

# 检漏技术的应用与发展

李全禄

(陕西省物理研究所, 西安 710062)

简要介绍了国内外检漏技术的方法、原理和应用情况,结合作者有关的科研工作提出了检漏技术中需要进一步研究的问题。

随着科学技术和工业生产的迅速发展,对真空器件和压力容器等的需要越来越多,并且要求越来越高。伴随这些器件的生产、使用等环节过程,一直存在着某种气体或液体从其孔、缝隙中渗漏的问题,那就必然要采用一定的措施进行补(或堵)漏。在补漏之前首先要检测寻找并确定其孔、缝所在部位及其形状和大小程度。这就需要高可靠和高灵敏度的检漏技术手段。这些也正是科技工作者感兴趣和致力于研究和解决的问题。本文概括总结了国内外检漏技术的种类、原理和应用情况,同时结合作者正在进行的有关研究工作对检漏技术中需要进一步研究的几个问题作了简要分析。

## 一、检漏技术的方法、原理及应用

检漏的方法众多,它们的原理、使用条件和适用范围有许多异同之处。总的来说,检漏原理一般归结为两类:一类是在被检件内充入大于大气压的气体或液体,在被检件外进行漏孔的检查,此类方法称为加压法;另一类是把被检件抽真空(或抽成负压)与检漏器接在一起,在被检件外用示踪气体或液体进行探索,此法称为真空法。也有把加压法和真空法联合使用的称其为加压真空法。下面列举了国内外在实际中使用的几种主要检漏方法。

### 1. 氦质谱仪无损检漏 (indestructive leak-check by helium mass-spectrometer)

1919年英国的阿斯顿(F. W. Aston)发明了质谱仪,时过20年后才出现了最初的氦质

谱检漏仪的专利,此时还没有能够达到所需要的灵敏度和技术要求。发展到现在,氦质谱仪已是最常用和灵敏度最高的检漏仪器之一。其原理为<sup>[1]</sup>:氦是单原子分子,原子量小,质量轻(比氢以外的所有原子都小),粘度小,渗透力强,故易穿透小的漏隙。氦又是惰性气体,对被检产品无有害影响,在大气中含量甚微,所以是较理想的示踪气体(tracing gas,用适当的方法和仪器进行泄漏检查时所用的喷在被检漏的容器或压缩在容器内的气体)。检漏之前,将元件在高压(2~5atm)的氦气中存放一定时间后取出,用氦质谱仪检漏。当产品有漏孔时,被压入的氦气通过漏隙进入检漏仪的质谱室中,氦气在质谱室的离子室内与其他气体一起被电离。在电场作用下离子聚成束,以一定的速度进入磁分析器,由于氦离子质量轻,经磁分析器与相邻谱线分开,到达收集极形成分子流,由质谱仪的输出表读出其漏速率(leakage rate,指气体在一定条件通过连接器密封层的速度,也就是说,单位时间内,处于高压强或高浓度的气体通过漏孔漏到或扩散到被抽容器中去的气体质量,一般无特殊说明时,均指室温下的干燥空气处于一个大气压差时的值,单位为 Torr·l·s<sup>-1</sup>或 g·s<sup>-1</sup>)。当然,漏孔越大,氦气进入漏孔中的量越多,分压强也大,指示读数也就越大;反之,读数就小。质谱仪只能测得漏速小于10<sup>-5</sup> atm·cm<sup>-2</sup>·s<sup>-1</sup>的漏孔。由于此种方法对产品没有破坏或损伤,所以称为无损检测。英国核燃料有限公司把质谱检漏系统并入镁合金燃料棒生产线的一部分。端头焊有一个耐高温的

