

УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ТЕЧЕЙСКОГО АНАЛИЗА

Л. Е. Левина

Бурное развитие вакуумной техники в послевоенные годы, широкое внедрение её в самые различные отрасли науки и производства, а также усложнение конструкций вакуумных приборов сделали насущно необходимым решение проблемы течеискомого анализа. Натекание в вакуумную аппаратуру является обычно одним из самых серьёзных затруднений в работе как для физика-экспериментатора, так и для инженера-производственника, сталкивающегося с необходимостью использования вакуумного оборудования.

Увеличение объёма современной вакуумной аппаратуры потребовало повышения чувствительности методов течеискомого анализа. Кроме того, в связи с необходимостью проверки большого количества деталей возникла острая потребность в увеличении производительности испытаний и снижении их стоимости. Всё это вызвало к жизни новый, самый чувствительный из всех известных и обладающий большой производительностью метод обнаружения течей — масс-спектрометрический метод^{1,3}.

Масс-спектрометрический метод течеискомого анализа связан с обнаружением пробного вещества в используемой установке с помощью прибора, основанного на принципе масс-спектрометра.

Для проведения испытаний вакуумная система течеискателя через дросселирующий кран соединяется с предварительно откачанным испытываемым объёмом, который обдувается пробным газом. Частицы воздуха и пробного газа, проникшие через течь в объём вместе с молекулами остаточных газов, попадают в масс-спектрометрическую камеру течеискателя, ионизируются и разделяются по массам.

Величина ионного тока, создаваемого пробным веществом, характеризует количество газа, проникшего в объём, т. е. величину течи (если работа ведётся методом обдувания отдельных мест) или общее натекание (если испытываемый объём целиком помещён в атмосферу пробного газа).

В принципе возможно применение в целях течеискания радиочастотных масс-спектрометров, однако распространение получили приборы с электромагнитной сепарацией.

По способу ионизации газа они делятся на два типа:

1. Масс-спектрометры с горячим катодом, где частицы газа ионизуются электронами, эмиттируемыми накалившимся катодом и ускоренными электрическим полем²⁻⁴.

2. Масс-спектрометры с холодным катодом, в которых ионизация пробного газа происходит в газовом разряде, поддерживаемом при низких давлениях с помощью продольного магнитного поля^{5,6}.

Течеискатели последнего типа работают при повышенных давлениях, но обладают пониженной чувствительностью. Приборы эти пригодны для проверки аппаратуры, к герметичности которой не предъявляются слишком жёсткие требования. Достоинством их является очень длительный срок службы источника ионов.

По способу фокусировки ионных пучков, а следовательно, и по форме магнитного анализатора различаются течеискатели секторного типа² и течеискатели со стовосьмидесятиградусной фокусировкой^{4,6}. Настройка прибора на ионы определённой массы производится плавным изменением ускоряющего напряжения² или магнитного поля⁶.

подавляющее большинство течеискателей рассчитано на использование в качестве рабочего вещества гелия.

Достоинством гелия по сравнению с другими газами являются: его малый молекулярный вес, позволяющий максимально упростить конструкцию масс-спектрометра (малый рабочий радиус), почти полное отсутствие его в атмосфере и газах, выделяемых деталями вакуумных систем, а также его полная безвредность и безопасность в работе. Последние два обстоятельства заставляют отдавать предпочтение гелию по сравнению с водородом, взрывоопасным и интенсивно выделяющимся при обезгаживании, хотя применение водорода в качестве пробного газа позволяет ещё более упростить масс-спектрометр^{7,8}.

Масс-спектрометрический метод течеискания находит широкое применение всюду, где эксплуатируется вакуумная аппаратура. Применение его, однако, не ограничивается испытанием вакуумного оборудования. Он оказывается полезным при проверке герметичности отпаянных объёмов вакуумных и невакуумных холодильников и резервуаров, предназначенных для хранения газов под большим давлением, а также для обнаружения течей в подземных трубопроводах. В зависимости от условий проведения испытаний и конструктивных особенностей испытываемой аппаратуры приходится пользоваться различными приёмами течеискания; так, существует приём обдувания наружной поверхности откачанного объёма, подсоединённого к течеискателю; метод гелиевой камеры, позво-

ляющий быстро определять общее натекание в объём; метод щупа, связанный с напуском гелия в испытуемую аппаратуру и ощупыванием её наружной поверхности; метод выдержки деталей в атмосфере гелия с последующим помещением их в вакуумную камеру, соединённую с течейскаателем; специальная методика испытания большого количества мелких деталей в массовом производстве и др. ⁹.

