

Moderne Lecksucher mit Vakuumtechnik

Von der optimierten Druckanstiegsmethode hin zum doppelt selektiven Prüfgas-Vakuumsystem

Daniel Wetzig

Die Vakuumtechnik ist ein wesentlicher Bestandteil der industriellen Dichtheitsprüfung. Abhängig von der Applikation bzw. der Dichtheitsanforderung sind entsprechende Rückweiseleckageraten definiert, die mit geeigneter Prüfmethode zu überwachen sind, z. B. Druckanstieg, Massefluss oder Prüfgasmethode. Bei den verschiedenen Prüfmethoden kommen völlig unterschiedliche Vakuumkonzepte zur Anwendung.^{#)}

#) Welches Verfahren zur Aufgabenstellung empfehlenswert ist, fasst die europäische Norm DIN EN 1779 zusammen. Aspekte der Methoden und Charakterisierung von Leckagen sind in [1] beschrieben. Praxisbezogen wird die Wahl der passenden Lecktestmethode in [2] behandelt.

Dieser Artikel gibt einen Überblick über drei verschiedene Messprinzipien mit individuellem Vakuumkonzept. Bei geringen Anforderungen bezüglich der Nachweisgrenze zur Dichtheit kommt die Druckanstiegsmethode zum Einsatz. Dabei wird unter Grobvakuumbedingungen und mit einem einfachen Pumpsystem gearbeitet. Die Druckanstiegsmethode wird mit der Verwendung von Folienprüfkammern optimiert. Um die Leckage am Prüfling zu bewerten, gilt es, den Totaldruckanstieg über die Zeit integral zu messen. Bei dieser Methode wird weder Gas selektiv gepumpt noch wird Prüfgas selektiv nachgewiesen.

Bei hohen Anforderungen zur Dichtheitsprüfung erfolgt die Leckagemessung mit einem Prüfgas, in der Regel Helium oder Wasserstoff in Form von Formiergas. Das Prüfgas wird selektiv mit einem geeigneten System nachgewiesen. Im Prüfvolumen sind Feinvakuumbedingungen notwendig, im Nachweissystem Hochvakuum. Dafür kommt ein Pumpsystem bestehend aus einer Compound-Turbomolekularpumpe und einer Vorvakuum-pumpe zum Einsatz.

Zum Erreichen einer extrem niedrigen Nachweisgrenze wird gaselektiv gepumpt und selektiv



Abb. 1 Verpackungslecksucher Contura S400: Eine Membranpumpe, die Ventilsteuerung, Elektronik und Anzeige sind im Edelstahlgehäuse untergebracht. Die modulare Folienprüfkammer ist auf das Grundgerät aufgesetzt. Sie setzt sich aus zwei symmetrisch aufgebauten Folienkammerringen zusammen. Über die da-

rüber aufgespannte Folie ist eine Kammerglocke gestülpt. Mittels des oberhalb der Folienkammer gekapselten Volumens sind grob undichte Prüflinge ebenso zuverlässig zu erkennen wie kleine Leckagen über den gemessenen Totaldruckverlauf in der Folienkammer.

das Prüfgas nachgewiesen. Als Beispiel dafür dient das von Inficon entwickelte Gerät „Pernicka 700H CHLD“. Darin wird das Untergrundgas selektiv mit einer Kryopumpe gebunden und das Messgas selektiv mit einem Quadrupol-Massenspektrometer nachgewiesen. Kryopumpen binden alle Gase außer dem Prüfgas Helium.

Optimierter Druckanstieg

Verderbliche Produkte wie Lebensmittel oder Tierfutter erfordern eine Verpackung in Schlauchbeuteln aus Folien. Diese Schlauchbeutel beinhalten Schutzgas, das nicht aus der Verpackung entweichen darf. Die Anforderung der Dichtheit hängt von der Anwendung ab und beträgt für nicht vakuumverpackte Produkte bis zu 10^{-3} mbar · l/s bei einer anliegenden Druckdifferenz von 100 mbar [3].

Die automatisierbare, klassische Druckanstiegsmethode lässt sich nicht ohne Weiteres verwenden. Erstens beschädigt das Absenken des Drucks in der Druckanstiegs-kammer die Schlauchbeutelverpackungen, zweitens reicht die Nachweisgrenze nicht aus. Ein Prüfen von Stichproben solcher Verpackungen kann mittels Wasserbad-Prüfung erfolgen. Dieser Test ist jedoch ungeeignet für Serientests in der Fertigungslinie.

