



Politechnika  
Śląska

# **ROZPRAWA DOKTORSKA**

**Paweł SOBCZAK**

**Przemysłowy detektor nieszczelności  
bazujący na spektrometrze masowym**

**PROMOTOR: prof. dr hab. inż. Monika KWOKA**

**OPIEKUN PRZEMYSŁOWY: dr inż. Andreas GLENZ**

**GLIWICE 2024**

## PODZIĘKOWANIA

Niniejszym chciałbym złożyć podziękowania dla wszystkich, którzy byli dla mnie wsparciem i pomocą przy powstaniu niniejszej pracy.

Najważniejsze dla mnie to podziękowania dla promotorów mojej pracy Prof. dr hab. inż. Monika Kwoka oraz dr inż. Andreas Glenz za wsparcie i pomoc na każdym etapie pracy, cenne wskazówki oraz wsparcie w dążeniu do celu jakim jest przygotowanie urządzenia będącego przedmiotem pracy a także dla Prof. dr hab. inż. Jacek Szuber.

Podziękowania chciałbym złożyć także dla firmy PREVAC sp. z o.o. dzięki której miałem możliwość realizacji projektu doktoratu wdrożeniowego na czele z Prezesem firmy dr. Inż. Andreas Glenz oraz dla Sylwii Gatnar. Dziękuję także współpracownikom za wkład, zaangażowanie i pomoc w tworzeniu urządzenia oraz wsparcie w badaniach i testach będących kluczową częścią niniejszej pracy.  
Podziękowania dla całego zespołu współpracowników.

Chciałbym podziękować wszystkim, których nie wymieniłem, ale byli mi przychylni i pomocni w całym trudnym okresie tworzenia oraz którzy przyczynili się do powstania tej pracy w jakikolwiek sposób czy to merytorycznie czy wspierając mnie w dążeniu do celu w tym mojej rodzinie a szczególnie mojej żonie Joannie.

Serdeczne podziękowania wszystkim za wspieranie całego procesu powstania pracy.

## SPIS TREŚCI

Rozdział 1 MOTYWACJA PODJĘCIA TEMATU ORAZ TEZA PRACY .....	4
Rozdział 2 AKTUALNY STAN WIEDZY W TEMATYCE PROJEKTU .....	9
2.1 Podstawy teoretyczne detekcji nieszczelności .....	9
2.2 Najnowsze przemysłowe systemy detekcji nieszczelności .....	19
Rozdział 3 CEL I ZAKRES PRAC WŁASNYCH .....	26
Rozdział 4 PROJEKT I WYKONANIE WŁASNEGO PRZEMYSŁOWEGO DETEKTORA NIESZCZELNOŚCI NA BAZIE SPEKTROMETRU MASOWEGO .....	28
Rozdział 5 WERYFIKACJA WARUNKÓW PRACY PRZEMYSŁOWEGO DETEKTORA NIESZCZELNOŚCI W CELU OPTYMALIZACJI JEGO PARAMETRÓW UŻYTKOWYCH ...	45
Rozdział 6 WDROŻENIE DO PRODUKCJI PRZEMYSŁOWEGO DETEKTORA NIESZCZELNOŚCI POD KĄTEM PRACY W STANDARDZIE PRZEMYSŁU 4.0 .....	69
Rozdział 7 PODSUMOWANIE I UWAGI KOŃCOWE .....	78
Streszczenie rozprawy .....	89

## **Rozdział 1**

### **MOTYWACJA PODJĘCIA TEMATU ORAZ TEZA PRACY**

Problematyka nieszczelności w urządzeniach technologicznych, zwłaszcza w systemach próżniowych, jest jednym z kluczowych wyzwań, z którymi zmaga się współczesny przemysł. Nieszczelności wpływają na szeroki zakres parametrów operacyjnych, od bezpieczeństwa pracy, poprzez efektywność energetyczną, aż po kwestie ekologiczne. Rosnąca skala złożoności technologii stosowanych w przemyśle, a także ich bezpośredni wpływ na środowisko naturalne, sprawia, że precyzyjna detekcja nieszczelności staje się jednym z priorytetów w nowoczesnej inżynierii przemysłowej. Motywacja do opracowania nowatorskich rozwiązań w tym zakresie wynika z kilku istotnych czynników, które mają zarówno charakter techniczny, jak i ekologiczny oraz ekonomiczny.

Współczesne systemy technologiczne, zwłaszcza te pracujące w warunkach próżniowych, wymagają zachowania ekstremalnie wysokiej szczelności. Nawet najmniejsze nieszczelności mogą prowadzić do niepożądanych zmian w parametrach pracy urządzeń i tym samym zastosowanych procesów technologicznych, np. osadzanie nanowarstw materiałów półprzewodnikowych, w aspekcie wytwarzania elementów zaawansowanej elektroniki opiera się na technologii próżniowej, która musi spełniać rygorystyczne wymagania dotyczące szczelności.

Detekcja nieszczelności na poziomie molekularnym, szczególnie w skomplikowanych systemach technologicznych, jest wyzwaniem technicznym, które wymaga zaawansowanych narzędzi i technologii. Tradycyjne metody wykrywania nieszczelności, choć efektywne w wielu zastosowaniach, stają się niewystarczające w obliczu rosnących wymagań związanych z precyzją, miniaturyzacją oraz szybkością detekcji. W warunkach przemysłowych, gdzie zmienne warunki pracy, takie jak temperatura, wilgotność czy zanieczyszczenia, mogą wpływać na wyniki pomiarów, istnieje potrzeba opracowania nowatorskich narzędzi, które będą w stanie precyzyjnie wykrywać nieszczelności w czasie rzeczywistym, z zachowaniem wysokiej czułości i odporności na zakłócenia.

Ekologiczne aspekty nieszczelności są równie istotne, co ich techniczne implikacje. Wyciek substancji szkodliwych, gazów roboczych czy innych materiałów eksploatacyjnych do atmosfery, może prowadzić do poważnych zagrożeń dla środowiska naturalnego. Niektóre substancje stosowane w procesach przemysłowych, takie jak fluorowane węglowodory (stosowane m.in. w chłodnictwie i klimatyzacji) czy inne gazy techniczne, mają znaczący wpływ na degradację warstwy ozonowej oraz przyczyniają się do wzrostu efektu cieplarnianego.

Wzrost świadomości ekologicznej oraz coraz bardziej rygorystyczne przepisy środowiskowe, zarówno na poziomie krajowym, jak i międzynarodowym, stymulują rozwój technologii umożliwiających precyzyjne monitorowanie i kontrolowanie nieszczelności w urządzeniach przemysłowych. Wymogi dyrektyw unijnych, takich jak Rozporządzenie REACH czy inne regulacje dotyczące emisji substancji niebezpiecznych, nakładają na przedsiębiorstwa obowiązek systematycznej kontroli szczelności swoich instalacji. Detekcja nieszczelności staje się zatem nie tylko kwestią technologiczną, ale również obowiązkiem prawnym, którego niespełnienie może wiązać się z poważnymi sankcjami finansowymi.

Nieszczelności w systemach technologicznych prowadzą nie tylko do strat materiałów i energii, ale również mogą powodować znaczące obniżenie wydajności procesów produkcyjnych. Praca urządzeń technologicznych w warunkach nieoptymalnych, związanych z nieszczelnościami, często skutkuje koniecznością podwyższenia kosztów operacyjnych – od zwiększonego zużycia surowców, poprzez wyższe koszty energii, aż po straty wynikające z przerw w produkcji czy konieczności przeprowadzania napraw i konserwacji.

Dla wielu branż, takich jak przemysł energetyczny, motoryzacyjny czy produkcja zaawansowanej elektroniki, optymalizacja kosztów operacyjnych jest kluczowym elementem strategii biznesowej. Precyzyjna detekcja i eliminacja nieszczelności przyczynia się do zwiększenia efektywności operacyjnej, redukując straty energii, a także minimalizując przestoje technologiczne. Rozwój detektorów nieszczelności, które będą w stanie szybko i dokładnie diagnozować problemy związane z utratą szczelności jest istotne dla przemysłu.

Kolejnym czynnikiem motywującym podjęcie tematu jest dynamiczny rozwój koncepcji Przemysłu 4.0, który kładzie duży nacisk na automatyzację, digitalizację oraz integrację systemów produkcyjnych. W ramach tej koncepcji, wszystkie elementy procesu produkcyjnego – od maszyn, poprzez systemy zarządzania, aż po kontrolę jakości – powinny być połączone w zintegrowaną sieć, umożliwiającą wymianę danych w czasie rzeczywistym. Systemy detekcji nieszczelności muszą spełniać te wymagania, stając się integralną częścią nowoczesnych linii produkcyjnych.

Integracja systemów detekcji z systemami automatyki przemysłowej typu PLC (Programmable Logic Controller) oraz PC (Personal Computer), a także z mobilnymi aplikacjami monitorującymi, stanowi istotne wyzwanie technologiczne. Wdrożenie detektorów nieszczelności kompatybilnych z infrastrukturą Przemysłu 4.0 umożliwia nie tylko bardziej efektywną kontrolę jakości, ale także zwiększa elastyczność procesów produkcyjnych. W czasie rzeczywistym można monitorować parametry pracy maszyn, co pozwala na szybkie reagowanie na wszelkie odstępstwa od normy, co ma bezpośredni wpływ na zmniejszenie liczby awarii oraz optymalizację produkcji.

Ostatnim, ale nie mniej istotnym elementem motywacji, jest rosnące znaczenie polskiej gospodarki na rynku technologii próżniowych. Firma PREVAC, z którą współpracuję w ramach doktoratu wdrożeniowego, od lat jest liderem w dziedzinie zaawansowanych technologii próżniowych. Opracowanie detektora nieszczelności, który spełni nie tylko wymagania technologiczne, ale także odpowie na potrzeby lokalnego rynku, ma ogromne znaczenie dla rozwoju polskiego sektora technologicznego. Stworzenie rozwiązania technologicznego dostępnego na rynku polskim, które dotychczas było dostępne jedynie w formie importowanych urządzeń z rynków zagranicznych, nie tylko wzmocni pozycję firmy PREVAC, ale także przyczyni się do rozwoju polskiego rynku technologii próżniowych, co ma bezpośredni wpływ na wzrost innowacyjności polskiego przemysłu.

W związku z powyższym, realizacja pracy związanej z opracowaniem nowatorskiego przemysłowego detektora nieszczelności jest odpowiedzią na konkretne potrzeby rynku przemysłowego oraz badawczego, a także stanowi istotny krok w kierunku zwiększenia konkurencyjności polskich przedsiębiorstw na rynku międzynarodowym.

Tezą niniejszej rozprawy doktorskiej jest to, że możliwe jest opracowanie i wykonanie własnego, innowacyjnego przemysłowego detektora nieszczelności opartego na magnetycznym spektrometrze mas, który z jednej strony spełni wymagania technologiczne oraz normatywne współczesnego rynku, a z drugiej - będzie dostosowany do standardów Przemysłu 4.0. Zapewni to wykorzystanie właśnie magnetycznego spektrometru mas charakteryzującego się wyjątkową czułością, co czyni ten przemysłowy detektor nieszczelności idealnym narzędziem do wykrywania nawet najmniejszych nieszczelności w przemysłowych urządzeniach próżniowych.

Co istotne, opracowany w ramach niniejszej pracy przemysłowy detektor nieszczelności, przy ścisłej współpracy z firmą PREVAC, bazujący na zaawansowanych rozwiązaniach technicznych, będzie pierwszym tego typu komercyjnym urządzeniem wyprodukowanym na polskim rynku zapewniającym możliwość wykrywania nieszczelności na poziomie progu detekcji  $10^{-10}$  mbar\*l/s i tym samym optymalizację przemysłowych procesów produkcyjnych w aspekcie zmniejszenia zużycia energii i emisji szkodliwych substancji do atmosfery, co może mieć kluczowe znaczenie dla poprawy bezpieczeństwa produkcji oraz zrównoważonego rozwoju. Co również istotne, ze względu na w/w próg detekcji nieszczelności opracowany w ramach niniejszej pracy detektor nieszczelności będzie miał także możliwość zastosowania w zaawansowanych badaniach naukowych wykorzystujących warunki próżniowe.

W nawiązaniu do informacji powyżej można stwierdzić, że z pewnością w/w przemysłowy detektor nieszczelności nie tylko wniesie znaczący wkład w rozwój technologii próżniowych, ale także zaspokoi rosnące potrzeby rynku krajowego i międzynarodowego w obszarze detekcji nieszczelności zgodnie z standardami (wymogami) Przemysłu 4.0.

Polska branża technologii próżniowych nie miała do tej pory dostępu do krajowych zaawansowanych technologicznie detektorów nieszczelności, co sprawia, że opracowane rozwiązanie ma szansę wypełnić istotną lukę na rynku.

Niniejsza rozprawa składa się z siedmiu rozdziałów, z których każdy szczegółowo omawia kolejne etapy realizacji projektu oraz wyniki przeprowadzonych badań.

Rozdział 1 opisuje motywację podjęcia tematu detekcji nieszczelności w systemach technologicznych oraz formułuje główną tezę rozprawy. Omawia również znaczenie technologii próżniowych oraz potrzebę opracowania nowatorskiego detektora nieszczelności, który będzie spełniał wymagania Przemysłu 4.0.

W Rozdziale 2 opisano aktualny stan wiedzy dotyczącej dostępnych technologii związanych z detekcją nieszczelności, w tym istniejących rozwiązań wykorzystujących spektrometry masowe. Zawiera on również szczegółowy opis metod badawczych stosowanych w systemach próżniowych oraz analizy porównawcze dostępnych na rynku detektorów nieszczelności.

Rozdział 3 zawiera opis głównego celu prac badawczo-rozwojowych zrealizowanych w ramach doktoratu, jakim było opracowanie nowatorskiego detektora nieszczelności na bazie spektrometru masowego, z możliwością integracji z systemami Przemysłu 4.0. Opisano w nim również szczegółowo zakres przeprowadzonych prac własnych obejmujący projektowanie, wykonanie i wdrożenie urządzenia do zastosowań przemysłowych.

Rozdział 4 szczegółowo opisuje proces projektowania oraz wykonania detektora nieszczelności, z uwzględnieniem kluczowych rozwiązań technicznych, takich jak zastosowanie spektrometru masowego do detekcji zjonizowanego helu. Przedstawiono tu także wyzwania techniczne związane z konstrukcją urządzenia oraz zastosowane innowacyjne technologie.

Rozdział 5 przedstawia wyniki badań testowych wykonanych w celu weryfikacji działania detektora w różnych warunkach przemysłowych. Zawiera również szczegółową analizę

uzyskanych wyników oraz wskazówki dotyczące optymalizacji parametrów użytkowych urządzenia, takich jak czułość detekcji, szybkość działania oraz odporność na zakłócenia.

W rozdziale 6 opisano szczegółowo proces wdrożenia opracowanego detektora do produkcji seryjnej, z naciskiem na dostosowanie urządzenia do wymagań Przemysłu 4.0. Opisano również integrację systemów detekcji nieszczelności z układami sterowania przemysłowego oraz ich zastosowanie w zautomatyzowanych liniach produkcyjnych.

Rozdział 7 zawiera podsumowanie uzyskanych wyników oraz wnioski wynikające z realizacji projektu. Przedstawiono w nim także sugestie dotyczące dalszych prac nad badaniami oraz rozwojem detektorów nieszczelności w kontekście przyszłych wyzwań technologicznych.



## Rozdział 2

### AKTUALNY STAN WIEDZY W TEMATYCE PROJEKTU

#### 2.1 Podstawy teoretyczne detekcji nieszczelności

W nawiązaniu do informacji zestawionych w poprzednim rozdziale należy podkreślić, że detekcja nieszczelności jest kluczowym procesem w wielu branżach przemysłowych, ponieważ bezpośrednio wpływa na bezpieczeństwo, efektywność i jakość produkcji. Nieszczelności mogą prowadzić do wycieków substancji niebezpiecznych, strat energii, a także stanowić zagrożenie dla zdrowia pracowników i środowiska. W związku z tym, precyzyjne metody wykrywania nieszczelności są niezbędne w wielu zastosowaniach przemysłowych, takich jak produkcja chemikaliów, farmaceutyków, a także w energetyce i motoryzacji.

Dlatego w obserwuje się bardzo intensywny rozwój systemów do detekcji nieszczelności, przy czym należy w tym miejscu wyraźnie zaznaczyć, że w ostatnich kilkudziesięciu latach opracowano szereg metod detekcji nieszczelności, przy czym do najważniejszych można zaliczyć m.in. metodę:

- akustyczną, która wykorzystuje energię fali akustycznej (najczęściej) ultradźwiękowej wytwarzanej przez wyciekający gaz znakujący. Jest ona bardzo szybka i prosta ale ma jednak niski próg detekcji dla nieszczelności do  $10^{-3}$  mbar·l/s, .
- pomiaru spadku ciśnienia w kontrolowanym obiekcie przemysłowym, z jednoczesnym wykorzystaniem kompresora i barometru. Jest ona skomplikowana, a poza tym, co kluczowe, ma ona jednak również niski próg detekcji dla nieszczelności do  $10^{-4}$  mbar·l/s,
- halogenowej (chlorowcowej) detekcji nieszczelności, w której kontrolowany obiekt jest napełniany halogenem (jako gazem znakującym), a sama nieszczelność układu jest analizowana detektorami na podczerwień, przy czym sam próg detekcji dla nieszczelności jest na poziomie do  $10^{-7}$  mbar·l/s. Ma ona jednak zastosowanie głównie w układach klimatyzacji i w technologiach chłodniczych.
- helowej detekcji nieszczelności, w której kontrolowany obiekt jest napełniany helem (jako gazem znakującym), z wykorzystaniem spektrometru masowego. Jej próg detekcji dla nieszczelności jest na poziomie w przedziale  $10^{-10} \div 10^{-12}$  mbar·l/s. Jej szczegółowy opis przedstawiono w tym rozdziale poniżej,
- lokalizacji nieszczelności przy użyciu wodoru jako gazu znakującego, który jest wykrywany przez półprzewodnikowe czujniki MOS-FET. Jej próg detekcji dla nieszczelności jest na poziomie helowej detekcji nieszczelności, co też zostanie dokładniej opisane poniżej.

W nawiązaniu do informacji zestawionych powyżej należy wyraźnie podkreślić, że ze względu na podstawowe zalety najbardziej powszechną metodą detekcji nieszczelności jest metoda helowa wykorzystująca ten gaz szlachetny jako tzw. gazu znakujący, oraz spektrometrię masową do jego detekcji oraz kontroli jego względnej koncentracji [1]. Dlatego spektrometry masowe są podstawowym elementem składowym takiego układu.

Co ważne, w ostatnich ponad 100 latach opracowano szereg typów spektrometrów mas. Ich ogólna idea jest pokazana na Rys.2.1.

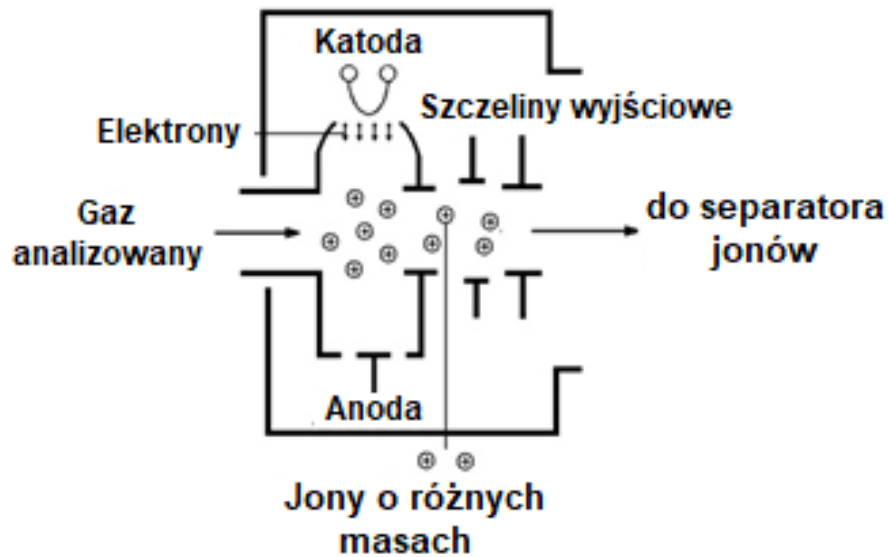


Rys. 2.1. Ogólna idea spektrometru masowego

Każdy spektrometr masowy posiada 3 podstawowe elementy składowe:

- źródło jonów (jonizator), w którym następuje jonizacja cząsteczek gazu w wyniku głównie rozrywania ich wiązań chemicznych,
- separator jonów (analyzer), w którym wcześniej powstałe jony ulegają rozdzieleniu w polu magnetycznym lub elektrycznym na podstawie stosunku ich masy do ładunku, a następnie rejestrowane (zbierane) przez wybrany detektor (puszka Faradaya lub powielacz elektronowy) „zliczający” jony napływające z analizatora,
- Układ rejestracji wyników, oraz akwizycji uzyskanych informacji.

Najbardziej powszechnie stosowanym źródłem jonów jest tzw. źródło Niehry, w którym gaz jest jonizowany przez elektrony z „gorącej” katody w obszarze anody. Jego uproszczony schemat pokazano na Rys.2.2.

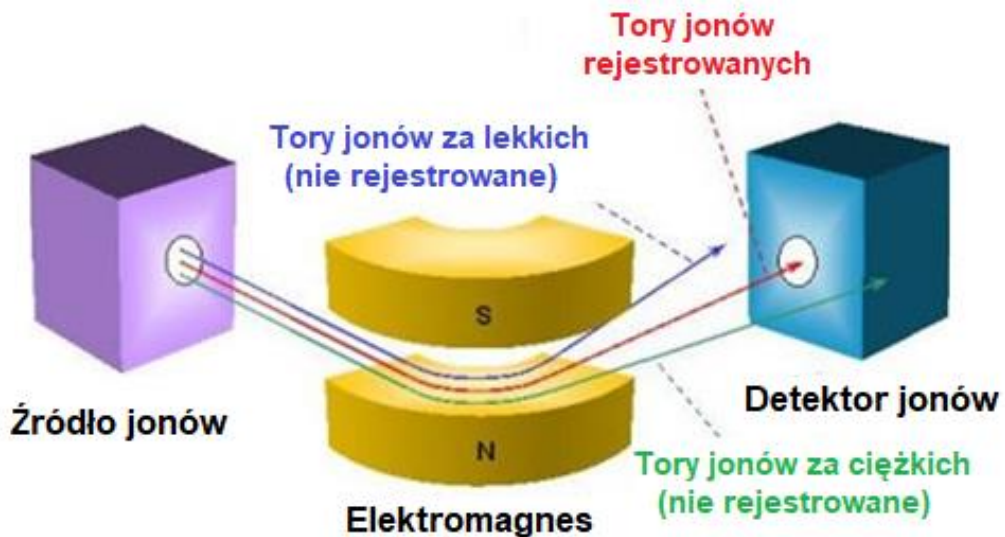


Rys. 2.2. Ogólna idea typowego źródła jonów typu Niehra dla spektrometrii mas.

Z kolei same spektrometry masowe można podzielić na dwie główne grupy ze względu na wykorzystywane w nich separatory jonów, tzn. na:

- magnetyczne spektrometry mas na bazie magnetycznych separatorów jonów
- elektrostatyczne filtry mas na bazie elektrycznych separatorów jonów

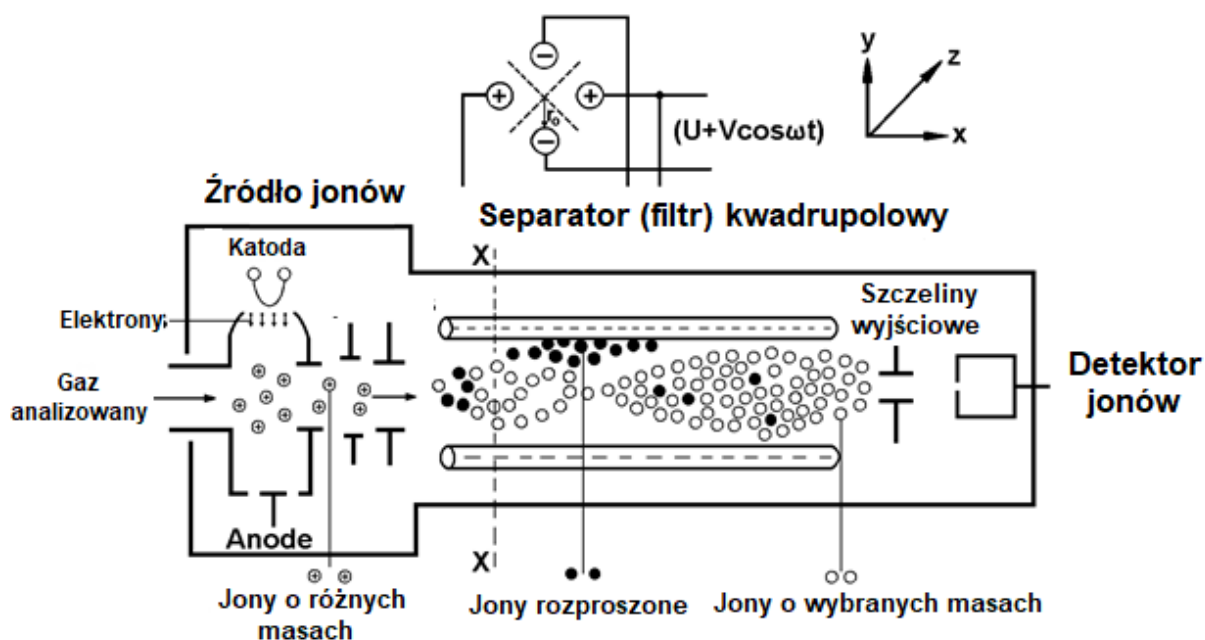
Najbardziej powszechnie stosowanym separatorem jonów w spektrometrze masowym jest separator magnetyczny, którego uproszczony schemat pokazano na Rys.2.3.



Rys. 2.3. Uproszczony schemat separatora magnetycznego jonów.

W magnetycznym spektrometrze mas analizowany gaz w komorze próżniowej jest jonizowany w opisanym wcześniej źródle jonów, a wytworzone jony są separowane (filtrowane) w polu magnetycznym wytworzonym przez odpowiednio skonfigurowany elektromagnes, a następnie są zbierane przez kolektor najczęściej w formie tzw. puszkii Faradaya z dodatkowym powielaczem elektronowym, dzięki czemu można zmierzyć prąd jonowy dla poszczególnych jonów na poziomie w zakresie nawet do  $10^{-15}$  A. Dzięki zastosowanemu powszechnie układowi detekcji i akwizycji danych pomiarowych w spektrometrze mas można otrzymać bezpośrednio zależność ciśnienia parcjalnego jonów (atomów i/lub molekuł) w funkcji stosunku ich względnej masy do ładunku czyli tzw. widmo masowe. Bardziej dokładny opis separacji jonów przez separator magnetyczny został przedstawiony w dalszej części tego rozdziału.

Z kolei, najbardziej powszechnie stosowanym elektrostatycznym filtrem mas jest kwadrupolowy filtr mas, którego uproszczony schemat pokazano na Rys.2.4.

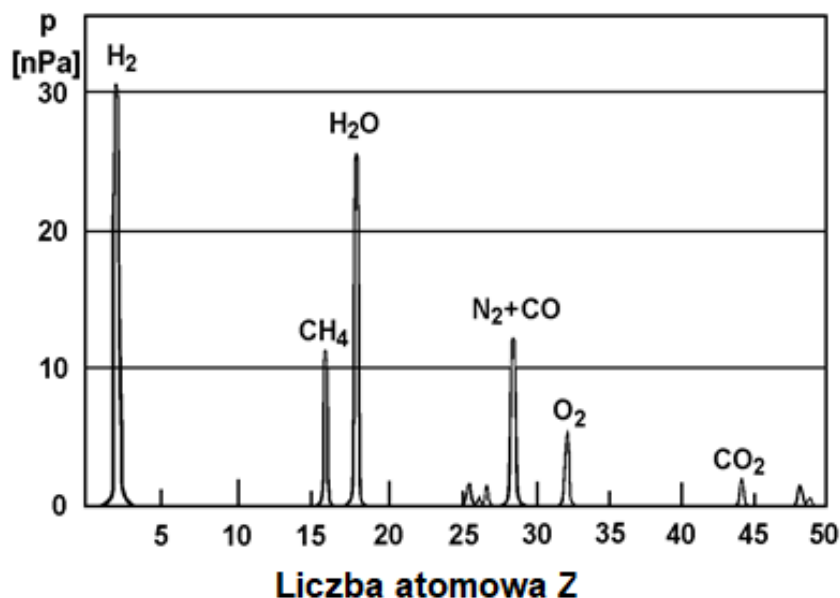


Rys. 2.4. Uproszczony schemat kwadrupolowego filtra mas.

