

UV/ozon en andere reinigingsmethoden vergeleken

## Lijmen van kleine onderdelen (2)

J.A. Poulis, J.C. Cool en  
E.H.P. Logtenberg.

De sterkte van lijmverbindingen is in belangrijke mate afhankelijk van de toegepaste reinigingsmethode. Dit geldt in het algemeen en in het bijzonder voor kleine cilindrische lijmverbindingen.

De sterkte van de verbinding kan worden geoptimaliseerd door het kiezen van de juiste reinigingsmethode. Voor het optimalisatieonderzoek is de reinheid van het oppervlak gemeten door het bepalen van de oppervlaktespanning met zogenaamde randhoekmetingen.

De onderzochte reinigingsmethoden bestaan uit een algemene voorreiniging met behulp van water en zeep, en aansluitend de hoofdreiniging met gasplasma of UV/ozon, een combinatie van UV-licht met ozongas. Deze methoden zullen aan de hand van de gemeten randhoek en de gemeten sterkte van de lijmverbindingen worden geëvalueerd.

Vergelijking van de testresultaten leidt tot de conclusie dat een degelijke voorbehandeling, in de vorm van intensieve reiniging, bijzonder zinvol is. Tot slot worden de beide hoofdreinigingsmethoden onderling vergeleken uit zowel prestatie-technisch, praktisch en economisch oogpunt.

### Lijmen van kleine onderdelen

De afgelopen jaren is uitvoerig onderzoek verricht naar het verlijmen van heel kleine roestvaststalen cilindrische onderdelen met een lijmoppervlak van 1,5 tot 27 mm<sup>2</sup>. Deze miniatuurverbindingen worden steeds vaker toegepast bij de verdergaande miniaturisering van onderdelen in de produkten die bij de vakgroep Instrumenten van de Technische Universiteit Delft worden ontwikkeld. In deze vakgroep wordt wetenschappelijk onderzoek verricht naar lichtere en beter bedienbare kinder-prothesen en ortheses.

Vanwege de steeds nauwere toleranties van de onderdelen, en het toenemend

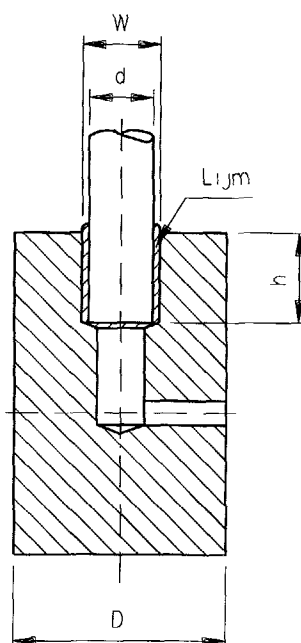
gebruik van kunststof blijkt lassen en solderen vaak niet mogelijk en worden de onderdelen gelijmd. De geconstrueerde lijmverbindingen bleken echter onbetrouwbaar en vaak begaven zij het al tijdens een eerste beproefing.

Om een verbetering van de kwaliteit van deze lijmverbindingen te bereiken werd een vierjarig promotieonderzoek opgezet. Een schets van de onderzochte - roestvaststalen - basisverbinding toont figuur 1. Daarin zijn eveneens de aanvoerkanalen voor de lijm zichtbaar, die moeten voorkomen dat er luchtin-sluitsels in de lijm ontstaan die de sterkte nadelig beïnvloeden (zie Mikroniek 33(1993)5).

### Reinigen

Het is algemeen bekend dat het verven of lijmen op verontreinigde oppervlakken zal leiden tot loslaten van de verf of lijm.

Het oppervlak moet dus worden gereinigd, maar op welke wijze is de kwaliteit van de reiniging objectief te meten?



Figuur 1 Werktekening van de onderzochte standaardverbinding

Het complete reinigingsproces dat gericht is op het verwijderen van zowel de organische als de anorganische vervuiling van het lijmoppervlak bestaat uit twee reinigingsstappen:

- de voor- of bulkreiniging, met water en zeep, waarbij het grootste gedeelte van de (an)organische vervuiling wordt verwijderd, en aansluitend
- de hoofdreiniging, met gasplasma of UV/ozon, waarbij het restant aan vervuiling, slechts enkele atoomlagen dik, wordt weggenomen.

Allereerst zal de voorreiniging worden besproken zoals deze is toegepast bij al de onderstaande experimenten.

### Voorreiniging

Deze bewerking, waarbij de meeste vervuiling verwijderd moet worden is opgedeeld in vijf opeenvolgende processtappen: reiniging met behulp van zeep en water, spoelen met stromend kraanwater, neutralisatie met behulp van een licht zure oplossing, spoelen met stromend kraanwater, spoelen met gedestilleerd water. Vanzelfsprekend zijn ook andere (combinaties van) methoden van voorreiniging toepasbaar, zoals bijvoorbeeld ultrasoon reinigen of borstelen.

