(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 113853517 A
(43)申请公布日 2021.12.28

(21)申请号 202080037062.3

(22)申请日 2020.07.22

(30)优先权数据
102019121462.9 2019.08.08 DE

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2021.11.18

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2020/070661 2020.07.22

(87)PCT国际申请的公布数据
WO2021/023513 DE 2021.02.11

(71)申请人 英福康有限责任公司
地址 德国科隆

(72)发明人 马克西米利安·赖斯曼
丹尼尔·维茨格

(74)专利代理机构 深圳中一联合知识产权代理有限公司 44414
代理人 李乾

(51)Int.Cl.
G01M 3/26(2006.01)

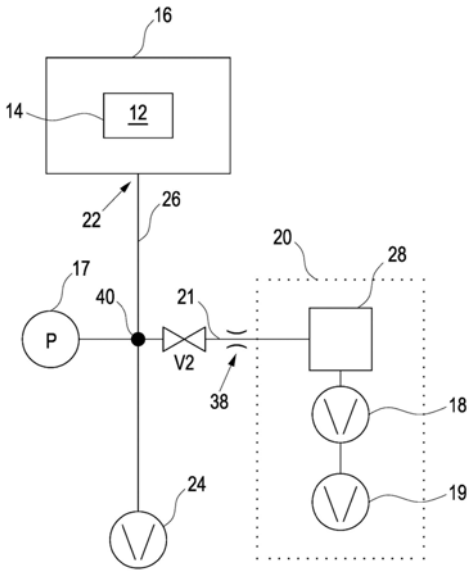
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

充满液体的测试对象的密封性测试

(57)摘要

一种充满液体(12)的测试对象(14)的密闭性测试的方法，所述测试对象具有比大气压低的内部压力，所述方法包括以下步骤：将所述测试对象(14)插入测试腔(16)，将所述测试腔(16)抽真空至低于所述测试对象(14)所述内部压力的压力，从所述测试腔中抽出残留气体组分、从所述测试腔壁解吸的气体组分和后期从所述测试对象通过泄漏漏出的部分液体，而没有任何载气从外部进入所述测试腔，将抽出的所述残留气体组分连同从所述测试对象漏出的所述液体部分一起输送到检测器(28)，以及借助于所述检测器(28)检测通过所述测试对象(14)中的泄漏漏出的所述部分液体(12)。



CN 113853517 A

1.一种充满液体(12)的测试对象(14)的密闭性测试的方法,所述测试对象具有比大气压低的内部压力,所述方法包括以下步骤:

将所述测试对象(14)插入测试腔(16),

将所述测试腔(16)抽真空至低于所述测试对象(14)所述内部压力的压力,

从所述测试腔中抽出残留气体组分、从所述测试腔壁解吸的气体组分和之后从所述测试对象通过泄漏漏出的部分液体,而没有任何载气从外部通入所述测试腔,

将抽出的所述残留气体组分连同从所述测试对象漏出的所述液体部分一起输送到检测器(28),以及

借助于所述检测器(28)检测通过所述测试对象(14)中的泄漏漏出的所述部分液体(12)。

2.如权利要求1所述的方法,其特征在于,所述液体(12)的传输部分是蒸发形式的分子颗粒。

3.如权利要求1或2所述的方法,其特征在于,所述液体(12)在室温下具有小于500mbar的蒸汽压。

4.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述测试对象(14)是电池,所述液体是电解质。

5.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述测试腔(16)是刚性测试腔或薄膜腔。

6.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述检测器(28)包括用于所述液体的待检测部分的选择性传感器。

7.如权利要求6所述的方法,其特征在于,所述检测器(28)是气体检测器,例如,质谱仪、气相色谱仪、红外吸收检测器或具有化学或半导体传感器的检测器。

8.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述检测器(28)在具有比所述测试腔(16)内压力低的压力的真空系统中操作。

9.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,仅当在所述测试腔中达到预定压力极限值时,所述气体组分和所述液体的所述待检测部分才被供给到所述检测器(28)。

10.如权利要求9所述的方法,其特征在于,压力极限值在2-100mbar的范围内,优选地,低于10mbar。

11.如权利要求9或10所述的方法,其特征在于,所述检测器通过阀(V2)连接到所述测试腔(16),所述阀(V2)在所述测试腔开始抽真空时关闭,仅当达到压力极限值时打开。

12.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,所述测试对象(14)在插入到所述测试腔(16)中之后用冲洗气体冲洗。