W kwadrupolowym filtrze mas analizowany gaz w komorze próżniowej jest jonizowany zwykle w źródle jonów typu Niehry przez elektrony z „gorącej” katody w obszarze anody, a wytworzone jony są separowane (filtrowane) przez układ elektrod kwadrupola zasilanych odpowiednią kombinacją stałego i zmiennego pola elektrycznego, a następnie są zbierane przez kolektor, który mierzy prąd jonowy dla poszczególnych jonów w formie zależności ciśnienia parcjalnego jonów (atomów i/lub molekuł) w funkcji stosunku ich względnej masy do ładunku dając tzw. widmo masowe. Pozwala ona na identyfikację składników gazowych

obecnych w analizowanej komorze pomiarowej lub technologicznej, w tym samych gazów reszkowych w określonych warunkach próżniowych.

Typowe widmo masowe gazów reszkowych w komorze bardzo wysokiej próżni przy ciśnieniu całkowitym na poziomie  $10^{-9}$  mbara pokazano na Rys.2.5.



Rys. 2.5. Przykładowe widmo masowe gazów reszkowych w komorze bardzo wysokiej próżni przy ciśnieniu całkowitym na poziomie  $10^{-9}$  mbara.[9]

Należy w tym miejscu wyraźnie podkreślić, że ze względu na istotne zalety magnetycznych spektrometrów mas w stosunku do kwadrupolowych filtrów mas (lepsza czułość i szybkość działania) w powszechnie stosowanych detektorach nieszczelności wykorzystywane są głównie te pierwsze. Dlatego poniżej zostanie bardziej szczegółowo opisana idea separacji jonów w tych spektrometrach pokazana na Rys.2.6, której podstawy opracował Dempster w 1918 r.

Jak powszechnie wiadomo, na każdą zjonizowaną cząstkę (jon) w zewnętrznym polu magnetycznym działa siła dośrodkowa Lorentza zakrzywiająca ruch jonów zgodnie z zależnością

$$\frac{m \cdot v^2}{r} = q \cdot v \cdot B \quad (2.1)$$

gdzie:

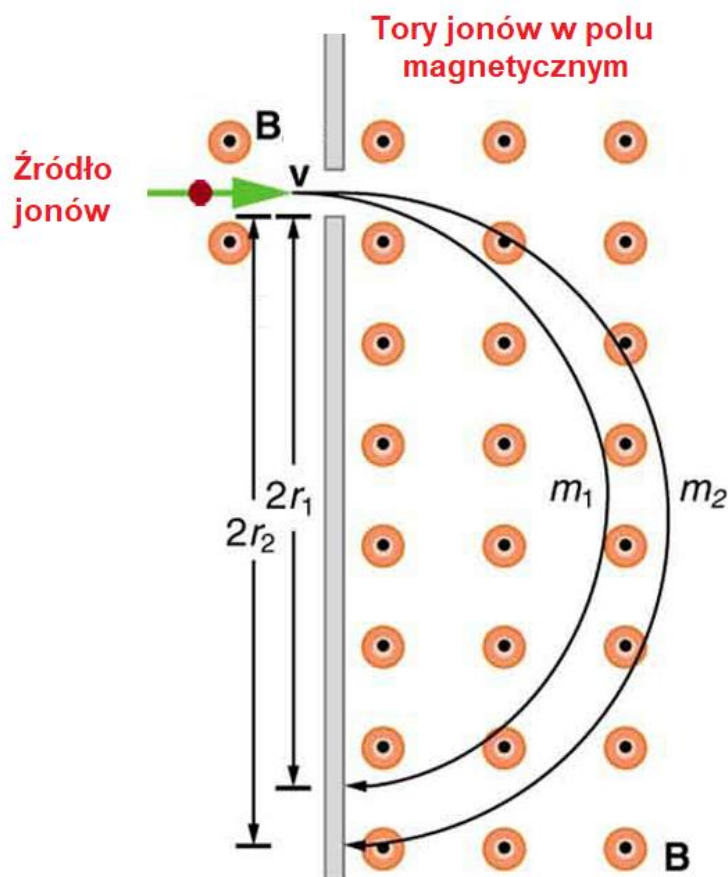
m - masa jonu

q - ładunek jonu

v - prędkość jonu wchodzącego do zewnętrznego pola magnetycznego indukcji B

r - promień okręgu po jakim porusza się jon w zewnętrznym polu magnetycznym B.

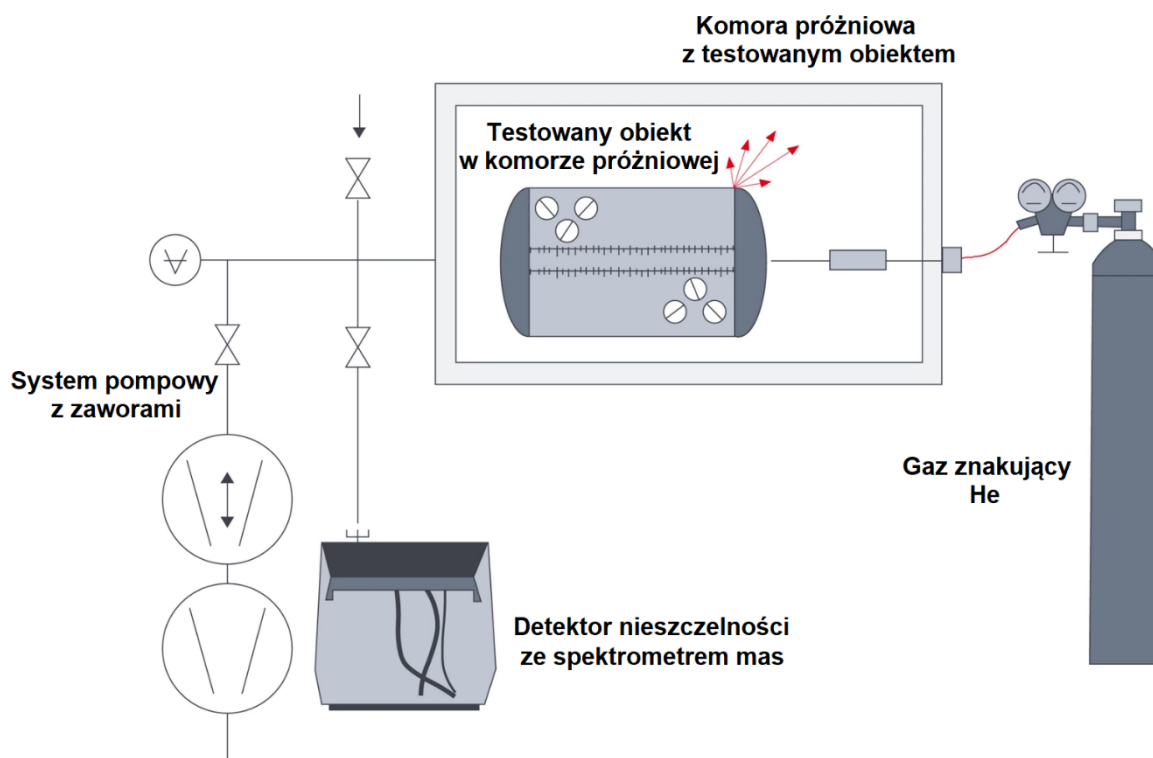
Oznacza to, że jony o różnej prędkości początkowej i różnej masie wychodzące ze źródła są zakrzywane w polu magnetycznym o indukcji  $B$  w różnym stopniu czyli po innym torze, co oznacza, że dochodzą one ewentualnie do detektora w innym miejscu w przestrzeni. Zatem sterując napięciem jonizacji możemy zmieniać prędkość wchodzenia jonów do zewnętrznego pola magnetycznego i tym samym promień ich zakrzywienia jonów w tym polu i tym samym w jednym miejscu można separować a następnie detekować jony o różnych masach mierząc ich prąd jonowy na detektorze.



Rys. 2.6. Uproszczona idea separacji jonów w magnetycznych spektrometrach mas.

Dlatego zazwyczaj powszechnie są stosowane separatory magnetyczne o kącie  $180^\circ$ , co wynika z wynika ze stosunkowo prostej konstrukcji i jednocześnie bardzo dobrej separacji jonów o różnych masach. Co istotne, dla poprawienia separacji jonów i tym samym rozdzielczości magnetycznego spektrometru mas, stosuje się dodatkowe przesłony mechaniczne na wlocie do separatora, które przepuszczają jedynie cząsteczki o zadanej energii oraz wyłapują zjonizowane cząsteczki o innej energii aby nie wprowadzały zakłóceń pomiarowych.

Opisany wcześniej, nawet skrótowo, mechanizm separacji jonów w polu magnetycznym, jest kluczowy, ponieważ jak wspomniano wcześniej, podstawowym elementem typowego detektora nieszczelności jest opisany wcześniej magnetyczny spektrometr mas. Ale przemysłowy detektor nieszczelności, wykorzystujący jako tzw. znacznik gazowy atomy helu (He), stosowany do lokalizacji oraz do pomiaru poziomu nieszczelności wewnątrz albo na zewnątrz układu próżniowego lub oddzielnego produktu, zawiera również inne kluczowe elementy składowe, które zestawiono na schemacie pokazanym na Rys.2.8, i które zostały szczegółowo opisane poniżej.



Rys. 2.7. Schemat blokowy detektora nieszczelności wykorzystującego atomy helu jako tzw. gaz znakujący (znacznik gazowy).

Jego główne stałe elementy to:

- detektor nieszczelności ze spektrometrem mas,
- system pompowy do otrzymania oraz do utrzymania odpowiednio niskiego ciśnienia w głównych elementach wyposażenia całej instalacji, wraz z zaworami kontrolującymi poszczególne etapy cyklu pomiarowego, od opróżniania komory pomiarowej przez test do zapowietrzania,
- źródła zasilania poszczególnych elementów wyposażenia układu, w tym min. zaworów, obwodów elektrycznych, itd.
- elektroniczny system sterowania układem, wraz z osprzętem łączącym testowany obiekt z samym detektorem nieszczelności.

W pokazanym na Rys.2.7 systemie testowany obiekt znajduje się w komorze próżniowej, która następnie jest napełniana gazowym helem (He). Wprowadzony do komory próżniowej He może wchodzić lub/oraz wychodzić z lub do testowanego obiektu w formie strumienia He przez co zmienia się jej skład chemiczny w komorze próżniowej, co można kontrolować przez pomiar ciśnienia parcjalego He przez podłączony spektrometr mas w samym detektorze nieszczelności.

Jedynym ograniczeniem opisanej wyżej metody jest ograniczony rozmiar testowanego obiektu w samej komorze próżniowej, oraz konieczność wykorzystywania warunków próżniowych w komorze z testowanym obiektem.

W nawiązaniu do informacji przedstawionych powyżej należy zwrócić dodatkowo uwagę, że w wyniku zmiany ciśnienia parcjalego He w komorze próżniowej z uwagi na to, że He może wchodzić lub/oraz wychodzić z lub do testowanego obiektu w formie strumienia He, obserwujemy zawsze ewentualną zmianę koncentracji He w komorze pomiarowej, która jest proporcjonalna do poziomu (wielkości) samej nieszczelności w testowanym obiekcie, co pozwala bezpośrednio, korzystając z odpowiedniej procedury analitycznej opisanej szczegółowo poniżej, wyznaczyć poziom nieszczelności (nacieku) testowanego elementu.

Jak powszechnie wiadomo poziom nieszczelności (definiowany też jako tzw. naciek) dla testowanego obiektu można wyznaczyć z zależności zaproponowanej w roku 2016 przez firmę LEYBOLD (w broszurze Fundamentals of Leak Detection) [8] w postaci:

$$L = \frac{R \cdot T}{M} \cdot \frac{\Delta m}{\Delta t} \quad (2.2.)$$

gdzie:

R – uniwersalna stała gazowa - 8.314 [mbar l/ mol K]

T – temperatura [K]

M – masa molowa He

$\Delta m$  – ubytek masy w procesie pomiaru

$\Delta t$  – okres czasu samego pomiaru

Jednostką nieszczelności jest [mbar · l · s<sup>-1</sup>]



Zakładając stałą temperaturę podczas wykonywania testu szczelności można wzór (2.2) uprościć do postaci

$$L = V \cdot \frac{\Delta p}{\Delta t} \quad (2.3)$$

gdzie :

V – objętość komory pomiarowej [l],

$\Delta p$  – zmierzona różnica ciśnień w komorze w trakcie pomiaru [mbar]

$\Delta t$  – okres czasu samego pomiaru [min]

Oczywiście, dla skutecznego wykrywania nawet najmniejszych wycieków, oraz określania poziomu nieszczelności konieczna jest każdorazowo dokładna kalibracja i walidacja zastosowanego sprzętu pomiarowego.

Warto w miejscu zwrócić uwagę, że poziom nieszczelności ma bezpośredni związek z wielkością (średnicą) otworu w odniesieniu do poziomu nieszczelności, przy założeniu że pomiary wykonujemy w zewnętrznych warunkach, a więc przy stałej wartości ciśnienia atmosferycznego na poziomie 1000 mbar, oraz przyjmując, że prędkości wpadającego powietrza jest zbliżona do prędkości dźwięku w powietrzu. Biorąc to pod uwagę można oszacować można porównać (oszacować) wielkość otworu i odpowiadający poziom nieszczelności (nacieku) dla poziomów szczelności(nacieków) w wybranych warunkach zewnętrznych, co przedstawia Tabela 2.1

Tabela 2.1.

Analiza porównawcza poziomu szczelności (nacieku) z odpowiadającą wielkością otworu

Średnica	Średnica	Wielkość nacieku	Szczelność
$10^{-2}$ m	1 cm	$10^4$ mbar*l/s	Brak
$10^{-3}$ m	1 mm	$10^2$ mbar*l/s	Brak
$10^{-4}$ m	0,1 mm	$10^0$ mbar*l/s	Brak
$10^{-6}$ m	1 $\mu$ m	$10^{-4}$ mbar*l/s	Wodna
$10^{-8}$ m	10 nm	$10^{-6}$ mbar*l/s	Medyczna
$10^{-9}$ m	1 nm	$10^{-8}$ mbar*l/s	Gazowa
$10^{-10}$ m	1 Å = 0,1 nm	$10^{-10}$ mbar*l/s	Techniczna

Co istotne, dla większości urządzeń przemysłowych dopuszczalny, wystarczający próg nieszczelności jest na poziomie  $10^{-4}$  mbar\*l/s, co odpowiada średnicy otworów powyżej 1  $\mu$ m,

jednak w większości potencjalnych zastosowań wartości te wahają się w przedziale  $10^{-4} \div 10^{-7}$  mbar\*l/s.

W szczególnych zastosowaniach np. dla większości urządzeń w przemyśle chemicznym próg szczelności jest wymagany na poziomie nawet poniżej  $10^{-6}$  mbar\*l/s, co odpowiada średnicy otworów wyraźnie nawet poniżej 1 nm.

W odniesieniu do informacji opisanych w pierwszej części tego rozdziału w kolejnej jego części przedstawiono najważniejsze informacje o dostępnych na rynku najnowszych detektorach szczelności najważniejszych komercyjnych firm wytwórczych.

## 2.2 Najnowsze przemysłowe systemy detekcji nieszczelności

Jak wspomniano wcześniej, testy szczelności są obecnie wymagane przez określone dyrektywy unijne ze względu na warunki ekonomiczne, ekologiczne oraz bezpieczeństwa. Ze względu na wzrastające zapotrzebowanie do kontroli nieszczelności różnych urządzeń przemysłowych oraz instalacji badawczych i technologicznych detektory nieszczelności stały się przedmiotem wzrastającego zainteresowania w ostatnich trzech dekadach, ale ich najszybszy rozwój miał miejsce w ostatnich kilkunastu latach, gdy pojawiły się powszechnie dostępne opracowania komercyjne.

Na podstawie dokładnej analizy rynku przemysłowego z obszaru detekcji nieszczelności stwierdzono, że aktualnie dostępne są 3 rodzaje takich urządzeń, tzn.:

- proste urządzenia przenośne,
- urządzenia ze kwadrupolowym filtrem mas
- urządzenia bazujące na magnetycznym spektrometrze mas

z tym że należy wyraźnie podkreślić, że udział w rynku w/w prostych detektorów przenośnych, mimo ich niskich kosztów, jest raczej niewielki.

Dlatego w opisie zamieszczonym poniżej w ogóle je pominięto, tym bardziej że nie są one interesującym rozwiązaniem dla firmy PREVAC w aspekcie ich masowej produkcji. Ponadto należy również w tym miejscu wyraźnie podkreślić, że zrezygnowano w tym rozdziale również z opisu detektorów nieszczelności na bazie kwadrupolowego filtra mas ponieważ, mimo ich niewielkich kosztów, na poziomie ok 4.000 \$, ponieważ rynek przemysłowy jednak stosunkowo rzadko je stosuje, więc koszty rozwoju tego produktu byłyby znaczące w stosunku do ceny samego produktu, przez co też nie byłyby interesującym rozwiązaniem dla firmy PREVAC w aspekcie ich masowej produkcji.

Dlatego w opisie najnowszych systemów detekcji nieszczelności skupiono się na urządzeniach bazujących na pełnym magnetycznych spektrometrach mas, ponieważ stanowią one główną część rynku (ok.70%) urządzeń do przemysłowej detekcji nieszczelności, ze szczególnym uwzględnieniem najnowszych dostępnych na rynku systemów detekcji nieszczelności czółowych producentów w świecie.

## DETEKTORY NIESZCZELNOŚCI FIRMY LEYBOLD (NIEMCY)

Firma produkuje detektory nieszczelności od ponad 25 lat, ale aktualnie w ofercie jest jedynie detektor – model PHOENIX Quadro, którego fotografię pokazano na Rys.2.8.



Rys. 2.8. Fotografia detektora nieszczelności firmy Leybold - model PHOENIX Quadro [10]

Detektor nieszczelności - model Quadro firmy Leybold posiada bardzo wysoki w skali światowej próg detekcji nieszczelności na poziomie do  $5 \cdot 10^{-12}$  mbar $\cdot$ l/s, przy czym może wykorzystywać jako gaz znakujący hel oraz wodór. Posiada ponadto wbudowany wzorzec nieszczelności, który pozwala na zapewnienie wiarygodnych pomiarów, co jest kluczowe ponieważ w celu dokładnej weryfikacji dokładności pomiarów wymagane jest aby każdy detektor był kalibrowany w cyklach odpowiednich do cyklu produkcyjnego.

## DETEKTORY NIEZCZELNOŚCI FIRMY PFEIFFER (AUSTRIA)

Firma Pfeiffer, bazując na rozwiązaniach przejętej firmy Alcatel (Francja) produkuje zarówno przenośne detektory szczelności jak i detektory stacjonarne (do zabudowy), z których najbardziej popularne są standardowe detektory w wersji lżejszej (ok 40 kg), jak pokazany na Rys.2.9 detektor – model Adixen ASM340, oraz cięższej, które są przetransportowywane na kółkach, jak pokazany na Rys.2.10 detektor – model ASM390. Szczegółowe informacje na ich temat można znaleźć na stronie internetowej tej firmy [11]



Rys. 2.9. Fotografia detektora szczelności firmy Pfeiffer – model Adixen ASM340



Rys. 2.10. Fotografia mobilnego detektora szczelności firmy Pfeiffer – model ASM390

Co kluczowe, pokazane wyżej detektory nieszczelności firmy Pfeiffer mają również stosunkowo wysoki próg detekcji nieszczelności na poziomie do  $5 \cdot 10^{-12}$  mbar $\cdot$ l/s.

Ponadto należy w tym miejscu zwrócić uwagę, że firma Pfeiffer posiada wieloletnie doświadczenie jak i bardzo dobre zaplecze dla przemysłu zajmuje się także budową całych systemów do detekcji nieszczelności, które były przygotowane pod projekt dedykowane dla klienta do testowania konkretnego produktu, np. ciśnieniowe przewody samochodowe.

## **DETEKTORY NIESZCZELNOŚCI FIRMY INFICON (NIEMCY)**

Firma produkuje detektory nieszczelności od wielu lat, głównie w aspekcie zastosowań przemysłowych. Aktualnie w ofercie znajduje się przede wszystkim detektor nieszczelności – model Inficon LDS3000, którego fotografię pokazano na Rys.2.11.



Rys. 2.11. Fotografia detektora nieszczelności firmy Inficon - model LDS3000.

Jest on przystosowany do współpracy w wersji zabudowanej z urządzeniami zewnętrznymi przez co wymaga dodatkowo pompy próżni wstępnej oraz zestawu zaworów, a jego próg detekcji nieszczelności, przy wykorzystaniu zarówno helu jak i wodoru, jest też na poziomie ok.  $10^{-12}$  mbar $\cdot$ l/s.

Firma Inficon posiada także w swojej ofercie mobilny detektor nieszczelności – model UL6000, którego fotografię pokazano na Rys.2.12. Układ ten posiada wbudowaną dodatkowo pompę

próżni wstępnej o dużej wydajności. Charakteryzuje się też podobnym progiem detekcji nieszczelności na poziomie ok.  $10^{-12}$  mbar<sup>\*</sup>/s.

Szczegółowe informacje na ich temat można znaleźć na stronie internetowej tej firmy [12].



Rys. 2.12. Fotografia mobilnego detektora nieszczelności firmy Inficon – model UL6000.

## **DETEKTORY NIESZCZELNOŚCI FIRMY AGILENT (USA)**

Firma również produkuje detektory nieszczelności od wielu lat, głównie w aspekcie zastosowań przemysłowych, ale jej produkty ze względu na jej siedzibę, są jednak stosunkowo mało rozpowszechnione popularne w Europie.

Aktualnie w ofercie znajduje się m.in. stacjonarny przede wszystkim helowy detektor nieszczelności – model PR02, którego fotografię pokazano na Rys.2.13, ale także mobilny helowy detektor nieszczelności, np. model HLD MD30, którego fotografię pokazano na Rys.2.14.

Szczegółowe informacje na ich temat można znaleźć na stronie internetowej tej firmy [13]. Co kluczowe, dla obu wspomnianych wyżej urządzeń ich próg detekcji nieszczelności jest na poziomie ok.  $10^{-12}$  mbar<sup>\*</sup>/s, a więc o wartości zbliżonej jak dla opisanych wcześniej urządzeń innych czołowych światowym producentów.



Rys. 2.13. Fotografia stacjonarnego detektora nieszczelności firmy Agilent - model PR02.



Rys. 2.14. Fotografia mobilnego detektora nieszczelności firmy Agilent - model HLD MD30.



Na podstawie dokładnego przeglądu najważniejszych ofert głównych producentów detektorów nieszczelności w świecie, skrótowo opisanych wyżej, oraz mając na uwadze cenę docelowego urządzenia, ale przede wszystkim stopień skomplikowania projektu nowego urządzenia, oraz szacunkowy koszt jego produkcji, w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego zdecydowano się na najbardziej rozsądne rozwiązanie własnego oryginalnego rozwiązania, którym będzie istotnie zmodyfikowana wersja detektora nieszczelności firmy Inficon - model LDS3000 pokazany na Rys.2.11.

Najważniejsze założenia dotyczące zaproponowanego rozwiązania własnego zostały skrótowo przedstawione w Rozdziale 3 niniejszej rozprawy, natomiast szczegółowy opis kolejnych etapów jego realizacji został przedstawiony w kolejnych rozdziałach niniejszej rozprawy.

## Rozdział 3

### CEL I ZAKRES PRAC WŁASNYCH

W nawiązaniu do informacji dotyczących aktualnego stanu wiedzy w tematyce (przedmiocie) niniejszego doktoratu wdrożeniowego, w tym zwłaszcza dostępnych rozwiązań na rynku, przedstawionych skrótowo w rozdziale 2 niniejszej rozprawy, oraz biorąc dodatkowo pod uwagę główne potrzeby rynkowe, głównym celem prac własnych w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego było opracowanie, wykonanie oraz wdrożenie do produkcji przemysłowego detektora nieszczelności na bazie magnetycznego separatora jonów, z wykorzystaniem atomowego helu (He) jako gazu znakującego.

Wykorzystanie He wynika przede wszystkim z jego bardzo małego rozmiaru atomowego (ok.  $3 \cdot 10^{-11}$  [m]), co umożliwia (ułatwia) jego przenikanie nawet przez bardzo małe otwory. Dodatkowym atutem gazowego He jest również jego niewielka zawartość w powietrzu atmosferycznym, którego ciśnienie parcjalne jest na poziomie ok. 5 ppm.

Niezależnie od możliwości wykorzystywania He jako gazu znacznikowego w wersji rozwojowej opracowanego detektora nieszczelności zaplanowano również rozszerzenie możliwości pomiarowych opracowanego detektora przez wykorzystanie jako gazu znacznikowego cząsteczek wodoru  $H_2$ , posiadającej również bardzo małe rozmiary na poziomie ok.  $2 \cdot 10^{-10}$  [m].

W ramach realizacji projektu niniejszego doktoratu wdrożeniowego opracowano i wykonano przemysłowy detektor nieszczelności na bazie magnetycznego separatora jonów w formie urządzenia do zabudowy w wybranym systemie pomiarowym, które zostało wyposażone w:

- zewnętrzny system pompowy próżni wstępnej,
- stabilne źródło jonów, z możliwością kontroli jego parametrów pracy,
- wbudowany naciek wzorcowy (wzorzec nieszczelności),
- układ umożliwiający współpracę z tzw. snifferem, do przechwytywania i ewentualnie analizowania danych pomiarowych przepływających w sieci,
- wbudowany system (układ) do kontroli temperatury pomiarów,

Co kluczowe, zgodnie z oczekiwaniami opracowany układ miał przede wszystkim spełniać podstawowe oczekiwania analityczne, tzn. posiadać próg detekcji nieszczelności na poziomie poniżej  $10^{-10}$  mbar\*l/s, przy dużej szybkości działania (pracy).

Poziom detekcji nieszczelności określony na poziomie poniżej  $10^{-10}$  mbar\*l/s został wskazany jako minimalne warunki brzegowe projektu przemysłowego, który pozwoli dostarczać urządzenie do zastosowań przemysłowych, aby mieć możliwości wdrożenia na szybszym etapie projektu, natomiast docelowe wartości pomiarowe powinny sięgać granic dostępnych urządzeń na rynku, a ostatecznie posiadać najlepsze parametry. Dzięki określeniu minimalnych wstępnych wartości pomiarowych na zakresie  $10^{-10}$  mbar\*l/s i odpowiednio szybkim wdrożeniu projektu, firma PREVAC ma możliwości dużo szybszej kapitalizacji projektu, aby uzyskane środki ze sprzedaży urządzeń zainwestować w dalszy rozwój projektu

Należy już w tym miejscu wyraźnie podkreślić, że głównymi elementami nowości w opracowanym i wykonanym własnym detektorze nieszczelności na bazie magnetycznego separatora jonów, w stosunku do dostępnych na rynku komercyjnych detektorów nieszczelności, są:

- sterowanie cyfrowe napięciem separatora jonów;
- zmodyfikowany kolektor jonów;
- przedwzmacniacz sygnału z detektora jonów bazujący na technologii cyfrowej;
- moduł sterowania spektrometru masowego i wyświetlania parametrów pracy urządzenia.