Hoewel een aantal zeepsoorten getest werd, bleek er geen detecteerbaar verschil in het reinigingsresultaat. Uiteindelijk werd voor de beschreven experimenten een industriële zeepoplossing gekozen, bestaande uit een 2 vol.% oplossing van een RBS 50 concentraat in gedestilleerd water.

### Hoofdreiniging

De laatste resten aan vervuiling van het oppervlak moeten worden weggenomen met de hoofdreiniging. De twee hieronder besproken hoofdreinigingsmethoden zijn ontwikkeld uit de behoefte aan een simpele, reproduceerbare en veilige methode die, zelfs bij onregelmatig gebruik, geen kwaliteitsverlies geeft aan de te maken verbinding.

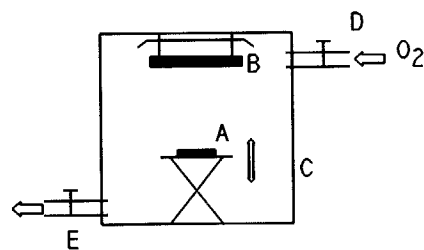
Dit alles blijkt bij chemische reiniging slechts met grote inspanning realiseer-

baar. Veel chemische reinigingsmethoden werken op basis van alkalische of zure vloeistoffen. Op kleine schaal toegepast treden kleine veranderingen in de samenstelling van een reinigingsbad gemakkelijk op en kunnen dan grote gevolgen hebben op de uiteindelijke kwaliteit van gelijmde verbindingen. Dampontvetters worden ook weinig aantrekkelijk nu het gebruik van veel oplosmiddelen in de zeer nabije toekomst verboden wordt.

### UV/ozon reiniging

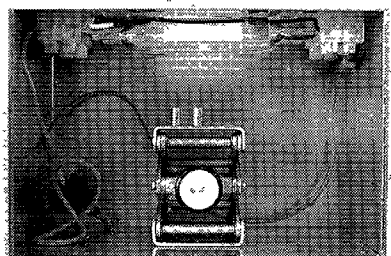
De methode werkt op basis van de reinigende werking van UV-licht tezamen met ozongas. Het is al lang bekend dat ultraviolet licht in staat is om organische moleculen te ontleden. Tot op heden wordt deze techniek echter voornamelijk gebruikt in de elektronische industrie om de siliciumplakken waarin de chips geëtst worden schoon te houden tussen de processtappen. (Reiniging met UV-licht wordt met succes op industriële schaal toegepast bij de drink- en rioolwaterzuivering in Engeland en Frankrijk voor het doden van bacteriën en microorganismen. Red.)

De basisconstructie van het UV/ozon reinigingsapparaat is geschetst in figuur 2.



Figuur 2 a) De schematische weergave van het UV/ozon reinigingsapparaat met daarin (A) substraat, (B) UV-bron, (C) aluminiumdoos, (D) toevoerbuus zuurstofgas, (E) afvoerbuus voor gebruikte gassen

b) Het apparaat in bedrijf



### Belichting

“Black light” (>300 nm)  
 $O_3$ , geen UV  
 253,7 nm, geen  $O_3$   
 253,7 nm +  $O_3$   
 253,7 nm + 184,9 nm +  $O_3$

### Reinigingsduur

geen reiniging  
 10 uur  
 1 uur  
 90 seconden  
 20 seconden

Tabel 1 De soort van “belichting” en de bijbehorende reinigingsduur, bij het gebruik van een aparte ozon generator (2537 en 184,9 nm zijn twee golflengten uit het spectrum van de gebruikte UV-lamp )

In essentie bestaat het uit een aluminiumdoos (C) met een volume van 1,5 liter, en een schuifdeur aan de voorzijde. In deze ruimte bevindt zich een lift waarmee de afstand tussen het substraat (A) en de UV-bron kan worden ingesteld. De belichting vindt plaats door middel van twee UV-lampen (B) die bovenin de doos gemonteerd zijn. Op deze wijze wordt een egale belichting van het substraat bewerkstelligd. Met de mogelijkheid om extra zuurstof toe te voeren en gas af te voeren (E) kan de gasinhoud verversen en de reinigingssnelheid worden geregeld.

