

假密封源氦加压检验技术中若干问题的探讨

徐卓, 史晨钟, 马妍, 张云

(原子高科股份有限公司, 北京 102413)

摘要:为解决在假密封源氦加压检漏技术中存在的问题,明确计算公式和检验方法,本研究利用分子流状态下漏率与温度、样品尺寸、漏孔两侧高低端压力的计算公式,推导得出假密封源的氦加压检漏公式。对推导后公式研究发现,通过指示漏率 R 计算实际标准漏率 L 时具有双值特性,须在细检漏后再进行粗检漏以排除大漏孔的存在;GB/T15849给出的计算公式为氦加压检漏公式在满足一定条件下(t_1 和 $t_2 \ll P_0 \times V/L$)的简化公式,直接使用会放大拒收点,导致结果错判。本研究讨论了在不同内腔体积和合格漏率条件下加压压力、加压时间和净化时间对拒收点的影响,结果表明:增大加压压力、延长加压时间以及缩短净化时间能够提高指示氦泄漏率 R ,从而提升检漏灵敏度,且当净化时间影响较小时,加压压力和时间需满足 $P_E t_1 \geq Q P_0^2 V / L^2$ 。给出了氦加压检漏试验条件选择原则。

关键词:假密封源; 氦加压检验; 检漏公式; 粗检漏; 细检漏

中图分类号: TL99; TL929

文献标志码: A

文章编号: 1000-7512(2024)03-0280-08

doi: [10.7538/tws.2023.youxian.031](https://doi.org/10.7538/tws.2023.youxian.031)

Discussion and Research on Some Issues in Helium Pressure Test Technology for Dummy Sealed Source

XU Zhuo, SHI Chenzhong, MA Yan, ZHANG Yun

(HTA Co., Ltd., Beijing 102413, China)

Abstract: In order to solve some problems existing in the helium pressure leak detection technology of the pseudo-sealed source and clarify the calculation formula and test method, the paper deduces the helium pressure leak detection formula of the pseudo-sealed source by using the calculation formula of leakage rate and temperature, sample size and, and high and low pressure on both sides of the leak hole under the state of molecular flow. Through the research of the derived formula, it shows the actual standard leakage rate L is characterized by double value when the indicating leakage rate R is used to calculate the actual standard leakage rate L . It is necessary to carry out crude leakage detection after fine leakage detection to eliminate the existence of large leakage holes; The calculation formula given by GB/T15849 is the simplified formula of helium pressure leak detection formula under certain conditions (t_1 and $t_2 \ll P_0 V / L$). Direct use will magnify the rejection point and lead to misjudged results. In this paper, the influence of pressure, pressure time and purification time on rejection points under different cavity volume and qualified leakage rate has been discussed. The results show that increasing the pressurization pressure, prolonging the pressurization time and shortening the purification time can improve the indicating helium leakage rate R , so as to improve

the leak detection sensitivity. When the influence of purification time is small, the pressurization pressure and time should meet $P_{Et_1} \geq QP_0^2 V/L^2$, and the selection principle of helium pressure test conditions is provided.

Key words: dummy sealed source; Helium pressure test; formula for leak detection; gross leak detection; fine leak detection

《密封放射源一般要求和分级》(GB4075—2009)标准^[1]规定,密封放射源在制造后均应进行分级试验,以评价其制造工艺的可靠性与稳定性,并验证在使用过程中该密封放射源的安全性能,确保其暴露于异常高温、低温、高压及振动等环境条件下放射性物质不会发生泄漏。检验结果是否通过则取决于密封放射源内容物是否泄漏,因此,泄漏检验是衡量密封放射源是否通过分级试验的唯一检验方法。

分级试验样品需采用同种类型源进行试验,包括样品源、假密封源或模拟源。为了在分级试验中尽量减少人员辐照计量,降低安全风险,避免放射性废物产生,对于满足“样品内腔体积 $>0.1\text{ cm}^3$ ”条件的密封源,通常选用假密封源作为试验样品进行分级试验。

根据密封放射源的泄漏检验方法规定,对不可浸出内容物,合格限值为实际标准氦泄漏率 $<1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$;对可浸出内容物或气态内容物,合格限值为实际标准氦泄漏率 $<1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ ^[2]。经焊接后的假密封源,无法采用放射性检验方法,又因其无任何管孔,无法采用抽真空检漏或正压检漏,而真空鼓泡法或热液体鼓泡法等粗检漏方法又不能满足氦泄漏率要求,因此只能采用氦加压检验法进行泄漏检验。