W kolejnych rozdziałach niniejsze rozprawy - doktoratu wdrożeniowego opisano szczegóły projektu i samego wykonania w/w własnego przemysłowy detektor nieszczelności na bazie magnetycznego separatora jonów (Rozdział 4), następnie opisano weryfikację warunków oraz optymalizację jego parametrów użytkowych (Rozdział 5), oraz opisano procedurę jego wdrożenia do produkcji (Rozdział 6),

## Rozdział 4

# PROJEKT I WYKONANIE WŁASNEGO PRZEMYSŁOWEGO DETEKTORA NIESZCZELNOŚCI NA BAZIE SPEKTROMETRU MASOWEGO

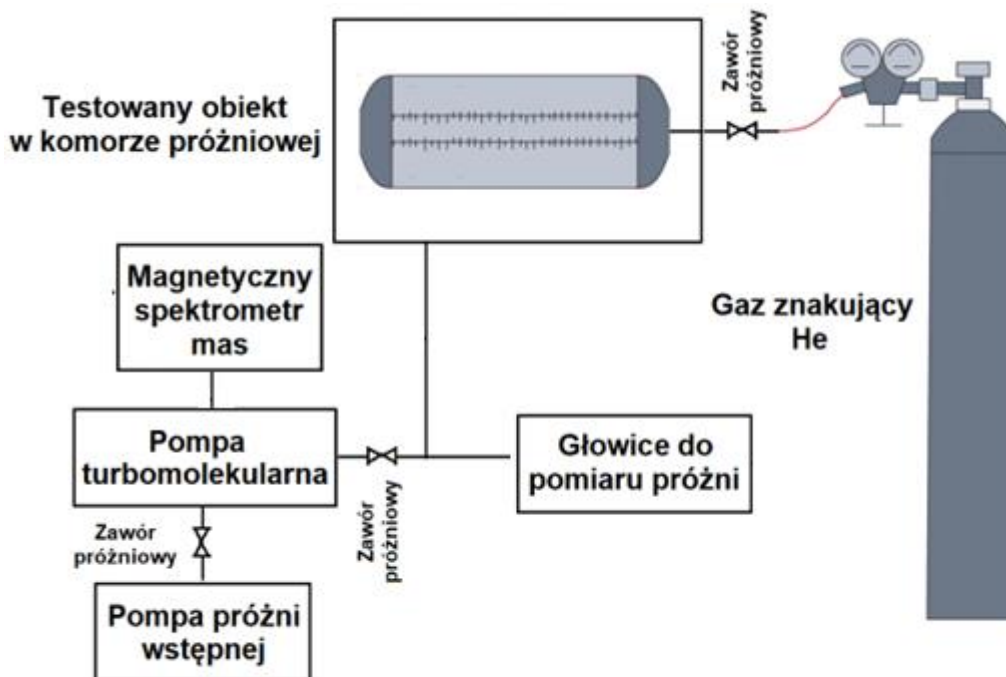
W nawiązaniu do informacji przedstawionych w poprzednim Rozdziale 3, na podstawie analizy stanu wiedzy, oraz biorąc dodatkowo pod uwagę przyszłe potrzeby rynkowe, głównym celem prac własnych w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego było opracowanie, wykonanie oraz wdrożenie do produkcji przemysłowego detektora nieszczelności na bazie magnetycznego separatora jonów, z wykorzystaniem atomowego helu (He) jako gazu znakującego. Dlatego w tym rozdziale opisano szczegóły projektu i wykonania tego urządzenia.

Opracowany w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego przemysłowy detektor nieszczelności składa się z trzech zasadniczych elementów składowych, tzn.

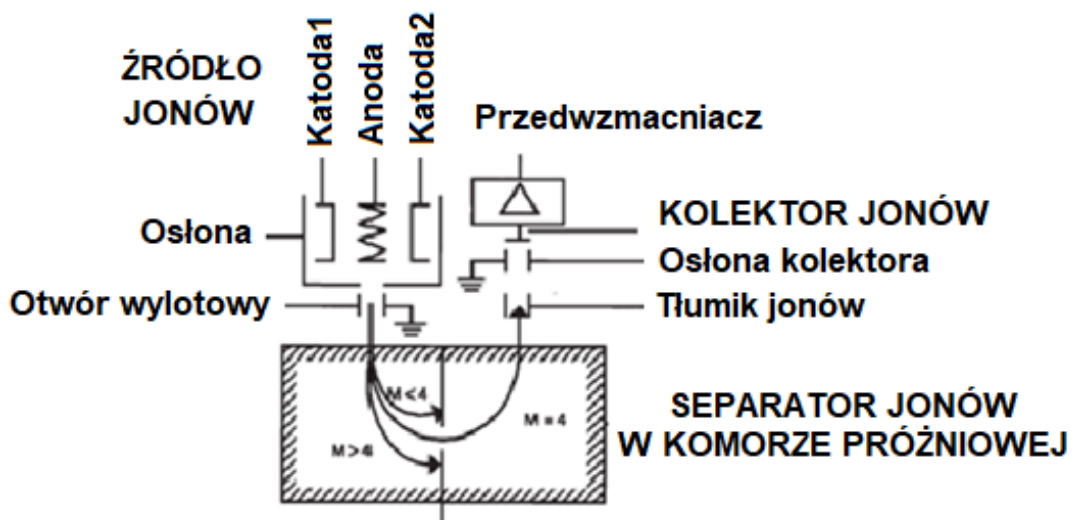
- spektrometru mas bazującego na magnetycznym separatorze jonów wraz z układem detekcji jonów gazu znakującego na bazie pomiaru prądu jonowego kolektora
- dwóch systemów wytwarzania próżni i kontroli próżni w wybranych elementach tego urządzenia
- elektronicznego systemu zasilania, sterowania i akwizycji uzyskanych danych pomiarowych.

Jego idea jest pokazana na uproszczonym schemacie blokowym na Rys.4.1.

Co ważne, większość elementów składowych opracowanego, własnego przemysłowego detektora nieszczelności, w tym systemy do wytwarzania i kontroli próżni, oraz wybrane elementy elektronicznego systemu zasilania, sterowania i akwizycji uzyskanych danych pomiarowych, są powszechnie dostępne na rynku, przy czym ich część jest nawet produkowana przez firmę PREVAC. Dlatego przy projektowaniu i wykonaniu własnego przemysłowego detektora nieszczelności oznaczonego symbolem GLD10 (Gas Leak Detector) skupiono się przede wszystkim na optymalizacji warunków pracy spektrometru mas opartego na magnetycznym separatorze jonów, który jest kluczowym elementem składowym tego urządzenia. Jego uproszczony schemat ideowy pokazano na Rys.4.2.



Rys. 4.1. Schemat blokowy opracowanego przemysłowego detektora nieszczelności



Rys. 4.2. Schemat ideowy magnetycznego spektrometru mas (separatora jonów)

Dla przypomnienia, jak to widać na Rys.4.2, magnetyczny spektrometr masowy, wykorzystywany w przemysłowym detektorze nieszczelności, składa się z trzech podstawowych elementów:

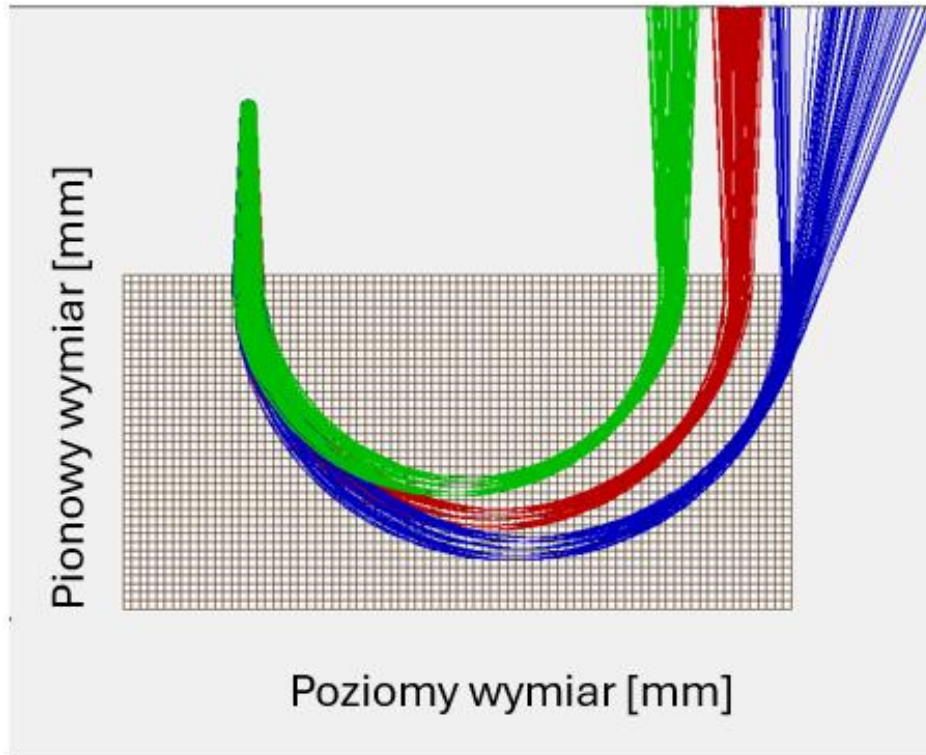
- źródła jonów (zwykle typu Niehra),
- magnetycznego separatora jonów,
- kolektora jonów.

W urządzeniu tym jony gazów, np. z nieszczelnego otworu w komorze technologicznej, wchodzą do źródła jonów, gdzie są jonizowane termicznie wiązką elektronową. Następnie po przejściu przez zespół odpowiednich szczelin wchodzą one do magnetycznego separatora jonów, gdzie są rozdzielane (separowane) ponieważ jony o różnych masach w polu magnetycznym o indukcji  $B$  poruszają się po różnych promieniach, przy czym, co kluczowe, tylko jony o ściśle określonej, wybranej masie dochodzą do detektora, a zarejestrowane dane pomiarowe są poddane procedurze akwizycji w celu otrzymania widma masowego

W pierwszym etapie prac własnych nad rozwojem własnego przemysłowego detektora nieszczelności skupiono się na doborze odpowiedniego źródła jonów. Po analizie dostępnych rozwiązań urządzeń opisanych w Rozdziale 2 (podrozdział 2.2), postanowiono skorzystać z dostępnego źródła jonów stosowanego w przemysłowym detektorze nieszczelności firmy Leybold – model PHOENIX Quadro. W tym miejscu jedynym zadaniem własnym było odpowiednie dobranie parametrów pracy źródła aby zapewnić aby jony po ich wytworzeniu trafiły z jak największą precyzją wchodziły do separatora jonów a następnie po ich separacji do kolektora jonów,

Z kolei, w drugim etapie prac własnych nad rozwojem własnego przemysłowego detektora nieszczelności skupiono się na opracowaniu i wykonaniu własnego separatora mas, wraz z końcowym detektorem samych jonów.

Na wstępie, na podstawie założeń teoretycznych przedstawionych w wcześniejszych rozdziałach oraz założonych parametrach wejściowych wiązki jonów, przeprowadzono symulację toru ruchu jonów w komorze próżniowej umieszczonej w polu magnetycznym o wartości indukcji 0.17, wytworzonym przez magnes neodymowy, z wykorzystaniem oprogramowania ComMes. Miała ona na celu uzyskanie niezbędnych informacji w aspekcie opracowania własnego magnetycznego separatora jonów dla spektrometru masowego, który pozwoli nie tylko na rozdzielenie w polu magnetycznym zjonizowanych cząsteczek, ale także na odfiltrowanie zbędnych jonów aby do detektora trafiały tylko jony o ściśle określonej (wskazanej) masie atomowej. Źródło jonów umieszczone w lewym-górnym rogu, zaznaczono miejsca pola magnetycznego. Wyniki w/w symulacji pokazano na Rys.4.3

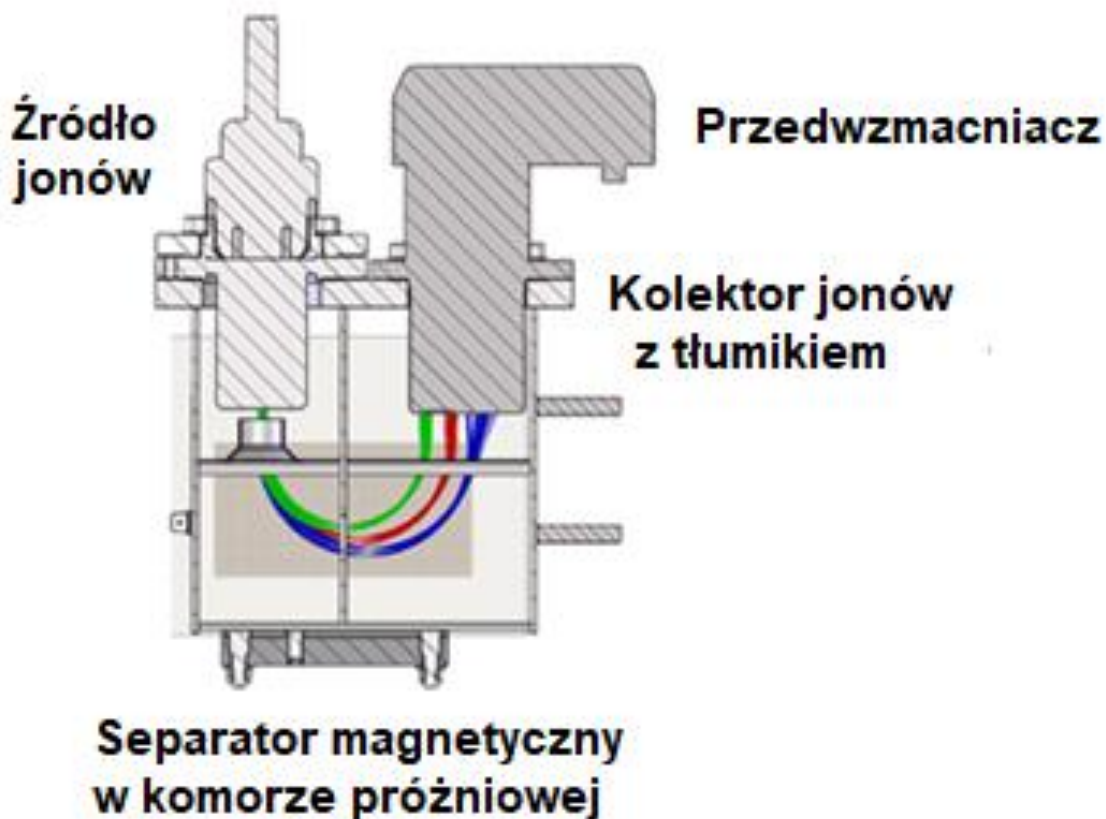


Rys.4.3. Przebieg torów ruchu jonów w polu magnetycznym separatora. otrzymany na podstawie własnych symulacji.

Na podstawie analizy informacji (zależności) pokazanych na Rys.4.3. można stwierdzić, że tylko jony He o zadanej masie atomowej 4 (czerwone) są zakrzywiane w polu magnetycznym o  $180^\circ$  osiągając określone położenie na wyjściu, co potwierdza, że możliwe jest prawidłowe spozycjonowanie kolektora jonów.

Pozostałe jony dla cząsteczek o masie atomowej 3 (zielone) oraz 5 (niebieskie), ze względu na różną masę i tym samym energię wejściową, są natomiast odchylane w ten sposób, że trafiają w inne niż docelowe miejsce – potencjalne położenie kolektora jonów, ponieważ dla jonów o różnicy mas 1 AMU różnica odległości miejsc wejścia w/w jonów była na poziomie ok. 5 mm

W uzupełnieniu do informacji (zależności) pokazanych na Rys.4.3, na Rys.4.4. pokazano z kolei kompletny uproszczony schemat (konstrukcyjny) końcowej wersji własnego separatora jonów, w aspekcie jego potencjalnego wykorzystania w opracowywanym własnym detektorze nieszczelności. Jest on osadzony na kołnierzu próżniowym i zlokalizowany w odpowiedniej komorze próżniowej, w raz z torami rozdzielanych jonów określonymi na podstawie przeprowadzonej symulacji opisanej powyżej.



Rys. 4.4. Uproszczony schemat własnego separatora mas wraz z torami ruchu jonów określonymi na drodze w/w symulacji.

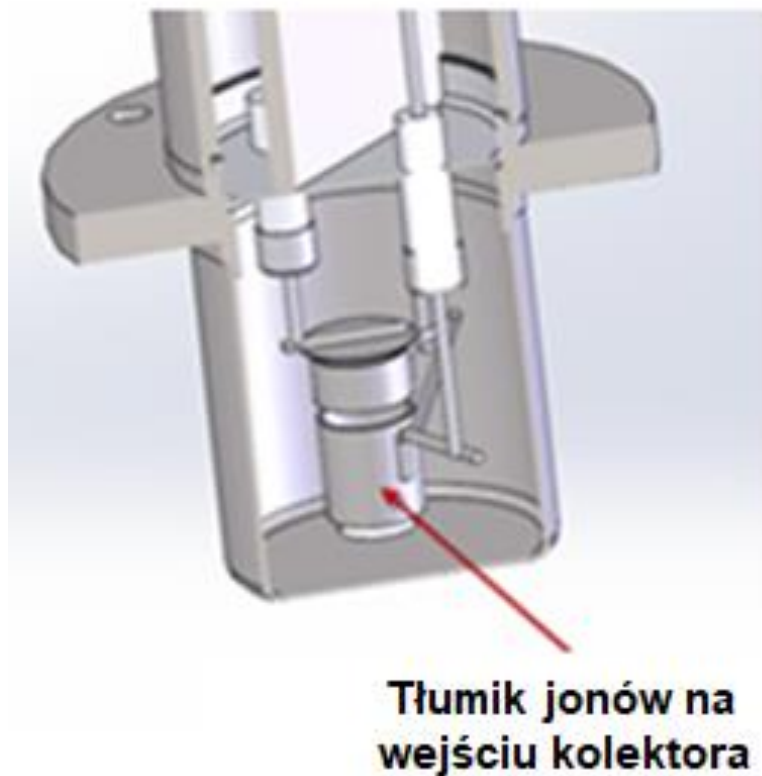
Co ważne, w celu lepszej separacji jonów He od innych zjonizowanych cząsteczek, w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego, zaprojektowano i wykonano dodatkowy, mechaniczny układ separacji jonów w postaci przesłony znajdującej się w miejscu największego odchylenia odseparowywanych jonów, w postaci odpowiedniej pionowej przegrody w połowie komory próżniowej. Ponieważ magnetyczny separator mas jest połączony galwanicznie z masą całego urządzenia, wytworzone jony trafią wtedy w obudowę bądź w przegrodę, przez co zostaną automatycznie odfiltrowane, także elektrycznie.

W tym miejscu należy wyraźnie podkreślić, że dla dokładnego pomiaru poziomu nieszczelności, z wykorzystaniem opisanego wcześniej magnetycznego spektrometru mas, kluczowym jest również dobranie parametrów pracy źródła tak aby jony po ich wytworzeniu trafiły z jak największą dokładnością do separatora, a następnie do kolektora, ale również zapewnienie jak najbardziej dokładnego pomiaru natężenia prądu jonowego tylko od jonów He jako gazu znakującego, przez kolektor jonów po ich przejściu przez magnetyczny separator jonów, które może być na poziomie nawet  $10^{-15}$  A.

W tym celu, w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego, w tym celu po bezpośrednio na wejściu kolektora jonów zamontowane dodatkową soczewkę, tzw. tłumik



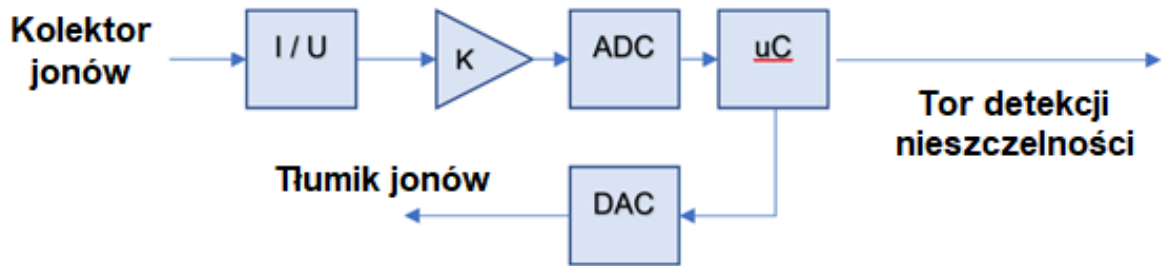
jonów na potencjale ok 300 V, którego zadaniem jest wyłapywanie zjonizowanych cząsteczek o masie atomowej innej niż atomy He. Jest to prosty układ mechaniczny bazujący na rozwiązaniach firmy PREVAC, jednak z dopasowaniem do obecnych założeń projektowych. Jego ideę (obraz) pokazano na rys 4.5.



Rys. 4.5 Obraz tłumika jonów na wyjściu z separatora jonów

W celu zmierzenia prądu jonowego na tak niskich poziomach jak  $10e-15A$  wymaga specjalistycznego układu pomiarowego przedwzmacniacza, który powinien znajdować się w bezpośrednim sąsiedztwie kolektora jonów co przedstawione zostało na

Pomiar tak małego natężenia prądu jonowego był jednym z poważniejszych wyzwań w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego własnego, przemysłowego detektora nieszczelności bazującego na spektrometrze masowym. Dlatego dodatkowo w torze detekcji jonów zastosowano przedwzmacniacz sygnału z kolektora jonów, który dodatkowo został wyposażony w zintegrowany sterownik tłumika jonów. Jego uproszczony schemat pokazano na Rys. 4.6.



Rys. 4.6 Schemat blokowy przedwzmacniacza sygnału kolektora jonów wraz ze zintegrowanym sterowaniem tłumika jonów.

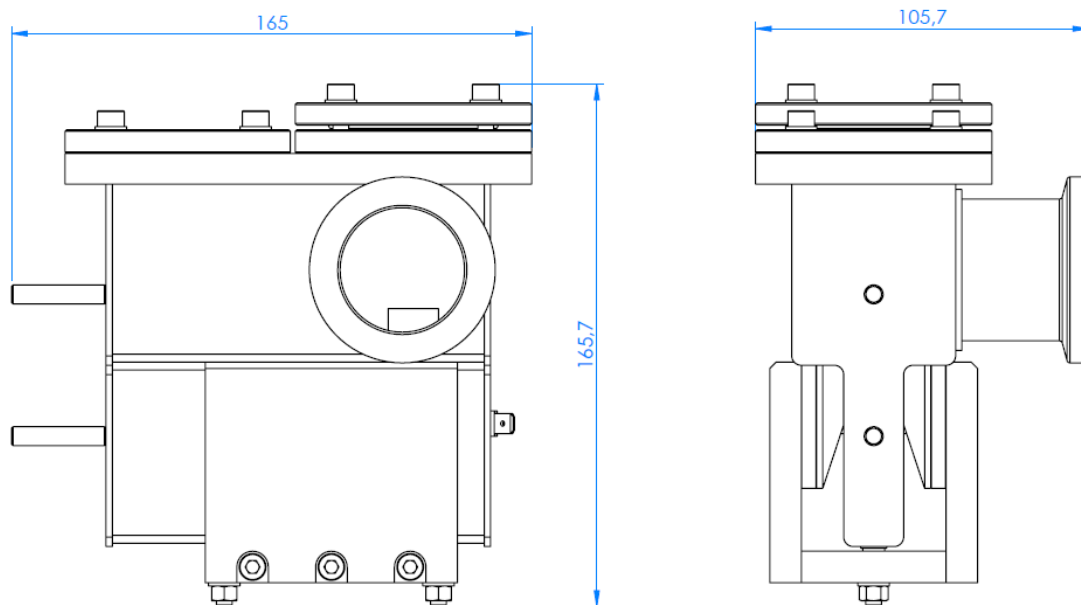
Dzięki zastosowaniu powyższego układu prąd jonowy kolektora jonów (nawet o bardzo małej wartości na poziomie  $10^{-15}$  A) jest przetwarzany na napięcie, które po wzmacnieniu w układzie przedwzmacniacza zostaje przetworzone na sygnał cyfrowy w przetworniku analogowo cyfrowym (ADC), a wartości cyfrowe już są wstępnie obsługiwane przez mikrokontroler (uC),

W nawiązaniu do informacji powyżej, nowością jest cyfrowe sterowanie napięciem tłumika przez ten sam mikrokontroler, który wystawia sygnał cyfrowy, który poprzez przetwornik cyfrowo-analogowy (DAC) steruje napięciem tłumika

Co ważne, dla pomiaru tak niewielkich prądów jonowych układu magnetycznego spektrometru masowego przemysłowego detektora nieszczelności w samym przedwzmacniaczu zostały wykorzystane elementy pomiarowe chronione jako tajemnica przedsiębiorstwa firmy PREVAC.

Wszystkie informacje oddane powyżej są kluczowe, ponieważ dokładne pomiary natężenia prądu jonowego He, pozwalają na dokładne określenie poziomu nieszczelności testowanego układu na bazie koncentracji He względem koncentracji w powietrzu atmosferycznym, która w warunkach normalnych kształtuje się na poziomie 5 ppm.

Co kluczowe, po opracowaniu założeń zmodyfikowanej wersji magnetycznego spektrometru mas pod kątem jego wykorzystania w opracowywanym w ramach niniejszego doktoratu wdrożeniowego przemysłowego detektora nieszczelności, w następnym etapie prac własnych przystąpiono do opracowania i wykonania pełnej konstrukcji mechanicznej tego urządzenia na bazie próżniowej komory pomiarowej, wykonanej w tzw. wersji lutowanej, co zapewnia jej szczelność na poziomie aż do  $10^{-10}$  mbar\*l/s). Jej schemat ogólny (w dwóch rzutach) pokazano na Rys.4.7.



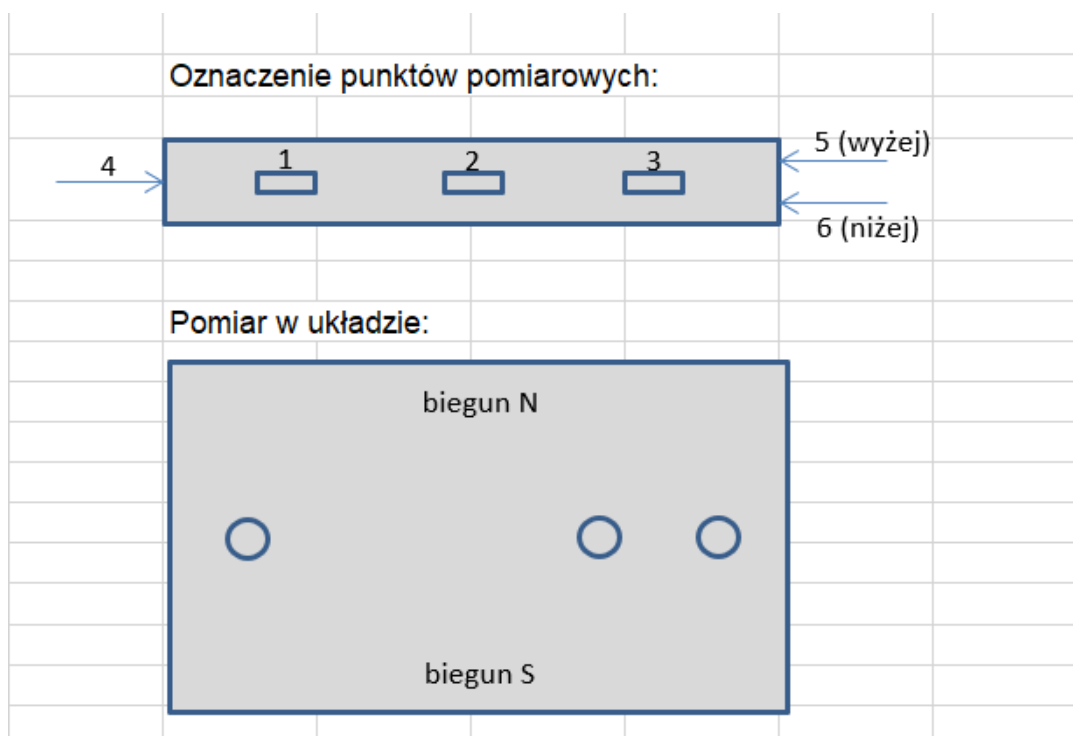
Rys. 4.7 Ogólny schemat mechaniczny (konstrukcyjny) próżniowej komory pomiarowej magnetycznego spektrometru mas (w dwóch rzutach) wraz z wymiarami.

Warunki bardzo wysokiej próżni w komorze pomiarowej magnetycznego spektrometru mas, niezbędnej do jego pracy aby gazy resztkowe nie zakłócały toru wiązki gazu znakującego, są realizowane przez system pompy turbomolekularnej współpracującej z pompą próżni wstępnej.

W następnym etapie realizacji projektu własnego detektora nieszczelności skupiono się na wykonaniu spektrometru mas na bazie magnetycznego separatora jonów, oraz jego umieszczeniu w opisanej wcześniej próżniowej komorze pomiarowej.

Do jego wykonania zakupiono specjalne magnesy, które na wstępie zostały obliczone, a następnie przetestowane pod kątem stabilności i powtarzalności wartości indukcji wytwarzanego pola magnetycznego, w aspekcie ich potencjalnego wykorzystania w opracowywanym własnym magnetycznym spektrometrze mas.

W tym celu wykonano z teflonu prosty przyrząd do pomiaru tych magnesów, o geometrii oraz o rozmiarach zbliżonych do próżniowej komory pomiarowej, do pomiaru wartości indukcji wytwarzanego pola magnetycznego dla 10 zakupionych magnesów, w ściśle określonych 6 punktach pomiarowych, pokazanych na Rys.4.8.



