

比较法真空标准漏孔校准方法研究

赵 澜 冯 焱 成永军 张涤新 杨长青 李 莉 徐 婕

(兰州空间技术物理研究所 国防科技工业真空一级计量站,甘肃 兰州 730000)

摘要: 比较法校准真空标准漏孔是通过四极质谱计比较气体流量计提供的标准气体流量与被校真空标准漏孔产生的离子流获得校准值。主要介绍了比较法真空标准漏孔的校准方法、装置原理、校准过程及校准结果的处理等,并提出了减小测量不确定度的影响因素。

关键词: 比较法; 真空标准漏孔; 校准方法

中图分类号: TB771

文献标志码: A

文章编号: 1006-7086(2013)04-0228-05

DOI: 10.3969/j.issn.1006-7086.2013.04.008

SYUDY ON COMPARISON CALIBRATION METHOD OF VACUUM REFERENCE LEAK

ZHAO Lan ,FENG Yan ,CHENG Yong-jun ,ZHANG Di-xin ,YANG Chang-qing ,LI Li ,XU Jie

(Lanzhou Institute of Physics ,Primary Standard Laboratory of Vacuum NDM ,Lanzhou 730000 , China)

Abstract: Comparison calibration method is compared ion currents using quadruple mass spectrometer between standard gas flow by provided gas flowmeter and leak by provided calibrated vacuum reference leak . The leakage is gained. The calibration method , apparatus principle , calibration results are introduced. The influence factor for reducing measurement uncertainty is provided.

Key words: comparison method; vacuum reference leak; calibration method

1 引言

真空标准漏孔是一种作为参考标准进行真空漏率量值传递的漏孔,主要原理是在压力或浓度差的作用下,使气体从气室的一侧通过器壁的孔洞、孔隙、渗透元件流出,该漏孔主要用于氦质谱检漏仪漏率的校准。

常用真空标准漏孔校准方法一般分为定容法^[1]、恒压法^[2]、比较法。定容法是将真空标准漏孔流出的气体引入到已知容积的定容室中,通过测量单位时间内压力的变化量及定容室容积值,计算出真空标准漏孔漏率的一种校准方法,校准范围一般为 $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。恒压法是将真空标准漏孔流出的气体引入到变容室中,连续改变变容室容积使变容室内气体压力保持不变,通过测量单位时间内变容室容积变化量及变容室压力值,计算出真空标准漏孔漏率的一种校准方法,校准范围一般为 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。比较法是通过比较气体流量计提供的已知流量和真空标准漏孔流出的待测漏率计算出真空标准漏孔漏率的一种校准方法,校准范围为 $1 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。其中,恒压法、定容法主要用于直接测量较大漏率的真空标准漏孔,比较法主要用于校准较小漏率的漏孔。

2 比较法校准真空标准漏孔的装置及原理

比较法真空标准漏孔校准装置一般由真空抽气机组、流量比较室、质谱计、监测真空计、稳压小孔及流量计等组成,校准装置的原理图如图1所示。

真空抽气机组一般由分子泵及机械泵串联组成,满足流量比较室极限真空小于 10^{-5} Pa 。流量比较室为上下球型结构或上下柱形结构,中间为限流小孔,气体从流量计或真空标准漏孔引入上球后,通过限流小孔

收稿日期: 2013-09-09

作者简介: 赵澜(1977-),男,甘肃省武山县人,博士,高级工程师,从事真空计量学研究工作。

被真空抽气机组抽走一部分,在上球室中形成动态平衡。质谱计一般选用四极型质谱计,主要用于测量上球室中校准气体产生的离子流。流量计主要用于提供标准流量,一般分为定容式气体流量计、恒压式气体流量计及固定流导式气体流量计等。

比对法真空标准漏孔校准是将真空标准漏孔流出的气体和流量计提供的已知流量的气体分别引入校准室中,并用质谱计分别测量校准气体动态平衡时产生的离子流,通过比较两次离子流的测量值,从而得到真空标准漏孔漏率值^[3]。

