

氦质谱检测用于火工品大漏检测的可行性研究

高晓玲, 曹建强, 吕 江, 杨 旗, 裴改霞, 薛晓兰

(北方特种能源集团有限公司西安庆华公司, 陕西 西安, 710025)

摘 要: 针对火工品内部为非自由容腔的结构特点, 研究在密封性试验中使用氦气法进行火工品大漏检测的可行性。通过分析氦气法检测中细检不能替代粗检的试验原理, 进行了不同种类的火工品、热电池及材料的多时段待检时间, 以及多次的氦质谱检测试验验证。结果表明: 因火工品内部为非自由容腔, 氦气通过漏孔扩散进火工品内部后在火工药剂中扩散及容留, 负压检测时氦气以较缓慢速率从药剂中释放而非快速散逸, 因此用氦气法进行火工品大漏检测具有可行性, 可以避免粗检漏带来的外来污染, 节省试验时间。

关键词: 火工品; 非自由容腔; 氦质谱检测; 大漏检测

中图分类号: TJ450.6 文献标识码: A DOI: 10.3969/j.issn.1003-1480.2021.01.014

Feasibility Study of Helium Mass Spectrometry for Gross-leak Testing of Initiating Explosive Device

GAO Xiao-ling, CAO Jian-qiang, LV Jiang, YANG Qi, PEI Gai-xia, XUE Xiao-lan

(Xi'an Qinghua Company of Northern Special Energy Group Co. Ltd., Xi'an, 710025)

Abstract: According to the non-free volumetric structure of initiating explosive device, the feasibility of using helium mass spectrum leak testing to detect the gross-leak of the initiating explosive device in the leakproofness test was explored. Through the analysis of the mechanism that the fine-leak detection cannot replace the gross-leak detection in the helium mass spectrum leak testing, the multi-period waiting time and multiple helium mass spectrometry testing verification for different kinds of initiating explosive device, thermal battery and materials were carried out. The results show that, because it is a non-free volume inside the initiating explosive device, helium gas diffuses into the explosive powders through a gross leak hole and then diffuses and holds in them. When testing under the negative pressure, the helium gas releases again from the explosive powders at a relatively slower rate rather than dissipation rapidly. Therefore, it is feasible to use the helium mass spectrum leak test method to detect the gross-leak of the initiating explosive device, so as to avoid the external pollution caused by the gross-leak test and save the test time.

Key words: Initiating explosive device; Non-free volume; Helium mass spectrum leak testing; Gross-leak detection

国内军用产品的密封性检测主要依据 GJB 128A-97《半导体分立器件试验方法》、GJB 573A-98《引信环境与性能试验方法》、GJB 5309-2004《火工品试验方法》、GJB 548B-2005《微电子器件试验方法和程序》、GJB 360B-2009《电子及电气元件试验方法》等标准规定的方法, 其中氦质谱检测中的固定方法因

其高效便捷而得到广泛应用。实际应用中氦质谱检测方法用于产品的细检漏, 细检后的产品仍需进行粗检漏以排除大漏可能。火工品粗检漏主要采用气泡法中的水浴法, 某些空军用产品用硅油法进行粗检漏, 但由于浸渍后附着在产品细小缝隙中的液体不易清理干净, 可能会污染或影响某些火工品的装配工艺或性

收稿日期: 2020-10-18

作者简介: 高晓玲 (1977 -), 女, 工程师, 主要从事火工品测试技术工作。

能,因此火工品密封性检测一般不建议进行水浴或硅油粗验。

为满足火工品粗检漏的洁净和效率要求,笔者通过一系列推理及试验验证,探究在火工品密封检测中氦质谱检测替代粗检的可行性,以避免外来污染,提高检测效率,并为其他类型产品的密封性检测提供借鉴。