Чувствительность масс-спектрометрического метода зависит от чувствительности масс-спектрометра, от выбранного метода испытаний, от общего натекания и газоотделения аппаратуры, от качества пробного газа и других факторов. Но принципиальным ограничением чувствительности метода является не чувствительность масс-спектрометра, которая может быть сделана очень большой, а содержание гелия в атмосфере.

Для уверенного обнаружения течи необходимо, чтобы проникновение гелия через течь приводило к отсчёту выходного прибора течейскаателя, по крайней мере в два раза превышающему отсчёт, вызываемый атмосферным гелием. Это значит, что течейскаатель способен обнаружить течь, пропускающую такое количество гелия, которое составит $\frac{1}{200\,000}$ часть общего потока в вакуумной системе.

Наряду с масс-спектрометрическим методом течейскаания широкое распространение, особенно в производстве холодильников, получил метод обнаружения течей с помощью галогеносодержащих соединений. Этот метод основывается на том, что накалённая на воздухе до красного каления платина является источником положительных ионов, причём эмиссия с накалённого анода резко возрастает в присутствии галогеносодержащих паров. Это явление наблюдается при давлениях примерно от 0,1 мм рт. ст. до атмосферного. Механизм его в полной мере не изучен до настоящего времени. Имеются сведения, согласно которым здесь происходит ионизация кислорода на поверхности металлов в присутствии галоидов ¹⁰.

Галоидные течейскаатели нашли широкое практическое применение. Так, например, один из видов промышленного типа галоидных течейскаателей ¹¹ предназначается для обнаружения течей в герметически запаянных объёмах (аналогичных применяемым в холодильниках), в которых содержатся галоидные соединения, а также для проверки всех систем, в которые может быть напущено в качестве отметчика какое-либо галогенное соединение. Этот течейскаатель состоит из легко подвижного датчика и соединённого с ним длинным гибким шлангом измерительного блока (рис. 1). В датчике, изготовленном в виде пистолета, помещается чувствительный элемент, состоящий из двух платиновых цилиндров: внутреннего, нагреваемого до температуры около 900° С,

и внешнего, находящегося под отрицательным потенциалом относительно внутреннего. Для создания потока воздуха через чувствительный элемент перед ним в пистолете помещается маленький вентилятор.

Обнаружение течей с помощью описанного прибора производится путём перемещения датчика вдоль наружной поверхности испытуемого объёма. При приближении пистолета к течи в него

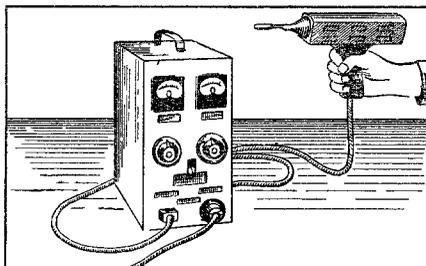


Рис. 1. Галогидный течеискатель.

вместе с воздухом начинают затягиваться пары галогеносодержащих соединений. Ионные токи увеличиваются, вызывая звуковой сигнал.

Возможен и иной приём течеискания. Чувствительный элемент подсоединяется непосредственно к испытуемой системе, наружная поверхность которой обдувается слабой струёй фреонового газа, безвредного для здоровья. В процессе испытаний в системе поддерживается давление воздуха не ниже 0,1 мм рт. ст.¹⁰

Галогидные течеискатели могут быть применены для испытания вакуумных систем, а также для обнаружения течей в контейнерах, трубопроводах, системах, находящихся под давлением¹²⁻¹⁴.

Галогидный течеискатель по чувствительности несколько уступает масс-спектрометрическому, но он значительно более портативен. Особо важное преимущество этого вида течеискателя становится ясным из следующего. В процессе откачки масло диффундирует из насоса в испытуемый объём и тонкой плёнкой покрывает его внутреннюю поверхность, частично закрывая течи. При масс-спектрометрическом методе это может воспрепятствовать их обнаружению. Фреон же имеет сильное сродство к маслу, адсорбируется им и, выходя из течей, может быть обнаружен галогидным течеискателем¹⁵.