13.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,从测试对象(14)漏出的所述部分液体(12),在通过检测器(28)检测部分之前的一段时间内,在所述测试腔(16)或连接管线中累积。

14.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,在将测试对象(14)插入所述测试腔(16)之前,借助于包含测试液体的测试泄漏件,通过以下方式校准检测器:将测试泄漏件插入所述测试腔,对所述测试腔抽真空,通过所述检测器(28)检测从测试泄漏件中漏出的所述部分液体。

15.如前述权利要求中任一项所述的方法,其特征在于,在将所述测试对象插入所述测试腔(16)期间,所述测试对象(14)中已经包含的气体不用于泄漏检测的测试气体。

充满液体的测试对象的密封性测试

[0001] 本发明涉及一种对充满液体的测试对象进行泄漏检测的方法。

[0002] 已知用于工业密封性测试的各种方法，其中填充有测试气体的测试对象通过对测试腔抽真空而在测试腔中经受负压。由于产生的压力差，测试气体通过测试对象中可能存在的泄漏进入测试腔，从那里它被供给到用于检测测试气体的传感器。例如，为了进行泄漏测试，食品包装会主动填充测试气体，例如氦气，然后插入测试腔。可替代地，其中使用气体作为测试气体的方法是已知的，当测试对象插入测试腔时，测试对象中已经包含该气体。在这种情况下，不需要用测试气体主动填充测试对象。

[0003] 例如，在DE 10 2014 224 799 A1中描述了这种方法。当测试对象插入膜腔时已经包含在测试对象中的气体可以是空气的组分，例如，氮气、氧气或二氧化碳。此外，这样的气体可以用作测试气体，其包含在测试对象中或由这些物质组成的产品的芳香物质，例如，咖啡的芳香物质。另一种可能性是使用由包含在测试对象中的产品(例如食物)产生的气体作为测试气体。就咖啡而言，这可能是几小时内在咖啡包装中产生的二氧化碳。

[0004] 另一方面，本发明涉及对充满液体的测试对象的泄漏检测，其中测试对象中不存在用作测试气体的气体并且不应或不能主动填充单独的测试气体。这适用于，例如，填充有电解液的电池，例如填充有碳酸二甲酯作为电解质的锂离子电池。

[0005] 在基于检测从测试对象内部向外流动的气体的原理的上述方法中，经常借助气体检测器来检测漏出的气体。在这里，通过真空方法测试测试对象的密封性。对于密封性测试，测试对象被插入真空室。通过测试对象泄漏进入真空室的气体通过真空系统不断地从真空室排出。使用合适的传感器在真空系统中选择性地检测泄漏气体。在足够低的压力下，泄漏气体通过扩散或以分子方式足够快地移动到传感器。

[0006] 作为基于检测从测试对象内部向外流动的气体的检测原理的上述方法的替代，已知借助载气将漏出的气体供给到气体检测器。载气法特别适用于真空室中的操作压力远高于1mbar的情况。在这种情况下，待检测的泄漏气体在真空室中的扩散速度太低。例如在WO 2005/054806 A1中描述了这种载气方法，其中载气流通过包含测试对象的测试腔。测试腔用载气冲洗。从测试对象漏出的测试气体通过载气流被输送出测试腔并输送到测试气体传感器。

[0007] 在制冷/空调行业，众所周知，检查填充有液体制冷剂的物体，例如，热交换器-密封性。此类测试对象的特殊之处在于测试对象中的液态制冷剂处于负压，以获得制冷剂的液相。对于填充有液体制冷剂的此类测试对象的密封性测试，嗅探探针沿着测试对象的要进行密封性测试的区域通过，所述嗅探探针吸入通过泄漏漏出到外部大气并蒸发的制冷剂，并将其送入气体检测器。嗅探探针从测试对象的环境中吸入空气，在此过程中吸收漏出的泄漏气体，该气体由适当的传感器选择性检测并与吸入的空气组分区分开来。

[0008] 嗅探检漏法不适用于内压低于测试对象外部环境大气压的充满液体的测试对象(例如，内压在约50-500mbar范围内)因为在泄漏的情况下，没有泄漏气体泄漏到外面。例如，在填充有低蒸气压且存在负压的液体电解质的电池的情况下，如果存在泄漏，则空气从测试对象的外部环境进入到测试对象的内部，借助嗅探探针无法检测到泄漏。

