

Dichtheitsprüfungen und Lecksuche ohne Helium

Moderne vakuumbasierende Quadrupolmassenspektrometer in der praktischen Anwendung

Wolfgang Maus-Friedrichs

1 Lecksuchtechnik mit Helium

Die Dichtheitsprüfung von Bauteilen und Produkten ist ein lang etabliertes Verfahren mit einer großen Spanne von Einsatzgebieten und verfügbaren Messgeräten, die vielfältig beschrieben sind [1,2,3,4,5,6,7,8]. Fast ausschließlich wird in kommerziellen Lecksuchern Helium als Prüfgas verwendet. Diese He-Lecksuche basiert auf technischen Entwicklungen, die vor rund 50 Jahren zu den ersten eigenständig arbeitenden und kompakten Geräten führten [8]. Die Verwendung von Helium als Prüfgas hat dabei vor allem die Vorteile, dass das Prüfgas inert ist und eine hohe Permeabilität für alle Lecks aufweist. Die Ursachen von Lecks, mögliche Lecksuchmethoden und die Bedeutung von Leckraten wurden beispielsweise im VIP-Lexikon beschrieben [1]. Die Lecksuche mit Helium ist heute weit verbreitet und wird in einer Vielzahl von Anwendungen eingesetzt.

1.1 Grundlagen der aktuellen Lecksuchtechnik (mit Helium)

Die Lecksuche mit Helium erfolgt in modernen Geräten prinzipiell wie in Abb. 1 schematisch dargestellt. Durch eine Kombination von Vorpumpe und Turbomolekularpumpe wird eine Vakuumkammer auf unter 10^{-4} mbar evakuiert. Der Prüfkörper wird auf den Testport montiert, der durch Steuerung der Ventile vom System eigenständig evakuiert wird. Helium, das durch vorhandene Lecks in den Lecksucher gelangt, wird nicht direkt, sondern im Nebenstrom in die Turbomolekularpumpe (TPU) geführt. Das ermöglicht einen höheren Einlassdruck am Testport, der bis zu 10 mbar betragen kann. Das für Helium erheblich schlechtere Saugvermögen von TPUs sorgt für eine

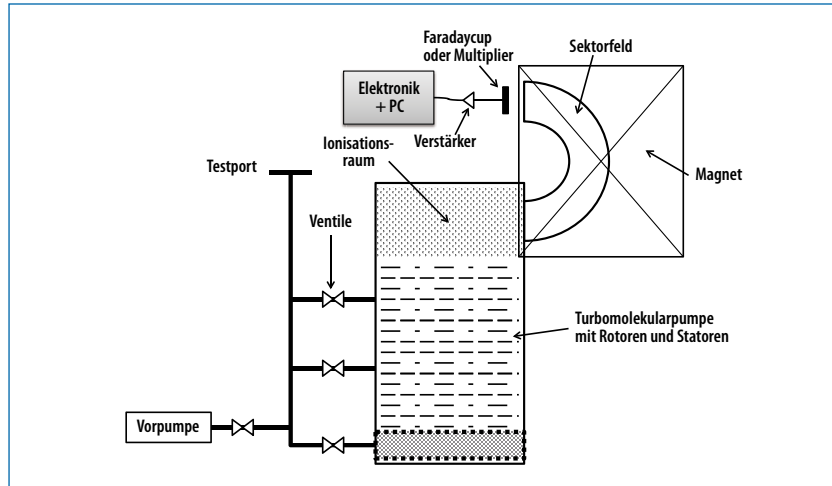


ABBILDUNG 1: Schematische Darstellung des Aufbaus eines Helium-Lecksuchers.

Überhöhung des Heliumanteils in der Atmosphäre des Ionisationsraums. Dort werden die Atome und Moleküle durch Elektronenstoß ionisiert, wobei die Ionisationswahrscheinlichkeit erheblich von der kinetischen Energie der ionisierenden Elektronen und der Gassorte abhängt. Durch geeignete Beschleunigungs- und Formier-Linsen werden die Ionen in das rechts befindliche Sektorfeld beschleunigt. Die kinetische Energie der Ionen hängt dabei nur von der

Potentialdifferenz U zwischen dem Ort der Ionisation und dem Ionenfänger am Ende des Sektorfeldes ab:

$$q \cdot U = \frac{1}{2} \cdot m \cdot v^2 \rightarrow v = \sqrt{\frac{2 \cdot q \cdot U}{m}} \quad (1)$$

mit:

- q – Ladung des Ions,
- U – Potentialdifferenz zwischen Ort der Ionisation und dem Ionenfänger,
- m – Masse des Ions,
- v – Geschwindigkeit des Ions.

ZUSAMMENFASSUNG

Dichtheitsprüfungen und Lecksuche mit Helium sind über viele Jahrzehnte hinweg optimierte und technisch versierte Verfahren. Eine Reihe technischer Vorteile des Heliums wurde sinnvoll zur Optimierung der Messgeräte genutzt, wie die Einsetzbarkeit im Nebenstromverfahren, seine hohe Permeabilität, seine Reaktionsträgheit und seine bisher einfache Verfügbarkeit. Messgeräte auf dieser Basis sind jedoch in fast allen Fällen nicht

in der Lage andere Gase zu verwenden. Insbesondere bei verschlossenen Produkten wie z. B. Transistoren oder Konservendosen aus dem Lebensmittelbereich ist das Einbringen von Helium technisch schwierig und aufwendig. Dort wäre die direkte Nutzung des eingekapselten Prozessgases zur Dichtheitsprüfung sehr viel sinnvoller. Dies können moderne Multigas-Lecksucher heute ermöglichen.

Das bedeutet, dass die Geschwindigkeit v der Ionen umgekehrt proportional von \sqrt{m} abhängt, wie man Gl. (1) entnehmen kann.

