

KERNFORSCHUNGSZENTRUM

KARLSRUHE

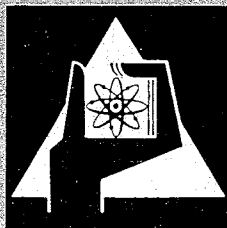
Oktober 1966

KFK 553

Institut für Reaktorbauelemente

Ein neuartiges Helium-Lecksuchgerät hoher Empfindlichkeit

J. Spies



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE



VAKUUM-TECHNIK

VORMALS GLAS- UND HOCHVAKUUM-TECHNIK

Internationale Zeitschrift für alle Fragen der Vakuum-Technik · Vakuum-Physik · Elektronik
Meß- und Regeltechnik · Forschung · Entwicklung · Verfahrenstechnik und ihre Grenzgebiete

RUDOLF A. LANG VERLAG, WIESBADEN - ESCH/Ts.

15. Jahrgang

Oktober 1966

Heft 8

Ein neuartiges Helium-Lecksuchgerät hoher Empfindlichkeit

Novel Helium Leak Detecting Tube of high Sensitivity

Nouveau Tube détecteur de Fuites à l'Hélium de Grande Sensibilité

von J. Spies*)

(eingegangen am 14. 1. 66)

Zusammenfassung

Es wird über Wirkungsweise, Konstruktion und Vorteile einer neuartigen Heliumlecksuchröhre berichtet, mit der feinste Leckstellen unter Anwendung des Drucktestes gefunden werden können. Hauptteil ist eine Vakuumröhre, bestehend aus einem Ansaugkopf mit Diffusionsfenster und einer Ionisationsgetterpumpe, die gleichzeitig als Totaldruckmeßsystem wirkt. Theorie und Meßergebnisse zeigen, daß die Nachweisempfindlichkeit etwa so groß ist, wie die der massenspektrometrischen Lecksuchgeräte und außerdem die Leckanzeige schneller erfolgt. Die handliche Lecksuchröhre ist nur durch elektrische Leitungen mit dem tragbaren Betriebsgerät verbunden.

Summary

Theory, design, and measured results of a novel helium leak detecting tube, detecting smallest leaks by pressure test, are described. The core of the device is a vacuum tube consisting of an intake part with diffusion membrane and a getter ion pump which also acts as a pressure gauge. Theory and results show that the sensitivity is comparable to that of a mass spectrometer leakdetector and that leaks are detected even faster. The handy leak detecting tube is connected to the portable control unit and power supply only by electric cables.

Résumé

Le fonctionnement, la construction et les avantages d'un nouveau tube détecteur de fuites à l'hélium sont décrits. Ce tube permet de déterminer les fuites les plus petites à l'aide d'une épreuve de pression. La partie principale est un tube à vide qui consiste d'un dispositif d'aspiration avec fenêtre de diffusion et d'une pompe à ions de type Penning. Ce dernier sert en même temps comme système de mesure de la pression totale. La théorie et les résultats de mesure montrent que la sensibilité est à peu près égale à celle des détecteurs massenspectrométriques; de plus, les fuites sont déterminées plus rapidement. Le tube détecteur de fuites bien maniable n'est connecté à l'appareil d'alimentation portatif que par des câbles électriques.

I. Einleitung

Bei dem zur Zeit empfindlichsten Lecksuchverfahren wird ein Massenspektrometer, das auf den Nachweis eines bestimmten Testgases eingestellt ist, als Meßapparat verwendet [1-4]. Die Lecksuche kann auf zweierlei Weise geschehen, entweder durch einen Vakuumtest [5-11] oder durch einen Drucktest. Beim ersteren wird das zu prüfende Gefäß an das Vakuumsystem des Massenspektrometers angeschlossen, evakuiert und von außen mit dem Testgas abgesprüht. Das an den Leckstellen eindringende Testgas diffundiert in das Meßsystem und wird dort massenspektrometrisch nachgewiesen. Beim Drucktest dagegen wird

das zu prüfende Gefäß mit dem Testgas oder einem Testgasluftgemisch bis zu einem bestimmten Überdruck gefüllt und von außen mit einer Ansaugsonde abgesucht. Die Ansaugsonde entnimmt der Luft kontinuierlich kleinste Testgasmengen, die dem Massenspektrometersystem zugeführt werden. Das an den Leckstellen austretende Testgas wird daher durch das Massenspektrometer nachgewiesen und eine Leckstelle auf diese Weise angezeigt.

Als Testgas verwendet man vorwiegend Helium [12, 13], weil es nur zu 0,0004 Volumenprozent in der Luft vorkommt (geringer Störuntergrund) und eine Reihe von anderen Vorteilen bietet, nämlich keine explosionsgefährlichen Gemische mit Luft erzeugt, chemisch inaktiv ist sowie infolge seines geringen Molekulargewichtes einerseits sehr leicht durch feinste Leckstellen diffundiert und

*) Dipl.-Phys. Johannes Spies, c/o Kernforschungszentrum, Karlsruhe.

andererseits zum massenspektrometrischen Nachweis ein einfaches Spektrometersystem mit geringem Auflösungsvermögen

$$\frac{M}{\Delta M} \geq 5 \text{ genügt.}$$

Die Nachweisapparatur beim Drucktest setzt sich zusammen aus einem Standgerät und einer Ansaugsonde, die durch eine Schlauchleitung verbunden sind. Das Standgerät enthält das Massenspektrometer mit dem zugehörigen Stromversorgungsteil und der Elektronik sowie eine Pumpengruppe, bestehend aus einer ölgekühlten Rotationspumpe und einer Diffusionspumpe, die zusammen mit einer Kühlfalle das Evakuierungssystem bilden.

