various thermal treatment given in cited references, presented on the dimensionless  $Fo$  number scale

$$\begin{aligned} \frac{dC(x,t)}{dt} &= \frac{K_L(T(x,t))}{d} \cdot C^2(x,t)|_{x=d} = \\ &= \frac{K_{L0}}{d} \cdot \exp(-T^{**}/T(t)) \cdot C^2(x,t)|_{x=d} \end{aligned} \quad (5)$$

Izraz (5) integriramo v mejah <sup>^</sup>asa procesiranja od  $t = 0$  oz. od za<sup>^</sup>etne koncentracije  $C(t=0)=C_1$  in dobimo za izbrano temperaturo:

$$\frac{1}{C(x,t)} = \frac{1}{C_1} + \frac{K_L(T)}{d} \cdot t \quad (6)$$

Jakost razplinjevanja pri sobni temperaturi je tako dolo<sup>^</sup>ena s (4), to je s produktom kvadrata koncentracije in  $K_L^1$ .

Za vmesne vrednosti, ko je koncentracija na povr{ini v obmo<sup>^</sup>ju  $C^* = D/(K_L \cdot d)$ , analiti<sup>^</sup>ni izra<sup>^</sup>uni niso poznani, uporabimo pa lahko numeri<sup>^</sup>ne metode.

### 3 PRIMERJAVA MERJENIH VREDNOSTI RAZPLINJEVANJA V UVV

Kot prvo merilo veljavnosti teorije, kjer je rekombinacija najpo<sup>^</sup>asnej{i proces, je meritev jakosti razplinjevanja pri sobni temperaturi po predhodnem procesiranju, ki znatno presega 1 $Fo$ . Iz ob{irnih literarnih podatkov se vakuumsko 'arjenje poka'e kot razmeroma neu<sup>^</sup>inkovito<sup>^</sup>. Dosti u<sup>^</sup>inkovitej{e je podalj{ano vakuumsko pregrevanje na temperaturi 200<sup>^</sup>C - 400<sup>^</sup>C<sup>4,5</sup>. Najni' je vrednosti razplinjevanja so dosegli, <sup>^</sup> se so predhodno razplinjevali jeklo na zraku na temperaturi 200<sup>^</sup>C - 400<sup>^</sup>C<sup>4,6,7</sup>. Na sliki 1 je zbranih nekaj literarnih podatkov z najni' jimi vrednostmi  $q_{out}$ , izmerjenimi po predhodnem termi<sup>^</sup>nem postopku, prevedenem na brezdimenzijsko skalo {tevila  $Fo$ .

Podatki o direktno merjenem  $K_L(T)$  ( $cm^4/s$ ) se v literaturi dokaj razlikujejo<sup>10,11</sup>. V UVV<sup>^</sup>tehniki je malo verodostojnih meritev jakosti razplinjevanja v odvisnosti od temperature in od predhodnega termi<sup>^</sup>nega postopka. Moore<sup>8</sup> je vzel za izhodi{e vrednosti iz meritev Hseuha<sup>2</sup>. V omejenem temperaturnem obmo<sup>^</sup>ju dobljene vrednosti  $K_{L1}$  so zbrane v tabeli 2.

Med podatki o  $K_L$ , razen opombe o tipu predhodne obdelave, v omenjenih <sup>^</sup>lankih ni podatkov ustreznih analiz kemijske sestave oz. strukture povr{inske plasti. Literatura s podro<sup>^</sup>ja UVV<sup>^</sup> tehnike navaja podatke o sestavi povr{ine in o dose' enem razplinjevanju, ki pa so le redko opremljeni z vrednostjo  $K_L$ , ki bi pojasnil merjene vrednosti. Le<sup>^</sup>to lahko dobimo posredno iz za<sup>^</sup>etne koncentracije in simulacije dogajanja med razplinjevanjem. Za dolo<sup>^</sup>itev  $T^{**}$  in  $K_{L0}$  je potrebno izmeriti {e nekaj vrednosti  $q_{out}$  pri razli<sup>^</sup>ni<sup>^</sup>h temperaturah in rezultat primerjati z razplinjevanjem na sobni temperaturi. Korelacija med razmerami pri procesiranju (<sup>^</sup>as, temperatura, sestava atmosfere) in sestavo povr{ine ob koncu bi omogo<sup>^</sup>ala mnogo natan<sup>^</sup>nej{o izbiro optimalnega postopka obdelave nerjavnega jekla.