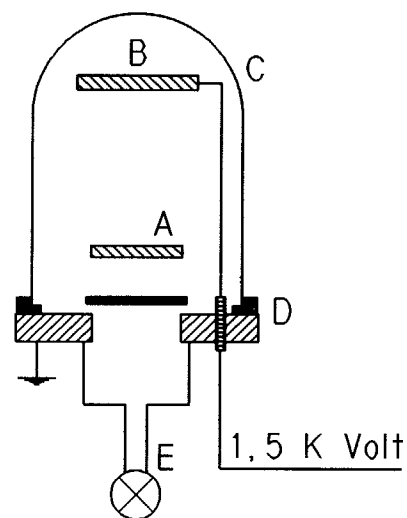
### Het UV/ozon reinigingsproces

De hoge oxydatie-reactiviteit van ozon tezamen met de destructieve invloed van UV-licht is zeer effectief in het verwijderen van kleine hoeveelheden organische vervuiling als huidvetten, snijolieën, siliconenolie (vacuümpomp) en restanten van oplosmiddelen zoals aceton, ethanol en methanol. De reinigingssnelheid is afhankelijk van:

- de hoeveelheid en aard van vervuiling,
- de intensiteit van de UV-bron,
- de ozonconcentratie,
- het gebruik van reflectors boven de UV-bron,
- de aanwezigheid van andere gassen die kunnen functioneren als katalysator in de formatie van ozon via de reactie:  $O_2 + O + M \rightarrow O_3 + M$  (waarbij M een inert molecule of atoom voorstelt),
- de partiële druk van het zuurstofgas,
- de temperatuur van het substraat.

Van bijzonder belang is de combinatie van twee golflengten uit het spectrum van de UV-lamp: 184,9 nm (verantwoordelijk voor de ozonproductie) en 253,7 nm. Het weglaten van de ozon of een van de voornoemde UV-licht componenten zal de reinigingssnelheid verlagen, zoals geïllustreerd wordt in tabel 1.

Deze gegevens laten duidelijk zien, dat een extra hoge concentratie ozongas leidt tot een kortere reinigingstijd. Ozongas heeft echter een brede adsorptieband rond het gebied van circa 260 nm. De bronintensiteit ( $I_0$ ) wordt gereduceerd en neemt af tot een waarde (I):  $I = I_0 e^{-1.30pd}$  waarmee het substraat vervolgens wordt belicht. Hierbij is (p) de partiële ozondruk en (d) de afstand tussen het voorwerp en de bron in centimeters. Dit betekent, dat de hoogste reinigingssnelheid wordt bereikt wanneer het substraat zo dicht mogelijk bij de UV-bron wordt gebracht en bij een lage ozonconcentratie. Omdat de ozonconcentratie juist hoog moet zijn voor een hoge reinigingssnelheid, is het dus zaak zo dicht mogelijk bij de UV-bron te komen. Praktisch gezien houdt dit in, dat UV-reiniging vooral geschikt is voor het reinigen van vlakke onderdelen uit metaal, glas of kunststof



Figuur 3 Een schematische weergave van het gasplasma reinigingsapparaat, met daarin (A) substraat, (B) 1,5kV Anode, (C) vacuümpomp, (D) bodemplaat met doorvoeren, (E) vacuümpomp

## UV/ozon en andere reinigingsmethoden vergeleken

### Gasplasma reiniging

Deze methode wordt vrijwel alleen gebruikt voor etsen, reinigen en het naderhand aanbrengen van dunne metaalfilms in de micro-elektronica en het voorbehandelen van kunststofonderdelen. Vanwege de bewezen werking in de halfgeleiderindustrie bij het reinigen van siliciumplakken, is de invloed op de hechting bij de verlijming van de kleine roestvaststalen cilindrische onderdelen profondervindelijk onderzocht.

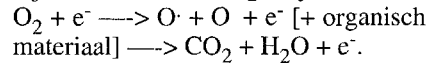
Het gasplasma is een toestand waarbij een gas, in een vacuüm van ongeveer 6,5 Pa, wordt aangeslagen door een elektrisch hoogspanningsveld, zie figuur 3. Als gevolg hiervan komt het gas in geleiding, waarbij geïoniseerde atomen op het substraatoppervlak (A) slaan.

In principe kan dit reinigingsproces plaatsvinden op twee fundamenteel verschillende wijzen.

Ten eerste, door een bombardement van geïoniseerde (zware) atomen zoals die van argon en stikstof, die zijn ontstaan in de reactie:  $\text{Ar} + e^- \rightarrow \text{Ar}^+ + 2e^-$  en die voldoende energie hebben om de vervuilingen van het substraatoppervlak los te maken.

Ten tweede, door een chemische reactie tussen de vervuiling aan het substraat-

oppervlak en het geëxiteerde gasplasma. Het gaat hier om een zuurstofplasma dat een chemische reactie teweegbrengt tussen de gecreëerde zuurstofradicalen en de organische vervuiling die bij deze reactie wordt geoxydeerd.



De reactieproducten van beide processen zijn gasvormig en kunnen worden weggepompt.

