

Hledání netěsností vakuových aparatur

Úloha č. 3

1. Teoretický úvod

Hledání netěsností je činnost, která běžně provází práci s vakuovými aparaturami. Tlak, který je možno dosáhnout ve vakuové aparatuře, je dán vlastnostmi použité vývěvy nebo čerpací jednotky a zdroji plynu v aparatuře, tj. odplyňováním vnitřních povrchů aparatury a netěsnostmi, kterými přitéká do vakua vzduch z atmosféry. Opakovaným měřením natékání aparatury v blízkosti jejího mezního tlaku lze poznat, zda je aparatura netěsná a určit velikost netěsnosti. U těsné aparatury s časem klesá rychlost natékání a blíží se nule, jak se na jejích stěnách procesy sorpce a desorpce blíží své dynamické rovnováze. U netěsné aparatury i po odplynění zůstává nenulový zdroj plynu – netěsnost. Rychlost natékání v tom případě poklesne s časem jen k určité konečné hodnotě, dané netěsností.

Hrubé netěsnosti, jako jsou větší póry ve svarech, může přímo viditelně prozradit pronikající plyn. Potřebuje se podezřelé místo na povrchu aparatury mýdlovou vodou či saponátovým roztokem a do aparatury se přivede vzduch o přiměřeném přetlaku vůči atmosféře (je třeba překonat kapilární síly, držící roztok v kapiláře), bublinky prozradí místo netěsnosti. Větší netěsnosti na skleněných částech aparatury (pokud nejsou v těsné blízkosti kovových částí) prozradí vtahování výboje vysokofrekvenční vakuové zkoušečky: přejíždí-li se v blízkosti netěsnosti po povrchu skla hrotem **vf-zkoušečky**, výboj z hrotu proniká do vakua netěsností (pórem ve skle) a i při pohybech hrotu zkoušečky se šňůra výboje váže k místu netěsnosti na povrchu skla.

Další metody využívají odlišnosti vlastností různých plynů a par od vlastností vzduchu. Při ofukování povrchu aparatury testovacím plynem jsou při nich sledovány vlastnosti atmosféry v aparatuře, závislé na jejím složení.

Tak lze využít toho, že doutnavý výboj v různých plynech má různou barvu: ve skleněném díle vakuové aparatury, čerpané na vhodnou úroveň tlaku (zhruba řádu desítek Pa), se zapálí vf-zkoušečkou doutnavý výboj a podezřelá místa na povrchu aparatury se ofukují některými plyny (např. H, CO₂, He, atd.) nebo se potírají tamponem, navlhčeným některými kapalinami např. líh, aceton). Když pronikne plyn nebo páry kapaliny do aparatury, změní se barva výboje. Tímto způsobem lze zhruba indikovat místo netěsnosti, stanovení změny barvy výboje je však značně subjektivní.

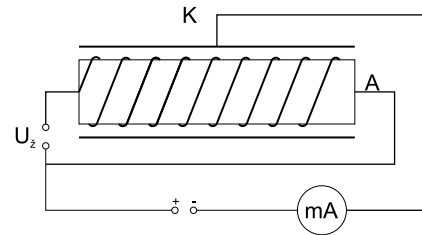
Při použití par kapalin (potírání vlhkým tamponem) se může stát, že se do netěsnosti dostane kapalina a při své expanzi do vakua se ochladí tak, že zmrzne. Tím zamrzne netěsnost, což se projeví okamžitým odpovídajícím poklesem tlaku. Tím ovšem aparatura není netěsnosti zbavena. Za chvíli, ale může se jednat i o řadu minut, se zamrzlá netěsnost uvolní a tlak v aparatuře vzroste na předchozí hodnotu.