**Tabela 2:** Merjene vrednosti  $K_{Li}(T)$  v ( $\text{cm}^4/\text{s}$ ) iz ozna-enih virov, vrednosti  $K_{Li}$  in  $C^* = D/(d \cdot K_{Li})$  za 540K in 300K  
**Table 2:** Experimental values of  $K_{Li}(T)$  in ( $\text{cm}^4/\text{s}$ ) from cited references, and  $K_{Li}$  and  $C^* = D/(d \cdot K_{Li})$  at 540K and 300K

merjene vrednosti/eksperimental values	$K_{Li}(540\text{K})$	$C^*(540\text{K})$	$K_{Li}(300\text{K})$	$C^*(300\text{K})$	obdelava/treatment	Vir: Ref:
$K_{L1}=9,6 \cdot 10^{-20} \cdot \exp(-3935\text{K}/T)$	$6,6 \cdot 10^{-23}$	$1,2 \cdot 10^{17}$	$1,9 \cdot 10^{-25}$	$2,3 \cdot 10^{15}$	ion-jedk.	10
$K_{L2}=1,3 \cdot 10^{-17} \cdot \exp(-9240\text{K}/T)$	$4,8 \cdot 10^{-25}$	$1,6 \cdot 10^{19}$	$5,4 \cdot 10^{-31}$	$8,3 \cdot 10^{20}$	elekt.pol.	10
$K_{L3}=1,0 \cdot 10^{-19} \cdot \exp(-4870\text{K}/T)$	$1,3 \cdot 10^{-23}$	$6,2 \cdot 10^{17}$	$9,3 \cdot 10^{-27}$	$4,8 \cdot 10^{16}$	num.ekst.	8
$K_{L4}=9,3 \cdot 10^{-19} \cdot \exp(-7300\text{K}/T)$	$1,2 \cdot 10^{-24}$	$6,3 \cdot 10^{18}$	$2,5 \cdot 10^{-29}$	$1,81 \cdot 10^{19}$	ion.jedk.	11
$K_{L5}=1,2 \cdot 10^{-20} \cdot \exp(-5660\text{K}/T)$	$3,3 \cdot 10^{-25}$	$2,4 \cdot 10^{19}$	$7,7 \cdot 10^{-29}$	$5,9 \cdot 10^{18}$	oksid.	11
$K_{L6}=4,7 \cdot 10^{-17} \cdot \exp(-10760\text{K}/T)$	$8,8 \cdot 10^{-26}$	$8,8 \cdot 10^{19}$	$1,2 \cdot 10^{-32}$	$3,6 \cdot 10^{22}$	H <sub>2</sub> akt.	11
$K_{L7}=1,2 \cdot 10^{-18} \cdot \exp(-6592\text{K}/T)$	$6,010^{-24}$	$1,3 \cdot 10^{18}$	$3,4 \cdot 10^{-28}$	$1,32 \cdot 10^{18}$	model	12