《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)标准^[2]中6.1.2节规定了假密封源的氦加压检漏规程和计算公式,但其与《Radiation Protection-Sealed Sources-leakage Test Methods》(ISO9978-2020)^[3]和《军用密封元器件检漏方法实施指南》(GJB/Z221-2005)^[4]等其他多项标准中对于该方法的要求上存在明显差异,本研究通过对比分析发现,1)GB/T15849仅规定了氦泄漏率 $<1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ 的细检漏程序,但ISO9978和GJB/Z221等标准在检漏程序上增加了粗检漏要求,即在完成细检漏后,还需进行粗检漏,以排除大漏孔的存在;2)氦加压检漏方法相同,但氦泄漏

率计算公式不一致;3)在GB/T15849中,指示氦泄漏率与实际标准氦泄漏率一一对应,但在其他标准中一个指示氦泄漏率对应两个实际标准氦泄漏率。上述差异均是由于氦加压检漏公式不同所致。因此,基于上述问题,本研究利用分子流状态下漏率公式,推导假密封源的氦加压检漏公式,通过检漏公式的差异以明确氦加压检漏的标准化流程。

1 氦加压检验方法对比分析

1.1 通用氦加压检验程序

氦加压检验又称氦质谱背压法或轰击法,因其灵敏度高,能进行批量化检测,主要应用于密封电气、电子、机电元器件及半导体元器件等的密封性筛选,该方法最早由英国Howl和Mann^[5]在上世纪60年代提出,随后被纳入美国Mil-STD-883等军用密封性试验标准中^[6]。我国对该方法的研究起源于上世纪70年代初期,在1976年正式将其作为可靠性筛选标准被列入电子元器件的密封性试验方法草案^[7]。目前该方法在《氦质谱仪背压检漏方法》(QJ3212-2005)^[8]、《电子及电气元件试验方法》(GJB360A-1996)^[9]及《军用密封元器件检漏方法实施指南》(GJBZ221-2005)等众多标准中均做了详细规定,其主要试验程序如下。

1)加压充氦。将密封件放入加压室,对加压室抽真空,再使用氦气对加压室进行缓慢加压至指定压力值 P_E ,并保压一定时间;2)净化。加压结束后缓慢泄压,将密封件从加压室中取出,使用氮气或干燥空气吹扫其表面,吹扫时间为 t_2 ;3)检漏。将密封件放入测量室,打开氦质谱检漏仪进行测量,再通过公式(1)计算指示氦泄漏率 R (也叫拒收点):

$$R = \frac{L \times P_E}{P_0} \times \sqrt{\frac{M_A}{M_{He}}} \times \left(1 - e^{-\sqrt{\frac{M_A}{M_{He}} \times L \times t_1 / P_0 \times V}} \right) \times e^{-\sqrt{\frac{M_A}{M_{He}} \times L \times t_2 / (P_0 \times V)}} \quad (1)$$

式中: P_E 为加压室内的加压压力, Pa; P_0 为大气压力, Pa; L 为等效标准漏率, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; R 为指示氦泄漏率, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; t_1 为加压时间, 系指加压和保压时间, s; t_2 为净化时间, 系指吹扫时间, s; V 为被测样品内部的空间体积, m^3 ; M_A 为空气的摩尔质量; M_{He} 为氦气的摩尔质量; 4) 细检漏合格后, 再用粗检漏方法进行检验, 以排除大漏。

1.2 氦加压检验方法的特点

氦加压检验方法主要通过对密封件施加氦气, 若密封件存在漏孔, 则氦气会通过漏孔进入密封件, 在氦质谱检漏仪上被检测到。通过对公式(1)研究后发现:(1)指示氦泄漏率 R 不仅与密封件漏孔大小有关, 还与充氦压力、加压时间、净化时间、内腔体积等因素有关, 表明即便对同一漏孔, 不同加压参数也会导致测量结果不一致;(2)无法通过公式(1)得到等效标准漏率 L 的准确表达式, 故通过设定加压压力、时间等参数得到 L 与 R 的关系曲线(图 1)。通过图 1 看出氦加压检漏技术的两个主要特点:(1)指示氦泄漏率 R 有极限值, 即检测范围有极限, 当漏孔漏率较大($>1 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)时无法进行检漏;(2)每一个指示氦泄漏率 R 对应两个等效标准漏率 L , 表明密封件可能存在一个大漏孔 L_1 或一个小漏孔 L_2 , 这主要是因为当密封件漏孔较大时, 在充压结束后到检测之前的净化时间段内, 密封件内的氦分压因氦气逃逸可能降至非常低的水平, 导致氦质谱检漏仪上的示数很小, 甚至低于检漏系统的有效最小可检漏率, 出现结果错判。因此, 依据氦加压检验方法的双值特性, 当对密封件进行氦加压检漏

