



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105229439 A

(43) 申请公布日 2016. 01. 06

(21) 申请号 201480029105. 8

代理人 张全文

(22) 申请日 2014. 05. 14

(51) Int. Cl.

(30) 优先权数据

G01M 3/20(2006. 01)

102013209438. 8 2013. 05. 22 DE

B01D 53/22(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 11. 20

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2014/059845 2014. 05. 14

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/187709 DE 2014. 11. 27

(71) 申请人 英福康有限责任公司

地址 德国科隆

(72) 发明人 卢道夫·格道

(74) 专利代理机构 深圳中一专利商标事务所

44237

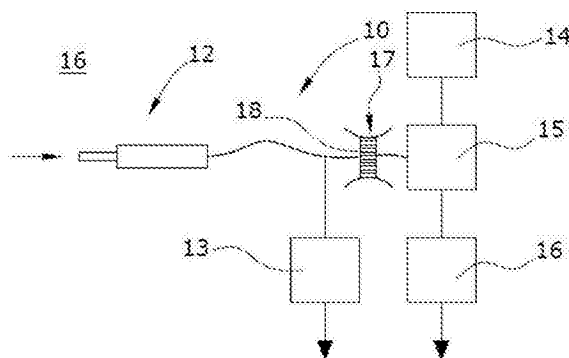
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54) 发明名称

具有纳米多孔薄膜的嗅觉泄漏检测器

(57) 摘要

本发明涉及一种用于吸入和分析气体的嗅觉泄漏检测器 (10), 包括用于吸入气体的嗅探头 (12)、连接到嗅探头 (12) 的气体输送泵 (13)、以及连接到真空泵 (15、16), 用于在高真空中分析被吸入的气体的质谱仪。流过嗅探头 (12) 的气体被沿着具有透气孔 (20) 的薄膜 (18) 引导。薄膜 (18) 允许一部分气体流入真空泵 (15、16) 的预抽真空室, 以便在高真空中对气体进行质谱分析。该嗅觉泄漏检测器 (10) 的特征在于透气孔 (20) 的直径 (D) 小于或等于空气在大气压力和室温下的自由行程 (I), 以便提高该嗅觉泄漏检测器 (10) 的检测极限。



1. 一种用于吸入和分析气体的嗅觉泄漏检测器 (10), 包括用于吸入气体的嗅探头 (12)、连接到嗅探头 (12) 的气体输送泵 (13)、以及连接到真空泵 (15、16), 用于在高真空室中分析被吸入的气体的质谱仪 (14); 其中流过所述嗅探头 (12) 的气体被沿着具有透气孔 (20) 的薄膜 (18) 引导; 其中所述薄膜 (18) 允许一部分气体流入所述真空泵 (15、16) 的预抽真空室, 以便在高真空室中对气体进行质谱分析; 其特征在于: 所述透气孔 (20) 的直径 (D) 小于或等于空气在大气压力和室温下的自由行程 (I)。

2. 一种嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 所述嗅觉泄漏检测器 (10) 为质谱分析型的逆流泄漏检测器。

3. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 每个所述透气孔 (20) 的直径小于或等于 20 纳米。

4. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 每个所述透气孔 (20) 的直径与所述薄膜 (18) 的所有透气孔 (20) 的平均直径相差至多 50%, 优选为相差小于 20%。

5. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 所有所述透气孔 (20) 的开口的总面积在所述薄膜 (18) 的整个表面积中所占的比例为至少 25%, 优选为至少 40%。

6. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 所述薄膜 (18) 为盘状, 其厚度小于 100 微米, 优选为小于 50 微米。

7. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 所述薄膜为盘状的氧化铝纳米多孔薄膜。

8. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 相邻的所述透气孔 (20) 之间的最小距离小于 100 纳米, 优选为小于 80 纳米。

9. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 所述薄膜 (80) 在其每一平方微米的表面积中具有至少 20 个, 并且优选为至少 25 个所述透气孔 (20)。

