

氦质谱检漏仪检测原理及应用

何己有

(广东开平春晖股份有限公司 广东 开平 529325)

摘要: 简要介绍了氦质谱检漏仪检测的工作原理、技术性能及探测方法, 通过在 PET 生产线反应釜真空检漏应用实例说明用它检测的可靠性和优点。

关键词: PET; 氦质谱检漏仪; 检漏

中图分类号: TQ323.41; TB774 文献标识码: B 文章编号: 1008-8261(2011)02-0054-04

0 前言

近年来, 随着高真空检漏技术科学领域的不断发展和应用技术的日趋成熟, 以及高真空检漏仪器技术的不断创新和进步, 仪器更新换代很快。从技术性能、高可靠性、准确性、耐用性、灵活性和性价比等各方面都有着划时代的进步, 从而使高真空检漏仪器从科学研究领域、实验室的高端应用逐渐普及到工业和民用领域的应用。氦质谱检漏技术是在真空检漏技术领域里应用最为广泛的一种, 这种检漏方法的优点是: 检漏灵敏度高(可以检漏到 10^{-12} Pa·m³/s 数量级)、仪器响应快、操作简便、安全高效、成本较低、用途广泛等, 所以氦质谱检漏仪在许多领域里得到广泛的应用。

1 测量工作原理及基本结构

氦质谱检漏仪是以氦气作为示漏气体, 对真空设备及密封器件的微小漏隙进行定位、定量和定性检测的专用检漏仪器。它具有性能稳定、灵敏度高、操作简便、检测迅速等特点, 是在真空检漏技术中用得最普遍的检漏仪器, 其测量工作原理如下。

氦质谱检漏仪是根据质谱学原理制成的磁偏转型的质谱分析计, 用氦气作为示漏检测气体形成的气密性质谱检漏仪器。其结构主要由进样系统、离子源、质量分析器、收集放大器、冷阴极电离真空计等组成。离子源是气体电离, 形成一束具有特定能量的离子。质量分析器是一个均匀的磁场空间, 不同离子的质荷比不同, 在磁场中就会按照不同轨道半径运动而进行分离, 在设计时只让氦离子飞出分析器的缝隙, 打在收集器上。收集放大器收集氦离

子流并送入到电流放大器, 通过测量离子流就可知漏率。冷阴极电离真空计指示质谱室的压力及用作保护装置。

2 示漏气体的选择及特性分析

氦质谱检漏仪对示漏气体的要求及选择一般应从以下几方面考虑:

(1) 无害, 不能对人体或环境造成伤害; (2) 质量轻, 惰性气体, 穿透能力强, 能穿透微小细缝; (3) 化学性质稳定, 不会引起化学反应和易燃易爆; (4) 在空气环境中含量尽可能少且组分基本恒定的气体, 满足检漏灵敏度方面的要求, 减少本底干扰检测的准确性。

氢和氦都是比较理想的示踪气体, 空气中的含量少, 质量轻, 运动速度快, 分子直径小, 同等条件下, 直线运动距离长。在实际使用中, 也相对比较容易获取, 可以大量使用。由于 He 具有无色、无臭、无活性、不可燃的特性, 因此一般检漏都采用氦气 (He₄ 或 He₃) 作为示漏气体, 但也有用氢气 (H₂) 作为示漏气体的, 考虑到它的化学性质及危险性, 在应用中较少使用, 所以实际大部分检漏使用的都是氦气。

氦分子在质谱检漏仪器高真空的环境中扩散的速度很高, 用氦气作示漏气体其本底噪声低, 分子质量及粘滞系数小, 因而极易通过漏孔并易扩散; 另外, 氦系惰性气体是无破坏性、无毒、无危险, 不腐蚀设备, 故常用氦作示漏气体。将这种气体喷到接有氦质谱检漏仪(调整到仅对氦起反应的工作状态)的被检容器上, 若容器某一部位有漏孔, 则氦质谱检漏仪立即有所反应, 从而可知漏孔所在位置及检测

收稿日期: 2011-01-21。

作者简介: 何己有 (1973-) 男, 广东开平人, 助理工程师, 主要从事低压电气和工业自动化控制系统设备电器仪表的安装调试和维护工作。

到漏气量大小。

泄漏和密封是相对而言的,氦质谱检漏仪检测被检容器的泄漏程度的量化一般用漏率来表示,其计算方法原理如下:

$$\text{漏率的定义: } Q_1 = \frac{\Delta p \times V}{\Delta t} [1]。$$

式中: Δp 为压强的变化量; V 为容器的体积; Δt 为时间的变化量。

因此漏率可简单理解为: 单位时间内,单位体积容器,压强的变化。

下面以我厂使用的 PFEIFFER QualyTest™ (德国普发) HLT260 型氦质谱检漏仪为例来对氦质谱检漏原理及测量方法进行综述。

3 HLT260 型结构及高真空测量系统

HLT260 型氦质谱检漏仪结构原理主要也是根据质谱学原理及磁偏转原理制成的质谱分析计,它实质上既是一个通过检测氦气的含量来确定是否有泄漏的检漏仪,同时也是一个将其他质量数的气体都屏蔽掉,只对氦的质谱检测分析过程的专用质谱仪。其质谱分析具体结构如图 1 所示。