### Meten van de reinheid

De lezer die thuis regelmatig de vaatwas doet, weet dat bij vette borden de waterdruppels als parels op het oppervlak blijven liggen. Na reiniging met water en zeep in de afwastijl zal een waterdruppel zich als een film over het oppervlak verspreiden. De bolling van de waterdruppel (oppervlaktenspanning) is dus een maat voor de reinheid. Dit principe ligt ten grondslag aan de hieronder besproken randhoekmetingen.

Een goed moleculair contact is een noodzakelijke, hoewel niet altijd voldoende conditie voor het verkrijgen van een sterke lijmverbinding (zie ook het vorige artikel). De lijm moet dus de

mogelijkheid hebben om spontaan over het oppervlak uit te vloeien. Om dit te realiseren moet de lijm:

- een kleine randhoek maken met het oppervlak,
- een lage viscositeit bezitten,
- in contact worden gebracht met het oppervlak, zodanig dat luchtinsluitings worden voorkomen.

Het meten van de randhoek (bijvoorbeeld met water) geeft een goede, doch slechts kwantitatieve indicatie van de hoeveelheid organische vervuiling (zoals vetten) aan het lijmoppervlak. Hoe meer oppervlaktevervuiling, des te groter de randhoek en vice versa. Deze methode kan in de praktijk gebruikt worden om snel een indicatie te geven van de oppervlaktereinheid.

### Relatie reinigingsmethode, randhoek, sterkte en duurzaamheid

Diverse experimenten zijn uitgevoerd om de relatie te onderzoeken tussen de verschillende reinigingsmethoden en de daarmee behaalde randhoek, de bindingssterkte en duurzaamheid na verlijming.

### Principe van de randhoekmeting

Kwantitatief kan de bevochtiging van een lijmoppervlak worden bepaald aan de hand van de randhoek van een vloeistofdruppel in evenwicht op een horizontaal oppervlak, zie figuur 4. Wanneer het systeem in evenwicht is, stelt zich aan het oppervlak van de druppel een hoek in als gevolg van de interactie tussen de vrije energie aan het scheidingsvlak vloeistof-damp  $\gamma_{IV}$ , de oppervlakte-energie aan het scheidingsvlak lijmvlak-damp  $\gamma_{SV}$  en de oppervlakte-energie aan het scheidingsvlak lijmvlak-vloeistof  $\gamma_{sl}$ . Daarbij is:

$$\gamma_{sv} = \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \cos \alpha \quad (1)$$

Uit de figuur blijkt, dat wanneer  $\alpha = 0^\circ$  de vloeistof het substraatoppervlak spontaan bevochtigt, waarbij de snelheid afhankelijk is van de lijmviscositeit en de ruwheid van het substraatoppervlak. In dit geval geldt:

$$\gamma_{sv} \geq \gamma_{sl} + \gamma_{lv} \quad (\alpha = 0^\circ \text{ dus } \cos \alpha = 1) \quad (2)$$

De adhesie-energie ( $W_A$ ) is gedefinieerd als de energie die vrijkomt wanneer  $1 \text{ cm}^2$  lijmoppervlak en lijm in contact komen:

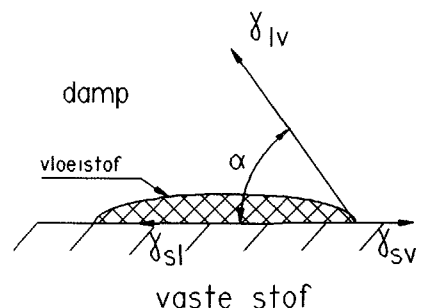
$$W_A = \gamma_{lv} + \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \quad (3)$$

Wanneer we de vergelijking (1) in (3) substitueren, vinden we:

$$W_A = \gamma_{lv} (1 + \cos \alpha) \quad (4)$$

Dit houdt in, dat de adhesie-energie maximaal is wanneer  $\cos \alpha = 1$ ,

$$\text{ofwel } \alpha = 0^\circ: W_A = 2\gamma_{lv} \quad (5)$$



Figuur 4: De bepaling van de randhoek ( $\alpha$ ) die een druppel met het onderliggend oppervlak maakt.

### Reinigingsmethode en randhoek

Vlakke fijn gepolijste roestvaststalen (AISI 304) platen werden op een reproduceerbare wijze vervuild door ze onder te dompelen in snijolie voor roestvaststaal en daarna schoongeveegd met een tissue.

Reiniging met UV/ozon en gasplasma, zie figuur 5, is voorafgegaan door een voorreiniging met water en zeep. Voor dit laatste is gekozen omdat andere methoden van voorreiniging: tri/vegen, ultrasoon/tri, vim, een minder goed resultaat gaven.