合金质的帽的长 1100mm 圆柱体的这种燃料棒是由铀组成的。它的外壳为镁合金，其工作时会产生放射性气体，故必须被密封在燃料棒中，以防止污染反应堆，因而对每根燃料棒都要及时检漏。这就迫切需要高灵敏度和全自动的检漏措施。氦质谱仪在这里起了重要作用。德国的汽车制造厂家，仔细考虑了生产过程中的每个环节后，给现有的氦质谱仪使用了一个灵敏探头，从根本上解决了检查车体、车门及喷漆的密封漏孔问题，淘汰了传统的喷水检验法、热象法、射流法及探索气体法，把新的氦质谱检漏装置设计在现有的传动装配线上。

## 2. 放射性气体示踪检漏 (tracing leakage-check by radiation gas)

放射性气体示踪检漏也是一种高灵敏度检漏方法，对产品性能(无特殊要求时)的影响一般可忽略不计。通常用的放射性示踪气体是氪的同位素  $\text{Kr}^{85}$ 。将待检的元、器件在 1~几个大气压的  $\text{Kr}^{85}\text{-N}_2$  混合气体中存放一定时间，取出后吹去表面的残余气体，放在一个辐射探测器中，根据进入器件的  $\text{Kr}^{85}$  放射出的  $\gamma$  射线强度就可以推算出漏气速率。其灵敏度(最小可检出率)上限大约可检出  $10^{-13}\text{atm}\cdot\text{cm}^3\cdot\text{s}^{-1}$  的漏孔。此方法不能检查大漏孔。操作中要注意射线保护等问题。

## 3. 高频火花检漏 (high-frequency spark leak detection)

这是检验玻璃真空系统漏气和真空度的一种方法。用高频放电线圈产生的火花在靠近玻璃系统时，当火花一遇到漏气处，电火花便穿过漏孔进入真空系统内，形成一个很亮点，从而可供找出漏孔的位置。这种仪器还可用来粗测低真空。当火花接近玻璃真空系统时，在系统内激起的气体放电颜色随压力不同而异。例如，在  $10\sim 10^{-2}\text{Torr}$  时为紫色，在  $10^{-2}\sim 10^{-3}\text{Torr}$  时为微蓝色，在  $10^{-3}\text{Torr}$  以上无辉光。

## 4. 卤素检漏 (halogen leak detection)

早在 1944 年就有人发现，当铂加热到  $850\sim 950^\circ\text{C}$  时将产生正离子发射。而在卤素气体的催化作用下，这种正离子发射将急剧增

长。利用这种“卤素效应”而设计的检漏仪叫做卤素检漏仪。

卤素指的是含有氯、碘、溴和氟的卤化物<sup>[2]</sup>。卤素检漏仪可用来检验上述气体的存在。然而由于种种原因，作为检漏用的卤素气体多为含氯的卤化物，如氟里昂、氯仿 ( $\text{CHCl}_3$ )、四氯化碳 ( $\text{CCl}_4$ ) 等。由于氟里昂 12 ( $\text{F-12}$ ，分子式为  $\text{CCl}_2\text{F}_2$ ) 无毒、不可燃、蒸气压高及灵敏度也高，所以得到了广泛的应用。

## 5. 荧光法 (fluorescence leak detection)

利用荧光材料的发光作用指示漏孔的方法叫做荧光法。将荧光材料溶于浸润性能好，易挥发的有机溶剂(丙酮、二氯乙烯、四氯化碳等，也有用煤油的)中，使之成为饱和溶液，然后将被检件的一面浸泡或涂复上这种溶液，如有漏孔存在，液体就慢慢浸入孔内而穿过去，待有机溶剂挥发后，荧光材料便在漏孔中残留下来，同样盲孔及其他不透气的缺陷处也会留下荧光材料。因此，观察一定要在被测件的另一面进行。当用紫外光在被测件的另一面照射时，就可看到明显的荧光材料的发光，从而可判定漏孔的存在。为了提高对比度，可采用滤光放大镜将光源的其他光线滤掉，而只允许紫外线通过，并起到聚光和放大作用，以便观测。在选择荧光材料时应注意，荧光粉发光颜色应与被检件上的本底颜色有高的反差，以免造成错觉。例如，有的电真空器件电极上本身就涂有发蓝光或发绿光的荧光粉，故检测器件时最好选择发红光的荧光材料，以免混淆。这种方法的灵敏度高(可达  $10^{-8}\sim 10^{-10}\text{Torr}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ )，操作简单。如果在抽空或加压下浸泡，即可大大缩短浸泡时间，又可提高灵敏度。此种方法被广泛用于检验铸件、模压金属件及焊件的裂缝，并方便地用来检验真空系统结构成常见的焊件的漏隙，对深度超过几个 cm 的厚法兰焊缝中的缺陷亦能准确定位。这也是质谱检漏仪所不能比拟的。