Der Nachteil, den diese Anordnung in der Praxis mit sich bringt, beruht darauf, daß die Schlauchleitung zwischen Ansaugsonde und Standgerät eine gewisse Länge nicht überschreiten darf (ca. 2 m), da sonst sowohl die Gasabgabe von den Schlauchwänden zu störend als auch der Zeitunterschied zwischen dem Eintritt von heliumhaltiger Luft in die Ansaugsonde und dem Nachweis des Heliums durch das Massenspektrometer zu groß wird. Dieser Umstand führt dazu, daß infolge des geringen räumlichen Bewegungsbereiches der Ansaugsonde das schwere Standgerät jeweils stückweise mitbewegt werden muß. Dies wirkt sich besonders bei der Dichtheitsprüfung an größeren Objekten (z. B. großen Behältern oder umfangreichen Rohrleitungen) sehr behindernd aus.

2. Beschreibung der neuartigen Lecksuchröhre

1. Allgemeines

Allgemein wird der Lecknachweis beim Drucktest in drei Stufen vollzogen:

- a) Ansaugen des Testgases oder der testgashaltigen Luft in ein Meßsystem.
- b) Messung einer physikalischen Größe, die durch das eindringende Testgas geändert wird. Die physikalische Größe, deren Änderung gemessen wird, ist entweder der Partialdruck des Testgases oder der Totaldruck im Meßsystem.

Der Partialdruck kann auf massenspektrometrischem Wege (Heliumlecksucher) gemessen werden; es gibt aber auch noch eine Reihe anderer Größen, die bei bestimmten Testgasen in ausgeprägter Weise vom Partialdruck des Gases abhängen, beispielsweise die Ionenemission einer aktivierten Platinelektrode von der Anwesenheit von Halogenen (Halogenlecksuche mit Frigen® o. ä.) oder die Wärmeleitfähigkeit von der Wasserstoffkonzentration (Wasserstofflecksuche mit dem Wärmeleitungsmanometer). Will man lediglich die Änderung des Totaldruckes messen, ist eine mindestens teilweise Abtrennung des Testgases von den anderen Gasen notwendig, sofern eine genügend hohe Empfindlichkeit erreicht werden soll. Das Testgas kann z. B. mit Hilfe einer selektiv durchlässigen Membran [7], die eine

bevorzugte Diffusion des Testgases in das Meßsystem bewirkt, von störenden anderen Gasen abgetrennt werden.

- c) Absaugen des Testgases oder der testgashaltigen Luft aus dem Meßsystem.

Das Prinzip der nachfolgend beschriebenen Lecksuchröhre besteht darin, daß das Ansaug-, das Meß- und das Absaugsystem in einer kleinen handlichen Einheit zusammengefaßt sind, die nur durch elektrische Leitungen mit einem Betriebsgerät verbunden ist. Das läßt sich durch folgende Maßnahmen erreichen:

- a) Anwendung einer selektiv durchlässigen Membran

Das Testgas wird durch eine selektiv durchlässige Membran in das Meßsystem eingelassen. Bei der Verwendung von Helium als Testgas eignet sich als Material für die Membran besonders Quarzglas, da Helium bevorzugt durch dieses hindurchdiffundiert. Durch die Anwendung einer selektiv durchlässigen Membran wird das an den Leckstellen austretende Helium weitgehend von der Luft abgetrennt.

- b) Anwendung einer Ionisationsgetterpumpe

Auf Grund des selektiven Einlaßsystems gelangen gegenüber der Verwendung einer Schnüffelsonde viel weniger Gasmengen in das Meßsystem, so daß als Absaugvorrichtung ein Pumpsystem von relativ kleinem Saugvermögen genügt. Hierfür eignet sich besonders eine Ionisationsgetterpumpe, die gleichzeitig auch zur Druckmessung verwendet werden kann.

2. Lecksuchröhre nach dem Gettertrennprinzip

Die Wahl des Meßsystems in der Lecksuchröhre hängt davon ab, in welchem Maße das Testgas mit Hilfe der selektiv durchlässigen Membran von den anderen Gasen, insbesondere den Bestandteilen der Luft, abgetrennt wird. Wäre die Abtrennung vollkommen, dann würde ein Totaldruckmeßsystem (z. B. Ionisationsmanometer) genügen; hingegen muß bei sehr unvollkommener Trennung ein Massenspektrometersystem zur Messung verwandt werden.

Nachfolgend wird auf eine Lecksuchröhre für Helium als Testgas eingegangen, bei der als Membranmaterial Quarzglas verwendet wird. Welches Meßsystem am geeignetsten ist, hängt von der Durchlässigkeit des Quarzglases für verschiedene Gase und vom verwendeten Pumpsystem ab.

