

氦质谱检漏法中应注意的几个问题

曹慎诚

氦质谱检漏仪是当前用得最广、灵敏度最高的一种检漏仪器。它不仅能确定出极微小漏孔的位置，而且还能通过标准漏孔测量出该漏孔的漏率。因此，在真空技术，气体和液体的贮存和输送（特别是低温液体）装置等方面均得到了广泛应用。然而，如何充分发挥仪器的效能和提高检漏结果的可信度，确是值得认真对待的重要问题。既然被检件经过了检漏，那么就on应该给出准确的检漏结果（具体漏率），并据此得出是否合乎要求的结论。因此，为保证检漏结果的可信度，对仪器灵敏度和反应时间的精确校准是极为重要的。可惜我国部分检漏单位连标准漏孔都没有，漏率校准就更谈不上了。这是一个大问题，一般就不细讲了。现在只讲几个容易忽视的新问题（详细叙述见“真空检漏技术讲义”）。

1. 灵敏度的校准（具体方法见〔1〕）

（1）仪器最佳灵敏度的校准：若校准仪器最佳灵敏度，就必须具有可靠的标准漏孔。一般漏率选得要与仪器的灵敏度接近，以减小校准误差；或者采用配气系统，用减低充氦压强的方法将大漏孔作小漏孔使用。有些仪器自身带有石英渗氦型漏孔，这就很方便了。但如果仪器没附标准漏孔，就要设法外接一支，但外接装置在校准时对氦不得有分流现象，仪器节流阀要开大。特别注意的是，所选用的标准漏孔漏率值一定要稳定可靠，最好是渗氦型漏孔。大家知道，隙缝型漏孔易堵塞，漏率不稳定，故要经常与渗氦型标准漏孔互校，以提高其可信度。

具体校准过程就不讲了，用图1中左半部分就行了。应该注意的是：仪器一定调到最佳工作状态；氦峰要调准；由配气系统将标准漏孔（隙缝型）进气端抽空；在氦峰上读出仪器本底 N_0 ；再读出噪音 ΔN_0 ；然后由配气系统对标准漏孔进气端施氦，这个压强 P_{H_0} 一定要使放大器在线性放大区读数，令其为 N （隙缝型标准漏孔 N 读最大稳定值；而自带氦室的石英渗氦型漏孔 N 读放开漏孔后的最小稳定值）。那么对应于标准漏孔 $Q_{标}$ 的仪表净偏转 $\Delta N = N - N_0$ ，我国定义最小可检信号为2倍噪音，因此，仪器最佳灵敏度为：

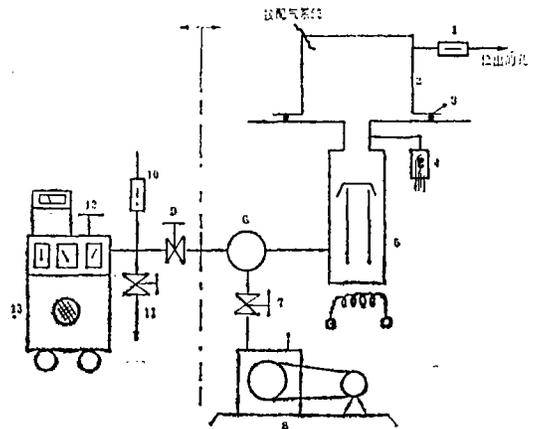


图1 检漏装置原理图

1. 标准漏孔
2. 被检件，体积 V
3. 密封圈
4. 电离计
5. 扩散泵
6. 前级体积
7. 机械泵阀
8. 机械泵
9. 隔离泵
10. 标准漏孔
11. 备用阀
12. 仪器截流阀
13. 氦质谱检漏仪

$$Q_{\min} = \frac{2\Delta N_0}{\Delta N} Q_{\text{标}}$$

其中： $Q_{\text{标}}$ 符合标准漏率定义。

必须指出；漏孔漏率定义为：在 20℃ 的条件下，压差为 1 个标准大气压（一侧为一个标准大气压，而另一侧为相对 1 个标准大气压可忽略的真空）时，单位时间内流过漏孔的空气的气体量。如果校准时条件不拟合这个标准定义，那么就要进行相应的修正。一般有 M ， P_{He} ， T 的修正，如果 $Q_{\text{标}}$ 是对空气而言，就无需 M 修正了。但如果是对氦气的，那么修正系数为 $\sqrt{\frac{M_{\text{He}}}{M_{\text{空}}}} = \frac{1}{2.7}$ ；如果 P_{He} 不是 1 个标准大气压，那么修正系数为 $P_{\text{He}}/760$ ；如果温度不为室温，那么修正系数 $T/293$ 一般情况下是接近于 1 的，故可以忽略。而 $P_{\text{He}}/760$ 一般比 1 小得多。对空气标称的标准漏孔来说：

$$Q_{\min} = \frac{2\Delta N_0}{\Delta N} Q_{\text{标}} \frac{P_{\text{He}}}{760} \quad (\text{无 He 分流})$$

(2) 仪器有效灵敏度的校准：

如果用理论计算方法算出仪器有效灵敏度是很复杂的，甚至有时是不可能的。即使计算出个结果，由于分流比计算不会准确，所以有效灵敏度算不准确也就可想而知了。这是因为在计算时，所选取的泵抽速以及任意位置上阀门的流导选取得与实际情况不符合的缘故。如果采用一支可靠的标准漏孔，将其放在被检件的最远位置，那么在具体工作状态下实测有效灵敏度和反应时间则是极为简单而又实用的方法，也最符合实际情况，测出的结果也是极为准确的，应该广为采用。