## 6. 氨检法 (ammonia leak detection)

它是显色检漏 (apparent colour leak detection) 的一种，早年介绍有用酚酞的。60

年代初, 法国人采用溴酚蓝试纸和布带进行了原子能设备的检漏, 灵敏度达  $10^{-8} \text{Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ , 而且指出有些氨能检出的漏孔 (例如被油和水阻塞的漏孔), 氨质谱仪反而检不到。70 年代初以来, 日本人高桥诚等提出用溴酚蓝涂料喷涂法代替贴试纸 (布带) 而且用低浓度的氨, 使显色检漏前进了一步。显色检漏本身是一种简单的检漏方法, 灵敏度较高, 具有与体积无关的特点, 对于检验大型而复杂的容器和管路来说, 具有其他方法不可比拟的特点。其原理很类似晒蓝图, 先将待检零件抽至几十 Torr 或更低, 然后充以  $1-2 \text{kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  表压的干燥氨气, 若有漏孔, 氨气就渗漏出来, 使预先贴在待检零部件外壁可疑部位的对氨灵敏的显影带 (软布或软纸) 改变颜色, 从而显示漏孔的位置。所采用的指示剂为 pH 指示剂, 种类较多。但从灵敏度高、防腐、无毒、安全等方面考虑, 一般是用眼睛直接观察, 所以选择变色前后反差比较大的 pH 指示剂, 如溴代麝香草酚蓝、溴酚蓝、甲级红、甲酚红等具有积极效应的指示剂, 其灵敏度高, 应优先选择。氨检法的显影带一般选择软而有弹性、无绒毛、吸水性好及较薄, 以便和容器壁面能紧贴并便于溶质附着。基材本身要显白色或其他浅色, 以便指示剂变色鲜明。

### 7. 气敏半导体检漏 (gas sensory semiconductor leak detection)

在半导体材料中, 某些“非化学配比”的金属氧化物半导体, 在一定的工作温度下, 材料电阻随环境气氛的不同 (气体成分、浓度等) 而上升或下降。对于某些可燃性气体特别敏感, 这类材料叫做气敏半导体或气敏电阻。它能把可燃性气体的浓度转换为电信号, 所以它能作为检漏仪的气敏元件。目前广泛采用的是 PN 型系列气敏半导体元件, 所用的材料是以二氧化锡 ( $\text{SnO}_2$ ) 为主 (还有  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CdO}$ ,  $\text{In}_2\text{O}_3$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$  等), 适当掺以有用杂质, 在高温烧成多晶体。它们属于 N 型材料, 在  $250 \sim 300^\circ\text{C}$  的工作温度下遇到可燃性气体 (其中的还原性气体), 如氢、一氧化碳、甲烷、乙醚、乙醇、天然气等, 其电阻由  $10^5 \Omega$  左右下降到  $10^3 \Omega$  左右。可燃

性气体的浓度不同, 阻值下降幅度也不同。不同的配方和掺杂的元件, 对某些气体的灵敏度也不相同。原来这种 N 型材料的晶格中氧离子缺位, 在一定的温度下, 能吸附空气中的氧, 形成氧负离子吸附, 使半导体导带中电子密度减少, 从而使电阻增加。当遇到解离能较小而又能供出电子的可燃性气体时, 原来吸附的氧就脱附而让位, 而由可燃性气体以正离子状态吸附于半导体表面上。此时不仅脱附的氧释放电子, 可燃性气体的正离子吸附时也交出电子, 因而使导带中电子增加, 电阻突然下降。此即气敏半导体具有气敏特性的主要原因。