Наряду с описанными выше наиболее распространёнными методами течеискания практическое применение находит и целый ряд других методов.

Методика проверки герметичности стеклянного вакуумного оборудования при помощи трансформатора Тесла была предложена очень давно, но широко используется и в настоящее время.

При давлении в установке от нескольких миллиметров до нескольких микронов ртутного столба разряд, возбуждаемый аппаратом Тесла, концентрируется на месте течи, образуя ярко светящуюся точку. Место течи может быть обнаружено также по изменению цвета разряда. При наличии течей трансформатор Тесла возбуждает в установке разряд фиолетово-красного цвета, характерный для азота. Смачивание места течи пробной жидкостью, например эфиром или ацетоном, и проникновение паров этой жидкости внутрь установки вызывает резкое изменение цвета разряда. Последним приёмом удобно пользоваться для проверки шлифовых соединений, а также для обнаружения больших течей в металлических установках, имеющих стеклянные детали.

Одним из наиболее грубых методов испытания герметичности металлических деталей и систем является проверка их давлением. Чем выше давление удаётся создать внутри испытуемого объекта, тем больше оказывается чувствительность испытаний. Предел в этом отношении ставится механической прочностью системы и требованиями безопасности. Место течи в процессе таких испытаний может быть обнаружено по образованию пузырей при покрытии поверхности детали мыльным раствором или при погружении её в воду. Для увеличения чувствительности испытаний вода может быть обработана соответствующими веществами, уменьшающими поверхностное натяжение и способствующими росту пузырей^{15, 16}.

При наполнении испытуемого объекта газами, содержащими галогены, течь может быть обнаружена по изменению цвета пламени поднесённой к ней газовой горелки¹⁷. Пламя, содержащее, например, пары меди, принимает при этом зелёную окраску^{16, 18}.

Вакуумные методы проверки герметичности основываются на применении различных манометров.

Наиболее очевидной возможностью определения натекания в изолированных от откачки вакуумных системах является наблюдение за скоростью изменения в них давления. Практическое применение этого метода, однако, весьма сильно ограничивается газоделением системы и длительностью испытаний.

Возможность использования теплоэлектрических манометров для обнаружения течей определяется тем, что теплопроводность некоторых паров и газов, которые могут быть использованы как пробные, существенно отличается от теплопроводности воздуха. Наибольшей чувствительностью при этом обладает манометр сопротивления (манометр Пирани)¹⁹, широко применяемый в технике течейскания.

Для обнаружения течей в испытуемой аппаратуре местá, подозреваемые в натекании, обдуваются или смачиваются пробным веществом. В результате изменения состава газов в объёме при проникновении в него через течь пробного вещества резко меняются показания манометра. Смачивание поверхности может производиться, в частности, ацетоном. Но наибольшей чувствительностью описанный метод обладает при использовании в качестве пробного газа водорода и применении мостовой схемы, сбалансированной при отсутствии водорода²⁰.

Увеличение чувствительности испытаний, производимых с помощью манометра Пирани, достигается использованием дифференциального метода^{1, 20, 21, 22} (рис. 2). Два манометра Пирани (*М*),

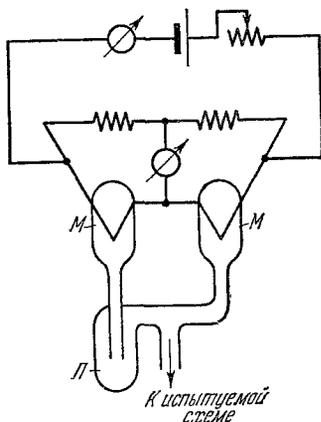


Рис. 2. Схема дифференциального теческателя.

соединённые с испытуемой системой, включаются в два плеча мостовой схемы. Перед одним из манометров располагается вымораживающая ловушка (*Л*). Схема балансируется. При проникновении через течь углеводородов, используемых в качестве пробного вещества, наблюдается разбаланс моста вследствие вымораживания углеводородов в одном манометре и проникновения их в другой. Аналогичные результаты могут быть получены при химической абсорбции углекислого газа ловушкой, содержащей гидроксид кальция²³. Последний метод обеспечивает меньшую чувствительность.