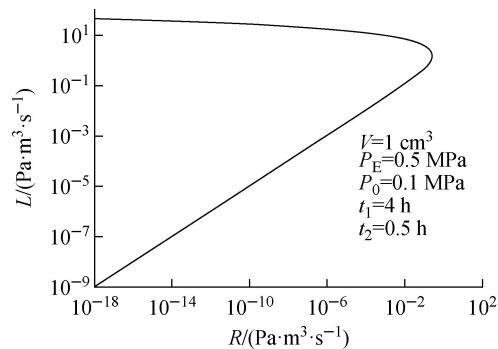


图 1 指示氦泄漏率 R 与等效标准漏率 L 关系曲线
Fig.1 The relation curve between indicated helium leak rate R and equivalent standard leak rate L

后, 还需进行粗检验, 以排除其存在大漏孔的可能性。

1.3 GB/T15849 中氦加压检验程序

《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)中规定氦加压检验的试验程序如下:(1) 将假密封源放入加压室内, 用氦气清除室内空气;(2) 将气室加压至规定的氦气压力, 并维持该压力到规定的时间;(3) 将气室泄压, 用干燥氦气冲洗或用挥发的氟代烃液体清洗假密封源, 将源转移至合适的真空室内, 按照公式(2)进行计算:

$$R = \frac{L^2 \times P \times t}{P_0^2 \times V} \quad (2)$$

式中: R 为指示氦泄漏率, $\mu\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; L 为在 $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 范围内的实际标准氦泄漏率, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; P_0 为标准大气压, $P_0 = 1.01325 \times 10^5 \text{ Pa}$; P 为加压室内的加压压力, Pa; t 为加压时间, s; V 为源内自由空间, m^3 。与其他如《氦质谱仪背压检漏方法》(QJ3212-2005)、《电子及电气元件试验方法方法》(GJB360A-1996)及《军用密封元器件检漏方法实施指南》(GJBZ221-2005)等标准中规定的氦加压检验方法在试验对象(均为密封件)、试验原理、漏率检测范围及加压充氦程序等方面均一致, 而不同点主要为:(1) 用于进行漏率换算的公式不同。(2) 合格判定标准 L 不同, 二者均以氦气作为示漏气体, 但公式(1)表征的是将漏孔的实际漏率由氦测量漏率转换为对干燥空气的等效标准漏率;而在密封放射源的泄漏检验方法中规定以漏孔的实际标准氦泄漏率作为合格判定标准, 即需将漏孔的实际漏率由氦测量漏率转换为对氦气的实际标准氦泄漏率。(3) 《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)中的氦加压检验程序缺少粗检漏步骤。

2 结果与分析

2.1 指示氦泄漏率 R 计算

上述三个标准中最大的差异是用于进行漏率换算的公式, 因此, 为验证《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)中氦加压检验公式的准确性, 通过公式推导得到指示氦泄漏率 R 与实际标准氦泄漏率 L 之间的表达式, 详细推导过程如下。

在分子流状态下, 漏率 R 按公式(3)计算^[10]。

$$R = \sqrt{\frac{T}{M_{He}}} \times F \times (P_H - P_L) \quad (3)$$

式中: R 为漏率, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; T 为环境温度, K ; M_{He} 为氦气分子量; F 为与漏孔几何尺寸有关的漏率参数; P_H 为高压端压力, Pa ; P_L 为低压端压力, Pa 。

由于密封源的合格判定是以实际标准氦泄漏率为评价标准, 因此需将漏率 R 转化为标准氦泄漏率。根据标准氦泄漏率的定义: 在 $(23 \pm 7)^\circ\text{C}$ 条件下, 入口压力为 $(10^5 \pm 5 \times 10^3) \text{ Pa}$, 出口压力不大于 10^3 Pa 时的氦泄漏率。故实际标准氦泄漏率 L 为:

$$L = \sqrt{\frac{T}{M_{He}}} \times F \times (P_0 - 0) = \sqrt{\frac{T}{M_{He}}} \times F \times P_0 \quad (4)$$

将式(3)带入式(4), 则漏率 R 与实际标准氦泄漏率 L 的关系为(5):

$$R = \frac{L \times (P_H - P_L)}{P_0} \quad (5)$$

当在加压室内对源内自由空间为 V 的密封源施加氦气压力为 P_E 时, 在 t 时刻漏孔外侧压力即高压端为恒定压力 P_E , 内侧压力即低压端随时间 t 变化, 为 $P(t)$, 则在 t 时刻, 漏孔漏率 R 为:

$$R = V \frac{dP(t)}{dt} = \frac{L \times (P_H - P_L)}{P_0} \quad (6)$$

式中: $P(t)$ 为 t 时刻漏孔内侧压力, Pa 。

对式(6)两边进行整理得式(7):

$$P_0 \times V \times \frac{dP(t)}{P_E - P(t)} = L \times dt \quad (7)$$

对式(7)两端同时进行积分, 并将初始条件 $t=0$ 时 $P(t)=0$, $t=t_1$ 时 $P(t)=P(t_1)$ 带入, 得到式(8)~(10):

$$\int P_0 \times V \times \frac{dP(t)}{P_E - P(t)} = \int L \times dt \quad (8)$$

$$-\int_0^{P(t_1)} \ln(P(t_1) - P_E) = \frac{L}{P_0 \times V} \int_0^{t_1} dt \quad (9)$$

$$P(t_1) = P_E \times \left(1 - e^{-L \times t_1 / (P_0 \times V)}\right) \quad (10)$$