#### 4 EKSPERIMENT IN NJEGOVA RA<sup>^</sup>UNALNI[K]A SIMULACIJA

Pri {tudiju mo'nosti izdelave tankostenskih vakuumskih posod iz nerjavnega jekla, v katerih mora biti izolativni vakuum vsaj deset let, naletelimo na zahtevo, da je razplinjevanje enote povr{ine pod  $q_{\text{out}} = 1.10^{-15}$  mbar.l/(s.cm<sup>2</sup>). Tako nizkih vrednosti za vodik, ki je najbolj zastopan v preostali atmosferi, v literaturi {e ni zaslediti, **slika 1**. Z uporabo getrov zahtevi v prakti-nih primerih lahko ugodimo, 'al njihovo aktiviranje ni vedno izvedljivo. Zanimala nas je druga pot, torej razplinjenje materiala do zahtevane stopnje. Za procesiranje vakuumskih izolacijskih panelov (skr. VPI<sup>1</sup>) smo izbrali razmeroma nizko temperaturo, 260°C in -as omejili na 24 h. Podobni pogoji zagotavljajo ponovno vzpostavitev UVV v predhodno razplinjeni posodi, ki je bila nekaj -asa izpostavljena zra-ni atmosferi<sup>3</sup>.

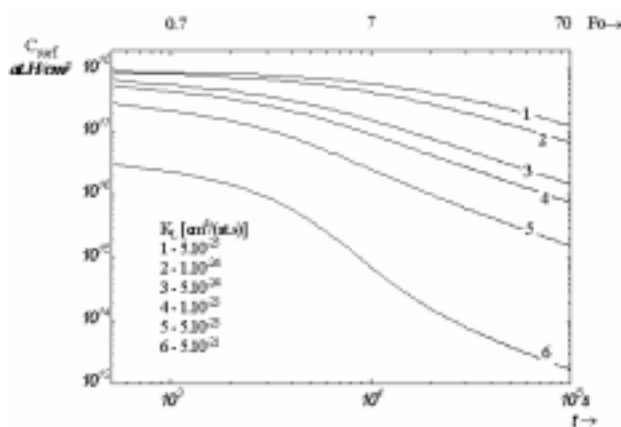
Za preizkus mo'nosti napovedi jakosti razplinjevanja  $q_{\text{out}}$  (300K), kjer je najpo-asnej{i proces rekombinacija, smo ga simulirali z lastnim numerim programom na osebni ra-unalniku. Za primerjavo smo imeli preskusni vzorec, pri katerem smo spremljali nara{-anja tlaka z viskoznoznim merilnikom skoraj eno leto. Rezultat je bila vrednost  $q_{\text{out}}$  j  $1.10^{-15}$  mbar.l/(s.cm<sup>2</sup>), s predpostavko in korekcijo za vodik. Z metodo AES smo analizirali povr{ino nerjavnega jekla na istem vzorcu: pred

termi-no obdelavo in na vakuumski strani stene po -rpanju in enoletni meritvi.