Обычным местом подсоединения манометра Пирани является трубопровод предварительного разрежения. В последнее время экспериментально было установлено²⁴, что для обнаружения течей с успехом может быть применён манометр Пирани, установленный на стороне высокого вакуума. При использовании в качестве пробных жидкостей эфира или бутана таким путём удаётся обнару-

живать весьма малые течи, вплоть до $1-10^{-3}$ л·мм/сек, причём чувствительность оказывается зависящей от объёма аппаратуры, быстроты её откачки и формы течи.

Применение ионизационного и магнитного электроразрядного манометров для обнаружения течей основывается на том, что эффективность ионизации некоторых паров и газов может существенно отличаться от эффективности ионизации воздуха. Использование таких веществ в качестве пробных приводит к тому, что при покрытии ими течи ток манометра уменьшается или увеличивается²⁰. Быстрота реакции и относительная величина изменения показаний зависят от скорости проникновения газа в систему, быстроты откачки этого газа и отношения чувствительности манометра по этому газу к чувствительности его по воздуху.

Увеличения чувствительности испытаний при помощи ионизационного манометра можно достигнуть путём использования специальной компенсационной схемы (рис. 3), балансируемой при

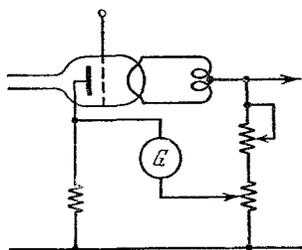


Рис. 3. Компенсационная схема для обнаружения течей с помощью ионизационного манометра.

рабочем давлении в системе и позволяющей, тем самым, в широком диапазоне давления пользоваться прибором большой чувствительности²⁵.

При работе с ионизационным манометром рационально применение в качестве пробного вещества водорода²⁶.

Весьма интересным является применение в целях течеискания специального отпаивного ионизационного манометра с палладиевой перегородкой^{20, 23}. Откачкой и гетерированием в нём достигается возможно высокий вакуум. Для проведения испытаний манометр подсоединяется к системе так, что между ним и системой оказывается палладиевая перегородка. Устройство палладиевого течеискателя показано на рис. 4. Нагретый до $700-800^{\circ}$ С палладий хорошо пропускает водород, оставаясь непроницаемым для других газов. Это позволяет проводить испытания с достаточно большой чувствительностью при сравнительно высоких давлениях в вакуум-

ной системе. После обнаружения течи водород откачивается из манометра через ту же нагретую перегородку. Нагрев перегородки может быть произведён, например, электронной бомбардировкой. Чувствительность описанного прибора при проведении испытаний на герметичность значительно выше, чем у обычного ионизационного манометра, соединённого непосредственно с вакуумной установкой.

Аналогично ионизационному и магнитному электроразрядному манометрам в целях течеискания может быть использован ионизационный манометр типа магнетрона, обладающий большой чувствительностью²⁷. Для работы с ним рекомендуется пользоваться

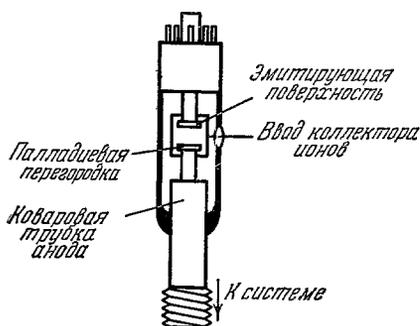


Рис. 4. Схематическое изображение ионизационного манометра с палладиевым барьером, применяемого в качестве течеискателя.

мостовой схемой с двумя одинаковыми манометрами и ловушкой перед одним из них, как и в дифференциальном течеискателе с манометром Пирани^{20, 22}, и бутаном или углекислым газом в качестве пробного вещества.

Из предложенных в последние годы для обнаружения течей явлений и приёмов можно отметить следующие:

1. Зависимость спектра тлеющего разряда в магнитном электроразрядном манометре от состава газа²⁸.

2. Испытываемый объём смазывается флуоресцирующим составом. Состав затекает в течи и может быть обнаружен при ультрафиолетовом освещении²⁹.

3. Без нарушения откачиваемого потока газа производится наблюдение шумановского ультрафиолетового спектра поглощения. Проникновение через течь бензола приводит к сильному поглощению линии 1790 \AA ³⁰.