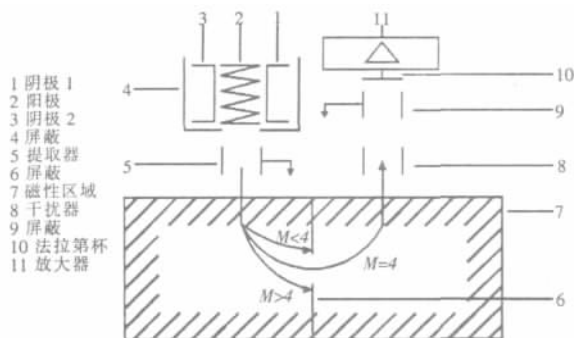


图1 HLT260 氦质谱检漏仪的结构原理简图

Fig.1 Structure principle diagram of HLT260 helium mass spectrometer leak detector

而质谱仪要想正常工作,还需要在高真空环境中,至少要在 0.1 Pa 以下,空气的流动才体现为分子流,质谱仪才能稳定正常工作,因此检漏仪中还配有一套高真空系统。其高真空系统流程如图 2 所示。

被检件接在检漏测试口上,V1,V2,V3 和 V4 电磁阀根据压力变化自动控制,使得传感器(质谱室)始终工作在安全的压力下。阀 V5 可以控制校准漏孔;阀 V6 实现对检漏件的排气,同时也用作吸枪模式的接口;真空规 P1 测量前级真空,P2 测量检漏口真空。

HLT260 型氦质谱检漏仪的高真空测量系统还采用逆流式原理及双流式原理来采样分析。具体工

作原理在下文再作详述。

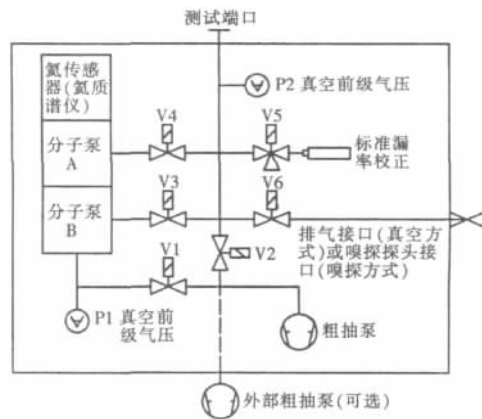


图2 Pfeiffer QualyTest™ HLT260 氦质谱检漏仪真空系统流程简图

Fig.2 Vacuum system process diagram of Pfeiffer QualyTest™ HLT260 helium mass spectrometer leak detector

4 HLT260 型的检漏方法与测量过程

氦质谱检漏仪的检漏方法有许多种,目前比较成熟的检漏方法有喷吹法、氦罩法、充压法、吸枪法、检漏盒法、累积检漏法、背压法及四极质谱检漏法等。各种方法都有其特点及适用条件,但通常采用较多且操作简便的方法有 2 种,一种为正压法检漏,另一种为负压法检漏,如图 3 所示。

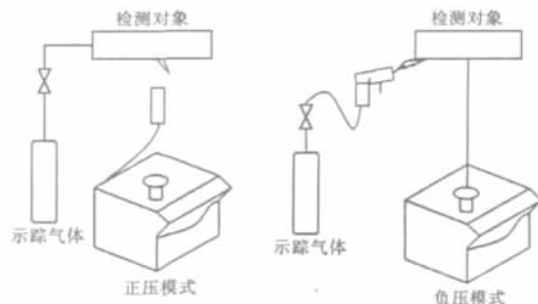


图3 HLT260 氦质谱检漏仪的常用检漏方法

Fig.3 Common leak detection method of HLT260 helium mass spectrometer leak detector

(1) 正压模式: 示漏气体 He 充入容器里面,处于正压,然后用仪器去检测,容器外围是否有气体 He,如果容器外有气体 He,则容器有漏。用这种方式能检测出漏点,并能大概判断泄漏的程度。这种检漏方式叫 Sniffer 检漏或正压检漏。

(2) 负压模式: 示漏气体 He 喷在容器外面,用仪器去检测容器里面是否有气体 He。这种方式能检测出漏点,并能测知漏率。这种检漏方式叫负压检漏,也叫真空检漏。