Mit dieser, für jede Masse eigenen Geschwindigkeit v fliegen die Ionen in das ebenfalls im Vakuum befindliche Spektrometer, in der Regel ein Sektorfeld-Spektrometer, das je nach Bauform einen Winkel zwischen 60° und 180° hat. Senkrecht zum Sektorfeld wirkt das Magnetfeld B , das zumeist durch einen Permanentmagneten erzeugt wird.

Die Ionen werden durch das Magnetfeld umgelenkt, wobei ein Gleichgewicht zwischen der radial nach innen wirkenden Lorentzkraft und der radial nach außen wirkenden Zentrifugalkraft gilt:

$$q \cdot v \cdot B = \frac{m \cdot v^2}{r} \rightarrow B = \frac{m \cdot v}{q \cdot r} \quad (2)$$

mit:

B – Magnetfeldstärke,

r – Radius des Sektorfeldumlenkers.

Mit Gl. (1) folgt daraus (vorausgesetzt, dass die Teilchen jeweils einfach ionisiert sind):

SUMMARY

Leakage tightness tests without helium

Over more than 40 years leak testing with Helium has been a well established measurement procedure of high performance and quality. Helium provides a number of advantages allowing for the optimization of the instruments. It has a high permeability, allows by-pass methods to enhance the Helium signal, it is inert and was easily available over a long period. Unfortunately, Helium leak instruments are constraint to this gas and do not offer the possibility to use other gas species. Especially hermetically sealed products like transistors or cans are hard to measure because it is a technological challenge to fill these parts with Helium for analysis. In these cases a direct use of the encapsulated process gases would make much more sense. This is possibly by using modern multigas leak detectors.

*) Hier und im weiteren Text werden die Massen nun in Vielfachen der atomaren Masseneinheit $u = 1,661 \cdot 10^{-27}$ kg angegeben.

$$B = \sqrt{\frac{2 \cdot U}{q \cdot r^2}} \cdot \sqrt{m} = \text{const.} \cdot \sqrt{m} \quad (3)$$

Das Magnetfeld wird nun so eingestellt, dass eine ganz bestimmte Masse m das Sektorfeld auf der Idealbahn passiert und das Nachweissystem erreicht. Schwerere Moleküle werden schwächer und Leichtere stärker abgelenkt, beide erreichen deshalb nicht den Ausgang des Spektrometers. Durch geeignete Wahl der Geometrien der Einlass- und Auslassvorrichtungen wird das System in der Auflösung so eingestellt, dass benachbarte Massen sauber voneinander getrennt werden. Die Ionen, die das System passieren, werden dann über einen Faradycup oder einen Multiplier detektiert, signalverstärkt und der Messelektronik und einem Computer zugeführt. Die Auflösung eines Sektorfeld-Spektrometers, also die Trennung der Massen voneinander, ist für die selektierte Masse sehr hoch.

Sektorfeldspektrometer dieser Bauform haben aber das Problem, dass die Auflösung des Systems, die Transmission und die Fokussierung von der Geschwindigkeit der Teilchen und damit von der Beschleunigungsspannung U abhängig sind. Die Spannung, präzise gesagt, das elektrische Potential bei dem die Ionen erzeugt werden, ist in einem Ionisationsraum nicht räumlich konstant. Deshalb ist die kinetische Energie der Ionen vom Ort der Ionisation abhängig. Darüber hinaus haben die Ionen eine thermische kinetische Energie, die für die Ionen unterschiedlich gerichtet ist. Mit zunehmender Masse rücken die Radien der Moleküle immer enger zusammen, es gilt der Zusammenhang:

$$U \sim \frac{1}{m} \quad (4)$$

Die Größe der Blende vor dem Nachweissystem muss deshalb für jede Masse neu optimiert werden, damit die gewünschte Auflösung erreicht werden kann.

Aus diesen Gründen sind Lecksucher auf dieser Basis, und das sind viele der heute modernen am Markt verfügbaren Systeme, nur für Helium ^4He und oft auch für ^3He und $^2\text{H}_2$, aber nicht für andere Gase geeignet.

Generell können Lecksuch-Messungen auf verschiedene Arten erfolgen. Bei der *Sprühgasmethode* wird dem zu untersuchenden Prüfteil von außen

entweder durch Sprühen aus einem He-Behälter oder durch Kapseln des Prüfkörpers und Beaufschlagung mit einer He-Atmosphäre Helium angeboten. Sind die Bedingungen des He-Angebots bekannt, lassen sich zertifizierte Leckraten ermitteln. Bei der *Schnüffelgasmethode* wird das zu untersuchende Bauteil mit Helium oder einem Gemisch aus Helium und einem Inertgas gefüllt. Anschließend wird mit einer Schnüffelsonde, die um das Bauteil herum geführt wird, nach austretendem Helium gesucht. Diese Methode liefert keine belastbaren und zertifizierbaren Ergebnisse, weil der Anteil des durch eine Schnüffelsonde tatsächlich gemessenen austretenden Heliums von der Position und der manuellen Handhabung der Sonde abhängt und weil in der Atmosphäre konstant rd. 5 ppm Helium vorhanden sind [9].

Sehr aufwendig bei Verwendung von Helium als Prüfgas sind Dichtheitsprüfungen an gekapselten Bauteilen wie z. B. Transistoren. In der Regel kann im Produktionsprozess kein Helium in die Bauteile eingebracht werden. Um nun Dichtheitsprüfungen durchzuführen, werden die Bauteile zunächst in einem Autoklaven mit Helium beaufschlagt, typischerweise bei 5 bar für 24 h. Dabei tritt Helium durch eventuelle Lecks in die Prüfkörper ein. Anschließend werden die Prüfkörper in einem Lecksucher vermessen. Dieses Verfahren ist als *Bombingverfahren* bekannt. Weil die Menge des Heliums im Prüfteil ebenfalls von der Leckrate abhängt und deshalb unbekannt ist, hat die angezeigte Leckrate L_{ang} nichts mit der tatsächlichen Leckrate L zu tun. Es gilt die Beziehung:

$$L_{\text{ang}} = \frac{p_{\text{Bomb}}}{p_0} \cdot \left[1 - e^{-\frac{L}{V \cdot p_0} \cdot T} \right] \cdot e^{\frac{L}{V \cdot p_0} \cdot t} \cdot L \quad (5)$$

mit:

L_{ang}	die vom System angezeigte Leckrate,
p_{Bomb}	Bombingdruck (der Heliumdruck im Autoklaven),
$p_0 = 1 \text{ bar}$	der Referenzdruck von 1 bar Helium, auf den die Ergebnisse bezogen sind,
L	die tatsächliche Leckrate (der gesuchte Wert),
V	das im Prüfkörper eingekapselte Volumen,

T Bombingzeit (Aufenthaltszeit des Prüfkörpers im Autoklaven),
 t Wartezeit zwischen Beendigung des Helium-Bombings und Beginn der Leckmessung.