在 P 型半导体材料的晶格中阴离子缺位, 呈空穴导电性。例如,  $\text{MoO}_2$ ,  $\text{NiO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$  等, 遇到可燃性气体 (这里指能提供电子的还原性气体, 如  $\text{H}_2$ ,  $\text{SO}_2$  等), 载流子浓度减小而电阻增大; 当其遇到能吸引电子的氧化性气体 ( $\text{O}_2$ ,  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{NO}_2$  等), 则电阻减小。

利用上述材料的气敏特性, 可制成气敏半导体检漏仪, 矿井瓦斯及天然气检漏仪, 氧分压测定仪, 氢气报警器, 火灾报警器, 色谱分析鉴定器, 民用石油液化器储 (运) 罐 (筒) 的检漏仪器, 安全防火装置及其自动控制系统等。

### 8. 气泡法 (bubble method leak detection)

气泡法主要是皂泡法 (soap bubble leak detection)。它主要应用于较大的容器检漏。给密封容器充入 3atm 的空气, 再在容器外表局部涂上肥皂水, 逐步涂完, 其间必须专心致志, 仔细观察防止漏检。皂液配制比较关键, 应能适应寒冷与炎热的环境。一般人眼观察到“水中气泡”, 最小可检漏率为  $10 \sim 10^{-4} \text{Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ ; “水中气泡, 24h 积累”, 最小可检漏率为  $10^{-8} \text{Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ ; “吹起皂泡”, 最小可检漏率大体在  $5 \times 10^{-3} \text{Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ 。

### 9. 渗液法 (seepage liquid method leak detection)

它是最为原始和简单易行的检漏方法。容器内注入水、煤油或其他易渗透的液体并加压, 观察外表有无示踪液体渗漏出来, 灵敏度可达到  $10^{-3} \text{Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ 。

## 10. 声学检漏法 (acoustics leak detection)

声学法分为听音检漏和超声检漏两种。

### (1) 听音法 (listening leak detection)

真空系统若有较大漏孔 ( $>10^{-2}\text{Torr}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ ), 在加压或抽真空状态下, 气流穿过漏孔时都会发出嘘嘘声, 用人耳或听诊器都会直接听到。如果是低频微声, 可通过传声器 (microphon) 接收, 再经信号放大探测其漏孔位置。如果漏孔更小, 漏孔则产生并发出 (20kHz 以上的) 超声, 人耳是听不见的, 听音法已解决不了。

### (2) 超声检漏 (ultrasonic leak detection)

超声检漏仪是将超声波转换为听得到的声波传入耳机反映出来, 也可以通过声强计由仪表指示, 一般灵敏度为  $10^{-3}\sim 10^{-4}\text{Torr}\cdot\text{l}\cdot\text{s}^{-1}$ 。这种技术的应用分为两种情况: 其一, 检测各种压力系统内的气体或液体泄漏, 原理如图 1 所示。其二<sup>[3]</sup>, 自带超声发射源, 检测非压力系统的密封性能, 工作原理如图 2 所示。

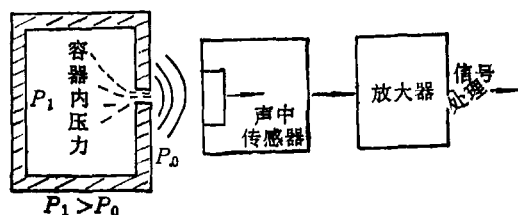


图 1 各种压力容器的超声检漏原理示意图

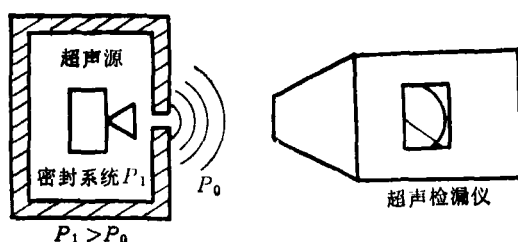


图 2 非压力系统的超声检漏原理示意图

## 二、检漏技术的发展

以上所列举的为几种主要的检漏方法, 还有许多方法, 诸如真空计法、离子泵检漏、静态升压法和氦钋法未能介绍到。诸多的检漏方法可以划分为物理方法、化学方法和物理-化学方

