

И.В. Шерстов<sup>1</sup>, В.А. Капитанов<sup>2</sup>, Б.Г. Агеев<sup>2</sup>, А.И. Карапузиков<sup>1</sup>,  
Ю.Н. Пономарев<sup>2</sup>

## Лазерный оптико-акустический течеискатель

<sup>1</sup> Институт лазерной физики СО РАН, г. Новосибирск

<sup>2</sup> Институт оптики атмосферы СО РАН, г. Томск

Поступила в редакцию 12.01.2004 г.

Для контроля герметичности вакуумных объемов предложено использовать оптико-акустический (ОА) течеискатель на базе простого CO<sub>2</sub>-лазера. Представлены результаты экспериментальных исследований детектирования привнесенных примесей SF<sub>6</sub> в слабых газовых потоках ОА-детектором с дифференциальным резонатором Гельмгольца. Исследовано влияние скорости прокачки газовой пробы через детектор. Оценка минимального значения надежно регистрируемого потока лазерным ОА-газоанализатором составила  $\sim 1 \cdot 10^{-9}$  Па · м<sup>3</sup>/с, что сравнимо с чувствительностью серийного гелиевого течеискателя.

### Введение

Серийные течеискатели имеют два режима работы: режим откачки контролируемого объема (гелиевые) и режим избыточного давления в объеме (гелиевые и галоидные). В основу работы течеискателей в режиме избыточного давления положено исследование воздуха в районе предполагаемой течи на наличие заранее известного вещества (газ-маркер), которое предварительно смешивают с воздухом и помещают в проверяемую емкость при давлении, превышающем атмосферное. При наличии дефекта смесь начинает вытекать из емкости, и течеискатель фиксирует появление молекул маркера в прилегающих слоях воздуха.

Для интенсификации работы течеискателей они, как правило, снабжаются средством прокачки воздуха, которое засасывает воздух с рабочим веществом из места возможной течи. В качестве газ-маркера обычно используют: гелий, галоидосодержащие газы (фреон и др.), гексафторид серы (SF<sub>6</sub>), а также другие вещества. Гелиевые течеискатели имеют высокую стоимость и требуют существенных затрат, связанных с расходом дорогого газа гелия при эксплуатации. Галоидные течеискатели значительно менее чувствительны, чем гелиевые.

Гексафторид-серные течеискатели имеют достаточно низкие эксплуатационные расходы, так как требуют малых концентраций гексафторида серы в воздухе (десятые доли процента). Эти течеискатели бывают *контактного* типа — снабжены специальным щупом, соединенным со средством прокачки воздуха, который приближают к месту возможной течи [1], и *дистанционного* типа — позволяют определять наличие гексафторида серы в воздухе на расстоянии от единиц до нескольких десятков метров [2, 3].

В настоящее время оптико-акустический (ОА) метод детектирования следовых количеств газовых загрязнителей широко используется на практике [4].

Основное применение метод нашел при локальном мониторинге территориального загрязнения воздуха за счет антропогенной деятельности и при анализе многокомпонентных газовых смесей, возникающих при различных технологических процессах. В обоих случаях процедура измерений предусматривает смену газовых проб в измерительной ячейке ОА-детектора (ОАД). Как правило, это достигается двумя путями: либо при периодическом заполнении анализируемой смеси предварительно вакуумизированной ячейки, либо при непрерывной прокачке смеси через нее. Именно второй путь позволяет повысить оперативность ОА-анализа для своевременного обнаружения утечек токсичных и взрывчатых веществ, исследования кинетики химических реакций и т.п. Для его реализации используются ОАД с акустически-резонансными ячейками [5]. Среди них несомненными преимуществами (простая конструкция, низкая резонансная частота, возможность существенного увеличения отношения сигнал-шум с помощью дифференциальных схем) обладают ячейки по схеме дифференциального резонатора Гельмгольца (ДРГ) [6].

В данной статье представлены результаты разработки и испытаний лазерного ОА-течеискателя с волноводным CO<sub>2</sub>-лазером.