Eine wesentliche Durchlässigkeit [27–33] liegt bei Quarzglas für Helium, Wasserstoff und Stickstoff vor. Die Durchlässigkeiten für diese Gase verhalten sich bei der in Frage kommenden Membrantemperatur (350° C) etwa wie $1:10^{-1}:10^{-4}$ (Abb. 1).

Dem Heliumgehalt der Luft entspricht ein Partialdruck von $3 \cdot 10^{-3}$ Torr, dem Wasserstoffgehalt ein solcher von $8 \cdot 10^{-2}$ und dem Stickstoffgehalt ein solcher von etwa $6 \cdot 10^2$ Torr. Demzufolge verhalten sich die durch die Membran eindringenden Mengen bei normalem Helium-

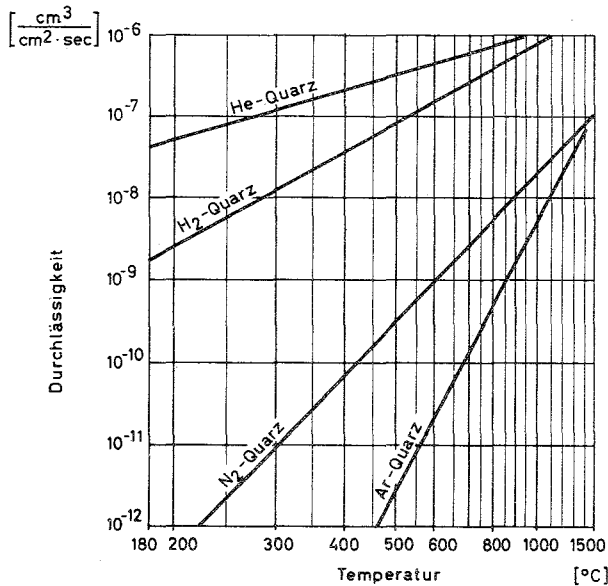


Abb. 1

Durchlässigkeit von Quarz für verschiedene Gase.

gehalt der Luft wie $3 \cdot 10^{-3} : 8 \cdot 10^{-3} : 6 \cdot 10^{-2}$ (He: H₂: N₂). Es dringt also volumenmäßig mehr als doppelt soviel Wasserstoff und etwa zwanzigmal soviel Stickstoff wie Helium im empfindlichen Bereich in die Meßzelle. Der Gleichgewichtsdruck, der sich für die drei Gase einstellt, hängt aber nicht nur von der Durchlässigkeit des Quarzfensters, sondern auch vom Saugvermögen der Ionisationsgetterpumpe ab. Ist nämlich deren Saugvermögen für Stickstoff und Wasserstoff wesentlich größer als für Helium, dann erfolgt eine weitere Abtrennung des Heliums von den Luftbestandteilen. Ein solches System soll als Gettertrennsystem bezeichnet werden. Es gibt heute im Handel sehr kleine Ionisationsgetterpumpen, deren Saugvermögen für Stickstoff etwa das Zehnfache und für Wasserstoff das Zwanzigfache ihres Saugvermögens für Helium betragen. Man kommt daher bei der beschriebenen Lecksuchröhre allein mit der Messung des Totaldruckes bzw. dessen Änderung aus, wenn eine Ionisationsgetterpumpe verwendet wird, die für Helium ein wesentlich geringeres Saugvermögen als für Stickstoff und Wasserstoff besitzt. Die Empfindlichkeit dieser Lecksuchröhre ist, wie noch gezeigt werden wird, unter vergleichbaren Verhältnissen, etwa so groß wie die mit Lecksuchgeräten nach dem Massenspektrometerprinzip erreichbare.

Unter den bekanntgewordenen Ionisationsgetterpumpen [14–26] sind die sogenannten Zerstäuberpumpen für die Lecksuchröhre am geeignetsten, da es solche Pumpen auch für geringe Saugvermögen gibt. Eine Pumpe mit einem Saugvermögen von 0,2 l/s für Luft, die bequem mit einer Hand umfaßt werden kann, reicht für den Betrieb der Lecksuchröhre bereits aus.

Da in Ionisationsgetterpumpen der Entladungsstrom direkt proportional dem in der Pumpe herrschenden Druck ist,

erübrigt sich ein besonderes Druckmeßsystem. Die beim Auffinden eines Lecks in der Röhre auftretende Druckverschlechterung kann über den Entladungsstrom bestimmt werden.

Die Lecksuchröhre besteht also lediglich aus einem Quarzfenster mit Heizeinrichtung und einer kleinen Ionisationsgetterpumpe und hat damit im Vergleich zu den bekannten Heliumlecksuchgeräten nach dem Massenspektrometerprinzip sehr kleine Abmessungen. Die Lecksuchröhre einschließlich des Pumpensystems ist, wie Abbildung 2 zeigt, nicht wesentlich größer als die Schnüffelsonde eines He-