Следует остановиться на методе течеискания, связанном с применением радиоактивных веществ. Основным достоинством метода является его простота и большая чувствительность. Он пригоден для обнаружения течей в труднодоступных объектах (в част-

ности, в подземных трубопроводах) и может быть использован для обнаружения отверстий в свинцовом экране высоковольтных подземных кабелей^{31, 32}. При работе с радиоактивными веществами в качестве газов-отметчиков используются окись углерода, содержащая радиоактивный изотоп углерода C^{14} , дающий β -излучение (двуокись углерода сильно поглощается почвой), и эмиттеры α -излучения, в частности, радон и метил брома, содержащий $Bг^{82}$. Основным требованием, предъявляемым к пробному газу, является возможность обнаружения его при весьма малых концентрациях, не представляющих опасности для здоровья персонала и целостности оборудования.

Для удобства практического использования метода обнаружения течей при помощи радиоактивных изотопов был произведен расчёт диффузии радиоактивных газов в почве³³, ибо эффективность метода зависит от скорости диффузии пробного газа.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. R. B. Jacobs, H. F. Zuhr, J. Appl. Phys. **18**, 34 (1947).
2. O. A. Nier, C. M. Stevens, A. Hustrulid und T. A. Abbot, J. Appl. Phys. **18**, 30 (1947).
3. W. G. Worcester and E. G. Doughty, Trans. Amer. Inst. Elect. Enrgs. **65**, 946 (1946).
4. H. A. Thomas, T. W. Williams and J. A. Hipple, Rev. Sci. Instr. **17**, 368 (1946).
5. N. Warmoltz, Appl. Sci. Research **B2**, 61 — 65 (1951).
6. C. J. Milner, Vac. Phys., J. Sci. Inst., Suppl., № 1, 29 (1951).
7. A. K. Storruste, Norske Videnskab Selskabs Forh. **22**, № 6, 18 (1949)
8. M. E. Reinders, J. Schutten, J. Kistemaker, Appl. Sci. Res. **B2**, № 1, 66—70 (1951).
9. G. P. Barnard, Modern Mass Spectrometry, London, 1951.
10. Rev. Sci. Inst. **24**, № 5 (1953); J. Appl. Phys. **24**, № 7 (1953).
11. Refrig. Eng. **55**, 275 (1948).
12. Refrig. Eng. **57**, 816 (1949).
13. Refrig. Eng. **61**, 911 (1953).
14. Brit. J. Appl. Phys. **3**, № 5 (1952).
15. J. B. Brightman and E. G. Chace, Refrig. Eng. **55**, 552 (1948).
16. D. H. Crampton and C. Winnefeld, Refrig. Eng. **55**, 231 (1948).
17. Refrig. Eng. **55**, 593, 996 (1948).
18. Refrig. Eng. **55**, 74 (1948).
19. T. E. Cuykendall, Rev. Sci. Inst. **6**, 371 (1935).
20. J. Blears and J. H. Leck, Vacuum Phys., J. Sci. Inst., Suppl., № 1, 23 (1951).
21. A. H. Turnbull, AERE — G/R — 477 (март 1950).
22. J. Blears and J. H. Leck, Brit. J. Appl. Phys. **2**, 227 (1951).

23. N. Ochert and Steckelmacher, *Vacuum* **2**, 125 (1952).
 24. R. N. Bloomer and M. E. Haine, *J. Sci. Inst.* **30**, 385 (1953).
 25. C. Nief, *Brit. J. Appl. Phys.* **3**, 29 (1952).
 26. J. A. Jacobs and P. R. Malmberg, *Rev. Sci. Inst.* **24**, 399 (1953).
 27. A. H. Beck and A. D. Brisbaue, *Vacuum* **2**, 137 (1952).
 28. R. Rimura, M. Sakisaka and S. Miyashiro, *Bull. Inst. Chem. Research, Kyoto Univ.* **27**, 55 (1951).
 29. E. Völcker, *Zeits. f. Naturforsch.* **6a**, 512 (1951).
 30. J. Romand, V. Schwetzoﬀ and B. Vodar, *Congr. groupment. avance méthodes anal spectrograph. produits. mét.* **14**, 201 (1951).
 31. A. Gemant, E. Hines and Alexanderson, *J. Appl. Phys.* **22**, № 4, 460 (1951).
 32. J. E. Johnston, *J. Brit. Inst. Radio Engrs.* **11**, 279 (1951).
 33. A. Gemant, *J. Appl. Phys.* **24**, № 1, 93 (1953).
-