如何选择检漏方式,与检测对象的工作环境有很大关系,尽量做到与检测对象的工作状态一致。如检测对象工作时内部处于正压,则用正压模式;如检测对象工作时内部处于负压,则用真空模式。

HLT260 型氦质谱检漏仪具有嗅探和抽真空 2 种检漏模式,即正压模式和负压模式。详细检漏方法与测量工作过程如下:

在抽真空方式下,待检漏的器件通过测试端口与检漏仪相连,待测器件被检漏仪内部的粗抽泵和分子泵抽到一定的真空(如果待测器件容积较大,则需额外的泵组一起协同作业以提高效率)。只需测量待测器件外部大气通过器壁的漏孔进入器件内部的氦的多少便可以判断漏率的大小。如果需要得到精确的漏率数值,则必须等待整个测量系统的真空达到稳态,并预先根据环境中氦的含量对检漏仪进行标定。若需在抽真空方式下准确地找到漏孔的位置,可以通过对可疑位置喷氦并检验漏率是否有明显的上升来完成。

与抽真空方式相反,嗅探方式是通过测量待测器件内部气体经由器壁漏孔泄漏至器件外面的氦的多少来获得漏率的大小的。预先向待测器件内充入一定氦气,封闭测试端口,将嗅探探头连接至检漏仪,用嗅探探头对待测器件表面的可疑部位进行扫描。如果发现漏率明显的上升,便可判断漏孔的位置。这种方式适合在待测器件内部无法或者不能抽真空的情形下检漏。但是,由于嗅探方式是通过检测器壁外的大气来进行测量的,大气中的氦会带来一个较高的漏率本底。这个本底虽可通过置零来清除,但仍会降低嗅探方式的灵敏度(嗅探方式最小可检测漏率小于 $5 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$,而抽真空方式的小于 $5 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$)。

2 种方式下,最大的可检测漏率均为 $1 \text{ hPa} \cdot \text{L/s}$ 。从 $5 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ 到 $1 \text{ hPa} \cdot \text{L/s}$,如此大的可检测范围是通过逆向流(Counter Flow)、双流(Twin-Flow)等技术得到的。

开始检漏后,阀门 V2 打开,粗抽泵对待测器件或者嗅探探头进行初步的抽真空。当真空规管 P2 测得粗抽泵已将真空抽至气压小于 15 hPa 后,阀门 V1 打开,由于分子泵 A 和 B 的压缩能力与气体分子的质量相关,较轻的氦可以部分地逆着分子泵气流的方向到达氦传感器,而重的气体被阻挡在外,这就是逆向流技术。这时候虽然真空度并不高,但通过逆向流技术,对气流进行采样,也能够对非常高的漏率进行测量。

双流技术分 2 个阶段。当 P2 气压低于 5 hPa

时,阀门 V2 关闭,V1 和 V3 打开,分子泵 B 与粗抽泵级联,待测器件或者探头被抽至高真空。此时,只有分子泵 A 工作于逆向流方式,但由于真空度已经较高(意味着较低的漏率),到达氦传感器的氦仍然能够得到有效的控制以确保不超出氦传感器的测量范围。这便是低双流模式(Twin-Flow™ low)。当 P2 气压低于 0.5 hPa 时,阀门 V3 关闭,V4 打开,分子泵 A 和 B 均与粗抽泵级联,待测器件或探头被抽至更高的真空(漏率更低),此时,不再使用逆向流对气体进行采样,而直接利用氦传感器对漏率进行测量,以达到极高的检漏灵敏度。这便是高双流模式(Twin-Flow™ high)。

当然,如果待检测容器内或者测试环境中氦浓度较高,HLT260 检漏仪也可以使用其他气体比如 He_3 或者 H_2 作为探测气体。

5 HLT 260 型在 PET 生产线反应釜真空系统检漏中的应用

我厂 PET 生产流程中,缩聚反应是在高温、高真空的条件下进行的,正常生产时预缩聚釜 R01 为 10 kPa ,预缩聚釜 R02 为 1 kPa ,终缩聚釜 R03 为 $100 \sim 200 \text{ Pa}$ 的绝对压力,因此工艺条件要求缩聚系统具有“绝对”真空和密封。在初次开车或每次大修后重新开车前,必须对缩聚工段系统进行真空检漏测试,以消除因系统升降温热胀冷缩和拆检设备造成的泄漏,保证生产线开车正常生产。

缩聚真空测试检漏是试车工作中非常重要的环节,也是保障正常生产产品品质的关键环节。真空密封程度的好坏,对 PET 熔体品质影响很大,如果检漏不彻底,在生产过程中系统漏进氧气,会使物料氧化变黄甚至发黑,严重时可使真空系统堵塞导致停车事故,损失巨大。因此在真空测试期间,若缩聚真空泄漏率超标,则不能开车,应反复保压和检漏,直至完全达到工艺条件要求。

