



中华人民共和国国家标准

GB/T 16775—1997

低温容器漏气速率测定方法

Test methods for leak rate of cryogenic containers

1997-05-05 发布

1998-01-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

制定本标准时,在编排格式上依据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》进行;未见到等同或等效采用的国际标准。本标准与 GB 5458—85《液氮生物容器》和 GB 14174—93《大口径液氮容器》同属低温容器系列标准。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准起草单位:国家低温容器质量监督检验中心。

本标准主要起草人:曹慎诚、冯毅明、聂裕民、梅冬生、毕龙生。

中华人民共和国国家标准

低温容器漏气速率测定方法

GB/T 16775—1997

Test methods for leak rate of cryogenic containers

1 范围

本标准规定了低温容器漏气速率(简称漏率)的检验原理、装置、试样、条件、准备、程序、结果的说明和检验报告。

本标准适用于采用真空绝热型的低温容器、低温介质输送管路及低温阀门的漏率检验。也适用于一般真空容器及其他容器的漏率检验。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6308.1—86 橡胶密封真空规管接头(neq ISO 1609)

GB 6308.2—86 金属密封真空规管接头(neq ISO 3669)

GB/T 4844.1—95 工业氮气

QJ 2040.2—91 标准漏孔的校准方法 相对校准方法

QJ 2651—94 真空封口接头

QJ 2675.1—94 低温容器性能试验方法 夹层真空度试验

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 检漏 leak detection

检测漏气部位及其漏率大小的过程。

3.2 有效最小可检漏率 effective minimum detectable leak rate

当检漏仪输出表存在本底噪声时,将仪器及外部检漏系统调整到具体检漏工作状态(允许有分流),当示漏气体通过被检件上的漏孔时,全部(或部分)示漏气体进入检漏仪,在此情况下所能检出的最小漏率。

3.3 动态检漏法 dynamic method of leak test

在被检件抽气过程中,将示漏气体施加到被检件表面,存在漏孔时,示漏气体将被吸入真空系统,用接在真空系统上的检漏仪检出漏孔。

3.4 累积检漏法 accumulation method of leak test

在被检件抽到一定真空度后,用累积阀将被检件与真空系统隔离,将示漏气体施加到被检件表面,存在漏孔时,示漏气体将被吸入被检件内累积起来。达到预定时间后将累积阀打开,用接在真空系统上的检漏仪检出微小漏孔累积后的漏气信号。

3.5 氦罩法 helium hood method

国家技术监督局 1997-05-05 批准

1998-01-01 实施

用密封的罩将被检件包起来,罩内充以已知浓度的示漏气体(氦),用氦质谱检漏仪进行检漏的一种方法。将被检件全部包起来的叫全氦罩法;将被检件局部罩住的叫局部氦罩法。

3.6 喷吹法 spray method

由示漏气体喷枪喷射出细小的氦气流,在被检件上扫描到漏孔时,氦分子就被吸入并由氦质谱检漏仪显示。

3.7 静态升压检漏法 leak detection method of static rise pressure

被检件抽到预定压力后,用阀门与真空泵隔离,测定出压力-时间曲线来确定漏率的方法。

3.8 反应时间 responsive time

从示漏气体施加到漏孔进气端开始,到检漏仪净偏转达到最大漏气信号的 63% 所经历的时间,用 t 表示。它与漏孔大小及施氦浓度无关。

3.9 观察时间 observe time

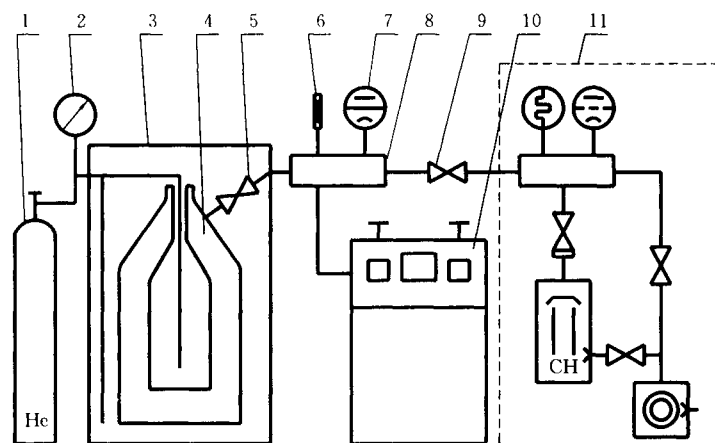
从示漏气体施加到漏孔进气端开始,到检漏仪净偏转达到最大漏气信号的 90% 所经历的时间,观察时间等于 2.3 倍反应时间。