法三大类。物理方法类: 气泡法、渗液法、荧光法、真空计法、差压法、离子泵法、声学法等。化学方法类: 氨检法、卤素法、放射性气体示踪检漏等。物理-化学法类: 氦质谱仪、气敏半导体检漏、活性炭法、硅胶法等。尽管检漏技术的方法种类不少, 但总的说来, 检漏技术与飞速发展的现代科学技术和生产的需要相比, 迫切需要得到继续研究和发展。在真空技术、航空航天技术、超导电技术、原子能、电子工业、核电及热工业、化工、冶金、低温、生命科学、畜牧、医疗、通信、食品等领域检漏技术将有广阔的发展和应用前景。作者结合自身的有关科研工作, 认为以下几点是检漏技术今后发展的方向:

1. 在不同的应用领域, 探索多种检漏方式的结合, 研究更具适应性的新的检漏方法及其设备。例如, 电冰箱致冷剂的检漏是冰箱质量的重要指标, 它直接影响冰箱的寿命。如果冰箱管道漏气将造成冰箱不致冷, 修理相当困难, 甚至报废。在我国, 主要采用气泡检漏法和卤素检漏仪对冰箱及其散件进行检漏。气泡法检漏工艺落后, 劳动强度大, 在组装冰箱前必须有烘干工序, 无法测量被检件漏气量, 灵敏度限为 5g/年, 如此绝不可能达到 A 级冰箱的检测标准。目前冰箱生产线上大都采用卤素检漏仪。虽然它使用方便, 但极易受环境干扰, 即使安装通风设备, 本底影响仍很严重。它还会产生有毒化合物, 对人体有害。如果它的灵敏元件长时间处于浓度较高的卤素气氛中会产生中毒效应, 使灵敏度下降。因而相比之下, 逆扩散氦质谱检漏仪在冰箱检漏中理应能使其前进一步, 但这种仪器又以氦气为探索气体, 使用上又不便<sup>[4]</sup>。因此, 更适合使用的放电光谱检漏方法及其仪器结构正在研究中(类似于美国 Varian 公司的 sanart 规)。

2. 研制构造简单, 实用新型、操作方便, 准确度高以及便携式检漏仪器。例如, 大型变压器油箱的检漏及其他类似的大型容器的检漏工作, 迫切需要向减轻劳动强度, 省时方便, 安全可靠, 提高检漏正确性及自动化方面发展。

(下转封三)

## 赵忠尧教授 90 寿辰庆祝会简讯

1992 年正值我国著名物理学家赵忠尧教授 90 寿辰。赵先生是我国核物理研究的先驱,在实验物理、加速器、宇宙线物理的研究和人才培养方面成绩卓著。为了庆祝赵先生 60 多年来为我国科研、教育事业做出的卓越贡献,中国物理学会、中国核学会、中国原子能科学研究院、中国科学院高能物理研究所共同筹备,并委托中国科学院高能物理研究所主办“赵忠尧教授 90 寿辰庆祝大会”。

1992 年 6 月 4 日上午,风和日丽,阳光明媚。赵先生和老朋友、老同事、学生、晚辈,以及来自母校、家乡的来宾欢聚一堂。他们中有自海外归来的杨振宁、李政道、吴健雄、任之恭、顾毓琇,有从上海、南京、合肥、长春、兰州、天津等地专程赶来的老朋友。清华大学、北京大学、中国核工业总公司、中国原子能科学研究院、中国科学技术大学研究生院的领导和老教授们,诸暨市长、书记、人大常委主任及诸暨中学的校长、书记也特地前来祝贺。难得的是许多年已鬓鬓的老朋友都亲自赶来。如陈岱孙、顾毓琇、贝时璋、任之恭、余瑞璜、王淦昌、傅承义等,都已年过 90 或接近 90,年龄最大的是 92 岁的陈岱孙教授。老朋友相见分外亲切,会场内外一片欢声笑语,洋溢着欢乐的气氛。

