

KURZE MITTEILUNGEN

Bis am 20. des Monats bei der Redaktion eingehende kurze Mitteilungen werden in der Regel am 15. des folgenden Monats veröffentlicht

Einfache und empfindliche Vorrichtung zur Leckprüfung von Vakuumapparaturen

Im Zusammenhang mit Massenspektrometrie und andern Hochvakuumarbeiten ist die Prüfung jedes einzelnen bearbeiteten Metallteiles auf «Dichtigkeit» eine immer wiederkehrende Operation.

Unter den im Handel befindlichen Geräten ist der kostspielige Helium-Leak-Detektor¹ das empfindlichste Instrument. Bei diesem wird das Prüfstück am Vakuum-system angeschlossen und von außen mit Helium bepinselt. Eindringenes Gas gelangt nach der Diffusionspumpe durch ein Ventil in ein Massenspektrometer von kleinem Radius, das auf Masse 4 fest eingestellt ist und noch einen Teil Helium in $3 \cdot 10^5$ Teilen Luft nachzu-

weisen vermag. Das Ausgangssignal des Ionenauffängers moduliert z.B. einen Tongenerator, wodurch die Tonhöhe ein Maß für die registrierte He-Menge und damit nach geeigneter Eichung der Lochgröße liefert. Es können noch Löcher von 10^{-9} cm³ (NB)/sec gefunden werden. Eine Übersicht verschiedener einfacherer, aber weniger empfindlicher Lochsuchgeräte haben R. LOEVINGER und A. GUTHRIE² gegeben.

H. NELSON³ verwendet ein hochevakuiertes Ionisationsmanometer (IM) mit Glühkathode, das durch eine auf Rotglut befindliche Pd-Membran vom Vakuum-system mit dem Prüfling abgetrennt ist. Dadurch wird die hohe Empfindlichkeit der Druckanzeige dieses Instruments, ähnlich wie beim He-Detektor, selektiv auf

¹ A.O. NIER, C.M. STEVENS, J.A. HUSTRULID und T.A. ABBOTT, *J. Appl. Physics* 18 (1947) 30. H.A. THOMAS, T.W. WILLIAMS und J.A. HIPPLE, *Rev. Sci. Instr.* 17 (1946) 368. – Firmen, die He-Leak-Detektoren herstellen: *General Electric Company, Schenectady; Westinghouse Company; Consolidated Engineering Corporation, Pasadena; Atlas-Werke, Bremen*, und weitere.

² In A. GUTHRIE und R.K. WAKERLING, *Vacuum Equipment and Techniques, Nat. Nucl. Energy Ser. I. 1* (1949) S. 190–242.

³ H. NELSON, *Rev. Sci. Instr.* 16 (1945) 273.

das Prüfgas Wasserstoff wirksam. Mit konventionellen Hilfsmitteln ist eine Druckänderung von Bruchteilen von 10^{-7} mm Hg noch sicher festzustellen, so daß Lecke gefunden werden können, die etwa $10^{-7} \cdot S \text{ cm}^3 \text{ (NB)/sec}$ betragen (S Pumpgeschwindigkeit am Ort der Druckanzeige in l/sec).

Wir haben seit einiger Zeit mit gutem Erfolg eine Lecksucheinrichtung in Betrieb, bei der die Pd-Membran von NELSON mit wesentlichen Vorteilen durch eine Kühlfalle in flüssigem Wasserstoff ersetzt wird.

Eine ALPERT-Kühlfalle⁴ in flüssigem Wasserstoff setzt den Gleichgewichtspartialdruck von Luft auf $< 10^{-10}$ mm Hg (N_2) herunter, ist aber für Wasserstoff völlig durchlässig. Bläst man nach Abb. 1 das IM⁵ über einen Hahn H_2 und die Kühlfalle F an die bezeichnete Stelle des Vakuumsystems an, so ergibt sich mit geschlossenem H_3 und offenem H_1 und H_2 nach Ausgasen in kurzer Zeit ein Druck von etwa 10^{-7} mm Hg. Öffnet man darauf H_3 und schließt das Probestück P an, so bleibt dieser kleine Druck bei M_1 bestehen, obwohl M_2 bis 0,01 mm Hg anzeigen kann. Das Prüfstück wird nun mit H_2 -Gas aus einer feinen Düse bepinselt, währenddem der Ausschlag des IM zu beobachten ist. Höchste Meßempfindlichkeit für kleinste Löcher ist bei geschlossenem H_1 zu erreichen. Die Ansprechverzögerung beträgt nur wenige Sekunden.