Na elke reinigungsstap, aangegeven met de aanduiding 'test' in figuur 5, is de randhoek ( $\alpha$ ) gemeten. Voor deze randhoekmetingen werd telkens een druppel dubbel gedestilleerd water op het te meten oppervlak aangebracht, wat de resultaten gaf zoals figuur 6 laat zien. Deze waarden zijn steeds het gemiddelde van 40 metingen en tonen duidelijk dat de randhoek kleiner wordt bij toenemende substraatreinheid. Het minimum van 8 graden ligt bij de reiniging met UV/ozon en gasplasma. Figuur 6 geeft een totaalbeeld van de onderzochte reinigungsmethoden.

#### Kwaliteitsbepaling van de reinheid

De randhoekmetingen geven uitsluitend een kwantitatieve indicatie over de na reiniging op het substraat nog aanwezige restvervuiling. Om deze meer kwantitatief te bepalen en te onderzoeken welke reinigungsmethode welke vervuiling aanpakt zijn aanvullende metingen nodig.

Een methode hiervoor is de zogenaamde XPS-analyse (X-ray photon spectroscopy). Tabel 2 geeft het resultaat van de XPS-metingen in de vorm van het gemeten intensiteitsverschil van de nog

	UV/ozon	gasplasma
C <sup>1s</sup>	-0,6	-1,8
Si <sup>2s</sup>	-0,2	-0,7
Zn <sup>3s</sup> / P <sup>2p</sup>	-0,1	-0,2
Al <sup>2s</sup>	-1,4	-1,2
Si <sup>2p</sup>	-0,3	-1,1
Fe <sup>2s</sup> Zn <sup>3p</sup>	0,0	-0,1
Al <sup>2p</sup>	-1,8	-5,6
Fe <sup>3p</sup>	-0,3	-0,1
Cr <sup>3p</sup>	0,0	+0,6
O <sup>2s</sup>	-0,3	-0,6
Zn <sup>3d</sup>	0,0	-0,1

Tabel 2 De waarden in deze tabel geven aan hoe de relatieve intensiteit van verschillende chemische elementen aan het substraatoppervlak na een UV/ozon of plasma reiniging afneemt ten opzichte van een water en zeep reiniging. De metingen zijn verricht met behulp van XPS-apparatuur

aanwezige elementen tussen reinigen met water en zeep en met UV/ozon en gasplasma. De laatste twee methoden geven een duidelijk beter resultaat dan water en zeep. Goed zichtbaar is ook de afname van de elementen die als zeeprestanten aan het roestvaststalen oppervlak zijn blijven hechten, zoals die van silicium en aluminium: Si<sup>2s</sup>, Si<sup>2p</sup> en Al<sup>2p</sup>.

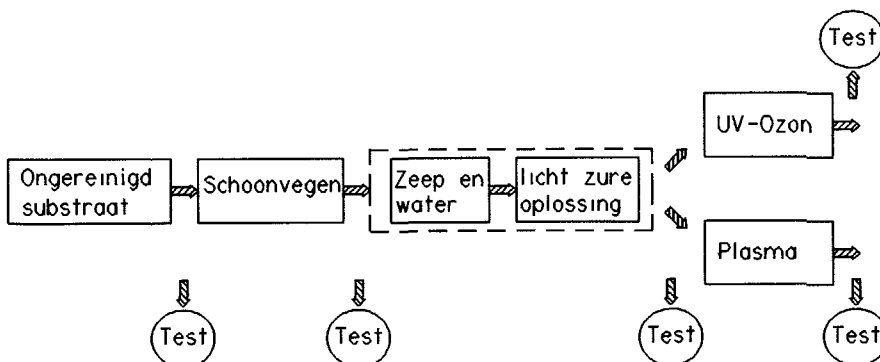
De piekintensiteit van de verschillende atomen die zich aan het oppervlak bevinden (zoals Mo en Ni), wordt hoger na de plasmareiniging, doordat de oxydehuid van het metaal gedeeltelijk is verwijderd door het ionenbombardement. Uit deze metingen blijkt verder, dat de reinigungs-effecten van gasplasma en UV/ozon wel degelijk verschillen. Dit volgt onder andere uit het intensiteitsverschil van de koolstof, die afkomstig is van de organische vervuiling aan het oppervlak. Het blijkt dat de reiniging met gasplasma veel intensiever is geweest dan met UV/ozon. Dit

kwam echter uit de kwantitatieve randhoekmetingen niet naar voren.

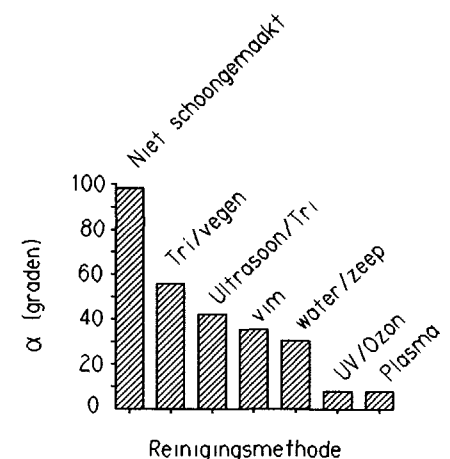
#### Reiniging en sterkte van de verbinding

Over het algemeen is wel bekend, dat een schoner oppervlak vaak een betere hechting (en vaak ook duurzaamheid) geeft. Een onderzoek naar de invloed van de belangrijkste hierboven genoemde reinigungsmethoden – zeep, UV/ozon, plasma – op de hechtingssterkte wordt nu besproken.

