

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2021.03.11

激光干涉仪在气体微小流量测量中的应用

赵玉婷, 杨松涛, 张永胜, 于华伟

(航空工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

摘要: 为了提升气体微小流量的校准能力, 拓展流量校准范围下限, 以被动活塞式玻璃体积管主标准器作为研究对象, 提出一种使用激光干涉仪实时测量活塞移动位移从而计算得出标准流量的方法, 将流量范围下限从 1 mL/min 扩展至 0.01 mL/min。开展了流量重复性试验及标准流量不确定度分析, 试验结果表明该标准器在扩展的微小流量范围内具有良好计量性能, 满足溯源校准要求, 实现了微升级微小气体流量校准的技术突破。

关键词: 激光干涉仪; 气体; 微小流量; 重复性

中图分类号: TB937

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2021)03-0055-04

Application of Laser Interferometer in Measurement of Micro Gas Flow

ZHAO Yuting, YANG Songtao, ZHANG Yongsheng, YU Huawei

(Changcheng Institute of Metrology & Measurement, Beijing 100095, China)

Abstract: In order to improve the calibration ability of the micro gas flow and expand the lower limit of the flow calibration range, the passive piston glass volume tube master standard was used as the research object, and a method of using a laser interferometer to measure the displacement of the piston in real time to calculate the standard flow was proposed. This method extended the lower limit of the flow range from 1 mL/min to 0.01 mL/min. The flow repeatability test was carried out and the uncertainty of standard flow was analyzed, and the results show that the standard has good measurement performance in the extended micro flow range, meets the traceability calibration requirements, and achieves a technological breakthrough in microliter-scale micro gas flow calibration.

Key words: laser interferometer; gas; micro flow; repeatability

0 引言

气体微小流量测量在航空航天、半导体制造业、生物工程及精细化工等领域有广泛的应用^[1], 微升级别的微小流量测量更是起到至关重要的作用^[2], 因此需要建立具有良好计量性能的气体微小流量标准装置, 满足微升级微小流量的溯源需求^[3]。目前测量不确定度高于 0.5% 的小流量标准装置主要是活塞式气体流量标准装置, 例如: 德国 PTB 建立的标准装置流量范围覆盖 0.003 ~ 3 L/min, 标准流量的不确定度为 0.25% ($k=2$)^[4]。在国内, 航空工业计量所建立的被动活塞式玻璃体积管气体小流量标准装置, 流量范围覆盖 0.001 ~ 10 L/min, 其中 0.01 ~ 10 L/min 扩展不确定度为 0.2% ($k=2$), 0.001 ~ 0.01 L/min 扩展不确定度为 0.5% ($k=2$)。

为了进一步拓展流量范围下限, 本文在现有被动活塞式玻璃体积管气体小流量标准装置的基础上进行技术改进, 利用激光干涉仪替代光电开关, 实时测量

活塞移动位移与时间从而计算得出标准流量。对改进后的标准流量装置进行重复性试验和测量不确定度分析, 验证其准确性和可靠性。

1 原有被动活塞玻璃体积管标准装置

被动活塞玻璃体积管标准装置主要由气源控制部分和主标准器组成, 流量范围为 0.001 ~ 10 L/min, 在 0.001 ~ 0.01 L/min 范围内扩展不确定度为 0.5% ($k=2$), 在 0.01 ~ 10 L/min 范围内扩展不确定度为 0.2% ($k=2$), 适用的工作介质包括空气、氮气、氩气等。气源控制部分通过两级减压形成稳定压力, 为了方便工作过程中流量的显示及调节, 配备了多种流量范围的热式气体质量流量控制器。主标准器包括内径分别为 20, 50, 70 mm 的活塞玻璃体积管, 覆盖流量范围 0.001 ~ 10 L/min^[5]。其中, 内径为 20 mm 的标准器流量范围下限为 0.001 L/min, 是本文的研究对象。该主标准器由温度变送器、压力变送器、活塞、玻璃缸体、光电开关、控制阀门组成^[6], 如图 1 所示。玻璃缸体

内装配有塑料活塞,利用水银环实现玻璃缸体与活塞之间的密封^[7]。气源通过稳压控制在调节阀前形成稳定的压力,并在玻璃缸体末端安装有限位开关,防止活塞碰撞缸体末端造成损坏^[8]。