4 原理

4.1 检验原理

存有漏孔的被检容器被接有氦质谱检漏仪(以下简称检漏仪)的真空系统抽到一定真空度后,用喷吹法或氦罩法从外部施加的氦气通过漏孔进入真空系统,由检漏仪指示出漏孔的大小和位置。

4.2 动态检漏法漏率检验原理示意图(见图 1)

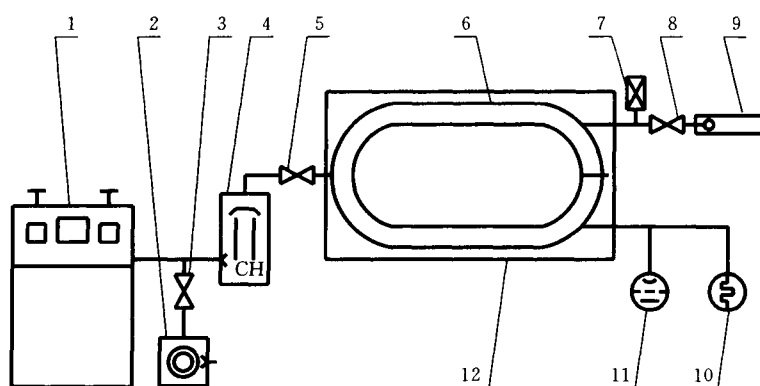


1—氦气瓶;2—压力表;3—氦罩;4—低温容器;5—封口阀;6—标准漏孔;7—热阴极电离真空计;8—抽气管路;9—真空阀门;
10—检漏仪;11—真空机组

注:图 1 中的检漏仪也可接在扩散泵排气口与前级管路阀之间的管路上。

图 1 动态检漏法漏率检验原理示意图

4.3 累积检漏法漏率检验原理示意图(见图 2)。



1—检漏仪；2—真空泵；3—真空阀门；4—油扩散泵；5—累积阀；6—低温容器；7—通道型标准漏孔；8—标准漏孔阀；9—渗氦型标准漏孔；
10—热传导真空计；11—热阴极电离真空计；12—氦气罩