Die tatsächliche Leckrate steht also nicht direkt zur Verfügung, auch ist die obige Gl. (5) nicht analytisch lösbar. Eine Berechnung der tatsächlichen Leckrate wird bisher kaum durchgeführt, stattdessen wird auf Tabellenwerke verwiesen, die die Abschätzung der tatsächlichen Leckrate auf Basis der angezeigten vermeintlichen Leckrate ermöglichen [z. B. 10]. Dort findet man beispielsweise, dass ein gekapselter Prüfkörper mit einem Volumen zwischen 1 cm^3 und 5 cm^3 eine Leckrate von $5 \times 10^{-9}\text{ mbar} \cdot \text{l/s}$ unterschreitet, wenn das Lecksuchgerät eine Leckrate unter $1 \times 10^{-7}\text{ mbar} \cdot \text{l/s}$ anzeigt und wenn der Prüfkörper mit He bei einem Druck von 75 psi in einem Autoklaven für 0,5 h beaufschlagt wurde und wenn die Transportzeit vom Autoklaven in den Lecksucher 1 min beträgt. Ein solcher Aufwand bzw. eine solch große Ungenauigkeit für das Problem gekapselter Prüfteile, die in der Produktion qualitätsgerecht zertifiziert werden müssen, erscheint schon sehr anachronistisch.

Gl. (5) ist numerisch durch ein iteratives selbstkonsistentes Verfahren lösbar, das beispielsweise in den He-Lecksuchern der MFM GmbH integriert ist. Die Lösung ist jedoch aufwendig, weil sie zwischen 10^3 und 10^5 Iterationsschritte benötigt, die zwischen zwei Messpunkten abgearbeitet werden müssen.

Ideal für die Prüfung gekapselter Bauteile ist eine Lecksuchtechnik, die das eingeschlossene Prozessgas, z. B. CO_2 , N_2 oder Ar, direkt misst. Solche Verfahren haben auch bei solchen Prozess-Anwendungen großen Sinn, bei denen das Einbringen des Heliums technisch aufwendig und teuer ist, wie beispielsweise im Lebensmittelbereich bei der Verpackung.

Zu den Zeiten der Entwicklung der beschriebenen, auch heute noch vielfältig eingesetzten und kommerziell verfügbaren He-Lecksuchgeräte waren Massenspektrometer, die den Einsatzbereich sehr verbreitern würden, nicht in kompakter Bauform verfügbar. Dar-

über hinaus waren sie preislich nicht in einem Segment angesiedelt, das eine Integration in ein eigenständiges Gerät möglich gemacht hätte. Die Verwendung von Helium hat also im Wesentlichen den Grund, dass trotz vorhandenen Bedarfs der Einsatz von flexiblen Multigas-Geräten nicht möglich war. Dies ist heute anders.

1.2 Diskussion der aktuellen Lecksuchtechnik

Helium ist das leichteste der chemisch unreaktiven Gase. Es ist auf der Erde in geringen Mengen verfügbar und das reaktionsträgste aller bekannten Elemente, es ist ungebunden und gasförmig. Seine Permeabilität ist die größte nach Wasserstoff. In der Atmosphäre ist Helium langzeitstabil und in Massenspektrometern einfach nachzuweisen. Helium ist in der Atmosphäre mit einem Anteil von 5,24 ppmv (Parts per Million in Volume) in der Nähe der Erdoberfläche vorhanden [9]. Helium-Reste in einem Massenspektrometer aus der Atmosphäre spielen deshalb als Untergrund aus der Atmosphäre keine Rolle.

Helium wird im Erdmantel als eines der möglichen Endprodukte der radioaktiven α -Zerfallsprozesse schwerer Elemente erzeugt. Gewonnen wird Helium aus Erdgasquellen, die sehr unterschiedliche Helium-Anteile enthalten können. Die Gewinnung von Helium ist ein teures und aufwendiges Verfahren, was sich nur bei Quellen mit genügend hohem Helium-Anteil rechnet. Obwohl mehrere Tausend Quellen weltweit ausgebeutet werden, wird Helium derzeit nur aus rd. 15 Quellen gewonnen [11]. Der Ausfall weniger Quellen, der technisch bedingt nicht selten ist, kann die globale Helium-Versorgung sehr erschweren. In 2011 und 2012 war das der Fall. Eine Gewinnung aus der Luft ist zurzeit völlig unrentabel.

Lecksuchgeräte, die auf Helium basieren, haben den Vorteil, dass ihre Sektorfeld-Spektrometer auf die Masse von ^4He einfach optimiert werden können. Die Begrenzung auf die Masse 4^{*)} des Heliums sorgt für einfache Geometrien und preiswerte Aufbauten im Vergleich zu Multigas-Lecksuchern. Da die Helium-Lecksuche seit vielen Jahrzehnten, wie oben beschrieben, etabliert ist, gibt es eine Palette an Geräten

und Herstellern auf dem Markt, die eine breite Auswahl ermöglichen und den Preis moderat halten.