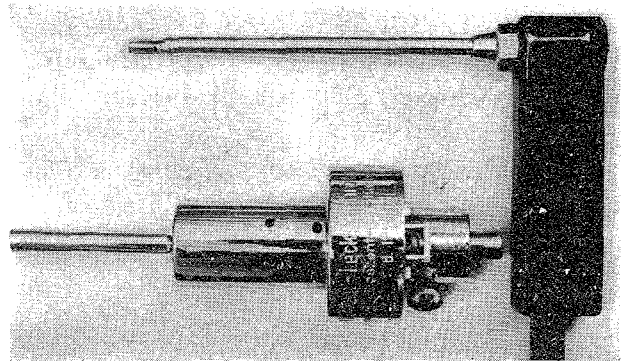


Abb. 2

Größenvergleich zwischen Heliumlecksuchröhre (unten) und Schnüffelsonde (oben) eines Heliumlecksuchgerätes nach dem Massenspektrometerprinzip.

liumlecksuchgerätes. Außerdem kann sie aufgrund ihrer Konzeption mit dem Betriebsgerät durch eine beliebig lange elektrische Leitung verbunden werden und benötigt daher nicht wie die Massenspektrometerlecksuchgeräte eine Vakuumleitung zum Standgerät. Auf diese Weise sind auch große Behälter ohne dauerndes Mitbewegen des Betriebsgerätes leicht auf Dichtheit zu prüfen. Ist die Röhre außer Betrieb, so dauert es Jahre, bis die durch das Diffusionsfenster eindringenden Gase in der Röhre einen Druckanstieg auf 10^{-3} Torr bewirken; aber selbst bei diesem Druck saugt nach Inbetriebnahme die Ionisationsgetterpumpe die eingedrungenen Gase in kurzer Zeit wieder ab.

3. Die Physik der Lecksuchröhre

1. Diffusionsfenster der Vakuumröhre

Bekanntlich sind einige Glassorten für Helium besonders stark durchlässig. Die Durchlässigkeit steigt mit dem SiO₂-Gehalt des Glases, so daß Quarzglas, das die höchste Heliumdurchlässigkeit besitzt, das geeignetste Material für das Diffusionsfenster darstellt. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Durchlässigkeit von Quarzglas für Helium. Die Diffusionskonstante D (cm²/sec) entspricht der Durchlässigkeitskonstanten K , wobei K die Menge des Heliums in Torr · cm³/sec angibt, die durch eine Fläche von 1 cm² bei einer Materialstärke von 1 cm bei einem Partialdruckunterschied von 1 Torr im stationären Zustand hindurchgeht.

T (°C)	D (cm ² /sec) = K
25°	7,6 · 10 ⁻¹⁰
50°	3,8 · 10 ⁻⁹
100°	5,3 · 10 ⁻⁹
200°	1,5 · 10 ⁻⁸
300°	3,8 · 10 ⁻⁸
400°	1,1 · 10 ⁻⁷
500°	1,5 · 10 ⁻⁷

Tab. 1

Die zulässige Dicke des Quarzfensters hängt von der sogenannten „lag-time“ ab, das ist die Zeit, die vergeht, bis sich bei einer Partialdruckänderung an der Außenseite des Fensters der stationäre Diffusionszustand für diesen neuen Druck eingestellt hat [34, 35].

Um eine weitgehend trägheitsfreie Leckanzeige zu bekommen, darf diese Zeit nur eine zehntel bis hundertstel Sekunde betragen. Die Größe der „lag-time“ ist im wesentlichen gegeben durch den Ausdruck [36, 37]

$$L = \frac{d^2}{6D} \text{ [sec]} \quad (1)$$

d = Dicke des Materials in cm

D = Diffusionskonstante in cm²/sec

Die nachstehende Tabelle 2 gibt L-Werte für Diffusionsfenster aus Quarzglas der Dicke 0,1 bis 5 μ bei verschiedenen Temperaturen an.

T [°C]	L [d = 5 μ]	L [d = 1 μ]	L [d = 0,5 μ]
25°	6,0 sec	2,2 sec	0,6 sec
150°	0,6 sec	0,22 sec	0,06 sec
350°	0,06 sec	0,022 sec	0,006 sec

Tab. 2

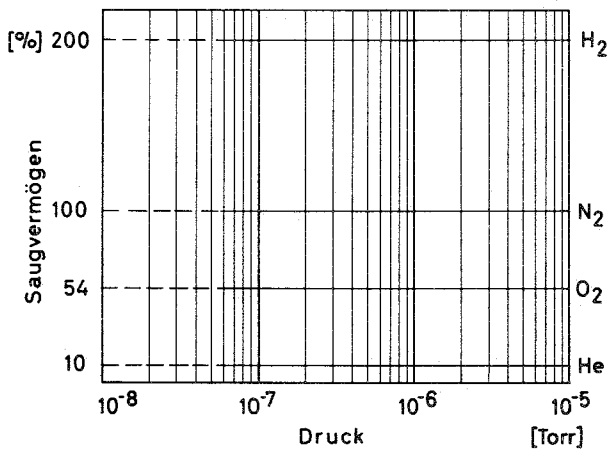


Abb. 3

Abhängigkeit des Saugvermögens einer Vacion-Pumpe® von der Gasart.