### Конструкция ОА-детектора с ДРГ

На рис. 1 показана принципиальная схема ОАД с ДРГ. Детектор состоял из двух идентичных ячеек диаметром  $2a = 7,2$  мм длиной  $L = 150$  мм, соединенных одинаковыми капиллярами диаметром  $2r = 5$  мм длиной  $l = 100$  мм. На торцах ячеек вакуумно-плотно были установлены окна из ВаF<sub>2</sub> или ZnSe. Наполнение и откачка ОАД производились через штуцеры, расположенные в середине капилляров. В стенках ячеек ОАД были установлены электретные микрофоны фирмы Knowless EK 3027,

имеющие чувствительность  $R_m = 20$  мВ/Па. Подробное описание конструкции такого ОАД приведено в работе [7].

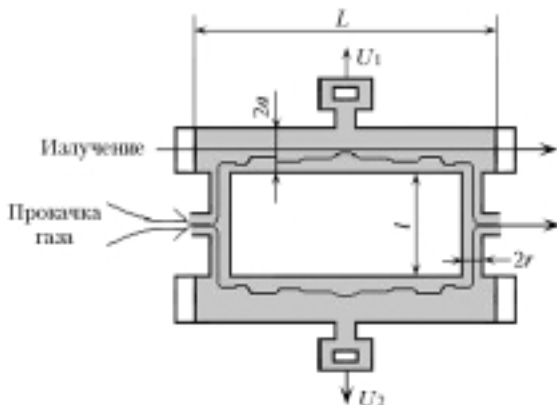


Рис. 1. Схема опико-акустического детектора с дифференциальным резонатором Гельмгольца

На рис. 2 представлены нормированные расчетная и экспериментальная зависимости чувствительности ОА-детектора от частоты. В диапазоне частот 200–2300 Гц наблюдались два резонанса. Наиболее интенсивный резонанс на частоте 627 Гц имел ширину на полувысоте 60 Гц. Второй резонанс на частоте 2020 Гц имел ширину на полувысоте около 120 Гц и интенсивность в 3 раза меньше.

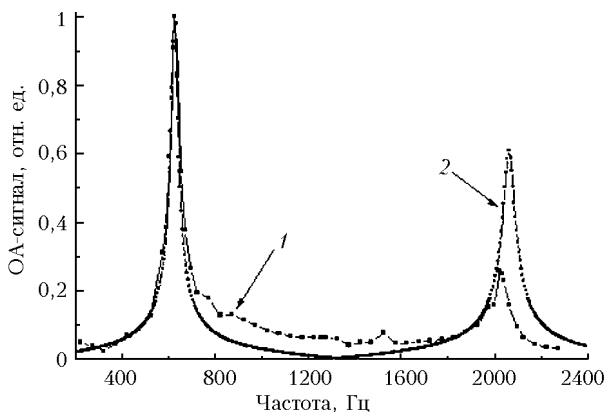


Рис. 2. Нормированная зависимость чувствительности ОА-детектора с ДРГ от частоты модуляции излучения лазера: 1 — эксперимент; 2 — расчет

Амплитуды электрических сигналов  $U_1$  и  $U_2$  на выходе каждого из микрофонов ОАД описываются выражением

$$U_1 = -U_2 = R_m P_1 = R_m R_{cell} \sigma c W_0, \quad (1)$$

где  $P_1$  — амплитуда акустических колебаний;  $R_m$ ,  $R_{cell}$  — чувствительности микрофонов и ячейки;  $\sigma$  — сечение поглощения газа;  $c$  — концентрация газа;  $W_0$  — мощность лазера.

Концентрационная чувствительность ДРГ ОА-детектора определяется выражением

$$C_{min} = \Lambda \Delta f^{1/2} / (W_0 \sigma), \quad (2)$$

где  $\Lambda = (U_m^2)^{1/2} / R$ , Вт · см<sup>-1</sup> · Гц<sup>-1/2</sup>;  $(U_m^2)^{1/2}$  — среднеквадратическое значение напряжения шума, В;

$R = R_m R_{cell}$  — чувствительность детектора, В · Вт<sup>-1</sup> · см;  $\Delta f$  — ширина полосы пропускания, Гц.

Пороговая чувствительность описанного выше ОАД равняется  $3 \cdot 10^{-9}$  Вт · см<sup>-1</sup> · Гц<sup>-1/2</sup>. Для газовых сред, поглощающих излучение СО<sub>2</sub>-лазера, таких как этилен, аммиак, гексафторид серы, эта чувствительность обеспечивает регистрацию коэффициентов поглощения порядка  $10^{-10}$ – $10^{-12}$  см<sup>-1</sup>, что соответствует концентрациям поглощающих молекул  $\sim 10^{-2}$ – $10^{-3}$  ppb.