Ganz besonders große Nachteile hat die Helium-Lecksuche, wie oben beschrieben, bei der Lecksuche an verschlossenen Prüfkörpern, in die das Helium erst im Bombingverfahren eingebracht werden muss. Das ist teuer, liefert nur ungenaue Ergebnisse und ist aufwendig. Aber auch in der klassischen Anwendung der Lecksuchtechnik ist die Verwendung von Helium technisch anspruchsvoll und teuer. Warum sollte man in eine Konservendose bei der Lebensmittelproduktion teures Helium einbringen, wenn man stattdessen das bereits eingeschlossene Schutzgas, z. B. N_2 oder CO_2 , selbst als Prüfgas vermessen kann? Auch ist die Einlassmenge des Prüfgases in einigen Prozessen nicht sehr gut zu steuern, was einen direkten Einfluss auf die Genauigkeit des Messergebnisses hat. Die Dichtheitsprüfung mit Helium an gekapselten Prüfkörpern erscheint in Kenntnis der neuen Technologien anachronistisch, sie ist äußerst ungenau und technisch aufwendig.

Die Leckraten aller Gase lassen sich problemlos über das Verhältnis ihrer Molmassen ineinander umrechnen und somit können mit allen Gasen zertifizierbare Helium-Leckraten ermittelt werden:

$$Q_{\text{He}} = Q_{\text{Gas}} \cdot \sqrt{\frac{M_{\text{Gas}}}{M_{\text{He}}}} \quad (6)$$

mit:

$Q_{\text{He}}, Q_{\text{Gas}}$ Leckraten für Helium und Prüfgase,

$M_{\text{He}}, M_{\text{Gas}}$ Molmassen für Helium und Prüfgase, z. B. $M_{\text{He}} = 4$.

Helium hat eine sehr große Permeabilität und durchdringt deshalb auch die flexiblen Dichtungen der Lecksucher selbst. Aus diesem Grund findet man in Laboren, in denen regelmäßig Lecksuchen mit Helium durchgeführt werden, einen kontinuierlich ansteigenden Helium-Untergrund in jedem Lecksuchgerät, der aus der umgebenden Atmosphäre stammt. Helium wird von vielen Pumpen nur schlecht gepumpt und reichert sich zum Teil an, mit der Folge, dass Rückströmungen auftreten. Die Trennschärfe der Spektrometer ist sehr gut, aber nur für eine Masse optimierbar. Aktuelle Helium-Lecksucher sind begrenzt auf

Einlassdrücke von max. 5–10 mbar, die max. Vorvakuumdrücke der im Einsatz befindlichen TPUs. Eine solche Begrenzung von Lecksuchern ist jedoch keine technische Notwendigkeit sondern Gewohnheit.

Die größten Probleme bei Helium-Lecksuchern scheinen jedoch Verfügbarkeit und Preis des Heliums zu werden. In vielen Beiträgen wird ein möglicher globaler Helium-Mangel diskutiert [z. B. 12–15]. Derzeit steigt der Heliumbedarf jährlich um ca. 3% [16]. Der Preis für 1000 ft³ Helium beispielsweise (das entspricht einer Gasmenge von rd. 28,3 bar · m³) stieg von rd. US\$ 40 im Jahr 2000 auf US\$ 160 in 2012 [17].

2 Lecksuchtechnik ohne Helium

2.1 Grundlagen der Lecksuche ohne Helium

Auf der Basis der oben dargestellten Fakten zu Helium-basierenden Lecksuchgeräten lassen sich Kriterien aufstellen, die von Geräten mit alternativen Gasen erfüllt werden müssen:

- ▶ die Empfindlichkeiten müssen denen der He-Lecksucher vergleichbar sein oder noch darüber liegen,
- ▶ der Preis muss in einer Größenordnung liegen, der eine Amortisierung der höheren Anschaffungskosten in angemessenen Zeiträumen möglich macht (die Kostenreduzierung wird möglich durch die Einsparung der Kosten für Helium und die Vereinfachung der Prozessabläufe),
- ▶ alle relevanten, in Prüfkörper eingeschlossenen Prozessgase müssen direkt gemessen werden können (dies sind zum Beispiel CO₂ (44 u), Ar (40 u) oder N₂ (28 u); sinnvoll ist also die Möglichkeit zur Messung bis Masse 100, bei größeren Molekülen, die beispielsweise im Kühlmittel- und Klimabereich zu finden sind, Masse 300),
- ▶ diese Gase sollen ohne jedweden Wechsel von Detektoren und mit vergleichbarer Empfindlichkeit gemessen werden können,
- ▶ die Gehäusegröße und das Gewicht müssen vergleichbar sein,
- ▶ statt der Verwendung von Prüfgasen sollten für mittlere Leckraten bis hinunter zu 10⁻⁷ mbar · l/s direkt die Atmosphä-

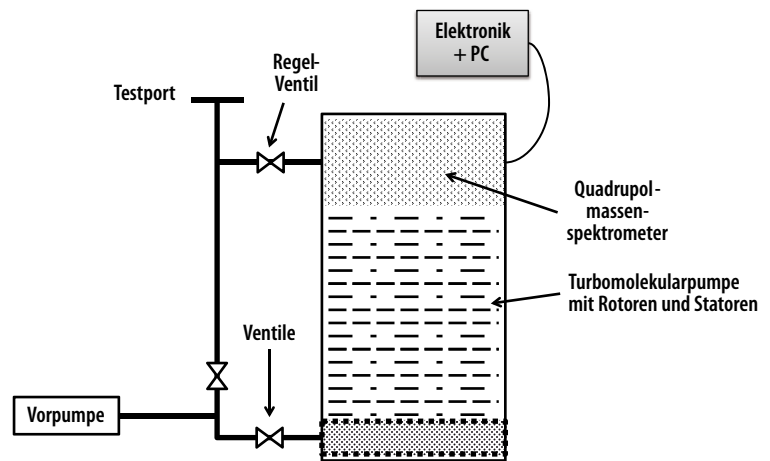


ABBILDUNG 2: Schematische Darstellung des Aufbaus eines Multigas-Lecksuchers.

rengase verwendet werden können; so kann das Beaufschlagen eines durch den Lecksucher evakuierten Prüfkörpers mit einem Prüfgas in vielen Fällen ganz entfallen; als Gase der Atmosphäre bieten sich vor allem N₂ (ca. 78 at.-%), O₂ (ca. 21 at.-%) und Ar (ca. 1 at.-%) [9] an,

- ▶ der maximale Druck am Testport sollte höher sein als der bisheriger Geräte, im Idealfall 1000 mbar,
- ▶ das Saugvermögen am Testport sollte mindestens im Bereich aktueller Geräte liegen; dazu werden zu meist um die 2,5 l/s genannt,
- ▶ die minimale Empfindlichkeit sollte mindestens so gut sein, wie aktuelle Lecksucher; dort werden 5 × 10⁻¹² mbar · l/s angegeben.