Hiertoe werden verscheidene stellingen van cilindrische substraten met afmetingen:  $d=2,0$  mm,  $h=1,5$  mm en een lijmspleet  $(W-d)/2 = 0,05$ mm in verschillende stadia van het reinigungsproces verlijmd met een anaerobe lijm (Loctite 638). Aan de onderzijde van



Figuur 5 Een schematische presentatie van de reinigungsstappen die tijdens de beschreven experimenten zijn uitgevoerd. De randhoekmetingen zijn aangegeven met 'TEST'.

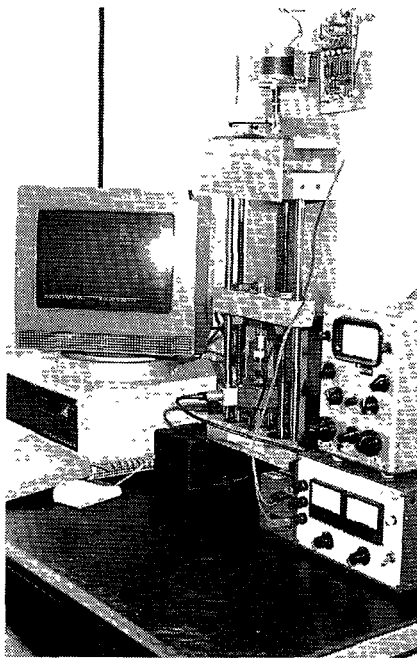


Figuur 6 Zes reinigungsmethoden en hun effect op de randhoek wanneer gemeten op gepolijst roestvaststaal. De standaarddeviatie in de gepresenteerde waarden bedraagt ongeveer 10%.

UV/ozon en andere reinigingsmethoden vergeleken

de staf werd een lossingsmiddel aangebracht om slechts de adhesie aan de cilindrische zijwand te meten.

Na een droogtijd van 12 uur op kamertemperatuur werden de verlijmdde substraten blootgesteld aan een warmtebehandeling van 2 uur op 80°C om de lijm goed uit te laten harden. De bereikte waarden van de sterkte van de verbindingen laat figuur 7 zien. Hieruit blijkt de sterkte van de verbindingen na behandeling met UV/ozon en gasplasma. Bovendien blijkt uit tabel 3 dat de hechting tussen lijm en metaal zeer



Opstelling voor het meten van de sterkte van de geïjmdde verbindingen

	0 maanden	4 maanden	8 maanden
ongereinigd	95%	97,5%	100%
water/zeep	75%	95%	90%
UV/ozon	65%	90%	85%
gasplasma	65%	85%	85%

Tabel 3 De waarden in deze tabel geven de gemiddelde waarde aan van de kans op adhesiefalen na verschillende verblijftijden in een warme vochtige omgeving (klimaatkast) Zij zijn gebaseerd op visuele waarneming van resterende lijm op het cilindrische oppervlak na destructief testen

goed is, getuige de mate van adhesiefalen na langdurige blootstelling aan een warm en vochtig milieu. Dit leidt tot de conclusie dat een hoofdreiniging met behulp van UV/ozon of gasplasma bijzonder goed voldoet.

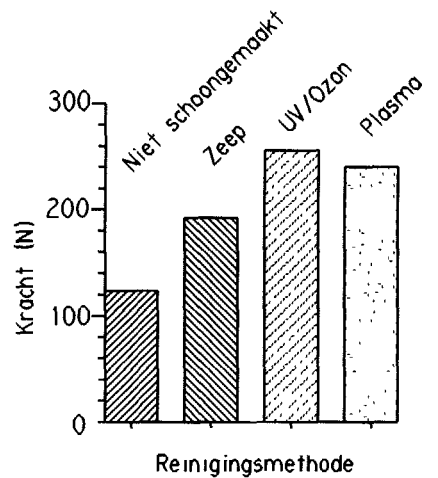
Vocht en duurzaamheid

In het voorgaande is het belang van de duurzaamheid van de lijmverbinding slechts kort belicht. In de praktijk blijkt dit vaak een belangrijke factor te zijn. Hieronder zal door middel van experimenten worden aangetoond dat een juiste reiniging de sterkte van de lijmverbinding op lange termijn ten goede kan komen.