式(10)给出了在加压室内加压压力为 P_E , 大气压为 P_0 , 源内自由空间为 V 的密封源经加压时间 t_1 后, 通过漏孔压入密封源内部的氦分

压 $P(t)$ 的表达式。

在 t_2 净化时间段内, 即将气室泄压, 用干燥氦气冲洗或用挥发的氟代烃液体清洗假密封源, 将源转移至合适的真空室内测量前的时间段内, 此时源内部氦分压为 $P(t_1)$, 外部为大气环境(空气中氦气含量为 5×10^{-6}), 可近似为氦真空环境, 氦分压为 0。漏孔内侧压力即高压端为 $P(t_1)$, 外侧压力即低压端为 0。

故可将式(6)转换为:

$$R = V \frac{-dP(t)}{dt} = \frac{L \times (P(t) - 0)}{P_0} \quad (11)$$

对式(11)整理后两端同时在 $t: 0-t_2$ 条件下进行积分得到式(12)~(14):

$$\int \frac{-dP(t)}{P(t)} = \frac{L}{P_0 \times V} \int dt \quad (12)$$

$$-\int_{P(t_1)}^{P(t_2)} \ln P(t) = \frac{L}{P_0 \times V} \int_0^{t_2} t \quad (13)$$

$$P(t_2) = P(t_1) e^{-L \times t_2 / (P_0 \times V)} = \\ P_E \times \left(1 - e^{-L \times t_1 / (P_0 \times V)}\right) \times e^{-L \times t_2 / (P_0 \times V)} \quad (14)$$

式(14)给出了经过净化时间段 t_2 后, 密封源内的氦分压由 $P(t_1)$ 降低至 $P(t_2)$ 的表达式。因此, 根据式(5)便可推导出在分子流状态下, 漏孔漏率 R 与实际标准氦泄漏率 L 的关系式(15), 此时, 高压端压力为漏孔内部氦分压 $P(t_2)$, 低压端压力为氦质谱检漏仪提供的真空环境, 即低压端压力为 0。式(15)为:

$$R = \frac{L \times (P_H - P_L)}{P_0} = \\ \frac{L \times P_E \times \left(1 - e^{-L \times t_1 / (P_0 \times V)}\right) \times e^{-L \times t_2 / (P_0 \times V)}}{P_0} \quad (15)$$

通过比较能够看出, 式 15 与《氦质谱仪背压检漏方法》(QJ3212-2005)、《电子及电气元件试验方法方法》(GJB360A-1996)及《军用密封元器件检漏方法实施指南》(GJBZ221-2005)等标准中给出的公式(1)和《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)给出的氦加压计算公式(2)均不一致。其中, 式(1)与式(15)相比多了系数 $\sqrt{M_A/M_{He}}$, 这主要是因为二者的评判标准不同, 式(1)是将测量漏率转换为等效标准漏率, 式(15)是将测量漏率转换为实际标准氦泄漏率; 式(2)与式(15)则显著不同, 由于《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)

等效采用《Radiation Protection-Sealed Radioactive Sources-Leakage Test Methods》(ISO9978-1992), 而该标准已于2020年7月完成第二次修订, 在修订版标准即ISO9978—2020中的氦加压检验公式引用了《Non-Destructive Testing-Leak Testing-Tracer Gas Method》(ISO20485—2018)中9.7

B.5节的Formula[5]^[11-12], 其与式(15)是相一致的。这表明当采用《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)中规定的氦加压检验公式进行计算时可能会导致结果错判。

2.2 氦加压检验公式简化

当 $0 < x \ll 1$ 时, $e^{-x} \approx 1-x$, 数据统计列于表1。

表1 e^{-x} 与 $1-x$ 数据统计

Table 1 Statistical of e^{-x} and $1-x$

统计	x的不同取值时 e^{-x} 与 $1-x$ 的数据						
	10^{-1}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}	10^{-7}
e^{-x}	0.904 837	0.990 05	0.999	0.999 9	0.999 99	0.999 999	0.999 999 9
$1-x$	0.900 000	0.990 00	0.999	0.999 9	0.999 99	0.999 999	0.999 999 9
$e^{-x}/1-x$	1.005 375	1.000 05	1.000 001	1	1	1	1