1 火工品检漏标准简介

1.1 火工品检漏标准及规定

不同应用环境和贮存寿命的火工品对密封性要求各不相同,适用条件和引用标准较多,大多数火工品密封性检测依据 GJB 5309-2004 火工品试验方法中第 2 部分“泄漏试验气泡法”、第 3 部分“泄漏试验氦气法”进行。氦气法是氦质谱背压法检漏中的一种固定方法试验,规定了自由容积、对应的压氦压力和保压时间,氦质谱检漏仪给出的测量漏率既为检测结果,漏率拒收极限值根据火工品各自的技术要求确定。如果质谱仪给出的泄漏率不大于 $1 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{s}$ ($1.0 \text{ Pa} \cdot \text{cm}^3/\text{s}$),则应用 GJB 5309.2 规定的气泡法对试样进行泄漏试验,试验结果为零泄漏时,表明氦质谱检漏仪给出的泄漏率值是正确的^[1]。

氦气法即背压法具有操作方便、检测灵敏度高的优点,能够实现小型密封产品的泄漏检测,并且可以进行批量化检测。其缺点是每个测量漏率都对应两个等效标准漏率,在细检完成后还需要采用其它方法进行粗检,排除大漏的可能^[2]。GJB/Z 221-2005 军用密封元器件检漏方法实施指南中分析了氦质谱细检不能代替粗检的原因:在最典型情况下,当测量漏率为 0 时,元器件可能是不漏的,即在加压时没有氦气通过漏孔进入元器件内腔;但也可能元器件有大漏孔,在加压时氦气通过漏孔进入了内腔,但在卸压后的净化过程和检漏前的抽真空过程中,进入元器件内腔的氦气又逃逸掉了,因而在检漏仪上无泄漏显示。所以,此时被检件的真实情况可能是“不漏”或大漏^[3]。

1.2 测量漏率与等效标准漏率

真空检测业界认为:氦质谱检漏仪上给出的测量

漏率是氦对漏孔的漏率 R_{He} ,而实际需要的真实漏率是空气对漏孔的等效标准漏率 L 。各现行有效的国家军用标准 GJB 548B、GJB 360A、GJB 128A 等及其对应的美军标均采用公式(1)进行测量漏率 R_{He} 与等效(空气)标准漏率 L 的变换。公式(1)的检测方法又称灵活法,各代号含义见 GJB 548B-2005 微电子器件试验方法和程序^[4]。

$$R = \frac{LP_E}{P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}} (1 - e^{-\frac{L t_1}{V P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}}}) e^{-\frac{L t_2}{V P_0} \sqrt{\frac{M_A}{M}}} \quad (1)$$

公式(1)测量漏率与等效标准漏率之间关系有以下 2 个特点:(1)每 1 测量漏率对应 2 个等效标准漏率,可能是小漏,也可能是大漏;(2)测量漏率有极值。当漏率大到一定程度后,就检测不出实际的漏率,即检漏范围有极限^[5]。

王庚林等^[6]认为:公式(1)及由其推演的公式中借助虚拟的 L 作为过渡,在逻辑上显然是多余的。应该以真实的氦气标准漏率代替虚拟的等效标准漏率。实际上,GJB 548B 中的固定方法给出了不同内腔容积下 R_{He} 的拒收极限值,而非等效标准漏率 L 。

2 氦气法进行大漏检测的可行性分析

2.1 大漏界定与双值原因

一般意义上的大漏或粗漏指漏率大于 $1.0 \times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{s}$ ($1.0 \text{ Pa} \cdot \text{cm}^3/\text{s}$),可以通过气泡法观测气泡直径及速率进行判断。可见漏孔与不可见漏孔均可称为大漏,二者运动状态并不相同。在真空状态下,气体通过管道(漏孔)的流动属于稀薄气体流动,有 5 种流动状态:湍流、湍-粘滞流、粘滞流、粘滞-分子流、分子流。湍流仅仅发生在真空系统刚刚工作时,持续时间很短,发生湍-粘滞流的时间也很短,在设计计算中很少考虑这两种状态的影响^[7]。

存在人眼可见的漏孔时氦气会通过漏孔快速散逸,氦气快速散逸时,可见漏孔对应的并非分子流,而是湍流或湍-粘滞流。如 GJB/Z 221-2005 所述,造成氦质谱检漏仪对大漏孔尤其是可见漏孔误判的主要原因是卸压后的净化和检漏前的抽真空过程氦气散逸。因此,双值存在的原因有:(1)漏孔过大,真