被校真空标准漏孔的漏率按公式(1)计算。

$$Q_L = Q_s \times \frac{I_L - I_0}{I_s - I_0} \quad (1)$$

式中: Q_L 为被校真空标准漏孔的漏率, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$; Q 为流量计提供的已知流量, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$; I_L 为被校真空标准漏孔漏入气体后质谱计对应气体的离子流, A ; I_s 为流量计流入气体后质谱计对应气体的离子流, A ; I_0 为装置本底对应气体的离子流, A 。

3 比较法校准真空标准漏孔的步骤

校准步骤如下:

- 在渗氢型真空标准漏孔校准前,开启漏气阀并在校准环境中稳定至少 6 h;需烘烤清除的通道型漏孔烘烤温度至少 100 °C,烘烤时间至少 2 h;
- 将被校真空标准漏孔 8 连接到校准装置上;
- 开截止阀 2、6、7,利用真空机组 1 对校准装置抽气,使校准室压力小于 $1.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$;
- 打开四极质谱计 4,调整质谱计的参数使其处于稳定的工作状态;
- 关闭截止阀 6、7;
- 向被校真空标准漏孔 8 的入口端施加特定压力下的校准气体,打开截止阀 7,将被校真空标准漏孔流出的气体引入校准室中,被校真空标准漏孔的漏率为 Q_L ,漏率稳定后测量此时质谱计 4 对应的离子流 I_L ;关闭截止阀 7,用质谱计 4 测量系统的本底对应离子流 I_0 ;
- 打开截止阀 6,经流量计 5 流入校准室中已知流量 Q_s 的校准气体,调节标准流量离子流与被校漏孔的离子流相近,流量稳定后测量此时质谱计 4 对应的离子流 I_s ;关闭截止阀 6;记录校准温度;
- 重复 f) ~ g) 的操作过程,测量 n 组数据,一般 $n \geq 6$ 。

4 比较法真空标准漏孔的校准

真空标准漏孔校准结果的质量控制由真空标准漏孔漏率值及其不确定度等两部分组成。

4.1 真空标准漏孔漏率值数据处理

- 单次测得的被校真空标准漏孔的漏率按公式(1)计算。
- 被校真空标准漏孔漏率的算术平均值按公式(2)计算。

$$\overline{Q_L} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n (Q_{Lj}) \quad (2)$$

式中: $\overline{Q_L}$ 为被校真空标准漏孔漏率的算术平均值, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$; Q_{Lj} 为第 j 次测得被校真空标准漏孔漏率, $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$; n 为测量次数,一般 $n \geq 6$ 。

4.2 校准结果的不确定度评定

比较法真空标准漏孔校准不确定度的主要来源由两部分组成:包括真空标准漏孔漏率测量的重复性及比较法真空标准漏孔校准装置的测量不准确。

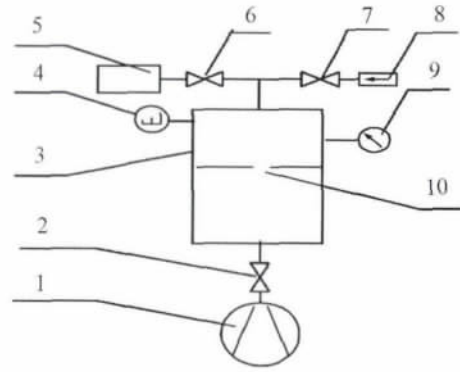


图1 比较法真空标准漏孔校准装置原理图

1. 真空抽气机组; 2、6、7. 截止阀; 3. 校准室; 4. 质谱计; 5. 流量计; 8. 被校真空标准漏孔; 9. 真空计; 10. 稳压小孔。

4.2.1 比较法真空标准漏孔校准装置不准确引入的相对合成标准不确定度 u_1

比较法真空标准漏孔校准装置校准方法的数学模型按式(1)计算,将式(1)改为

$$Q_L = Q_S \times \frac{\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}}{1 - \frac{I_0}{I_S}} \quad (3)$$

由式(3),依据不确定度的传递公式^[4],比较法真空标准漏孔校准装置测量不确定度分析如下:

$$u_c^2(Q_L) = \left(\frac{\partial Q_L}{\partial Q_S}\right)^2 u^2(Q_S) + \left[\frac{\partial Q_L}{\partial \left(\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}\right)}\right]^2 u^2\left(\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}\right) + \left[\frac{\partial Q_L}{\partial \left(1 - \frac{I_0}{I_S}\right)}\right]^2 u^2\left(1 - \frac{I_0}{I_S}\right) \quad (4)$$