Rys. 4.8. Rozkład punktów pomiarowych dla magnesów, w aspekcie ich potencjalnego wykorzystania w magnetycznym spektrometrze mas.

Wyniki pomiarów wartości indukcji pola magnetycznego w wybranych punktach testowanych magnesów komercyjnych zestawiono w Tabeli 4.1.

Tabela 4.1.

Wartość indukcji pola magnetycznego w wybranych punktach magnesów testowanych

Pomiary magnesów (nowy przyrząd)						
	Punkt pomiarowy					
Nr magnesu	1 [μT]	2 [μT]	3 [μT]	4 [μT]	5 [μT]	6 [μT]
0	217	265	218	211	174	145
1	221	269	220	213	177	146
2	220	268	220	213	174	145
3	216	270	217	214	175	146
4	220	270	218	212	175	144
5	219	268	219	215	175	147
6	219	267	218	215	176	147
7	218	264	218	213	176	145
8	222	272	222	219	181	150
9	222	273	226	219	180	149

Ostatnim elementem w projektowanym detektorze szczelności na bazie magnetycznego separatora jonów jest moduł sterowania i wyświetlania parametrów pracy urządzenia w tym wartości ciśnienia (próżni) detekowanego gazu znacznika (w tym He), oraz wynikającej z niej wartości mierzonej szczelności.

W celu podłączenia elementów wyposażenia spektrometru mas w próżniowej komorze pomiarowej do zewnętrznych elementów kontroli i sterowania zastosowano tzw. ceramiczno-metalowe przepusty elektryczne firmy PREVAC, które zapewniają separację napięciową na poziomie aż 1000 V.

Co ważne na początek tego opisu, do kontroli wartości ciśnienia (próżni) m.in. detekowanego gazu znakującego w elementach próżniowych opracowanego urządzenia zastosowano kontroler ciśnienia firmy PREVAC – model MG15, pokazany na Rys.4.9.



Rys. 4.9 Obraz kontrolera ciśnienia MG15 firmy PREVAC (w dwóch opcjach pracy).

Kontroler ten służy do obsługi próżniowych aktywnych i pasywnych głowic pomiarowych i jest wyposażony m.in. w:

- układ pomiarowy bardzo małych prądów z tzw. głowic ekstraktorowych,
- układ sterowania wejściami i wyjściami,
- element graficzny wyświetlania i rejestracji wartości,
- niezbędne menu obsługowe

Próżniowe głowice pomiarowe typu aktywnego posiadają wbudowany układ zasilania komórki pomiarowej, układ sterowania wskaźnikami kontrolnymi, oraz układ wyjściowy w standardzie przemysłowym  $0 \div 10$  V. Kontroler MG15 wystawia do aktywnej próżniowej głowicy pomiarowej zasilanie w zakresie 18-36 V i zbiera wyjściowy sygnał pomiarowy w zakresie  $0 \div 10$  V. Aby go przestawić na wyświetlaczu kontrolera próżni w formie graficznej dla głowic typu aktywnego są zdefiniowane charakterystyki wyjściowe, na podstawie których można określić zmierzoną wartość próżni.

Co ważne, kontroler MG15 dla pomiarowych głowic aktywnych może zostać zaadaptowany do sterowania i pomiarów poziomu nieszczelności z przedwzmacniacza układu magnetycznego spektrometru masowego,

Z kolei głowice pomiarowe typu pasywnego nie posiadają żadnych układów elektronicznych więc wymagają odpowiedniego zasilania (500 ÷ 2000 V) dla konkretnego typu głowicy, oraz jako sygnał wyjściowy wystawiają jedynie prąd jonowy, który wymaga wzmocnienia oraz odpowiednich przeliczeń w celu przedstawienia wartości, która jest odpowiednia dla zmierzonej próżni.

Ponadto, co ważne kontroler próżni MG15, mając interfejs graficzny oraz możliwość sterowania głowicami próżniowymi aktywnymi i pasywnymi, posiada tym samym wszelkie funkcje konieczne do obsługi, sterowania oraz reprezentacji wartości zmierzonych:

Jednocześnie układ sterowania i pomiaru głowic pasywnych w kontrolorze próżni MG15 można łatwo zaadaptować np. do sterowania i kontroli źródła jonów: zasilanie 300 ÷ 600 V wraz z kontrolą emisji na poziomie pojedynczych mA, Poza tym wyświetlacz kontrolera próżni MG15 oraz moduły kontrolno-sterujące GUI można wykorzystać do reprezentacji wartości zmierzonych oraz sterowania przemysłowym detektorem nieszczelności bazującym na magnetycznym spektrometrze masowym, który otrzymał akronim nazwy firmowej w standardzie firmy PREVAC - GLD10 (jako **Gas Leak Detector - version 1.0**).

Poza tym zdecydowano, aby wyświetlanie wartości nieszczelności w postaci liczbowej było także przedstawiane w formie graficznej, która będzie bardziej czytelna dla użytkownika, przy czym rozważano 2 opcje wskazań graficznych:

- pasek liniowy reprezentujący długością proporcjonalną do nieszczelności, tzw bargraph
- wycinek koła, który obejmuje większy zakres ze wzrostem wartości (jak to pokazano na Rys.4.10.

Urządzenie to pełni także rolę kontrolno-sterującą, ponieważ monitoruje próżnię za pomocą głowicy próżniowej typu Piranii, steruje zaworem nacieku gazu testowego, kontroluje pracę pompy turbomolekularnej, steruje pracą źródła jonów (napięcia) oraz wyświetla wartości nieszczelności po przeliczeniu wartości prądu jonowego oraz znormalizowaniu wskazań wg nacieku testowego. Normalizacja wskazań wartości nieszczelności polega na porównaniu zmierzonej wartości prądu jonowego podczas pomiaru podłączonego nacieku wzorcowego o znanej wartości i dopasowaniu wartości prądu jonowego o współczynnik przeliczeniowy, aby wartość wyświetlana nacieku odpowiadała wartości rzeczywistej nacieku.



Rys. 4.10. Widok ekranu modułu sterowania własnego detektora nieszczelności GLD10, z możliwością wyświetlania parametrów użytkowych pracy samego urządzenia.

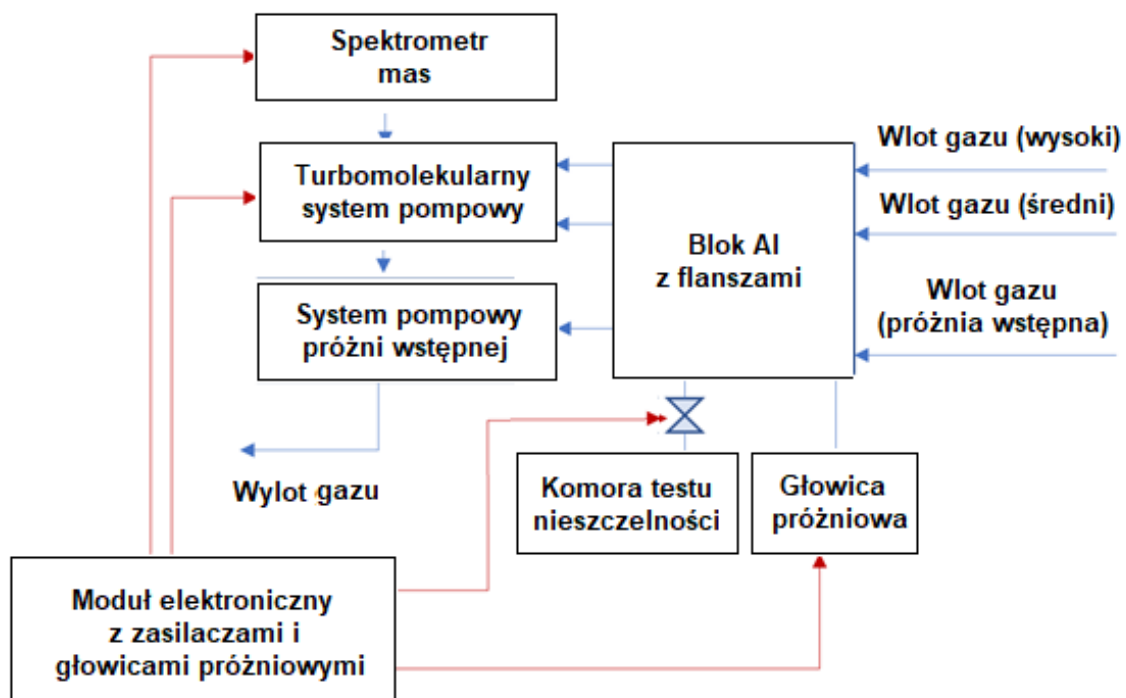
W nawiązaniu do powyższej ostatniej informacji na Rys.4.11 pokazano przykładowy przebieg zależności poziomu nieszczelności w czasie dla opracowanego w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego własnego detektora nieszczelności GLD10 - (bezpośredni widok.



Rys. 4.11. Przykładowy przebieg rejestracji poziomu nieszczelności w czasie dla własnego detektora nieszczelności GLD10 (bezpośredni widok z ekranu modułu sterowania spektrometru mas)

W ostatnim etapie prac własnych, w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego własnego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 podłączono jego kluczowe elementy składowe w kompletne urządzenie, którego szczegółowy schemat blokowy pokazano na Rys.4.12.





Rys. 4.12. Schemat blokowy kompletnego własnego, helowego detektora nieszczelności na bazie zmodyfikowanego magnetycznego spektrometru mas.

Dla lepszego rozpoznania roli poszczególnych elementów składowych własnego, helowego detektora nieszczelności na bazie zmodyfikowanego magnetycznego spektrometru mas, pokazanego na Rys.4.12. niebieskim kolorem zaznaczono elementy i podłączenia gazowe, natomiast na czerwono zaznaczono elementy oprzyrządowania elektronicznego.

Poniżej opisano bardzo szczegółowo rolę wybranych elementów wyposażenia własnego, helowego detektora nieszczelności na bazie zmodyfikowanego magnetycznego spektrometru mas, wraz z ich podstawowymi ograniczeniami, ze szczególnym uwzględnieniem systemów pompowych.

## TURBOMOLEKULARNY SYSTEM POMPOWY

Jest on niezbędny do wytworzenia i podtrzymywania warunków bardzo wysokiej próżni dla pracy głównych elementów wyposażenia magnetycznego spektrometru mas.

Przykładowo dla źródła jonów wymagana jest próżnia na poziomie przynajmniej  $10^{-6}$  mbar ponieważ na poziomie próżni  $10^{-4}$  mbara, włókno źródła jonów podlegają zbyt szybkiemu zużyciu (ze względu na zbyt dużą koncentrację), a poza tym występują też wtedy duże zakłócenia jego pracy ze względu na zbyt dużą zawartość gazów reszkowych .

Jednak w celu zapewnienia optymalnych warunków pracy samej pompy turbomolekularnej niezbędne jest zapewnienie jej minimalnej próżni wstępnej na poziomie  $10^{-2}$  mbar, co z kolei niestety nie jest optymalne dla samego detektora nieszczelności ponieważ jego główną zaletą jest możliwość uruchomienia pomiarów bez konieczności uzyskania takiej próżni.

Z kolei, co istotne, optymalna szybkość pompowania pompy turbomolekularnej jest na poziomie w przedziale 50-100 l/s, ponieważ przy niższych wartościach pompa nie radzi sobie ze skutecznym odpompowaniem He, co powoduje słabe oczyszczanie detektora z reszkowego He; z kolei przy wartości szybkości większych od 100 l/s, gabaryty pompy są już na tyle duże, że ciężko ją zastosować w detektorze nieszczelności w wersji mobilnej.

Co ważne, wykorzystanie turbomolekularnego systemu pompowania pozwala na podłączenie wiele wejść pompowania (o różnych stopniach), co zapewnia, że detektor nieszczelności ma możliwość wykonywania pomiarów na różnych zakresach próżni wejściowej z różną dokładnością, przy czym im wyższa jest wartość próżni, tym dokładniejsze są pomiary.

Istotnym ograniczeniem systemu pompy turbomolekularnej jest brak jej obudowy zewnętrznej, ale dzięki zapleczu maszynowemu i technologicznemu firmy PREVAC jest możliwość wykonania obudowy o odpowiedniej geometrii, aby była możliwość dopracowania różnych portów wejściowych o różnej potrzebnej szybkości pompowania na różnych stopniach (10-20) pompy turbomolekularnej.

Uwzględniając wszystkie informacje powyżej, po rozeznaniu rynku okazało się, że dostępne są tylko 2 pompy, które spełniają powyższe założenia:

- pompa Leybold Turbovac 90/10/10 o szybkości pompowania 90/10/10 l/s, posiadająca 3 porty wejściowe, przy wymaganej próżni wstępnej na poziomie  $< 10$  mbar
- pompa Pfeiffer Splitflow 310 o podobnych parametrach użytkowych.

W związku z tym zakupiono obie pompy, aby niezależnie sprawdzić w praktyce, ich użyteczność w aspekcie ich potencjalnego wykorzystania dla własnego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 .

## SYSTEM POMPOWY PRÓŻNI WSTĘPNEJ

Jak wspomniano wcześniej jest on niezbędny nie tylko dla zapewnienia optymalnych warunków pracy pompy turbomolekularnej, tzn. zapewnienie jej minimalnej próżni wstępnej na poziomie  $10^{-2}$  mbar, przy szybkości pompowania przynajmniej w zakresie 2 - 3 m<sup>3</sup>/h. Poza tym jest niezbędny do wytwarzania próżni roboczej w detektorze nieszczelności w trybie pomiarowym przy ciśnieniu <10 mbar, oraz niezależnie do szybkiego wstępnego oczyszczanie komory detektora z tła helowego.

Co kluczowe, od wielu lat jako pompy próżni wstępnej stosuje się powszechnie pompy bezolejowe, aby zachować odpowiednią czystość układu, jednak nie jest to warunek konieczny w przypadku detektorów nieszczelności ponieważ pompy suche (bezolejowe) z założenia nie posiadają tak wysokiego poziomu szczelności wewnętrznej jak pompy uszczelniane olejem, przez co helowe detektory nieszczelności z pompami bezolejowymi mają nieco słabsze (jeden rząd) progi wykrywania nieszczelności.

Uwzględniając wszystkie informacje powyżej, po rozeznaniu rynku okazało się, że pompy próżni wstępnej, które spełniają założone warunki projektowe przemysłowego detektora nieszczelności jest sporo, ale wybrano modele: z firm, z którymi firma PREVAC ma zawiązaną wieloletnią współpracę handlową. Są to:

- pompa D2.5E firmy Leybold o szybkości pompowania 2,7 m<sup>3</sup>/h, zapewniająca możliwość uzyskania końcowej próżni bazowej poniżej  $10^{-2}$  mbar,
- pompa Duo3 firmy Pfeiffer o szybkości pompowania 2,5 m<sup>3</sup>/h, zapewniająca możliwość uzyskania końcowej próżni bazowej poniżej  $10^{-2}$  mbar,
- pompa GVD3 firmy Atlas Copco o szybkości pompowania 3,3 m<sup>3</sup>/h, zapewniająca możliwość uzyskania końcowej próżni bazowej poniżej  $10^{-2}$  mbar,

Po dokładnej weryfikacji okazało się, że z w/w pomp próżni wstępnej najłatwiej dostępna jest pompa Pfeiffer Duo 3 z napięciem zasilania 24 V, które i tak jest dostępne w zasilaczu samego detektora, a sama ta pompa jest o ok 2 kg lżejsza niż ze standardowym silnikiem pracującym przy sieciowym napięciu 230V, co daje ewidentną przewagę w aspekcie jej potencjalnego wykorzystania w detektorze mobilnym. Poza tym biorąc dodatkowo pod uwagę ciężar w/w pomp rozważano zakup pompy D2.5E firmy Leybold, oraz pompy Pfeiffer DUO3 24V w aspekcie ich potencjalnego wykorzystania dla własnego przemysłowego detektora nieszczelności LGD10. Ostatecznie jednak, z uwagi na wieloletnią (25 lat) współpracę firmy PREVAC z firmą Leybold do podstawowej wersji własnego detektora nieszczelności GLD10 zamontowano ostatecznie pompę próżni wstępnej D2.5E firmy Leybold. Natomiast do wersji przenośnej detektora GLD 20, która jest w opracowaniu zarekomendowano zastosowanie pompy Duo3 firmy Pfeiffer, ze względu na mniejszy ciężar własny, przy bardzo zbliżonych parametrach użytkowych w procesie pompowania.

Oprócz opisanych wcześniej dwóch systemów pompowych, jak widać na schemacie blokowym własnego, przemysłowego detektora nieszczelności, istotnymi ale jednocześnie łatwo dostępnymi jego elementami (akcesoriami) składowymi są ponadto:

- magnetyczny spektrometr mas – rozwiązanie autorskie firmy PREVAC
- aluminiowy blok kolektora łączący współpracujące ze sobą elementy składowe,
- naciek wzorcowy (wzorzec nieszczelności) firmy Inficon o wartości  $10^{-8}$  mbar $\cdot$ l/s ,
- głowica próżniowa typu Piraniego TTR91N produkcji Leybold przystosowana do pomiaru próżni wejściowej spektrometru,
- akcesoria podłączeniowe: węże próżniowe, złączki, redukcje, uszczelki itp.

Na zakończeniu tego Rozdziału 4 poniżej na Rys.4.13 pokazano końcową wersję własnego, przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 na bazie magnetycznego spektrometru mas, z wykorzystaniem He jako gazu znakującego, wraz z systemem jego sterowania, opracowanego i wykonanego w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego.



Rys. 4.13. Fotografia własnego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10, wraz z układem jego sterowania i z wyświetlaczem

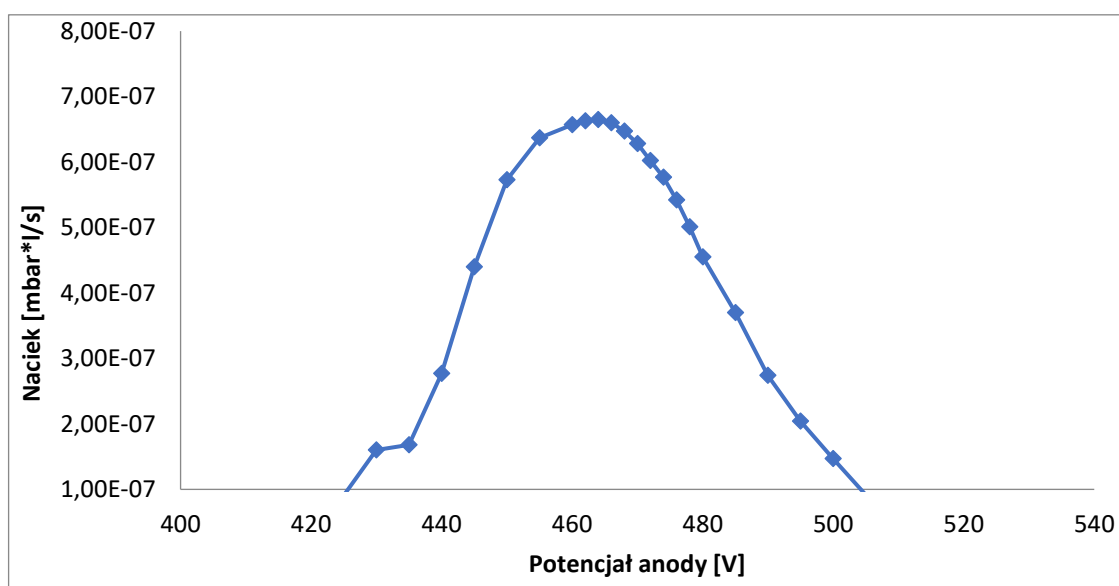
## Rozdział 5

### WERYFIKACJA WARUNKÓW PRACY PRZEMYSŁOWEGO DETEKTORA NIESZCZELNOŚCI W CELU OPTYMALIZACJI JEGO PARAMETRÓW UŻYTKOWYCH

W nawiązaniu do informacji opisanych w poprzednim rozdziale niniejszej rozprawy, w tym rozdziale opisano szczegółowo metodykę weryfikacji warunków pracy roboczej wersji własnego przemysłowego detektora nieszczelności na podstawie przygotowanej wcześniej dokumentacji, oraz uzyskane wyniki, a następnie na ich podstawie zoptymalizowano jego parametry użytkowe, w aspekcie jego przyszłego wykorzystywania w przemyśle.

We wstępnej części tych prac przeprowadzono badania testowe samego źródła jonów, a następnie na ich podstawie określono optymalne warunki jego pracy.

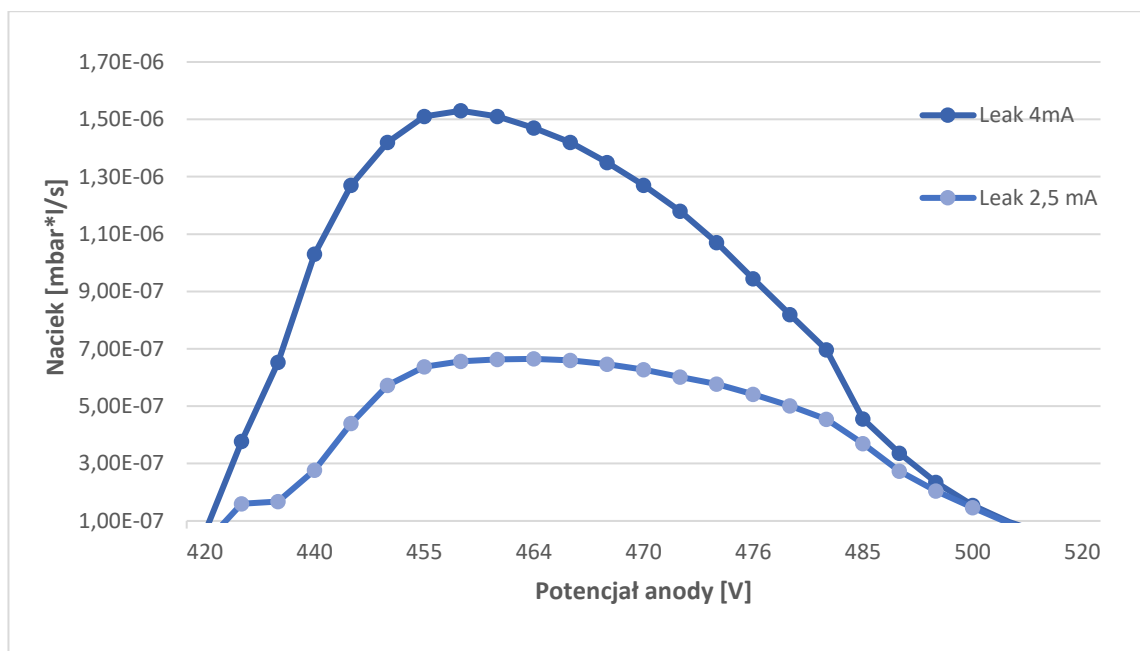
Na Rys.5.1. pokazano zależność zmierzonej nieszczelności wzorcowej dla He od potencjału anody źródła jonów dla tzw. nacieku wzorcowego, przy zastosowaniu stałego napięcia na tłumiku jonów na poziomie 330 V, oraz przy zastosowaniu indukcji zewnętrznego pola magnetycznego w komorze separatora (spektrometru) mas poziomie 220  $\mu$ T.



Rys. 5.1. Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od potencjału anody źródła jonów (wartość odniesienia  $7 \cdot 10^{-7}$  mbar\*/l/s).

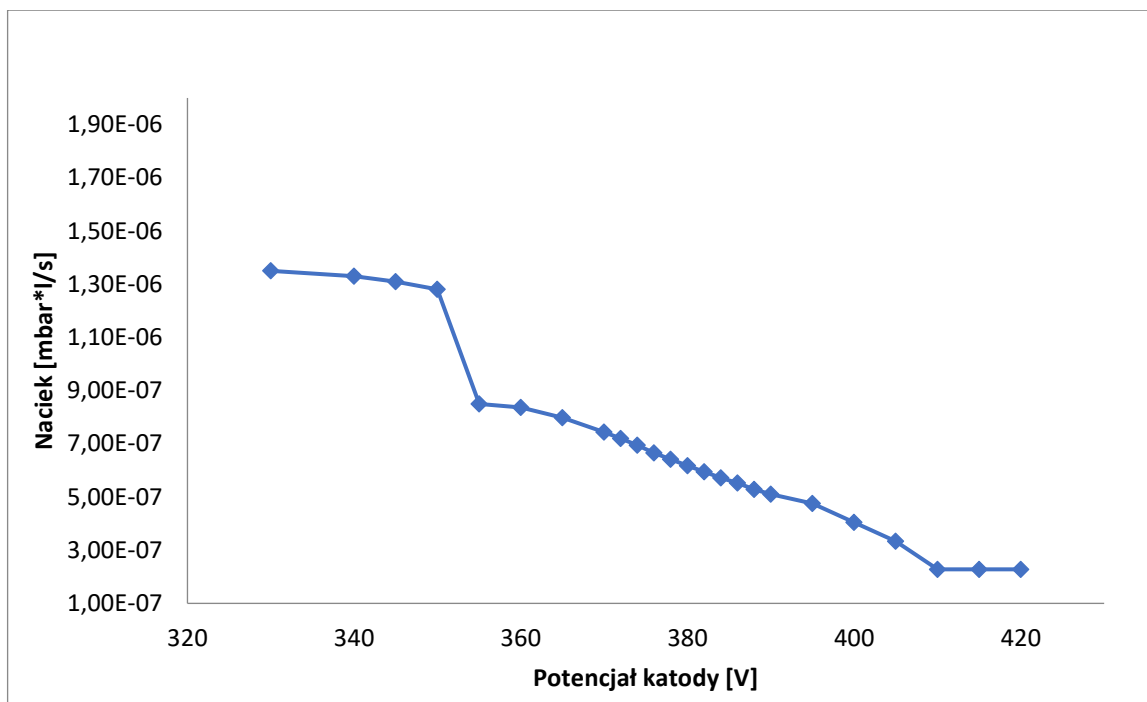
W nawiązaniu do informacji pokazanej określono optymalną wartość potencjału anody na poziomie 460 V, przy natężeniu oraz napięciu katody na poziomie odpowiednio 5 A i 380 V.

Z kolei na Rys.5.2 pokazano zależność poziomu nieszczelności (nacieku) He od potencjału anody dla dwóch różnych wartości natężenia prądu emisji źródła jonów. Z przeprowadzonych badań wynika, że ze wzrostem natężenia wartości nacieku są większe, a poza tym maksimum przesuwa się w kierunku niższej wartości go potencjału anody.



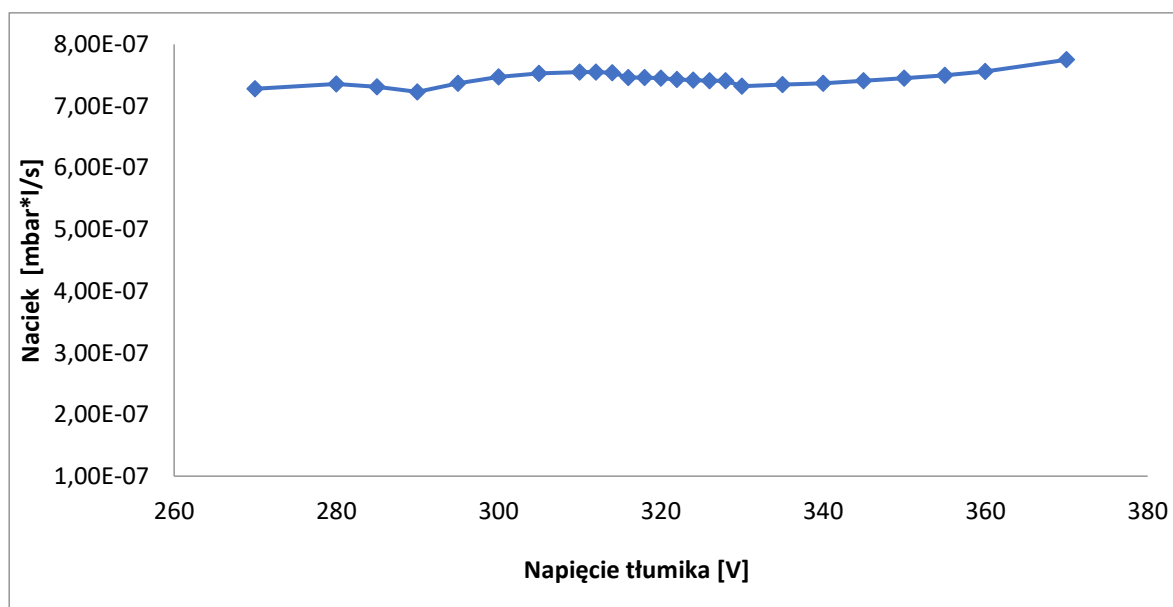
Rys. 5.2 . Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od potencjału anody dla dwóch różnych wartości prądu emisji źródła jonów.