[0009] 上述使用包含在测试对象中的测试气体的泄漏检测方法也不适用或至少是不准确的，因为当测试对象的外部环境被抽空时，测试对象中的液体进入泄漏的开口或通道，并防止或至少显着影响测试气体的漏出。在测试对象外部检测到的测试气体的量不代表测试对象中泄漏的存在或大小。

[0010] EP 1522838B1描述了一种方法，其中，测试对象填充有电解质，该测试对象被包含在测试腔中，测试腔内部压力低于测试对象内部压力。清洁空气或环境空气作为载气被送入测试腔，以便根据载气方法将从测试对象漏出的液体组分送入检测器。

[0011] 在此背景下，本发明的目的在于提供一种用于内压低于或等于大气压的充满液体的测试对象的泄漏检测方法。

[0012] 根据本发明的方法由权利要求1的特征限定。

[0013] 因此，充满液体的测试对象被插入到测试腔中。液体包含在测试对象内。测试对象内部的压力低于或等于大气压。在将测试对象插入测试腔后，将测试腔抽真空至低于测试对象内部压力且低于大气压的压力。包含在测试腔中的残留气体组分与从至少一个测试腔壁解吸的气体组分以及通过测试对象中的泄漏进入测试腔的液体的任何部分一起被抽出并被送入检测器，没有任何载气被送入测试腔。检测器选择性地检测从测试对象中漏出的液体的部分或颗粒。

[0014] 对于本发明特别重要的是，没有来自外部的连接到测试腔的载气源或从测试腔的环境吸入的载气被供给到测试腔。在此，特别是不存在沿着测试对象的表面通过的气流。而是，从测试对象漏出的液体的部分或颗粒与残留气体组分一起从测试腔中抽出并输送到检测器。不需要载气。

[0015] 通过泄漏漏出的液体部分可以是蒸发形式的分子颗粒。当部分从测试对象中漏出时，会发生蒸发。通常，液体在延伸穿过测试对象的泄漏壁的泄漏通道出口处蒸发。该液体在室温下(大约15℃至25℃)可具有低于500mbar的蒸气压。特别地，测试对象可以是电池，例如，锂离子电池，液体可以是电解质，例如碳酸二甲酯。

[0016] 测试腔可以被配置为具有刚性壁的刚性测试腔。或者，测试腔可以被配置为膜腔，其特征在于包括至少一个柔性壁区域，在抽真空期间，该柔性壁区域被吸引到测试对象，从而减小了膜腔的体积。此外，特别是具有完全由柔性膜构成的壁的膜腔提供的优点是，拉向测试对象的壁支撑测试对象，这在柔性测试对象的情况下特别有利。

[0017] 检测器包括传感器，该传感器选择性地检测液体的待检测部分或颗粒，从而可以将它们与其他部分或气体区分开来。漏出液体的部分可以是液体形式并且以这种形式供给到检测器。检测器必须能够分析液体并选择性地检测包含在测试对象中的液体。例如，漏出的液体可以以薄雾或气溶胶的形式供给检测器。

[0018] 或者，可以提供，液体在它通过测试对象中的泄漏漏出时蒸发，并且液体的漏出部分以蒸发形式，即气相供给到检测器。在这种情况下，检测器必须配置为气体检测器，并且必须能够分析气体并有选择地将测试对象中的气相液体与其他气体区分开来。在此，至关重要的是，仅当离开测试对象时，即测试对象外部或泄漏的开口或通道中，包含在测试对象中的液体才进行从液相到气相的转变。因此，测试对象中存在的气体不用作测试气体，因为即使当液体通过泄漏漏出并蒸发时，测试对象内部的液体仍处于其液体形式。

[0019] 液体的待检测部分的检测器可以是气体检测器，例如，气体检测器、质谱仪、气相

色谱仪、红外辐射吸收检测器或具有化学传感器或半导体传感器的检测器。

[0020] 没有载气供应到测试腔。特别是，不像传统的用于气体泄漏检测的载气方法那样，将恒定的载气流量供给到测试腔。相反，测试腔内部的残留气体组分和从测试腔壁解吸的气体组分用于将通过测试对象中的泄漏进入测试腔的液体的部分和颗粒输送到检测器。因此，来自测试腔内部或测试腔壁的气体组分的混合物和包含在测试对象中的液体的部分或颗粒被供给到检测器并在检测器的帮助下进行分析以检测部分气体输送的液体。