通过表1数据得知, 当 $x \leq 0.1$ 时, $e^{-x} \approx 1-x$, 在公式(15)中, P_0 为大气压, V 和 L 均为密封源固有参数, 其中, V 为密封源内部自由空间体积, L 为实际标准氦泄漏率, 对不可浸出内容物, L 取 $1 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; 对可浸出内容物或气态内容物, L 取 $1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 。故令 $\tau = P_0 \times V / L$, 则式(15)可修改为式(16)。

$$R = \frac{L \times P_E \times (1 - e^{-t_1/\tau}) \times e^{-t_2/\tau}}{P_0} \quad (16)$$

当满足 t_1 和 $t_2 \ll \tau$ 时, 此时 $1 - e^{-t_1/\tau} \approx t_1/\tau$, $e^{-t_2/\tau} \approx 1$, 则式(16)可简化为:

$$\begin{aligned} R &= \frac{L \times P_E \times (1 - e^{-t_1/\tau}) \times e^{-t_2/\tau}}{P_0} = \\ &\frac{L \times P_E \times t_1/\tau \times 1}{P_0} = \frac{L \times P_E \times t_1/\tau \times 1}{P_0} = \\ &\frac{L^2 \times P_E \times t_1}{P_0^2 \times V} \end{aligned} \quad (17)$$

将式(17)与式(2)比较后发现二者一致, 表明《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)给出的氦加压计算公式是在满足一定条件下的简化公式, 而标准中并未对该条件进行描述, 故当直接采用式(2)进行计算时, 可能会造成结果误判, 从而导致试验失败。

不同公式计算得到的指示氦泄漏率对比示于图2, 由图2可以看出, 对于同一假密封源, 经式(15)计算得到的指示氦泄漏率 R 大于经简化公式(17)计算得到的指示氦泄漏率 R' ; 当加压压力 P_E 、大气压 P_0 、加压时间 t_1 和净化时间 t_2 均不变时, 源内自由体积 V 较小($V \leq 1 \text{ cm}^3$)时,

$R < R'$, 且随着 V 的不断减小, 二者数值差距逐渐增大, 而随着源内自由体积 V 逐渐增大至 1 cm^3 或更大时, R 与 R' 数值差距逐渐收敛。表明对于自由体积 V 较大的假密封源, 无论采用哪个公式计算均可, 但对于自由体积 V 较小的假密封源, 采用简化公式则会放宽判定条件, 导致结果出现误判。

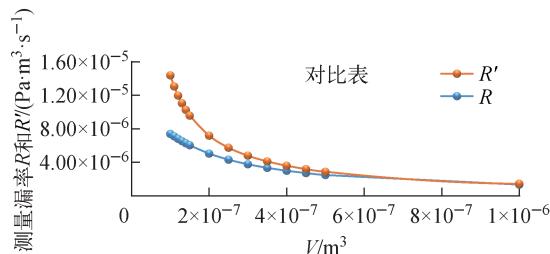


图2 R 与 R' 的关系图

Fig.2 Diagram of R and R'

2.3 指示氦泄漏率 R 的双值判断

通过前面的分析能够得到, 1)当采用氦质谱检漏仪对加压后的假密封源进行氦质谱检漏时, 每一个测量漏率即指示氦泄漏率 R 对应两个实际标准氦泄漏率, 表明可能存在一个大漏孔 L_1 或一个小漏孔 L_2 。主要是因为当漏孔较大时, 在充压结束后到检测之前的净化时间段 t_2 内, 密封件内的氦分压可能降至非常低的水平, 导致氦质谱检漏仪上的示数很小, 甚至低于检漏系统的有效最小可检漏率; 2)测量漏率 R 有极限值, 即检测范围有极限, 当漏孔漏率较大时无法进行检漏。而采用式(17)进行计算时, 虽然也会得到双值, 但该双值对应的为绝对

值相同的 $\pm L$, 由于实际标准氦泄漏率不可能为负值, 所以当直接应用《密封放射源的泄漏检验方法》(GB/T15849—1995)给出的氦加压计算公式(1)时, 不仅导致判定条件放宽, 同时缺少粗检漏检验, 导致当假密封源存在较大漏孔时无法进行鉴别, 引起结果误判。

2.4 氦加压检验参数选择

由氦质谱仪和真空室等组成的检漏系统具有一定的灵敏度, 在进行氦加压检漏时, 为保证经加压净化后的假密封源指示氦泄漏率 R 高于检漏系统的最小可检漏率(以下简称检漏系统灵敏度), 即在氦质谱仪上有明确输出指示, 需选择合适的加压压力 P_E 、加压时间 t_1 和净化时间 t_2 。为说明上述实验参数与检漏系统灵敏度、