Dále je možno využít toho, že vodivost netěsnosti závisí na druhu natékajícího plynu. Netěsnost si lze představit jako tenkou trubici (pór, kapiláru), procházející stěnou aparatury, kterou protéká plyn z atmosféry do vakua. Natékání různých plynů netěsností do aparatury je obecně různé. Vodík při všech režimech proudění natéká podstatně rychleji než vzduch. V oblasti molekulárního proudění (pro malý součin $p \cdot D$, tj. při dosti malé netěsnosti průměru řádu mikrometrů a méně) platí totéž i pro helium. Nezávisí-li čerpací rychlost na druhu plynu, vzroste v aparatuře tlak, když se na netěsnost bude foukat vodík nebo helium. Pokud se při tom měří tlak v aparatuře **tepelným manometrem**, projeví se navíc zvýšená tepelná vodivost vodíku či helia a jako důsledek zahlcení netěsnosti vodíkem nebo heliem se ukáže vzrůst údaje tepelného manometru. U jiných plynů nebo par se mohou vlivy vodivosti proudění a tepelné vodivosti superponovat různě a mohou mít za následek jak vzrůst tak pokles údaje tepelného manometru. V případě jemných netěsností (malé $p \cdot D$) použití těžkých plynů a par vede k poklesu údaje tepelného manometru (vodivost proudění i tepelná vodivost menší než u vzduchu). Tento jev bude samozřejmě největší v oblasti tlaku, kde má tepelný manometr největší citlivost (tj.

zhruba při jednotkách až desítkách Pa). Pro takový způsob indikace netěsnosti se uvádí dosahovaná citlivost řádu $10^{-2} \text{ Pa}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$.

Podobně jako se při použití tepelných manometrů uplatní různé tepelné vodivosti plynů, při použití **ionizačních manometrů** (při odpovídajících nižších tlacích) se uplatní různé ionizační účinné průřezy (projevující se v rozdílných citlivostech ionizačních manometrů pro různé plyny). Dosahovaná citlivost nalezení netěsnosti je v tom případě řádu $10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$.

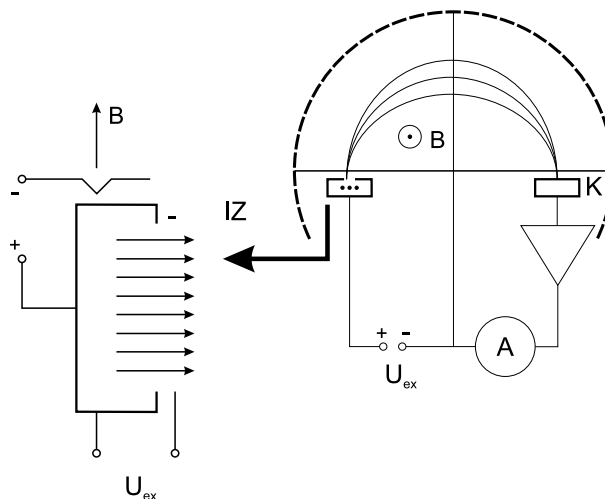
Jiným způsobem detekce testovací látky je využití vlivu složení atmosféry na procesy emise elektronů či iontů. **Halogenový hledač** netěsností je založen na závislosti emise iontů alkalických kovů z horké platinové anody na přítomnosti halových prvků (F, Cl, atd.). Jeho principiální schema je na Obrázku 1. Čidlem je dioda, v níž anoda - přímo žhavená platinová spirálka na keramické tyčce - je obklopena válcovou platinovou katodou. Anoda je žhavena na teplotu asi $900 \text{ }^\circ\text{C}$. Z horké keramiky vystupující ionty alkalických kovů se v přítomnosti halogenu ionizují. Vzrůst iontového proudu diodou tak indikuje zvýšení koncentrace halogenu v atmosféře aparatury, když při jejím ořukávání tamponem navlhčeným ve vhodné halogenní sloučenině (např. perchlorethylen) zasáhneme místo s netěsností. Místo tamponu může být použito i ofukování iontovým proudem. Dosažitelná citlivost halogenového hledače je řádu $10^{-4} \text{ Pa}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$.