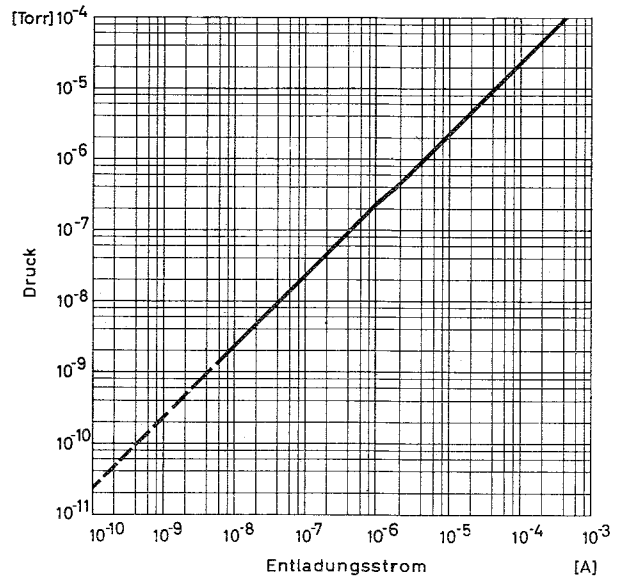


Abb. 4

Abhängigkeit des Entladungsstromes in der Lecksuchröhre vom Druck.

Bei einer Betriebstemperatur von 350 °C ist also selbst bei einer Dicke des Quarzfensters von 5 μ die „lag-time“ für praktische Anwendungsfälle hinreichend klein.

Die erforderliche Fläche des Quarzfensters wird im wesentlichen durch den gewünschten Gleichgewichtsdruck in der Lecksuchröhre und das Saugvermögen der Ionisationsgetterpumpe bestimmt.

Es wurden kreisförmige Quarzfenster von 1 bis 5 μ Dicke und einem Durchmesser von 3 mm hergestellt und die Durchlässigkeit für Helium auf massenspektrometrischem Wege gemessen. Bei Zimmertemperatur lagen die Durchlässigkeiten zwischen 10⁻⁷ und 10⁻⁸ [at cm³/sec], bezogen auf einen Heliumpartialdruckunterschied von 1 at. Derartige Fenster können ohne Schwierigkeiten in größeren Stückzahlen hergestellt werden [38–40].

2. Das Evakuierungssystem

Als Evakuierungs- und Druckmeßsystem eignet sich die erwähnte Ionisationsgetterpumpe mit einem Saugvermögen für Stickstoff von 0,2 l/sec. Das Saugvermögen der verwendeten Pumpe für die interessierenden Gase ist aus Abb. 3 zu entnehmen. Abb. 4 zeigt die Abhängigkeit des Entladungsstromes vom Druck, Abb. 5 die Meßschaltung zum Betrieb der Lecksuchröhre.

3. Der Gleichgewichtsdruck in der Lecksuchröhre

Die Berechnung des Gleichgewichtsdruckes, der sich bei einem bestimmten äußeren He-Partialdruck einstellt, ergibt sich nach folgenden Überlegungen:

Durch das Fenster strömt während der Zeit dt von außen

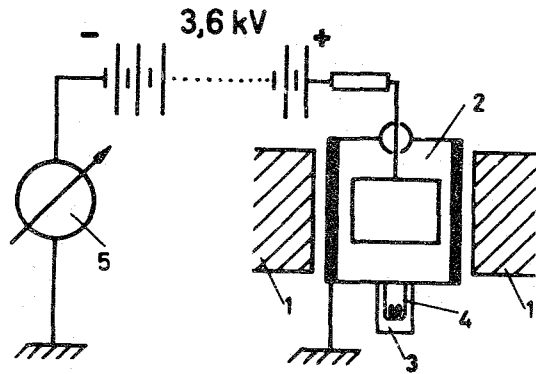


Abb. 5

Meßschaltung zum Betrieb der Lecksuchröhre 1 = Permanentmagnet, 2 = Ionisationsgetterpumpe, 3 = Quarzfenster, 4 = Heizspirale, 5 = Meßverstärker.

die Menge

$$q_a = \frac{K \cdot F}{d} (p_a - p_i) dt \quad (2)$$

Die Ionisationsgetterpumpe mit dem Saugvermögen S (cm^3/sec) entzieht dem Volumen V der Lecksuchröhre während der Zeit dt die Gasmenge

$$q_i = S \cdot p_i \cdot dt \quad (3)$$

Für die Druckänderung im Inneren der Röhre gilt die Differentialgleichung

$$V \cdot dp_i = q_a - q_i \quad (4)$$

Man setzt zur Abkürzung

$$\frac{K \cdot F}{d} = N \quad (5)$$

und erhält

$$\frac{dp_i}{dt} + \frac{S + N}{V} \cdot p_i - \frac{N}{V} p_a = 0 \quad (6)$$

Die Differentialgleichung hat die Lösung

$$p_i = \text{const. exp.} \left(-\frac{S + N}{V} \right) \cdot t + \frac{N}{S + N} \cdot p_a \quad (7)$$

Für den Gleichgewichtsdruck im Inneren der Röhre erhält man mit $t \rightarrow \infty$ den Wert

$$p_i(t \rightarrow \infty) = p_\infty = \frac{N}{S + N} \cdot p_a \quad (8)$$

Die in Frage kommenden Werte für N liegen bei $10^{-5} \text{ cm}^3/\text{sec}$ und die Werte für S bei 20 bis $400 \text{ cm}^3/\text{sec}$, so daß sich grundsätzlich für die weiteren Berechnungen mit $S \gg N$ die Gleichung (8) vereinfacht zu

$$p = \frac{N}{S} p_a \quad (9)$$

Da eine Mischung von Gasen (im wesentlichen Helium, Wasserstoff und Stickstoff) vorliegt, für die verschiedene