W ramach przeprowadzonych badań testowych źródła jonów dokonano także pomiarów zależności poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od wartości potencjału katody źródła jonów, a ich wyniki przedstawiono na Rys.5.3.



Rys. 5.3. Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od wartości potencjału katody źródła jonów

Ponadto w ramach przeprowadzonych prac testowych źródła jonów określono też zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He przy zmianie wartości napięcia tłumika jonów, w celu określenia optymalnych warunków pracy detektora jonów w zmodyfikowanych spektrometrze mas, a uzyskane wyniki pokazano na Rys.5.4.



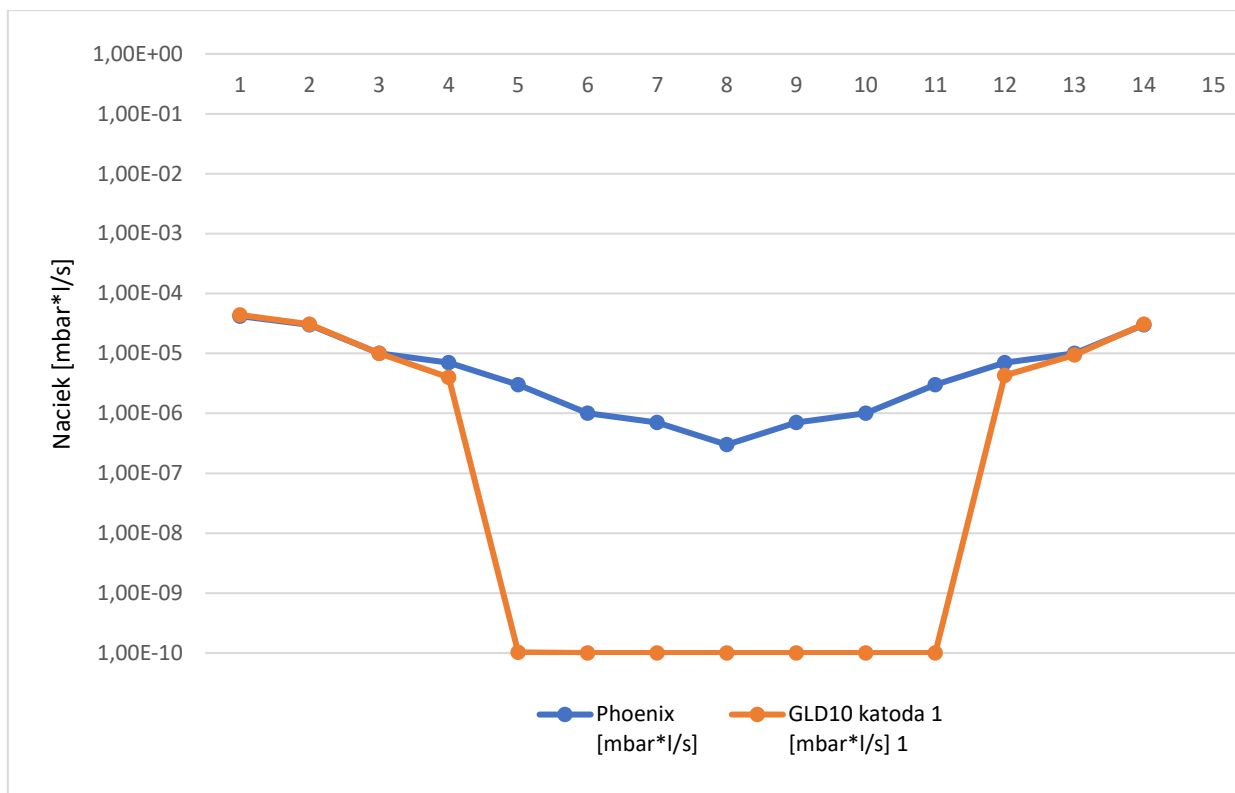
Rys. 5.4. Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej dla He przy zmianie wartości napięcia tłumika, dla wartości odniesienia na poziomie  $7 \cdot 10^{-7}$  mbar·l/s).

Co kluczowe, w głównej części prac własnych przeprowadzono badania testowe całego opracowanego własnego urządzenia, w jego pierwszej wersji oznaczonego wcześniej symbolem GLD10, ze szczególnym uwzględnieniem weryfikacji poprawności działania samego układu.

W tym celu podłączono go do nieszczelności wzorcowej He o wartości  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar\*l/s oraz jednocześnie i równolegle do w/w nieszczelności wzorcowej podłączono dostępny na rynku referencyjny detektor nieszczelności firmy Leybold (model PHOENIX Quadro), jak to ilustruje schemat pokazany na Rys. 5.5.

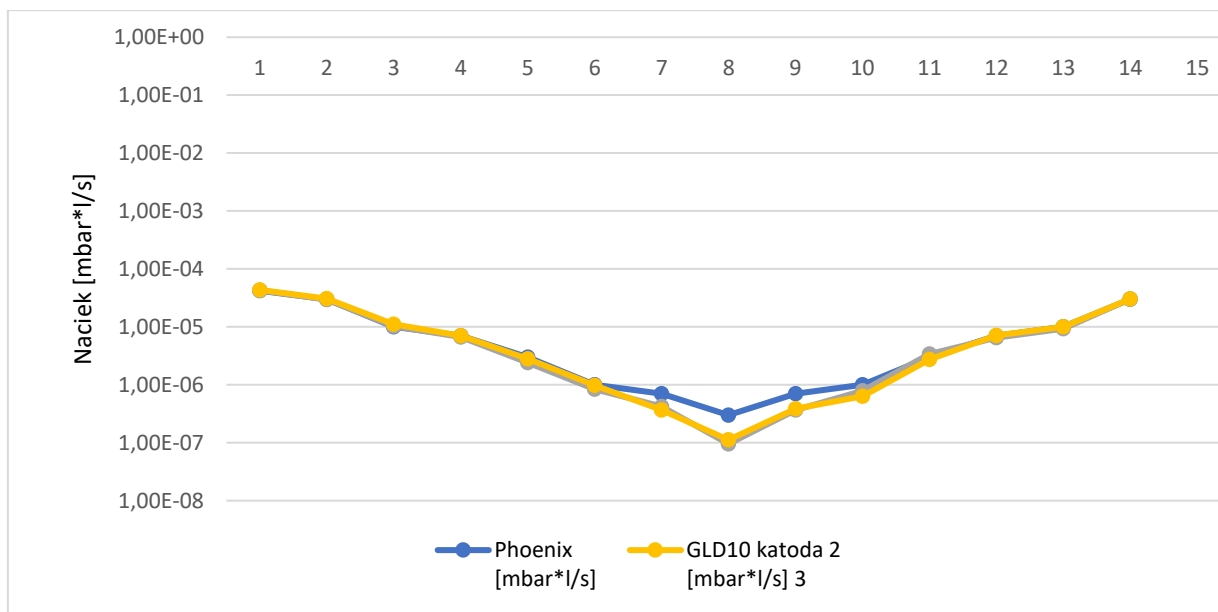
Na podstawie przeprowadzonych porównawczych badań testowych własnego urządzenia GLD10, które zostało wstępnie skalibrowane dla poziomu nieszczelności  $10^{-4}$  mbar\*l/s w stosunku do referencyjnego detektora nieszczelności firmy Leybold (model PHOENIX Quadro), okazało się że nasze urządzenie GLD10 nie pracuje poprawnie poniżej w/w wartości poziomu nieszczelności ponieważ odcina wtedy sygnał traktując zmierzone wartości jako szum pomiarowy. Dodatkowe, kolejne testy (weryfikacja) potwierdziły jedynie, że własne urządzenie GLD10 pracuje prawidłowo najwyżej do progu detekcji nieszczelności na poziomie  $10^{-5}$  mbar\*l/s co zostało przedstawione na Rys. 5.6.





Rys. 5.5. Zestawienie porównawcze pomiarów poziomu zmian nieszczelności wzorcowej Helu dla własnego urządzenia GLD10 po jego opisanej wyżej modyfikacji, w odniesieniu do urządzenia referencyjnego Quadro Leybold.

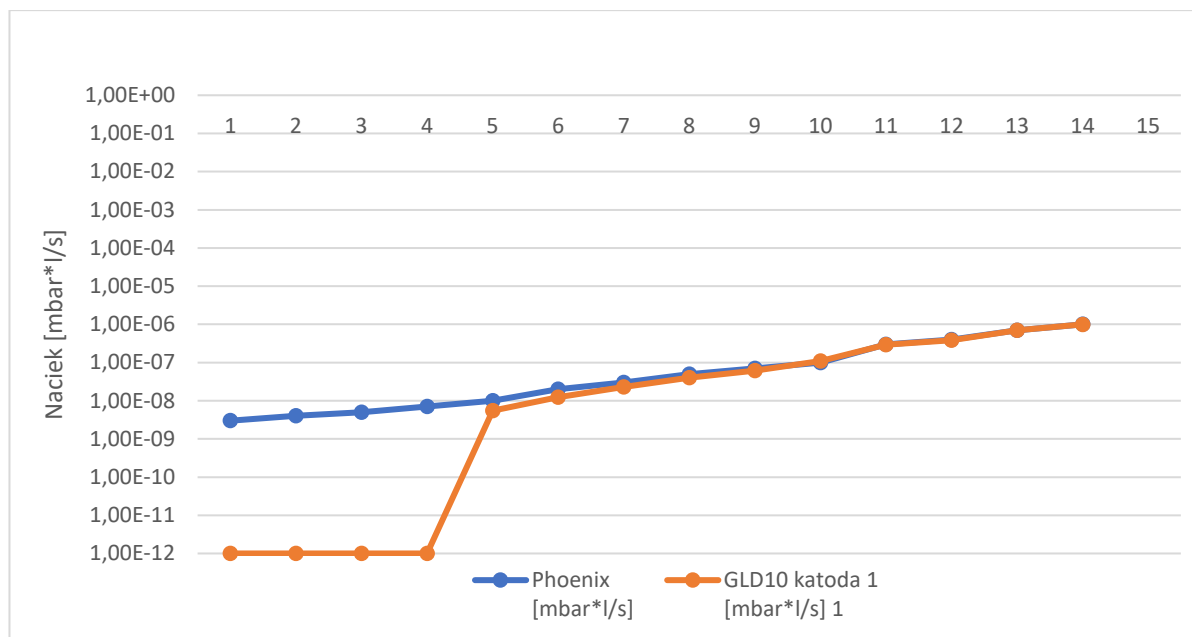
Po kolejnej modyfikacji przeprowadzono kolejne pomiary testowe opracowanego urządzenia własnego GLD10, w układzie pomiarowym przedstawionym na Rys. 5.5, z tym, że w kolejnych 15 pomiarach, za każdym razem zmieniano wartość nacieku wzorcowego za pomocą zaworu odcinająco-regulującego, tak aby potwierdzić, czy oba urządzenia dają porównywalne pomiary. Procedura pomiaru była identyczna jak poprzednio: wykonano 15 kolejnych pomiarów nieszczelności wzorcowej za każdym razem zmieniając wartości aby uzyskać porównanie urządzeń w szerszej skali pomiarowej. Wyniki tych testów zestawiono na Rys.5.7.



Rys. 5.6. Zestawienie porównawcze pomiarów poziomu zmian nieszczelności wzorcowej Helu dla własnego urządzenia GLD10 po jego opisanej wyżej modyfikacji, w odniesieniu do urządzenia referencyjnego Quadro Leybold.

Po kolejnych pomiarach, które potwierdziły zasadność zastosowanych elementów przygotowano testy w tym samym układzie, wyniki pomiarów przedstawiono, jak widać oba urządzenia pokazują bardzo zbliżone wartości pomiarowe jedynie w małym zakresie tzn. do  $10e-7$  mbar\*l/s, co potwierdza prawidłową pracę urządzenia GLD10, jednak jego wartości nie są wystarczające do pomiarów w przemyśle, gdzie zazwyczaj wykorzystuje zakres pomiarowy  $10e-5...10e-6$  mbar\*l/s oraz dodatkowo zalecany jest min 1 rząd od poziomu tła co efektywnie daje zakres pomiarowy do  $10^{-7}$  mbar\*l/s, a zalecany jest jeszcze zapas bezpieczeństwa minimum 1 rzędu czyli  $10e-8$  mbar\*l/s.

Korzystając ze zmodyfikowanego układu pomiarowego własnego detektora nieszczelności GLD10 przeprowadzono również dodatkowo kolejne, niezależne badania testowe (weryfikację) warunków jego pracy, przy wykorzystaniu magnetycznego spektrometru masowego pracującego w tzw. trybie dokładnego pomiaru (ULTRA), względem w/w detektora referencyjnego, a uzyskane wyniki pomiarów zestawiono na Rys.5.8.



Rys. 5.7. Zestawienie porównawcze pomiarów poziomu zmian nieszczelności wzorcowej Helu dla własnego urządzenia GLD10 po jego opisanej wyżej modyfikacji, w odniesieniu do urządzenia referencyjnego Quadro Leybold.

Podczas pomiarów okazało się, że urządzenie GLD10 pracuje prawidłowo ale jedynie w zakresie  $10^{-8}$  mbar\*l/s, co jest wystarczające dla większości przemysłowych układów pomiarowych jednak urządzenia dostępne na rynku pracują zazwyczaj w zakresie poniżej  $10^{-10}$  mbar\*l/s. Dlatego konieczne było dalsze dopracowanie układu pomiarowego: przedwzmacniacza oraz zasilacza/miernika, aby prawidłowo interpretować wartości pomiarowe.

W celu weryfikacji parametrów pomiarowych urządzenia GLD10 powtórzono testy wg schematu przedstawionego na Rys. 5.5. w zakresie mniejszych nieszczelności niż podczas poprzedniego pomiaru podłączając do układu pomiarowego wzorec nieszczelności o wartości  $10^{-9}$  mbar\*l/s w trybie pomiaru ULTRA co oznacza najlepszy zakres pomiarowy, który ma docelowo pozwolić na wykonywani pomiarów w zakresie  $10^{-10} \div 10^{-12}$  mbar\*l/s.

W następnym etapie prac testowych opracowanego własnego detektora nieszczelności GLD10 w stosunku do z referencyjnym urządzeniem Phoenix Quadro firmy Leybold skupiono się na analizie i porównaniu szybkości pomiarów dla obu urządzeń. Otrzymane wyniki zestawiono na Rys.5.9. Można zaobserwować szybszą reakcję urządzenia na gaz znakujący Hel. Jednocześnie zaobserwowano, że wartości szumu tła urządzenia są wyższe o około 1 rząd względem urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro produkcji Leybold co nie jest korzystne ponieważ powoduje to mniejszą rozdzielczość urządzenia oraz słabszy poziom najniższej wartości mierzonej. Na Rys. 5.9. przedstawiono zrzut pomiarów porównawczych

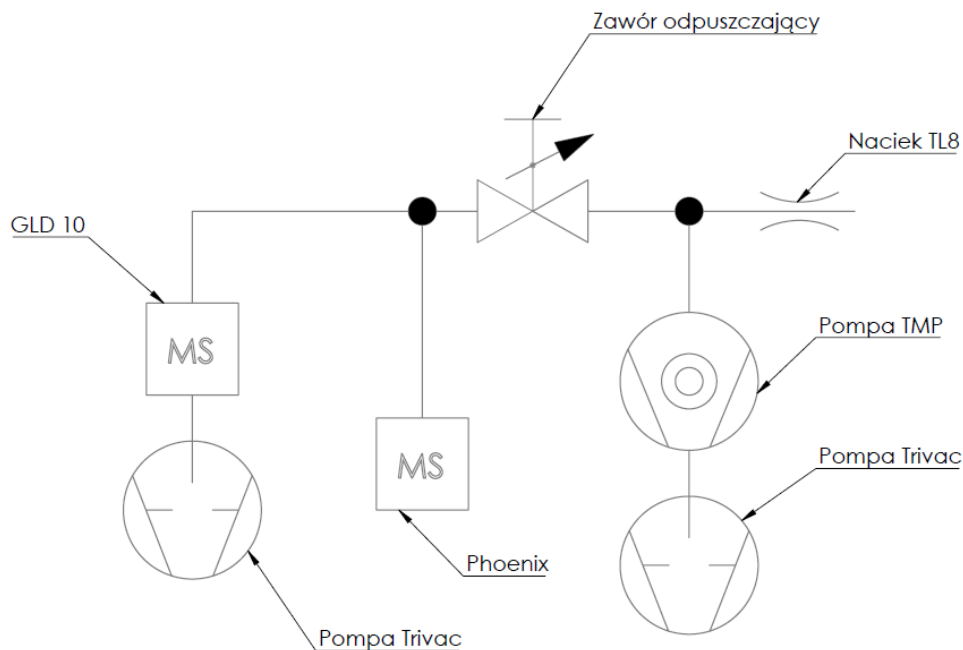
obu urządzeń z autorskiego programu PREVAC przygotowanego specjalnie dla potrzeb porównania charakterystyk czasowych detektorów nieszczelności niniejszego projektu.



Rys. 5.8. Zestawienie porównawcze poziomu nieszczelności wzorcowej He dla urządzenia GLD10 (niebieska linia) względem urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold (czerwona linia)

Po kolejnej iteracji układu pomiarowego przygotowano stanowisko pomiarowe wg Rys. 5.10., które ma pozwolić na osiągnięcie wartości niższych niż podłączony wzorzec nacieku o wartości  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar\*/s, z możliwościami regulacji wartości sygnału zadanego.

W celu możliwości osiągnięcia jeszcze niższych wartości progu detekcji nieszczelności przeprowadzono kolejną iterację układu pomiarowego przez dalsze dopracowanie układu pomiarowego. Jego zasada działania jest oparta na podziale przepływu He z jednego źródła wzorcowej nieszczelności do dwóch niezależnych układów odbiorczych (detektorów nieszczelności), oraz przy wykorzystaniu dwóch niezależnych układów pompowych oraz specjalnego zaworu odcinającego, który zapewnia możliwość zmniejszenie lub zwiększenie przepływu gazu względem równoległego układu odbiorczego z pompą turbomolekularną. Znając wartość wzorca poziomu nieszczelności oraz po odpowiednim skalibrowaniu układu referencyjnego – komercyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold. Dzięki takiemu podłączeniu oraz skalibrowaniu układu referencyjnego mamy możliwość pomiaru minimalnej wartości nieszczelności na poziomie  $5 \cdot 10^{-11}$  mbar\*/s, korzystając z nieszczelności wzorcowej (referencyjnej) na poziomie  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar\*/s. Jego uproszczony schemat pokazano na Rys.5.10. Niezależnie od tego w ramach modyfikacji układu pomiarowego dopracowano również sam przedwzmacniacz, a także zasilacz/miernik, aby uzyskać wspomniane wcześniej lepsze progu nieszczelności.



Rys. 5.9. Schemat zmodyfikowanego układu pomiarowego zapewniającego możliwość detekcji nieszczelności przy niższych wartościach progu niż wartość podłączonego nacieku wzorcowego.

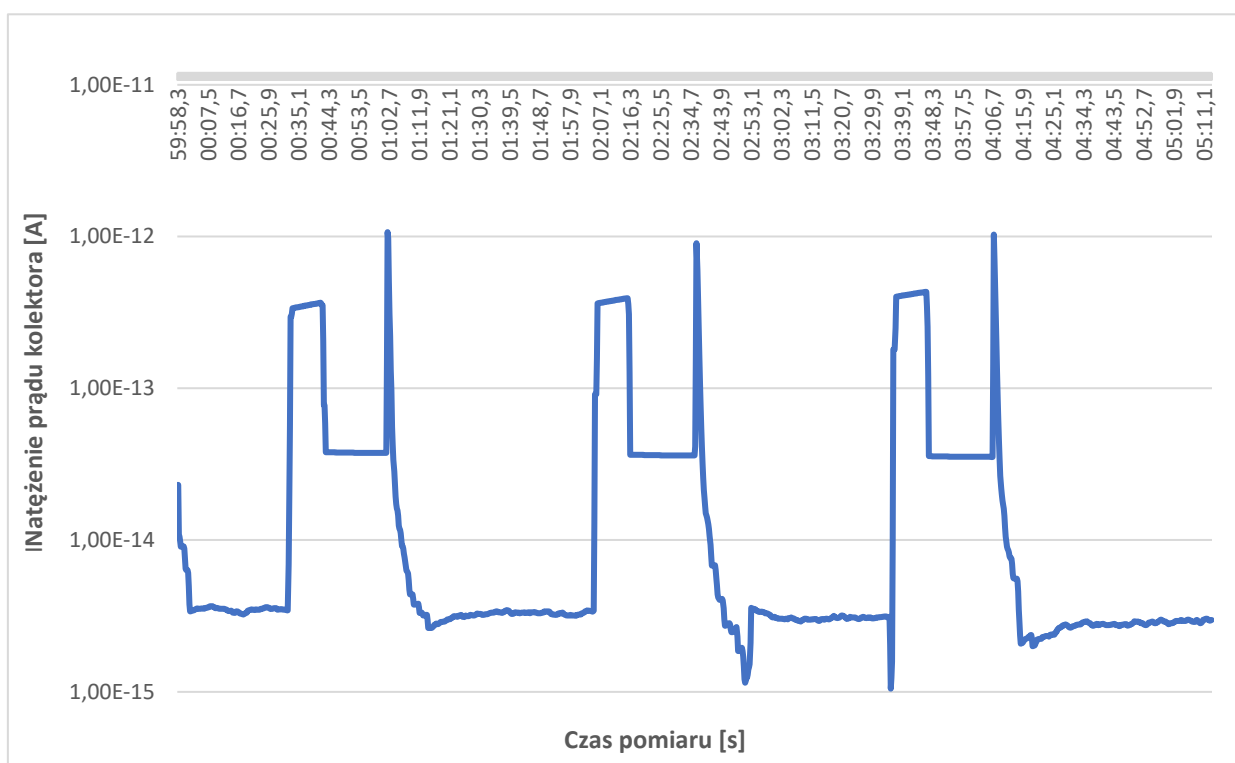
Po opisanej wyżej modyfikacji układu pomiarowego własnego detektora nieszczelności GLD10 powtórzono porównawcze pomiary nieszczelności względem w/w urządzenia referencyjnego firmy Leybold (model PHOENIX Quadro), a uzyskane wyniki zestawiono na Rys.5.10. jest to zrzut z autorskiego programu firmy PREVAC zrzut ma charakter poglądowy.



Rys. 5.10. Zestawienie porównawcze poziomu nieszczelności wzorcowej He dla urządzenia GLD10 (niebieska linia) względem urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold (czerwona linia)

W celu uzyskania niższych pomiarów niż  $10e^{-8}$  mbar $\cdot$ l/s na urządzeniu GLD10 na początek sprawdzono dodatkowo poprawność działania kolektora jonów oraz pracy przedwzmacniacza, przez sprawdzenie charakterystyki czasowej surowego sygnału detektora jako zależności wartości prądu jonowego ściągniętego z kolektora jonów (bez jego przetwarzania) względem wartości poziomu nieszczelności (nacieku).

Przygotowano procedurę testową polegającą na cyklicznym otwieraniu i zamykaniu zaworu odpuszczającego wg schematu przedstawionego na Rys 5.10 przy wartościach nacieku rzędu  $10e^{-10}$  mbar $\cdot$ l/s zmierzonych na urządzeniu referencyjnym Leybold Quadro, przy których to wartościach urządzenie GLD10 nie pokazywało już wartości mierzonych, a jedynie tło na poziomie  $10e^{-12}$  mbar $\cdot$ l/s, wyniki tych pomiarów pokazano na Rys.5.12.



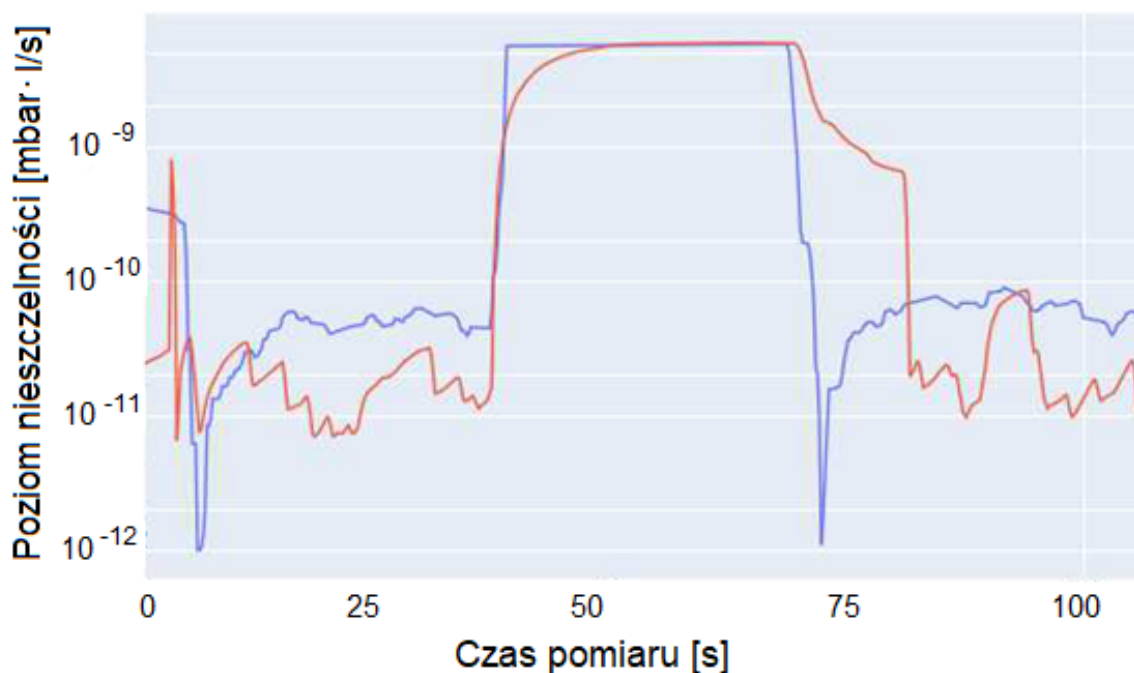
Rys. 5.11. Czasowe zmiany natężenia prądu jonowego kolektora jonów podczas procedury testowej.

Charakterystyka czasowa zależności prądu jonowego kolektora, w tym zwłaszcza wartość tła surowego sygnału na poziomie  $5 \cdot 10^{-15}$  A, oraz wartość  $5 \cdot 10^{-14}$  A dla wybranej wartości poziomu nieszczelności wzorcowej potwierdza, że kolektor jonów wraz z przedwzmacniaczem działają poprawnie, co oznacza, że konieczna jest ewentualne modyfikacja oprogramowania sterującego układu zasilacza oraz wskaźnika wartości nacieku.

Niezależnie od testów kolektora jonów, w celu weryfikacji powtarzalności pracy testowanego urządzenia LGD10 względem komercyjnego urządzenia PHOENIX Quadro firmy Leybold, wykonywano serię pomiarów, w których oba urządzenia mierzyły tą samą wartość nacieku wzorcowego na poziomie  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar·l/s, ale dopiero po zapewnieniu stabilnych warunków pomiarowych, co uzyskiwano po ok. 30 min ich pracy, przy czym każdy cykl pomiarowy zawierał następujące kolejne 2 etapy:

- przy zamkniętym zaworze do nacieku pomiar tła przez oba urządzenia w czasie ok 30 s,
- po otwarciu zaworu nacieku wzorcowego pomiar tego nacieku przez oba urządzenia w czasie ok 30s , a następnie jego zamknięcie, przy czym cykl był powtarzany 3-krotnie.

Przeprowadzone badania testowe wykazały m.in., co jest kluczowe, że opracowany własny detektor nieszczelności LGD10: jest: znacznie szybszy od referencyjnego detektora nieszczelności PHOENIX Quadro firmy Leybold ponieważ stała wartość nieszczelności na poziomie  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar·l/s była osiągnięta przez detektor Quadro z opóźnieniem  $\sim 10$  sekund, wykazuje dużo stabilniejszy poziom tła (zwłaszcza w dolnym zakresie), co potwierdza przebieg czasowy detekcji nieszczelności pokazany na poniższym Rys 5.12.



Rys. 5.12. Zestawienie porównawcze czasowych zależności poziomu nieszczelności własnego urządzenia LGD10 opracowanego w firmie PREVAC (linia niebieska), oraz komercyjnego urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia czerwona).