10. 如权利要求 1 所述的嗅觉泄漏检测器 (10), 其特征在于: 所述透气孔 (20) 的直径和被吸入的气体的平均自由行程 (I) 的比值 (克努森数) 大于 0.5; 其中所述被吸入的气体的所述平均自由行程 (I) 和气压 (p) 的关系满足 $I \cdot p = 6.65 \cdot 10^{-5} \text{m} \cdot \text{mbar}$ 。

具有纳米多孔薄膜的嗅觉泄漏检测器

技术领域

[0001] 本发明涉及用于吸入待分析的气体的嗅觉泄漏检测器。

背景技术

[0002] 嗅觉泄漏探测器用于分析气体并设有用于吸入待分析的气体的嗅探头。所述气体分析通常利用质谱仪在高真空室中进行。在质谱气体分析中,处于大气压力下的气体(大气)通常是在测试目标的疑似泄漏部位附近被吸入的。所述测试目标充满着测试气体例如氢气或氦气之类。所述测试目标内部的测试气体的气压高于周边环境中的大气压力,使得测试气体会从测试目标的泄漏处逸出并进入测试目标附近的空气中。被通过嗅探头吸入的气体以主体气流或局部气流的形式被提供到所述高真空室中,测试气体(氢气或氦气)的局部气压在这里被测量。

[0003] 嗅觉泄漏探测器对测试气体的检测极限是检测质量的关键标准。所述检测极限是被吸入的气体中的测试气体的最小的可检测到的浓度。所述检测极限越低,所述测量系统就越灵敏,可用于确定测试气体的比例的准确性也就越高。

[0004] 众所周知的是,可以在通向质谱仪的高真空室的进气口处设置透气薄膜,使部分被吸入的气体通过该薄膜流动。所述已知的薄膜为烧结陶瓷盘,其设置目的是提纯比较轻的测试气体如氦气或氢气,同时使较重的气体成分的通过量减少。已知的烧结陶瓷盘适用于使用直接通向质谱仪的高真空室(总压力小于 10^{-4} 毫巴)的进气口的质谱气体分析。在使用通向高真空泵的预抽真空室的进气口,例如使用逆流泄漏检测器时,气体传导率不足以产生所需的大约增大 100 倍的气流。

[0005] 本发明的一个目的是通过提供足够高但是仍然为分子级别的,使进入空气中的氢气的进入量高于较重气体的进入量的气体传导率,来提高用于质谱气体分析的嗅觉泄漏探测器的检测极限。

发明内容

[0006] 本发明的嗅觉泄漏检测器被权利要求 1 中的特征定义出来。

[0007] 在本发明的嗅觉泄漏检测器中,通向质谱仪的进气口受到薄膜的影响,被吸入的气体通过薄膜流动,所述薄膜的透气孔的直径小于或等于空气在大气压力和室温下的自由行程。处于从 950 百帕到 1050 百帕的范围内的气压被视为大气压力。处于从 15 摄氏度到 25 摄氏度的范围内的温度被视为室温。根据本发明已经发现,具有至多对应于空气在大气压力和室温下的自由行程的直径的透气孔即使在如常见于嗅觉泄漏探测器的进气薄膜前方的相对较高的压力下,也会产生分子级别的气流。较轻的测试气体如氢气或氦气的传导率特别高,而分析中所不需要的较重气体的传导率较低。这样就产生了进入真空室的分子级别的气流,该气流包含测试气体并且没有粘滞性,但是在其中分子是独立于彼此地并且以不同速率进行移动的。较轻的气体,包括测试气体中的氢气和氦气,移动得特别快,从而使它们在高真空室中所占的比例大于在被吸入的气流中所占的比例,这样就提高了检测极

限。通过以前的烧结薄膜技术,也可以做到一定的改进,然而可以进入的气体流量将会太小,使得检测极限甚至会比直接进气(例如通过气孔进气)的情况下更差。

[0008] 这样,本发明基于上述理念把透气孔的开口设计得尽可能小,并且优选地使它们的直径尽可能相等。基于此考虑,提供尽可能多的透气孔,以便在透气孔孔径较小的情况下也仍然允许较大量的气体通过,是非常有利的。