[0021] 优选地，仅当达到测试腔或测试腔与抽空测试腔的真空泵之间的连接管线中的压力极限值时，才将输送部分液体的气流供给到检测器。该压力极限值可以在大约2mbar和50mbar之间的范围内并且优选地低于20mbar。优选地是隔膜泵的真空泵可以通过阀连接到测试腔和/或连接到连接真空泵和测试腔的气体管线。在测试腔开始抽真空时，阀门是关闭的。当达到压力极限值时，阀门打开，部分气流进入检测器，而剩余的主气流继续被隔膜泵抽出。在此，特别是当使用构造为隔膜泵的真空泵时，与传统的载气方法相比，实现了从泄漏处漏出的液体部分的积聚。当达到压力极限值时，到目前为止积聚的液体部分被送入检测器。

[0022] 优选地，测试腔中的测试对象用冲洗气体冲洗以去除附着在测试对象上的部分液体。优选地，在实际泄漏检测发生之前，例如用冲洗气体冲洗测试对象。在抽空试验室之前。

[0023] 可以想象，在部分液体或残留气体与部分液体的混合物被送入检测器之前的一段时间内，通过泄漏漏出的部分液体在测试腔内或连接管线中积聚以用于分析目的。

[0024] 可以在充满测试液体的测试泄漏件的帮助下进行校准。测试泄漏件可以被构造成毛细管泄漏件，其中测试液体通过测试泄漏件的壁上开设的具有已知尺寸的的毛细管漏出。或者，测试泄漏件可以是渗透液体泄漏件，其中，测试泄漏件的壁的区域被构造成具有已知的测试液体渗透特性的膜。借助这种校准，可以确定并存档液体检测部分的数量与泄漏大小之间的相关性，以便在实际泄漏检测期间不仅可以确定泄漏的存在，还可以确定泄漏的大小。

[0025] 根据本发明，尤其可以规定，基于对通过泄漏漏出的液体部分的检测来确定泄漏的大小。

[0026] 下面将参考附图详细解释本发明的两个示例性实施例，其中：

[0027] 图1示出了第一示例性实施例的框图，

[0028] 图2示出了第二示例性实施例的框图。

[0029] 在两个示例性实施例中，填充有液体12的测试对象14包含在测试腔16中。测试对象14是填充有液体电解质的电池。在本示例性实施例中，测试腔16是传统的刚性测试腔。

[0030] 测试腔16设有真空连接件22，真空泵24连接至该真空连接件24，测试腔16可以通过该真空泵抽真空。为此，真空泵24包括至少一个构造为隔膜泵的真空泵。测试腔16和真空泵24通过连接管线26以气体传导的方式彼此连接，使得真空泵24可以通过连接管线26从测试腔16中抽出气体。

[0031] 将真空泵24连接到测试腔16的连接管线26已经连接到检测器28，用于分析和检测液体12的部分。在两个示例性实施例中，检测器28是配置为质谱仪的选择性气体检测器，例如，其传感器选择性地检测液体12的分子部分并且可以将它们与其他气体区分开来。检测器28形成质谱真空系统20的一部分，该系统包括用于抽真空质谱仪28的前真空泵19和高真

空泵18。

[0032] 检测器28通过导气检测管线21以导气方式连接到连接管线26。该检测管线21设有节流阀38，用于节流从连接管线26分出的气流和一个阀V2用于选择性地关闭检测管线21。为了测量连接管线26内部的压力，后者以气体传导方式连接到压力传感器17。

[0033] 部分液体12从测试对象14中的泄漏处漏出并进入测试腔16。当液体12从测试对象14漏出时，所述液体可以蒸发，使得液体12漏出的部分可以被预以气态形式发送。

[0034] 检测器28作为真空系统20中的质谱仪在低于真空室16内部的压力且低于连接线26和检测线21之间的连接点40处的压力下操作，在根据本发明用于抽空测试腔16的隔膜泵24的情况下，在测试腔16内部不产生高真空。相反，隔膜泵24产生范围为几毫巴。膜泵24抽走仍然存在于测试腔16中的残留气体组分。此外，当在测试腔16内达到大约10mbar范围内的压力时，从测试腔壁解吸的气体组分也被隔膜泵24抽出。这些气体组分，即来自测试腔16的残留气体组分和从其壁解吸的气体组分，吸收通过泄漏从测试对象14漏出的液体12的一部分并且进入测试腔16。液体12的这些部分被供给到检测器28。