图 2 累积检漏法漏率检验原理示意图

5 装置

装置的组成：被检容器的漏率检验装置由检漏仪、真空机组、真空计、真空泵、真空阀门、抽气管路、标准漏孔、示漏气源等组成。

5.1 检漏仪

5.1.1 检漏仪的最小可检漏率，应满足被检容器的漏率指标要求。

5.1.2 常用的检漏仪最小可检漏率应小于 $5 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ 。

5.2 真空机组

5.2.1 真空机组选用油扩散泵机组、涡轮分子泵机组或机械真空泵等。

5.2.2 真空机组的极限真空度优于 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 。

5.2.3 真空机组的抽速根据被检容器的大小、封口阀通径及抽气时间合理确定。

5.2.4 机械真空泵的极限真空度优于 $2 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 。

5.3 真空计

5.3.1 真空计的型号、量程和精度应符合 QJ 2675.1—94 中 5.2.1 表 1 的规定。

5.3.2 真空计定期计量校准合格，并在有效期内使用。

5.4 真空阀门

真空阀门选用开启灵活的高真空阀。

5.5 抽气管路

5.5.1 抽气管路上安装标准漏孔和真空规管的接头符合 GB 6308.1 或 GB 6308.2 的规定。

5.5.2 抽气管路的漏率小于 $1 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ 。

5.5.3 抽气管路与被检容器的连接可采用金属软管。

5.6 标准漏孔

5.6.1 根据被检容器的允许漏率值选择合适的标准漏孔。

5.6.2 标准漏孔的类型主要有薄膜渗氦型和通道型。

5.6.3 标准漏孔的检定按 QJ 2040.2 的规定进行。

5.7 示漏气源

按本标准 8.5 规定执行。

6 试样

6.1 封口阀

6.1.1 被检容器应备有可重复开启的真空封口阀或真空封口接头。

6.1.2 封口阀或封口接头的漏率小于 $1 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ 。

6.1.3 封口接头符合 QJ 2651 的有关规定。

6.2 被检容器

6.2.1 检漏前对被检容器进行清洁处理工作,剔除焊缝上的多余物,清洗、去油、加热烘烤,以疏通存在的漏孔。

6.2.2 检漏前不应在被检部位涂真空泥、油脂或喷漆。否则重复 6.2.1。

7 条件

7.1 环境要清洁、干燥。

7.2 室内通风良好,气流平稳,不应有涡流;室外现场应采取相应措施。

7.3 不应有强电磁干扰和强烈振动。

7.4 环境温度应在 $10 \sim 35^\circ\text{C}$, 检验周期内温度波动小于 $\pm 3^\circ\text{C}$ 。

7.5 备有温度和大气压力监测装置。

8 准备

8.1 检漏仪的校准

8.1.1 检漏前严格按仪器使用说明书调整各项参数,调准氮峰,使检漏仪达到最佳工作状态。

8.1.2 用检漏仪自带的渗氮型标准漏孔校准出仪器最小可检漏率 $Q_{\min}$ 。

8.2 确定检验方法

8.2.1 在动态检漏法有效最小可检漏率符合要求时,采用动态检漏法。

8.2.2 当动态检漏法有效最小可检漏率不符合要求时,采用累积检漏法。

8.2.3 按 9.1.7 校验的反映时间 $t > 5 \text{ min}$ 时,采用累积检漏法。

8.2.4 粗检可采用静态升压检漏法或喷吹法。

8.3 检验装置的清洁处理与调试

8.3.1 抽气管路应事先清洗、烘干、检漏,漏率小于 $1 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{L/s}$ 。

8.3.2 检漏前,检验装置应事先运转、调试,保持正常工作状态。

8.4 氮罩

8.4.1 采用全氮罩法时,在检漏前根据被检容器的大小、形状制造相适应的氮气罩。

8.4.2 氮罩可选用 $0.07 \sim 0.15 \text{ mm}$ 厚的塑料膜制成,应具有一定的气密性。

8.5 氮气

示漏气体采用氮气,氮气应用钢瓶盛装并符合标准 GB/T 4844.1 的规定。

9 程序

9.1 动态检漏法

9.1.1 按被检容器的容积、封口接头或封口阀的大小,选择相适应的检验装置连接,其连接处应密封可靠。

9.1.2 开启真空机组对被检容器抽气。

9.1.3 检漏前,按 8.1 校准检漏仪。

9.1.4 在保证质谱室维持正常工作真空度条件下,将检漏仪节流阀缓缓打开,同时将真空阀门 9 逐渐

关小。以节流阀全开启,真空阀门 9 全关闭为最佳。

9.1.5 采用喷吹或局部氮罩法进行粗检。

9.1.6 在具体检漏状况下,用外接通道型标准漏孔 6 可校验出检漏时有效最小可检漏率 Q_e 。在检漏过程中不对仪器参数和阀门进行调节。在真空阀门 9 全关闭的情况下, Q_e 等于仪器最小可检漏率 $Q_{\min}$ 。

9.1.7 校验反应时间 t

a) 被检容器上无标准漏孔时,如图 1 所示,可利用标准漏孔 6 首先校准出反应时间 t_2 。然后在检漏状态下计算出被检容器至标准漏孔 6 的反应时间 t_1 ;扩散泵对真空夹层容积 V 的有效抽速为 S_e 时, t_1 等于 V 除以 S_e 。总反应时间 t 可取 t_1 与 t_2 之和;

b) 被检容器上装有标准漏孔时,可利用标准漏孔在检漏状态下直接校准出反应时间 t 。

9.1.8 观察时间按 $2.3t$ 确定。

9.1.9 用氮罩法检漏

a) 将氮罩套在被检容器上并密封好;

b) 将检漏仪节流阀逐渐打开、真空阀门 9 逐渐关小,在维持检漏仪质谱室正常工作压力的情况下(以节流阀全部打开、真空阀门 9 全部关闭为最佳)向氮罩及内胆充入已知浓度的氮气;

c) 在规定的观察时间观察信号并记录。

9.1.10 检漏完毕后,按 9.1.6 重新校验 Q_e ,并与检漏前的数值比较。若有效最小可检漏率数值符合要求,则中间检漏有效。否则重复 9.1.6、9.1.9 的 b) 和 c)。

9.2 累积检漏法

9.2.1 参照 9.1.1~9.1.5 进行,以真空阀门 3 代替上述真空阀门 9。

9.2.2 在检漏状态稳定后,测出观察时间或累积时间内的仪器输出漂移量即为检漏仪本底漂移量。

9.2.3 关标准漏孔阀 8,夹层真空度抽到符合专用技术条件且稳定后,关累积阀 5。累积 0.5 h 或 1 h 时迅速打开累积阀(质谱室内真空度在正常工作真空度范围内,以下同)。记录仪器输出最大值 $I_{\max}$ 。扣除本底及本底漂移量后即为本底累积变化值 ΔI_0 。