## Выбор газа-маркера

Особенностью лазерного ОА-газоанализа является универсальность ОА-системы с точки зрения детектирования того или иного газообразного вещества, так как основные параметры (вид и число обнаруживаемых веществ, минимально обнаруживаемые концентрации этих веществ) определяются характеристиками используемого лазера.

Для проведения экспериментов по детектированию примесей в слабых газовых потоках в качестве газа-маркера был выбран гексафторид серы, имеющий сильную полосу поглощения в спектральной области 10,5–10,6 мкм [8, 9], где расположены линии излучения СО<sub>2</sub>-лазера. В указанном спектральном диапазоне SF<sub>6</sub> имеет максимальный коэффициент поглощения на 10P(16) линии излучения СО<sub>2</sub>-лазера (частота 947,75 см<sup>-1</sup>), равный 0,85 (см · торр)<sup>-1</sup> [9]. Коэффициенты поглощения SF<sub>6</sub> на линиях излучения СО<sub>2</sub>-лазера 10P(18), 10P(20) и 10P(22) равны соответственно 0,60; 0,53 и 0,40 (см · торр)<sup>-1</sup>, т.е. в 1,5–2 раза меньше, чем на линии 10P(16).

Для детектирования малой концентрации SF<sub>6</sub> в воздухе достаточно использовать волноводный СО<sub>2</sub>-лазер в свободном режиме генерации без селективного резонатора. В этом случае при нормальном охлаждении лазер преимущественно работает на линии излучения 10P(20), а выходная мощность примерно вдвое больше, чем у лазера с дифракционной решеткой на линии 10P(16). Таким образом, преимущество более высокого коэффициента поглощения SF<sub>6</sub> на линии излучения 10P(16) СО<sub>2</sub>-лазера практически компенсируется более высокой мощностью излучения лазера без дифракционной решетки.

## Конструкция течеискателя и результаты испытаний

На рис. 3 представлена блок-схема экспериментальной установки по детектированию примесей в слабых газовых потоках. Эксперимент заключался в обнаружении газа-маркера при утечке газовой смеси из емкости с небольшой течью.

В состав экспериментальной установки входили: волноводный СО<sub>2</sub>-лазер с ВЧ-возбуждением, ОА-детектор с ДРГ, измеритель мощности (калориметр), генератор импульсов, частотомер, селективный усилитель (микровольтметр), синхронный детектор.

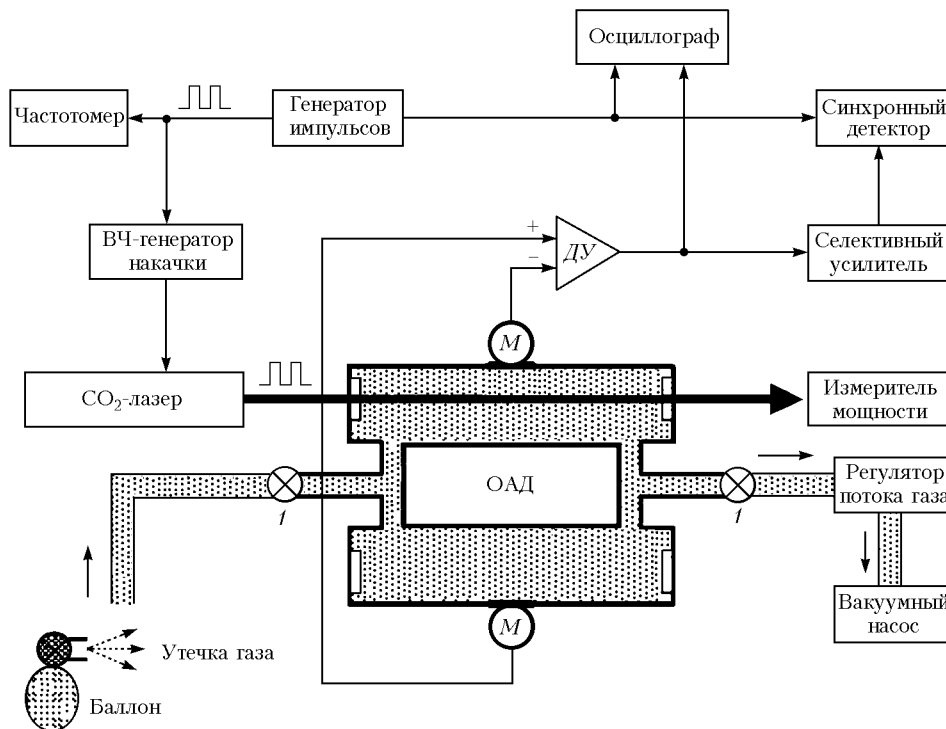


Рис. 3. Блок-схема экспериментальной установки по оптико-акустическому детектированию примесей в слабых газовых потоках: 1 – вентили; М – микрофон; ДУ – дифференциальный усилитель