空检测时氦气在极短时间内快速散逸而未及时检测到；(2) 虚漏^[8]的存在或产品数量多时部分产品的待检时间长。

2.2 漏率的单值推断

等效标准漏率存在双值是以等效标准漏率为自变量、测量漏率为因变量，并按公式(1)计算所得。实际上，军用产品的密封性检测只需以等效标准漏率或测量漏率其中一种作为判定依据，并不需要关注二者关系。对某一火工品，其内部自由容积 V 、压氦压力 P_E 以及判定标准（测量漏率 R 或等效标准漏率 L ）是确定的，影响判据的因素只有压氦时间 t_1 和待检时间 t_2 。

按公式(1)计算并推导：当以压氦时间 t_1 作为自变量、测量漏率 R 作为因变量，给定自由容积 V 、等效标准漏率 L 和待检时间 t_2 时，函数 $R(t_1)$ 是单调递增函数；反之，当以待检时间 t_2 作为自变量，函数 $R(t_2)$ 是单调递减函数。

根据以上推断，当不考虑真空系统的反应时间及读数稳定时间时，测量漏率随待检时间单调递减，随压氦时间单调递增。即对某一确定的火工品，漏率变化具有单值性。

2.3 火工品结构与氦气法适用分析

笔者在火工品检漏试验中发现：即使在 0.5h 内，某持续检测的火工品的漏率仍维持在大漏水平。该结果与上述氦质谱细检不能代替粗检及检漏仪存在检测极限的理论分析相悖，因此需对火工品结构及材料特点开展分析。

火工品内部装填有药剂，药剂密度一般远远小于金属、陶瓷及某些应用于机电行业的非金属材料密度，绝大多数火工品的内部药剂体积大于其自由容积。压氦过程中，氦气不仅通过存在的漏孔扩散进火工品内部的自由容腔，也向药剂中扩散并容留或吸附。根据气体扩散原理，气体从浓度较大的区域向较小的区域迁移，直到一相内各部分的浓度达到一致或两相间的浓度达到平衡为止。扩散速度在气体中最大，液体中次之，固体中最小。进行氦质谱检测时，首先是自由容腔内氦气在负压作用下通过漏孔向外释放，然后是压氦时在高压条件下进入药剂或多孔材

料内的氦气向自由容腔扩散，再通过漏孔向外扩散。同理，因火工品内部药剂对氦气的容留使氦气不能快速释放，火工品的测量漏率或等效标准漏率的变化具有了单向性。

综上可推断：直接使用氦气法进行火工品检漏具有可行性。

3 验证试验

3.1 验证方案设计

本文使用反证法，针对漏率双值、仪器检测范围等理论设计验证性试验，并用汇聚方法论证氦气法细检代替粗检的可行性。

3.1.1 漏率单值性试验

某型号火工品采用铝制空管壳，符合元器件类产品内部为完全自由容腔的特性，无可见漏孔。若产品第 1 次检测为大漏，并在其后的检测中仍维持较大漏率，说明在设备可检范围内，在一定检测时间内的漏率具有单值性，反驳了氦气快速逃逸的说法。

3.1.2 材料对氦气容留/吸附性试验

用某硬纸板模拟某密度相近的单基发射药进行测试，若漏率远高于设备氦本底，则说明即使在非密封的极端大漏状态下，材料对氦气具有容留或吸附性。

3.1.3 热电池及火工品对氦气容留/吸附性试验

通过对某类型热电池、某类型爆炸螺栓在不同压氦条件、不同待检时间的检测，研究氦气在不同密度药剂内扩散速率差异，探讨不同种类产品的最佳检测时间。

3.1.4 仪器检测范围极限试验

通过大漏火工品在较长时间内的检测数据，验证存在较大漏孔时设备在测量极限下漏率的可读性及意义。

3.2 使用设备及操作流程

(1) 氦质谱检漏仪：型号为 ASM181T，法国阿尔卡特公司生产。技术参数：微漏检测范围为 $10^{-11} \sim 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1}$ (GJB 5309 标准单位 $10^{-11} \sim 10^{-2} \text{ cm}^3/\text{s}$)，大漏检测范围 $10^{-8} \sim 10^{-1} \text{ mbar} \cdot \text{s}^{-1}$ ($10^{-8} \sim 10^{-1}$