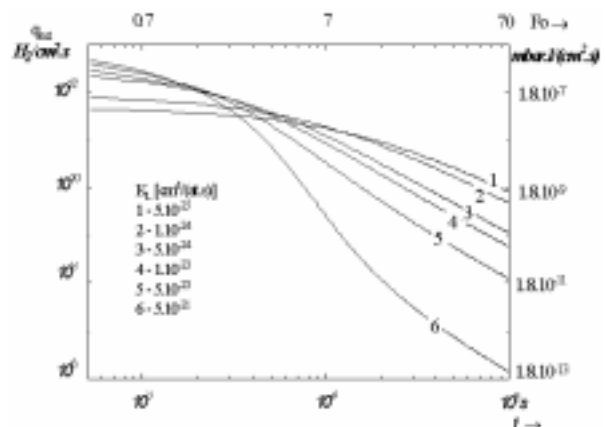
#### 5 REZULTATI

Pri izbrani temperaturi in -asu je procesiranje po ena-bah (1) in (2) pomenilo  $Fo$  j 70, kar ka'e na izredno intenzivno obdelavo stene. Difuzija pripelje do izena-itve koncentracije v steni 'e po nekaj  $Fo$ . Klju-ni parameter, ki dolo-a nadaljnji re'im razplinjevanja je  $K_L$ . Ta dolo-a t.i. kriti-no koncentracijo  $C^*$ , ko preide difuzijsko omejeno razplinjevanje v rekombinacijsko omejeno. Iz zveze  $C^* = D(T)/(d \cdot K_L(T))$  je razvidno, da je prehod na-ina razplinjevanja odvisen od temperature. Sievertov zakon dolo-a tudi kriti-ni tlak. Iz topnostne konstante  $K_{s0} = 2.6 \cdot 10^{19}$  at.H/(cm<sup>3</sup>.bar<sup>0.5</sup>) in entalpije raztapljanja (8 kJ/mol) je razvidno, da parcialni tlak vodika med procesiranjem ni bistvena koli-ina. Ravnote'na koncentracija  $C_{\text{eq}}$  v zraku prisotnega vodika  $p(\text{H}_2) = 10^{-4}$  mbar le'i dale~ pod ravnovesjem za vse vrednosti  $C^*$  iz **tabele 2**, in sicer sta ti vrednosti  $C_{\text{eq}}(300\text{K})$  j  $3.10^{14}$  H/cm<sup>3</sup> in  $C_{\text{eq}}(540\text{K})$  j  $2.10^{15}$  H/cm<sup>3</sup>. Za na{o debelino stene smo predstavili zni'evanje povr{inske koncentracije in jakosti razplinjevanja za 10<sup>5</sup> s oz. 28 h pri {estih  $K_L$ , pri 540 K, **slika 2 in slika 3**.

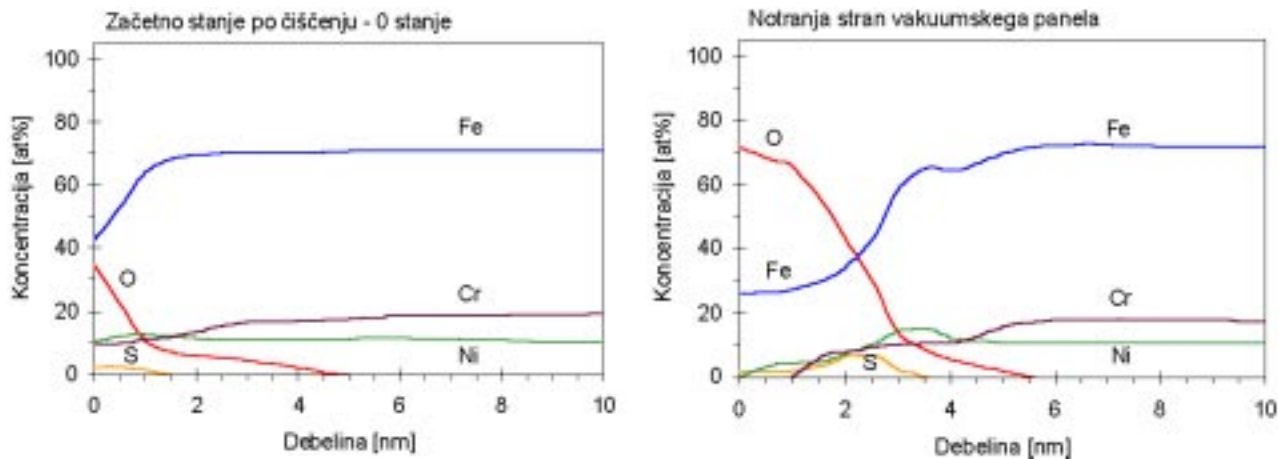
Za za-etno koncentracijo smo izbrali  $10^{18}$  at.H/cm<sup>3</sup>. ^asovna skala je predstavljena {e v  $Fo$  enotah, (zgoraj),



**Slika 2:** Zni'evanje povr{inske koncentracije s -asom pri 540 K za razli-ne vrednosti  $K_L$   
**Figure 2:** Decreasing of surface concentration with time at 540 K and given  $K_L$  values



**Slika 3:** Zni'evanje jakosti razplinjevanja s -asom pri 540 K za razli-ne vrednosti  $K_L$   
**Figure 3:** Decreasing of outgassing rate  $q_{\text{out}}$  with time at 540 K for given  $K_L$  values