2.2 Realisierung der Multigas-Lecksuche ohne Helium

Die wesentliche Forderung an ein Multigasgerät ist die Erweiterung des Messbereichs. Deshalb muss statt des auf eine Masse optimierten Sektorfeldspektrometers ein Massenspektrometer verwendet werden, das jede Masse bis 300 u mit gleicher Empfindlichkeit messen kann. Dazu sind Quadrupolmassenspektrometer (QMS) besonders geeignet. Quadrupolmassenspektrometer sind heutzutage sehr kompakt und leistungsfähig, sie werden vor allem in der Forschung vielfältig eingesetzt.

Das Prinzip des QMS ist bereits 1953 zum ersten Mal beschrieben worden [18,19,20]. In einem Ionisationsraum werden, ganz analog zu den oben be-

schriebenen Sektorfeldspektrometern, die Atome und Moleküle ionisiert. Auch werden sie durch elektrische Felder in Richtung des Analysators beschleunigt. Dort fliegen sie in ein hochfrequentes elektrisches Hochspannungs-Wechselfeld ein, das von vier parallel zur Flugrichtung ausgerichteten Stäben aufgebaut wird. Die Ionen werden zu Schwingungen um die Flugachse herum in die beiden durch die Stabpaare definierten Achsen angeregt. Nur Ionen eines ganz bestimmten, einfach einstellbaren Verhältnisses von Masse und Ladung (m/z) haben stabile Bahnen in der Art, dass sie nicht auf die äußeren Stäbe treffen. Ionen, die nicht das eingestellte m/z -Verhältnis haben, können das Spektrometer nicht passieren.

Die Empfindlichkeit des QMS hängt nicht vom Ort der Ionenerzeugung ab, weil beim QMS die Geschwindigkeit der Ionen in z-Richtung (parallel zu den Stäben) keinen Einfluss auf die Massenselektion hat. Die Empfindlichkeit ist groß, weil es weder Einlass- noch Auslassspalt geben muss. Ein ganz wesentlicher Vorteil eines QMS ist, dass seine Auflösung über den gesamten Massenbereich konstant ist. Sie kann so eingestellt werden, dass die Trennung benachbarter Massen 100% beträgt. Das bedeutet, dass das Fehl-Signal einer Masse bei seinen beiden direkt benachbarten Massen jeweils max. 10⁻⁵ beträgt.

Ein möglicher prinzipieller Aufbau eines Lecksuchers auf der Basis eines QMS ist in Abb. 2 schematisch dargestellt. Vorpumpe und Pumpe erzeugen das Vakuum für den Spektrometerraum. Im

Gegensatz zu den Helium-basierenden Geräten ist die Verwendung eines Nebenstroms, der für Helium-Lecksucher in 1.1 beschrieben wurde, nicht möglich. Die Rückströmung tritt, anders als beim Helium, bei den schwereren Gasen nicht auf und erzeugt deshalb auch keine Überhöhung ihres Anteils.

Das Spektrometer hat lediglich ein Einlassventil, das direkt in den Spektrometerraum führt. Das Ventil ist regelbar und ermöglicht einen maximalen Leitwert von 10 l/s, um bei geringen Drücken unterhalb typisch 10^{-3} mbar am Testport mit maximaler Empfindlichkeit messen zu können. Moderne QMS-Systeme haben minimale Empfindlichkeiten von weniger als 10^{-13} mbar für den Partialdruck eines beliebigen Gases. Mit einem Leitwert von 10 l/s ergibt sich damit eine nominelle Empfindlichkeit dieses Spektrometers von besser als 10^{-12} mbar · l/s. Der maximale Einlassdruck am Testport in diesem Betriebsmodus ist 10^{-3} mbar. Das bedeutet, dass eine maximale Leckrate des Prüfkörpers von 10^{-4} mbar · l/s messbar ist. Ein solcher Aufbau ermöglicht also die kontinuierliche Messung ohne jedwede Schaltung von Ventilen, von Verstärkern oder Ähnlichem im Bereich von 10^{-12} mbar · l/s bis 10^{-4} mbar · l/s, das sind 8 Dekaden. Der dynamische Bereich eines Multigas-Lecksuchers ist sehr groß.

Das Regelventil ermöglicht minimale Leckraten von 1×10^{-11} mbar · l/s. Um die maximale Leistungsfähigkeit abzuschätzen, gehen wir von einer Leckmessung bei 1000 mbar am Testport aus, das ist der schlechteste aller möglichen Fälle. Um ein geeignetes



ABBILDUNG 3: Foto des MGL300HD (gemeinsames Projekt der LDS Europe GmbH, Gräfelfing und der MFM Analytical Systems GmbH, Clausthal-Zellerfeld).

Vakuum im QMS-Raum zu ermöglichen, würde man das Ventil auf eine Leckrate um 10^{-4} mbar · l/s öffnen. Dadurch wird eine Druckreduzierung vom Testport zur QMS-Kammer von 10^7 erreicht. Der minimal nachweisbare Partialdruck im QMS liegt, wie beschrieben, bei unter 10^{-13} mbar während bei dieser Messung der Druck 10^{-5} mbar beträgt. Das bedeutet, dass im Bereich des Testports ein Partialdruck von $10^{-7} \times 1000$ mbar = 10^{-4} mbar noch nachweisbar sein wird. Nehmen wir ein Prüfkörper-Volumen von 1 l an, dann liefert ein Leck von 10^{-4} mbar · l/s eine Partialdruckerhöhung von 1×10^{-4} mbar/s. Das ist im nachweisbaren Bereich.