Um kleine Leckkanäle oder offene Poren in der Folie der Verpackung aufzuspüren, wird das Produkt in einer Folienkammer per Druckanstiegsmethode geprüft. Hierbei sind zwei Aspekte wichtig: Zum einen bildet die Folienkammer ein minimales, den Prüfling umschließendes Nettovolumen. Je geringer das Kammervolumen V , umso stärker steigt der Kammerdruck Δp pro Zeitintervall Δt bei gegebener Leckagerate Q :

$$\Delta p = \frac{Q}{V} \cdot \Delta t. \quad (1)$$

Zum anderen ermöglicht sie das Absenken des Drucks im Kammer- volumen, ohne dass der Prüfling platzt. Bei der Druckanstiegs- methode ist der Arbeitsdruck entscheidend für die Nachweis- grenze. Denn je geringer der Kammerdruck, umso größer ist die treibende Kraft, die Druckdifferenz am Leckagekanal. Noch wichtiger ist der geringe Kammerdruck, weil eine Temperaturdrift während der Messung eine Druckänderung be- wirkt, die von der Druckänderung aufgrund der aufzuspürenden Leck- kage rate zu unterscheiden ist. An- hand des idealen Gasgesetzes ist zu erkennen, dass bei gegebener Tem- peraturänderung ΔT die absolute Druckänderung Δp im konstanten Volumen mit höherem Arbeits- druck wächst:

$$p \sim T, \Delta p = \frac{\Delta T}{T} \cdot p. \quad (2)$$

Die Proportionalität zwischen Temperatur und Druck zeigt, dass sich bei einer Temperaturänderung von 3 Kelvin der Kammerdruck bei Raumtemperatur bereits um ein Prozent ändert. Die der Tem- peraturänderung folgende absolute Druckänderung wird also durch Absenkung des Arbeitsdrucks reduziert. Erst bei sehr niedrigem Arbeitsdruck dominiert die Ausga-

sung der Prüfkammer-Komponen- ten den Druckanstieg und damit die Nachweisgrenze.

Das Prüfgerät Contura S400 von Inficon arbeitet mit diesem Folien- kammer-Messprinzip (Abb. 1) [4]. Das Kammerinnenvolumen ist un- abhängig vom Prüfling auf ein Mi- nimum von kaum mehr als 100 cm³ reduziert, auch wenn Prüflinge mit einem Gesamtvolumen von mehre- ren Litern eingelegt sind.

Gleichzeitig stabilisiert die den Prüfling umschließende elastische Prüfkammerfolie den Prüfling und verhindert das Platzen des Produkts. Ein feines Vlies auf der Innenfläche der Prüfkammerfolie stellt sicher, dass ein ausreichender Leitwert zum Vakuumsystem und zur Druckmessstelle in der Prüf- kammer gegeben ist. Nach dem Erreichen eines Kammerarbeits- drucks von etwa 30 mbar wird die Verbindungsleitung zwischen Prüfkammer und Vakuumsystem verschlossen. Der anschließende zeitliche Druckverlauf ist ein Maß für die Leckage rate (Abb. 2).

Der in Abb. 2 dargestellte Signal- verlauf startet mit dem Schließen des Ventils zur Pumpe bei einem Basisdruck von etwa 30 mbar. Direkt danach dominiert der Druckausgleich in der Kammer den Signalverlauf. Nach zwei bis drei Sekunden ist dieser im Kammervol- umen abgeklungen. Anschließend wird der Signalverlauf von der Per-



HIPACE® 300 H

Die Turbopumpe mit höchster Kompression für leichte Gase

- Speziell für HV- und UHV- Anwendungen
- Beste UHV-Drücke auch in Kombination mit Membran- pumpe
- Intervallbetrieb bietet mehr als 90% Energieeinsparung ohne Leistungsverlust



Sie suchen eine perfekte Vakuumlösung? Sprechen Sie uns an:

Pfeiffer Vacuum GmbH
Headquarters/Germany
T +49 6441 802-0
www.pfeiffer-vacuum.com