具体校准办法：与仪器最佳灵敏度的校准大致相同。只不过在具体检漏工作状态下，节流阀尽量开大（隔离阀全开），但不一定能最大；而分流机械泵阀尽量关小，但不一定能关死，以仪器维持正常工作压强为准。分流机械泵有分流，使灵敏度会有所降低。具体分流大小可不管，它反映到输出信号降低上了，这就是用标准漏孔实际校准有效灵敏度的好处，所以结果是准确的。计算有效灵敏度时，同仪器最佳灵敏度一样进行 M 、 P'_{He} 、 T' 的修正、 $Q_{\text{标}}$ 是对空气而言，忽略掉温度修正，那么：

$$Q'_{\text{有效}} = \frac{2\Delta N'_0}{\Delta N'} Q'_{\text{标}} \frac{P'_{\text{He}}}{760} \quad (\text{存在分流})$$

检漏时一定要和校准时的工作状态一致，中间不得有任何调整，否则要重新校准。一般 $P'_{\text{He}}/760$ 比 1 小得多。如果分流机械泵阀能关死，那么 $Q'_{\text{有效}} = Q_{\min}$ 。

2. 检出漏孔的大小

当在被检件上检到一个漏孔后，可用与标准漏孔比较的方法确定其大小。因为在比较时 T' 相同，故不要修正；但 M' 和 P'_{He} 还是要修正的。与上述相同，如果 $Q'_{\text{标}}$ 是对空气而言，那么所检到的漏孔大小：

$$Q'_{\text{孔}} = \frac{\Delta N'_{\text{孔}}}{\Delta N'_{\text{标}}} Q'_{\text{标}} \frac{P'_{\text{He 标}}}{P'_{\text{He 孔}}} \quad (\text{有同样氦分流})$$

如果检出的漏孔与标准漏孔漏率极为相近，那么对二者可施同样的氦压强，既能使小孔显示，也不至使大孔的反映超出放大器的线性工作区，这样压强修正系数 $P'_{\text{He 标}}/P'_{\text{He 孔}} = 1$ 。但实际上，绝大多数情况下相差很远。所以不能施同样氦压强，否则不是小孔无反映就是大孔反应超过线性工作区。为准确地比较出孔的大小，分别所施的氦压强应能保证都在线性放大区读

数。在计算时只要将二者的读数修正到相同氦压强，代入公式后的压强修正系数均为 $P'_{\text{He标}}/P'_{\text{He孔}}$ 。以前的计算中该项为 1 一般是错误的。从理论上讲，只要将标准漏孔置于氦分流点以远，对灵敏度将是无影响的（校出的结果一样）。必须注意：在比较测量中，中间不得对任何参量进行调整。

3. 反应时间的标准漏孔校准法

理论计算具体检漏工作状态下的反应时间是极为复杂的，总反应时间也不等于各部分反应时间的代数。由于在计算反应时间时要用到几个位置的有效抽速，而在计算有效抽速时又用到泵抽速、任意位置时的阀门流导。阀门流导除了在全关死和全开启可以计算外，一般中间状态是无法计算的，而泵的抽速具体数值也是取不准的，为了计算方便往往作许多假设，又忽略掉某些部分的反应时间，这就与真实情况远不相同了，所以计算出的结果不准，或者根本无法计算。而用标准漏孔实测反应时间则是既简单又准确的好方法，应该广泛采用。

具体过程，如上图，将标准漏孔置于被检件上反应时间最长的位置，而且最好用隙缝型标准漏孔，施氮侧不得有过大的寄生空间，否则就要抽空再施氮，这样可以保证与真实检漏情况尽量接近。在上述有效灵敏度的校准过程中，在某一 $P'_{\text{He标}}$ 下表头净变化最大值为 $\Delta N_{\text{标}}$ （线性放大区读数），然后将氮抽掉，待本底稳定后，再开始以同样 $P'_{\text{He标}}$ 对标准漏孔施氮，并开始记时间。待信号增长净变化最大值的 63% 时停止记时，那么所经历的时间即为反应时间 τ 。变化 $\Delta N'_{\text{标}}$ 的 95% 的时间即为 3τ ，这也就是检漏时施氮并观察信号的时间。必须注意，如果用石英渗氮型标准漏孔，净变化最大值应该读放开漏孔后表头的最小稳定值减去本底，即 $\Delta N'_{\text{标}} = N'_{\text{标}} - N'_0$ 。它只能用测清除时间的方法来代替反应时间 τ 。也就是先测出 $\Delta N'_{\text{标}}$ ，然后关闭漏孔，待表头下降 $\Delta N'_{\text{标}}$ 的 63% 时所经历的时间即为清除时间。一般情况下反应时间与清除时间相等。

4. 关于定量问题

目前不少同志用喷吹法定量。这是不大准确的，因为仪表反应大小与喷吹技术和环境气流状况有关，喷吹只适于定位。定量时最好用氦罩法，这样不仅可以积分小漏孔，而且能提高总检灵敏度，也不至出现漏检现象，所以准确可靠。

参 考 文 献

- [1] 真空技术编辑部，真空技术（检漏技术讲义）1978 年增刊
- [2] R. B. Scott, Cryogenic Engineering P. 199