由于各分量是独立不相关,所以比较法真空标准漏孔校准装置的相对合成标准不确定度按式(5)计算。

$$u_{c,r}^2(Q_L) = \frac{u^2(Q_S)}{(Q)^2} + \frac{u^2\left(\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}\right)}{\left(\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}\right)^2} + \frac{u^2\left(1 - \frac{I_0}{I_S}\right)}{\left(1 - \frac{I_0}{I_S}\right)^2} \quad (5)$$

由此,可得比较法真空漏孔校准装置的相对合成标准不确定度 u_1 按式(6)计算。

$$u_1 = \left[\frac{u^2(Q_S)}{(Q)^2} + \frac{u^2\left(\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}\right)}{\left(\frac{I_L}{I_S} - \frac{I_0}{I_S}\right)^2} + \frac{u^2\left(1 - \frac{I_0}{I_S}\right)}{\left(1 - \frac{I_0}{I_S}\right)^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

式中:(6)式右边第一项是流量计测量流量引入的不确定度分量,由流量计本身的测量原理确定。本实验中用于校准真空标准漏孔的流量计为固定流导式气体流量计,经计算,标准流量的测量不确定度为 1.4%。

(6)式右边第二项是四极质谱计引入的不确定度分量,经过计算,该项分量产生的不确定度为 0.72%。

(6)式右边第三项是系统本底影响引入的不确定度分量,经过计算,该项不确定度分量为 0.22%。

4.2.2 真空标准漏孔漏率测量重复性引入的不确定度 u_2

真空标准漏孔漏率的算术平均值的实验标准偏差按式(7)计算。

$$S_A(\overline{Q_L}) = \left(\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (Q_{Li} - \overline{Q_L})^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

式中: $\overline{Q_L}$ 为被校真空标准漏孔的算术平均值,Pa·m³/s; $S_A(\overline{Q_L})$ 为真空标准漏孔漏率的算术平均值的实验标准偏差,Pa·m³/s。

相对标准不确定度按式(8)计算。

$$u_2 = \frac{S_A(\overline{Q_L})}{n^{\frac{1}{2}}} \times \frac{1}{\overline{Q_L}} \times 100\% \quad (8)$$

式中: u_2 为相对标准不确定度。

4.2.3 真空标准漏孔校准结果的相对合成标准不确定度按式(9)计算

$$u_c = (u_1 + u_2)^{\frac{1}{2}} \quad (9)$$

式中: u_c 为校准结果的相对合成标准不确定度。

4.2.4 真空标准漏孔校准结果的相对扩展不确定度按式(10)计算

一般取 $k=2$,其置信水平约为 0.95,则扩展不确定度 U 为:

$$U = k u_c \quad (10)$$

式中: U 为校准结果的相对扩展不确定度; k 为包含因子,一般取 $k=2$ 。

4.3 真空标准漏孔校准

选用一只 10^{-8} Pa·m³/s 量级的薄膜渗氦型真空标准漏孔进行校准,按照以上校准步骤进行校准,得到的校准实验数据及数据处理结果见表 1 所列。

表 1 $10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 真空标准漏孔校准数据

实验 次数	流导 $I/(\text{m}^3/\text{s})$	定容室压力 $/\text{Pa}$	流量计流量 $I/(\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s})$	流量计离子流 $/\text{A}$	漏孔离子流 $/\text{A}$	本底离子流 $/\text{A}$	漏孔漏率 $I/(\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s})$
1	2.01×10^{-9}	5.63	1.13×10^{-8}	1.64×10^{-10}	1.68×10^{-10}	1.33×10^{-15}	1.16×10^{-8}
2	2.01×10^{-9}	5.61	1.13×10^{-8}	1.66×10^{-10}	1.62×10^{-10}	1.33×10^{-15}	1.10×10^{-8}
3	2.01×10^{-9}	5.60	1.12×10^{-8}	1.64×10^{-10}	1.63×10^{-10}	1.33×10^{-15}	1.12×10^{-8}
4	2.01×10^{-9}	5.64	1.13×10^{-8}	1.65×10^{-10}	1.66×10^{-10}	1.33×10^{-15}	1.14×10^{-8}
5	2.01×10^{-9}	5.59	1.12×10^{-8}	1.65×10^{-10}	1.60×10^{-10}	1.33×10^{-15}	1.09×10^{-8}
6	2.01×10^{-9}	5.62	1.13×10^{-8}	1.66×10^{-10}	1.69×10^{-10}	1.33×10^{-15}	1.15×10^{-8}
平均值							1.12×10^{-8}
实验偏差							2.80×10^{-10}
相对实验标准偏差							2.49%
测量重复性引入的标准不确定度							1.0%