In Anbetracht der Tatsache, dass in technischen Bereichen minimale Lecks von 10^{-7} mbar · l/s bis bestenfalls 10^{-9} mbar · l/s und maximale Lecks um 10^{-4} mbar · l/s relevant sind, ist der Ein-

satz eines Multigas-Lecksuchers schon wegen dieser Werte sehr interessant. Bedeutender ist aber die Fähigkeit jedes Prozessgas zu messen, sei es bei gekapselten Prüfkörpern oder bei der direkten Verwendung von Komponenten der Atmosphäre bei der Sprühgas-methode statt Helium, z. B. Sauerstoff, Argon oder Stickstoff.

2.3 Multigaslecksuche am Beispiel des MGL300HD

Ein Vertreter der Multigas-Lecksuchgeräte ist z. B. der in Abb. 3 gezeigte MGL 300HD, der ein Produkt einer Kooperation der LDS Europe GmbH, Gräfelfing und der MFM Analytical Systems GmbH, Clausthal-Zellerfeld ist. Das Gerät beinhaltet als Herzstück ein kompaktes QMS mit der maximalen Masse 300 u. Das Gerät wird komplett gesteuert über einen 10"-Touchscreen-PC, der alle Abläufe so weit irgend möglich automatisiert. Die TPU der QMS-Kammer wird mit einer trockenen Scrollpumpe vorgepumpt. Zur Maximierung der Saugleistung am Testport und der Taktzeiten ist dieses System mit einem zweiten Pumpzweig ausgestattet. Er besteht aus einer Dragpumpe und einer zweiten trockenen Scrollpumpe, die die Evakuierung eines Behälters von 0,5 l und die Herstellung der Messfähigkeit deutlich unter 10 s realisiert. Das Gerät ist vernetzt und kann seine Software via Internet aktualisieren.

Die meisten Abläufe während der Leckmessung sind denen klassischer Lecksucher ähnlich. Von großem Vorteil an einem solchen Gerät ist aber natürlich die Multigasfähigkeit. Diese ist bei jeder Gassorte mit Masse unterhalb 300 u in vollem Umfang vorhanden.

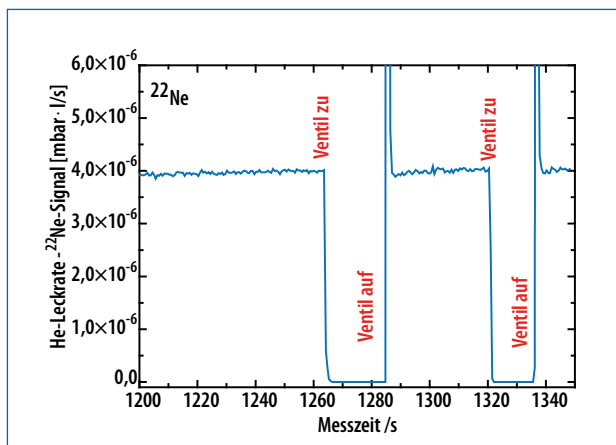
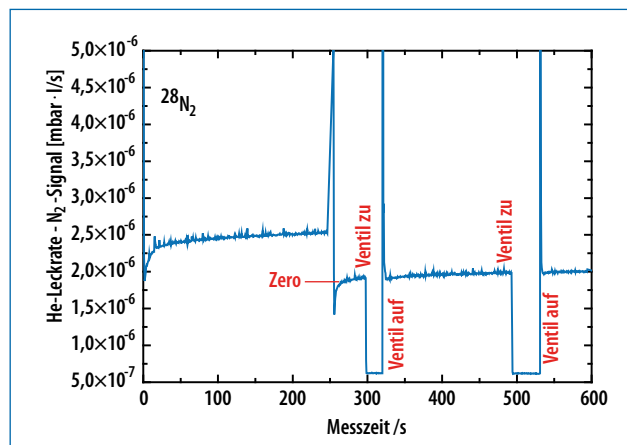


ABBILDUNG 4: Multigas-Lecksucher-Messungen an kalibrierten Lecks mit Ne und N₂.

Das Gerät ermittelt die Leckrate des geprüften Gases und ermittelt zeitgleich die dazu gehörende zertifizierte He-Leckrate. Das System kann, wie jeder klassische Lecksucher, durch ein intern verbautes, zertifiziertes Helium-Kalibrierleck, kalibriert werden.

Abb. 4 zeigt Anwendungsbeispiele dieses Geräts. Abb. 4a zeigt Messungen mit Stickstoff. Ein He-kalibriertes Leck ($1,6 \times 10^{-8}$ mbar · l/s) wurde mit trockenem und reinem Stickstoff befüllt. Nach dem Messstart wird ein N_2 -Signal (28 u) angezeigt, dass nach dem Einsatz der ZERO-Funktion, also der Ermittlung und anschließenden automatischen Subtraktion des Untergrundes, den Wert des He-Lecks sehr gut wieder gibt. Die Umrechnung der mit N_2 ermittelten Leckrate in die He-Leckrate erfolgt nach Gl. (6). Das Öffnen und Schließen des Leckventils demonstriert die hohe Saugleistung des Systems von mehr als 10 l/s, weil der Messwert innerhalb von 1 s auf den Untergrundwert absinkt. Auch ist zu erkennen, dass der Untergrund bei N_2 bei rd. 6×10^{-7} mbar · l/s liegt. Da N_2 die Hauptkomponente der Luft ist, ist das nicht verwunderlich. Längeres Pumpen reduziert diesen Wert. Letztlich limitiert dieser Untergrund die Lecksuche mit atmosphärischen N_2 auf einen minimalen Wert um 1×10^{-7} mbar · l/s, was für viele technische Prozesse völlig ausreichend ist. Die Verwendung weiterer atmosphärischer Komponenten wie Argon oder Sauerstoff ist ebenfalls möglich, hier sind die Nachweisgrenzen vergleichbar oder besser. Die gezeigte Messung ist komplett ungeglättet und nicht nachbearbeitet.