CO<sub>2</sub>-лазер работал в импульсно-периодическом режиме. Частота повторения импульсов лазера составляла 627 Гц, рабочий цикл 50% (меандр), средняя мощность излучения 1,4 Вт, наиболее вероятная линия генерации 10P(20). Излучение лазера проходило через одно плечо резонансного ОА-детектора. К ОАД подключался пробозаборный зонд длиной 1,5 м диаметром 3 мм.

Пробы воздуха принудительно прокачивались через ОАД с помощью электрического пневмонасоса со скоростью 0,5–1 л/мин, которая контролировалась серийным регулятором потока газа (ротаметром). При наличии в пробе воздуха газ-маркера лазерное излучение в ОАД поглощалось с возникновением акустической волны на частоте следования импульсов. Акустические сигналы регистрировались двумя микрофонами, напряжение с которых подавалось на дифференциальный усилитель, далее на селективный усилитель и синхронный детектор.

Исследовано влияние скорости прокачки газовой пробы через ОАД. На рис. 4 (кривая 1) представлена экспериментальная зависимость величины шумов, измеренных селективным микровольтметром, от скорости прокачки при выключенном лазере. При скоростях прокачки от 0 до 0,5 л/мин величина регистрируемых шумов оставалась неизменной и определялась собственными шумами электронного тракта. При изменении скорости прокачки от 0,5 до 0,75 л/мин наблюдалось возрастание уровня шумов в 2–2,5 раза. Дальнейшее увеличение скорости прокачки до 1 л/мин привело к резкому возрастанию шумов – примерно в 30 раз.

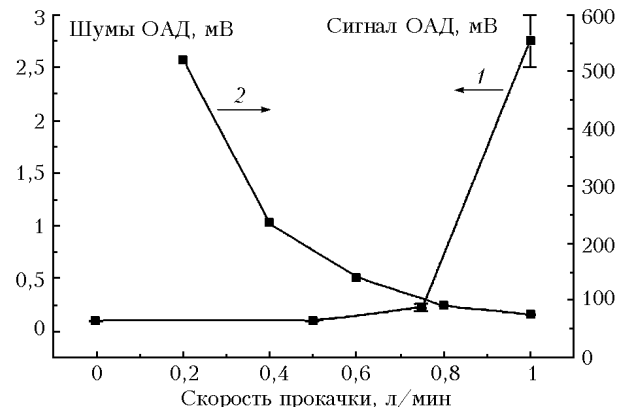


Рис. 4. Зависимость величины шумов (1) и сигнала ОАД (2) от скорости прокачки газовой пробы через детектор

Также обнаружено, что при увеличении скорости прокачки падает чувствительность детектирования газовой примеси. На рис. 4 (кривая 2) представлена экспериментальная зависимость величины ОА-сигнала, измеренного селективным микровольтметром, от скорости прокачки через ОАД при детектировании паров ацетона над открытой бутылкой. Ацетон имеет полосу поглощения на длине волны 10,6 мкм. Как видно из рис. 4, при увеличении скорости прокачки чувствительность ОА-газоанализатора падает. Это может быть объяснено разбавлением окружающим воздухом взятой газовой пробы при увеличении скорости прокачки.

Таким образом, в данной конструкции ОАД оптимальная скорость прокачки газовой пробы при максимальном отношении сигнал-шум составляет ~0,5 л/мин.

В экспериментах по детектированию примесей в слабых газовых потоках в качестве источника утечки SF<sub>6</sub> использован баллон емкостью 2,7 л, заполненный до давления 1,5 бар азотом с примесью 0,023% SF<sub>6</sub> (230 ppm). Утечка происходила через вентиль, имевший дефект уплотнения. При этом измеренная величина утечки газовой смеси составила  $(0,7-1,0) \cdot 10^{-3}$  Па·м<sup>3</sup>/с. В этих условиях при скорости прокачки 0,5 л/мин достигнуто уверенное детектирование утечки SF<sub>6</sub> с отношением (сигнал-шум)  $\approx 150$ . Задержка появления ОА-сигнала от SF<sub>6</sub> составила от 1 до 3 с в зависимости от длины пробозаборного шланга и скорости прокачки воздушной пробы через ОАД.