**Slika 4:** Profilni diagram AES sestave površinske plasti stene iz nerjavnega jekla, jedkano z Ar ioni 5kV, a - pred procesiranjem, b - po procesiranju in spremljanju naraščanja tlaka skoraj eno leto  
**Figure 4:** AES composition profiles of stainless steel sample surface sputtered by Ar ions at 5kV, a - before pumping, b - after processing and one year of pressure rise measurement

jakost razplinjevanja  $q_{out}$  pa je predstavljena kot število molekul  $H_2/(cm^2 \cdot s)$  in v enotah  $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ , (desna skala). Napoved jakosti razplinjevanja pri sobni temperaturi je možna z ekstrapolacijo vrednosti  $K_L$  iz **tabele 2** in dobljeno koncentracijo s **slike 2** in **slike 3**. Indeksi pri numerični simulaciji in indeksi iz **tabele 2** se ne ujemajo. Krivulja oz. potek 1 s slike ustrežata  $K_{L2}$  in  $K_{L5}$ , poteku 2 je najbližje  $K_{L4}$ , poteku 3 je najbližji model za  $K_{L7}$ , poteku 4  $K_{L3}$  in poteku 5 najbližji  $K_{L1}$ , potek 6 je dodan za primerjavo razplinjevanja izredno niste površine. Pri dani vrednosti razplinjevanja pri sobni temperaturi bi bile torej: za  $K_{L1}$  -  $1,8 \cdot 10^{-14}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ , za  $K_{L2}$  -  $5,2 \cdot 10^{-16}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ , za  $K_{L3}$  -  $2,5 \cdot 10^{-14}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ , za  $K_{L4}$  -  $2,0 \cdot 10^{-15}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ ,  $K_{L5}$  -  $7,2 \cdot 10^{-14}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$  in za  $K_{L7}$  -  $1,0 \cdot 10^{-15}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ .

Rezultat profilne analize z metodo AES notranje strani stene vzorca pred zapiranjem in po procesiranju in enoletnem spremljanju naraščanja tlaka je na **sliki 4**. Izmerjena vrednost  $q_{out}$  ob predpostavki, da je pretežno zastopan vodik, je bila v območju  $10^{-15}$   $mbar \cdot l / (cm^2 \cdot s)$ . Vzorec je bil odprt in prenesen v analizno posodo, kjer se je VV vzpostavil v ~15 minutah.

## 6 ANALIZA REZULTATOV

Rezultati simulacije za šest vrednosti  $K_L$ , povzetih iz literature, so presenetljivi. Razplinjevanje se po procesiranju 70 Fo razlikuje pri sobni temperaturi za slaba dva razreda, doim se ekstrapolirane vrednosti  $K_L$  razlikujejo za sedem velikostnih razredov. Izmerjena nizka vrednost razplinjevanja je kljub absolutno gledano kratkemu času in nizki temperaturi segrevanja torej priakovana in je posledica tanke stene, kar se izrazi v velikem številu  $F_0$ .

Passivacijska plast, ki jo predstavlja predvsem kromov oksid, se je na površini nerjavnega jekla pri čiščenju z detergentom ohranila. Preseneča razlika v debelini in

sestavi oksidov na površini pred vakuumskim procesiranjem in po njem. Domnevamo, da je razlog za povečanje debeline železovega oksida med procesiranjem lahko neugodno razmerje reaktivnosti proti površini vzorca. Nadaljnja oksidacija je lahko pri povišani temperaturi potekala zaradi vode, preden se je popolnoma desorbirala. Železov oksid na permeacijo in rekombinacijo vodika ne vpliva tako izrazito kot kromov oksid, vendar so tolikšnji rezultati meritev v zvezi z razplinjevanjem različni<sup>7,9</sup>.