Widoczne na Rys.5.13 dwa piki w dół do wartości ok.  $10^{-12}$  mbar\*l/s świadczą o nieznacznym przesterowaniu sygnału przy zakończeniu kolejnego etapu pomiaru i są wynikiem bardzo szybkiego przełączania zakresów pomiarowych urządzenia, w ramach 9 dekad pomiarowych.

Ponadto, co kluczowe, w ramach głównych prac testowych opracowanego własnego detektora nieszczelności GLD10 przeprowadzono również badania jego progu detekcji, które wykazały, że jest on na poziomie ok.  $10^{-11}$  mbar\*l/s, oraz że minimalna wartość mierzonego poziomu nieszczelności w najlepszym trybie pomiarowym była na poziomie  $5 \cdot 10^{-10}$  mbar\*l/s.

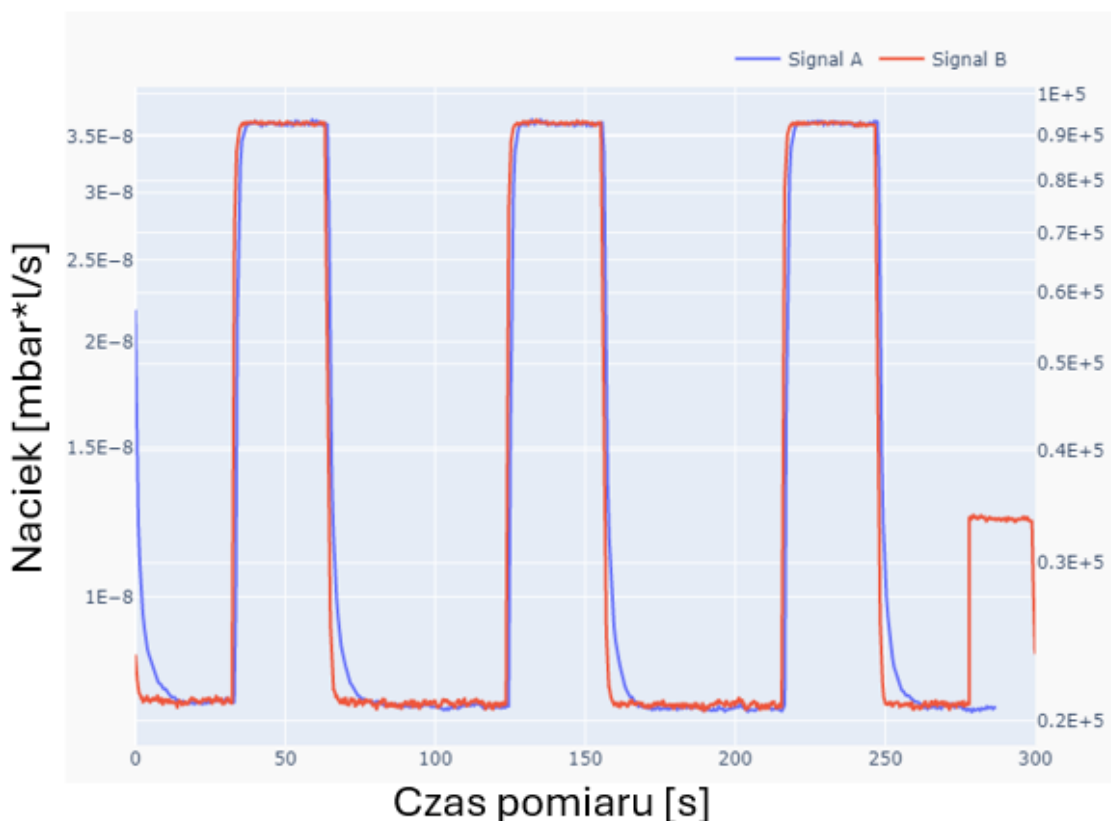
W nawiązaniu do informacji podanej na str. 61, że na podstawie badań testowych stwierdzono, że kolektor jonów wraz z przedwzmacniaczem działają poprawnie, co oznacza, że konieczna jest ewentualne modyfikacja oprogramowania sterującego układu zasilacza oraz wskaźnika wartości nieszczelności (nacieku).

Należy w tym miejscu wyraźnie stwierdzić, że samo oprogramowanie urządzenia zasilacza i wskaźnika wartości nieszczelności bazujące na oryginalnym urządzeniu produkcji PREVAC MG15, ale dotychczas w oryginalnym zastosowaniu urządzenia nie było wykorzystywane przełączanie zakresów pomiarowych a jedynie liniowe lub logarytmiczne przeliczenie wartości mierzonych z zastosowaniem układów filtracji sygnału aby minimalizować szumy z elementów pomiarowych.

Dlatego w układzie detektora nieszczelności zastosowano trzy porty wejściowe do pomiarów w różnym zakresie pomiarowym co wymusiło konieczność zastosowania w przedwzmacniaczu podzielnika sygnału z kolektora jonów oraz odpowiedniego przeliczenia wartości pomiarowych do wartości nacieku. W związku z tym, że wartości pomiarowe prądu jonowego były mierzone prawidłowo oraz duże wartości także były prawidłowo przedstawiane kolejne prace były związane z poprawą układu filtracji sygnału oraz interpretacji wskazań wg odpowiednich zakresów pomiarowych.

W celu dopasowania odpowiednich sygnałów przełączających oraz wybranych algorytmów przeliczeniowych prądu jonowego na wartość nieszczelności, w ramach realizacji kolejnego etapu testów przeprowadzono systematyczne pomiary czasowe zbieżność sygnału wzorcowej nieszczelności He z urządzenia referencyjnego Phoenix Quadro (firmy Leybold) oraz własnego urządzenia przemysłowego detektora nieszczelności GLD10. Wyniki tych pomiarów pokazano na Rys.5.13.





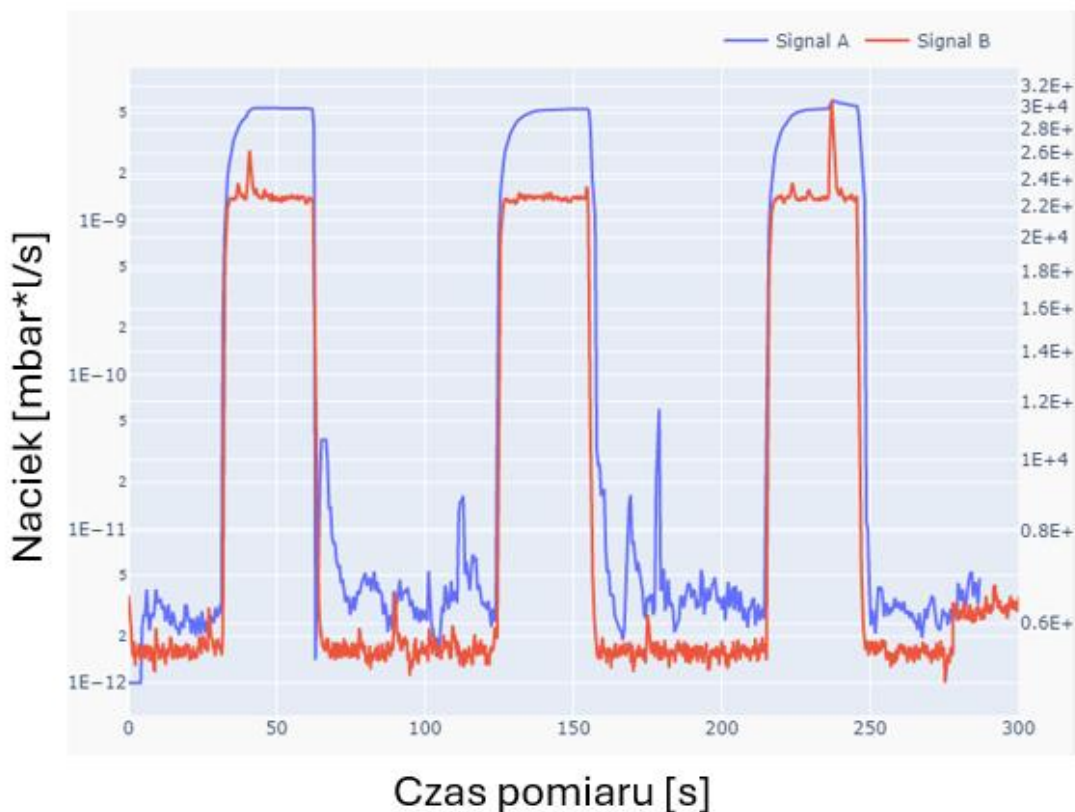
Rys. 5.13. Zestawienie porównawcze sygnałów wzorcowej nieszczelności He na poziomie  $3,5 \cdot 10^{-8}$  mbar\*l/s dla referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A), oraz dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B)

Z przebiegów pokazanych na Rys.5.14. widać, że sygnały wzorcowej nieszczelności He obu urządzeń na poziomie  $3,5 \cdot 10^{-8}$  mbar\*l/s są zbieżne, a poza tym widać, że dla własnego opracowanego urządzenia GLD 10 odpowiedź na zmianę wartości sygnału pomiarowego jest wyraźnie szybsza niż dla urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold.

Należy w tym miejscu wyraźnie podkreślić, że w przemysłowych detektorach nieszczelności jest to bardzo ważny parametr użytkowy ponieważ przemysłowe detektory nieszczelności powinny mieć jak najkrótsze czasy kolejnych cykli pomiarowych na poziomie pojedynczych sekund.

Co istotne, przeprowadzone badania własne dodatkowo potwierdziły, że nasze własne urządzenie GLD10 na poziomie nieszczelności  $10^{-8}$  mbar\*l/s pracuje bardzo stabilnie, co jest potwierdzeniem możliwości zastosowania tego urządzenia w aplikacjach przemysłowych.

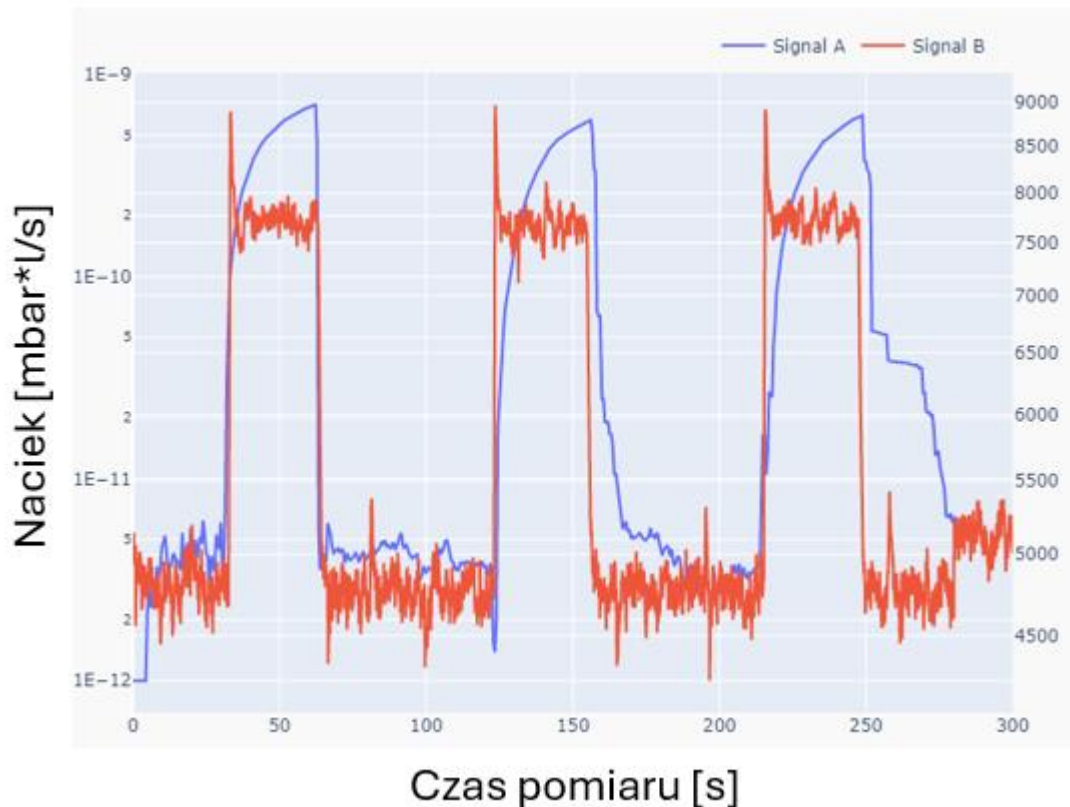
W następnym etapie badań testowych (weryfikacji warunków pracy) przeprowadzono czasowe pomiary sygnałów wzorcowej nieszczelności He obu urządzeń dla jej nieco niższej wartości na poziomie  $10^{-9}$  mbar\*l/s, a uzyskane wyniki pokazano na Rys.5.14.



Rys. 5.14. Zestawienie porównawcze sygnałów wzorcowej nieszczelności He na poziomie  $10^{-8}$  mbar\*l/s dla referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A), oraz dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B)

Z zależności pokazanych na Rys.5.14. widać, że dla własnego detektora GLD10 przebiegi są bardziej stabilne (o mniejszym poziomie tła, przy stosunku sygnał/szum ok. 1000) niż dla w/w urządzenia referencyjnego.

W kolejnym etapie badań testowych (weryfikacji warunków pracy) przeprowadzono pomiary sygnałów wzorcowej nieszczelności He obu urządzeń dla o dwa rzędy niższej jej wartości na poziomie  $10^{-10}$  mbar\*l/s, a uzyskane wyniki pokazano na Rys.5.15.



Rys.5.15. Zestawienie porównawcze sygnałów wzorcowej nieszczelności He na poziomie  $10^{-10}$  mbar·l/s dla referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A), oraz dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B)

Z zależności pokazanych na Rys.5.15. widać, że dla własnego detektora GLD10 przebiegi są też bardziej stabilne niż dla w/w urządzenia referencyjnego, a ponadto sygnał jest łatwy do odczytu oraz interpretacji przez przemysłowe układy pomiarowe PC oraz PLC.

Na podstawie przeprowadzonych opisanych wyżej jednoznacznie wynika, że własny, opracowany w ramach niniejszego doktoratu wdrożeniowego przemysłowy detektor nieszczelności GLD10 mając możliwości pomiarowe na poziomie progu detekcji  $10^{-10}$  mbar·l/s może mieć zastosowanie w instalacjach przemysłowych, skoro wymagają one standardowo detekcji nieszczelności na poziomie w zakresie  $10^{-4} \div 10^{-8}$  mbar·l/s, a poziom szumów (tła) dla naszego urządzenia jest dwa rzędy niższy.

W kolejnym etapie badań testowych (weryfikacji warunków pracy) opracowanego własnego detektora nieszczelności GLD10 sprawdzono poprawność jego długookresowej pracy ciągłej, tzn. przez 24 godziny na dobę i 7 dni w tygodniu.

W ramach prac własnych, przygotowano proste stanowisko ze sterowaniem PLC Siemens S7 składające się z następujących elementów składowych::

- samego detektora (urządzenia) GLD10,
- pompy próżni wstępnej TRIVAC D4B
- pompy wspomagającej SCROLVAC SC15
- komory próżniowej wraz z testową nieszczelnością,
- zestawu zaworów i połączeń próżniowych,
- stelaża wraz blatem i połączeniami,
- układ sterowanie PLC z wyświetlaczem HMI

Sam cykl pomiarowy tego stanowiska, jak to opisano już wcześniej, składał się z 4 kolejno następujących po sobie etapów:

- odpompowanie układu,
- pomiar nieszczelności nacieku, w tym pomiar tła,
- zapowietrzenie układu.

Co ważne, okresowo była też wykonywana kalibracja urządzenia w celu sprawdzenia stabilności warunków jego pracy oraz jego wskazań (odczytów).

Co również ważne, w ramach przeprowadzonych prac testowych wybranych elementów składowych własnego detektora nieszczelności GLD10 na wstępie skupiono się przede wszystkim na określeniu (sprawdzeniu):

- optymalnych warunków pracy źródła jonów zmodyfikowanego spektrometru mas,
- optymalnych warunków pracy detektora jonów zmodyfikowanego spektrometru mas, a następnie na:
  - dopasowaniu zakresów pomiarowych w określonych trybach wejść,
  - sprawdzeniu (dobraniu) zakresów ciśnień wejściowych na porcie pomiarowym detektora,

Co istotne, w/w prace testowe potwierdziły stabilną, długookresową pracę ciągłą opracowanego własnego detektora nieszczelności GLD10 przez 24 godziny na dobę i 7 dni w tygodniu, na poziomie  $10^{-10}$  mbar\*l/s, przy czym w trakcie tych testów przeprowadzono ponadto modyfikacje układu sterowania urządzenia GUI ze wsparciem grafika zatrudnionego w firmie PREVAC.

Co ważne, w okresie prac testowych, podjęto też próbę nawiązania kontaktów z partnerami handlowymi firmy PREVAC, którzy mogli by być zainteresowani testami opracowanego

w ramach niniejszego projektu wdrożeniowego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10, w ich warunkach przemysłowych.

Po potwierdzeniu stabilności warunków pracy własnego detektora nieszczelności GLD10 w zakresie wystarczającym do zastosowań przemysłowych na poziomie nieszczelności  $10^{-10}$  mbar $\cdot$ l/s, w kolejnym etapie prac własnych skupiono się z jednej strony na ewentualnym wykorzystywaniu w nim cząsteczkowego wodoru lub mieszaniny wodoru i azotu jako tzw. gazu znakującego, a z drugiej - na automatyzacji pomiarów nieszczelności do pracy na rzeczywistej linii przemysłowej PLC.

Potencjalne wykorzystanie, zwłaszcza cząsteczkowego wodoru jako tzw. gazu znakującego w opracowanym w ramach niniejszego projektu doktoratu wdrożeniowego przemysłowym detektorze nieszczelności GLD10, w aspekcie rozwojowym dla firmy PREVAC - jego przyszłej produkcji w skali masowej, ma bezpośredni związek ze znaczącym wzrostem zainteresowania technologiami wodorowymi na rynku światowym związane z planowanym, globalnym odchodzeniem od paliw kopanych na świecie, oraz m.in. przestawienia produkcji samochodów spalinowych na pojazdy zasilane wodorowymi ogniwami paliwowymi.

Dodatkowym czynnikiem, który może mieć wpływ na atrakcyjność detekcji nieszczelności z wykorzystaniem wodoru H<sub>2</sub> jest znaczący wzrost cen helu oraz powolne wyczerpywanie się źródeł He na Ziemi. Wodór ze względu na swoje właściwości wybuchowe nie jest gazem bezpiecznym, przez co powszechnie stosowanym. Jednak już mieszanina wodoru i azotu (w stosunku 5:95 %) może stać się alternatywą dla powszechnie stosowanego He w przyszłych generacjach detektorów nieszczelności.

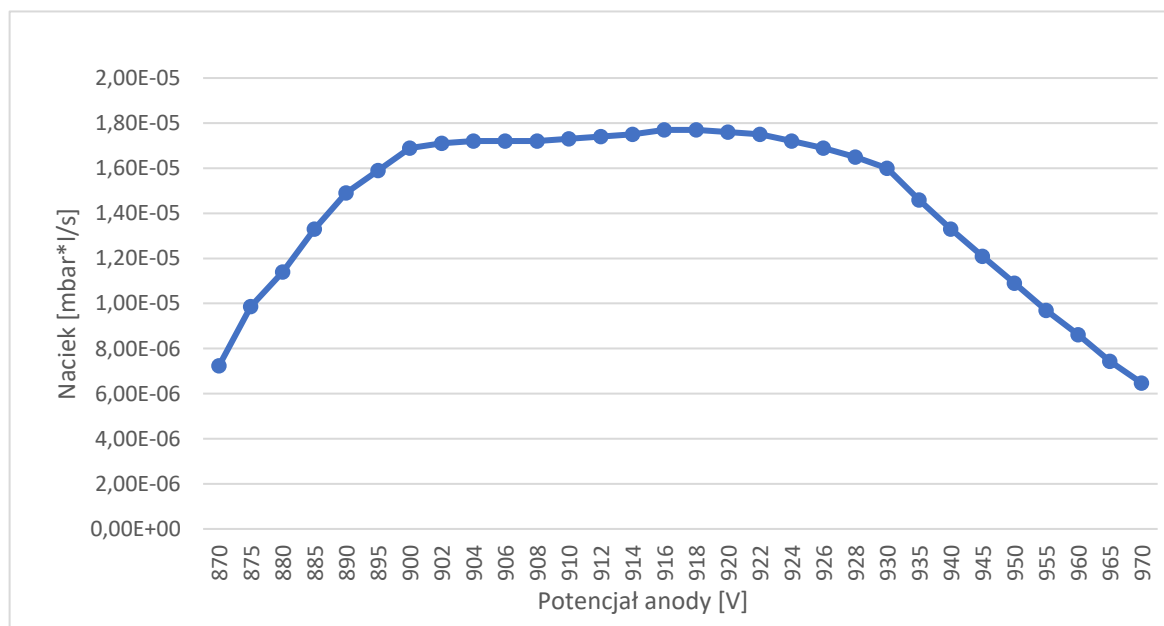
Co kluczowe, potencjalne wykorzystanie cząsteczkowego wodoru jako tzw. gazu znakującego w detektorach nieszczelności wiąże się jednak z koniecznością istotnej modyfikacji toru pomiarowego spektrometru mas. Podstawowe parametry pracy spektrometru masowego z wykorzystaniem H<sub>2</sub> jako gazu znakującego zestawiono w Tabeli 5.1.

Na kolejnych wykresach przedstawiono wybrane zależności pomiarowe dla źródła jonów, kluczowe pod kątem kalibracji spektrometru masowego w aspekcie możliwości wykorzystania cząsteczkowego wodoru H<sub>2</sub> jako gazu znakującego w opracowanym, własnym detektorze nieszczelności GLD10,

Tabela 5.1  
Parametry pracy spektrometru masowego z wykorzystaniem H<sub>2</sub> jako gazu znakującego

Parametr	Zakres dopuszczalny	Wartość optymalna
Poziom próżni wstępnej [mbar]	10 ... 0,01	$4,5 \cdot 10^{-2}$
Próżnia w spektrometrze [mbar]	$10^{-4} \dots 10^{-6}$	$5,5 \cdot 10^{-4}$
Prąd katody źródła jonów [A]	2 ... 5	2,5 - 4,0
Prąd emisji źródła jonów [mA]	1 ... 10	4,0
Potencjał anody [V]	900 ... 1000	920
Potencjał bazowy [V]	800 ... 900	820

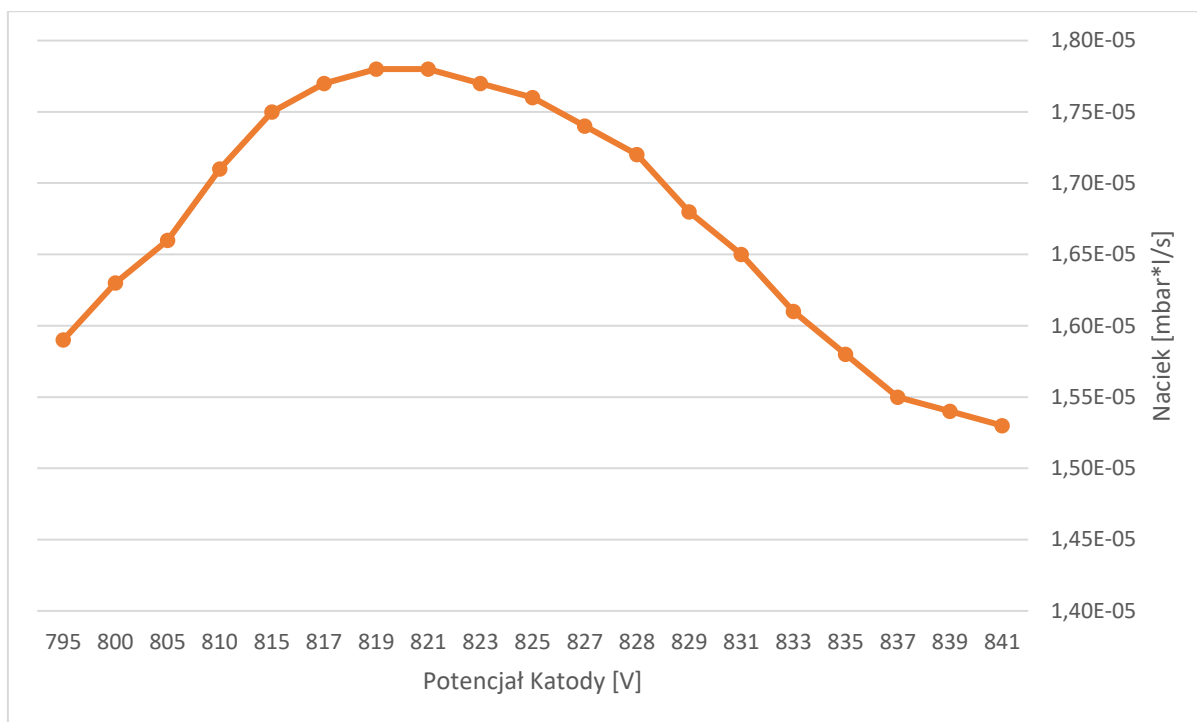
Na Rys.5.17. pokazano zależność zmierzonego nieszczelności (nacieku) wzorcowej nieszczelności wodorowej od wartości potencjału anody źródła jonów, który jest proporcjonalny do natężenia prądu na kolektorze jonów spektrometru mas.



Rys.5.16. Zależność wartości nacieku od potencjału anody źródła jonów dla wodoru.

W trakcie kalibracji warunków pracy źródła jonów dla wodoru, z zależności pokazanej na Rys.5.17., wynika, że optymalny zakresem potencjału anody jest przedział 900 ÷ 920 V.

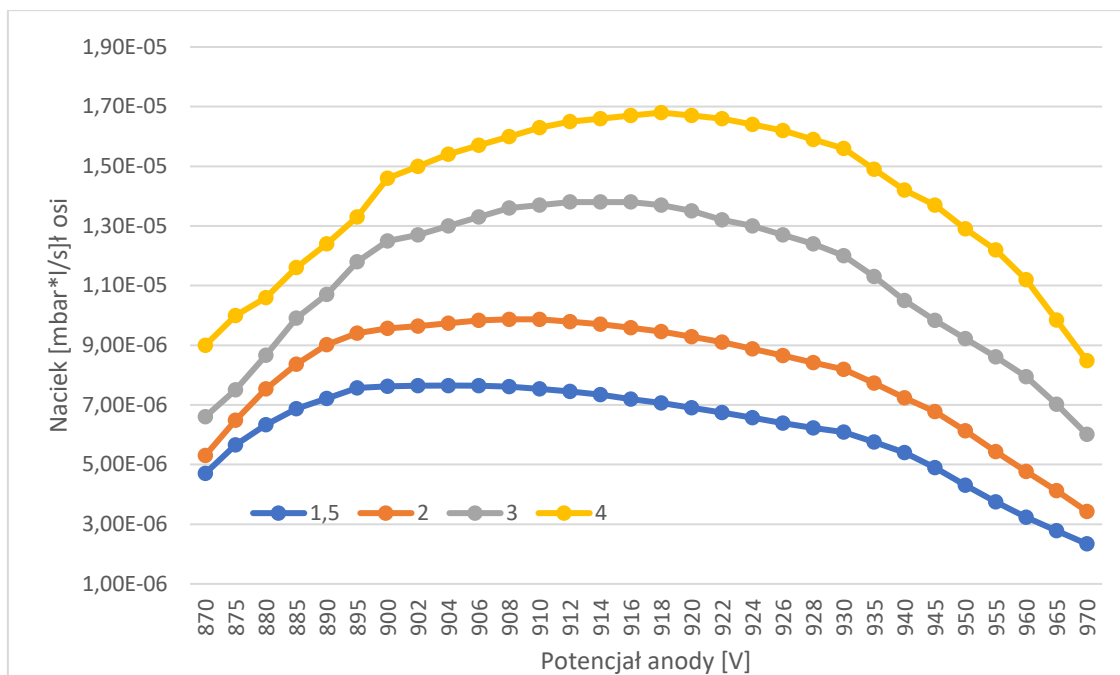
W kolejnym etapie testów warunków pracy źródła jonów dla wodoru określono zależność nacieku wzorcowej nieszczelności wodorowej, który jest proporcjonalny do prądu jonowego na kolektorze jonów, od wartości potencjału katody, przy ustalonych pozostałych parametrach testowania, którą pokazano na Rys. 5.18.



Rys.5.17. Zależność wartości nacieku od potencjału katody źródła jonów dla wodoru.

Z zależności pokazanej wyżej wynika, że optymalna wartość potencjału katody to 820 V.