Obrázek 1: Schéma halogenového hledače netěsností; A - anoda, K - katoda, U_z - žhavicí napětí, mA - miliampermetr

Nejcitlivější metodou je přímé měření obsahu testovacího plynu v atmosféře aparatury. K tomu slouží zjednodušené hmotnostní spektrometry, nastavené na detekci zvoleného plynu. K měření se používají obvykle lehké plyny, nejčastěji helium.

Heliový hledač netěsností tvoří samostatná vysoko-vakuová aparatura, v jejíž analyzační komoře se ionizuje zbytkový plyn a ze vzniklých iontů se separují ionty helia a měří se jejich množství. K separaci iontů helia se běžně využívá statické magnetické pole (viz Obrázek 2). Novější typy používají kvadrupólový hmotnostní filtr. Při hledání netěsnosti se k analyzační komoře vakuově připojí testovaná součást nebo aparatura. Ta se postupně na místech možné netěsnosti ofukuje úzkým praménkem helia a v hledači se sleduje velikost proudu iontů helia. Když se helium dostane do netěsnosti, zvýší se jeho koncentrace ve zbytkové atmosféře v aparatuře i analyzační komoře a vzroste proud heliových iontů na kolektor. Tyto hledače dosahují citlivosti řádu $10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$.

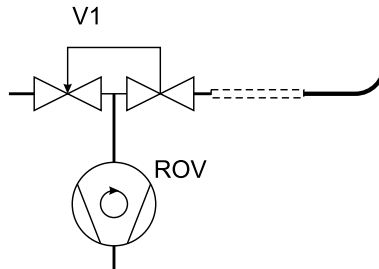


Obrázek 2: Hmotnostní analyzátor s ohybem svazku o 180° v homogenním magnetickém poli; IZ - iontový zdroj, K - kolektor, B - magnetické pole

2. Indikace netěsnosti pomocí VF-vakuové zkoušečky

2.1. Úkol 1: „Vtahování“ výboje netěsností

1. Aparaturu připravte podle schématu na Obrázku 3, ROV je se skleněnou trubicí tvaru „L“ propojena gumovou hadicí.
2. Zapněte ROV a čerpejte.
3. VF-zkoušečkou vybudíte výboj ve skleněné trubici a pohybem hrotu zkoušečky po trubici najdete místo, na které se začne vázat šňůra výboje.



Obrázek 3: Schéma sestavy pro zkoušky vtahování výboje do netěsnosti a barvení výboje při natékání různých látek; ROV – rotační olejová vývěva, V1 – ventil

2.2. Úkol 2: Vliv natékání různých látek na barvu výboje

1. V čerpané skleněné trubici (schéma dle Obrázku 3) vybudíte výboj vf-zkoušečkou.
2. Na místo dříve nalezené netěsnosti přikládejte tampony, namočené v různých látkách (líh, isopropylalkoho, aceton, atd.).
3. Pokud je k dispozici, vyzkoušejte ofukovat netěsnost tenkým praménkem helia.

3. Indikace netěsnosti pomocí tepelného manometru

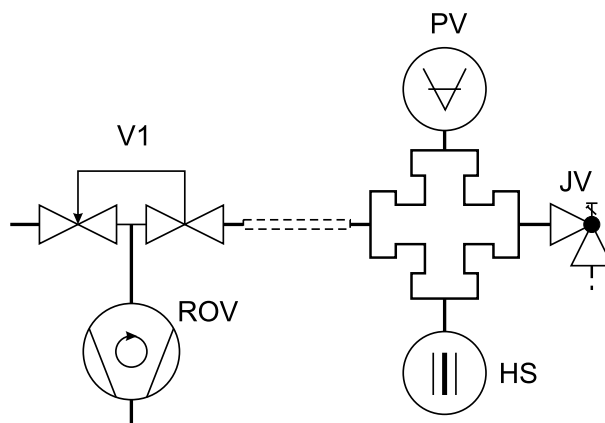
3.1. Úkol 3: Hledání netěsnosti Piraniho vakuometrem