假密封源内腔体积 V 和 L 之间关系, 现以内腔体积分别为 $1\times10^{-7}\text{ m}^3$ 、 $5\times10^{-7}\text{ m}^3$ 、 $1\times10^{-6}\text{ m}^3$ 和 $5\times10^{-6}\text{ m}^3$, 合格漏率分别为 $1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ 和 $1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ 共8种样品为例, 根据式(15)和式(17)分别计算指示氦泄漏率 R 和 R' , 检漏系统灵敏度为 $3\times10^{-9}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, 表明当测量漏率小于该值时为不可测漏率, 记为 \odot , 结果分别列于表2~表9。

通过表2~表9数据看出, 1)增大加压压力、延长加压时间以及缩短净化时间能够提高指示氦泄漏率 R , 提升检漏灵敏度; 2)对内腔体积不同的样品, 指示氦泄漏率 R 随密封源内腔体积 V 不断增大而不断变小, 而净化时间则随内腔体积 V 不断增大几乎对 R 无影响, 这也为

表2 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=1\times10^{-7}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 2 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	4.98×10^{-6}	4.83×10^{-6}	4.69×10^{-6}	4.55×10^{-6}	4.42×10^{-6}	4.29×10^{-6}	7.20×10^{-6}
10 800	6.41×10^{-6}	6.22×10^{-6}	6.04×10^{-6}	5.86×10^{-6}	5.68×10^{-6}	5.52×10^{-6}	1.08×10^{-5}
14 400	7.41×10^{-6}	7.19×10^{-6}	6.97×10^{-6}	6.77×10^{-6}	6.57×10^{-6}	6.37×10^{-6}	1.44×10^{-5}
18 000	8.10×10^{-6}	7.86×10^{-6}	7.63×10^{-6}	7.40×10^{-6}	7.18×10^{-6}	6.97×10^{-6}	1.80×10^{-5}
21 600	8.59×10^{-6}	8.33×10^{-6}	8.09×10^{-6}	7.85×10^{-6}	7.61×10^{-6}	7.39×10^{-6}	2.16×10^{-5}

表3 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=5\times10^{-7}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 3 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	1.33×10^{-6}	1.33×10^{-6}	1.32×10^{-6}	1.31×10^{-6}	1.30×10^{-6}	1.29×10^{-6}	1.44×10^{-6}
10 800	1.93×10^{-6}	1.92×10^{-6}	1.91×10^{-6}	1.90×10^{-6}	1.89×10^{-6}	1.87×10^{-6}	2.16×10^{-6}
14 400	2.49×10^{-6}	2.47×10^{-6}	2.46×10^{-6}	2.44×10^{-6}	2.43×10^{-6}	2.41×10^{-6}	2.88×10^{-6}
18 000	3.01×10^{-6}	2.99×10^{-6}	2.97×10^{-6}	2.95×10^{-6}	2.93×10^{-6}	2.92×10^{-6}	3.60×10^{-6}
21 600	3.49×10^{-6}	3.47×10^{-6}	3.45×10^{-6}	3.42×10^{-6}	3.40×10^{-6}	3.38×10^{-6}	4.32×10^{-6}

表4 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=1\times10^{-6}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 4 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	6.93×10^{-7}	6.91×10^{-7}	6.88×10^{-7}	6.86×10^{-7}	6.84×10^{-7}	6.82×10^{-7}	7.20×10^{-7}
10 800	1.02×10^{-6}	1.02×10^{-6}	1.01×10^{-6}	1.01×10^{-6}	1.01×10^{-6}	1.01×10^{-6}	1.08×10^{-6}
14 400	1.34×10^{-6}	1.33×10^{-6}	1.33×10^{-6}	1.33×10^{-6}	1.32×10^{-6}	1.32×10^{-6}	1.44×10^{-6}
18 000	1.64×10^{-6}	1.64×10^{-6}	1.63×10^{-6}	1.63×10^{-6}	1.62×10^{-6}	1.62×10^{-6}	1.80×10^{-6}
21 600	1.94×10^{-6}	1.93×10^{-6}	1.93×10^{-6}	1.92×10^{-6}	1.91×10^{-6}	1.91×10^{-6}	2.16×10^{-6}

表 5 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=5\times10^{-6}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 5 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

 $(V=5\times10^{-6}\text{ m}^3, L=1\times10^{-6}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}, P_E=1.01\times10^6\text{ Pa})$