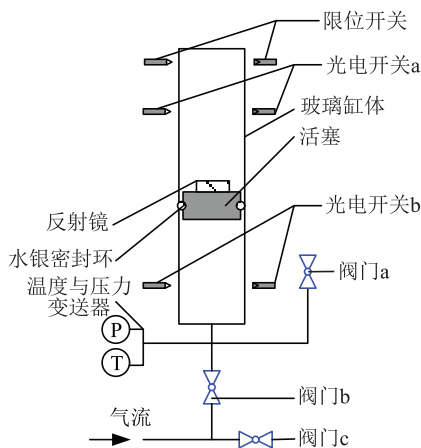


图1 被动式活塞主标准器原理图

装置通过测量活塞分别触发电光开关a、光电开关b的时间间隔及有效长度得到标准流量,有效长度为光电开关a和光电开关b之间的距离,由激光干涉仪标定得到,标定容积值为13.61 mL。由于每完成一个流量点的校准,活塞稳定运行距离应不小于所标定的有效长度,导致微小流量情况装置的工作效率较低。

表1 微小流量点单次校准效率数据表

序号	流量/(mL·min ⁻¹)	单次校准时间/min
1	1	24.5
2	0.5	49
3	0.2	122.5
4	0.1	245
5	0.05	490
6	0.02	1225

表1记录了1 mL/min以下的若干流量点及其单次校准所需的时间,例如0.1 mL/min的单次校准时间为2.3 h,则完成一个流量点校准(至少重复测量三次)需要约7 h。且流量越小,所需的时间越长,这是限制该装置进一步拓展流量范围下限的重要因素。

2 标准流量测量

2.1 测量原理及过程

本文在被动活塞式玻璃体积管标准器的基础上,取消两组光电开关,保留玻璃缸体末端的限位开关用

于限位保护,增加激光干涉仪作为标准器的组成部分,实时同步测量活塞移动的位移和时间,如图2所示。

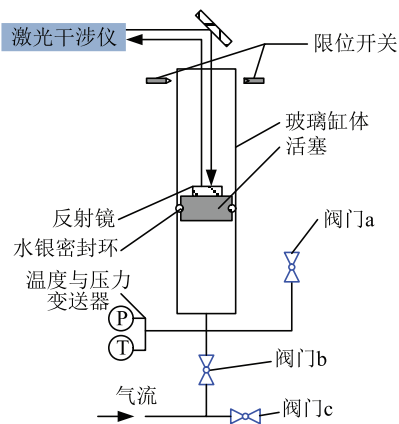


图2 激光干涉仪测量活塞位移原理图

校准过程中,首先连接流量计和管路,打开阀门b,关闭阀门a和阀门c,使活塞上升,通过激光干涉仪的动态测量功能,保证时间和距离测量的同步性,实时测量并记录活塞的位移和对应时间。在稳定流量段,读取活塞运动的距离和时间,计算得出该次校准的标准流量。

相比于原有装置,改进后的流量标准装置能够实时得到活塞移动的位移与时间,在活塞稳定运行的过程中,可以任意选取某段位移用于计算标准流量,尤其是在气体微小流量测量过程中,能够极大提升校准工作效率,进一步拓展流量测量范围下限。

2.2 标准流量计算方法

标准流量计算公式为

$$q_s = \frac{\pi d^2 L T_s p K_s}{4t T p_s K} \quad (1)$$

式中: q_s 为标准状态气体流量; d 为玻璃缸体的内径,m; L 为活塞在缸体内移动的距离,m; t 为活塞运动该段距离所用时间,s; T 为工况下的气体温度,K; p 为工况下的气体压力,Pa; K 为工况下的空气压缩系数; T_s 为标况下的气体温度,即273.15 K; p_s 为标况下的气体压力,即101325 Pa; K_s 为标况下的空气压缩系数。