九时正,庆祝会开始。首先由幼儿园小朋友向赵老爷爷献花,并祝他健康长寿。会议主席方守贤介绍了会议筹备情况及收到的贺信、贺电。周光召院长在

讲话中高度赞扬了赵忠尧教授在科学研究、发展我国核科学以及培养人才等方面的贡献,称誉赵先生为我国核科学的鼻祖。郑林生先生形象生动地介绍了《赵忠尧教授九十寿辰纪念文集》的主要内容。随后来宾发言,王淦昌、吴健雄、杨振宁三位着重介绍了赵老当年发现“反常吸收”和“特殊辐射”的实验,指出虽然当时“反常吸收”(实际是  $\gamma$  射线在物质中产生正负电子对)效应是几个组同时发现的,但赵先生的实验结果最好。他们还特别指出,“特殊辐射”(即正负电子对的湮灭辐射)这个实验很难做,背景很大,而赵先生能做得如此好,他的实验技术是很精湛的。赵先生这两项工作首先说明了正负电子对的产生和湮灭。余瑞璜、傅承义分别以老同事身分,朱光亚、梅镇岳、姜承烈、郑志鹏、洗鼎昌、张家骅等以学生身分用生动的往事,叙述了赵老对学生的精心培养及高尚品德。清华大学校长张孝文、东南大学校长韦钰、诸暨市委书记顾仁章分别代表母校及家乡父老发言,为赵老的成就而自豪。

来宾讲话以后,李政道教授代表大会将北京正负电子对撞机上做出的第一个物理工作成果—— $\tau$  质量的测量结果献给赵老,以感谢他对发现正负电子对湮灭的贡献。最后,赵老向大家致词感谢。几代师生和老朋友相聚一堂,会议始终沉浸在亲情和欢笑之中。

(中国科学院高能物理研究所 汪雪琰)

(上接第 686 页)

3. 自动控制,远距离操作,防毒、防辐射和防爆的自动检漏生产线的研究和应用。正在研制和试验中的检漏生产线,被检件能全自动全方位翻转,当它们经过声学检漏部分时,经过多个探头和通道把声信号经声电转换器件变成电信号,再经与其相连的光电转换器再把电信号转变为光信号用光导纤维(其抗电、磁和噪声等的干扰)传到很远的(现已可达到 1500m)控制室,与计算机联网,实现自化安全检漏。在此系统中可借鉴能移动的声发射探头工作,将对自动化检漏更有好处。

4. 物理-化学方法检漏是一个发展方向,它可兼容物理作用和化学效应使检漏技术向更灵敏和更可靠的方向前进。例如,显色检漏与 pH 值的电子数字显示相结合,其准确性必将大大提高。其他的物理-化学方法检漏也有向更科学

化和数字化方面发展的必要。

5. 另外,在涉及检漏任务的科研和生产领域,建立和培养一批能研究和掌握现代化检漏技术的科研和生产专业队伍和技术人才,以保证现代化检漏技术的研究和发展。

总之,检漏技术的发展与应用,必须同我国现代化建设发展相适应。在科学研究和生产建设中的设计、加工、运输、安装、调试及其中转过程中的各个环节,把好检漏关,为现代化建设节约人力、物力和财力,确保各种容器的安全可靠,其意义重大。

[1] 何 骥,低温工程,3(1988),17.

[2] 阎守胜、陆果编著,低温物理实验的原理与方法,科学出版社,(1985),360.

[3] 邵志常,声学技术,10-1(1991),48.

[4] 叶 涛,真空,No. 3 (1991), 45.