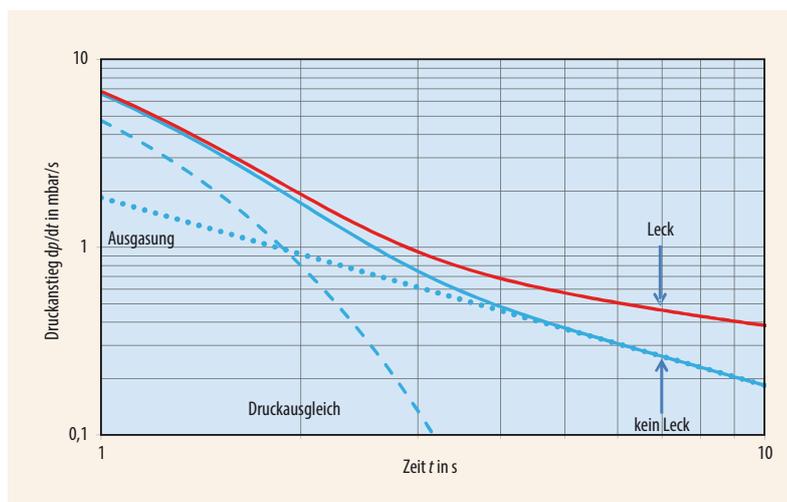


Abb. 2 Die Druckänderung pro Zeit beim Lecksucher Contura S400 ist doppelt logarithmisch als Funktion der Zeit aufgetragen, der blaue Graph zeigt den

Signalverlauf bei eingelegtem, dichten Prüfling, der rote Graph den Verlauf bei undichtem Prüfling.

meation bzw. von der Desorption von den Kammerfolien bestimmt. Ein im Prüfling vorhandenes Leck lässt sich reproduzierbar als Abweichung von der Leermessung quantifizierbar messen, weit besser als durch eine Wasserbadprüfung.

Moderne Prüfgas-Lecksucher

Bei vielen industriellen Anwendungen ist eine um Größenordnungen bessere Dichtheit notwendig, als mit der Druckanstiegsmethode geprüft werden kann. Zudem ist es damit nicht möglich, eine Leckage zu lokalisieren.

Von Vorteil für anspruchsvolle Aufgaben ist die Dichtheitsprüfung mithilfe eines Prüfgases. Für viele Anwendungen hat sich Helium bewährt, weil es ungiftig ist, nicht reaktiv, in Luft nur mit geringem Anteil enthalten und massenspektroskopisch gut von anderen Gasbestandteilen zu unterscheiden.

Der Prüfgasnachweis in Lecksuchgeräten erfolgt selektiv mit dem Massenspektrometer. Zu dessen Betrieb ist Hochvakuum erforderlich, welches eine Turbomolekularpumpe im Lecksucher ermöglicht. Diese hat eine zusätzliche selektive Wirkung für das Prüfgas, die Kompression der Pumpe ist für leichte Gase geringer als für schwere Gase. Während der Dichtheitsprüfung genügen in der Prüfkammer Grob- bis Feinvakuumbedingungen. Dies ist möglich, weil in den meisten

heutigen Lecksuchsystemen nicht im Hauptstromverfahren gearbeitet wird, sondern der Prüfling im Gegenstromprinzip mit dem Massenspektrometer vakuumtechnisch verbunden ist. In einzelnen Geräten kommt alternativ der Wise Technology Sensor für den Heliumnachweis zum Einsatz. Dieser ist ein vom Totaldruck unabhängiger Helium-Partialdrucksensor [5].

Das magnetische Sektorfeld-Massenspektrometer im Vakuumlecksuchsystem ist für den Nachweis von leichten Atom- bzw. Molekülmassen optimiert [6, 7]. Die Pionierarbeiten zur Entwicklung des Sektorfeld-Massenspektrometers leistete Alfred Nier bereits in den 1940er-Jahren im Rahmen des „Manhattan Projekts“ [8].

Alternativ lässt sich Wasserstoff mit dem Massenspektrometer detektieren. Jedoch wird als Prüfgas nicht reiner Wasserstoff verwendet, sondern ein Gemisch aus Stickstoff und Wasserstoff. Wegen der geringeren Konzentration des Wasserstoffs (5 % H₂ – 95 % N₂) ist die Nachweisgrenze verglichen zu Helium reduziert. Zusätzlich stört Wasserdampf als starker Untergrund das Wasserstoffsignal.

Das Messsystem liefert einen Messwert, der proportional zum Prüfgas-Partialdruck am Einlassflansch des Lecksuchers ist. Dieser Messwert dient als Maß für die vorhandene Leckagerate am Prüfling. Zur quantifizierten Leckratenmessung wird das System mit einem Prüfgas-Testleck kalibriert [9, 10].