cm^3/s), 粗抽泵抽速为 $20\text{m}^3/\text{h}$, 复合分子泵 TMP 抽速为 130s^{-1} , 检漏口对氦的抽速为 4.4s^{-1} , 检漏时间(包括大漏检测、大漏向微漏转换)为 3s 。

(2) 读数操作: 启动设备后在第 $5 \sim 10\text{s}$ 内读数。

(3) 多次待检时间操作: 第 1 次检测后试件取出静置 等待至第 2 次待检时间 将试件再次放入快检盒检测并读数 取出试件静置 等待至第 3 次待检时间检测。

3.3 试件状态

试件状态说明见表 1。

表 1 试件状态说明
Tab.1 Specimen status description

名称	试件状态	容积/密度	试验过程
硬纸板	材料: 木浆纤维等	面积: 9cm^2 厚度: 1mm 密度: $\geq 0.62\text{g}/\text{cm}^3$	压氦压力为 0.3MPa , 保压时间 15min , 待检时间 5min 、 10min 。该试件共进行 2 次检测。
铝制空管壳	外壳: 铝, 圆柱形。上盖片与管壳超声波焊接, 无人眼可见漏孔。内腔: 无装药。	自由容积: 4.0cm^3 尺寸: 高 18mm , 底面直径 17mm , 壁厚 0.2mm , 上盖片厚 0.1mm 。	压氦压力为 0.2MPa , 保压时间 30min 。待检时间 1min 、 5min 、 20min 。每个试件共进行 3 次检测。
某热电池	外壳: 钢, 焊接, 引出端子与外壳有玻璃端子绝缘。内腔: 固态电解质。	内腔容积: 22.6cm^3 自由容积: $\leq 0.1\text{cm}^3$ 药剂密度: $0.8\text{g}/\text{cm}^3$	氦质谱检测前水浴粗检合格; 压氦压力为 0.3MPa , 保压时间 2h , 待检时间为 10min 、 30min 、 120min 、 660min 。每个试件共进行 4 次检测。
某爆炸螺栓	外壳: 钢, 点火器以螺纹及橡胶圈连接密封。内腔: 主装药为发射药。	内腔容积: 1cm^3 自由容积: $\leq 0.05\text{cm}^3$ 药剂密度: 约 $1.2\text{g}/\text{cm}^3$	压氦压力为 0.4MPa , 保压时间 15min , 待检时间为 5min 、 15min 、 25min 、 45min 。第 1 个试件共进行 4 次检测, 其余试件各进行 2 次检测。
某类型抛放弹	外壳: 电爆管为钢, 与铜管壳螺纹连接, 橡胶圈密封。内腔: 主装药为单基发射药, 散装。	内腔容积: 34.6cm^3 自由容积: 约 10cm^3 药剂密度: $0.8 \sim 1.0\text{g}/\text{cm}^3$	压氦压力为 0.1MPa , 保压时间 5min 。待检时间 5min 、 10min 。

4 试验结果与分析

4.1 漏率单值性试验结果

漏率单值性试验结果如表 2 所示。

表 2 铝制空管壳氦质谱试验结果 ($\text{cm}^3\cdot\text{s}^{-1}$)
Tab.2 Helium mass spectrum test results for the empty aluminous cylinders

试件号	待检时间/min		
	1	5	20
1	4.0×10^{-4}	2.6×10^{-4}	2.0×10^{-4}
2	4.0×10^{-2}	1.0×10^{-3}	7.0×10^{-5}
3	2.6×10^{-2}	1.0×10^{-2}	2.0×10^{-3}
4	3.5×10^{-3}	2.0×10^{-3}	1.0×10^{-3}