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	1.43×10^{-7}	1.43×10^{-7}	1.43×10^{-7}	1.43×10^{-7}	1.43×10^{-7}	1.42×10^{-7}	1.44×10^{-7}
10 800	2.14×10^{-7}	2.13×10^{-7}	2.13×10^{-7}	2.13×10^{-7}	2.13×10^{-7}	2.13×10^{-7}	2.16×10^{-7}
14 400	2.84×10^{-7}	2.84×10^{-7}	2.83×10^{-7}	2.83×10^{-7}	2.83×10^{-7}	2.83×10^{-7}	2.88×10^{-7}
18 000	3.53×10^{-7}	3.53×10^{-7}	3.53×10^{-7}	3.53×10^{-7}	3.53×10^{-7}	3.52×10^{-7}	3.60×10^{-7}
21 600	4.23×10^{-7}	4.22×10^{-7}	4.22×10^{-7}	4.22×10^{-7}	4.22×10^{-7}	4.21×10^{-7}	4.32×10^{-7}

表 6 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=1\times10^{-7}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 6 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

 $(V=1\times10^{-7}\text{ m}^3, L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}, P_E=1.01\times10^6\text{ Pa})$

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	7.17×10^{-10}	7.17×10^{-10}	7.16×10^{-10}	7.16×10^{-10}	7.16×10^{-10}	7.16×10^{-10}	7.20×10^{-10}
10 800	1.07×10^{-9}	1.07×10^{-9}	1.07×10^{-9}	1.07×10^{-9}	1.07×10^{-9}	1.07×10^{-9}	1.08×10^{-9}
14 400	1.43×10^{-9}	1.43×10^{-9}	1.43×10^{-9}	1.43×10^{-9}	1.43×10^{-9}	1.43×10^{-9}	1.44×10^{-9}
18 000	1.78×10^{-9}	1.78×10^{-9}	1.78×10^{-9}	1.78×10^{-9}	1.78×10^{-9}	1.78×10^{-9}	1.80×10^{-9}
21 600	2.14×10^{-9}	2.14×10^{-9}	2.13×10^{-9}	2.13×10^{-9}	2.13×10^{-9}	2.13×10^{-9}	2.16×10^{-9}

表 7 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=5\times10^{-7}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 7 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

 $(V=5\times10^{-7}\text{ m}^3, L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}, P_E=1.01\times10^6\text{ Pa})$

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}
10 800	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}
14 400	2.88×10^{-10}	2.88×10^{-10}	2.88×10^{-10}	2.88×10^{-10}	2.87×10^{-10}	2.87×10^{-10}	2.88×10^{-10}
18 000	3.59×10^{-10}	3.59×10^{-10}	3.59×10^{-10}	3.59×10^{-10}	3.59×10^{-10}	3.59×10^{-10}	3.60×10^{-10}
21 600	4.31×10^{-10}	4.31×10^{-10}	4.31×10^{-10}	4.31×10^{-10}	4.31×10^{-10}	4.31×10^{-10}	4.32×10^{-10}

表 8 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=1\times10^{-6}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 8 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

 $(V=1\times10^{-6}\text{ m}^3, L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}, P_E=1.01\times10^6\text{ Pa})$

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	7.20×10^{-11}	7.20×10^{-11}	7.20×10^{-11}	7.20×10^{-11}	7.20×10^{-11}	7.20×10^{-11}	7.20×10^{-11}
10 800	1.08×10^{-10}	1.08×10^{-10}	1.08×10^{-10}	1.08×10^{-10}	1.08×10^{-10}	1.08×10^{-10}	1.08×10^{-10}
14 400	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}	1.44×10^{-10}
18 000	1.80×10^{-10}	1.80×10^{-10}	1.80×10^{-10}	1.80×10^{-10}	1.80×10^{-10}	1.80×10^{-10}	1.80×10^{-10}
21 600	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}	2.16×10^{-10}

充分去除样品表面吸附的氦气提供了充裕时间窗口, R' 与 R 差值随密封源内腔体积 V 不断变大而逐渐收敛; 3)当样品合格漏率 $L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ 时, 在设定条件下的全部计算结

果均小于检漏系统灵敏度, 均为不可测漏率, 且净化时间对测量漏率影响极小, 此时经简化公式计算得到的 R' 与 R 几乎一致, 表明对于源芯“可浸出”或气体源的氦加压检漏, 唯有增加加

表 9 样品在不同净化时刻指示氦泄漏率($V=5\times10^{-6}\text{ m}^3$, $L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$, $P_E=1.01\times10^6\text{ Pa}$)

Table 9 Indicated helium leak rate of the sample at different purification moments

 $(V=5\times10^{-6}\text{ m}^3, L=1\times10^{-8}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}, P_E=1.01\times10^6\text{ Pa})$