标准器处的压力变送器的测量范围为0~120 kPa,允许误差为±0.075%;标准器处所用温度变送器的测量范围为0~50℃,最大允许误差±0.1 K。主标准器内工作压力约为101.325 kPa,可认为 $K = K_s$ ^[9],因此式(1)可简化为

$$q_s = \frac{\pi d^2 L T_s p}{4t T p_s} \quad (2)$$

3 标准流量重复性试验

为了获得标准流量的重复性,选取 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 mL/min 共 6 个流量点进行实验,每个流量点测量 6 次。数据处理过程中,根据式(3)计算重复性^[10]。

$$S_n(q) = \frac{1}{q} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2}{n-1}} \quad (3)$$

式中: q_i 为第 i 次标准流量测量值; $\bar{q}$ 为标准流量测量值的平均值; n 为每个流量点的测量次数。

表 2 标准流量的重复性实验数据

设定流量/ (mL · min ⁻¹)	实验数据/(mL · min ⁻¹)						平均值/ (mL · min ⁻¹)	重复性/%	活塞位移 /mm	时间 /min
	1 次	2 次	3 次	4 次	5 次	6 次				
0.5	0.52468	0.52401	0.52435	0.52292	0.52405	0.52470	0.52412	0.115	6.5101	3.87
0.2	0.20963	0.20966	0.20930	0.20884	0.20967	0.20923	0.20939	0.145	5.0221	7.48
0.1	0.10797	0.10780	0.10755	0.10801	0.10790	0.10778	0.10784	0.141	4.0337	11.66
0.05	0.05205	0.05217	0.05204	0.05211	0.05194	0.05216	0.05208	0.152	1.9796	11.85
0.02	0.02375	0.02382	0.02379	0.02380	0.02377	0.02373	0.02377	0.124	1.0185	13.35
0.01	0.01330	0.01327	0.01333	0.01331	0.01329	0.01334	0.01331	0.164	1.0342	24.23

表 2 中的数据表明,本文提出的方法使得流量在 0.01 ~ 0.5 mL/min 范围内的平均校准时间缩短至原有装置平均校准时间的 3%,极大提升了装置的使用效率。分析重复性数据,最差为 0.164%,满足计量校准的要求^[9]。

4 标准流量不确定度分析

标准流量不确定度的评定在标准大气压下进行,环境温度控制为(20 ± 2) °C。

4.1 体积管直径测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(d)$

1) 直径测量重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{d})$

测量三个横截面内直径,共测量 9 次,平均值 $\bar{d} = 20.0120$ mm,直径测量重复性引入的标准不确定度约为 0.008%。

2) 三坐标机引入的不确定度 $u_{\text{rel,B}}(d)$

采用 B 类标准不确定度评定,根据三坐标机检定证书,测量的最大允许误差为 ± 5 μm,假设为均匀分布,则 $u_{\text{rel,B}}(d) = 0.015\%$ 。

则体积管直径测量引入的不确定度

$$u_{\text{rel}}(d) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\bar{d}) + u_{\text{rel,B}}^2(d)} = 0.018\% \quad (4)$$

灵敏系数 $c_d = 2$ 。

4.2 活塞移动距离测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(L)$

采用 B 类标准不确定度评定,活塞移动距离由激光干涉仪测得,根据检定证书,测量的最大允许误差为 ± 2 μm,假设为均匀分布,测量长度最短为 1.026 mm,

引入不确定度约为 0.113%,灵敏系数 $c_L = 1$ 。

4.3 时间测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(t)$

采用 B 类标准不确定度评定,根据激光干涉仪在动态测量模式中的技术参数,时间测量引入的不确定度分量约为 0.005%,灵敏系数 $c_t = 1$ 。

4.4 压力测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(p)$

1) 压力波动引入的不确定度 $u_{\text{rel,B}}(\bar{p})$

采用 B 类标准不确定度评定,标准器内工作压力约为一个标准大气压,工作过程中压力波动约为 ± 50 Pa,假设为均匀分布,引入的不确定度分量约为 0.03%。

2) 压力变送器引入的不确定度 $u_{\text{rel,B}}(p)$

采用 B 类标准不确定度评定,根据标准器处所用压力变送器的校准证书,最大允许误差为 ± 0.075% FS,满量程为 120 kPa,假设为矩形分布,引入的不确定度约为 0.052%。

压力测量引入的不确定度

$$u_{\text{rel}}(p) = \sqrt{u_{\text{rel,B}}^2(\bar{p}) + u_{\text{rel,B}}^2(p)} = 0.06\% \quad (5)$$