[0035] 抽真空后测试腔16内的真空压力为几毫巴。从测试对象14漏出并蒸发的液体12的部分的扩散在该压力下仍然是惰性的。液体12的漏出部分到检测器28的传输由气体组分加速，无需使用任何载气并从外部供给到测试腔16。

[0036] 或者，可以想象的是，从测试对象14漏出的液体部分在漏出的液体12的部分被供给到检测器28之前积聚在测试腔16内部或连接管线26内部。为此，可以想象的是，在连接点40和膜泵24之间设置了图1中未示出的阀，当达到测试腔16内的足够真空压力时，该阀关闭以检测发生之前，引起漏出的部分液体积聚在测试腔16内部或在测试腔16和未示出的阀之间的连接管线26中。可以打开阀门V2进行检测。在积聚阶段，阀门V2可以打开或关闭。

[0037] 图2所示的示例性实施例与图1的第一示例性实施例的不同之处在于，包括阀门V2的检测管线21的部分30被包括另一个阀门V3的部分36桥接，使得阀门V2、V3被并联连接。在连接管线26的部分32中，在连接管线26的连接点40与部分30之间以及连接管线26与部分36之间的连接点42之间设置有阀V1。在抽空测试腔16时，阀门V1打开。然后关闭阀门V2。这同样适用于阀门V3。当阀门V2、V3关闭而阀门V1打开时，真空泵24仅对测试腔16抽真空。根据第二示例性实施例的检测器28也是具有独立真空系统的质谱仪。质谱仪的入口区域也通过真空泵24排空。为此，阀门V2保持关闭，而阀门V1关闭，阀门V3打开以将质谱仪的入口区域排空以所需的真空压力。在抽真空之后，阀门V1关闭，阀门V2和V3打开以进行测量操作，从而将测量介质通过真空泵24输送出测试腔16并通过检测器28。

[0038] 如果测试对象14中存在泄漏，则包含在测试对象14中的部分液体12进入测试腔16。该液体可以是在锂离子电池中用作电解质的碳酸二甲酯。在锂离子电池中，在测试腔16已经被抽真空之后，在测试对象14外部的区域中存在比测试腔16内部的压力高的真空压力。当液体电解质通过泄漏从测试对象14漏出时蒸发，使得液体12的待检测部分可以以气相分子颗粒的形式存在。

[0039] 液体12的一部分通过测试腔16输送到检测器28并通过管线26、30、21并进一步通过管线36输送到泵24。产生测试腔16和/或测试腔16的壁和液体12的输送部分。质谱检测器28的选择性传感器检测液体12的部分并且能够将它们与测试腔16的气体组分区分开。测试对象14表示测试对象中存在泄漏。液体12的检测部分的量可以指示泄漏的大小。

[0040] 此外，在检测发生之前，通过测试对象14中的泄漏漏出的液体12的部分会积聚在测试腔16内。为此目的，阀V1、V3在积聚阶段关闭。在积聚阶段，阀门V2也可以关闭。当预设时间已经过去时，阀V2打开，使得液体12的积聚部分被供给到检测器28。

[0041] 在积聚阶段之后，积聚的气体也可以通过气体组分从测试腔16传输到检测器28。这里，没有载气从外部供给到抽真空的测试腔16。在测试腔16关闭的情况下，等待直到部分液体12在预定时间段内积聚在测试腔16中。在真空泵18、19的帮助下，检测器28被设置为比测试腔16中存在的压力低的压力。当阀V2打开时，液体12的积聚部分被输送到检测器18并在那里检测到。

[0042] 节流阀38的传导值和阀门V2打开的节流阀38前面(图中左侧)的压力阈值被选择为使得进入腔室的气体体积减小。质谱仪28通过节流阀38的压力导致不超过10^{-4}mbar的压力增加。优选地，实验室条件下的压力阈值大约为5mbar。

[0043] 质谱仪28产生关于液体12的特征组分(电解质组分)的测量质量特性的信号。将测量信号与阈值进行比较，其中，当超过阈值时，假定测试对象14中存在泄漏。在测量之后，阀门V2关闭，测试腔被排气并且在适当的情况下，将测试对象14从测试腔16中取出。