Оценка предельной чувствительности лазерного ОА-течеискателя по чистому SF<sub>6</sub> составила  $\sim 1 \cdot 10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Чувствительность серийного теcheискателя ТИ-14М в режиме избыточного давления гелия в контролируемом объекте и заборе проб воздуха с его поверхности составляет  $\sim 1 \cdot 10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Таким образом, тестируемый лазерный ОА-течеискатель не уступает по чувствительности традиционно используемым приборам регистрации слабых газовых потоков. Дальнейшее повышение чувствительности (на порядок величины) возможно при размещении прокачной ячейки ОАД внутри лазерного резонатора.

На основе проведенных исследований создан макет прибора, внешний вид которого показан на рис. 5.

## Заключение

Представлены результаты экспериментальных исследований возможности использования в лазерном ОА-течеискателе детектора с дифференциальным резонатором Гельмгольца для обнаружения примесей в слабых газовых потоках, обусловленных течью герметичных полостей. В качестве газомаркера был выбран гексафторид серы, имеющий сильную полосу поглощения в спектральной области 10,5–10,6 мкм. На основе полученных экспериментальных данных сделан вывод о том, что для детектирования примесей SF<sub>6</sub> достаточно использовать непрерывный СО<sub>2</sub>-лазер в свободном режиме генерации без селективного резонатора. В этом случае преимущество более высокого коэффициента поглощения SF<sub>6</sub> на линии излучения 10P(16) СО<sub>2</sub>-лазера практически компенсируется более высокой мощностью излучения лазера без дифракционной решетки.

Исследовано влияние скорости прокачки газовой пробы через ОАД. Показано, что увеличение скорости прокачки приводит к возрастанию уровня шумов, а также к падению чувствительности ОАД, обусловленных разбавлением окружающим воздухом взятой газовой пробы. В исследованной конструкции ОАД оптимальная скорость прокачки газовой пробы при максимальном отношении сигнал-шум составляет  $\sim 0,5$  л/мин.