灵敏系数 $c_p = 1$ 。

4.5 温度测量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(T)$

1) 温度波动引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{T})$

采用 B 类标准不确定度评定,工况下的温度约为 20 °C (293.65 K),工作过程中温度波动约为 ± 0.2 K,假设为均匀分布,引入的不确定度分量约为 0.04%。

2) 温度变送器引入的不确定度 $u_{\text{rel,B}}(T)$

采用 B 类标准不确定度评定,根据标准器所用温

度变送器的校准证书,最大允许误差为 $\pm 0.1\text{ K}$,假设为矩形分布,引入的不确定度分量约为 0.02% 。

温度测量引入的不确定度

$$u_{\text{rel}}(T) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\bar{T}) + u_{\text{rel,B}}^2(T)} = 0.045\% \quad (6)$$

灵敏系数 $c_T = 1$ 。

4.6 合成标准不确定度

标准流量不确定度分量汇总如表 3 所示,其中合成标准不确定度根据式(7)计算。

$$u_{\text{rel}}(q_s) = [c_d^2 u_{\text{rel}}^2(d) + c_L^2 u_{\text{rel}}^2(L) + c_t^2 u_{\text{rel}}^2(t) + c_p^2 u_{\text{rel}}^2(p) + c_T^2 u_{\text{rel}}^2(T)]^{1/2} \quad (7)$$

表 3 不确定度分量汇总表

分量	不确定度来源	标准不确定度/%	灵敏系数
$u_{\text{rel}}(d)$	直径测量	0.018	2
$u_{\text{rel}}(L)$	移动距离测量	0.113	1
$u_{\text{rel}}(t)$	时间测量	0.005	1
$u_{\text{rel}}(p)$	压力测量	0.06	1
$u_{\text{rel}}(T)$	温度测量	0.045	1

根据表 3 可知,合成标准不确定度 $u_{\text{rel}}(q_s) = 0.18\%$,合成标准不确定度标准流量的扩展不确定度约为 $U = 0.36\% (k=2)$ 。

5 总结

使用激光干涉仪实时测量活塞移动位移,有效提升了被动活塞式玻璃体积管气体流量校准装置的工作效率,将流量范围下限从 1 mL/min 扩展至 0.01 mL/min 。通过标准流量重复性试验证明该装置在所扩展范围内

具有良好的计量性能,标准流量的不确定度 $U = 0.36\% (k=2)$,满足溯源校准要求,提升了气体微小流量的校准能力。

参考文献

- [1] 蔡武昌. 微小流量仪表性能及其应用[J]. 石油化工自动化, 2009, 45(4): 1-5, 10.
- [2] 王桂娜, 苏小光. 微小气体流量检测技术的研究[J]. 中国测试技术, 2006, 32(6): 52-54.
- [3] 徐亚. 气体小流量计量方法研究与标准装置开发[D]. 湖南: 中南大学, 2012.
- [4] 宋情洋. 被动活塞式微小气体流量标定 q 装置的研究[D]. 浙江: 中国计量大学, 2019.
- [5] 张毅治, 于华伟. 活塞式玻璃体积管气体流量标准装置试验验证[J]. 计测技术, 2015, 35(S1): 163-164.
- [6] 蒋文强, 张永胜, 于华伟. 被动活塞式气体小流量标准装置的研究与应用[J]. 计测技术, 2018, 38(S1): 50-52.
- [7] 张永胜, 赵艳琴, 董磊. 水银环密封技术在被动活塞式主标准器的应用[J]. 工业计量, 2010, 20(S1): 76-77, 107.
- [8] 张永胜, 白银. 被动活塞式气体流量主标准器[J]. 宇航计测技术, 2011, 31(1): 67-70.
- [9] 王池, 王自和, 张宝珠, 等. 流量测量技术全书[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012.
- [10] 国家质量监督检验检疫总局. 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.

收稿日期: 2021-02-22; 修回日期: 2021-03-11

基金项目: 国家“十一五”技术基础科研项目(J052006A104)

引用格式: 赵玉婷, 杨松涛, 张永胜, 等. 激光干涉仪在气体微小流量测量中的应用[J]. 计测技术, 2021, 41(3): 55-58.