Wesentliche Spezifikationen des Helium-Vakuumlecksuchers sind die kleinste nachweisbare Leckrate, das Saugvermögen für Helium bzw. Luft und der am Eingangsflansch zulässige Arbeitsdruck. Moderne Helium-Vakuumlecksucher (Abb. 3) erreichen bereits seit einigen Jahren eine Nachweisgrenze von 10⁻¹² mbar · l/s.

Der zulässige Arbeitsdruck am Einlass des Lecksuchers wurde über die Jahre zu immer höheren Werten hin verschoben. Das hat den Vorteil, schneller mit der Dichtheitsprüfung starten zu können. Mit einer modernen Compound-Turbomolekularpumpe [11] im Vakuumlecksucher kann die Lecksuche bereits ab etwa 18 mbar starten.

Der Helium-Vakuumlecksucher UL3000 Fab (Abb. 3) ist für Anwendungen im Halbleitermarkt entwickelt worden und seit 2017 auf dem Markt. Das Gerät ist mit einer Massive-Leck-Funktion erweitert worden, die eine Leckratenanzeige ab 1000 mbar am Einlassflansch ermöglicht.

Exemplarisch werden die Betriebszustände des Lecksuchers UL3000 Fab beschrieben. Bereits zu Beginn der Abpumpphase, während des Evakuierens des Prüflings, wird eine gedrosselte Teilmenge des Messgases in das Nachweissystem eingelassen. Dies ermöglicht es, massive Leckagen im Prüfling sogar bei Drücken direkt unterhalb des atmosphärischen Drucks zu erkennen. Ohne diese Zusatzfunktion



Abb. 3 Zur Vakuumlecksuche eignen sich verschiedene Geräte: UL3000 Fab, Inficon; TitanTest, Laco; Phoenix Quadro dry, Leybold.

werden Lecksucher bei einem Kammerdruck von mehr als 18 mbar zum Schutz blind geschaltet.

Ein typischer Druckverlauf nach dem Anpumpen des Lecksuchers ist in **Abb. 4** gezeigt. Der Druckverlauf startet bei 1000 mbar und sinkt kontinuierlich auf einen Arbeitsdruck unter 10^{-3} mbar. Der minimale Totaldruck von $6 \cdot 10^{-4}$ mbar entspricht der Anzeigegrenze des verwendeten Druckmessensors.

Die Leckratenanzeige während des Anpumpens folgt dem Luftheliumanteil aus der Luft. Ab 1000 mbar wird ein Leckratenwert angezeigt. Die Stufen im Signalverlauf entstehen durch Umschalten der einzelnen Messbereiche bei 18 mbar, 2 mbar und 0,4 mbar. Der Grobmessbetrieb wird ab einem Druck kleiner als 18 mbar zugeschaltet, es werden Leckraten bis 10^{-6} mbar·l/s erkannt. Nach dem Unterschreiten von 2 mbar setzt der Fine-Messbereich ein, mit dem eine Nachweisgrenze von 10^{-10} mbar·l/s möglich ist. Der empfindlichste Messbetrieb lässt sich nach dem Unterschreiten von 0,4 mbar zuschalten und ermöglicht eine Nachweisgrenze von 10^{-12} mbar·l/s.

Neben der Massivleckfunktion ist im UL3000 Fab die Webbrowser-Steuerung eine wesentliche Neuerung. Das Signal ist kabellos auf den Computer, ein Tablet oder Smartphone übertragbar. Ebenso ist es mit den Empfängergeräten



Abb. 5 Der Lecksucher Pernicka 700H CHLD kann im Labor oder Produktionsfeld zum Einsatz kommen.

möglich, das Lecksuchsystem anzusteuern. Damit ist eine Fernüberwachung und Steuerung der Lecksuche möglich.

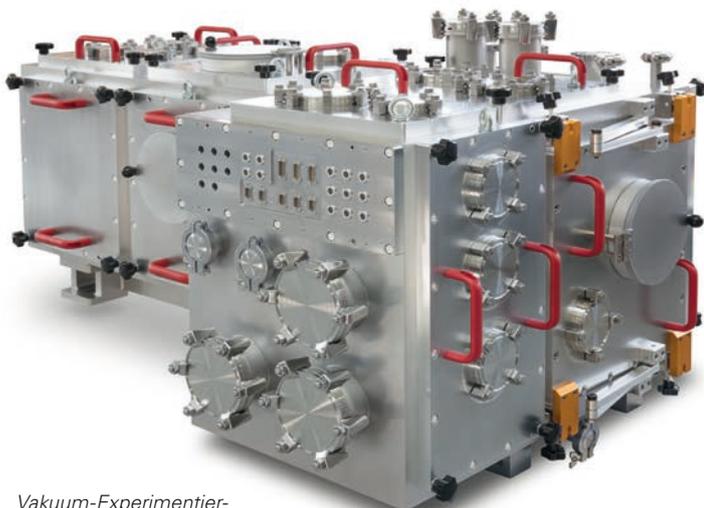
Vakuumlecksucher kommen nicht nur für die klassische Vakuumlecksuche zum Einsatz. Zur Dichtheitsprüfung von langen Rohrleitungen bietet sich eine Variante des Trägergas-Verfahrens bei der Verwendung des Vakuumlecksuchers an, um trotz langer Wege im Prüfling akzeptable Signalansprechzeiten zu erreichen [12].