PET 生产线反应釜真空系统设备庞大,结构复杂,相互连通,连接的管线和法兰接口非常多,若采用普通的检漏方法很难查出轻微的漏点,因此可以利用 HLT260 氦质谱检漏仪在 PET 生产线反应釜真空系统进行负压喷氦检漏,逐个找出漏点和清除所有的漏点,保证系统的真空和密封性能。

具体检漏方法实施如下:

前提准备条件:系统冷态正压气密测试已通过;根据生产线的 PID(工艺流量图)图,将系统的氦检图表准备好,并将每个可能存在的泄漏点进行编号

标识; 根据氦检图, 将现场设备检测点位置对应编号挂牌标识; 系统已处于热态, 并已热紧固, 无明显大的泄漏点; 准备好相关的氦检所需物品和标准氦气。

PET 生产线反应釜真空系统氦检漏步骤:

(1) 先利用系统自有的真空装置将系统抽成高真空至满足正常生产工艺条件, 约 100 Pa 左右, 并保持稳定。

(2) 将已调试好的 HLT260 氦质谱检漏仪正确连接到系统合适的检测点, 尽量防止液体及杂质吸入仪器, 必要时可作过滤处理。按仪器的操作步骤开启氦质谱检漏仪, 仪器进行初始自检, 约 3 min 后自动进入正常检测待机状态。注意氦质谱检漏仪要水平摆放, 在开机工作状态及停机后 5 min 内禁止移动, 以防损坏高速真空涡轮分子泵(约运行在 1 500 Hz, 90 000 r/min), 如再次启动要等待 5 min。

(3) 慢慢打开反应釜(处于低压力状态)取样口手动阀门和氦检仪 TP1 角阀粗阀, 然后慢慢调节 TP1 角阀微调阀开度至 400 ~ 500 刻度, 检测仪处于准备测试状态。

(4) 按照氦检图上的编号开始逐点检查, 用氦气对着被检测漏点周围喷气, 经过一段时间后, 如果测试点有漏, 则控制器显示曲线或漏率指数变量变化很大。

(5) 检漏次序: 从被检件物体的上方至下方, 由近检漏仪处向远离检漏仪处逐点进行喷氦检查。

(6) 当发现一个漏点后, 能马上进行处理消漏的, 则予以消漏, 并重检。如暂时无法处理的则在检查表上将每个点的检查情况记录下来, 待最后处理。

(7) 检漏过程要求细致、全面, 操作者要有良好的心态, 通过耐心观察, 重复查漏, 才能查找到漏源的准确位置。

通过以上的方法对 PET 生产线反应釜真空系统氦检, 能快捷准确地查出系统的各个大小漏孔, 并逐一清除, 从而实现对整个系统进行的全面检漏和消漏, 使系统完全达到真空和密封性能, 满足生产工艺要求。

6 结语

氦质谱检漏技术在真空检漏领域里不仅能定位、定性、定量检漏, 且具有操作简便、准确可靠、安全高效、成本较低、用途广泛等特点。采用这种检漏技术无论从小件到大件, 从小系统到大系统检漏, 从确定漏孔检漏到确定漏率检漏, 都能准确快捷有效。随着氦质谱检漏技术的不断发展和成熟, 未来将逐渐渗透到各个高低端行业领域, 应用前景广阔, 因此值得推广应用。

参考文献:

[1] 达道安. 真空设计手册[M]. 北京: 国防工业出版社, 2006.

The detection principle and application of the helium mass spectrometer leak detector

HE Ji-you

(Guangdong Kaiping Chunhui Co. Ltd., Kaiping 529325, China)

Abstract: The working principle, technique performance and detection method of the helium mass spectrometer leak detector were introduced briefly. The reliability and advantages of using helium mass spectrometer leak detector to detecting was explained by the application example of reactor vacuum leak detection in PET production line.

Key words: PET; helium mass spectrometer leak detector; leak detection

(上接第 44 页)

Test and analysis of spunbonded nonwoven fabric property

ZHAO Bo

(Zhongyuan University of Technology, Zhengzhou 450007, China)

Abstract: The morphological structure, fabric thickness, area density, drapability, breaking strength, bursting strength, wear resistance, moisture permeability and air permeability of spunbonded nonwoven material was tested. The experiment showed these properties have certain relationships with gram weight and thickness. The spunbonded nonwoven is suitable for the development of various functionality product. These fabrics will be widely used in textile industry.

Key words: spunbonded nonwoven; physical property; physics test