由表 2 可见, 全部样品在 5min 内进行的 2 次检测均为大漏, 在第 20min 时进行的检测到达大漏与微漏的临界区域。如该空管壳出现更大漏孔甚至可见漏孔, 20min 内足够管壳内部氦气快速散逸到达微漏水平。上述试验说明: 在无可见漏孔时, 即使产品内部

为自由容腔, 氦气也不会快速逃逸。 20min 内氦气变化趋势为单调降低, 氦质谱检测漏率变化具有单值性。

4.2 材料对氦气的容留/吸附性试验结果

硬纸板对氦气的容留/吸附性试验结果如表 3 所示。仪器在启动后第 10s 时本底读数为 $8.5 \times 10^{-10}\text{cm}^3/\text{s}$, 由表 3 可见, 硬纸板在 10min 内漏率无变化, 说明在该密度下, 硬纸板对氦气具有较强的吸附作用。而大漏状态时氦气在负压下的对外扩散速率在较短时间 (10min) 内保持了恒定, 可以排除火工品在氦质谱细检合格后存在大漏漏检的可能。

表 3 硬纸板氦质谱试验结果
Tab.3 Helium mass spectrum test results of the cardboard

待检时间/min	5	10
漏率/($\text{cm}^3\cdot\text{s}^{-1}$)	1.0×10^{-5}	1.0×10^{-5}

4.3 热电池及火工品对氦气的容留/吸附性试验结果

某型热电池对氦气的容留/吸附性试验结果如表 4 所示。表 4 试验结果表明: (1) 热电池固态电解质密度与硬纸板密度接近, 在待检时间 120min 、第 3 次检测时漏率值仍维持同一数量级, 说明氦气在该尺度漏孔下维持了一个较稳定的扩散速率; (2) 热电池待检时间达 120min 后漏率才有较大幅度减小, 说明热电池内固态电解质所容留的氦气较多, 产品内外平衡速度慢。

表 4 某型热电池氦质谱试验结果 ($\text{cm}^3\cdot\text{s}^{-1}$)
Tab.4 Helium mass spectrum test results of some type of thermal battery

试件号	待检时间/min			
	10	30	120	660
1	1.0×10^{-5}	1.0×10^{-5}	1.0×10^{-5}	9.0×10^{-6}
2	1.0×10^{-5}	1.2×10^{-5}	1.0×10^{-5}	5.0×10^{-6}
3	7.0×10^{-7}	6.5×10^{-7}	2.0×10^{-7}	3.0×10^{-8}
4	3.0×10^{-6}	3.0×10^{-6}	3.0×10^{-6}	1.3×10^{-6}

某型爆炸螺栓对氦气的容留/吸附性试验结果如表 5 所示。

表 5 某型爆炸螺栓氦质谱试验结果 ($\text{cm}^3\cdot\text{s}^{-1}$)
Tab.5 Helium mass spectrum test results of some type of explosive bolt

试件号	待检时间/min			
	10	15	25	45
1	9.0×10^{-6}	6.0×10^{-6}	2.0×10^{-6}	7.5×10^{-7}
2	7.5×10^{-5}	-	-	2.5×10^{-6}
3	1.6×10^{-5}	-	-	3.0×10^{-6}
4	1.6×10^{-5}	-	-	1.0×10^{-6}
5	1.0×10^{-5}	-	-	2.2×10^{-6}
6	1.4×10^{-5}	-	-	2.2×10^{-6}
7	3.0×10^{-5}	-	-	6.5×10^{-7}

表 5 试验结果表明: 爆炸螺栓内腔小、药剂密度

较大, 氦气容量及扩散(或释放)速度没有表 4 中热电池大, 因此爆炸螺栓的氦质谱漏率随待检时间延长逐渐减小的速度比热电池快。

综上可推论:(1)火工品内腔容积大、药剂密度小, 则氦气容量大、扩散速度慢, 反之氦气容量小, 扩散速度较快;(2)测量漏率随待检时间延长而单调降低;(3)较短的待检时间有助于漏率正确判定。