Prüfgas-Akkumulation

Halbleiterbauteile, Komponenten der Raumfahrt oder implantierbare elektronische medizinische Geräte bedürfen strengerer Testmethoden als die klassische Helium-Vakuumprüfung. Die notwendige Präzision bezüglich der Dichtheitsprüfung wird erreicht, indem das Prüfgas in der Vakuumprüfkammer akkumuliert wird, wobei sonstige Restgase in der Kammer gleichzeitig selektiv gepumpt werden. Ein entsprechendes Gerät „Pernicka 700H CHLD“ hat Inficon für den Einsatz in Labor

Vakuumtechnik

PiNK[®]



Vakuum-Experimentierkammer für den PSI-Röntgenlaser SwissFEL/ALVRA-Gruppe

**Innovativ und intelligent.
Präzise und produktiv.
Zuverlässig und zukunftsweisend.**

PiNK, der Weltmarktführer für vakuumtechnische Sonderanlagen, produziert seit rund 30 Jahren Anlagen und Systeme nach Kundenanforderung. Zum umfassenden Produktspektrum zählen u.a. UHV-Systeme für Linearbeschleuniger, Ionenstrahl-Therapieanlagen, Präzisionsbeschichtungsanlagen, Dichtheitsprüfanlagen sowie Hochvakuum-Lötöfen.

Führende internationale Technologieunternehmen, u.a. aus der Halbleiter- und Elektronikindustrie, der Medizintechnik, der Luft- und Raumfahrt sowie der Wissenschaft und Forschung vertrauen auf die innovativen Produkte des Familienunternehmens aus Wertheim.

oder im Produktionsumfeld entwickelt (Abb. 5).

Eine extreme Sensitivität und Signalstabilität sind möglich, indem das Untergrundgas mit einer Kryopumpe gebunden und das Prüfgas mittels Quadrupol-Massenspektrometer mit Elektronenvervielfältiger selektiv nachgewiesen wird. Die Messung erfolgt in zwei Phasen: der Grobleck-Messung und der anschließenden Akkumulationsmessung.

Nachdem das zu prüfende, mit Helium beaufschlagte Bauteil in die Prüfkammer eingelegt und die Kammer geschlossen ist, wird die Luft mit Argon aus der Kammer und den Rohrverbindungen gespült. Anschließend werden die Leitungen mit der Turbomolekularpumpe und der Kryopumpe evakuiert. Dabei ist die Verbindung zur Prüfkammer verschlossen, hier herrschen zunächst keine Vakuumbedingungen und damit keine treibende Kraft auf mögliche Leckagen.

Die Verbindungsleitung zur Turbopumpe wird geschlossen, sobald der Kammerdruck kleiner als 10^{-1} Pa ist. In diesem Zustand wird das Verbindungsventil zwischen Prüfkammer und Kryopumpenvolumen dosiert geöffnet. Dabei fällt der Druck in der Prüfkammer von 1000 mbar ab, das Argon und sonstige Restgase werden vom Kaltkopf der Kryopumpe gebunden. Nur das Helium und der Wasserstoff des Restgases verbleiben im

Gesamtvolumen, das aus Kryokammer und Prüfkammer gebildet wird. Bei grob undichtem Prüfling ($Q_{Leck} > 10^{-5}$ mbar · l/s) ist die Leckage zuverlässig zu erkennen, weil das Prüfgas im Messvolumen verbleibt und dort einen erhöhten Partialdruck bewirkt.

Ist kein Grobleck vorhanden, beginnt die Akkumulationsphase. Dazu wird das Ventil zur Turbomolekularpumpe geöffnet, um das verbliebene Helium und den Wasserstoff herauszupumpen. Dies reduziert den Basis-Heliumpartialdruck um viele Größenordnungen. Nach einigen Sekunden wird der Zugang zur Turbomolekularpumpe wieder verschlossen. Der anschließende zeitliche Verlauf des Heliumpartialdrucks in der Kammer ist das Maß für die Leckagerate.