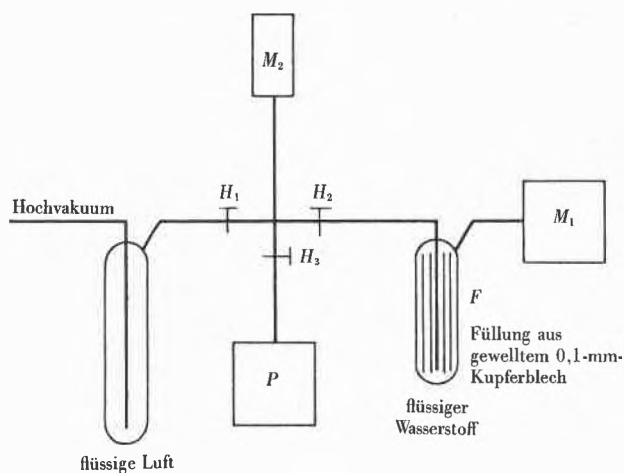


Abb. 1. Meßeinrichtung zum Lecksuchen. H_1 , H_2 , H_3 Glashähne; M_1 Ionisationsmanometer; M_2 Ionisationsmanometer nach PENNING; F Kühlfalle, mit geripptem Kupferblech gefüllt, nach ALPERT, in flüssigem Wasserstoff; P Prüfstück

⁴ D. ALPERT, *Rev. Sci. Instr.* 24 (1953) 1004; *Science* 122 (1955) 729.

⁵ Zum Teil wurde die RCA 1949 benutzt mit selbstgebaute Elektronik, die folgende Teile enthielt: Ridenour-Lampson-Emissionsstabilisierung; Elektrometerröhre 5886 zur Messung des Ionenstroms mit variablen Gitterableitwiderständen von 10^7 bis $10^{11} \Omega$ (Victoreen); Relaiskreis, der Kathodenheizung bei Vollausschlag des Instruments ausschaltet; zum Teil das Instrument PW 7902 von Philips, das zwei Penning-Manometer anzuschließen gestattet mit Meßbereichen 10^{-2} bis 10^{-5} mm Hg und 10^{-4} bis 10^{-6} mm Hg.

Die Empfindlichkeit der Einrichtung kann aus den folgenden Meßwerten ermittelt werden: Die kleinste beobachtbare Druckänderung, die bei $2 \cdot 10^{-7}$ mm Hg bei M_1 noch 5 mal über den mittleren statistischen Schwankungen liegt, beträgt $5 \cdot 10^{-8}$ mm Hg. Bei einem Außendruck bei M_2 von 10^{-2} mm Hg ergibt sich daraus eine selektive Anzeigeempfindlichkeit für H_2 von 1 Teil in $2 \cdot 10^5$ Teilen Luft. Dies entspricht beinahe derjenigen für He des CEC-Leckdetektors.

Lecke, die beim H_2 -Bepinseln einen Druckausschlag von $5 \cdot 10^{-8}$ mm Hg ergeben, entsprechen $5 \cdot 10^{-8} \cdot 0,1 \text{ Torr l/sec} = 6 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ (NB)/sec}$, wenn die Pumpgeschwindigkeit unseres Systems bei P 0,1 l/sec bei 10^{-4} mm Hg beträgt.

Dank der Kühlfalle in flüssigem Wasserstoff ist das Ionisationsmanometer also in der Lage, eine nur etwa sechsmal kleinere Leck-Anzeigeempfindlichkeit zu bieten als die He-Leckdetektoren. Dies genügt für die meisten Anforderungen.

Gleichzeitig verschwinden auch die Nachteile der Nelson-Röhre mit heißer Pd-Membran, die oft erraticches Verhalten zeigt:

1. Durch Krackung von Öldampf an der 800° heißen Membran entsteht ein H_2 -Partialdruck von einigen μ Hg. Man muß den dadurch bewirkten Anteil des Ionisationsstromes bei der Messung wegkompensieren; jedoch bleibt er zeitlich wenig konstant. Deshalb ist man gezwungen, in einem relativ unempfindlichen Druckmeßbereich zu arbeiten.

2. Im Laufe der Zeit vermag sich in der Röhre ein auch durch Getterung nicht entferntbarer Gasrest zu bilden, der die Anzeige verschlechtert.

3. Die NELSON-Röhre RCA 1945 zeigt einen großen Photoeffekt durch die Emission der glühenden Flächen und weist nach einiger Betriebszeit interne Isolationsfehler durch verdampftes Pd auf, Effekte, die wiederum auf die Empfindlichkeit ungünstig wirken oder die Messung überhaupt verunmöglichen.

Bei der Anwendung der Kühlfalle in flüssigem Wasserstoff fallen diese Nachteile weg. Dafür muß darauf geachtet werden, daß diese etwa 1 m vertikalen Abstand vom Prüfstück hat, damit der verdampfende Wasserstoff am Prüfort einen möglichst geringen Partialdruck erzeugt. Dieser setzt unter Umständen die Lochanzeigempfindlichkeit herab. Statt H_2 kann auch He als Probegas und eventuell flüssiges He als Kühlbad verwendet werden. Beide Änderungen bieten jedoch keine Vorteile. Das Ionisationsmanometer ist für He wegen der fast doppelt so hohen Ionisationsspannung im Vergleich zu H_2 nur halb so empfindlich. Die Selektivität ist nicht größer.

Herrn Professor K. CLUSIUS danke ich bestens für die Überlassung von flüssigem Wasserstoff. Die verwendeten Geräte wurden aus einer Subvention zum Bau von Massenspektrometern der Arbeitsbeschaffungskredite des Bundes gebaut bzw. angeschafft.

ERNST SCHUMACHER

Chemisches Institut der Universität Zürich

Eingegangen am 18. Juli 1958