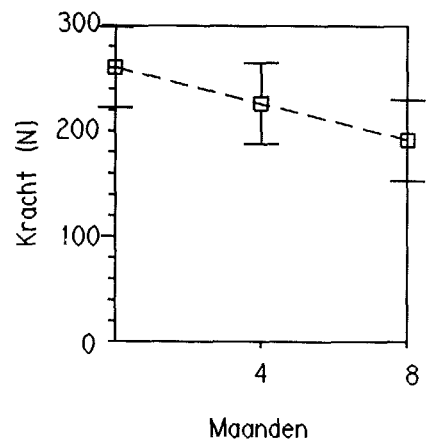
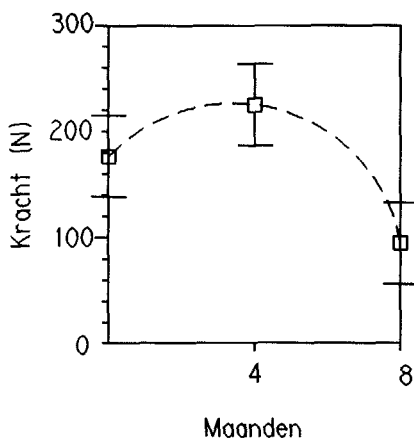
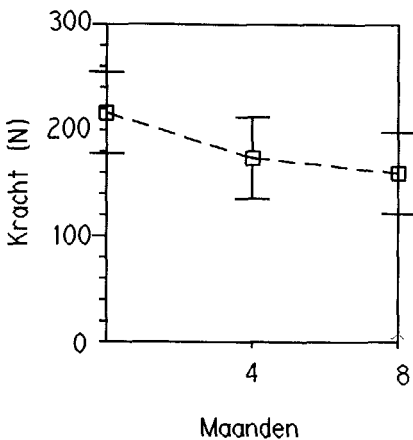
Bij de experimenten werden eerder beschreven cilindrische substraten gebruikt. Na verlijming werd steeds een stel direct op sterkte getest terwijl twee andere voor 4 en 8 maanden in een klimaatkast werden geplaatst bij een temperatuur van 40°C en een relatieve luchtvochtigheid van 95%.

De resultaten van de metingen zijn gegeven in de figuren 8a, b en c. Zij laten zien dat de substraten die alleen met water en zeep gereinigd waren al direct

een slechtere hechting vertonen dan degenen die waren gereinigd met UV/ozon of gasplasma. Verbazingwekkend is echter het feit dat, na een verblijf van acht maanden in de klimaatkast, de met UV/ozon gereinigde onderdelen ten opzichte van de met gasplasma gereinigde substraten een veel hogere sterk-



Figuur 7 Vergelijking van drie verschillende reinigingsmethoden en hun invloed op de hechtsterkte



Figuur 8 De invloed van een vochtig en warm klimaat (40°C, 90% R V) op de hechtsterkte van cilindrische substraten die werd gemeten na 0, 4, en 8 maanden blootstelling aan dit klimaat

a) gereinigd met water en zeep,

b) gereinigd met gasplasma,

c) gereinigd met UV/ozon

	gasplasma	UV/ozon
<b>randhoek initiële sterkte reinigingsnelheid</b>	vergelijkbaar vergelijkbaar relatief snel, doch vooral afhankelijk van de tijd om het benodigde vacuüm te bereiken	vergelijkbaar vergelijkbaar
<b>materiaal</b>	reiniging van diverse materiaal vormen mogelijk	vooral geschikt voor het reinigen van eenvoudige substraatvormen
<b>duurzaamheid bediening investering</b>	matig kennis van het proces is onontbeerlijk	zeer goed extreem simpel: aan/uit laag t.o.v andere reinigungsapparaten

Tabel 4 Een algemene vergelijking tussen de twee beste reinigingsmethoden gasplasma en UV/ozon

te bezitten. Dit is in tegenspraak met de geconstateerde intensievere reiniging door middel van de gasplasma behandeling, als gemeten bij de XPS-metingen. Mogelijk activeert de UV/ozon behandeling het oppervlak zodanig, dat de lijmverbinding beter bestand blijkt tegen vochtige warmte. Ook is het mogelijk dat het gasplasma geleid heeft tot de vorming van een corrosiegevoelige oppervlaktelaag hetgeen verder onderzocht zou moeten worden. Een intensieve verwijdering van alle op het oppervlak aanwezige vervuiling - dit wordt niet bereikt door schoonmaken met water en zeep - blijkt uit deze metingen dus niet als essentiële eis voor duurzaamheid.

### UV/ozon ten opzichte van gasplasma en andere reinigingsmethoden

Zoals uit het voorgaande al bleek, biedt UV/ozon-reiniging een goed en eenvoudig alternatief voor het vervaardigen van hoge kwaliteitsverbindingen. De tot nog toe tamelijk onbekende reinigende werking van UV/ozon blijkt in vele opzichten vergelijkbare en soms zelfs voor betere resultaten te zorgen dan gasplasma-reiniging, in het bijzonder na langdurige blootstelling aan vochtige lucht.