Durchlaßkonstanten N_{He} , N_{H_2} und N_{N_2} und verschiedene Saugvermögen der Ionisationsgetterpumpe S_{He} , S_{H_2} und S_{N_2} gelten, ergibt sich der Totaldruck p_∞ als Summe der Partialdrücke

$$p_\infty = p_{\infty \text{He}} + p_{\infty \text{H}_2} + p_{\infty \text{N}_2} \quad (10)$$

Die tatsächlichen Werte bei der Lecksuchröhre sind etwa

a) Durchlaßkonstanten bei 350°C :

$$N_{\text{He}} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{sec}$$

$$N_{\text{H}_2} = 5 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^3/\text{sec}$$

$$N_{\text{N}_2} = 5 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^3/\text{sec}$$

b) Saugvermögen

$$S_{\text{He}} = 20 \text{ cm}^3/\text{sec}$$

$$S_{\text{H}_2} = 400 \text{ cm}^3/\text{sec}$$

$$S_{\text{N}_2} = 200 \text{ cm}^3/\text{sec}$$

Daraus ergeben sich für den natürlichen He-, H₂- und N₂-Gehalt der Luft die folgenden Gleichgewichtspartialdrücke:

$$p_{\infty \text{He}} = 0,8 \cdot 10^{-9} \text{ Torr}$$

$$p_{\infty \text{H}_2} = 0,1 \cdot 10^{-9} \text{ Torr}$$

$$p_{\infty \text{N}_2} = 1,5 \cdot 10^{-9} \text{ Torr}$$

bzw. der Gleichgewichtstotaldruck

$$p_\infty = 2,4 \cdot 10^{-9}$$

Der maximale Totaldruck ist durch das Vorhandensein von reinem Helium an der Außenseite der Membran gegeben, wobei die anderen in der Röhre auftretenden Partialdrücke vernachlässigt werden können. Für diesen Fall gilt daher

$$p_\infty = p_{\infty \text{He}} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ Torr}$$

4. Ansprechzeit (Druckanstieg bei Heliumeinwirkung)

Für den Verlauf des Heliumpartialdruckes in der Lecksuchröhre erhält man unter der Bedingung $S \gg N$ die Beziehung

$$p_i = \left(p_0 - \frac{N}{S} p_a \right) e^{-\frac{S}{V} \cdot t} + \frac{N}{S} p_a \quad (11)$$

p_i = Innendruck zur Zeit t

p_0 = Innendruck zur Zeit $t = 0$

p_a = Außendruck zur Zeit $t = 0$

Nach der Zeit aufgelöst und unter Berücksichtigung der Beziehung $\frac{N}{S} p_a = p_\infty$ ergibt sich

$$t = \frac{V}{S} \cdot \ln \frac{p_\infty - p_0}{p_\infty - p_i} \quad (12)$$

$$\text{bzw. } t = \frac{V}{S} \ln \left(1 - \frac{p_0}{p_\infty} \right) - \ln \left(1 - \frac{p_i}{p_\infty} \right) \quad (13)$$

Das in Frage kommende Volumen, das sich aus dem Arbeitsraum der Ionisationsgetterpumpe und der Verbindungslleitung zum Quarzdiffusionsfenster zusammensetzt, liegt bei etwa 10 cm^3 ; daher gilt:

$$\frac{V}{S_{\text{He}}} = 0,5 \text{ sec}$$

Wie aus den Berechnungen hervorgeht, steigt der Heliumpartialdruck im Inneren der Lecksuchröhre unter den gegebenen Verhältnissen in Bruchteilen einer Sekunde je nach Partialdruckänderung an der Außenseite des Diffusionsfensters bis um mehrere Zehnerpotenzen an. Die Abb. 6 und 7 zeigen die Ansprechzeiten der Lecksuchröhre und eines Heliumlecksuchgerätes nach dem Massenspektrometerprinzip in einem praktischen Fall, bei dem der Prüfling in beiden Fällen unter He-Überdruck stand.

5. „Totzeit“ (Druckabfall nach Heliumeinwirkung)

Für die Berechnung der Zeit, die notwendig ist, um in der Röhre den Druck von einem bei einer Leckanzeige erreichten Gleichgewichtsdruck wieder auf den Ausgangsdruck abzusenken, gilt sinngemäß Glg. 12

$$t = \frac{V}{S} \ln \frac{p_0 - p_\infty}{p_1 - p_\infty}$$

Der Gleichgewichtspartialdruck im Inneren der Röhre ist bei natürlichem He-Gehalt der Luft p_∞ , außerdem ist p_0 der Druck im Inneren der Röhre z. Z. $t = 0$, d. h. der Gleichgewichtsdruck, der sich bei einer Messung eingestellt hat und der durch die Ionisationsgetterpumpe bis auf p_∞ abgesenkt werden muß; p_1 ist der Druck im Inneren der Röhre z. Z. t .

Man erhält für die Praxis hinreichend kurze Zeiten, wenn

$$\frac{V}{S} \leq 1 \text{ sec}$$

gehalten wird.