9.2.4 打开累积阀 5 和标准漏孔阀 8 进行抽气。夹层真空度抽到符合专业技术条件且稳定后,关累积阀 5。累计 0.5 h 或 1 h 时迅速打开累积阀 5,记录仪器输出最大值 I_1 。扣除本底及本底漂移量后即为标准漏孔累积变化值 ΔI_1 。

9.2.5 开累积阀 5,关标准漏孔阀 8 进行抽气。将被检容器用氮罩全部罩住。待夹层真空度抽到符合专用技术条件且稳定后,分别向罩内及内胆充入已知浓度的氮气,并注意仪器输出变化。如有增大的信号,说明有大漏,可用局部氮罩法或喷吹法定位漏孔并临时消除;若仪器输出无增大,关累积阀 5。累计 0.5 h 或 1 h 时迅速打开累积阀 5,记录仪器输出的最大值 I_2 。扣除本底及本底漂移量后,即为真空夹层检漏累积变化值 ΔI_2 。

10 结果的说明

10.1 动态检漏法

10.1.1 检漏仪最小可检漏率按式(1)计算:

$$Q_{\min} = \frac{I_n}{I_{sp} - I_0} Q_{sp} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $Q_{\min}$ ——仪器最小可检漏率, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$;

I_n ——仪器输出噪声或最小可读信号, V;

I_{sp} ——放开检漏仪自带渗氮型标准漏孔后,输出仪表指示的最小稳定值, V;

I_0 ——本底, V;

Q_{sp} ——渗氮型标准漏孔标称值, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$ 。

10.1.2 检漏时有效最小可检漏率按式(2)计算:

$$Q_e = \frac{I_n}{I_{sc} - I_0} Q_{sc} \frac{P_{sc}}{101\,325} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: Q_e ——检漏时有效最小可检漏率, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$;

I_{sc} ——对外接通道型标准漏孔施氮分压力 P_{sc} 时, 仪表指示最大稳定值, V ;

Q_{sc} ——通道型标准漏孔标称值, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$;

P_{sc} ——对通道型漏孔所施氮分压力, Pa 。

10.1.3 漏孔漏率由式(3)计算:

$$Q_L = \frac{I_V - I_0}{I_{sc} - I_0} Q_{sc} \frac{P_{sc}}{P_V} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: Q_L ——真空夹层漏率, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$;

I_V ——容器施氮分压 P_V 时仪表输出指示值, V ;

P_V ——容器所施氮分压力, Pa 。

被检容器施氮后, 未发现仪表指示值增大时, $Q_L < Q_e$ 。

10.2 累积检漏法

a) 累积时间为 T 时, 有效最小可检漏率按式(4)计算:

$$Q_{eT} = \frac{I_n}{\Delta I_1 - \Delta I_0} Q_{sp} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: Q_{eT} ——累积时间为 T 时有效最小可检漏率, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$;

ΔI_1 ——标准漏孔累积变化值, V 。

b) 检出漏孔漏率大小按式(5)计算:

$$Q_L = \frac{\Delta I_2 - \Delta I_0}{\Delta I_1 - \Delta I_0} Q_{sp} \frac{101\,325}{P_V} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: Q_L ——真空夹层漏率, $\text{Pa} \cdot \text{L/s}$;

ΔI_2 ——真空夹层检漏累积变化值, V 。

被检容器施氮后, 累积变化值与本底累积变化值相等时, 则 $Q_L < Q_{eT}$ 。

11 检验报告

检验报告内容包括如下项目:

- a) 试样名称、型号规格、产品编号、出厂日期;
- b) 受检单位、来样日期;
- c) 检验类别、检验依据;
- d) 检验条件;
- e) 检验结果和结论;
- f) 检验人、审核人、日期。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
低温容器漏气速率测定方法
GB/T 16775—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

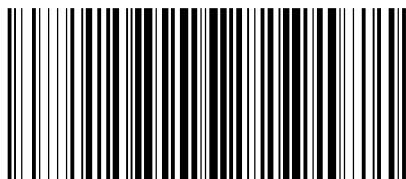
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 13 千字
1997 年 10 月第一版 1998 年 4 月第二次印刷
印数 701 1 700

*

书号: 155066·1-14136 定价 10.00 元

*

标 目 320---48



GB/T 16775-1997