真空标准漏孔校准不确定度的评定结果见表 2 所列。

表 2 真空标准漏孔不确定度的评定

项 目	不确定度	备 注
$\frac{u(Q_s)}{Q_s}$	1.4%	标准流量测量
$\frac{u\left(\frac{I_L}{I_s} - \frac{I_0}{I_s}\right)}{\left(\frac{I_L}{I_s} - \frac{I_0}{I_s}\right)}$	0.72%	四极质谱计重复性和非线性
$\frac{u\left(1 - \frac{I_0}{I_s}\right)}{\left(1 - \frac{I_0}{I_s}\right)}$	0.22%	本底影响
重复性	1.0%	校准的重复性
u_c	1.7%	合成标准不确定度
$U(k=2)$	3.4%	扩展不确定度

经以上计算,真空标准漏孔的校准结果为漏孔漏率 $1.12 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$, 扩展不确定度为 3.4% ($k=2$)。

7 结束语

文章介绍了一种比较法真空标准漏孔校准方法,该方法操作简单,校准不确定度小,可用于现场及工作用真空标准漏孔的校准。通过对比较法真空标准漏孔校准方法的研究得出,影响比较法真空标准漏孔校准结果的因素主要由气体流量计流量测量、四极质谱计计量特性、系统本底、被校真空标准漏孔的稳定性等四部分。要减小测量不确定度,需要研制测量不确定度小的气体微流量计;选择重复性好的四极质谱计;校准过程中,调节气体微流量计,使标准流量与真空标准漏孔的漏率相近或相同,避免四极质谱计的非线性影响等。因此,通过严格控制各不确定度影响分量,可进一步减小比较法校准真空标准漏孔的校准结果测量不确

定度,提高比较法校准真空标准漏孔的准确度。

参考文献:

- [1]李得天,郭美如,冯焱,等.固定流导法校准真空漏孔方法研究[J].真空与低温,2005,11(4):197-204.
[2]张涤新,赵澜,成永军,等.气体微流量测量技术的发展[J].真空,2010,47(1):1-5.
[3]张涤新,郭美如,赵澜,等.定容式流导法微流量校准装置的设计[J].中国空间技术,2006,26(2):44-51.
[4]全国法制计量管理计量技术委员会. JJF 1059.1—2012. 测量不确定度评定与表示[S]. 北京:中国质检出版社,2012.

科技论文摘要编写要求

摘要是一篇可以独立使用的文章,应该包括与论文同等量的主要信息,要用第三人称,不要使用第一人等作为文摘陈述的主语。摘要的长短取决于文章的类型、内容及信息含量。本刊要求科技学术论文的中文摘要一般在 200~300 字。

根据 GB6447—1986 的要求,科技学术论文的摘要应具备目的、方法、结果、结论四要素。①目的:研究、研制、调查等的前提、目的和任务所涉及的主题范围。②方法:所用的原理、理论、条件、对象、材料、工艺、结构、手段、装备、程序等。③结果:实验的、研究的结果,数据,被确定的关系,得到的效果,性能等。④结论:结果的分析、研究、比较、评价、应用,提出的问题,今后的课题,假设,启发,建议,预测等^[4]。

摘要中对论文的内容不应加以评论和注释。

为了使读者容易读懂,摘要中尽量不使用邻近专业读者所不熟悉的简称、缩略语、符号、代号,如确有必要使用,在首次出现时应加以注释。

摘要中尽量不使用图、表、数学公式或化学结构式。

(本刊编辑部)