Rezultate naših izračunov padanja koncentracije s **slike 2** lahko uporabimo tudi za drugačno temperaturo procesiranja poljubno debele stene. Za ordinatno os vpeljemo mnogokratnik  $C/C^*$ , poiskati moramo razmerje  $D/K_L$ , ki se spremeni zaradi različne aktivacijske energije za difuzijo, podane s  $T^*$  oz. za rekombinacijo, podane s  $T^{**}$ . Za absciso obratno brezdimenzijsko skalo  $F_0$ , drugačno začetno koncentracijo pa izrazimo v mnogokratniku  $C^*$ . Pri isti začetni koncentraciji je ta mnogokratnik za debelejšo steno manjši, torej ugodnejši. Seveda pa je na dejanski osnovni skali povečanje  $F_0$  dolgo in zato drago.

## 7 SKLEP

Za merilo učinkovitosti posamezne termične obdelave nerjavnega jekla (AISI 304L ali 316LN) smo primerjali vrednosti razplinjevanja vodika pri sobni temperaturi na brezdimenzijski skali, ki velja za difuzijo. Predhodna oksidacija na zraku pri povišani temperaturi izgleda danes najučinkovitejši postopek pri izdelavi UVV-posod, ki je hkrati bistveno enostavnejši in cenejši od vakuumskega čiščenja. Kadar je stena razmeroma tanka, pa lahko izredno nizke vrednosti dosežemo še samo med standardnim postopkom segrevanja in čiščenja<sup>1</sup>. Simulacija dinamike razplinjevanja pri temperaturi 260°C in 24 h z objavljenimi in izmerjenimi vrednostmi rekombinacijskega koeficienta, ki smo jo izvedli na računalniku, ne

da napovedi, boljše od dveh razredov velikosti. Izmerjena nizka vrednost pa sovпада s sredino izra-unanega intervala.

Teoreti-ni modeli za opis mehanizma rekombinacije vodika na oksidirani povr{ini slone na hipotezah in so tako za opis na tehni-nih povr{in danes {e malo uporabni<sup>9</sup>. Na  $K_L$  vpliva toliko dejavnikov, da bo v prihodnosti potrebno s komplementarnimi kemijskimi in fizikalnimi analznimi metodami dobljene podatke o sestavi in strukturi povr{ine primerjati z rezultati, ovrednotenimi z natan-nimi vakuumskimi meritvami. Interes za nadzorovano spreminjanje  $K_L$  pa je velik, saj bi to omogo-ilo bistveno skraj{anje in pocenitev vakuumskega procesiranja, potrebnega za doseganje UVV oz. ekstremno visokega vakuumu.

## 8 LITERATURA

- <sup>1</sup> V. Nemani-, *Kovine, zlitine, tehnologije*, 31 (1997) 3-4
- <sup>2</sup> H. C. Hseuh, X. Cui: *J. Vac. Sci. Technol.*, A7 (1989) 3
- <sup>3</sup> A. S. Berman, J. K. Fremerey: *J. Vac. Sci. Technol.*, A5 (1987) 4
- <sup>4</sup> J. R. J. Bennett, R. J. Elsey: *Vacuum*, 44 (1993) 5-7
- <sup>5</sup> H. F. Dylla, *Vacuum*, 47 (1996) 6-8
- <sup>6</sup> C. Bradaschia, (osebna komunikacija)
- <sup>7</sup> K. Odaka, S. Ueda, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 3
- <sup>8</sup> B. C. Moore: *J. Vac. Sci. Technol.*, A13 (1995) 3
- <sup>9</sup> P. M. Richers et al, *J. Appl. Phys.*, 65 (1989) 1
- <sup>10</sup> S. M. Myers, W. R. Wampler, *J. Appl. Phys.*, 56 (1984) 6
- <sup>11</sup> D. M. Grant, D. L. Cummings, D. A. Blackburn, *J. Nucl. Mater.*, 149 (1987) 180-191
- <sup>12</sup> I. Ali-Khan et al, *Jour. Nucl. Mater.*, 76-77 (1978) 337-343