W następnym etapie testów warunków pracy źródła jonów dla pracy z wykorzystaniem cząsteczkowego wodoru  $H_2$  jako tzw. gazu znakującego określono zależność zmierzonego nacieku wzorcowej nieszczelności wodorowej, który jest proporcjonalny do prądu jonowego na kolektorze jonów, od wartości potencjału anody, dla wybranych wartości natężenia prądu emisji źródła jonów w zakresie  $1 \div 4$  mA, przy ustalonych pozostałych parametrach testowania, którą pokazano na Rys.5.19.



Rys. 5.18. Zależność wartości nacieku od potencjału anody źródła jonów dla wodoru, dla 4 wybranych wartości natężenia prądu emisji źródła jonów wartości podane w mA.

Na podstawie analizy zależności pokazanych na Rys.5.19, widać że ze wzrostem natężenia prądu emisji rosną wartości nacieku wzorcowej szczelności wodorowej, przy czym jego wartości maksymalne zależą również od wartości potencjału anody źródła jonów. Uzyskane wartości zestawiono dla porównania w Tabeli 5.2.

Tabela 5.2  
Analiza porównawcza maksymalnych wartości nacieku od potencjału anody dla wybranych wartości natężenia prądu emisji źródła jonów

Naciek [mbar*/l]	Potencjał anody [V]	Natężenie prądu emisji [mA]
$7.57 \cdot 10^{-6}$	895	1.5
$9.83 \cdot 10^{-6}$	906	2.0
$1.38 \cdot 10^{-5}$	914	3.0
$1.68 \cdot 10^{-5}$	918	4,0

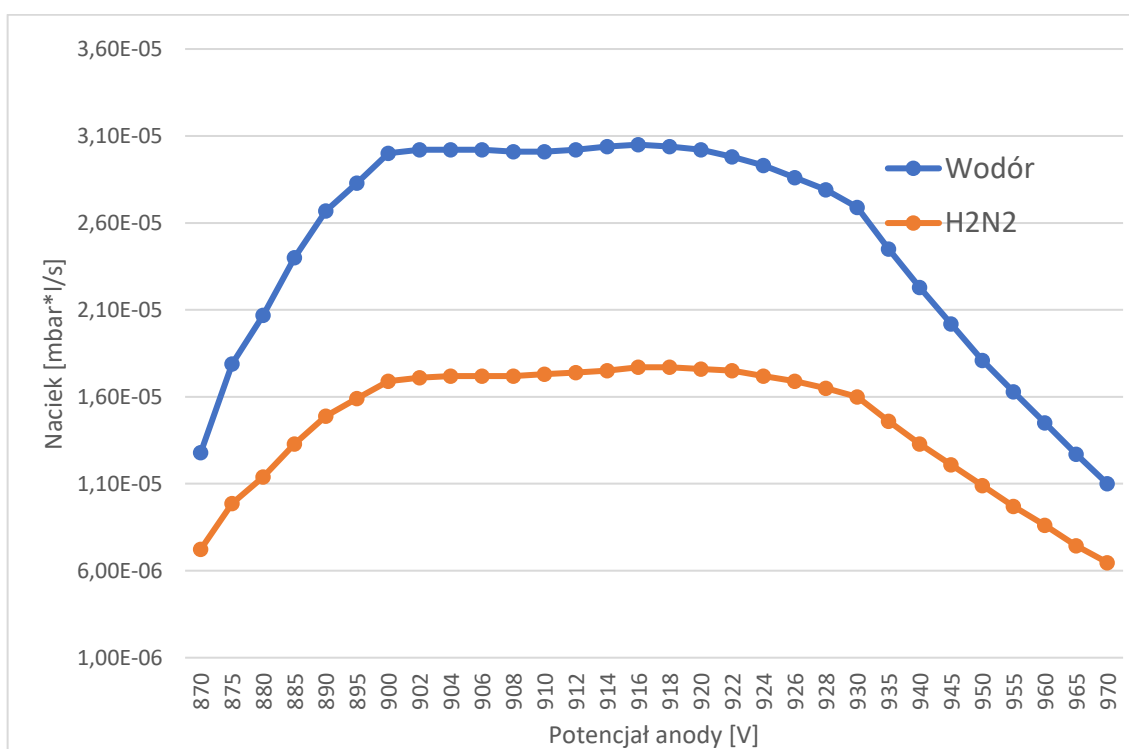
Jak wspomniano wcześniej, a najnowszych rozwiązaniach technicznych detektorów wzrastającym zainteresowaniem jako tzw. gaz znakujący cieszy się ostatnio też mieszanina wodoru i azotu.



Ostatnio mieszanina wodoru z azotem w stosunku 5:95 % jest już np. stosowana w przemyśle jako gaz tzw. gaz techniczny NH<sub>5</sub> do kontroli szczelności w układach klimatyzacji, oraz przy spawaniu stali austenitycznych. Zatem wydaje się, że może on też być wykorzystany dla kontroli nieszczelności w przemysłowym detektorze nieszczelności bazującym na spektrometrze masowym. Tym bardziej, że gaz techniczny NH<sub>5</sub> jest znacznie tańszy od powszechnie stosowanego w przemysłowych detektorach nieszczelności He.

Jedynym ale głównym problemem jest jedynie dostrojenie spektrometru masowego pracującego w detektorze nieszczelności do specyficznych właściwości mieszaniny gazowej wodoru i azotu.

Ale na początku własnych badań testowych tych znaczników gazowych określono zależność nieszczelności (nacieku) od potencjału anody źródła jonów dla wodoru oraz w/w mieszaniny wodoru i azotu na własnym przemysłowym detektorze nieszczelności GLD10. Uzyskane wyniki pomiarów zestawiono na Rys.5.20.



Rys. 5.19. Zestawienie porównawcze nieszczelności od potencjału anody źródła jonów dla wodoru oraz mieszaniny wodoru i azotu.

Dla wodoru, maksymalną, prawie stałą wartość nacieku na poziomie  $3,04 \cdot 10^{-5}$  mbar<sup>3</sup>/s obserwowano dla szerokiego zakresu zmian potencjału anody źródła jonów w przedziale 900 ÷ 920 V. Z kolei dla mieszaniny wodoru i azotu (5:95%) też maksymalną, prawie stałą wartość nacieku na poziomie  $1,75 \cdot 10^{-6}$  mbar<sup>3</sup>/s obserwowano dla trochę szerszego zakresu zmian potencjału anody źródła jonów w przedziale 900 ÷ 930 V.

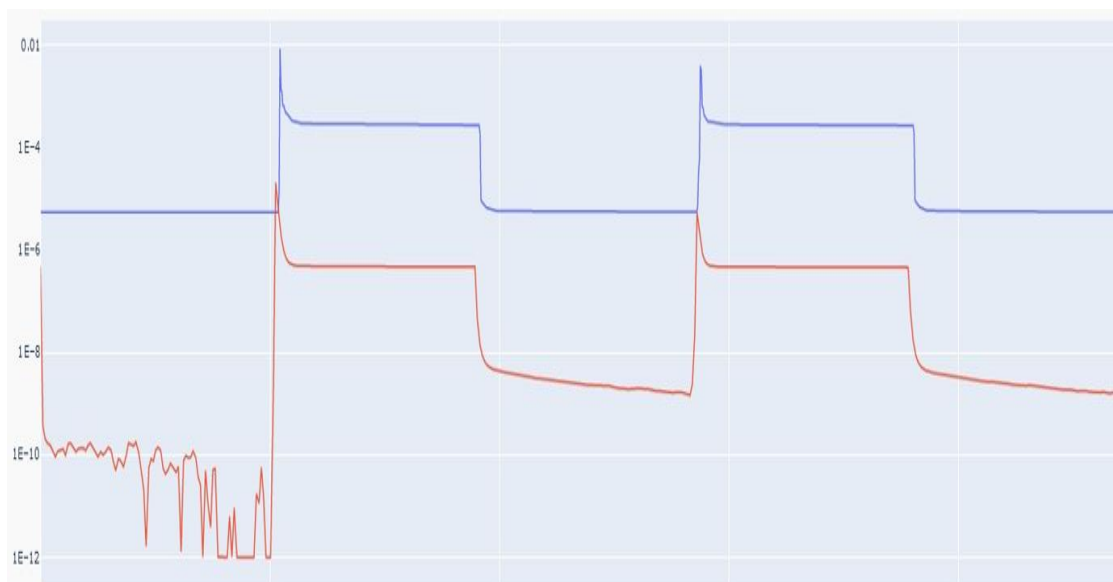
Co ważne, ze względu na w miarę stałą wartość maksimum nieszczelności w miarę szerokim zakresie zmian potencjału anody (na poziomie 30 V) źródła jonów, oraz znaczące spadki tej wartości poza tym zakresem co potwierdzają obie zależności pokazane na Rys.5.20, można bardzo łatwo zaimplementować w elektronikę zasilająco-kontrolną algorytmy kalibracyjne według wcześniej opisanej procedury.

W przypadku kalibracji układu dla obu stosowanych w/w gazów znakujących wystarczy bowiem określić tzw. okno pomiarowe potencjału, które jest większe niż zakładane plateau wykresu o ok 100%. Można wtedy mieć pewność, że na skrajach zakresów pomiarowych wartości będą na tyle mniejsze od wartości maksymalnej, pozwoli to na prawidłową kalibrację układu. Podczas kalibracji nie mamy jedynie pewności, w którym miejscu wykresu zaczniemy skan, ponieważ nie wiadomo czy na skutek rozkalibrowania układu nie zmieni się wartość potencjału anody. W przypadku gdy tylko jedna strona zależności ma wartości znacząco niższe od wartości maksymalnej, a druga jest na poziomie zbliżonym do wartości maksymalnej, należy jedynie odpowiednio zmienić zakres skanowania potencjału anody źródła jonów, rozszerzając wartość okna potencjału kalibracyjnego w kierunku, w którym zależność nie wykazuje wystarczającej zmiany wskazań względem zeskanowanej wartości maksymalnej nacieku.

Po przeprowadzeniu prac nad określeniem optymalnych warunków pracy źródła jonów przeprowadzono pomiary porównawcze nieszczelności dla wodoru i mieszaniny wodoru z azotem z wykorzystaniem własnego detektora nieszczelności GLD10 w stosunku do komercyjnego urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold.

Wyniki przeprowadzonych pomiarów zestawiono odpowiednio na Rys.5.21, oraz Rys.5.22

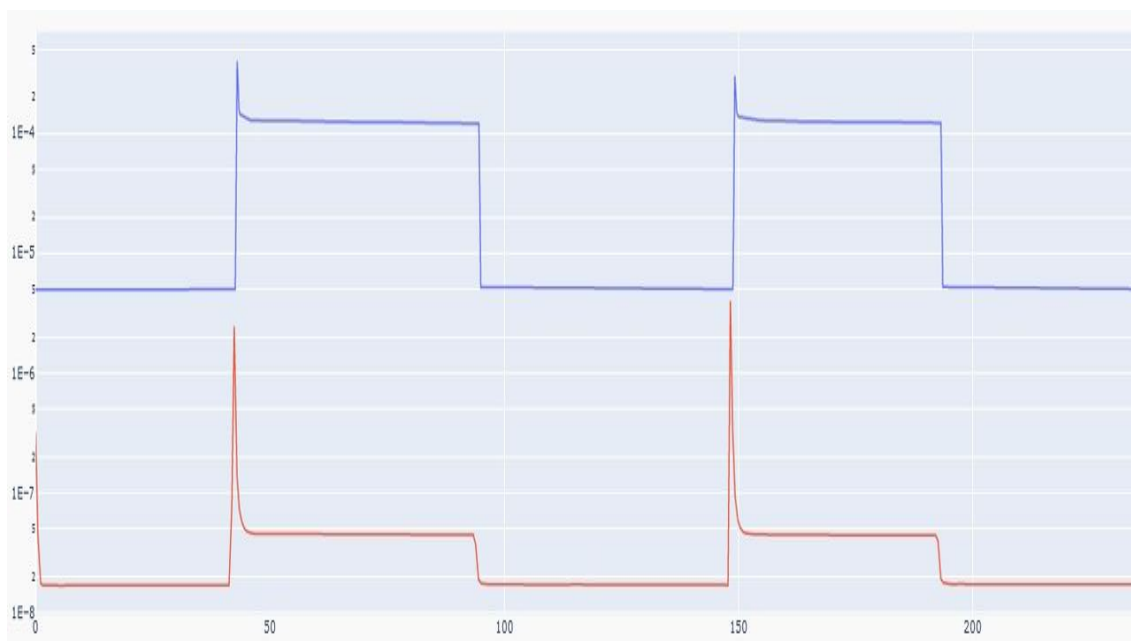
Na Rys.5.21 pokazano zależności sygnałów nieszczelności dla wodoru dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B) oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A),



Rys.5.20. Zestawienie porównawcze sygnałów nieszczelności dla wodoru dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B) oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A),

Na podstawie analizy zależności pokazanych na Rys.5.21. można stwierdzić, że przebieg obu zależności jest podobny, ale wartości zmierzonych nieszczelności różnią się o 2 rzędy co oznacza, że niezbędne są chyba dalsze prace nad przeprowadzeniem bardziej precyzyjnej procedury kalibracyjnej.

Z kolei na Rys.5.22. pokazano zależności sygnałów nieszczelności dla mieszaniny wodoru i azotu wodoru dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B) oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A),



Rys.5.21. Zestawienie porównawcze sygnałów nieszczelności dla mieszaniny wodoru i azotu wodoru dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B) oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A),

Na podstawie analizy zależności pokazanych na Rys.5.22 można stwierdzić, że odpowiedź obu detektorów nieszczelności jest stabilna i powtarzalna co świadczy o prawidłowej pracy urządzenia GLD10 względem urządzenia referencyjnego Leybold Phoenix.

Podobnie jak przy detekcji wodoru wartości zmierzonych nieszczelności różnią się również istotnie co do wartości bezwzględnej (w jednostce  $\text{mbar}\cdot\text{l/s}$ ), co tylko oznacza, że niezbędne są chyba dalsze prace nad przeprowadzeniem bardziej precyzyjnej procedury kalibracyjnej.

Na podstawie opisanych w tym Rozdziale wszystkich wyników badań testowych opracowanego w ramach niniejszego doktoratu wdrożeniowego prototypu przemysłowego detektora nieszczelności LGD10 można stwierdzić, że działa on poprawnie, przy założonych wcześniej progach detekcji nieszczelności oraz szybkich czasach samej odpowiedzi. Może on zatem zostać w następnym etapie wdrożone do produkcji w firmie PREVAC.

Szczegóły procedury dotyczącej wdrożenia tego urządzenia do produkcji pod kątem pracy w standardzie Przemysłu 4.0 opisane w następnym rozdziale niniejszej rozprawy.

## Rozdział 6

### **WDROŻENIE DO PRODUKCJI PRZEMYSŁOWEGO DETEKTORA NIESZCZELNOŚCI POD KĄTEM PRACY W STANDARDZIE PRZEMYSŁU 4.0**

W nawiązaniu do informacji opisanych w poprzednim rozdziale, na podstawie przeprowadzonych badań testowych opracowanego w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego, własnego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10, zgodnie z celem rozprawy, w kolejnym jego etapie podjęte próbę jego przetestowania w warunkach przemysłowych.

W tym celu przeprowadzono rozmowy z partnerami firmy PREVAC, którzy wykorzystują na linii produkcyjnej detekcję nieszczelności, przy czym podczas rozmów zwrócono przede wszystkim uwagę na takie czynniki jak:

- zbliżony system pomiarowy u klienta w celu łatwej modyfikacji
- testowanie w linii produkcyjnej 24 godziny 7 dni w tygodniu
- otwartość na modyfikacje i zmiany
- stosunkowo niskie obciążenie produkcji (aby był czas na poprawki)
- wykorzystanie starych urządzeń u klienta (chęć poprawienia)
- kontakt i współpraca,
- odległość od firmy PREVAC.

Poza tym przeprowadzono również sporo rozmów z klientami firmy PREVAC, którzy zajmują się produkcją np. felg aluminiowych do samochodów osobowych i jednym z procesów kontroli ich jakości jest sprawdzenie szczelności felgi aluminiowej w warunkach zbliżonych do naturalnego ich wykorzystywania w trakcie jazdy.

Podczas testu szczelności felgi aluminiowej na linii produkcyjnej w miejscu gdzie zazwyczaj znajduje się opona jest doczepiany do felgi element uszczelniający z obu stron, i to miejsce (opony samochodowej) wprowadzany jest gaz testujący na bazie Helu.

Dokładna specyfikacja gazu jest dopasowywana indywidualnie według potrzeb klienta do procesu produkcyjnego i jest uzależniona od takich parametrów jak:

- wymagany poziom szczelności: im większa szczelność tym czystszy gaz
- koszt pomiaru: im czystszy gaz tym większy koszt pojedynczego pomiaru

Zazwyczaj minimalny poziom stężenia Helu to ok 10% reszta składu mieszanki to zazwyczaj suche powietrze 90% N<sub>2</sub> i 10% He. Mieszanina podczas testu szczelności felgi aluminiowej

jest podawana pod ciśnieniem ok 3 bar względem ciśnienia atmosferycznego czyli 4 bary ciśnienia absolutnego. Z wnętrza felgi aluminiowej jest odpompowywane powietrze i próbka tego powietrza jest dostarczana do spektrometru masowego detektora nieszczelności. Próbkę pomiarową po jej przepompowaniu przez spektrometr masowy wskazuje koncentrację He, która jest proporcjonalna do nieszczelności elementu i na podstawie takich parametrów jest weryfikowane czy testowany element/felga jest szczelna, czy też wykryto w niej jakieś nieszczelności. Po przeprowadzeniu testu, element jest znakowany zgodnie z wynikami testu szczelności.

Elementy/felgi rozpoznane jako nieszczelne są przekazywane do naprawy i następnie do ponownej weryfikacji.

Co prawda, klientów, którzy zajmują się wytwarzaniem w/w felg jest w Polsce kilku jednak po wstępnych rozmowach nie udało się ich przekonać do zastosowania naszego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 z 2 następujących powodów:

- zbyt dużego obciążenia produkcji oraz wysokich kosztów postoju
- konieczności modyfikacji maszyny innego producenta – brak jego zgody.

Kolejnym klientem, z którym podjęto rozmowy w sprawie dostarczenia do testów naszego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 była firma zajmująca się produkcją szyn paliwowych do samochodów osobowych. Sprawdzenie szczelności szyny paliwowej jest kluczowe ze względów m.in. bezpieczeństwa, ponieważ wyciek paliwa samochodowego pod ciśnieniem ok. 200 bar jest bardzo niebezpieczne.

Testowanie w/w elementów odbywa się w pełni automatycznie, w trybie 24 godzinnym, 5 dni w tygodniu. Klient ten zainteresowany testami więc wstępne rozmowy wyglądały bardzo obiecująco. Jednak podczas przygotowania do zainstalowania urządzenia GLD10 w stanowisku testowym okazało się, że testowanie odbywa się wraz z przekazywaniem danych z testu do systemu komputerowego firmy produkcyjnej i głównie z tego powodu nie doszło do nawiązania współpracy w zakresie testowania naszego detektora GLD10.

Prowadzono także rozmowy z producentami urządzeń gospodarstwa domowego takich jak lodówki i suszarki, w których układy wymiennika ciepła są sprawdzane na szczelność za pomocą urządzeń helowych, ale nie udało się przekonać tego klienta do testowania alternatywnych rozwiązań testowania bez referencji w branży produkcyjnej.

Prowadzono także rozmowy z klientem, który zajmuje się produkcją układów do klimatyzacji samochodowych, które są także testowane na szczelność na linii produkcyjnej za pomocą helowych detektorów nieszczelności, uzgodniono możliwości przetestowania przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 na zapasowej maszynie, która wtedy nie miała pełnego obciążenia oraz była przygotowana do postoju produkcyjnego związanego z przeglądem maszyny.

Dopiero rozmowy z firmą Boryszew Maflow Polska Sp. z o.o. siedziba Tychy oraz Chełmek zaowocowały tym, że wersja prototypowa przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 - przedmiot niniejszego doktoratu wdrożeniowego została przekazana do testów w warunkach przemysłowych w ramach projektu/procesu Automatyczna detekcja nieszczelności układów klimatyzacji samochodowych.

Urządzenie GLD10 zostało zamontowane w automatycznym stanowisku do przeprowadzania testów szczelności samochodowych przewodów do klimatyzacji. Po podłączeniu do próżni, konieczne było dopasowanie sygnałów wyjściowych sterujących z urządzenia GLD10-PS czyli elementu zasilająco-sterującego i skomunikowanie z istniejącym układem PLC w maszynie testującej przewody.

W związku z tym, że maszyna do testowania przewodów była przygotowana do pracy z innym spektrometrem należało zweryfikować i sparametryzować sygnały sterująco komunikacyjne oraz dopasować punkty przełączania wyjść kontrolnych GLD 10-PS. W wyniku tych prac urządzenie GLD-10 zostało podłączone do maszyny testującej i przystąpiono do wstępnych testów przedprodukcyjnych. Wykazały one, że trzeba dopracować połączenia zaworowe, oraz nieszczelności wzorcowe. Elementy te zostały zweryfikowane i dopracowane i udało się rozpocząć testy właściwe elementów produkcyjnych. Dlatego nasz detektor nieszczelności GLD-10 udostępnione do testów produkcyjnych pracowało w warunkach przemysłowych w cyklu produkcyjnym 24 godziny przez 5 dni w tygodniu przez ponad pół roku, kiedy to zbierano dane o prawidłowości pracy detektora oraz opracowano wnioski rozwojowe urządzenia. Na ich podstawie uzgodniono z klientem, że po okresie testowym parametry i warunki pracy naszego detektora nieszczelności GLD10 zostaną dopasowane do cyklu produkcyjnego wg specyfikacji przemysłowej oraz do pracy w specyfikacji Przemysłu 4.0. Uzgodniono także z klientem na przyszłość możliwość przeprowadzenia testów naszego detektora nieszczelności GLD10 z wykorzystaniem jako gazu znakującego wodoru (H<sub>2</sub>).

Co kluczowe, po dostarczeniu naszego detektora nieszczelności GLD10, oraz po zebraniu wstępnych danych zweryfikowano dodatkowo oczekiwania oraz potrzeby klienta aby w pełni zautomatyzować przeprowadzane pomiary.

Po weryfikacji poprawności pracy naszego detektora nieszczelności GLD10 (pierwszego egzemplarza) do kontroli szczelności przewodów klimatyzacyjnych uzgodniono z klientem aby zastosować go także do nowszych maszyn, które są przygotowywane do pracy w standardzie Przemysłu 4.0, oraz zweryfikowano możliwości sprzętowe urządzenia i na potrzeby klienta zaimplementowano przemysłowe protokoły komunikacyjne:

- RS232, RS485,
- Ethernet,

Równoległe z pracami nad oprogramowaniem zasilacza sterującego GLD10-PS prowadzono też prace nad przygotowaniem do produkcji przemysłowego detektora nieszczelności bazującego na spektrometrze masowym GLD10. Główne prace dotyczyły optymalizacji części mechanicznej komory próżniowej spektrometru masowego.

Pierwsza wersja komory, jak to dokładnie opisano w Rozdziale 4 (Rys.4.7.) była przygotowana z blachy stalowej z dodatkowym lutowaniem aby zapewnić odpowiednią wytrzymałość mechaniczną przy zachowaniu cienkiej ścianki w celu minimalizacji zakłóceń oraz tłumienia pola magnetycznego, które jest kluczowym elementem dla działania magnetycznego spektrometru masowego. Dzięki temu udało się zapewnić jej szczelność na poziomie  $< 10^{-10}$  mbar\*l/s, jednak proces produkcyjny wytwarzania takiej komory jest dość skomplikowany z następujących powodów:

- brak pieca do lutowania w firmie PREVAC,
- konieczność lutowania na zewnątrz,
- czas wysyłki do kooperacji w obie strony ok 7 dni (Kraków),
- czas operacji u kooperanta ok 2-3 tygodnie,
- koszt lutowania: czas pracy całego pieca niezależnie od ilości detali wsadu,
- konieczność obsługi całej partii w celu minimalizacji kosztów,
- w przypadku zmian cała partia jest nieużyteczna,

Oczywiście, przy produkcji seryjnej oraz powtarzalnej można zoptymalizować koszty obsługi oraz zapewnić odpowiednie zapasy aby czas obsługi zewnętrznej nie był krytyczny. Tym bardziej że, czas obsługi rzędu 4 tygodni na etapie prototypowania jest nieakceptowalny ponieważ każda iteracja zajmuje ok 2 miesiące.



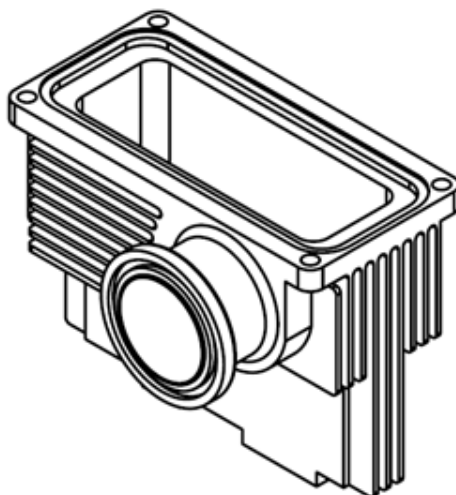
Kolejna zaproponowana wersja korpusu komory próżniowej spektrometru masowego była bardzo zbliżona do opisanej wcześniej, jednak zmieniono technikę łączenia na spawanie.

Okazało się jednak, że proces spawania manualnego jest bardzo pracochłonny, a w związku z tym także kosztowny - koszty spawania przekraczały koszty lutowania przy założeniu, że lutowana jest partia ok 10 sztuk.

Poza tym okazało się, że spawanie nie zawsze było prawidłowe co powodowało konieczności poprawek i tym samym znacząco podnosiło zakładane koszty. Jedynie dostępność była dużo szybsza ponieważ wszelkie zmiany mogły zostać wykonane nawet w ciągu 1 dnia.

Dlatego podjęto prace nad wykonaniem komory próżniowej spektrometru masowego z frezowanego bloku aluminiowego, co pozwoliło istotnie zmniejszyć koszty oraz uniezależnić się w znacznym stopniu od błędów operatora. Dodatkowo korpus z bloku aluminium można było wykonać wraz z chłodzącym uźebrowaniem, które poprawia stabilność temperaturową jej ścianek..

Na Rys.6.1. Pokazano widok korpusu aluminiowej komory próżniowej spektrometru masowego dla opracowanego detektora nieszczelności.



Rys. 6.1 Widok korpusu komory próżniowej spektrometru masowego w wersji aluminiowej.

Podczas przygotowywania wersji produkcyjnej przemysłowego detektora nieszczelności konieczne było przygotowanie pełnej dokumentacji, która zestawiono poniżej na kolejnych rysunkach (schematach) roboczych.

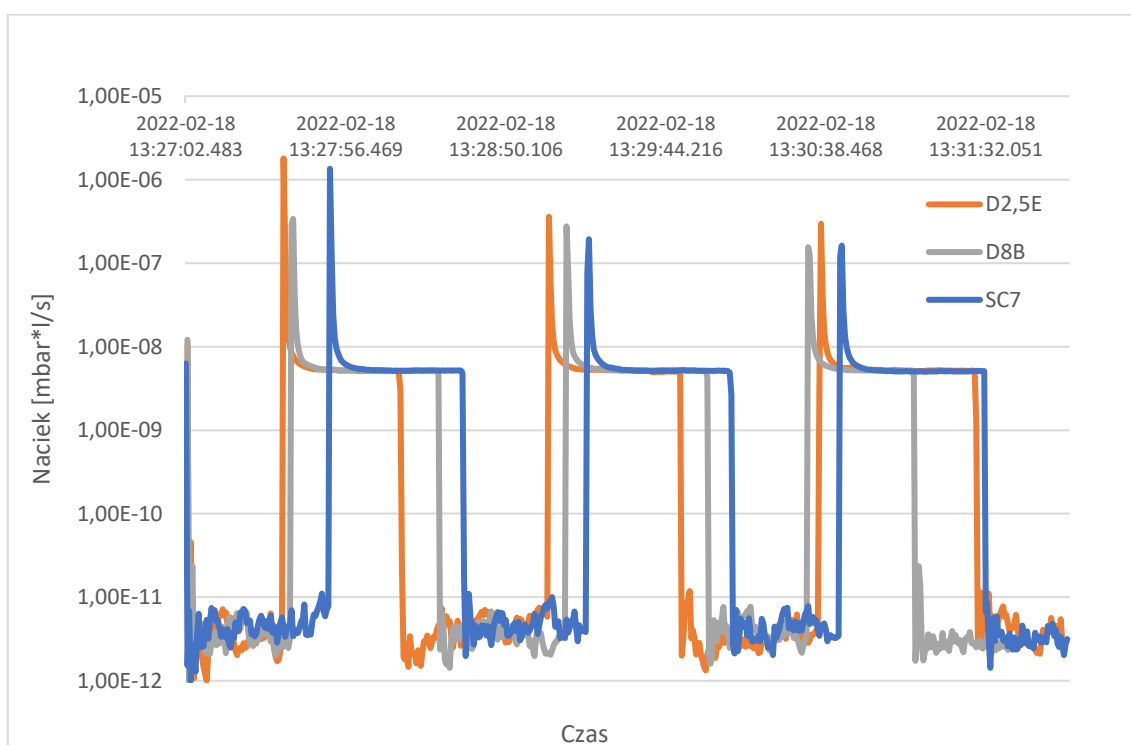
Na Rys.6.2. pokazano schemat złożeniowy aluminiowej komory próżniowej spektrometru masowego. Ze względu na poufność rozwiązań publikowane są jedynie dostępne dane.