4.4 仪器检测范围极限试验结果分析

采用某型抛放弹开展仪器检测范围极限试验, 结果如表 6 所示。

表 6 某型抛放弹氦质谱试验结果 ($\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)

Tab.6 Helium mass spectrum test results of some projectile

试件号	待检时间/min	
	5	10
1	1.0×10^{-1}	1.0×10^{-1}
2	3.0×10^{-2}	2.8×10^{-2}

表 6 结果表明:在 10min 内试件 1 漏率值保持在 $1.0 \times 10^{-1} \text{cm}^3/\text{s}$, 该值是氦质谱检漏仪的检测上限, 可以推断该试件的漏孔应大于或等于此数量级。

在火工品正常验收及工序检验情况下, 几乎不会出现人眼可见漏孔的漏检。假设存在更大漏孔(不包括人眼可见漏孔), 容易推断该设备示值将始终显示其上限值。根据工程实践, 武器系统对火工品要求漏率值均高于 $10^{-1} \text{cm}^3/\text{s}$ 数量级, 即在设备可检范围内可以排除“大漏火工品”时, 不需要确定更大的漏率值。

4.5 综合分析讨论

硬纸板与热电池、抛放弹中药剂密度接近, 存在大漏孔时, 硬纸板和抛放弹的漏率各不相同, 而热电池的 10^{-5} 数量级漏率在 120min 后才有变化, 说明测量漏率随时间的变化规律与公式(1)并不相符, 不能简单地以分子流或分子-粘滞流的模式分析火工品内氦气运动模式。

采用氦质谱检测代替粗检是基于火工品内部容腔是连通状态下的。当某种火工品内部存在一个独立的自由容腔, 且该部分并不与装药或其他可吸附/阻碍氦气部分连通时, 仍需进行粗检才能剔除大漏产品。另外, 某些火工品外部带有编织物、有机材料等密度较低的附件时, 可能存在虚漏, 应在检测前进行处理才能正确判断。

本研究是对以上虚漏定义的反向推理及应用。若根据不同材料对氦气的容留或吸附性特点, 在内部为自由容积的产品特定部位附加低密度材料, 将有利于密封性的快速检测, 对某些元器件类产品的设计及密封性检验具有一定借鉴意义。

5 结论

通过理论推断及氦质谱验证试验, 得到以下结论:(1)内部为非自由容腔的火工品可以用氦质谱背压法一次性检测完毕, 不必再进行粗检;(2)火工品药剂对氦气有较强的吸附作用, 较短的待检时间有利于大漏产品的漏率判定;(3)以分子流为基础的灵活公式不适合内部为非自由容腔的火工品检测。

参考文献:

- [1] GJB 5309-2004 火工品试验方法[S]. 国防科学技术工业委员会, 2004.
- [2] 常见的四种氦质谱检漏法的检测原理、优缺点及检测标准[EB/OL]. <http://www.chvacuum.com/leak hunting/042987.html>, 2019-10-05.
- [3] GJB/Z 221-2005 军用密封元器件检漏方法实施指南(已废止)[S]. 国防科学技术工业委员会, 2005.
- [4] GJB 548B-2005 微电子器件试验方法和程序[S]. 中国人民解放军总装备部, 2005.
- [5] 鲍凯, 吴孝俭, 邢智辉, 张国珍. 引信检漏技术综述[J]. 探测与控制学报, 2007(4): 6-10.
- [6] 王庚林, 王莉研, 董立军. 氦质谱细检漏率公式与内部水汽含量研究[C]//第十四届年会中国计量测试学会真空计量专业委员会第九届年会. 中国真空学会质谱分析与检漏专业委员会, 2005.
- [7] 气体流动状态的判别方法[EB/OL]. <http://www.chvacuum.com/systemdesign/10253.html>, 2008-10-08.
- [8] GB/T 2423.23-2013 环境试验第 2 部分试验 Q: 密封[S]. 中国国家标准化管理委员会, 2013.