1. Připravte aparaturu podle schématu na Obrázku 4.
2. Pomocí vlnovce připojte ROV ke skleněnému kříži (recipient).
3. Halogenový hledač je vypnutý, JV uzavřený.
4. Zapněte ROV a začněte čerpat a nechte několik minut ustálit poměry tlaků.
5. Jehlový ventil lehce pootevřete abyste viděli mírný nárůst tlaku na stupnici Piraniho vakuometru.
6. Podobně jako v předchozím úkolu přikládejte k netěsnosti tampony namočené v různých látkách (aceton, líh, perchloretylen, izopropylalkohol, atd.).
7. Pozorujte změny tlaku a zaznamenejte.

4. Indikace netěsnosti pomocí halogenového hledače

4.1. Úkol 4: Hledání netěsnosti halogenovým hledačem netěsností

1. Aparatura je připravena podle schématu na Obrázku 4 a vyčerpána, JV je uzavřený.
2. Lehce pootevřete JV aby se tlak v aparatuře mírně zvýšil.
3. Zapněte halogenový hledač a nechte jej ustálit.
4. Při nastavování nespěchejte (hledač vykazuje dlouhé časové odezvy). Čím rychleji ho budete nastavovat, tím déle bude celé měření trvat.



Obrázek 4: Schéma sestavy pro hledání netěsností pomocí Piraniho manometru a pomocí halogenového hledače; ROV – rotační olejová vývěva, V1 – ventil, HS – halogenová sonda, PV – Piraniho vakuometr, JV – jehlový ventil

5. Navlhčete tampon do perchloretylenu a přikládejte k netěsnosti, přitom sledujte odezvu na měřidle halogenového hledače.
6. Následně zkuste hledat netěsnosti i na jiných částech aparatury.
7. Během měření manipulujte s navlhčenými tampony pouze pinzetou. Chlorované uhlovodíky mohou být zdravotně závadné.

5. Heliový hledač netěsností

5.1. Úkol 5: Seznámení s heliovým hledačem

1. Prohlédněte si vnitřek heliového hledače a pokuste se popsat jednotlivé jeho části.
2. Následně pomocí teslametru změřte magnetické pole permanentního magnetu.
3. Prohlédněte analyzační komůrku a pomocí posuvného měřidla změřte rozteč štěrbin.
4. Vypočítejte velikost urychlujícího napětí potřebného k urychlení iontů helia na takovou míru aby dopadali ze zdroje přímo na kolektor.

6. Požadované výsledky

1. Popište kde se nacházela netěsnost na skleněné trubici.
2. Popište a komentujte změny barvy výboje ve skleněné trubici.
3. Diskutujte změnu tlaku pozorovaného při hledání netěsností pomocí Piraniho (tepelného) manometru. S jakou látkou jste pozorovali největší výchylku ručičky na stupnici.
4. Vysvětlete princip hledání netěsností pomocí halogenového hledače a diskutujte své pozorování během měření.
5. Popište funkci heliového hledače netěsností, uveďte jeho schéma a popis jednotlivých částí.
6. Vypočítejte urychlující napětí potřebné k urychlení iontů helia. Uveďte z čeho jste při výpočtu vycházeli a odvození vzorců.

Reference

- [1] KRÁL, JAROSLAV: *Cvičení z vakuové techniky*, Skriptum FJFI ČVUT, Praha, 2015
- [2] ČEŠPIRO, ZDENĚK: *Vakuová technika*, Skriptum FJFI ČVUT, Praha, 1973
- [3] JOUSTEN, KARL: *Handbook of Vacuum Technology*, 2nd edition, ISBN 978-3-527-41338-6, Berlin, 2016