[0009] 类似的薄膜在不同技术领域中也已知——即液体中的大分子的超滤——其中它们并未用于提高嗅觉泄漏检测器的检测极限,但是用于具有高精度的大分子限制性过滤。

[0010] 透气孔的直径可以是例如小于或等于 20 纳米 (nm)。任何透气孔的直径应该与所有透气孔的平均直径相差至多约 50%,优选为相差至多约 20%,以便让透气孔在尺寸上尽可能的相似,使得较重的气体即使具有不必要的高压力差也能够通过。

[0011] 为了仍然允许足够大比例的气体通过,所有透气孔的开口的总面积在整个薄膜的表面积中所占的比例应该为至少约 20%,优选为至少约 40%。所有气孔的截面总面积在整个薄膜的表面积中所占的比例可以处于 25%到 50%的范围内。

[0012] 透气孔的密度应该尽可能高。优选地,薄膜应该在其每一平方微米 (μm^2) 的表面积中具有至少 20 个,优选为 25 个透气孔。相邻的透气孔之间的壁厚度,也就是相邻的透气孔的边缘之间的最小距离,应该尽可能小;该厚度应小于 100 纳米,优选为小于 80 纳米。

[0013] 薄膜的本身厚度应该小于 100 微米,优选为小于 50 微米,还可能仅为 10 微米或更小,以便保持透气孔的长度尽可能短。

[0014] 在大气压力和室温下,如果所有透气孔的平均直径除以被吸入的气体(空气)的平均自由行程所得的商数大于 0.5,则是非常有利的。对于所述平均自由行程 λ 和被吸入的空气的气压 p ,以下关系成立:

[0015]

$$\lambda \cdot p = 6.65 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{mbar} \quad (\text{at } 273.15 \text{ K})$$

[0016] 在大约 1000 毫巴的压力下,从上述关系中得到平均自由行程为:

[0017]

$$\frac{6.65 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{mbar}}{1000 \text{ mbar}} = 66.5 \text{ nm}$$

[0018] 利用本发明的嗅觉泄漏检测器,能够在允许气体通过预抽真空室逆流进入的情况下产生 10^{-4} 毫巴的最大高真空室气压,这个气压在质谱气体分析中提供了最佳的可能达到的检测极限。

[0019] 本发明的结构可以在氧化铝纳米多孔薄膜中以非常简单和可靠的方式被实现。

附图说明

[0020] 下面是本发明的实施方式结合附图的详细描述。在附图中:

[0021] 图 1 是本发明提供的嗅觉泄漏检测器的示意图;以及

[0022] 图 2 是本发明提供的薄膜的俯视图在显微镜下的细节。

具体实施方式

[0023] 图 1 示出了本发明的嗅觉泄漏检测器 10, 其包括嗅探头 12、输送泵 13、质谱仪 14 及真空泵 15、16。嗅探头 12 以可导通气体的方式与输送泵 13 连接, 以便通过嗅探头 12 吸入气体。通过嗅探头 12 被输送泵 13 吸入的气体被供给到涡轮分子泵 15 的进气口 17。涡轮分子泵 15 与相应的返回泵 16 一起组成质谱仪 14 的真空泵 15、16。进气口 17 包括透气性的多孔薄膜 18, 气体通过该薄膜 18 被吸入涡轮分子泵 15 中。为了这个目的, 涡轮分子泵 15 以可导通气体的方式与质谱仪 14 连接, 以便抽空质谱仪 14 中的气体。本发明并不需要阀门或压力测量装置。

[0024] 所述质谱嗅觉泄漏检测器 10 是用于轻质气体的逆流泄漏检测器。气体被引导至真空泵 15、16 的预抽真空室而非质谱仪 14 的高真空室。在这个操作过程中, 被吸入的气体中的轻质部分优选地扩散到质谱仪 14 中。这样, 为了达到特别高的灵敏度, 可以吸入大量的气体, 从而使轻质气体通过薄膜 18 富集起来。

[0025] 薄膜 18 的表面的顶部俯视图在显微镜下的细节在图 2 中被示出。薄膜 18 具有多个透气孔 20, 这些透气孔 20 依照统计学上的均匀分配方式布置在薄膜 18 的整个表面上。每个透气孔 20 都完全贯穿薄膜 18。薄膜 18 为盘状, 其厚度大约为 30 微米, 从而每个透气孔 20 的长度也为大约 30 微米。这样, 每个透气孔 20 的长度等于薄膜 18 的厚度。