Na kolejnym etapie prac własnych nad przemysłowym detektorem nieszczelności na bazie aluminiowej komory próżniowego spektrometru masowego przeprowadzono testy kompletnego urządzenia w warunkach laboratoryjnych.

Na Rys. 6 przedstawiono wyniki badań testowych opracowanego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 z wykorzystaniem 3 różnych pomp próżni wstępnej, tzn.

- małej pompy olejowej TRIVAC D2,5E
- średniej pompy olejowej TRIVAC D8B
- średniej pompy bezolejowej SCROLVAC SC7



Rys. 6.4. Wyniki testów detektora GLD10 dla różnych pomp próżni wstępnej.

Przy czym procedura testowania na poziomie standardowej nieszczelności wzorcowej o wartości rzędu  $10^{-9}$  mbar\*/s składała się z następujących etapów:

- odpompowanie do wartości tła
- otwarcie zaworu pomiędzy naciekiem wzorcowym a detektorem
- pomiar ok 30 s
- zamknięcie zaworu i odpompowanie do wartości tła

Cały cykl trwał ok 1 minuty jednak był powtarzany wielokrotnie (ok 30 razy) aby potwierdzić stabilność pomiarów oraz wyników.

Należy w tym miejscu podkreślić, przedstawione na Rys. 6.4. wykresy przedstawiają jedynie 3 cykle pomiarowe aby zachować przejrzystość wyników dla celów niniejszej pracy.

Wyniki pomiarów nacieku wzorcowego na trzech różnych pompach wstępnych potwierdzają, że przebiegi (zależności) testowe są bardzo zbliżone ponieważ:

- wartości szumu tła są zbliżone na poziomie  $10^{-12}$  mbar\*l/s
- pomiar wartości nacieku wzorcowego jest identyczny,
- przesterowanie sygnału pomiarowego po otwarciu zaworu jest bardzo podobne,
- nie można zaobserwować zależności przesterowania od rozmiaru pompy,
- nie jest zauważalna zmiana wielkości/tempa narostu sygnału od rozmiaru pompy.

W związku z tym, że nie zaobserwowano wyraźnych różnic w pomiarach nieszczelności detektora GLD10 przy wykorzystywaniu różnych pomp próżni wstępnej w ostatecznej wersji detektora zastosowano jako rozwiązanie pośrednie pompę LEYBOLD TRIVAC D4B ze względu na:

- bardzo dobrą próżnię końcową na poziomie  $10^{-4}$  mbar,
- dużą szczelność wewnętrzną ze względu na uszczelnienie olejowe,
- wystarczającą szybkość pompowania  $4 \text{ m}^3/\text{h}$  z zapasem wg D2,5E
- stosunkowo niską cenę w porównaniu do dwóch w/w innych pomp D8B, SC7
- niewielką wagę i gabaryt pompy względem SC7.

Dlatego standardowym wyposażeniem przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 jest pompa LEYBOLD TRIVAC D4B i jedynie na specjalne życzenie klienta można zastosować:

- pompę TRIVAC D2,5: ze względu na mniejsze koszty tańsze oraz mniejszy gabaryt, ale w tej wersji gorsza jest próżnia końcowa, oraz mniejsza szybkość pompowania,
- pompę SCROLL SC7, w sytuacji gdy jest konieczność zastosowania bezolejowej wersji pompowania, ale pompa jest droższa i większa niż standardowo proponowana D4B

Właściwy dobór wielkości pompy wstępnej pozwoli na prawidłowe działanie urządzenia i stabilne pomiary w dłuższym okresie czasu ponieważ urządzenia tego typu pracują na produkcyjnej linii testowania szczelności przez wiele lat i tak dla przykładu pierwsze urządzenie GLD dostarczone do przemysłu pracuje już u klienta dłużej niż 3 lata bez serwisów i napraw. Natomiast najstarsze urządzenia, które firma PREVA obsługuje serwisowo w przemyśle mają już nawet 20 lat przepracowanych w trybie ciągłym np. 5 dni w tygodniu na 3 zmiany.

W podsumowaniu informacji przedstawionych w tych rozdziale należy podkreślić, że w ramach realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego przygotowano pełną dokumentację opracowanego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 bazującego na spektrometrze masowym pod kątem certyfikacji CE oraz przekazano do testów do jednostki notyfikowanej. Przeprowadzone badania wykazały, że urządzenie to przeszło wszystkie testy z wynikiem pozytywnym.

W związku z tym przygotowano komercyjną wersję tego urządzenia, która ma trafić do sprzedaży.

## Rozdział 7

### PODSUMOWANIE I UWAGI KOŃCOWE

W ramach niniejszego doktoratu wdrożeniowego i przeprowadzonych prac własnych podjęto próbę opracowania zmodyfikowanego detektora nieszczelności na bazie magnetycznego spektrometru masowego w celu uzyskania jak najlepszych parametrów użytkowych w aspekcie jego potencjalnych zastosowań przemysłowych.

Opracowane urządzenie wykorzystuje dostępne na rynku źródło jonów oraz zmodyfikowany magnetyczny spektrometr mas (separator jonów) w torze detekcji jonów (kolektora), wyposażony dodatkowo w przedwzmacniacz prądu jonowego wraz z przetwornikiem cyfrowym oraz układ sterowania i wyświetlania pomiarów, do montażu w standardowej szafie sterującej, który ma również możliwość szybkiej komunikacji z układami (sterownikami) przemysłowymi typu PC i PLC, oraz kontroli ze strony dostępnych aplikacji mobilnych zgodnie z założeniami Programu Przemysłu 4.0, głównie pod kątem zastosowań przemysłowych, ze względu na określone gabaryty, niską cenę i przez to powszechną dostępność.

Przeprowadzone badania testowe opracowanego urządzenia wykazały, że działa ono poprawnie, a uzyskane wyniki pomiarów tego urządzenia zostały niezależnie zweryfikowane (skalibrowane) przy pomocy dostępnego na rynku komercyjnego detektora nieszczelności firmy Leybold – model PHOENIX Quadro.

Co kluczowe, na podstawie przeprowadzonych systematycznych własnych badań testowych stwierdzono, że próg detekcji nieszczelności opracowanego urządzenia własnego jest na poziomie  $< 10^{-10}$  mbar<sup>\*</sup>/s. Zatem uzyskane parametry analityczne opracowanego własnego helowego detektora nieszczelności LGD10 potwierdziły, że urządzenie to już na etapie prototypu będzie mogło być wykorzystywane do kontroli nieszczelności wybranych urządzeń przemysłowych, zwłaszcza technologicznych.

Co ważne przeprowadzone testy u jednego z partnerów przemysłowych – firmie Boryszew Maflow Polska sp. z o.o., potwierdziły przydatność urządzenia GLD10 w procesach testowania nieszczelności elementów urządzeń w warunkach przemysłowych. Dlatego zdecydował się on w roku 2023 na zakup kolejnych 4 sztuk naszego urządzenia.

Należy w tym miejscu dodatkowo podkreślić, że na podstawie pozytywnych testów oraz referencji w branży samochodowej ponownie zwrócono się do klientów, którzy byli wstępnie zainteresowani unowocześnieniem linii produkcyjnej aluminiowych felg samochodowych.

Po dopasowaniu założeń produkcyjnych oraz uwzględnieniu wymagań klienta takich jak zewnętrzna obudowa przeciwpyłowa z wentylacją, dostarczono już mu pierwsze sztuki urządzenia GLD10, które zostały uruchomione i pracują w trybie ciągłym na linii produkcyjnej.

Na bazie pozytywnych testów pracy w/w urządzenia i kolejnych referencjach przygotowano jego wersję dla kolejnego klienta z branży samochodowej, tym razem do testowania szczelności żarówek samochodowych, które ma zostać dostarczone i uruchomione w roku 2024 planowane na drugą połowę roku.

Ponadto, w tym miejscu należy również przekazać, że na bazie wszystkich wcześniejszych doświadczeń własnych z wykorzystaniem przemysłowego detektora nieszczelności GLD10 zostało opracowana i wykonana jego wersja przenośna w obudowie z wbudowaną pompą wstępną, oznaczona kodowo jako GLD20. Jej widok pokazano na Rys.7.1.



Rys. 7.1. Widok rozwojowej (zdjęcie) wersji przenośnej detektora nieszczelności GLD20.

Należy w tym miejscu dodatkowo zwrócić uwagę, że opracowany przemysłowy detektor nieszczelności GLD10 wymaga sterowania układem PLC oraz wymaga dodatkowego osprzętu, w tym pompy próżni wstępnej, oraz zestawu zaworów. Jego wersja przenośna GLD20 jest natomiast w pełni funkcjonalnym urządzeniem niezależnym tzw. Plug-and-play, które po podłączeniu do zasilania może, mając jako gaz znakujący He lub cząsteczkowy H<sub>2</sub> może wykonywać testy szczelności elementów podłączonych do portu wejściowego,

Z kolei, w opracowanym przenośnym przemysłowym detektorze nieszczelności GLD20 jest wbudowany komputer przemysłowy, który steruje w/w pompami oraz zaworami procesowymi, z wykorzystaniem dotykowego, kolorowego wyświetlacza typu GUI. Sama komunikacja z użytkownikiem jest w formie graficznej i jest przygotowana w języku polskim, angielskim oraz niemieckim.

Co ważne, przemysłowym detektorze nieszczelności w wersji przenośnej GLD20 może być wykorzystywany do testów jakościowych produkowanych detali, które są podłączane do portu wejściowego DN25KF, który znajduje się na górnej ścianie urządzenia, przy czym zalecana maksymalna pojemność próżniowa detali to kilka litrów. Wynika to z zastosowanej w urządzeniu GLD20 stosunkowo niewielkiej pompy próżni wstępnej, o wydajności ok 3 m<sup>3</sup>/h, która to pompa w odpowiednio krótkim czasie musi odpompować testowany element. Podczas odpompowywania testowanego elementu nie jest odpompowywana pompa turbo dla próżni końcowej oraz sam spektrometr mas dlatego pojemność detalu nie może być zbyt duża. Dopiero po osiągnięciu próżni w testowanym elemencie na poziomie ok 10 mbar, pompa próżni wstępnej może pompować jednocześnie testowany element oraz wbudowany układ pomiarowy: oraz pompę turbo i spektrometr masowy.

Drugim potencjalnym zastosowaniem przenośnego przemysłowego detektora nieszczelności GLD20 może być sprawdzania (testowanie) szczelności całych dużych maszyn lub systemów próżniowych. Przykładowo, jeżeli klient posiada system próżniowy, w którym nie można uzyskać wymaganej końcowej próżni procesowej, a pompy są sprawne, to wtedy należy sprawdzić szczelność całego systemu. W tym celu taki system próżniowy włącza się detektor nieszczelności za pomocą węża próżniowego, który jest już wcześniej niezależnie odpompowany i za pomocą odmuchiwania gazem znakującym jego powierzchni sprawdzamy potencjalne miejsca nieszczelności w celu ich właściwej identyfikacji.

Jak wspomniano wcześniej, w ramach rozszerzenia realizacji niniejszego doktoratu wdrożeniowego przenośny przemysłowy detektor nieszczelności GLD20 został wyprodukowany jako prototyp bazujący na przedmiocie niniejszej pracy jakim jest przemysłowy detektor nieszczelności bazujący na spektrometrze masowym.



Urządzenie prototypowe GLD20 posiada pełną dokumentację produkcyjną oraz dopuszczenie CE, a także przeszło pozytywnie testy w notyfikowanej jednostce pod kątem zgodności z normami. Obecnie są przeprowadzane jego testy produkcyjne mające na celu zweryfikowanie możliwości tego urządzenia w aspekcie sprzedaży dla klientów przemysłowych. Dlatego ten prototyp w najbliższym czasie (2024) ma zostać przekazany do testowania w trybie ciągłym u klienta przemysłowego. Aktualnie są prowadzone rozmowy z potencjalnymi klientami, którzy mogli by przeprowadzić takie testy na samej linii produkcyjnej. Przenośny przemysłowy detektor nieszczelności GLD20 po jego dodatkowej automatyzacji będzie miał możliwość testowania (detekcji) nieszczelności także za pomocą sondy detekcji zapachu, która może zostać zainstalowana bezpośrednio na zrobotyzowanym ramieniu, co przedstawiono na Rys. 7



Rys. 7.2. Przykładowy model podłączenia urządzenia GLD 20 do robota przewidzianego do detekcji wycieków gazu znakującego z nieszczelności w trybie automatycznym.

Warto zwrócić uwagę, że rozwiązania tego typu są już stosowane w przemyśle, w szczególności przy dużej skali produkcji, która wymaga powtarzalnego procesu pomiaru (testowania) dla tych samych elementów, gdzie wymagane jest czasochłonne dokonywanie pomiarów. W operacjach, które są powtarzalne, możemy zaobserwować wzrastające ryzyko oraz błędy operatora, dla którego wykonywanie tych samych pomiarów przez całą zmianę jest

bardzo nużące. Aby minimalizować ryzyko błędu operatora spowodowane np. znużeniem jest wskazana pełna automatyzacja takiego procesu i w tym celu coraz częściej takie prace są wykonywane przez roboty przemysłowe.

Co kluczowe, mając do dyspozycji przemysłowe detektory nieszczelności w obu wersjach, tzn. GLD10 oraz GLD20 można przygotować całe stanowisko do automatycznej detekcji nieszczelności detali na linii produkcyjnej.

Po opracowaniu, w ramach niniejszego doktoratu wdrożeniowego przemysłowych detektorów nieszczelności w obu wersjach, tzn. GLD10 oraz GLD20 firma PREVAC poszerzyła istotnie swoje możliwości produkcji swoich urządzeń nie tylko do zastosowań przemysłowych, ale także w bardziej powszechnych aplikacjach typu kontroli szczelności przewodów do klimatyzacji lub lodówek czy suszarek. Będzie to zwłaszcza możliwe dla zautomatyzowanych przemysłowych detektorów nieszczelności z dwoma komorami pomiarowymi (próżniowymi). Przykładowy widok takiego rozwiązania pokazano na Rys. 7.3.



Rys. 7.3. Widok przemysłowego detektora nieszczelności w wersji zautomatyzowanej z dwoma komorami pomiarowymi.

Na bazie wszystkich wcześniej opisanych informacji można stwierdzić, że główny cel niniejszej rozprawy pracy doktorskiej w ramach niniejszego doktoratu wdrożeniowego, został zrealizowany ponieważ autor niniejszej pracy zatrudniony w firmie PREVAC, przy współpracy z Politechniką Śląską w Gliwicach, opracował i wykonał przemysłowy detektor nieszczelności bazujący na zmodyfikowanym magnetycznym spektrometrze masowym na bazie próżniowej komory pomiarowej. Dzięki możliwościom technologicznym firmy PREVAC urządzenie to zostało już wdrożone do produkcji. Obecnie prawie 10 sztuk tego detektora pracuje już na przemysłowych liniach produkcyjnych głównie w branży samochodowej

## BIBLIOGRAFIA - LITERATURA

- [1] A.Hałas, Technika próżni, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 2017.
- [2] M Bergoglio, A Calcatelli, G Rumiano, *Gas flow rate measurements for leak calibration*, Vacuum 46 (1995) 763-5
- [3] M.Bergoglio, D.Mari, *Leak rate metrology for the society and industry*, Measurements 45 (2012) 2434–2440
- [4] A.Calcatelli, M.Bergoglio, D.Mari, *Leak detection, calibrations and reference flows: Practical example*, Vacuum 81 (2007) 1538–1544
- [5] J.M.Hidalgo, J.L.de Segovia, *Leak calibration by comparison with reference standard leaks*, Vacuum 82 (2008) 1151–1156
- [6] W.G Bley, *Methods of leak detection*, in *Handbook of Vacuum Technology*, Chapter 19, Editor: K.Jousten, Wiley VCH Verlag GmbH, 2016.
- [7] PN-EN 1779 - Badania nieniszczące -- Badania szczelności -- Kryteria wyboru metody i techniki, PKN, 2002.
- [8] H.Rottländer W.Umrath, G.Voss, *LEYBOLD – Fundamentals of leak detection* - Cat. No. 199 79\_VA.02.
- [9] Ch.Janssen, D.Simone, M. Guinet, *Preparation and accurate measurement of pure ozone* Rev.Si.Instrum.82 (2011) 034102.
- [10] Strona internetowa firmy Leybold - <https://www.leybold.com/en/products/leak-detection>
- [11] Strona internetowa firmy Pfeiffer - <https://www.pfeiffer-vacuum.com/global/en/products/leak-detectors>
- [12] Strona internetowa firmy Inficon - <https://www.inficon.com/en/products/leak-detectors>
- [13] Strona internetowa firmy Agilent - <https://www.agilent.com/en/product/vacuum-technologies/helium-leak-detectors>
- [14] G.Roger,s *Leak detection techniques - Helium Leak Testing Techniques for Industry*. Kolonia DE, Oerlicon Leybold Vacuum, 2017.

## SPIS ILUSTRACJI

Rys. 2.1. Ogólna idea spektrometru masowego.....	10
Rys. 2.2. Ogólna idea typowego źródła jonów typu Niehry dla spektrometrii mas.....	11
Rys. 2.3. Uproszczony schemat separatora magnetycznego jonów.....	11
Rys. 2.4. Uproszczony schemat kwadrupolowego filtra mas.....	12
Rys. 2.5. Przykładowe widmo masowe gazów reszkowych w komorze bardzo wysokiej próżni przy ciśnieniu całkowitym na poziomie $10^{-9}$ mbara.[9].....	13
Rys. 2.6. Uproszczona idea separacji jonów w magnetycznych spektrometrach mas.....	14
Rys. 2.7. Schemat blokowy detektora nieszczelności wykorzystującego atomy helu jako tzw. gaz znakujący (znacznik gazowy).....	15
Rys. 2.8. Fotografia detektora nieszczelności firmy Leybold - model PHOENIX Quadro [10]20	
Rys. 2.9. Fotografia detektora nieszczelności firmy Pfeiffer – model Adixen ASM340.....	21
Rys. 2.10. Fotografia mobilnego detektora nieszczelności firmy Pfeiffer – model ASM390 ..	21
Rys. 2.11. Fotografia detektora nieszczelności firmy Inficon - model LDS3000.....	22
Rys. 2.12. Fotografia mobilnego detektora nieszczelności firmy Inficon – model UL6000. ....	23
Rys. 2.13. Fotografia stacjonarnego detektora nieszczelności firmy Agilent - model PR02. .	24
Rys. 2.14. Fotografia mobilnego detektora nieszczelności firmy Agilent - model HLD MD30. ....	24
Rys. 4.1. Schemat blokowy opracowanego przemysłowego detektora nieszczelności.....	29
Rys. 4.2. Schemat ideowy magnetycznego separatora mas (separatora jonów).....	29
Rys.4.3. Przebieg torów ruchu jonów w polu magnetycznym separatora. otrzymany na podstawie własnych symulacji. ....	31
Rys. 4.4. Uproszczony schemat własnego separatora mas wraz z torami ruchu jonów określonymi na drodze w/w symulacji. ....	32
Rys. 4.5. Obraz tłumika jonów na wyjściu z separatora jonów .....	33
Rys. 4.6. Schemat blokowy przedwzmacniacza sygnału kolektora jonów wraz ze zintegrowanym sterowaniem tłumika jonów. ....	34
Rys. 4.7. Ogólny schemat mechaniczny (konstrukcyjny) próżniowej komory pomiarowej magnetycznego spektrometru mas (w dwóch rzutach) wraz z wymiarami.....	35

Rys. 4.8. Rozkład punktów pomiarowych dla magnezów, w aspekcie ich potencjalnego wykorzystania w magnetycznym spektrometrze mas.....	36
Rys. 4.9. Obraz kontrolera ciśnienia MG15 firmy PREVAC (w dwóch opcjach pracy).....	37
Rys. 4.10. Widok ekranu modułu sterowania własnego detektora nieszczelności GLD10, z możliwością wyświetlania parametrów użytkowych pracy samego urządzenia. ....	39
Rys. 4.11. Przykładowy przebieg rejestracji poziomu nieszczelności w czasie dla własnego detektora nieszczelności GLD10 (bezpośredni widok z ekranu modułu sterowania spektrometru mas).....	40
Rys. 4.12. Schemat blokowy kompletnego własnego, helowego detektora nieszczelności na bazie zmodyfikowanego magnetycznego spektrometru mas.....	41
Rys. 4.13. Fotografia własnego przemysłowego detektora nieszczelności GLD10, wraz z układem jego sterowania i z wyświetlaczem .....	44
Rys. 5.1. Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od potencjału anody źródła jonów (wartość odniesienia $7 \cdot 10^{-7}$ mbar*l/s).....	45
Rys. 5.2 . Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od potencjału anody dla dwóch różnych wartości prądu emisji źródła jonów. ....	46
Rys. 5.3. Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej He (nacieku) od wartości potencjału katody źródła jonów .....	47
Rys. 5.4. Zależność poziomu nieszczelności wzorcowej dla He przy zmianie wartości napięcia tłumika, dla wartości odniesienia na poziomie $7 \cdot 10^{-7}$ mbar*l/s).....	47
Rys. 5.5. Schemat porównawczych badań testowych własnego detektora nieszczelności GLD10, oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold. <b>Błąd!</b>	<b>Nie zdefiniowano zakładki.</b> 48
Rys. 5.6. Zestawienie porównawcze pomiarów poziomu zmian nieszczelności wzorcowej Helu dla własnego urządzenia GLD10 po jego opisanej wyżej modyfikacji, w odniesieniu do urządzenia referencyjnego Quadro Leybold.....	49
Rys. 5.7. Zestawienie porównawcze pomiarów poziomu zmian nieszczelności wzorcowej Helu dla własnego urządzenia GLD10 po jego opisanej wyżej modyfikacji, w odniesieniu do urządzenia referencyjnego Quadro Leybold.....	50
Rys. 5.8. Zestawienie porównawcze pomiarów poziomu zmian nieszczelności wzorcowej Helu dla własnego urządzenia GLD10 po jego opisanej wyżej modyfikacji, w odniesieniu do urządzenia referencyjnego Quadro Leybold.....	51

Rys. 5.9. Zestawienie porównawcze poziomu nieszczelności wzorcowej He dla urządzenia GLD10 (niebieska linia) względem urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold (czerwona linia).....	52
Rys. 5.10. Schemat zmodyfikowanego układu pomiarowego zapewniającego możliwość detekcji nieszczelności przy niższych wartościach progu niż wartość podłączonego nacieku wzorcowego.....	53
Rys. 5.11. Zestawienie porównawcze poziomu nieszczelności wzorcowej He dla urządzenia GLD10 (niebieska linia) względem urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold (czerwona linia).....	53
Rys. 5.12. Czasowe zmiany natężenia prądu jonowego kolektora jonów podczas procedury testowej. ....	54
Rys. 5.13. Zestawienie porównawcze czasowych zależności poziomu nieszczelności własnego urządzenia LGD10 opracowanego w firmie PREVAC (linia niebieska), oraz komercyjnego urządzenia referencyjnego PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia czerwona). .....	55
Rys. 5.14. Zestawienie porównawcze sygnałów wzorcowej nieszczelności He na poziomie $3,5 \cdot 10^{-8}$ mbar $\cdot$ l/s dla referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A), oraz dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B)...	57
Rys. 5.15. Zestawienie porównawcze sygnałów wzorcowej nieszczelności He na poziomie	58
Rys.5.16. Zestawienie porównawcze sygnałów wzorcowej nieszczelności He na poziomie.	59
Rys.5.17. Zależność wartości nacieku od potencjału anody źródła jonów dla wodoru.....	62
Rys.5.18. Zależność wartości nacieku od potencjału katody źródła jonów dla wodoru. ....	63
Rys. 5.19. Zależność wartości nacieku od potencjału anody źródła jonów dla wodoru, dla 4 wybranych wartości natężenia prądu emisji źródła jonów wartości podane w mA. ....	64
Rys. 5.20. Zestawienie porównawcze nieszczelności od potencjału anody źródła jonów dla wodoru oraz mieszaniny wodoru i azotu. ....	65
Rys.5.21. Zestawienie porównawcze sygnałów nieszczelności dla wodoru dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B) oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A), .....	67
Rys.5.22. Zestawienie porównawcze sygnałów nieszczelności dla mieszaniny wodoru i azotu dla własnego testowanego detektora GLD10 (linia czerwona - Signal B) oraz referencyjnego detektora PHOENIX Quadro firmy Leybold (linia niebieska - Signal A), .....	68

Rys. 6.1 Widok korpusu komory próżniowej spektrometru masowego w wersji aluminiowej.	73
Rys. 6.2. Schemat złożeniowy wersji produkcyjnej komory próżniowej spektrometru masowego dla przemysłowego detektora nieszczelności.....	74
Rys. 6.3. Schemat złożeniowy wersji produkcyjnej kompletnego spektrometru masowego. .	74
Rys. 6.4. Wyniki testów detektora GLD10 dla różnych pomp próżni wstępnej.....	75
Rys. 7.1. Widok rozwojowej (zdjęcie) wersji przenośnej detektora nieszczelności GLD20. ..	79
Rys. 7.2. Przykładowy model podłączenia urządzenia GLD 20 do robota przewidzianego do detekcji wycieków gazu znakującego z nieszczelności w trybie automatycznym.....	81
Rys. 7.3. Widok przemysłowego detektora nieszczelności w wersji zautomatyzowanej z dwoma komorami pomiarowymi.....	82



## Streszczenie rozprawy

### Przemysłowy detektor nieszczelności bazujący na spektrometrze masowym

W pracy opisano, opracowany w ramach realizacji projektu wdrożeniowego detektor nieszczelności dla zastosowań przemysłowych.

Wykorzystuje on zmodyfikowany magnetyczny spektrometr mas uzupełniony o dodatkową soczewkę ogniskującą jony po wyjściu z separatora jonów, zmodyfikowany kolektor jonów uzupełniony o tłumik jonów, przedwzmacniacz sygnału z detektora jonów, oraz moduł sterowania i wyświetlania parametrów pracy urządzenia.

Badania testowe wykazały, że opracowany w ramach tego projektu przemysłowy detektor nieszczelności na bazie zmodyfikowanego spektrometru mas prawidłowo reaguje na wzrost cząstkowego ciśnienia He zawartego w gazie testującym (znakującym), przy czym m.in. minimalny mierzony próg nieszczelności jest na poziomie  $< 10^{-10}$  mbar\*l/s, przy maksymalnym ciśnieniu na wejściu układu pomiarowego  $< 15$  mbar, oraz przy czasie odpowiedzi  $< 1$  s.

Uzyskane parametry analityczne potwierdzają, że będzie on mógł być w pełni wykorzystany do kontroli nieszczelności wybranych urządzeń przemysłowych, zwłaszcza technologicznych.

Zgodnie z założeniami projektu wdrożeniowego, w ramach jego realizacji, zostały wykonane (wyprodukowane) pierwsze egzemplarze przemysłowego detektora nieszczelności pod nazwą własną GLD10, które zostały już przetestowane przez klientów z sektora przemysłowego w szczególności branży samochodowej.

Urządzenie GLD10 po przetestowaniu w warunkach przemysłowych, zgodnie z życzeniami użytkownika, zostało dodatkowo dopracowane, w tym interfejs użytkownika GUI urządzenia kontrolno-sterującego.

Dzięki możliwościom technologicznym firmy PREVAC urządzenie to zostało już wdrożone do produkcji, w aspekcie potencjalnych zastosowań przemysłowych bezpośrednio na liniach produkcyjnych, głównie w branży samochodowej