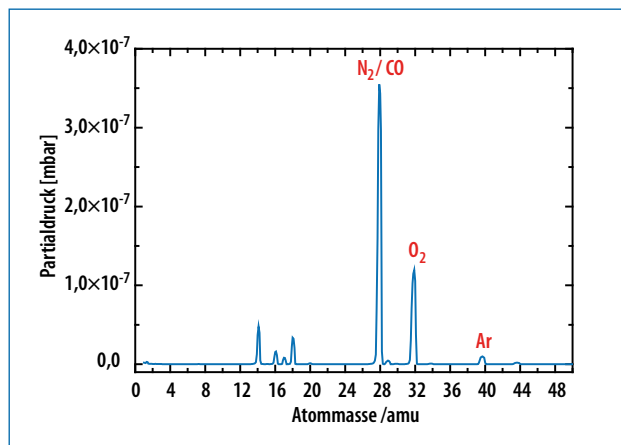


ABBILDUNG 5: Massenspektrum des Multigas-Lecksuchers.

Abb. 4b zeigt Messungen an Neon. Auch hier ist das Ergebnis wieder auf die zertifizierbare Helium-Leckrate entsprechend Gl. (6) umgerechnet. ^{20}Ne hat das Problem, dass Anteile von Wasser die Masse 20 stören. Der Sauerstoff ^{16}O hat ein Isotop ^{18}O mit einer relativen Häufigkeit von 0,2 at.-% [20]. Deshalb gibt es neben dem Wasser ($^{18}\text{H}_2\text{O}$) einen Anteil von 0,2 at.-% bei $^{20}\text{H}_2\text{O}$. Die gezeigte Messung enthält einen ca. 1000-fach größeren Wasseranteil als Neon, das bedeutet, dass das Signal des Wassers bei 20 u ca. 10-mal über dem Ne-Signal liegt. Um dieses Problem zu umgehen, wird in der gezeigten Anwendung das Neon-Isotop ^{22}Ne zur Messung verwendet, dass eine Häufigkeit von 9,35 % bezogen auf die Signalthöhe bei der Hauptmasse ^{20}Ne hat [21]. Das System kalkuliert die Messungen mit dem Isotop korrekt auf den richtigen Ne-Anteil. Auch hier ist gut zu sehen, dass das große Saugvermögen sehr schnell auf das geschlossene Ventil reagiert. Der Untergrund liegt in diesem Beispiel bei rd. 1×10^{-10} mbar · l/s. Messungen an einem Ne-gefüllten Bauteil sind also auch in sehr großen Wasseratmosphären möglich. Ein weiterer Pluspunkt eines Multigas-Geräts ist die Möglichkeit, über die Lecksuche hinaus, das Prüfgas oder jedes andere der im Prozess eingesetzten Gase zu analysieren. Dazu wird der Lecksucher im Modus Multi-Gas-Analysator (MGA) betrieben. Dieses Gerät ist in der Lage eine vollständig automatisierte Gasanalyse bei Testportdrücken zwischen 1000 mbar und 10^{-8} mbar durchzuführen.

Abb. 5 zeigt die Gasanalyse der Atmosphäre, bei der der MGL im MGA-Modus

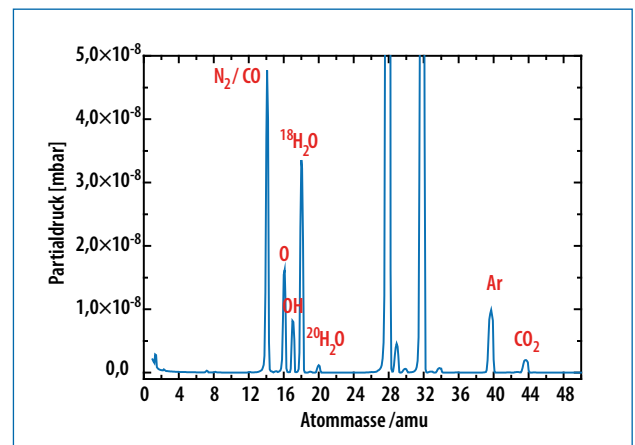
betrieben wurde. Gemessen wurde mit einer klassischen Schnüffelsonde direkt an der Atmosphäre. Abb. 5a zeigt die wesentlichen Komponenten der Atmosphäre N_2/CO bei 28 u gekoppelt mit dem entsprechenden Anteil bei 14 u für doppelt ionisierte Teilchen, Wasser bei 18 u, Sauerstoff bei 32 u und Argon bei 40 u. Abb. 5b zeigt eine ca. 10-fache Vergrößerung dieser Messung. Hier erkennt man über die oben genannten Massen hinaus noch Sauerstoff bei 16 u, OH bei 17 u, Wasser mit dem ^{18}O -Isotop bei 20 u und Kohlenstoffdioxid bei 44 u.

3 Zusammenfassung

Der jahrzehntelange Erfolg von Helium-Lecksuchgeräten in der Prüftechnik beruht vor Allem auf der Tatsache, dass Helium leicht zu handhaben ist und bei einer Reihe von Anwendungen große Vorteile hat. Es gibt bei der Dichtheitsprüfung aber eine Vielzahl von Anforderungen, bei denen die Verwendung von Helium als Prüfgas, dass durch anspruchsvolle Prozesse in die Prüfkörper eingebracht werden muss, lediglich mangels Alternativen eingesetzt wird. Hier ist die direkte Verwendung des eingeschlossenen Schutzgases als Prüfgas sehr viel sinnvoller.

Faktisch sind die heute am Markt befindlichen Helium-Lecksucher technologisch seit mehr als vier Jahrzehnten kaum weiter entwickelt worden, abgesehen von der Steuerung und der Elektronik. Die Gewöhnung an die vorhandenen Messgeräte hat eine Weiterentwicklung offenbar verhindert.