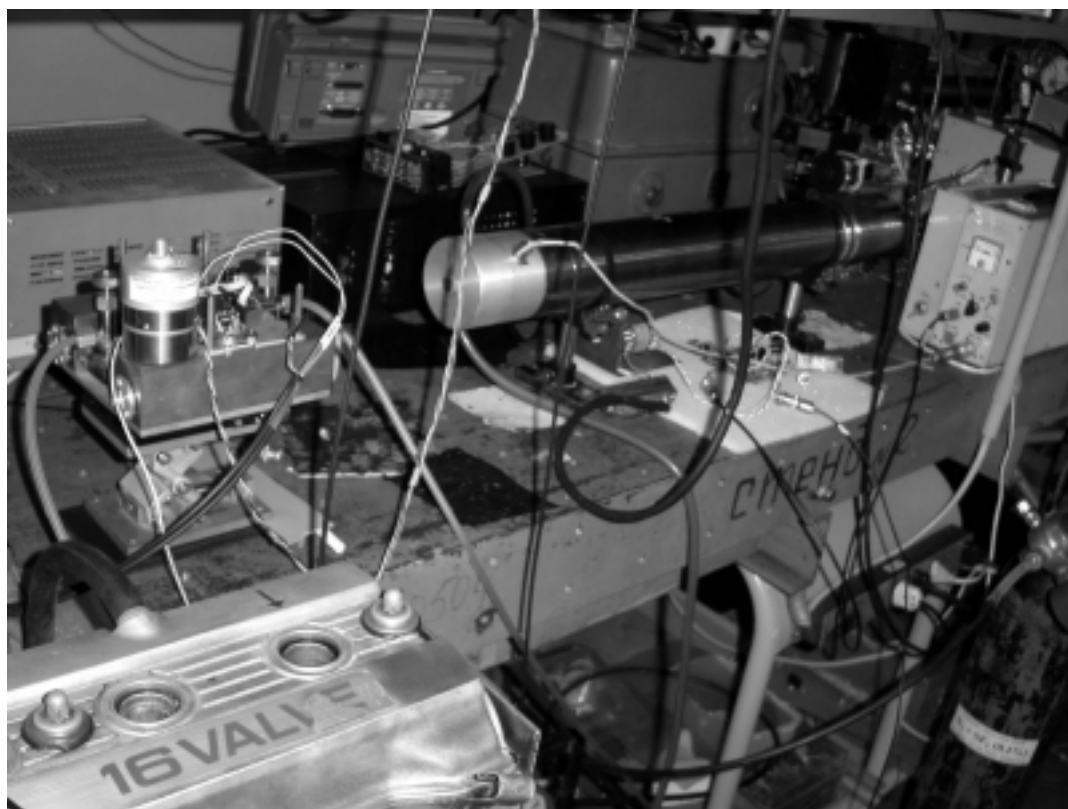


Рис. 5. Общий вид макета лазерного оптико-акустического теcheискателя

Достигнуто уверенное детектирование утечки газовой смеси, содержащей 0,023% SF<sub>6</sub> (230 ppm), интенсивностью  $(0,7-1,0) \cdot 10^{-3}$  Па · м<sup>3</sup>/с. Задержка появления ОА-сигнала от SF<sub>6</sub> составила от 1 до 3 с в зависимости от длины пробозаборного шланга и скорости прокачки воздушной пробы через ОАД. Оценка предельной чувствительности лазерного ОА-течейскаателя по чистому SF<sub>6</sub> составила  $\sim 1 \cdot 10^{-9}$  Па · м<sup>3</sup>/с, что сравнимо с чувствительностью серийного гелиевого течейскаателя ТИ-14М в режиме избыточного давления гелия в контролируемом объекте и заборе проб воздуха с его поверхности.

1. *Leak detecting method for vessels*: US Patent 5,163, 315. Asai, Kazuhiro, Morimoto et al. November 17, 1992.
2. *Photo-acoustic leak detection system and method*: US Patent 5, 161, 408. McRae, Dewey. November 10, 1992.
3. *Photo-acoustic leak detector with baseline measuring*:

US Patent 5, 824, 884. Olender, Woody, Newman. October 20, 1998.

4. *Air Monitoring by Spectroscopic Techniques* / Ed. M.W. Sigrist. New York: John Wiley and Sons, Inc. 1994. 532 p.
5. *Жаров В.П., Летохов В.С.* Лазерная оптико-акустическая спектроскопия. М.: Наука, 1984. 320 с.
6. *Лазерная оптико-акустическая спектроскопия межмолекулярных взаимодействий в газах* / Ю.Н. Пономарев, Б.Г. Агеев, М.В. Зигрист, В.А. Капитанов, Д. Куртуа, О.Ю. Никифорова. Томск: МГП «РАСКО», 2000. 200 с.
7. *Kapitanov V.A., Ponomarev Yu.N., Song K., Cha H.-K., Lee J.* Resonance photoacoustic spectroscopy and gas analysis of gaseous flow at reduced pressure // *Appl. Phys. B.* 2001. V. 73. P. 745–750.
8. *Hugh R. Carlon.* Infrared absorption coefficients (3–15 μm) for sulfur hexafluoride (SF<sub>6</sub>) and freon (CCl<sub>2</sub>F<sub>2</sub>) // *Appl. Opt.* 1979. V. 18. N 10. P. 1474–1475.
9. *Cox D.M., Gnauck A.* Continuous wave CO<sub>2</sub> laser spectroscopy of SF<sub>6</sub>, WF<sub>6</sub> and UF<sub>6</sub> // *J. Mol. Spectrosc.* 1980. V. 81. N 1. P. 205–215.

*I.V. Sherstov, V.A. Kapitanov, B.G. Ageev, A.I. Karapuzikov, Yu.N. Ponomarev.* **Laser photo-acoustic leak detector.**

A photo-acoustic (PA) leak detector based on the standard CO<sub>2</sub> laser is proposed to be used for testing leak-proofness of vacuum vessels. The results of experimental investigations of detection of SF<sub>6</sub> admixtures, introduced into weak gas flows, with the detector with differential Helmholtz resonator are presented. The dependence on the flow rate of a gas sample in the detector is under analysis. The minimal surely detectable flow is estimated as  $\sim 1 \cdot 10^{-9}$  Па · м<sup>3</sup>/с, which is comparable with the sensitivity of the commercial He leak detector.