In tabel 4 worden plasma- en UV/ozon-reiniging vergeleken. UV/ozon-reiniging is ten opzichte van gasplasma-reiniging een goedkoop, veilig en milieuvriendelijk reinigingsalternatief, zowel voor industrieel als voor laboratoriumgebruik. Vooral gezien de steeds verder aangescherpte eisen ten aanzien van het gebruik van CFK's zoals omschreven in het milieuproject KWS

2000, dat het aantal mogelijke toepassingen van bijvoorbeeld dampontvetters terugdringt.

UV/ozon geeft in de hierboven besproken experimenten een winst in initiële hechtsterkte van zo'n 20% ten opzichte van zeepreiniging. Op langere termijn wordt deze winst echter steeds groter.

Een aantal voordelen van de UV/ozon techniek is:

- milieuvriendelijk;  
De vervuiling wordt geoxydeerd en verdwijnt gasvormig als CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, NO<sub>2</sub>
- werkt bij kamertemperatuur,
- droge reinigingsvorm;
- zowel op metalen als op kunststoffen toepasbaar.

### Algemene conclusies

Het goed reinigen van materialen moet als essentieel worden gezien voor het verkrijgen van een duurzame lijmverbinding.

De relatie tussen een gemeten randhoek en de (initiële) hechtsterkte blijkt voor de onderzochte verbindingen slechts gedeeltelijk op te gaan

De experimentele resultaten laten zien dat de oppervlaktereinheid van de substraten vooral de aanvangswaarde van de hechtsterkte bepaalt.

De zeer hoge reinheidsgraad die met gasplasma-reiniging behaald kan worden blijkt op langere termijn geen betere hechting op te leveren dan UV/ozon-reiniging.

Vooral om praktische redenen is UV/ozon-reiniging de meest aanbevelenswaardige methode, zowel voor laboratorium- als industrieel gebruik.

### Literatuur

- [1] D M Brewis, Surface analysis and pretreatment of plastics and metals, Appl science publishers London/New Jersey, ISBN 0-85334-992-4, 1982, pp 1-11
- [2] A J Kinloch, Adhesion and adhesives science and technology, Chapman and Hall, London/New York, 1987
- [3] W Brenner, Structural adhesives challenge mechanical fasteners, Mach Design, 24-01-1985, pp 61-64
- [4] R G Rice, Handbook of ozone technology and applications, Vol 1, Butterworth sc group, ISBN 0-250-40324-2, 1982
- [5] J R Vig, UV/ozone cleaning of surfaces, Treatise on surface Technology, Ed K L Mittal, Vol 1, Plenum Press NY, 1987
- [6] Dyckerhoff, Von G A and P J Sell, Über den einfluss der grenzflächenspannung auf die haftfestigkeit, Die Angew Makromol, Chemie 21, 1972
- [7] P H Holloway, D W Bushmire, Detection by Auger electron spectroscopy and removal by ozonization of photoresist residues, Proceedings of the 12th annual reliability physics symposium, Institute of electrical and electronic engineers, Piscataway, N J, 1974, pp 180-186
- [8] Cherry B W, S El Muddaris, Wetting kinetics and the strength of adhesive joints, J Adhesion (1970)2, pp 42-49
- [9] A Kwakernaak, Oppervlaktebehandeling een randvoorwaarde voor duurzame verbindingen, Materialen (1988)6
- [10] D M Manos, Plasma etching, Academic press, ISBN 0-12-469370-9, pp 12, 1989
- [11] R A Powell, Dry etching for microelectronics, North Holland Publ, 1984
- [12] J A Poulis, Small Cylindrical Adhesive Bonds, Delft University of Technology, Fac of Mech Eng, Mekelweg 2, 2628 CD Delft, Holland, ISBN 90-370-0082-7, 1993

### Auteursnoot

J A Poulis en J C Cool zijn verbonden aan de Technische Universiteit Delft, Faculteit Werktuigbouw en Maritieme Techniek te Delft  
E H P Logtenberg is verbonden aan het Hechtings Instituut te Delft

Dit artikel is een zeer beknopte weergave van een deel van het werk dat beschreven staat in het proefschrift "Small cylindrical adhesive bonds" Het proefschrift is bij de auteur te verkrijgen door overmaking van f 40,- op postgiro nr 3195292 t n v J A Poulis te Leiden, onder vermelding van naam, adres en de opmerking "Proefschrift"  
Meer inlichtingen betreffende UV/ozon-reiniging zijn te verkrijgen op het bovenstaand adres, of tel 071 232269