Der Einsatz von Quadrupolmassenspektrometern in Multigas-Lecksuch-



geräten ist heute möglich und technisch umgesetzt. Am Markt verfügbare Geräte bieten den kompletten Komfort der bekannten Helium-Lecksuchgeräte, können aber im Gegensatz dazu alle relevanten Prozessgase messen. Darüber hinaus bieten sie gleichzeitig eine vollständige Gasanalyse mit an, haben ein erheblich höheres Saugvermögen am Testport und können durch gleichzeitige Analyse weiterer Gase Querempfindlichkeiten ausschließen. Die Multi-gas-Lecksuche wurde an den Beispielen von Stickstoff und Neon demonstriert.

Multigas-Lecksucher liegen preislich oberhalb der Helium-Lecksucher, weil das integrierte Quadrupolmassenspektromter deutlich teurer ist als das bisher verwendete Sektorfeldspektrometer. Die Vorteile aus der direkten Vermessung der Schutz- und Prozessgase, der Verzicht auf das teure Gas Helium und die eventuell aufgebauten Rückgewinnungssysteme amortisieren die Mehrinvestition in vielen Fällen in akzeptabler Zeit.

Danksagung

Michael Kniebeler, LDS Europe GmbH, Gräfelfing, hat viele hilfreiche Tipps gegeben, Unterlagen zum Bombingverfahren beschafft und die Fotografie geliefert. Der MGL300HD ist aus einer intensiven Kooperation entstanden. Karin Friedrichs, MFM GmbH, hat wesentli-

che Teile der Recherchen übernommen und den Text vielfach korrigiert. Beiden gilt der Dank des Autors.

Literatur

[1] VIP Lexikon, Vakuum für Anwender - Teil 1: Lecksuche: Vakuum in Forschung und Praxis **25** (2013) 3, 50-51

[2] *M. Wutz, H. Adam, W. Walcher*: Theorie und Praxis der Vakuumtechnik, 3. Auflage, Vieweg Braunschweig, 1986

[3] *W. Jitschin, B. Farangis*: Kalibrierung von Schnüffel-Testlecks – Messung des Leckagestroms gegen Atmosphäre, Vakuum in Forschung und Praxis **25** (2013) 4, 39-44

[4] *M. Block, R. Knwitschny*: Lecksuche und Dichtigkeitsprüfung - Jede Anwendung braucht ihr Prüfgas, Produktion **46** (2008) 16

[5] *H. Schreiner*: Dichtigkeitsprüfung unter schwierigen Umweltbedingungen - Helium und Wasserstoff verdrängen Luft: QZ **52** (2007) 3, 36-38

[6] *G. Krutina*: Heliumlecktest auch als Dienstleistung wirtschaftlich – Alles dicht?, QZ **52** (2007) 7, 50-54

[7] *W. Große Bley*: Industrielle Vakuumlecksuche mit intelligenten Gas-Leckdetektoren: nicht nur ein Massenspektrometer, Vakuum in Forschung und Praxis **16**(2004) 4, 176-182

[8] *Varian*: Introduction to Helium Mass Spectrometer Leak Detection, 1. Auflage, Varian Associates Inc. Palo Alto, 1980, 2. Auflage, Varian Vacuum Products Lexington, 1995

[9] <http://de.wikipedia.org/wiki/Luft>

[10] Department of Defense, Test Method Standard Microcircuits, MIL-STD-883J, Method 1014.14, 7. June 2013

[11] *N. Haines*: Helium Market Investments – Up in the Air?, CryGas International **10** (2012) 3

[12] <http://www.spiegel.de/wissenschaft/natur/edelgas-nobelpreistraeger-warnt-vor-weltweitem-helium-mangel-a-713535.html>

[13] <http://www.spiegel.de/wissenschaft/technik/edelgas-usa-wollen-helium-mangel-mit-gesetz-verhindern-a-898194.html>

[14] <http://www.stuttgarter-nachrichten.de/inhalt.immer-teurer-dem-zepplin-geht-das-helium->

[aus.50cf7b28-95ba-4b47-8247-2b4cea99bf37.html](http://www.zeit.de/wissen/2011-10/edelgas-helium)

[15] <http://www.zeit.de/wissen/2011-10/edelgas-helium>

[16] *M. D. Garvey*: Waiting for the Light at the End of the Tunnel – The Worldwide Helium Market, CryoGas International **10** (2012) 28-32

[17] http://www.huffingtonpost.com/2013/03/27/us-strategic-helium-reserve_n_2961771.html

[18] *C. Brunnée, H. Voshage*: Massenspektrometrie, Teil I: Physikalische und apparative Grundlagen und Teil II: Anwendungen, 1. Auflage, Verlag Karl Thiemiig KG München, 1964

[19] *W. Paul*: Ein neues Massenspektrometer ohne Magnetfeld, Zeitschrift für Naturforschung A, Journal of Physical Sciences **8**(7) (1953) 448-450

[20] <http://de.wikipedia.org/wiki/Sauerstoff>

[21] *S. Dahle, W. Maus-Friedrichs*: Quadrupole mass spectroscopy of Neon, Journal of Mass Spectrometry **47** (2012) 1486-1487

AUTOR

Dipl.-Phys. Dr. rer. nat. Wolfgang Maus-Friedrichs

Jahrgang 1959, Studium der Physik an der Universität Köln, Promotion zum Dr. rer. nat. an der Technischen Universität Clausthal, Außerplanmäßiger Professor an der Technischen Universität Clausthal im Bereich Materialwissenschaften und Oberflächenanalytik sowie Geschäftsführer und Technischer Leiter der MFM Analytical Systems GmbH.



Dr. rer. nat. Wolfgang Maus-Friedrichs, MFM Analytical Systems GmbH, Altenbraker Ring 7, 38678 Clausthal-Zellerfeld, Tel. 05323/962623, Fax 05323/982998, E-Mail wmf@mfm-as.de, Homepage: www.mfm-as.de