加压时间 t_1/s	不同净化时间 t_2/s 下的 $R/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$						$R'/(\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1})$
	300	600	900	1 200	1 500	1 800	
7 200	1.44×10^{-11}	1.44×10^{-11}	1.44×10^{-11}	1.44×10^{-11}	1.44×10^{-11}	1.44×10^{-11}	1.44×10^{-11}
10 800	2.16×10^{-11}	2.16×10^{-11}	2.16×10^{-11}	2.16×10^{-11}	2.16×10^{-11}	2.16×10^{-11}	2.16×10^{-11}
14 400	2.88×10^{-11}	2.88×10^{-11}	2.88×10^{-11}	2.88×10^{-11}	2.88×10^{-11}	2.88×10^{-11}	2.88×10^{-11}
18 000	3.60×10^{-11}	3.60×10^{-11}	3.60×10^{-11}	3.60×10^{-11}	3.60×10^{-11}	3.60×10^{-11}	3.60×10^{-11}
21 600	4.32×10^{-11}	4.32×10^{-11}	4.32×10^{-11}	4.32×10^{-11}	4.32×10^{-11}	4.32×10^{-11}	4.32×10^{-11}

压压力, 延长加压时间才能提高指示氦泄漏率 R , 保证样品可检。假定检漏系统灵敏度为 Q , 由于 R' 与 R 几乎一致, 此时采用简化公式(17)进行计算, 需满足 $R = \frac{L^2 \times P_E \times t_1}{P_0^2 \times V} \geq Q$, 则 P_E 和 t_1 需满足:

$$P_E \times t_1 \geq \frac{Q \times P_0^2 \times V}{L^2} \quad (18)$$

3 结论

本研究通过公式推导得到了在分子流状态下的完整版氦质谱检漏公式(15), 并得出以下结论。

1) 将公式(15)与ISO9978-2020版(即ISO9978-1992/GB/T15849—1995修订版)公式进行对比, 发现二者一致, 表明GB/T15849中该部分内容需要进行修订, 否则会导致结果错判, 同时, 本研究还对公式(15)进行条件简化分析, 发现GB/T15849给出的氦加压检漏公式为在满足一定条件下(t_1 和 $t_2 \ll P_0 \times V / L$)的简化公式, 并给出了内腔体积 V 与指示氦泄漏率 R 和 R' 关系曲线。

2) 用氦质谱背压法进行检漏时, 会出现双值问题, 本研究对该问题进行解释并提出解决方案, 即氦质谱背压检漏包括粗检漏和细检漏两项检验, 实验顺序为先对样品进行细检漏, 再进行粗检漏(以防止粗检漏过程中对漏孔形成阻塞, 导致细检漏无效), 其中, 粗检漏方法宜采用GB/T15849推荐的鼓泡泄漏检验方法。

3) 通过设定不同检漏参数, 明确了对不同内腔体积 V 和不同合格漏率 L 的样品, 在进行氦加压检漏时加压压力、加压时间和净化时间的选择, 并给出了当净化时间对指示氦泄漏率 R 几乎无影响时, 加压压力与加压时间需满足的条件公式。

参考文献:

- [1] 段利民, 龚凌凌. GB4075—2009 密封放射源一般要求和分级[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [2] 核工业标准化研究所. GB/T15849—1995 密封放射源的泄漏检验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1996.
- [3] ISO.9978-2020 Radiation protection-sealed sources-leakage test methods[S]. Switzerland: ISO Copyright Office, 2020.
- [4] 国防科技工业标准化研究中心, 北京航空航天大学. GJBZ221-2005 军用密封元器件检漏方法实施指南[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [5] Howl D A, Mann C A. The back-pressurising technique of leak-testing[J]. Vacuum, 1965, 15(7): 347-352.
- [6] MIL-STD 883. Method1014. Test methods and procedures for microelectronics[S]. US: Department of Defense, 1995.
- [7] 刘衍捷. 充压法氦质谱检漏的器件漏率双值求解和粗、细检漏的可靠衔接[D]. 苏州: 苏州大学, 2006.
- [8] 闫荣鑫, 吴孝俭, 王振武, 等. QJ3212-2005 氦质谱仪背压检漏方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [9] 国防科学技术委员会. GJB360A-1996 电子及电气元件试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1996.
- [10] 薛大同. 氦质谱检漏仪背压检漏标准剖析及非标漏率计算程序[J]. 真空科学与技术学报, 2005, 25(z1): 7. Xue Datong. Standards of back-pressurizing leak detection and non-standardized numerical calculation of leak rate[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2005, 25(z1): 7.
- [11] 张云, 徐卓, 杨柳, 等. 放射性同位素制品技术标准建设的现状与思考[J]. 同位素, 2022, 35(2): 144-150. Zhang Yun, Xu Zhuo, Yang Liu. Present situation and consideration of the construction of technical standards for radioisotope products[J]. Journal of Isotopes, 2022, 35(2): 144-150.
- [12] BS EN ISO 20485. Non-destructive testing-leak testing-tracer gas method[S].[S.l.]: BSI Standards Publication, 2018.