[0044] 根据本发明的方法不需要用于抽空测试腔16的任何高级真空泵，例如，高真空泵，但仅仅是简单的真空泵，例如隔膜泵，其最终压力可低于10mbar。

[0045] 两个示例性实施例之间的本质区别在于，在图2的示例性实施例中，在未达到设定压力阈值时关闭阀门V1并打开阀门V2、V3后，必须有更短的距离与图1的示例性实施例相比，从节流阀38移动到质谱仪28。在节流阀38和质谱仪28之间的区域中，检测线21内的压力低，即低于10^{-4}mbar，使得该区域存在气体的分子自由运动条件。气体分散到质谱仪28的时间段，因此可以忽略不计。

[0046] 在节流阀38背离质谱仪的一侧，即图中节流阀38的左侧，管线26、30、32、36中的压力例如为5mbar。在这里，粘性流动条件占优势，测量气体必须沿着该距离扩散通过残留气体，这会导致时间延迟。在图1中，从连接管线26和真空管线21之间的连接点40到节流阀38的扩散距离长于图2中管线30、36、21的连接点44与节流阀38之间的扩散距离。

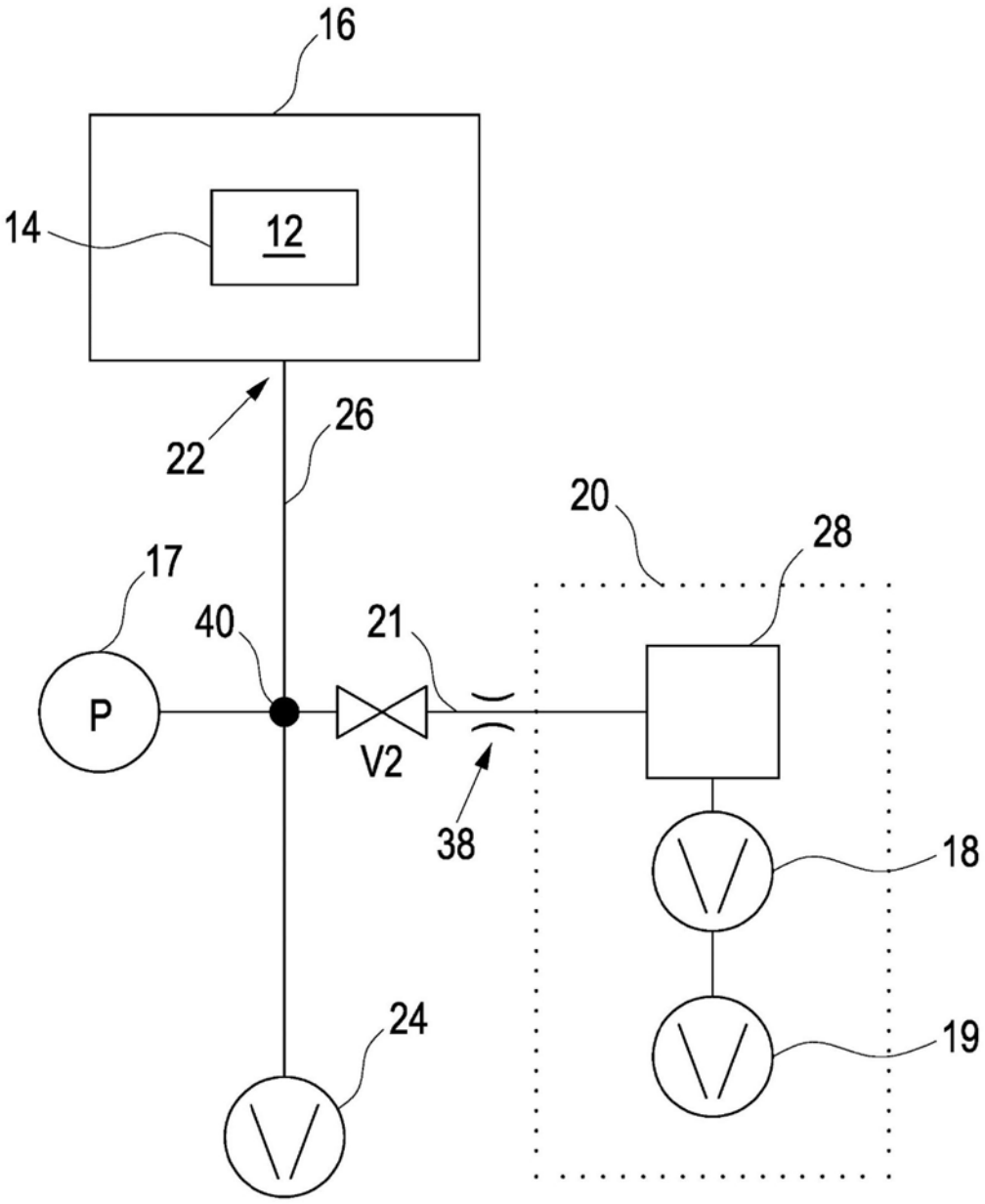


图1

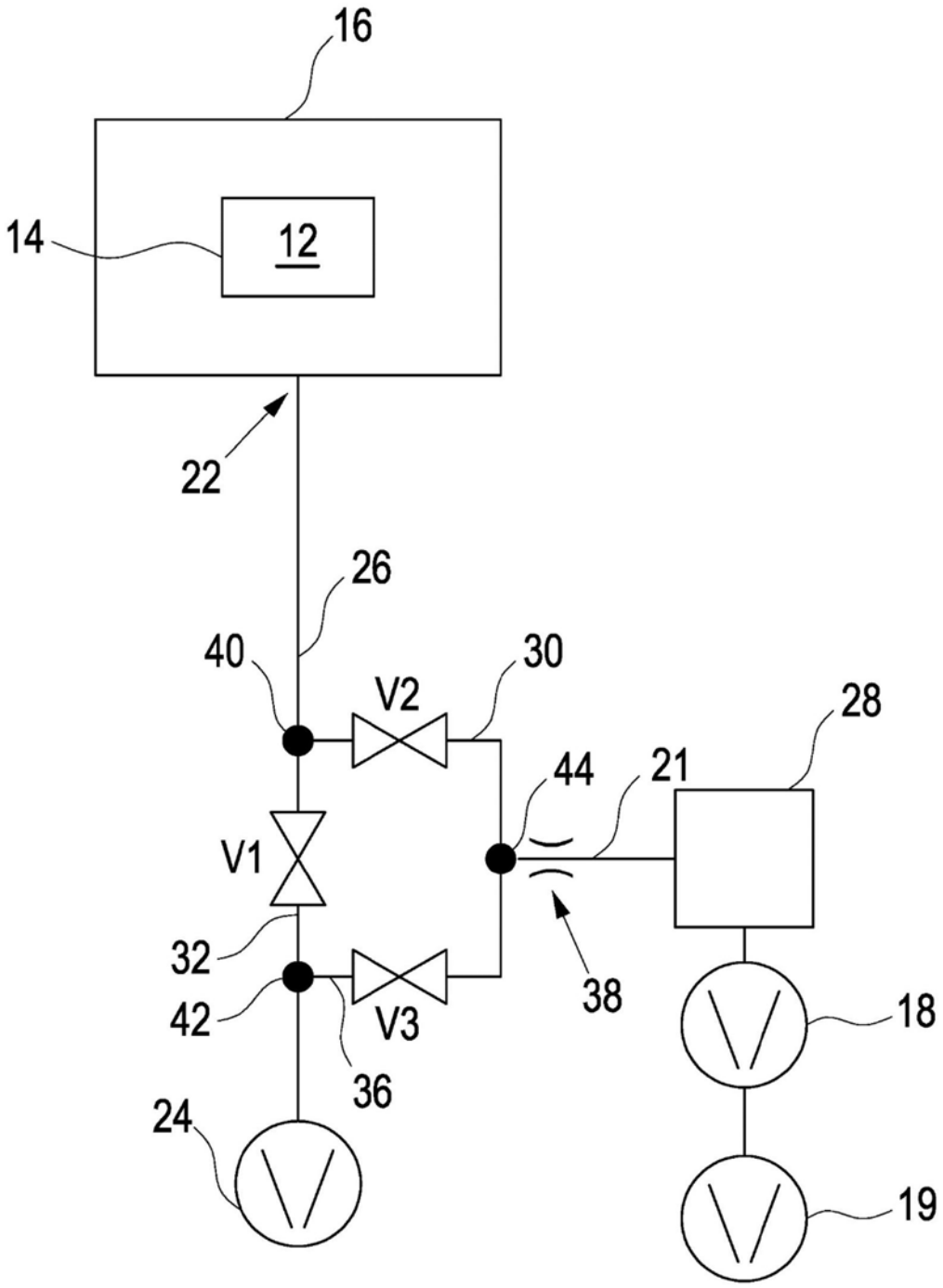


图2