[0026] 图 2 显示了薄膜 18 在其表面上的每一平方微米中具有大约 26 个透气孔 20。相邻的透气孔 20 之间 (指相邻的透气孔 20 的中心之间) 的平均的最小距离 d 为 100 纳米。平均的最小距离指的是: 从直接相邻的透气孔 20 中的一个透气孔 20 的中心到另一个透气孔 20 的中心进行测量所得的所有最小距离的平均值。所有透气孔 20 的平均直径 D 为 20 纳米, 在另一个可选的实施方式中也可以小于 20 纳米。

[0027] 所有透气孔 20 的开口的总面积相对于薄膜 18 的表面积比值为 50%, 因此从整体上而言, 薄膜 18 的一半面积被设计成透气性的。

[0028] 因此, 本发明是基于这样的理念设计的: 进气口并非由仅有一个开口的气孔构成的, 而是由透气的多孔性薄膜构成的; 在进气口处常见的压力条件下, 该薄膜的独特的气孔满足分子流动的克努森 (Knudsen) 条件。气孔的密度被选择成足够高, 以便即使在气孔直径较小的情况下, 也能允许足够量的气体通过, 从而可以获得 10^{-4} 毫巴的高真空度气压。基于此考虑, 在分子级别的气体流动中, 是根据以下原理应用物理法则的: 气流中的气体成分独立于彼此地进行移动 (以分子级别), 并且每种成分都具有它们自身的气体传导率。分子级别的气体传导率与对应气体的分子量的平方根成反比。因此, 氢气具有比氮气、氧气以及空气的所有其他成分明显更高的通过给定开口的传导率。