Während dieser Messphase werden Restgase einschließlich Argon von der Kryopumpe gebunden. Leckraten bis zu $1 \cdot 10^{-12}$ mbar · l/s lassen sich innerhalb von 10 Sekunden anhand der Steigung des akkumulierten Prüf gases bestimmen. Um noch geringere Leckraten zu erkennen, muss entsprechend länger akkumuliert werden. Das System ist in der Lage, Leckageraten von 10^{-14} mbar · l/s zu detektieren.

Literatur

- [1] H. Rottländer, Vakuum in Forschung und Praxis 26, 23 (2014)
- [2] D. Morris et al., Vakuum in Forschung und Praxis 29, 18 (2017)
- [3] H. P. Hart, Vakuum in Forschung und

- Praxis 28, 21 (2016)
- [4] S. Decker, 19th World Conference on Non-Destructive Testing 2016, Mo.3.H, P159
- [5] D. Wetzig, Vakuum in Forschung und Praxis 21, 8 (2009)
- [6] K. Jousten, Wutz Handbuch Vakuumtechnik, Springer Vieweg (2012)
- [7] D. Seibert, Vakuum in Forschung und Praxis 29, 20 (2017)
- [8] J. De Laeter et al., Mass Spectrom. 41, 847 (2006)
- [9] W. Jitschin et al., Vakuum in Forschung und Praxis 26, 24 (2014)
- [10] W. Große Bley, Vakuum in Forschung und Praxis 16, 176 (2004)
- [11] R. Funke et al., Vakuum in Forschung und Praxis Vol. 27, 30 (2015)
- [12] K. Herrmann et al., 19th World Conference on Non-Destructive Testing 2016, We.2.F.3

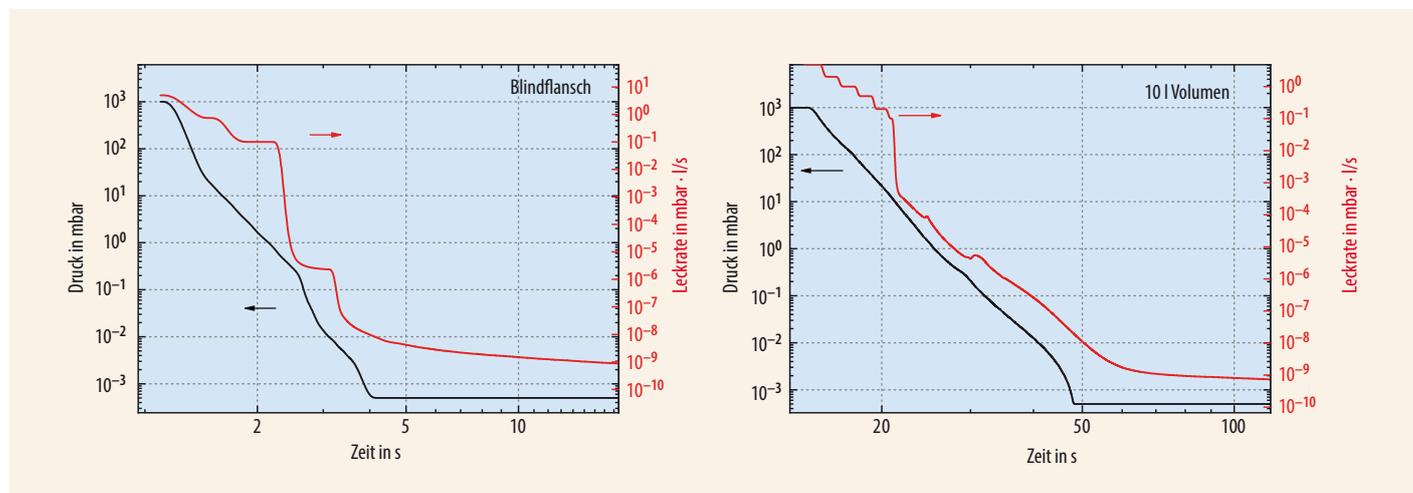


Abb. 4 Typische Abpumpkurve beim UL3000 Fab: Links sind der Verlauf von Totaldruck (schwarz) und Leckratenanzeige (rot) für ein

blind geflanshtes System gezeigt. Rechts ist der Fall für ein angeschlossenes Volumen von zehn Litern dargestellt.