6. Die Nachweisempfindlichkeit

Die Grenze des Lecknachweises ist bedingt durch die Schwankungen der Größen, die für den Gleichgewichtstotaldruck in der Röhre maßgebend sind:

- Durchlässigkeit des Quarzfensters für He, H_2 und N_2
- Saugvermögen der Ionisationsgetterpumpe für He, H_2 und N_2
- Partialdruck von He, H_2 und N_2 an der Außenseite des Quarzfensters.

Da man für das dünne Quarzfenster eine durch Luftströmungen bedingte relativ erhebliche Temperaturschwankung zugrunde legen muß, ist die Nachweisempfindlichkeit der Lecksuchröhre hauptsächlich durch die Schwankungen der temperaturabhängigen Durchlässigkeit des Quarzfensters begrenzt.

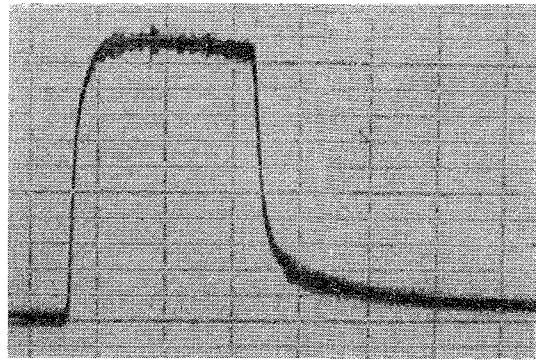


Abb. 6

Ansprechzeit der Lecksuchröhre beim Auffinden eines Lecks (1 Skalenteil der Abszisse entspricht 1 Sekunde)



Abb. 7

Ansprechzeit eines üblichen Massenspektrometerlecksuchgerätes mit Schnüffelsonde unter gleichen Verhältnissen wie bei Abb. 6 (1 Skalenteil der Abszisse entspricht 1 Sekunde).

Legt man für ungünstige Verhältnisse eine Schwankung der Fenstertemperaturen $\Delta T = \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$, bezogen auf eine mittlere Temperatur von $350 \text{ }^\circ\text{C}$ zugrunde, dann entnimmt man den Durchlässigkeitskurven (Abb. 1) folgende Schwankungswerte:

$$\Delta N_{\text{He}} \text{ ca. } \pm 30\%$$

$$\Delta N_{\text{H}_2} \text{ ca. } \pm 50\%$$

$$\Delta N_{\text{N}_2} \text{ ca. } \pm 100\%$$

Daraus berechnet sich die Schwankung des Totaldruckes in der Lecksuchröhre zu:

$$\Delta p_\infty = \frac{N_{\text{He}}}{S_{\text{He}}} p_{\text{aHe}} \frac{\Delta N_{\text{He}}}{N_{\text{He}}} + \frac{N_{\text{H}_2}}{S_{\text{H}_2}} \cdot p_{\text{aH}_2} \frac{\Delta N_{\text{H}_2}}{N_{\text{H}_2}} + \frac{N_{\text{N}_2}}{S_{\text{N}_2}} p_{\text{aN}_2} \cdot \frac{\Delta N_{\text{N}_2}}{N_{\text{N}_2}} = 2 \cdot 10^{-9} \text{ Torr} \quad (14)$$

Dieselbe Druckänderung wird durch eine eindringende Heliummenge von

$$\Delta q_{\text{He}} = \Delta p_{\text{He}} \cdot S_{\text{He}} \\ \Delta q_{\text{He}} = 5 \cdot 10^{-11} \frac{\text{atcm}^3}{\text{sec.}} \quad (15)$$

bewirkt.