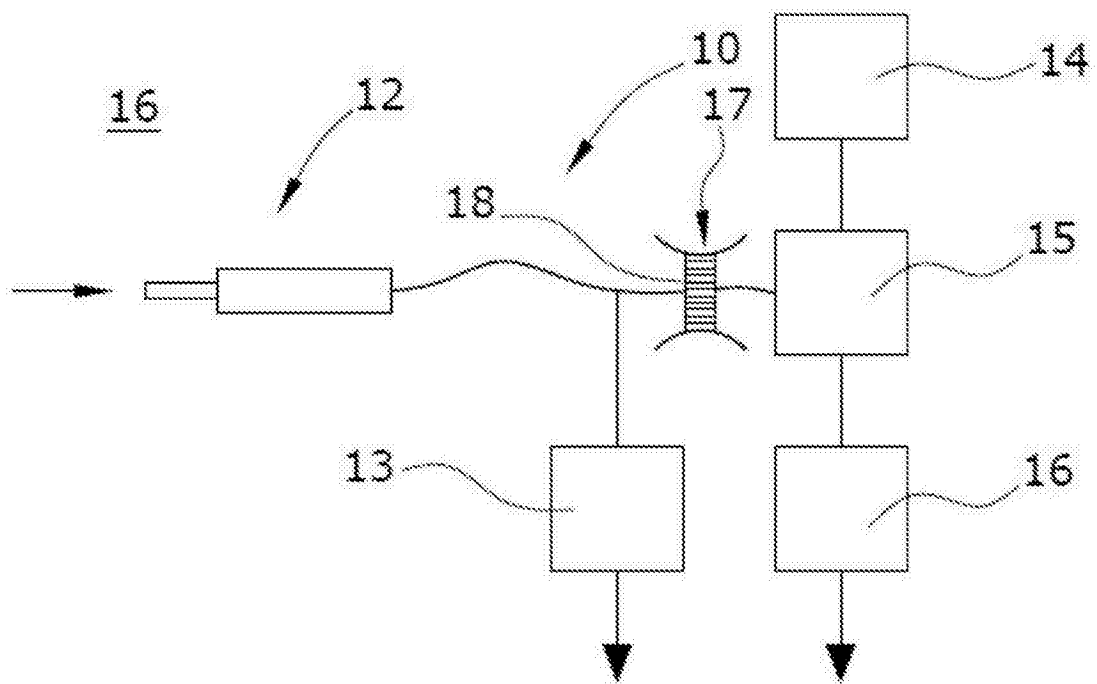


图 1

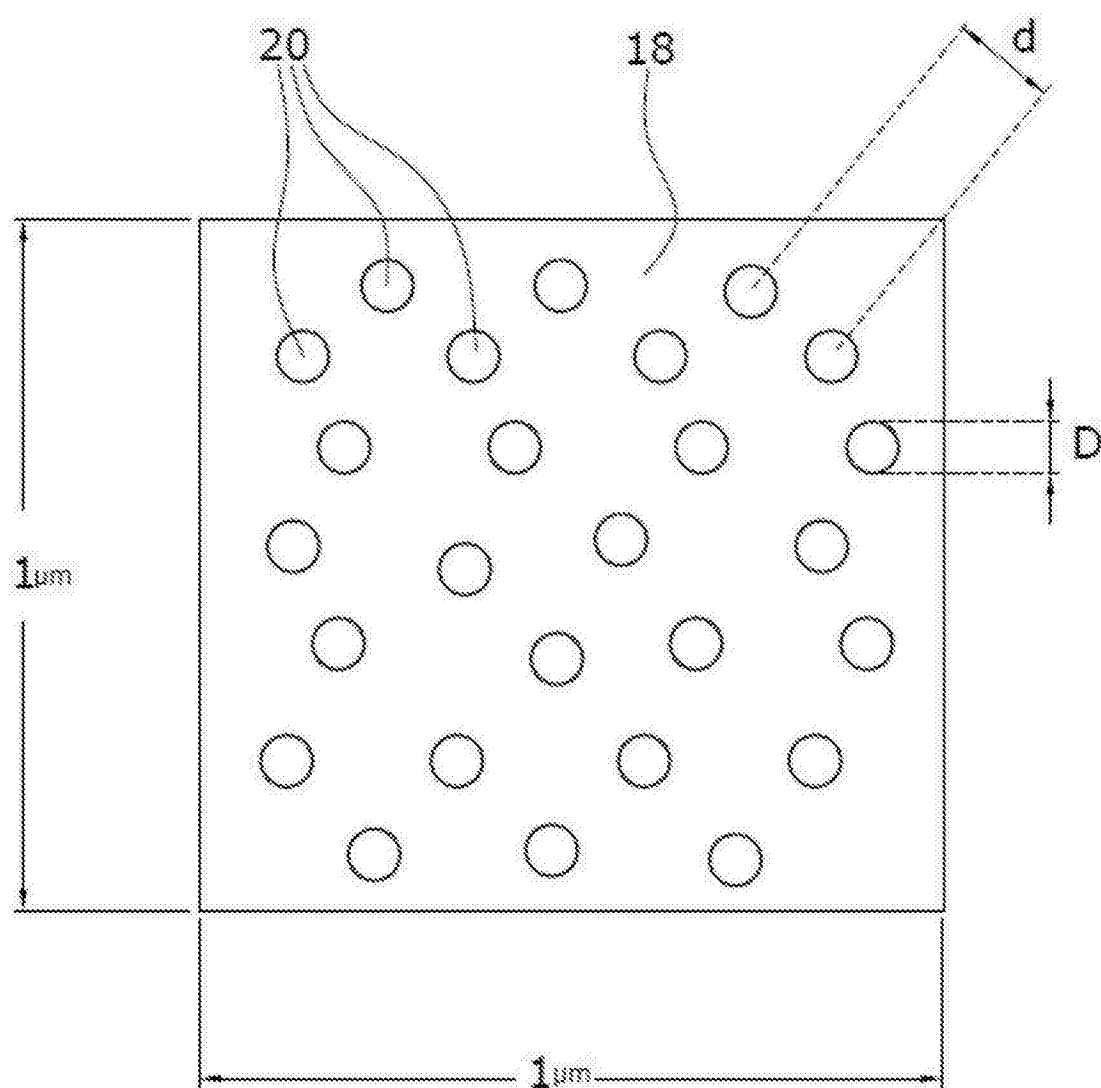


图 2