Literatur-Verzeichnis

- [1] D. Cossutta und W. Steckelmacher: „Lens mass-spectrometer leak detector.“ *Journ. of Scientif. Instr.* **37**, 404-410 (1960).
- [2] H. S. Corey: „Production leak rate detection systems.“ Report TID-4500.
- [3] H.-W. Drawin und K. Kronenberger: „Ein neues, universell einsetzbares Lecksuch-Massenspektrometer.“ *Vakuumtechnik* **5**, 8 (1959).
- [4] R. F. Moody: „Vielseitiger HF-Lecksucher.“ *Vakuum-Technik* **6**, 70-74 (1957).
- [5] US-Patentschrift Nr. 2863315: „Apparatus for detecting leaks in vacuum systems.“
- [6] US-Patentschrift Nr. 2947166: „Vapour leak detector.“
- [7] Franz. Patentschrift Nr. 1181312: „Perfectionnement aux méthodes de mesure d'étanchéité.“
- [8] H. Nelson: „The Hydrogen Gauge - an ultra-sensitive device for location of air leaks in vacuum-device envelopes.“ *Rev. Sci. Instr.* **16**, 273-275 (1945).
- [9] F. M. Penning und K. Nienhuis: „Bauart und Anwendung einer neuen Ausführung des Philips-Vakuummeters.“ *Philips Techn. Rundsch.* **11**, 116-123 (1949).
- [10] F. M. Penning: „Ein neues Manometer für niedrige Gasdrücke zwischen 10^{-3} und 10^{-5} mm.“ *Physica IV*, 71-75 (1937).
- [11] US-Patentschrift Nr. 3070992: „Pressure gauge and method of operation.“
- [12] A. Thiel: „Dichtigkeit und Dichtigkeitsprüfung in der Kerntechnik.“ *Atomkernenergie* **2**, 3-8 (1959).
- [13] W. Steckelmacher: „Leak detection.“ *Nuclear Engineering Dec.*, 450-453 (Jg. 1959).
- [14] H. Adam und E. Meurer: „Ionengetterpumpen.“ *Zeitschrift für Instrumentenkunde* **70**, 134-139 Heft 6, (1962).
- [15] G. Kienel: „Getter-Ionenpumpen-Wirkungsweise, Aufbau und Verwendungsmöglichkeiten in Wissenschaft und Technik.“ *Chemie-Ing.-Techn.* **34**, 95-105 (1962).
- [16] G. Kienel und A. Lorenz: „Eine Getter-Ionenpumpe für technische Verwendungszwecke.“ *Vakuum-Technik* **1**, 9 (1960).
- [17] C. V. Larson: „Operations and applications of Ion-Getter Pumps.“ *American Inst. of El. Engineers, Winter General Meeting*, 29. Jan.-3. Febr. 1961, Conference Paper No. 61-359.
- [18] J. Lückert: „Untersuchungen zur Gasaufnahme durch aufgedampfte Titanschichten.“ *Vakuum-Technik* **10**, 1-7 (1961).
- [19] L. Malter und H. Mandoli: „Electron Tube Processing with Getter-Ion-Pumps.“ *Vacuum* **10**, 121-127 (1960).
- [20] A. Klopfer: „Die Erzeugung von Höchstvakua mit Getter-Ionenpumpen und das Messen von sehr tiefen Drucken.“ *Vakuum-Technik* **10**, 113-116 (1961).
- [21] A. Klopfer und W. Ermrich: „Eine kleine Ionenpumpe.“ *Philips' technische Rundschau* **11**, 395-401 (1961).
- [22] J. Alexeff und E. C. Peterson: „Das Verhalten von Evapor-Ionenpumpen bei Edelgasen.“ *Vakuum-Technik* **5**, 61-64 (1956).
- [23] W. Bächler: „Zum Pumpmechanismus für Edelgase in Ionengetterpumpen des Penning-Typs.“ *Vakuum-Technik* **11**, 33-35 (1962).
- [24] K. B. Blodgett und T. A. Vanderlice: „Mechanism of inert gas cleanup in a gaseous discharge.“ *Journ. Appl. Phys.* No. **6**, 31 (1960).
- [25] US-Patentschrift Nr. 2972690: „Ion pump and gauge.“
- [26] J. R. Young: „Use of an Ion-Pump as a Leak-Detektor.“ *Rev. Sci. Instr.* **32**, 85 (1961).
- [27] E. Waldschmidt: „Gasabgabe und Gasdurchlässigkeit metallischer Vakuumbaustoffe.“ *Metall* **8**, 749-758 (insbes. S. 756, Abb. 10) (1954).
- [28] F. J. Norton: „Permeation of gases through solids.“ *Journ. Appl. Phys.* **28**, 34-39 (1957).
- [29] F. J. Norton: „Helium diffusion through glass.“ *Journ. of the Am. Ceram. Soc.*, Vol. **36**, No. **3**, 90-96.
- [30] K. Kammermeyer: „Gaseous diffusion through microporous and adsorbent membranes.“ *Chemical Engineering Progress Symposium Series*, Vol. **55**, No. **24**, 115-125.
- [31] K. Kammermeyer und L. O. Rutz: „Gas and vapor flow in microporous barriers.“ *Chemical Engin. Progress, Symposium Series*, Vol. **55**, No. **24**, 163-169.
- [32] D. F. Othmer und G. J. Frohlich: „Correlating Permeability Constants of Gases through Plastic Membranes.“ *Industrial and Engineering Chemistry* **47**, 1034-1040 (1955).
- [33] W. L. H. Moll: „Durchlässigkeit von Kunststoffolien für Gase und Dämpfe.“ *Kolloid-Zeitschrift* **167**, Heft 1, 55-62.
- [34] W. Jost: „Diffusion in Solids, Liquids, Gases.“ Academic Press Inc., Publishers New York 1952.
- [35] R. M. Barrer: „Diffusion in and through solids.“ Cambridge at the University Press, Seite 18ff, (1951).
- [36] H. L. Firsch: „The time lag in diffusion.“ *Journ. Phys. Chem.*, 93-95 (Jan. 1957).
- [37] H. A. Daynes: „The process of diffusion through a rubber membrane.“ *Proc. Roy. Soc.*, 290-297 (Jg. 1920).
- [38] W. Espe: „Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik“ (Bd. II: Silikatwerkstoffe). Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin (1960).
- [39] G. Mönch: „Neues und Bewährtes aus der Hochvakuumtechnik.“ W. Knapp-Verlag, Halle/Saale (1959).
- [40] G. Bathow: „Glasfolien hoher Druckbeständigkeit mit einer Dicke unter 100 μ .“ *Vakuum-Technik* **5**, 155-158 (1956).
- [41] J. Spies: „Lecksuchröhre nach dem Massenspektrometerprinzip.“ *DBP* 1 138 254